

Mikroskopi sa skenirajućom sondom

Dr Dana Vasiljević – Radović, naučni savetnik

IHTM – Centar za mikroelektronske tehnologije

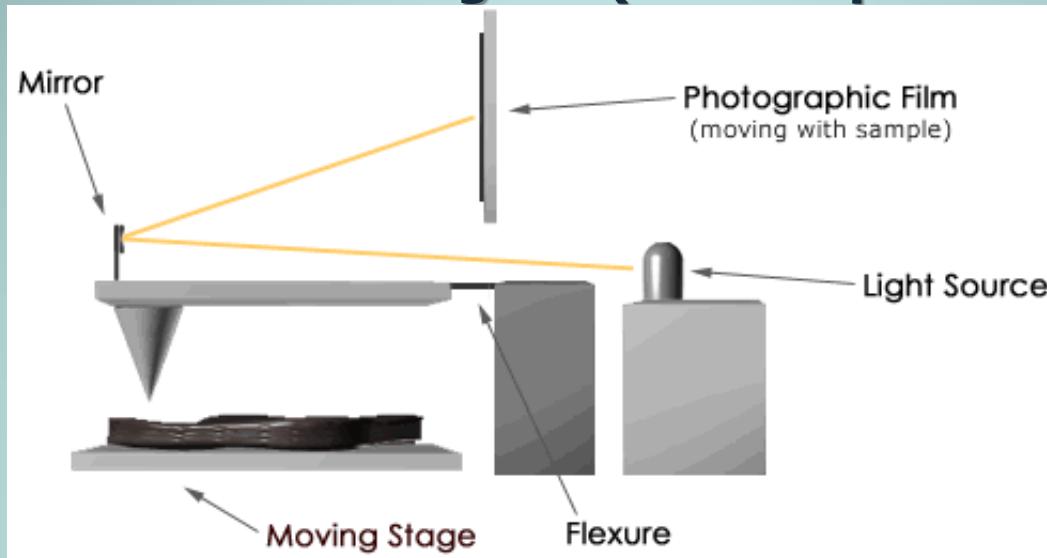
dana@nanosys.ihtm.bg.ac.rs

www.nanosys.ihtm.bg.ac.rs

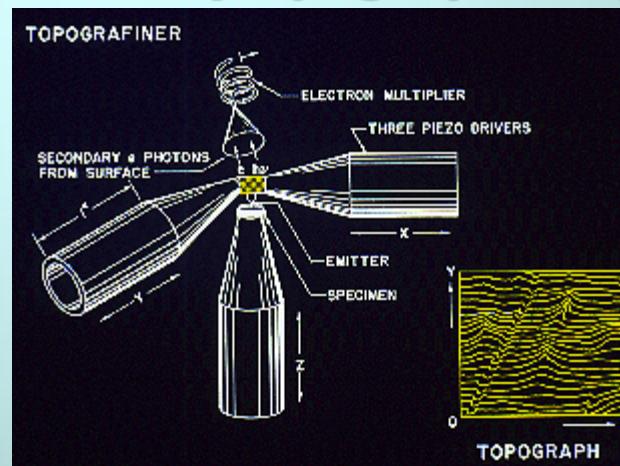
Mikroskopi sa skenirajućom sondom (SPM) - zajednički naziv za široku grupu instrumenata koji se koriste za proučavanje površina različitih materijala na mikro/nano nivou.

- **Skenirajući tunelski mikroskop (STM)**
- **Mikroskop atomskih sila (AFM)**
- **Ostale modifikovane tehnike**
 - **Skenirajući termalni mikroskop (SThM)**
 - **Skenirajući elektrohemski mikroskop (SECM)**
 - **Mikroskop magnetnih sила (MFM), itd**

1929. god. - Profilometar sa iglom (Surface profiler) - G. Schmalz

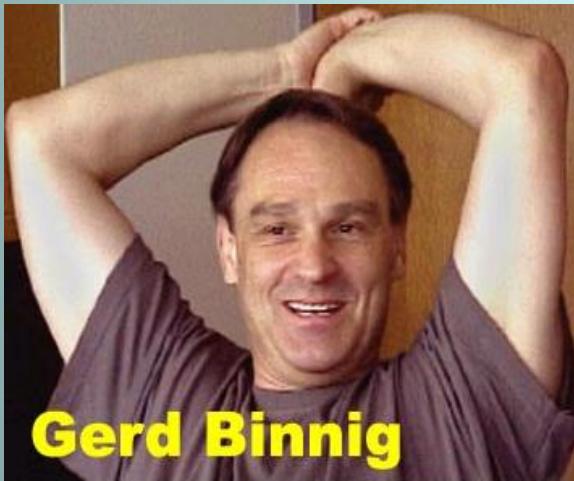


**1971.god. – Bezkontaktni profilometar (Topographiner)
Russel Young**

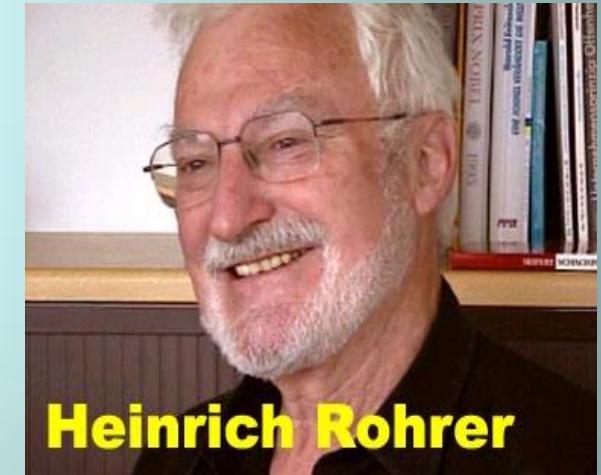
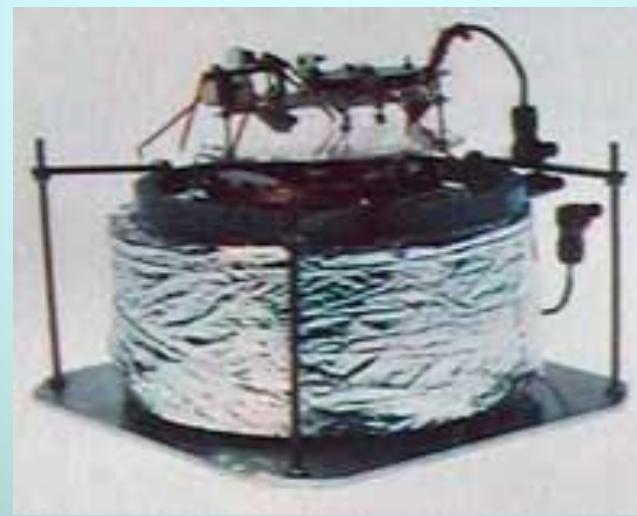


1981. god. - STM

- G. Binning i H. Roher su ideju R. Younga doveli do praktične realizacije 1981. god. i ostvarili atomsku rezoluciju na Si
- 1986. god. dobili su Nobelovu nagradu



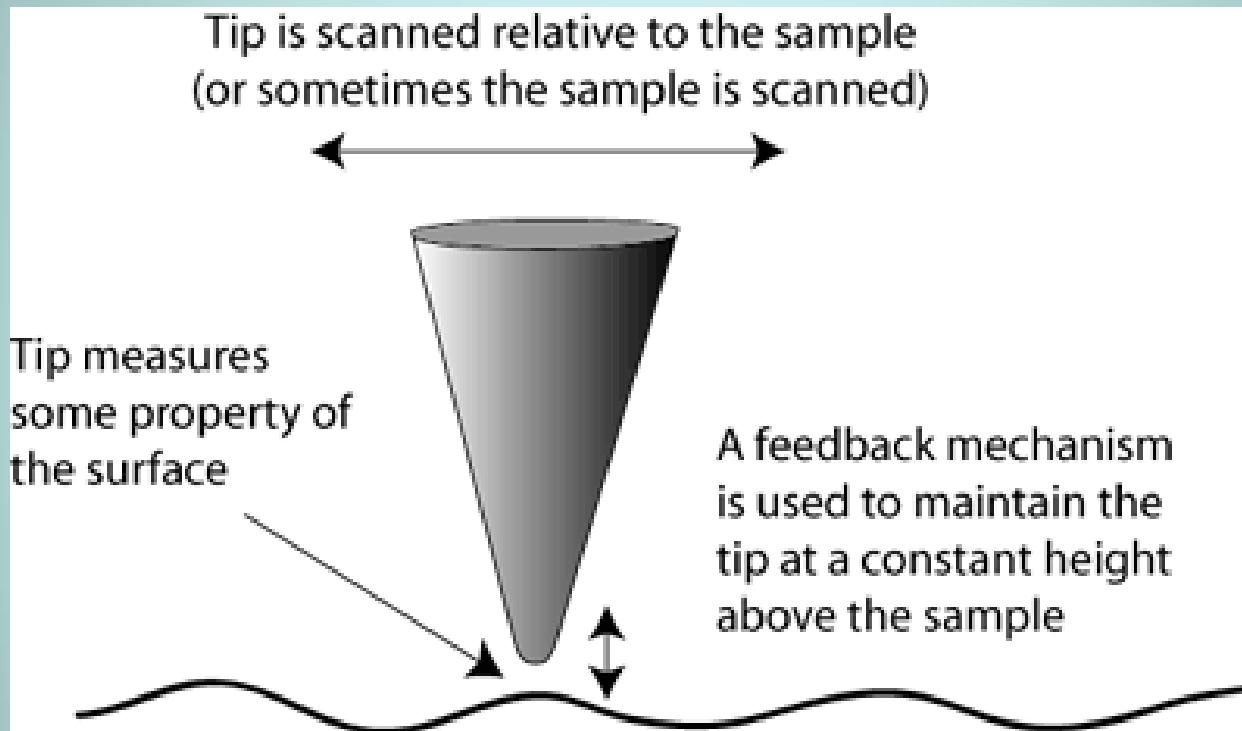
Gerd Binnig



Heinrich Rohrer

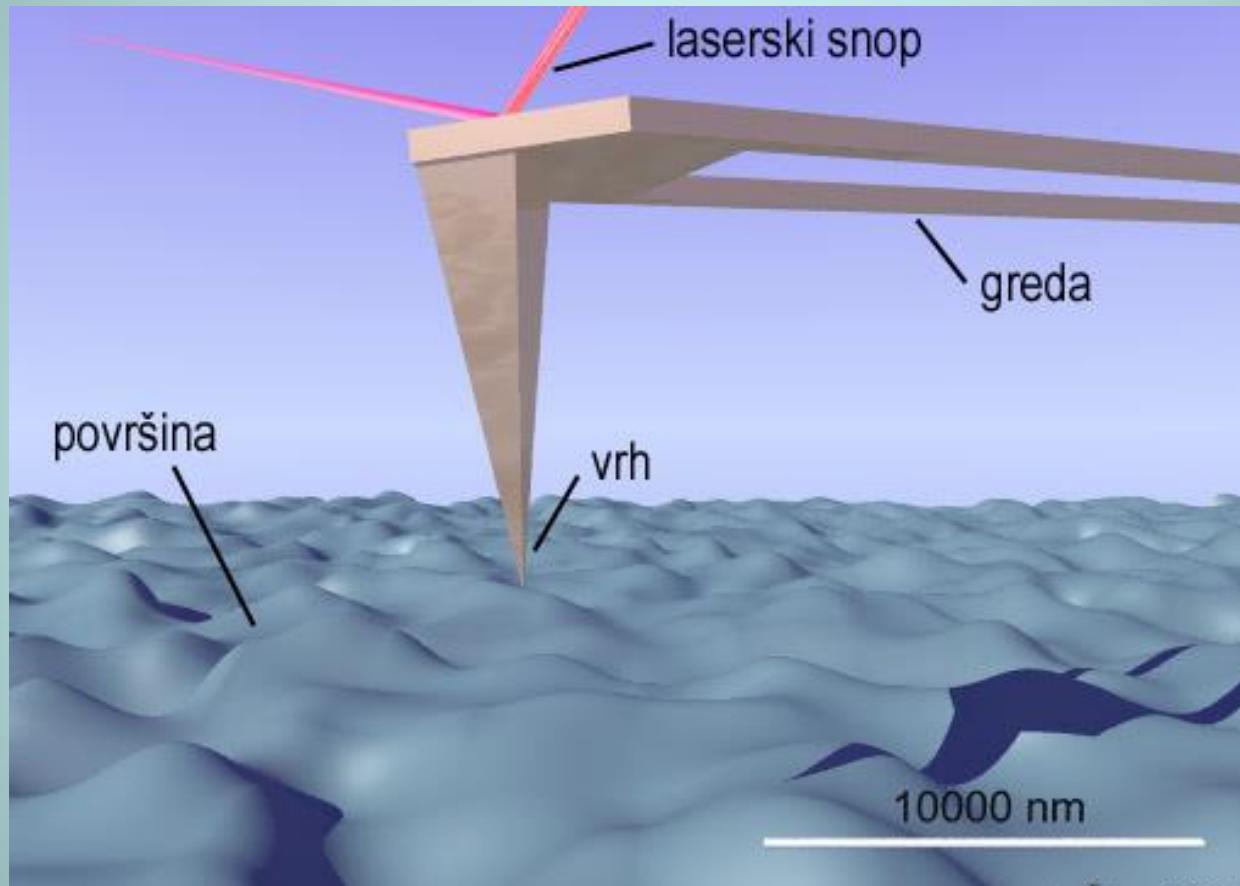
Godina	Pronalazak
1981.	Binnig i Rohrer izumeli STM (IBM Cirić)
1982.	Binnig pomoću STM-a prikazao atomsku rezoluciju na Si (7x7)
1984.	Prvi Near-field optički mikroskop
1985.	Binnig, Gerber, i Quate – prvi AFM
1986.	Binnig i Rohrer dobili Nobelovu nagradu za STM
1987.	<ul style="list-style-type: none"> • Atomska rezolucija pomoću AFM-a - T. Albrecht (Stanford) • Bezkontaktni AFM • MFM
1988.	Prvi komercijalni AFM
1991.	Prva AFM sonda dobijena mikrofabrikacijom
1992.	Prva gredica sa piezootpornikom
1993.	TappingMode
1994.	TappingMode primenjen u tečnosti

Princip rada je zasnovan na interakciji vrha sonde i uzorka



1986. – AFM

Gerd Binnig i Christoph Gerber



Princip rada zasnovan je na merenju sile između vrha sonde i uzorka

Osnovne karakteristike:

Prednosti

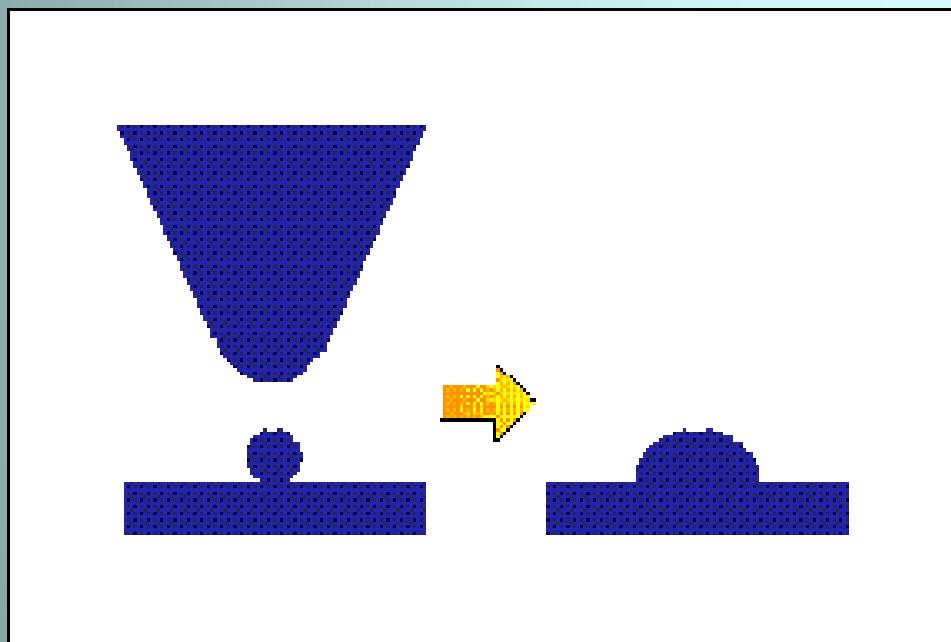
- mogućnost 3-D prikaza površine
- analiza fine strukture - nm/ μm nivo
- snimanje u različitim sredinama– tečna/gasovita
- jednostavna priprema uzorka

Nedostatci

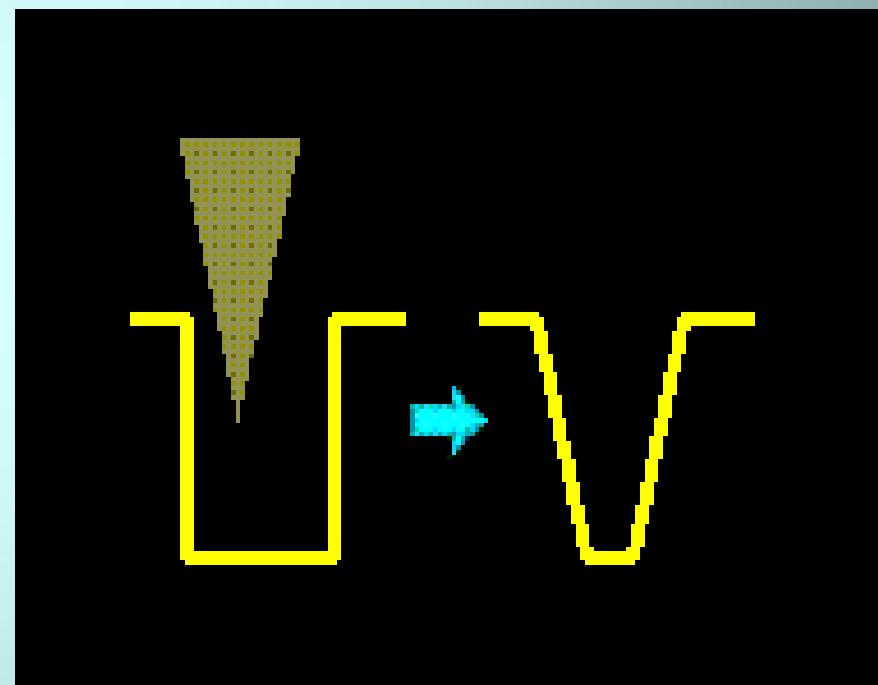
- Mala površina koja se posmatra (max 150x150 μm)
- Relativno mala brzina skeniranja
- Hrapavost površine ne sme biti velika (max hod skenera je do 10 μm)
- Moguća izobličenja u prikazu (male sfere i duboki otvori)

Moguća izobličenja u prikazu površine

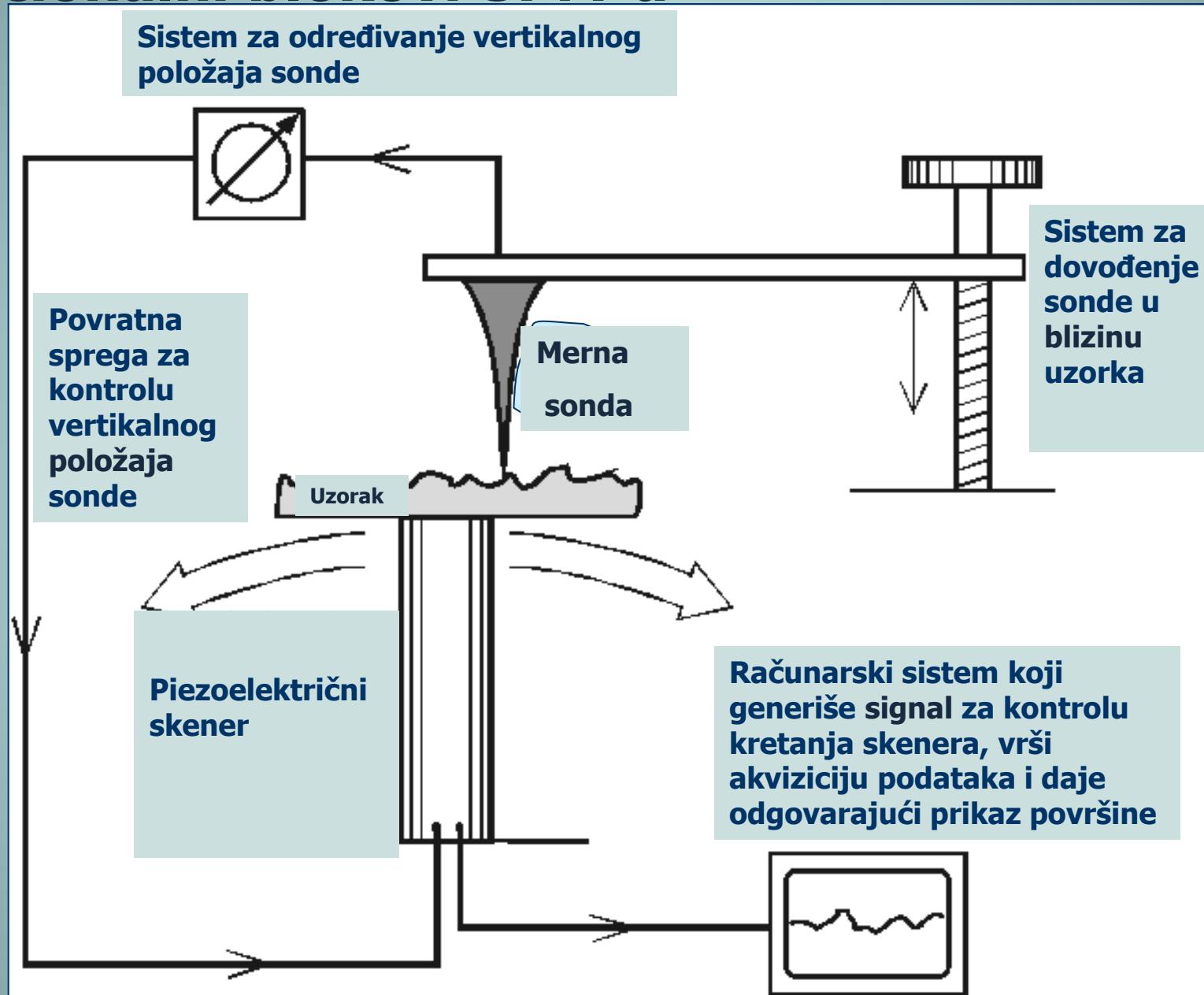
Sferni oblici



Duboki otvori

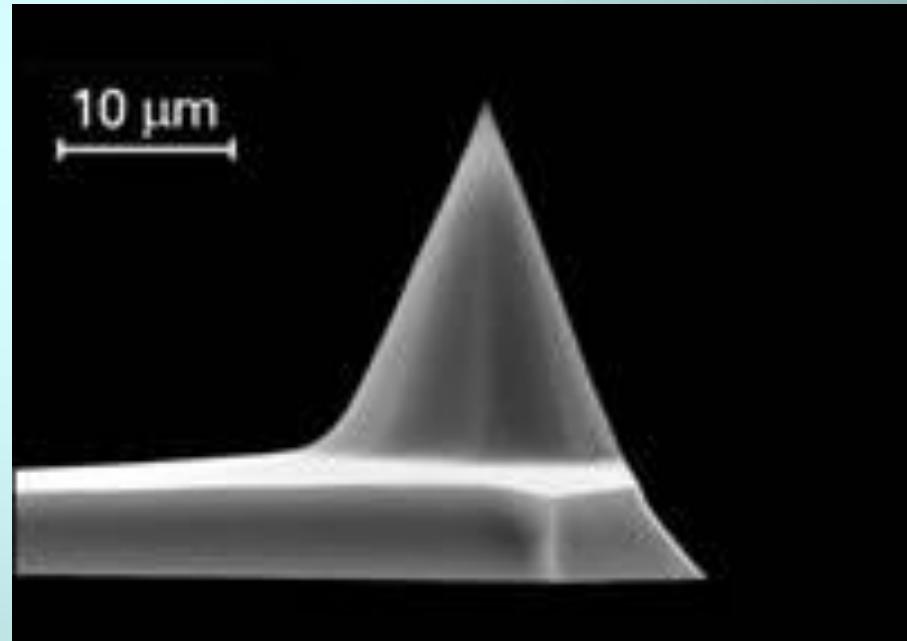
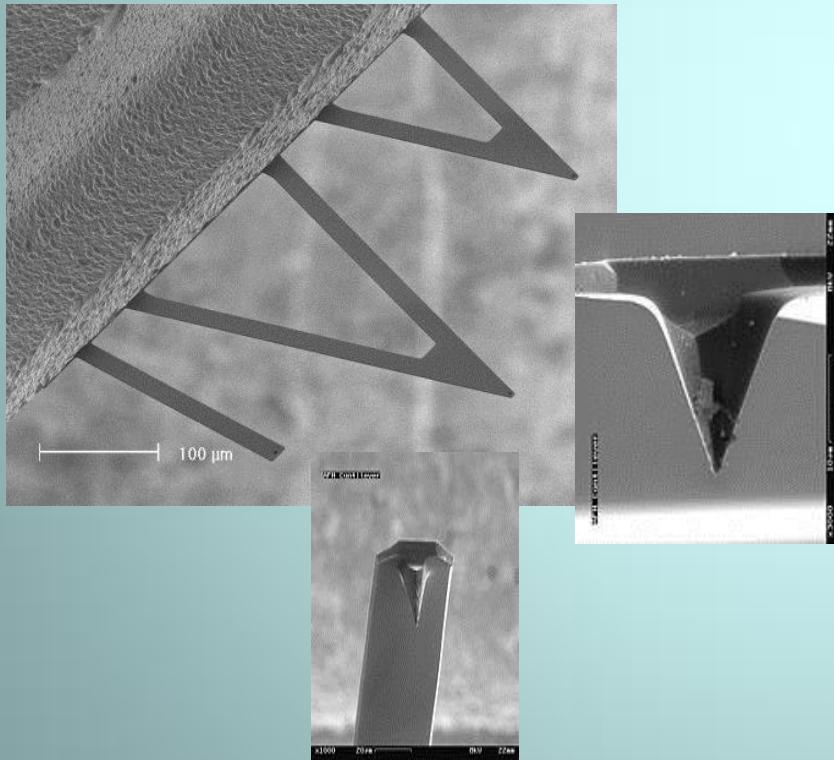


Funkcionalni blokovi SPM-a



Mikrogrđice

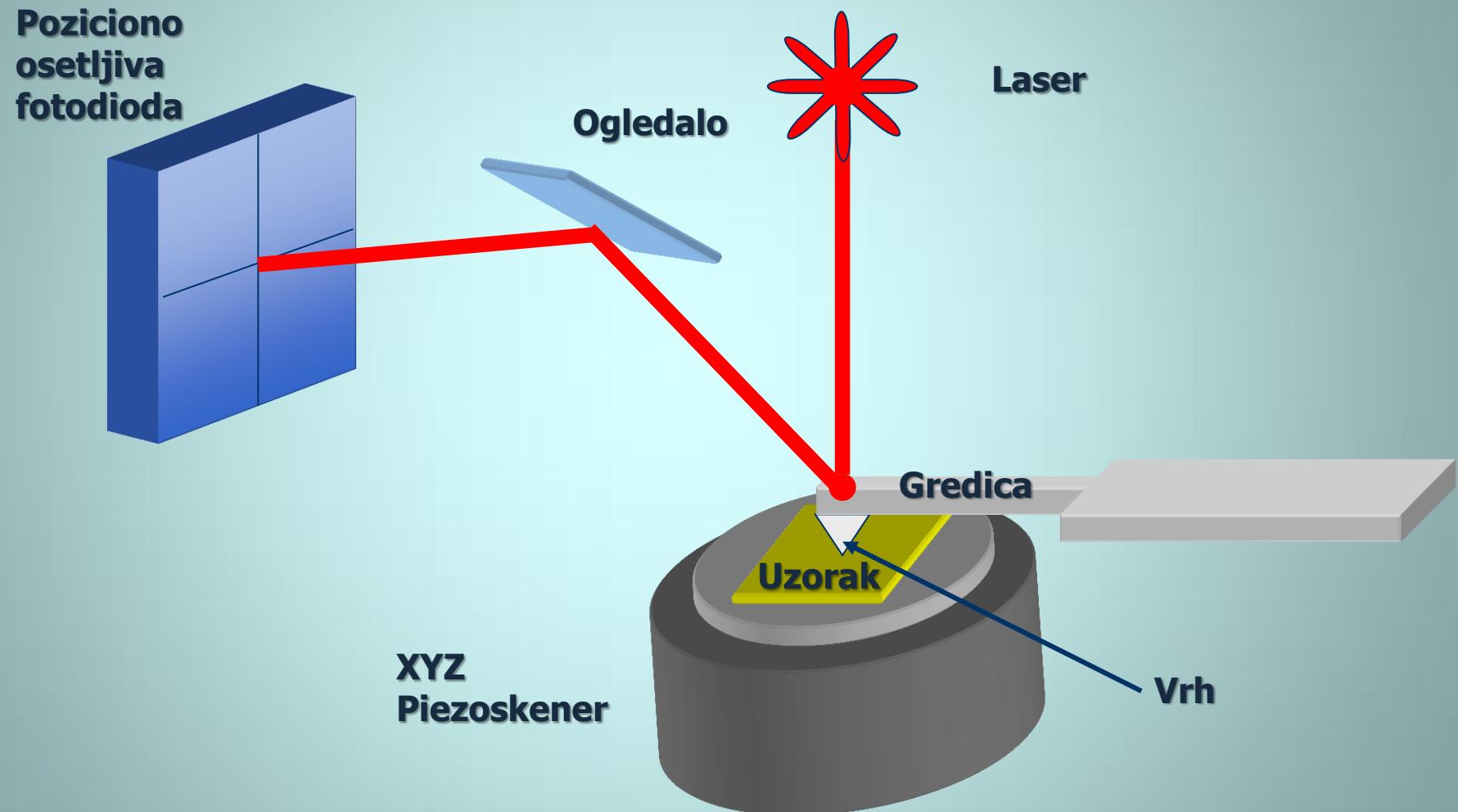
- Silicijumske
- Silicijum nitridne
- Silicijumske sa dijamantskom prevlakom



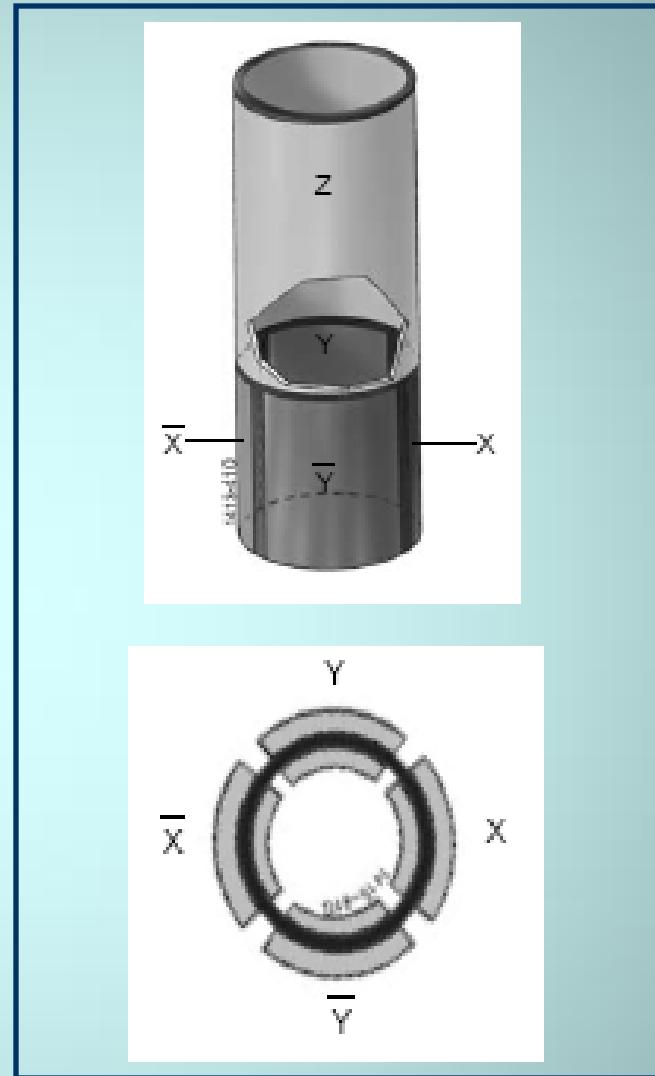
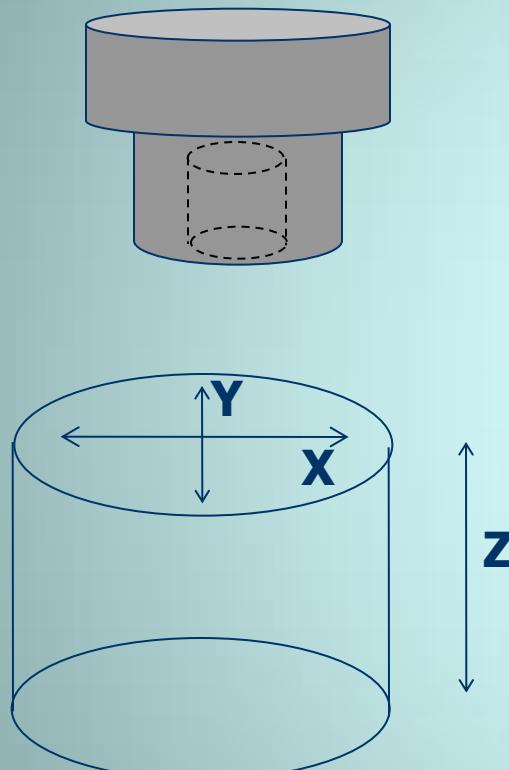
Tipični parametri gredica

Tip gredice		L [μm]	w [μm]	t [μm]	k [N/m]	f _r [kHz]
kontaktna	A	180	25	1	0,26	40
	B	180	38	1	0,40	45
beskontaktna	A	180	25	2	2,1	80
	B	180	38	2	3,2	95

Sistem za merenje savijanja mikrogredice – princip optičke poluge

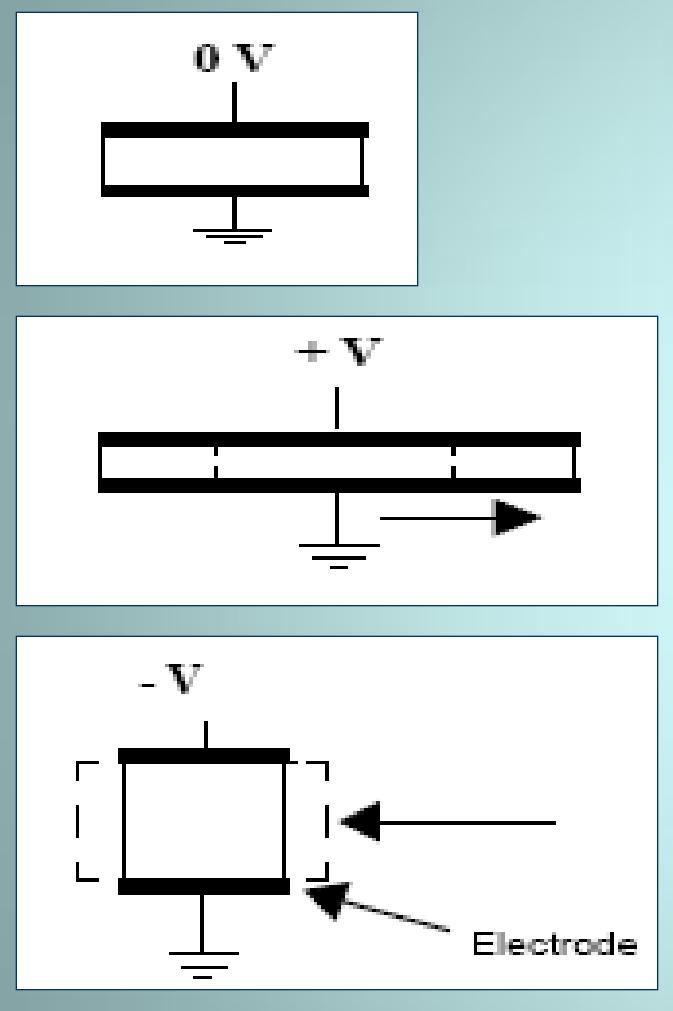


Piezoelektrični skener

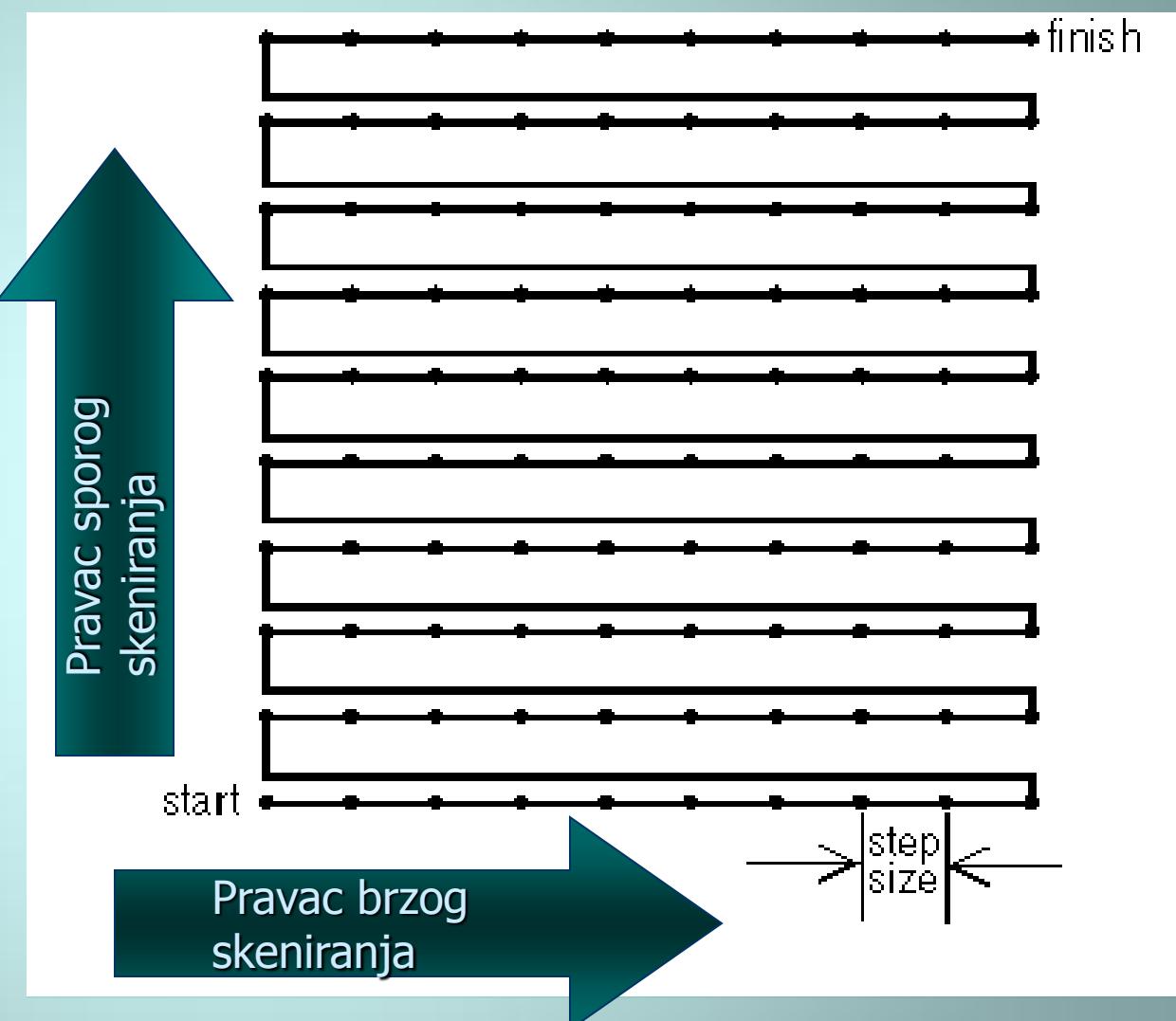


Piezoelektrična cev sa X-Y-Z konfiguracijom AC signala koja omogućava kretanje duž tri osnovna pravca

Piezoelektrični skener



Uticaj primjenjenog napona na
piezoelektrični materijal

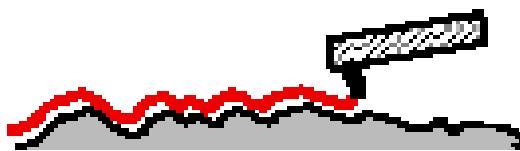


Performanse skenera

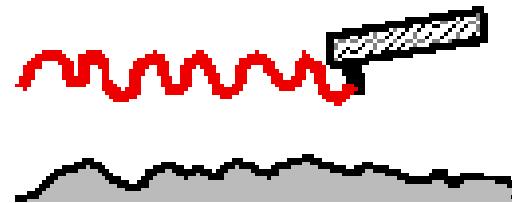
	Skener	Opseg skeniranja		Rezolucija	
		Max. lateralni	Max. vertikalni	Max. lateralna	Max. vertikalna
Standardne	Large Area piezoelektrični skener (≈ 90µm)	≈ 90µm	7,5µm	0,25 Å	0,025 Å
Opcione	5µm piezoel. skener	5µm	2,5µm	0,0013 Å	0,009 Å

Osnovni režimi rada AFM-a

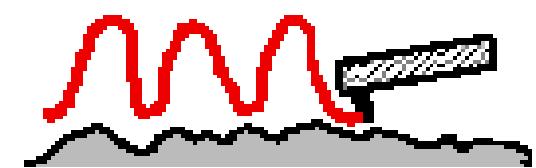
Kontaktni režim



Bezkontaktni režim



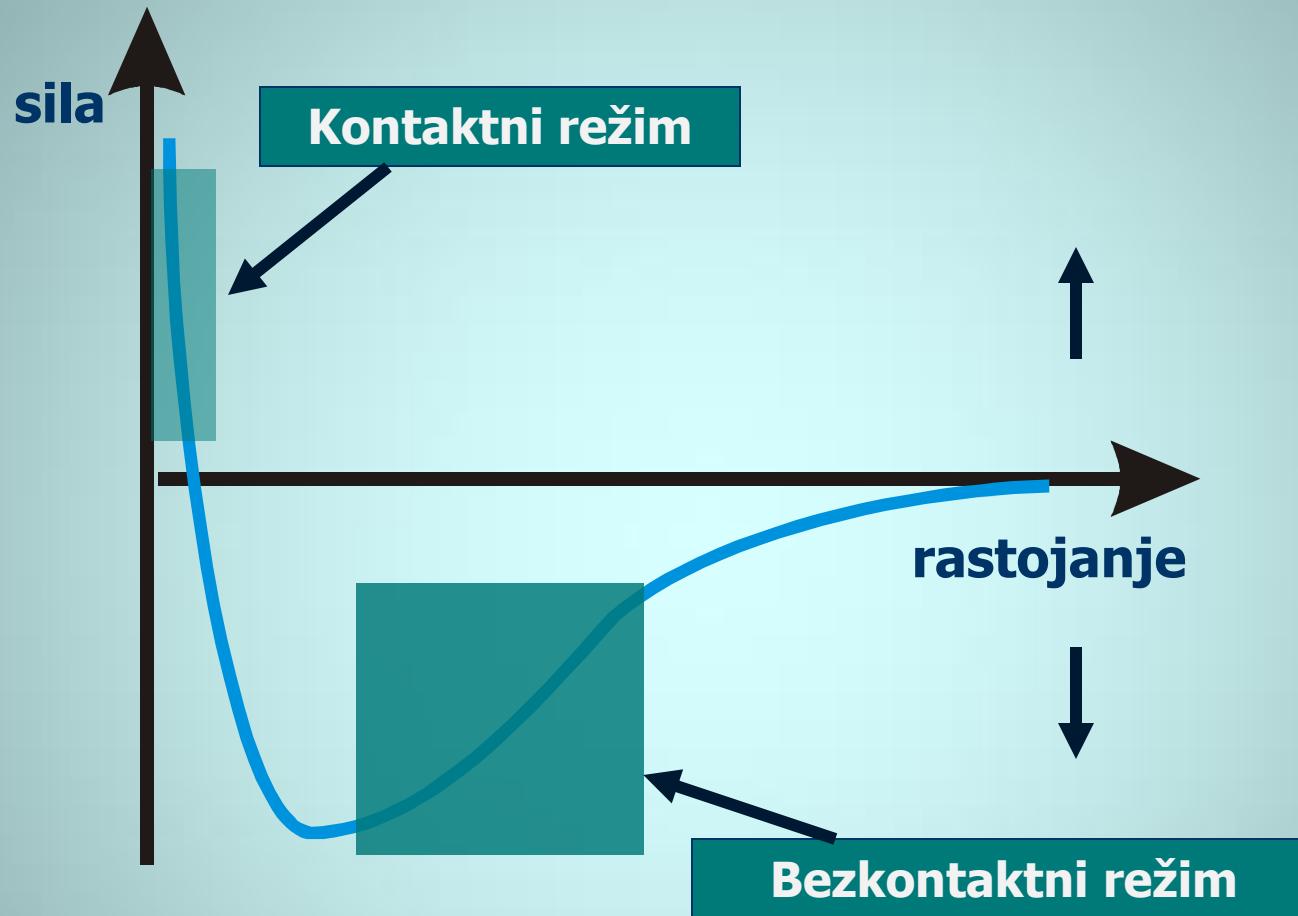
"Tapping" režim



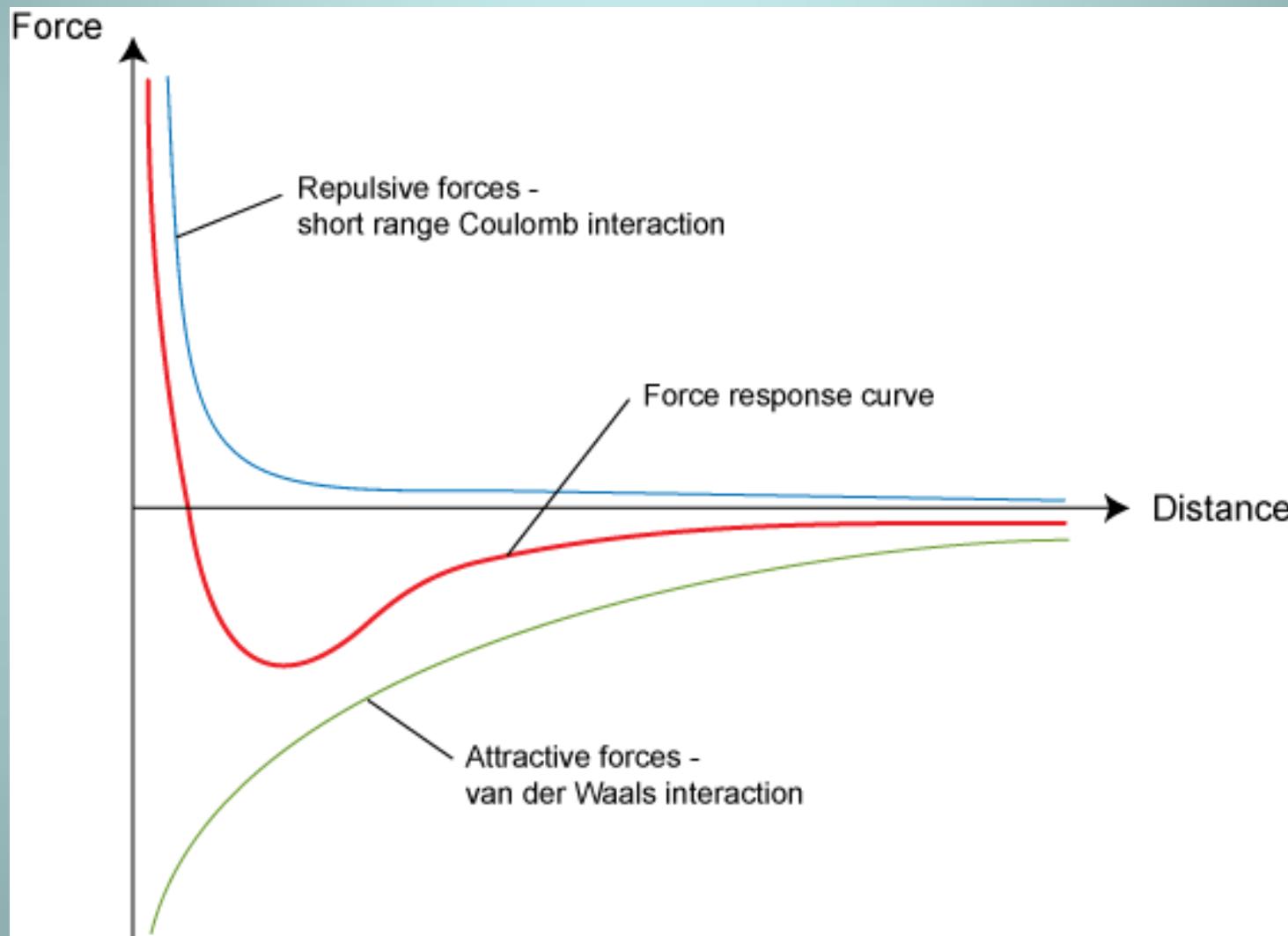
- Konstantna sila
- Visoka rezolucija
- Mogućnost oštećenja površine

- Promenljiva sila
- Manja rezolucija
- Nedestruktivan

- Promenljiva sila
- Poboljšana rezolucija
- Nedestruktivan



Zavisnost sile od rastojanja

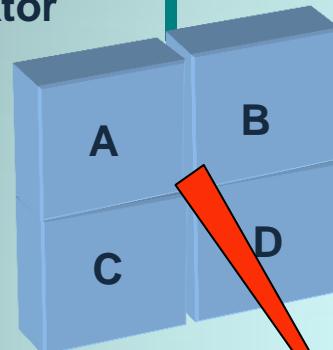


Ostale sile koje deluju između vrha sonde i površine uzorka:

- Elektrostatičke i magnetne sile - opseg delovanja ~1000 nm (1 μm)
- Sile hemijskih veza - opseg <1 nm
- Kapilarne sile prouzrokovane tankim slojem vode na površini uzorka (samo kod merenja koja se vrše na vazduhu)

Blok shema – kontaktni režim

Poziciono
osetljivi
fotodetektor



laser

sočivo

mikrogredica sa vrhom

uzorak

Piezoelektrični
skener

Generator

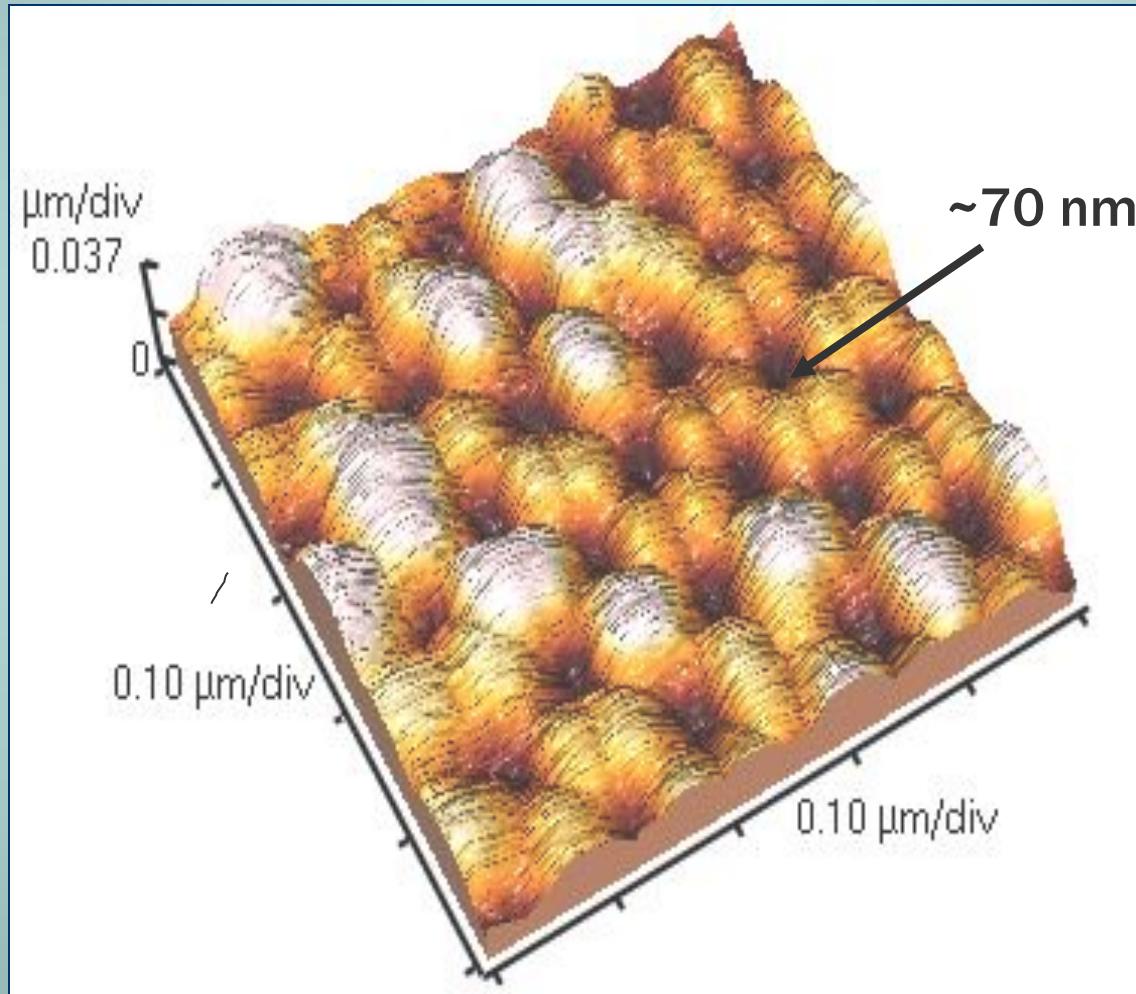
Lock-in

Sistem za
kontrolu
položaja
skenera

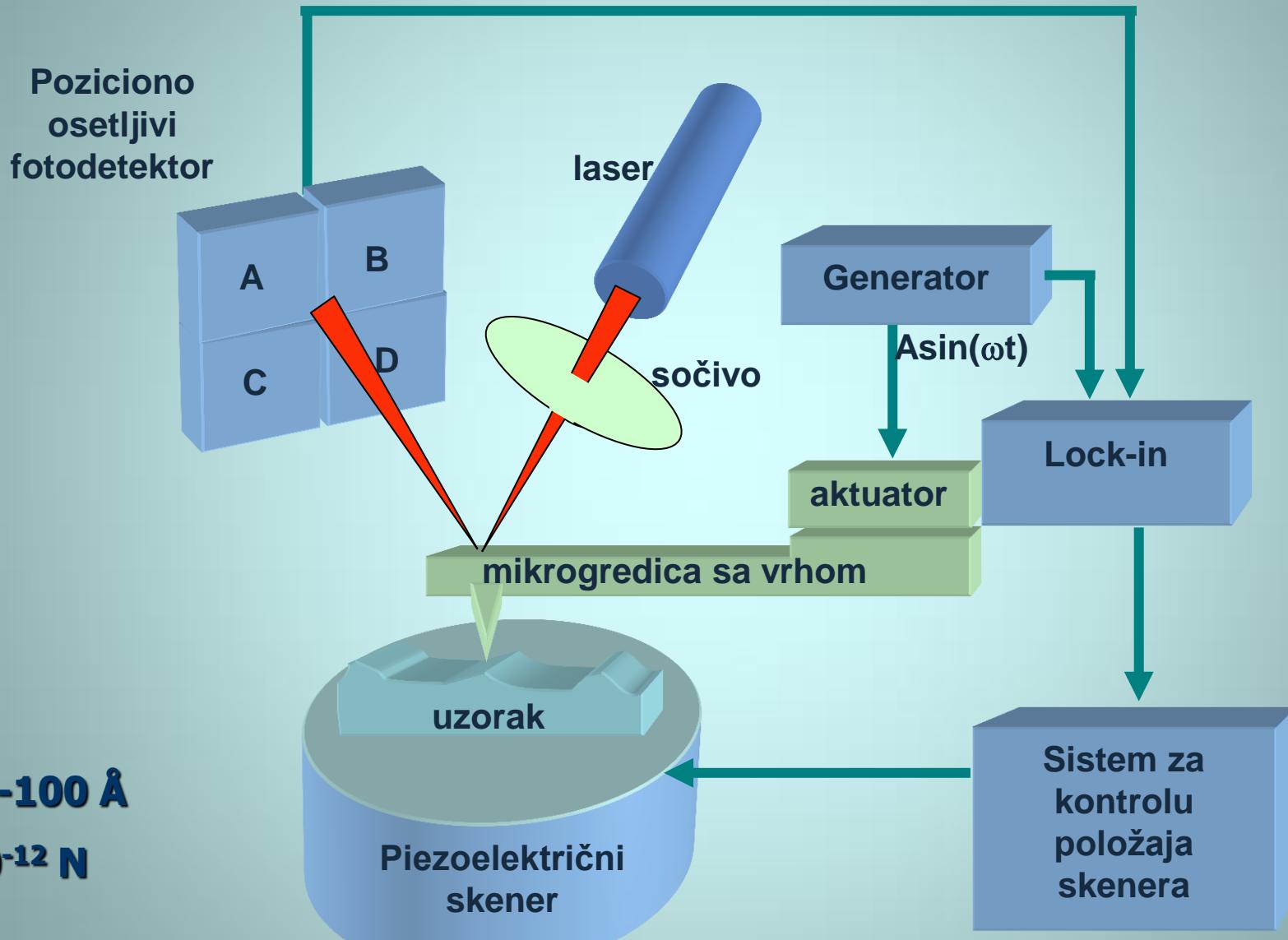
Rezolucija:

- vertikalna $< 1 \text{ \AA}$
 - lateralna $\sim 10 \text{ \AA}$
 - Rezolucija
merenja sile $\sim 1 \text{ nN}$
- $F \sim 10^{-7} - 10^{-6} \text{ N}$

Anodizirani aluminijum – 3D prikaz i dimenzije nanopora



Bezkontaktni režim AFM-a

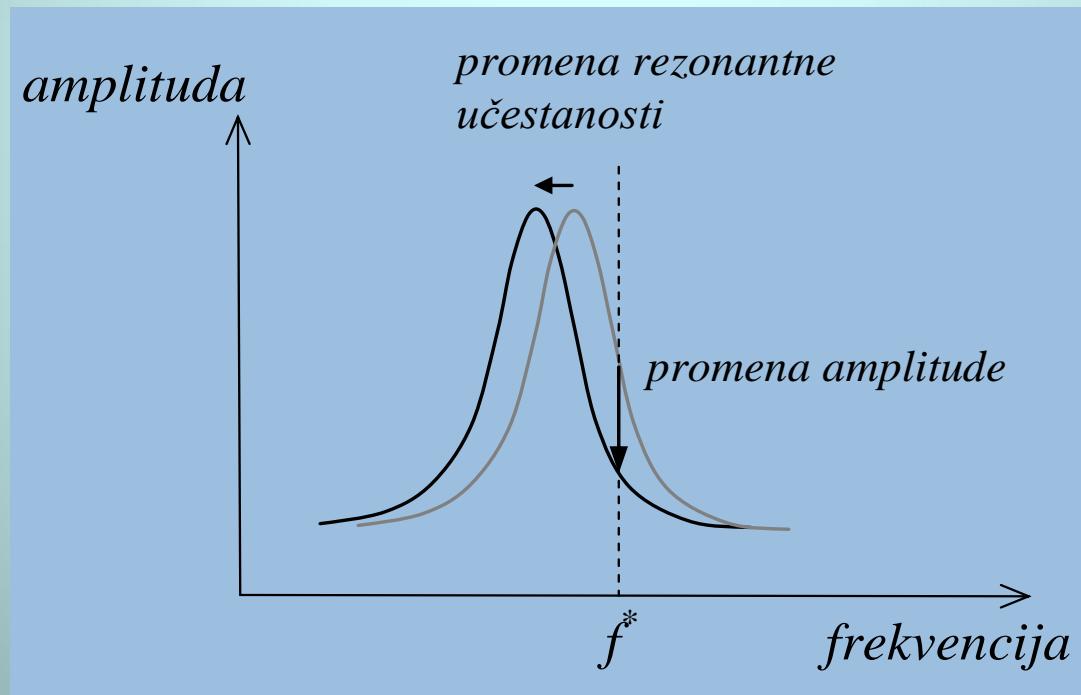


$r \sim 50-100 \text{ \AA}$

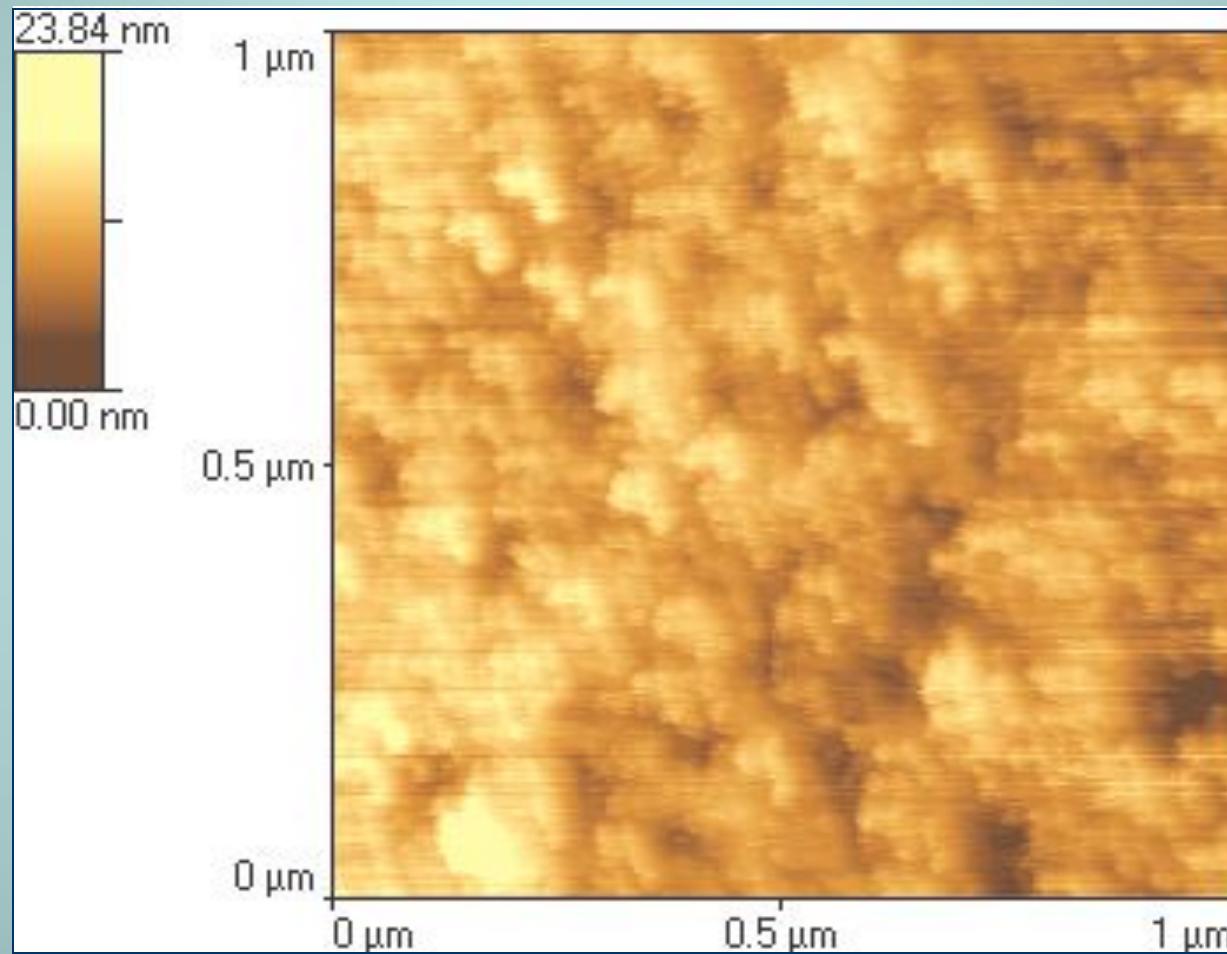
$F \sim 10^{-12} \text{ N}$

Bezkontaktni režim

- Gredica osciluje na frekvenciji nešto iznad rezonantne (50-400 Hz) sa amplitudom od nekoliko desetina Å.
- Tokom skeniranja menja se rezonantna učestanost, a time i amplituda oscilovanja gredice usled interakcije vrh – uzorak i na osnovu toga dobija se topografija površine

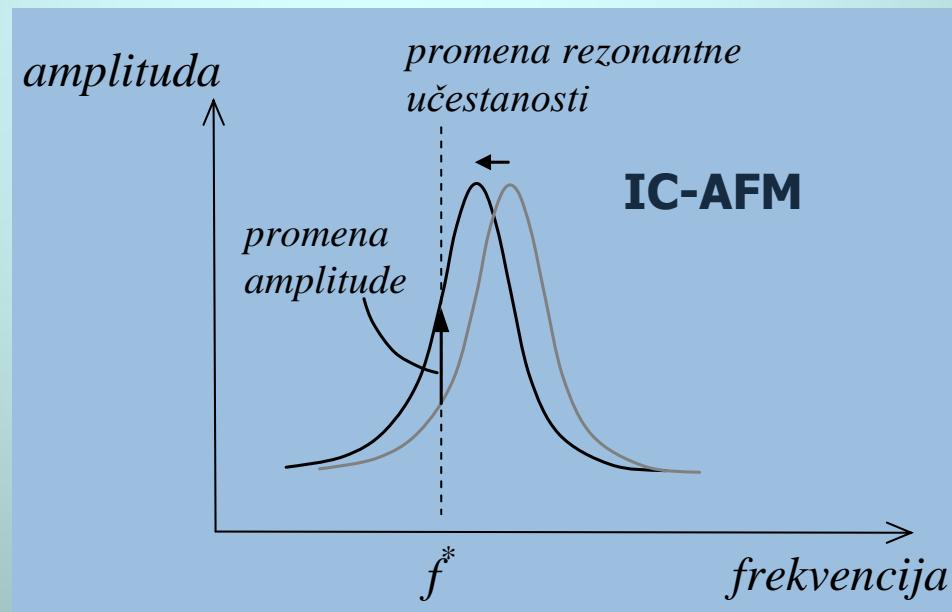


Lignin – prirodni polimer



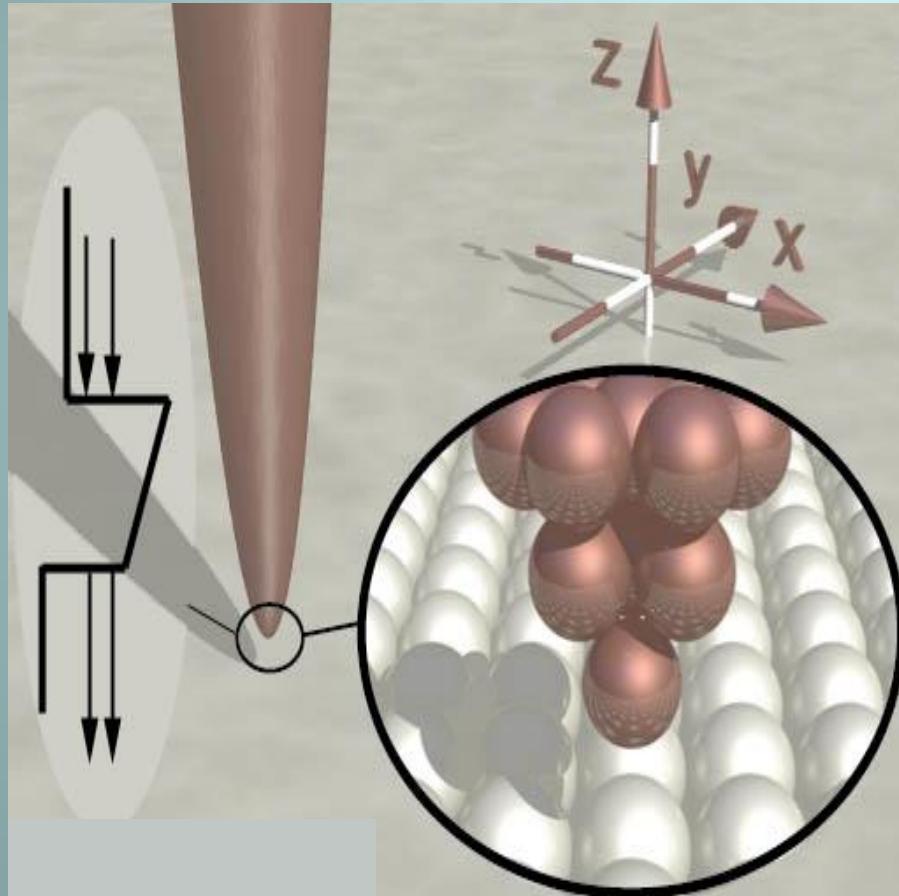
“Tapping” režim (IC-AFM)

- Princip rada je analogan bezkontaktnom režimu
- Gredica je bliže uzorku i osciluje sa većom amplitudom u odnosu na bezkontaktni režim, tako da u najnižoj tački ciklusa, vrh dodiruje uzorak.
- Učestanost oscilovanja je nešto ispod rezonantne, tako da sa smanjenjem rastojanja vrh gredice – uzorak, amplituda oscilovanja raste i dolazi do kontakta sa uzorkom



STM sonda

PtIr žica, debljine 0,5 mm, 45°



- STM je namenjen posmatranju površina provodnih materijala i poluprovodnika.
- STM tehnika omogućava dobijanje atomske rezolucije u xy ravni ($\sim 10 \text{ \AA}$) i subangstremsku ($< 1 \text{ \AA}$) u z pravcu

Struja tunelovanja

Tipična vrednosti struje je ispod 5 nA i njena zavisnost od rastojanja vrh-uzorak je eksponencijalna.

$$I \propto e^{-2Kd}$$

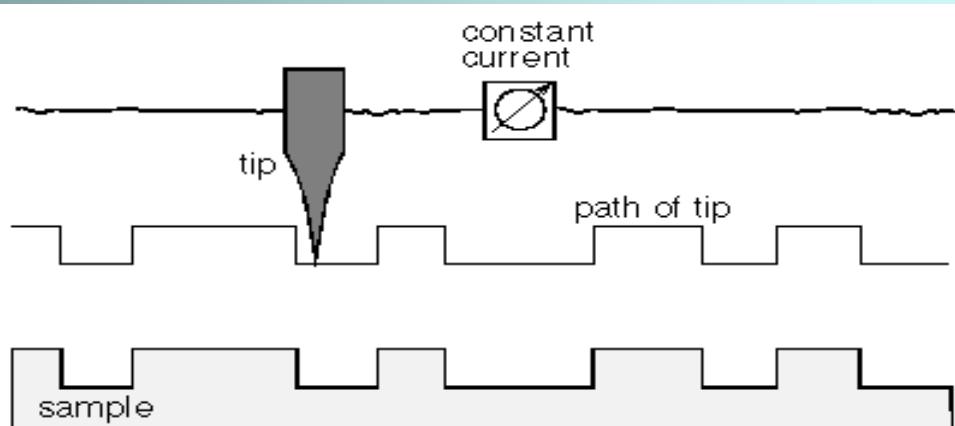
$$K \approx \frac{\sqrt{2m\Phi}}{\hbar}$$

d- rastojanje vrh sonde – uzorak

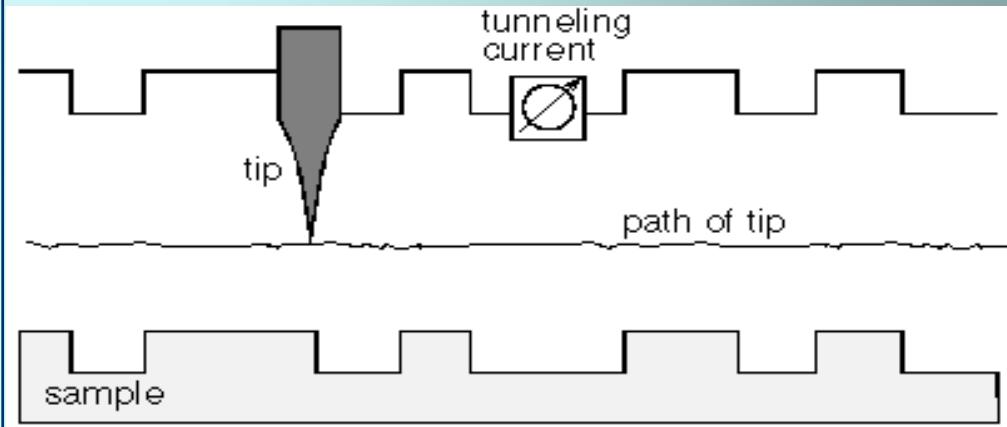
Osetljivost je velika - promena rastojanja za 10% dovodi do promene struje tunelovanja za red veličine.

Modovi rada STM-a

Mod: konstantna struja



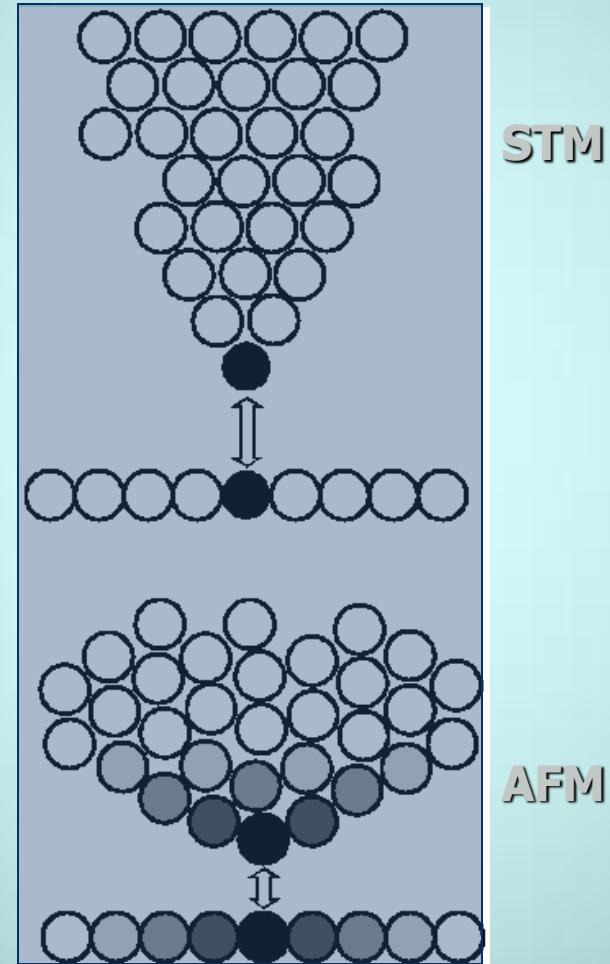
Mod: konstantna visina



- bolja vertikalna rezolucija
- sporije skeniranje – vrh mora da prati promene topografije površine

- manja vertikalna rezolucija
- veća brzina skeniranja

Uporedni prikaz STM i AFM sonde

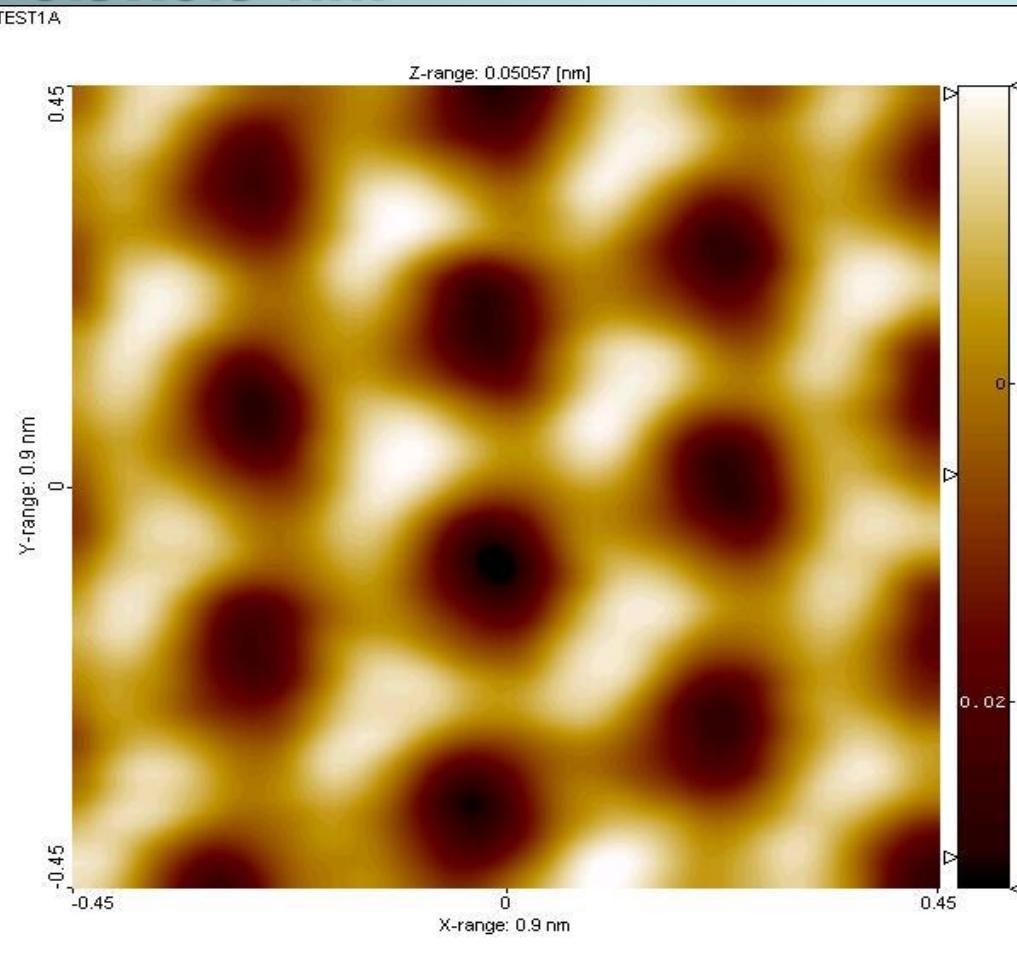


Primena

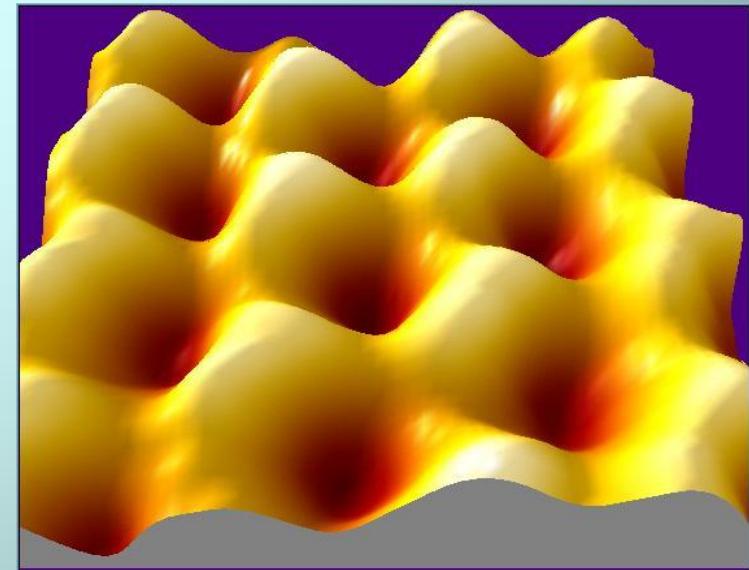
- **Merenje** - snimanje topografije površine različitih materijala
- **Modifikacija** – iscrtavanje likova na substratu (nanolitografija);
- **Manipulacija** - pomeranje atoma ili molekula po površini;

Slika sa STM-a 0.9x0.9 nm

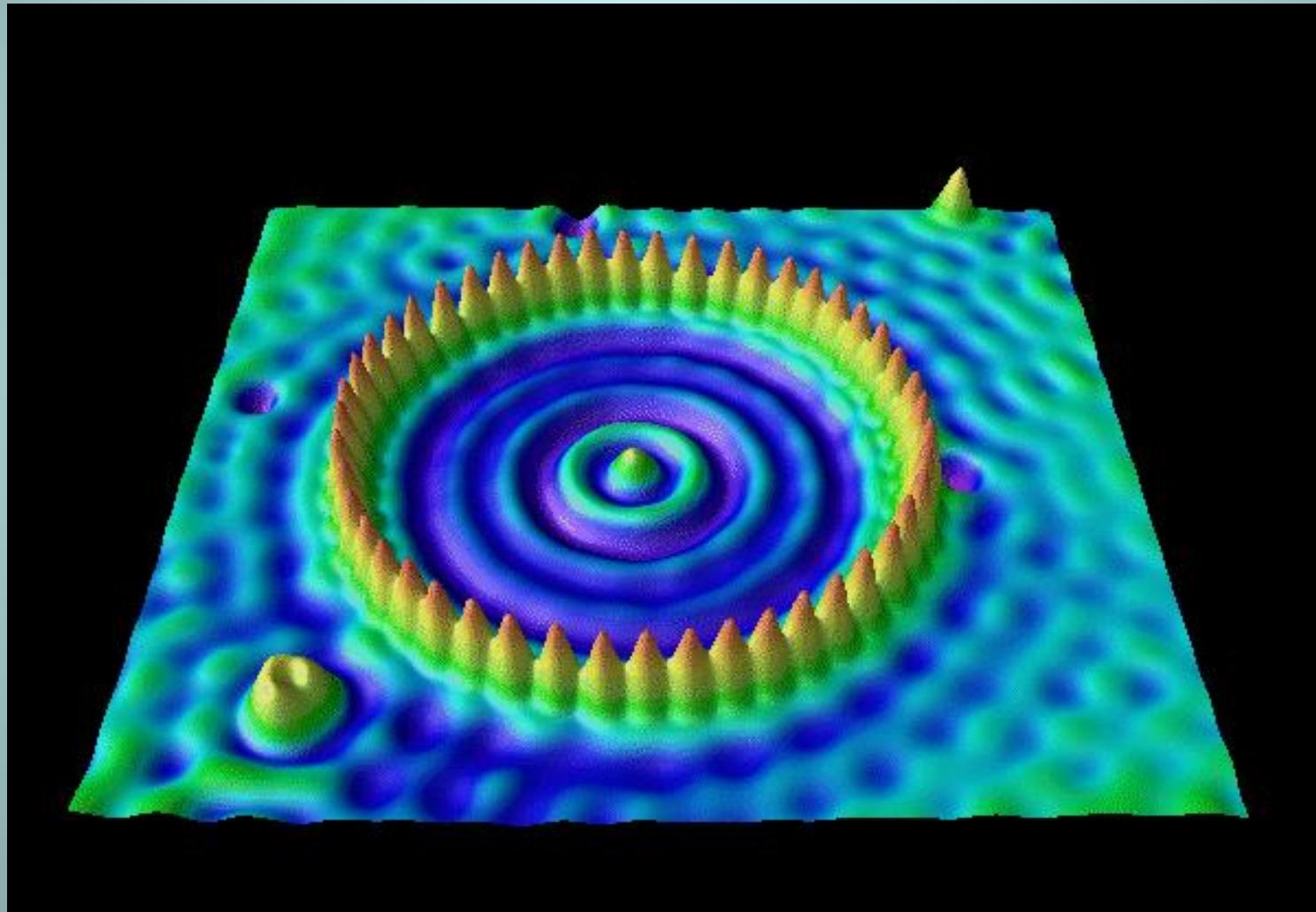
TEST1A



3D prikaz



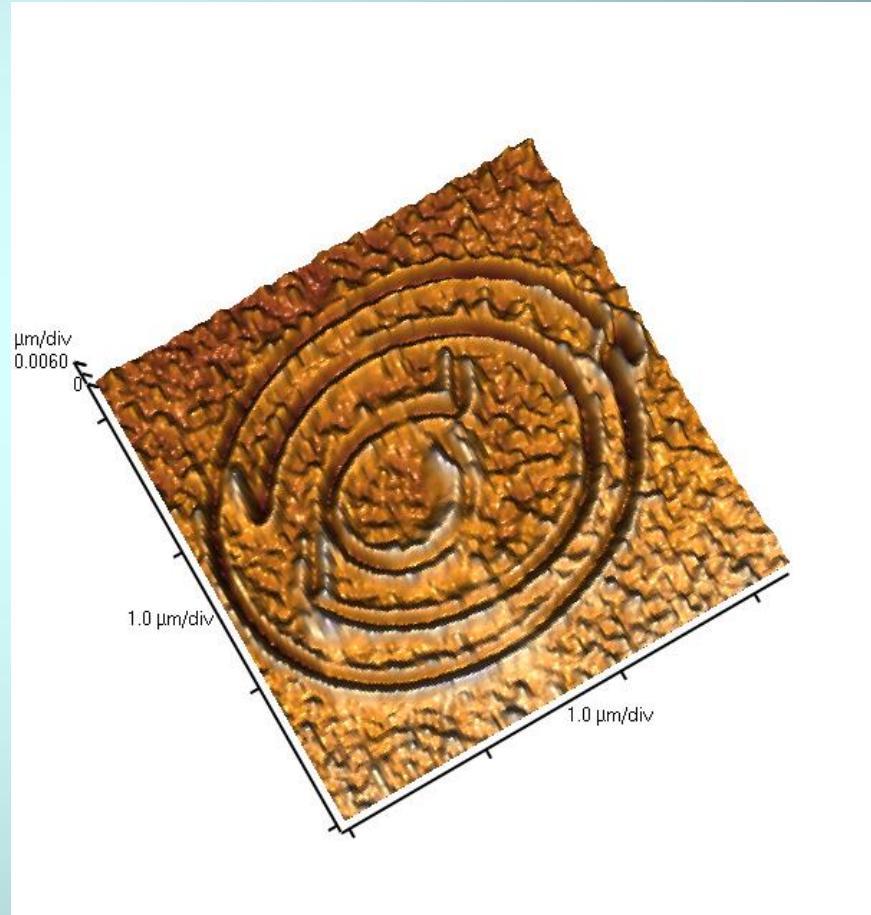
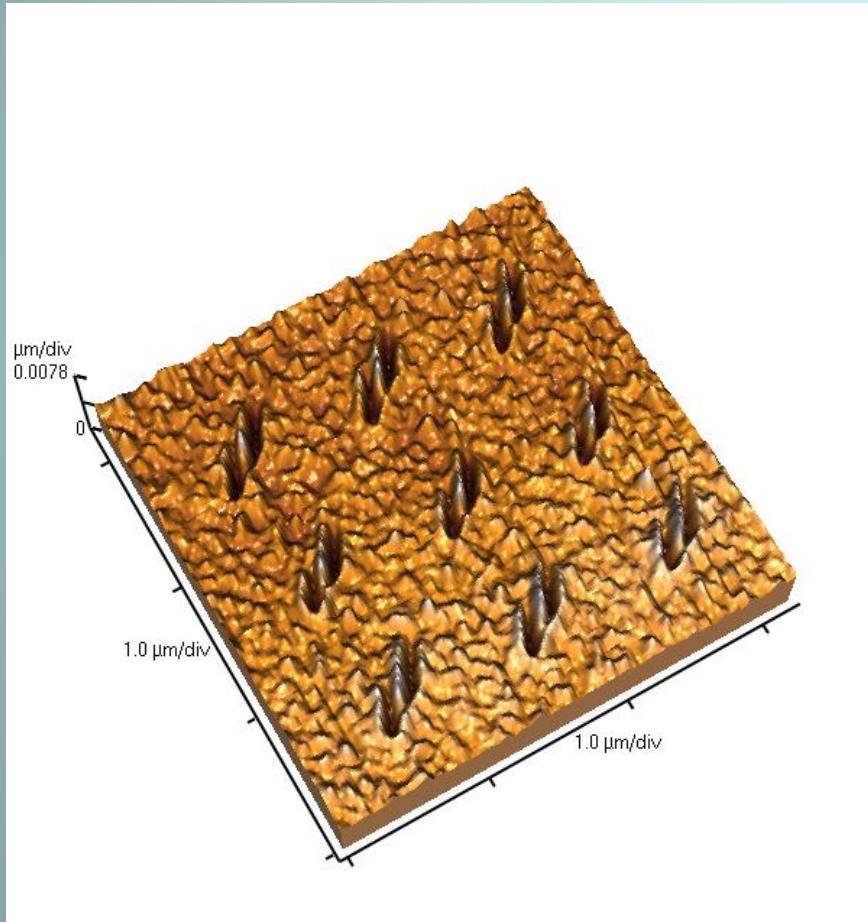
Slika sa STM-a atomi Fe na površini Cu(111)



Modifikacija površina - nanolitografija

- Najčešće primenjivani postupci za izradu struktura nanometarskih dimenzija su optička i litografija elektronskim snopom. Međutim, ovakve tehnologije su izuzetno skupe i za veliki broj istraživača nedostupne. Nasuprot tome, AFM omogućava izradu ovakvih struktura uz znatno nižu cenu koštanja.
- Modifikacija površine materijala i izrada nanostruktura pomoću AFM-a moguća je primenom pasivne sonde ili više različitih tipova aktivnih sondi. Kao pasivna sonda može se koristiti mikrogredica, a aktivne sonde primenjuju električne, hemijske, optičke ili difuzione procese.
- Najčešće korišćene tehnike su "grebanje" i oksidacija površina

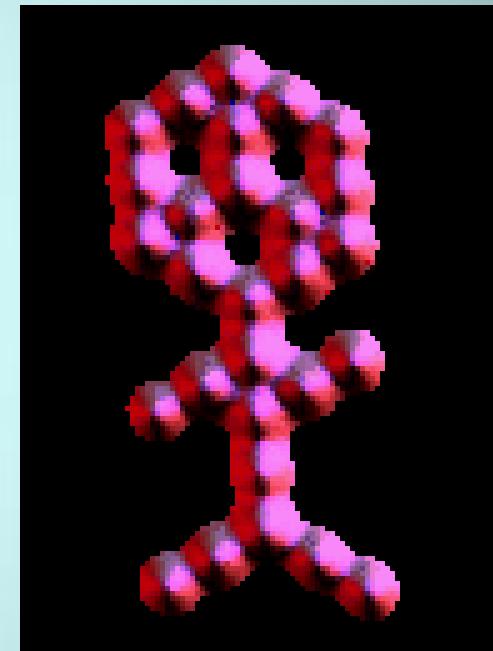
Nanolitografija – neki primeri



Nanomanipulacija



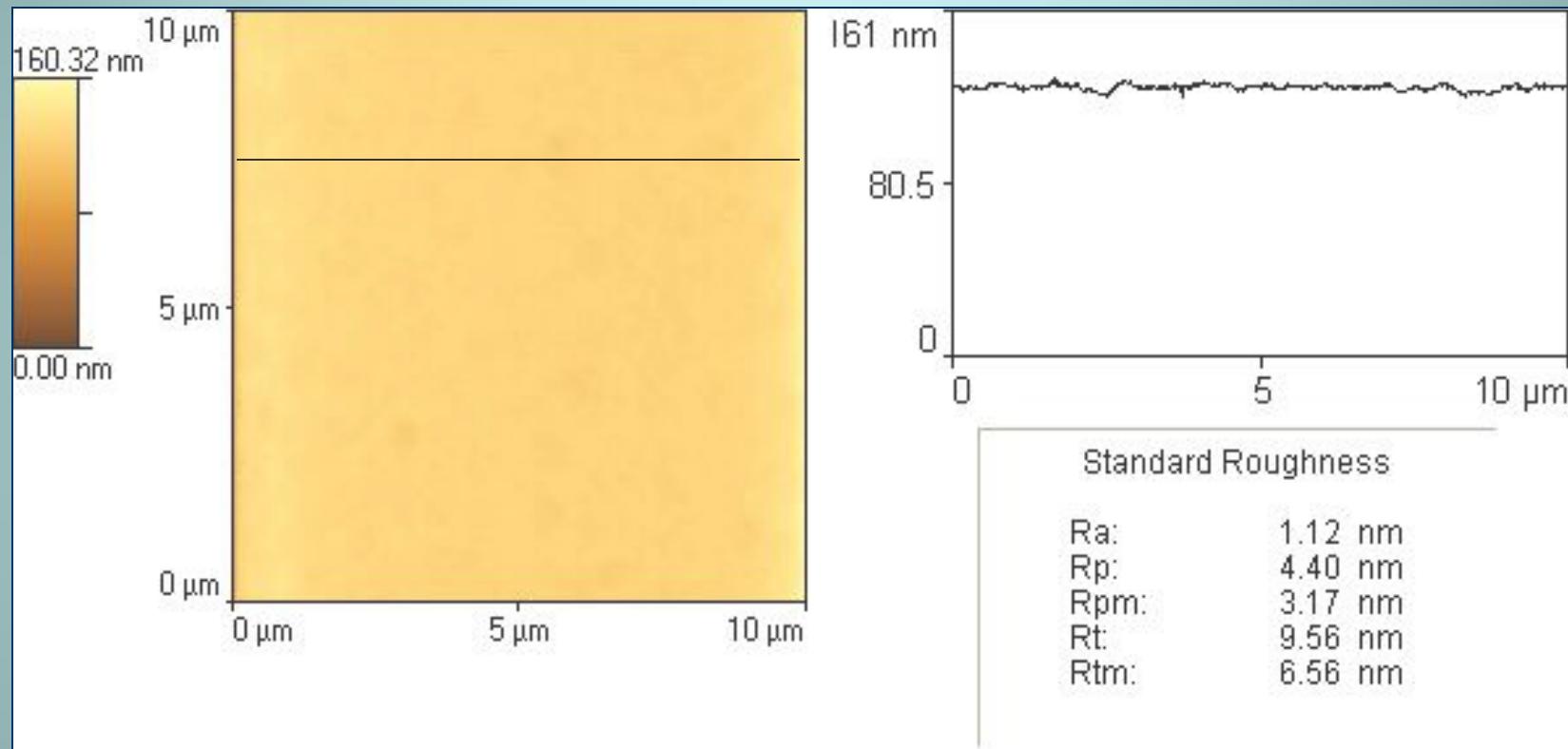
Atomi ksenona



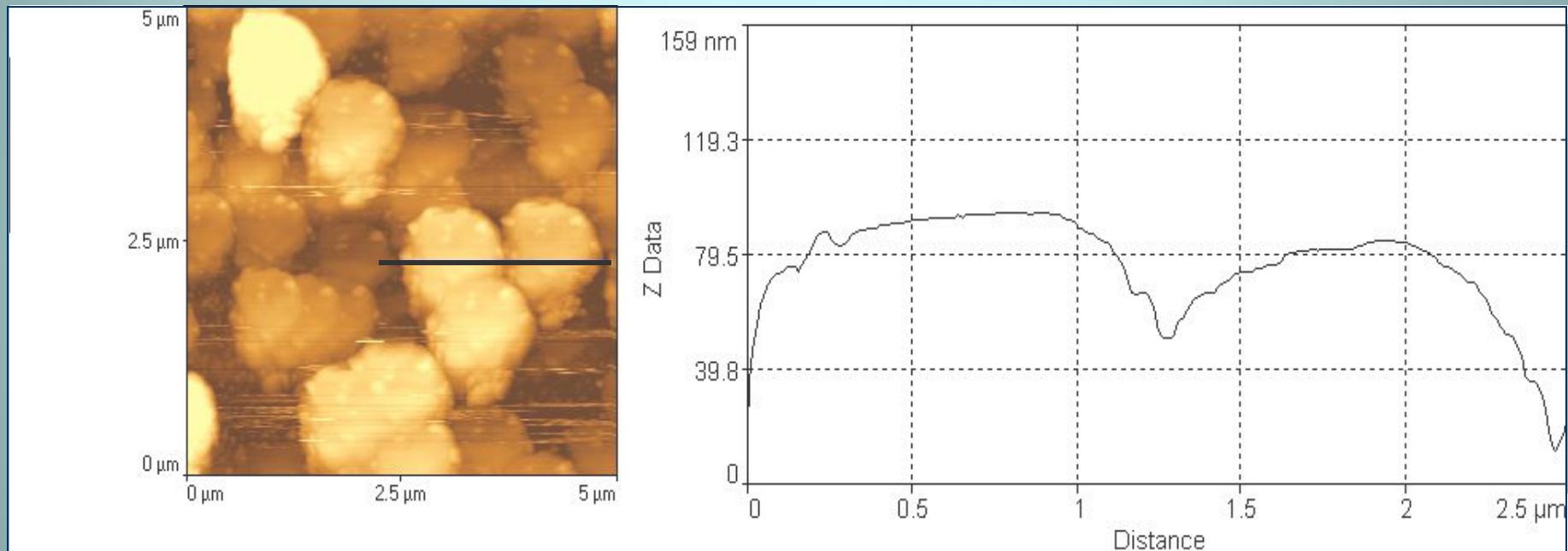
Molekuli ugljen monoksida

Tip	Princip rada	Rezolucija	Primena
STM	Merenje tunelske struje između uzorka i sonde	Vertikalna $< 1 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 10 \text{ \AA}$	<ul style="list-style-type: none"> • Provodnici • Čvrsti uzorci
SP	Snimanje profila površine	Vertikalna $\sim 10 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 1000 \text{ \AA}$	<ul style="list-style-type: none"> • Provodnici, izolatori, poluprovodnici • Čvrsti uzorci
AFM	Merenje sila između vrha sonde i površine uzorka (međuatomske ili elektromagnetne sile)	Vertikalna $< 1 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 10 \text{ \AA}$ Rezolucija merenja sile $\sim 1 \text{ nN}$	<ul style="list-style-type: none"> • Provodnici, izolatori, poluprovodnici • Tečni slojevi, tečni kristali i čvrste površine
MFM	Merenje magnetnih sila	Vertikalna $\sim 1 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 10 \text{ \AA}$	<ul style="list-style-type: none"> • Magnetni materijali
SCM	Merenje promene kapacitivnosti usled promene oblika površine uzorka	Vertikalna $\sim 2 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 5000 \text{ \AA}$	<ul style="list-style-type: none"> • Provodnici • Čvrsti uzorci

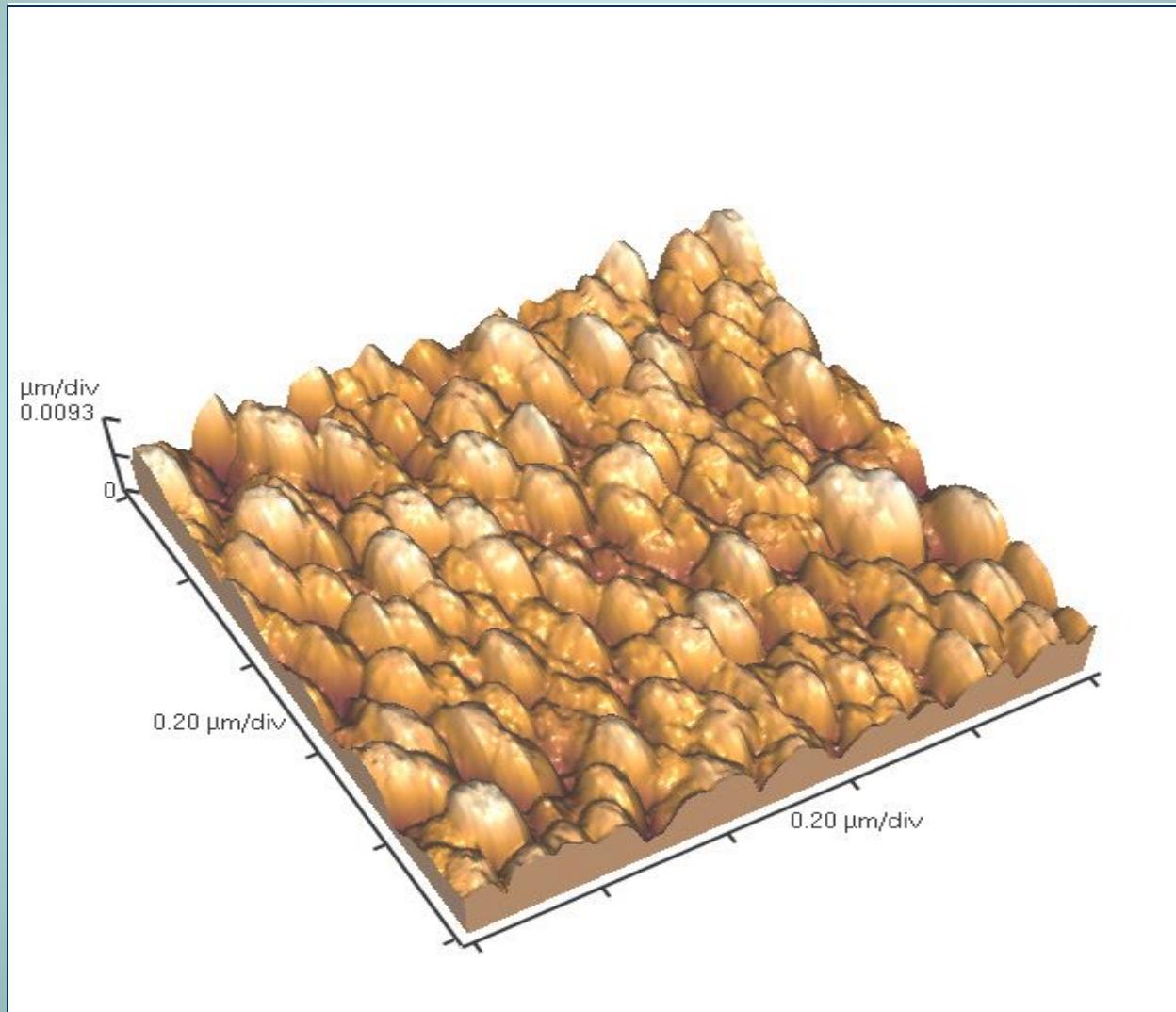
Analiza hrapavosti silicijumske pločice



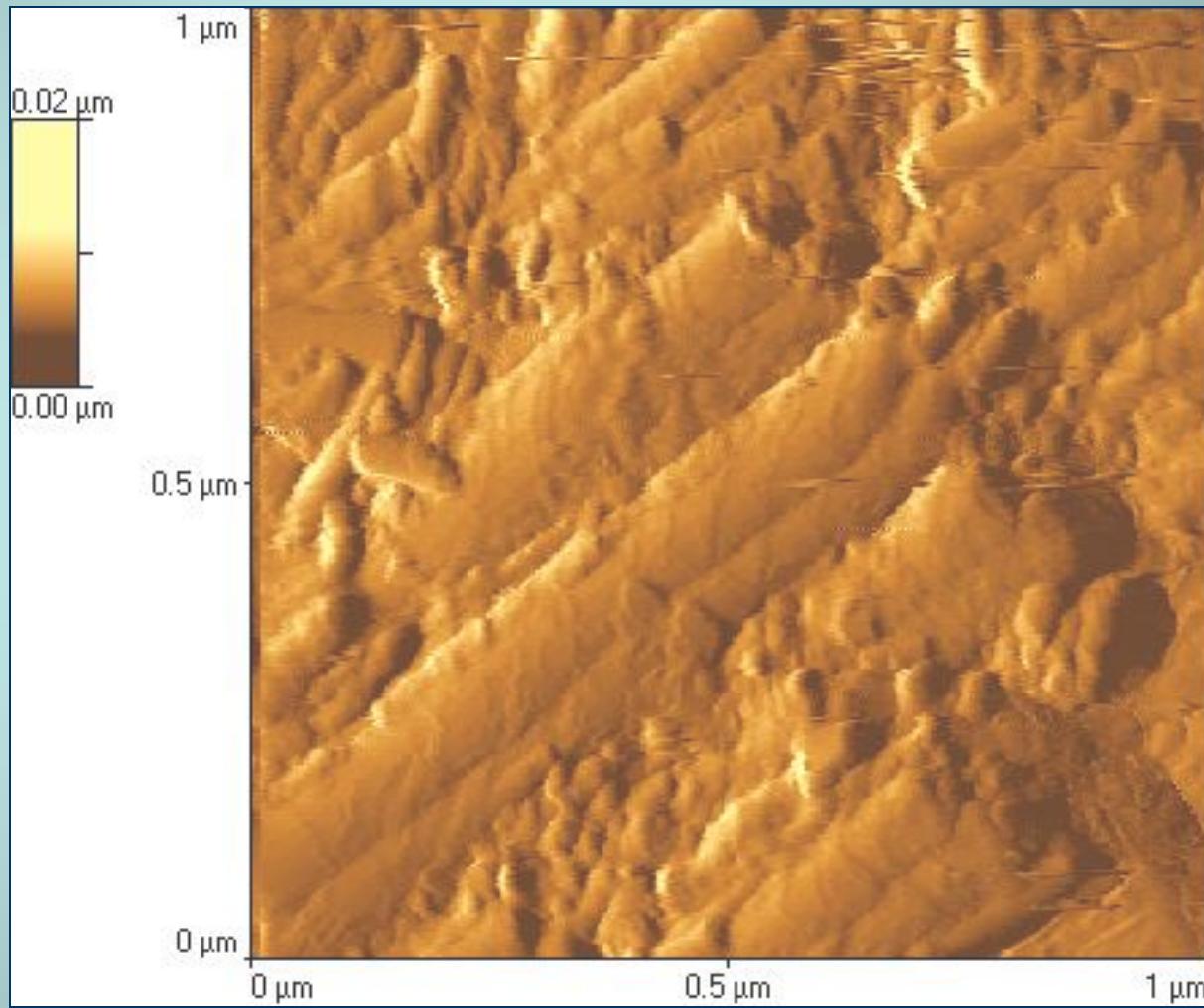
Određivanje dimenzija čestica - tanak sloj hroma na staklu



Provera kvaliteta tankog filma – Pt na silicijumu

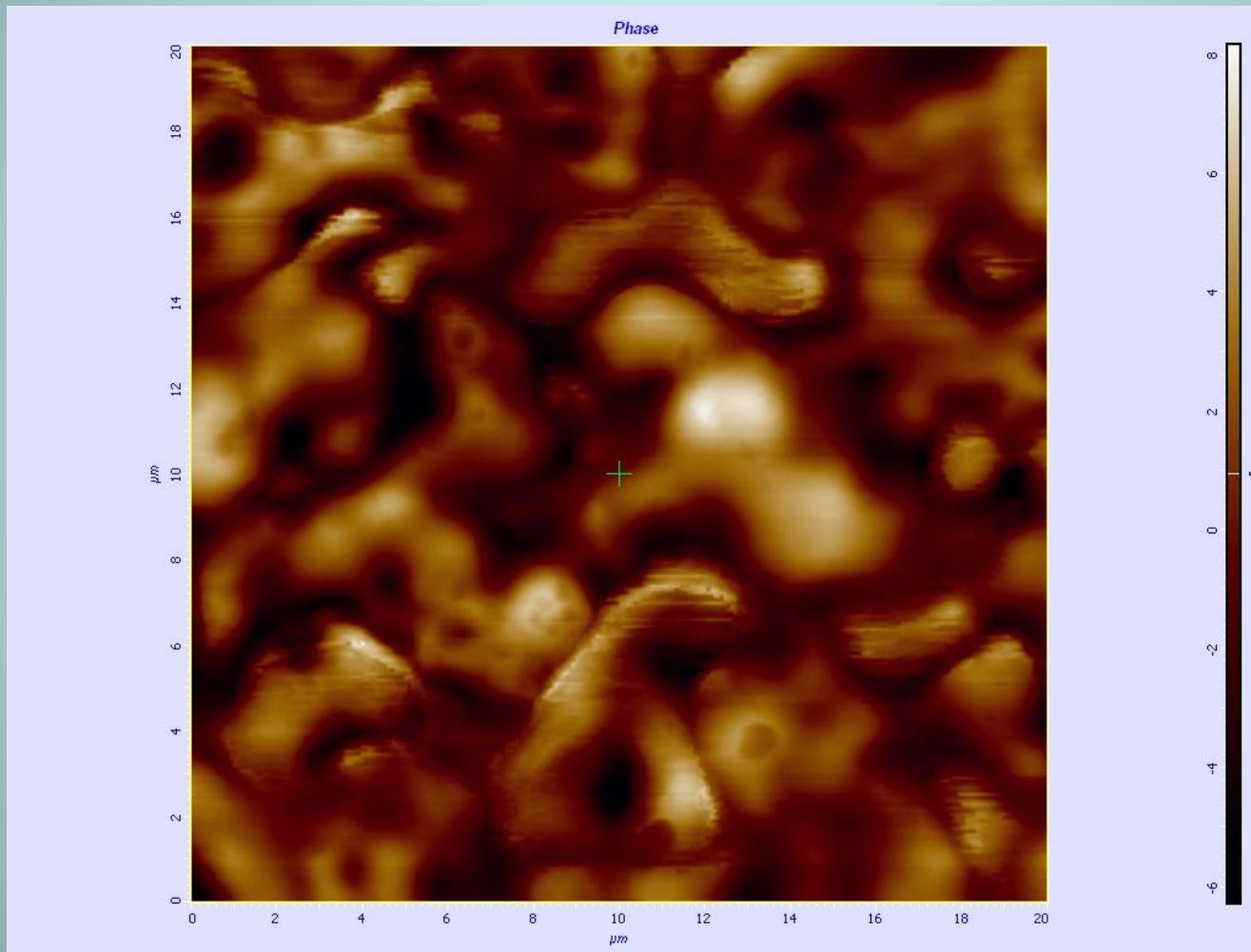


Serpentin – prirodni mineral

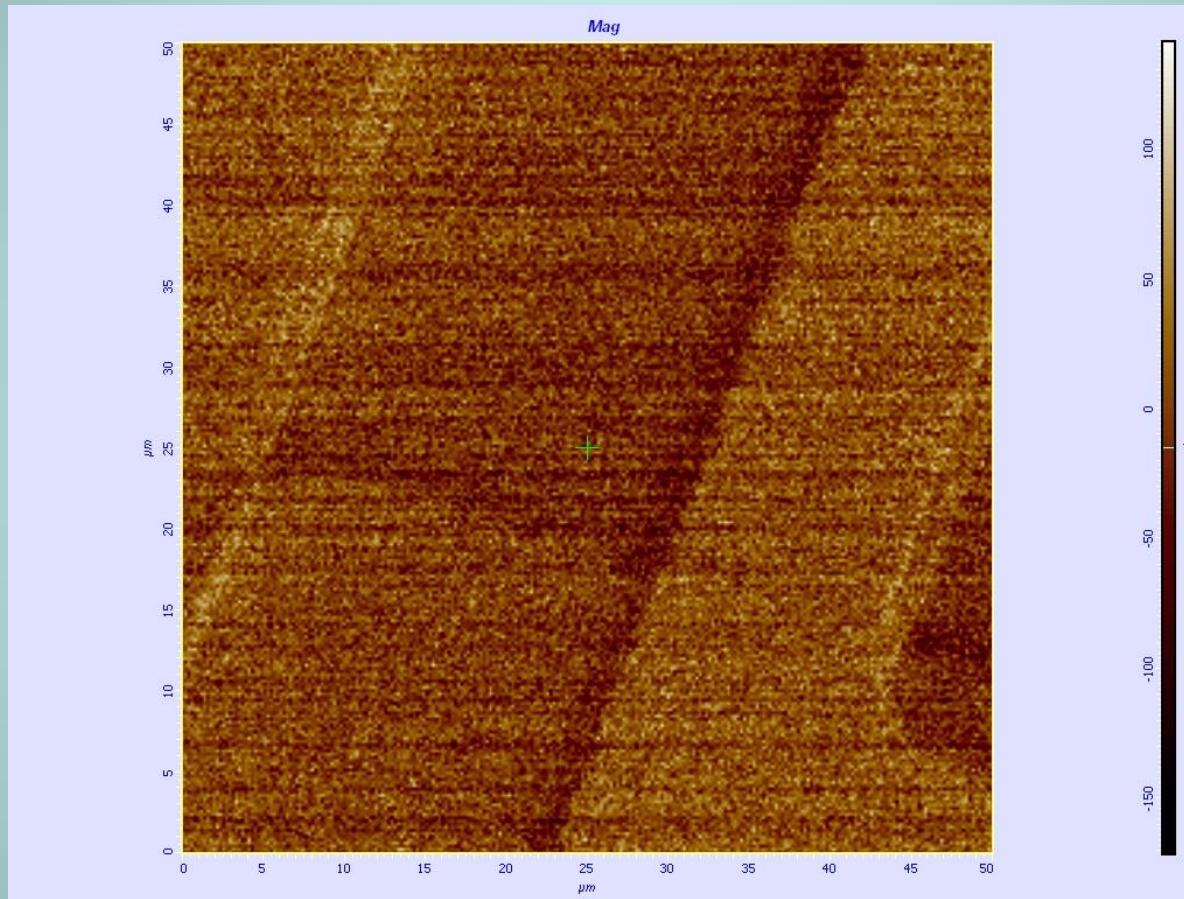


MFM - Stroncijum heksaferit

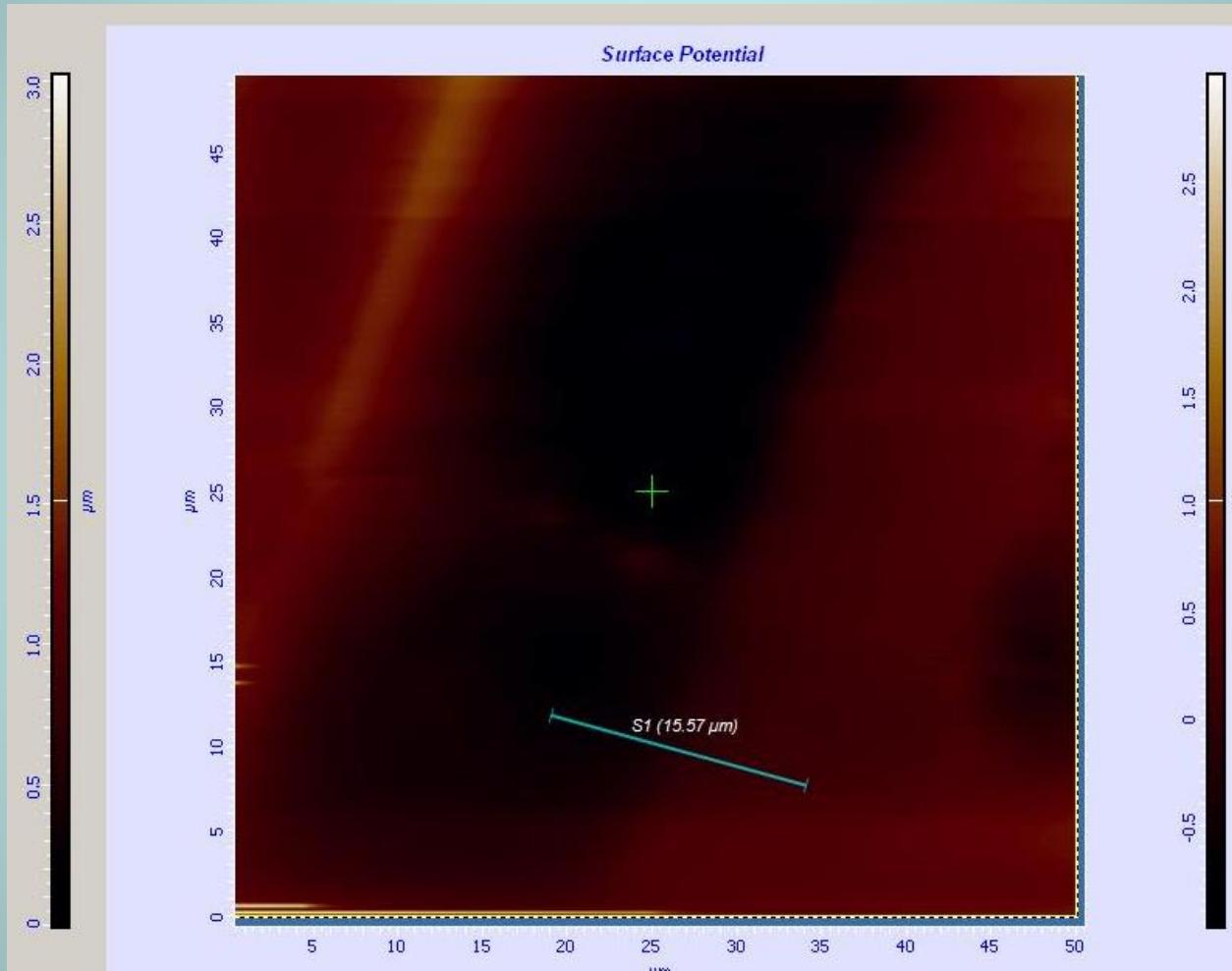
20x20 μm



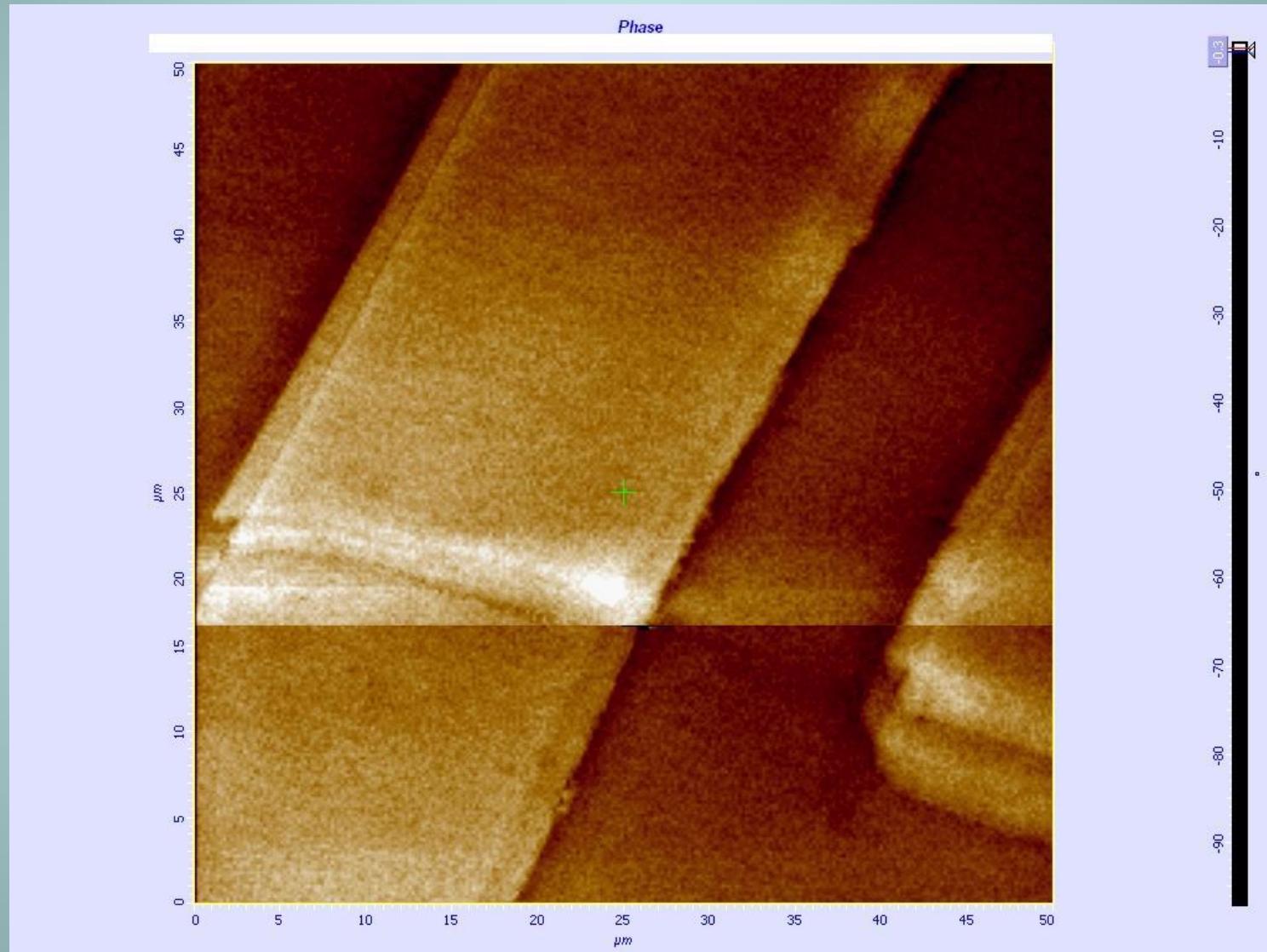
SCM – piezotpornik na Si



SKM – piezotpornik na Si



EFM – piezotpornik na Si



Thermomicroscopes Auto Probe CP Research



- **STM**
- **AFM**
 - **Kontaktni mod**
 - **Bezkontaktni mod**
- **Nanolitografija**

SPM Ntegra (NT-MDT)



- **AFM**
- **Kontaktni mod**
- **Semikontaktni mod**
- **Nanolitografija**