

# Mikroskopi sa skenirajućom sondom

*Dr Dana Vasiljević – Radović, naučni savetnik*

*IHTM – Centar za mikroelektronske tehnologije*

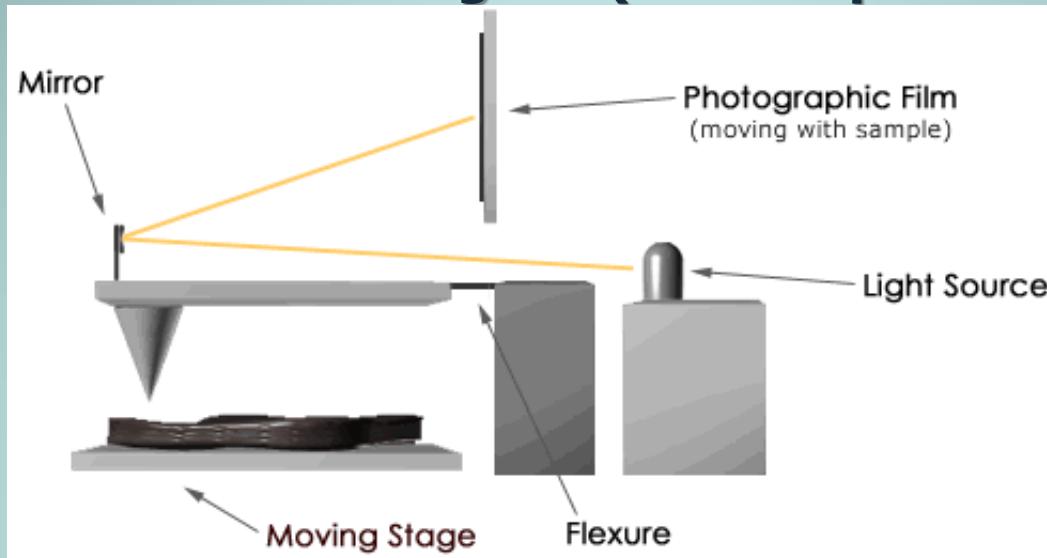
*[dana@nanosys.ihtm.bg.ac.rs](mailto:dana@nanosys.ihtm.bg.ac.rs)*

*[www.nanosys.ihtm.bg.ac.rs](http://www.nanosys.ihtm.bg.ac.rs)*

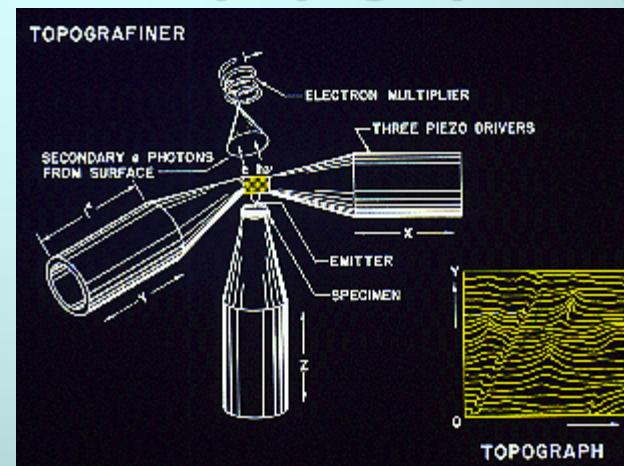
**Mikroskopi sa skenirajućom sondom (SPM) - zajednički naziv za široku grupu instrumenata koji se koriste za proučavanje površina različitih materijala na mikro/nano nivou.**

- **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**

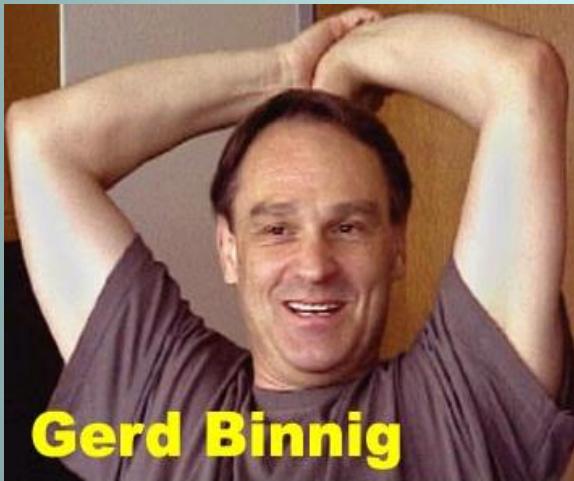


**1971.god. – Bezkontaktni profilometar (Topographiner)  
Russel Young**

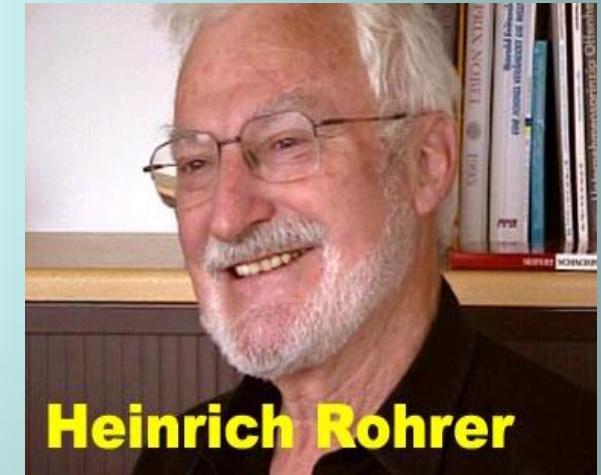
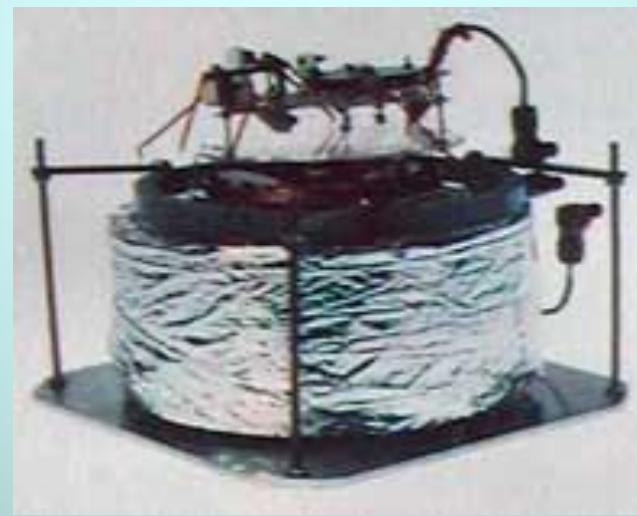


# 1981. god. - STM

- 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



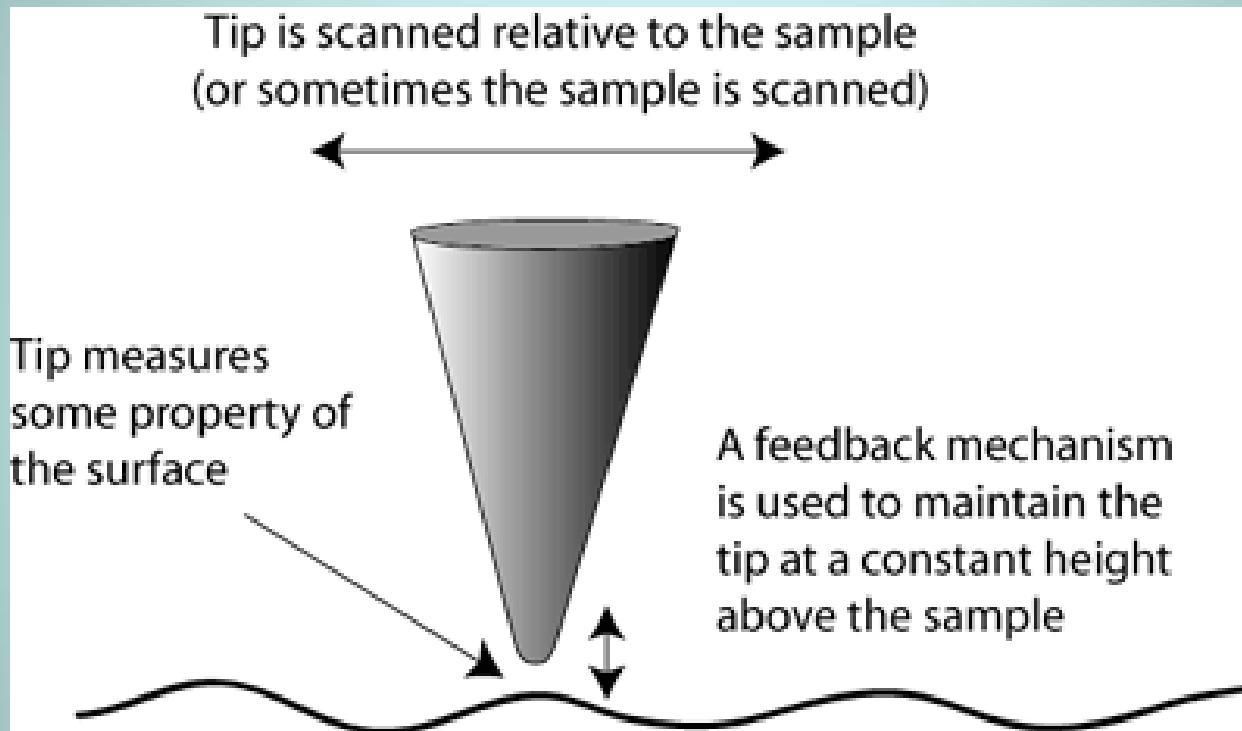
**Gerd Binnig**



**Heinrich Rohrer**

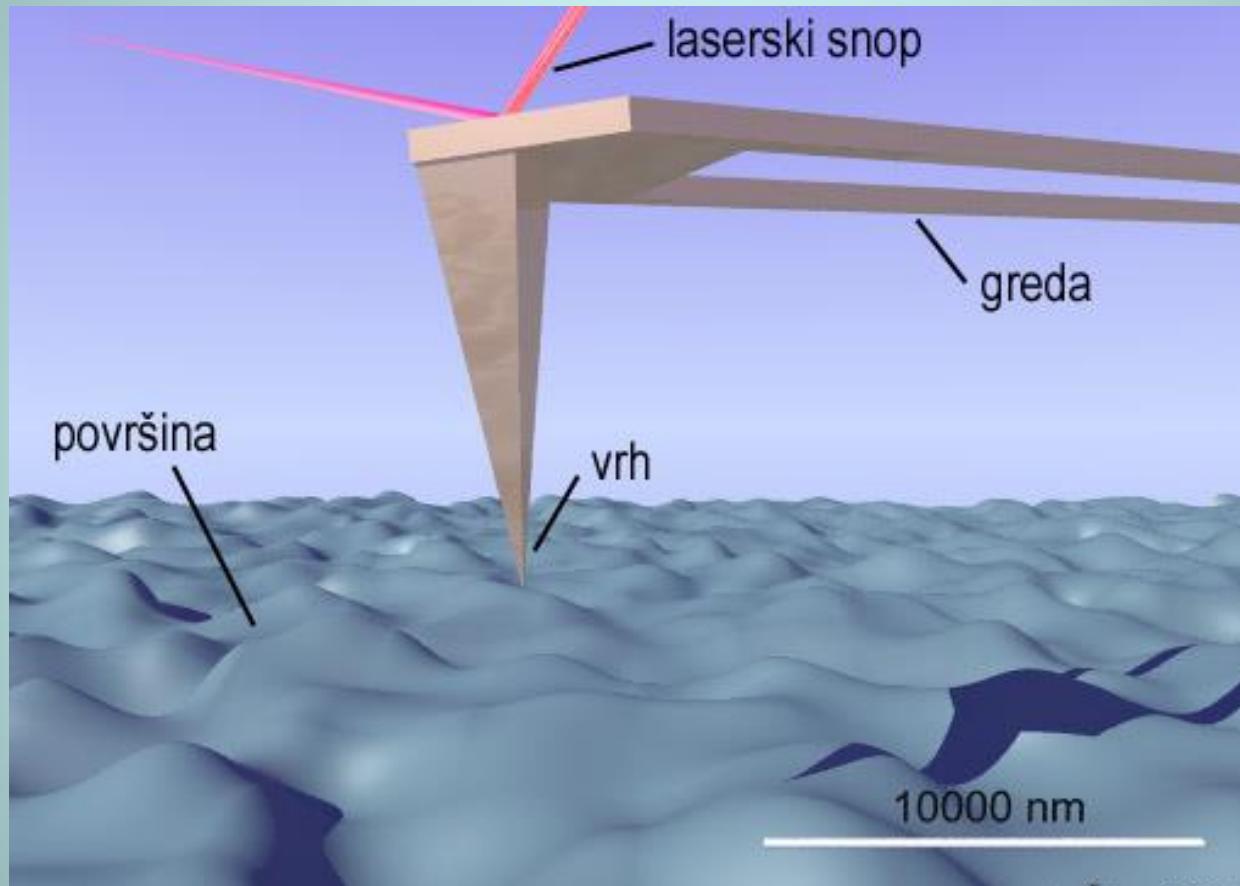
<b>Godina</b>	<b>Pronalazak</b>
1981.	Binnig i Rohrer izumeli STM (IBM Cirić)
1982.	Binnig pomoću STM-a prikazao atomsku rezoluciju na Si (7x7)
1984.	Prvi Near-field optički mikroskop
1985.	Binnig, Gerber, i Quate – prvi AFM
1986.	Binnig i Rohrer dobili Nobelovu nagradu za STM
1987.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Atomska rezolucija pomoću AFM-a - T. Albrecht (Stanford)</li> <li>• Bezkontaktni AFM</li> <li>• MFM</li> </ul>
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

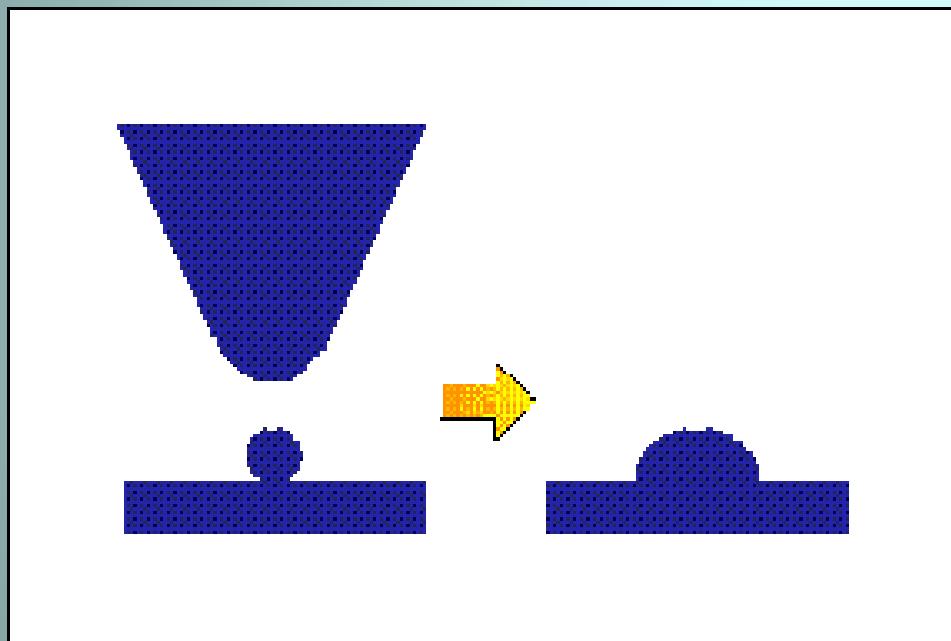
- mogućnost 3-D prikaza površine
- analiza fine strukture - nm/ $\mu\text{m}$  nivo
- snimanje u različitim sredinama– tečna/gasovita
- jednostavna priprema uzorka

## Nedostatci

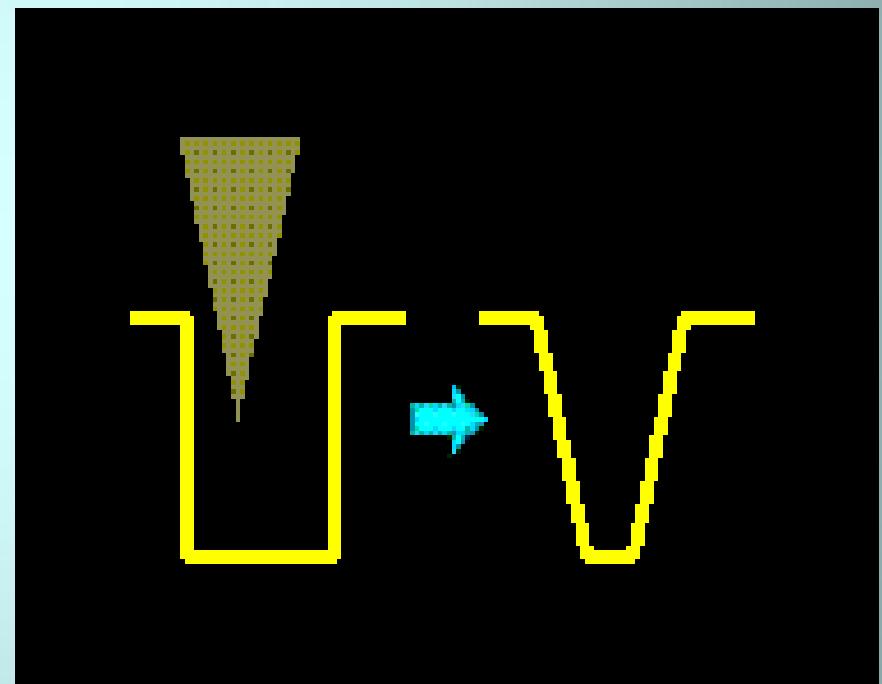
- Mala površina koja se posmatra (max 150x150  $\mu\text{m}$ )
- Relativno mala brzina skeniranja
- Hrapavost površine ne sme biti velika (max hod skenera je do 10  $\mu\text{m}$ )
- Moguća izobličenja u prikazu (male sfere i duboki otvori)

# Moguća izobličenja u prikazu površine

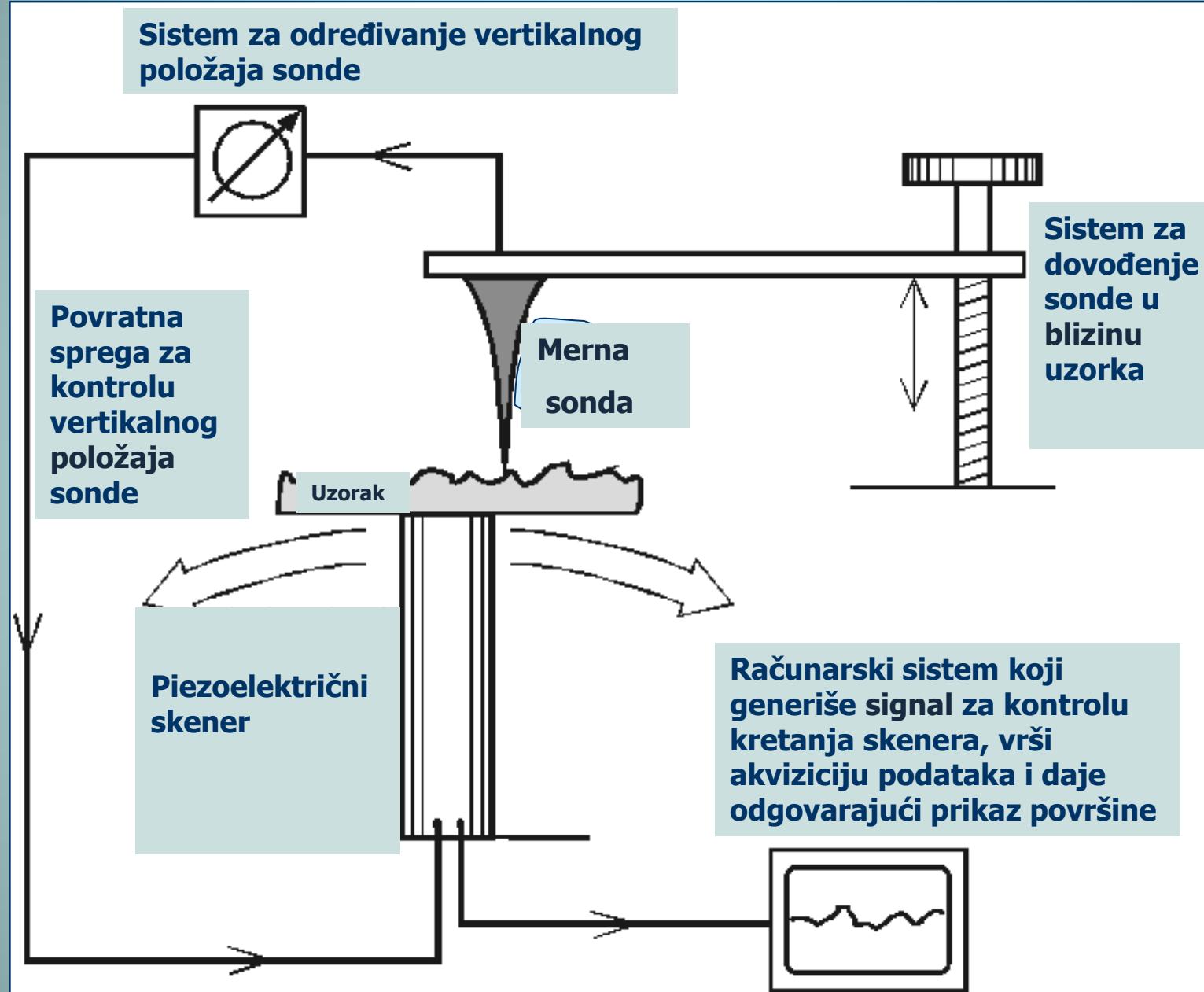
Sferni oblici



Duboki otvori

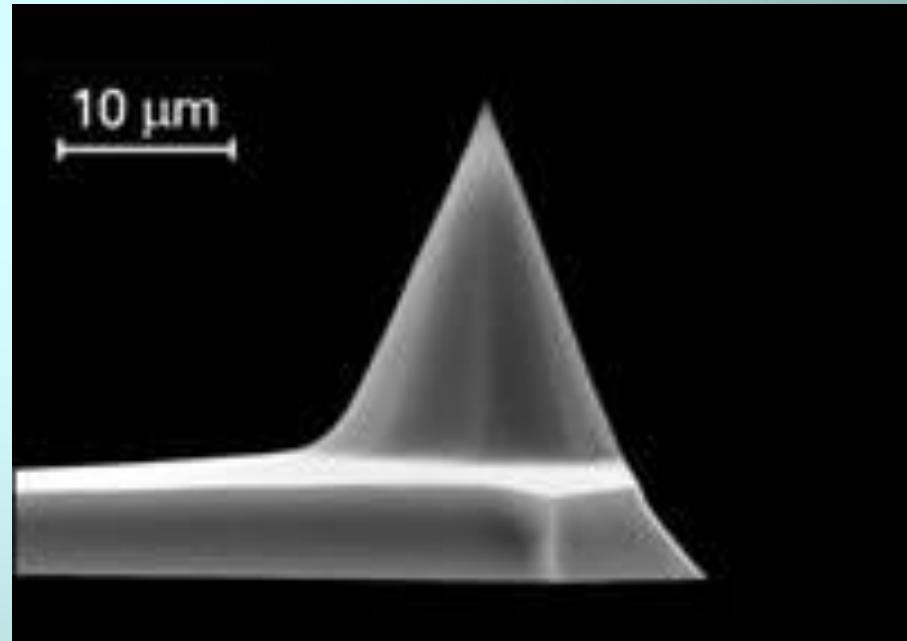
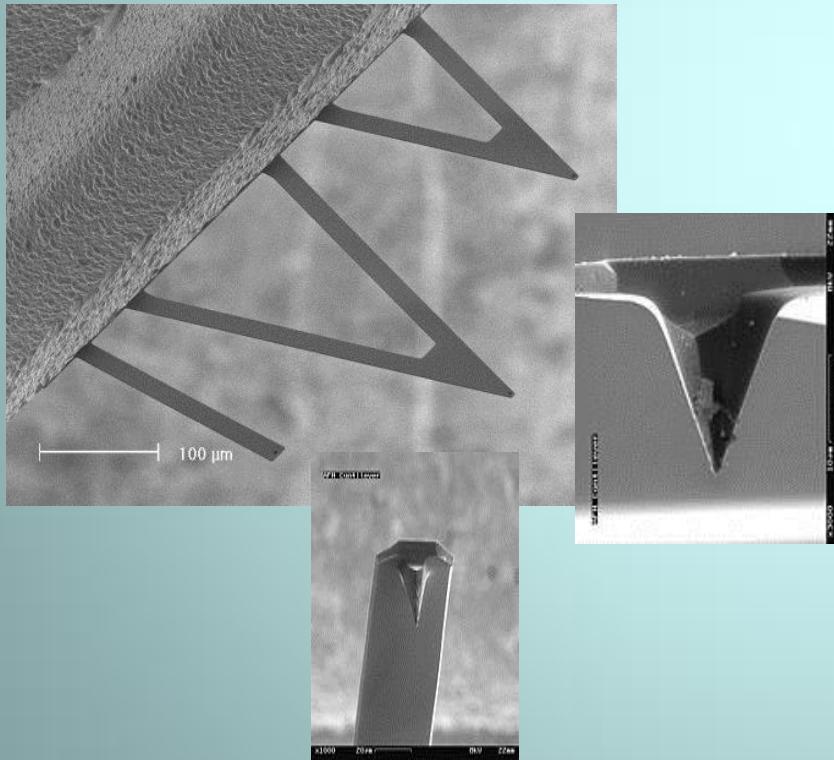


# Funkcionalni blokovi SPM-a



# Mikrogrđice

- Silicijumske
- Silicijum nitridne
- Silicijumske sa dijamantskom prevlakom

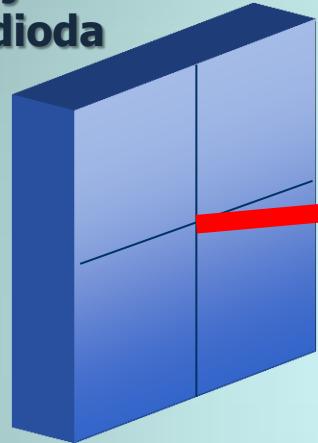


# Tipični parametri gredica

Tip gredice		L [ $\mu\text{m}$ ]	w [ $\mu\text{m}$ ]	t [ $\mu\text{m}$ ]	k [N/m]	f <sub>r</sub> [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

Poziciono  
osetljiva  
fotodioda

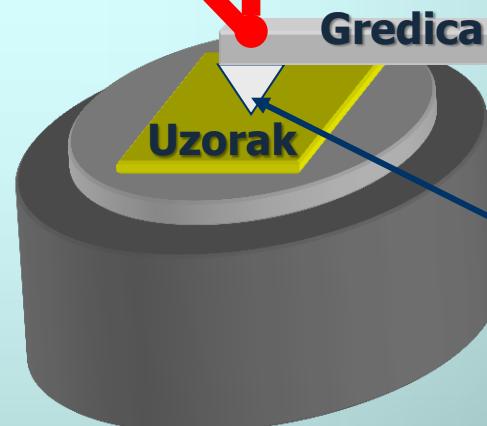


Ogledalo



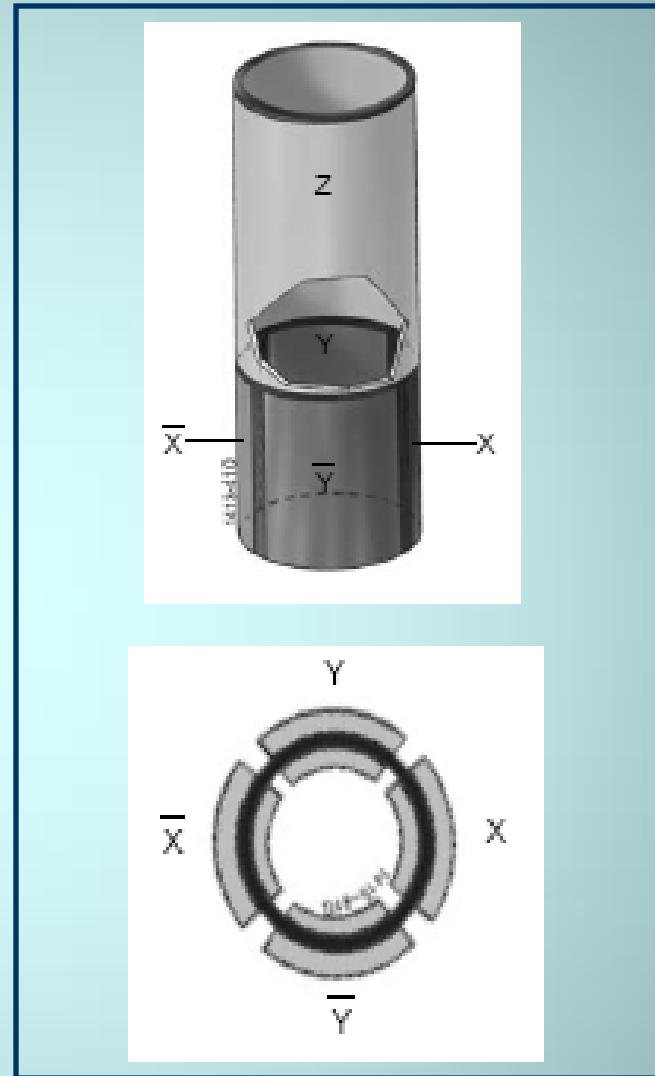
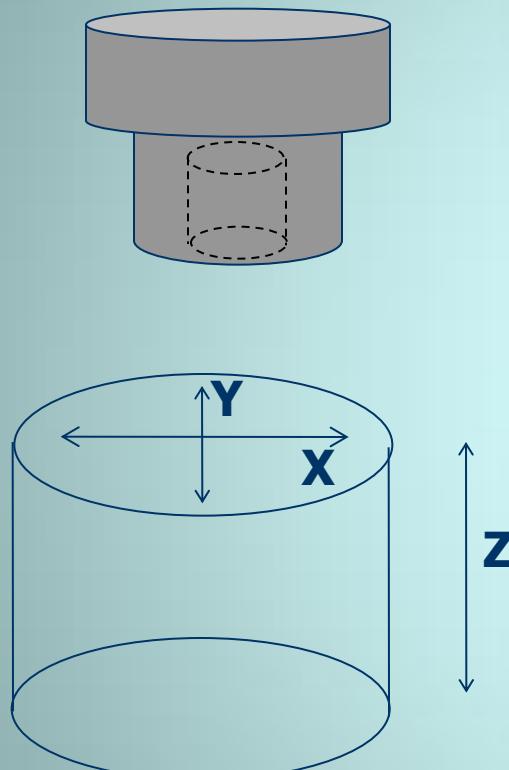
Laser

XYZ  
Piezoskener



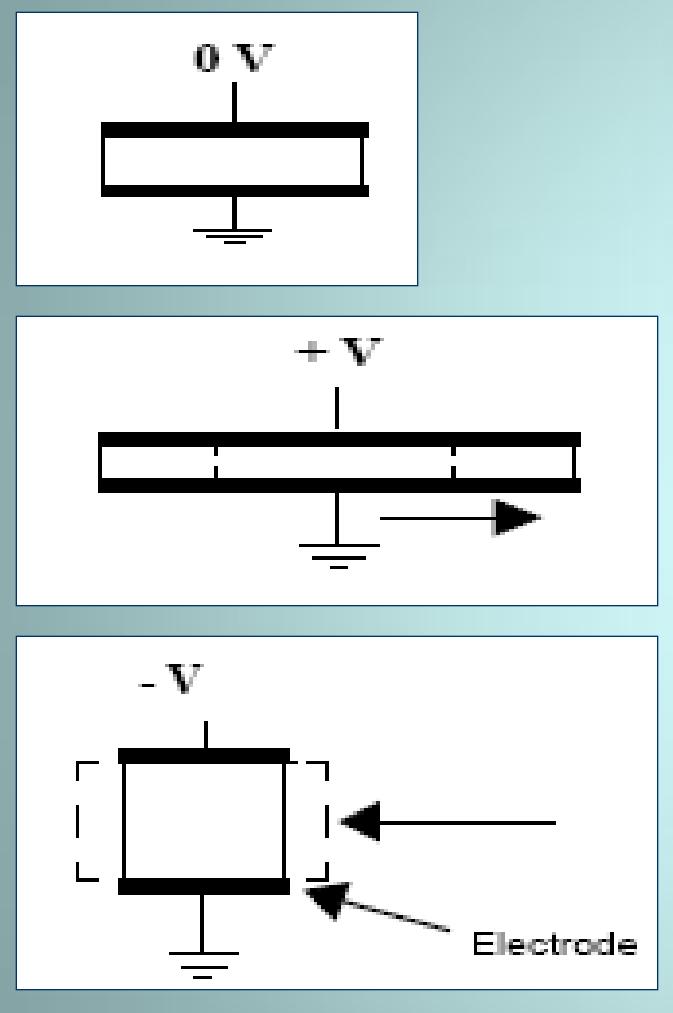
Gredica

# Piezoelektrični skener

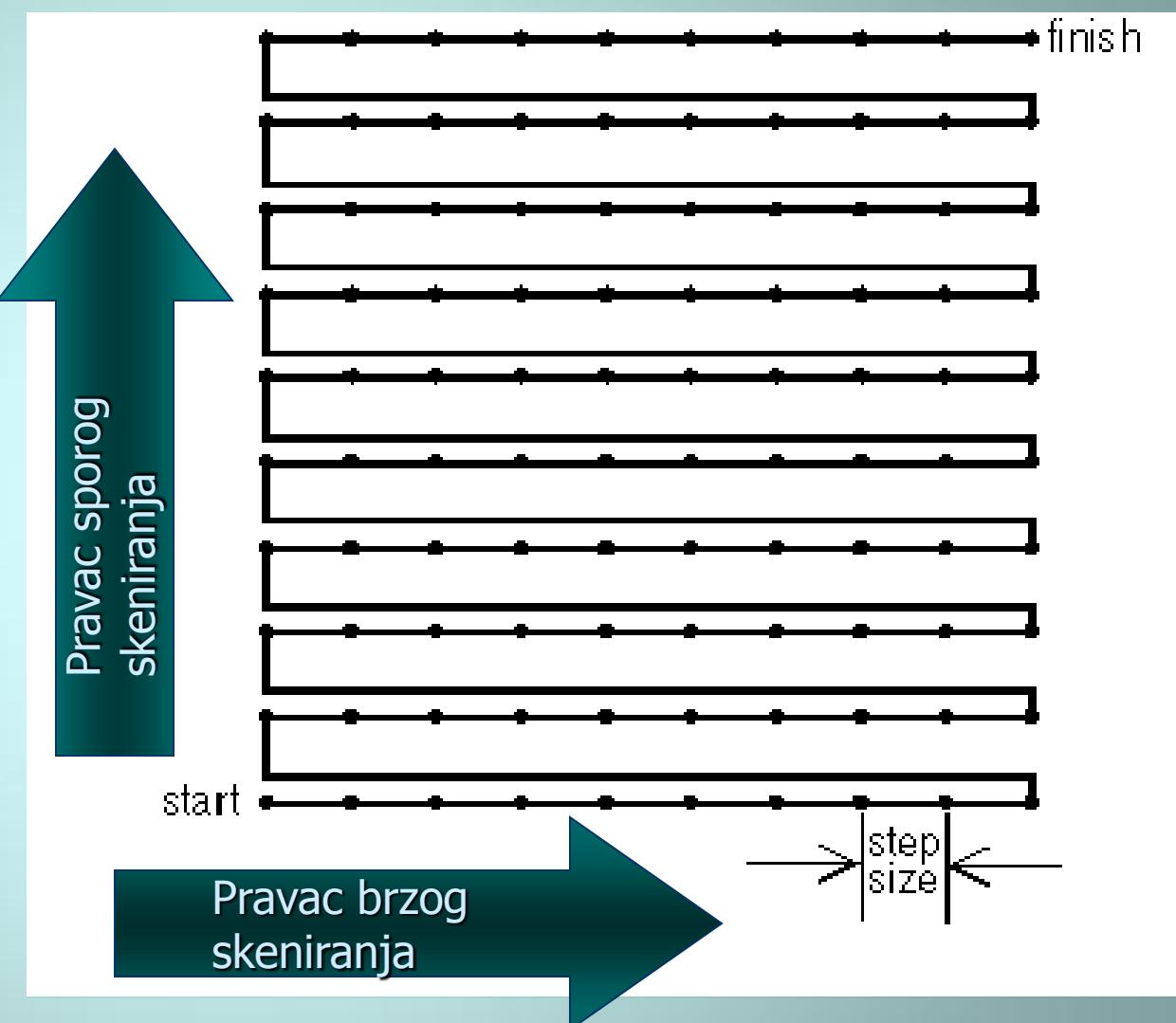


**Piezoelektrična cev sa X-Y-Z konfiguracijom AC signala koja omogućava kretanje duž tri osnovna pravca**

# Piezoelektrični skener



Uticaj primjenjenog napona na  
piezoelektrični materijal

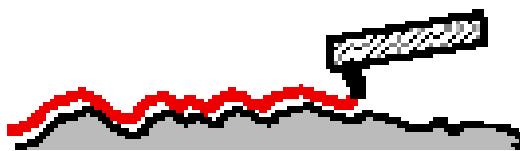


# Performanse skenera

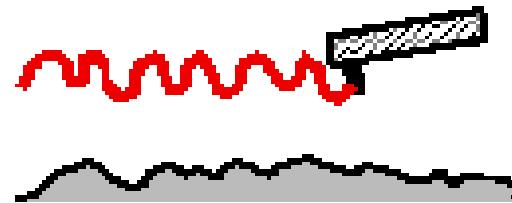
	Skener	Opseg skeniranja		Rezolucija	
		Max. lateralni	Max. vertikalni	Max. lateralna	Max. vertikalna
Standardne	<b>Large Area piezoelektrični skener (≈ 90µm)</b>	≈ 90µm	7,5µm	0,25 Å	0,025 Å
Opcione	<b>5µm piezoel. skener</b>	5µm	2,5µm	0,0013 Å	0,009 Å

# Osnovni režimi rada AFM-a

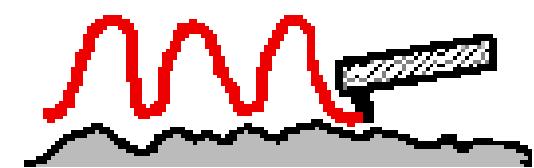
Kontaktni režim



Bezkontaktni režim



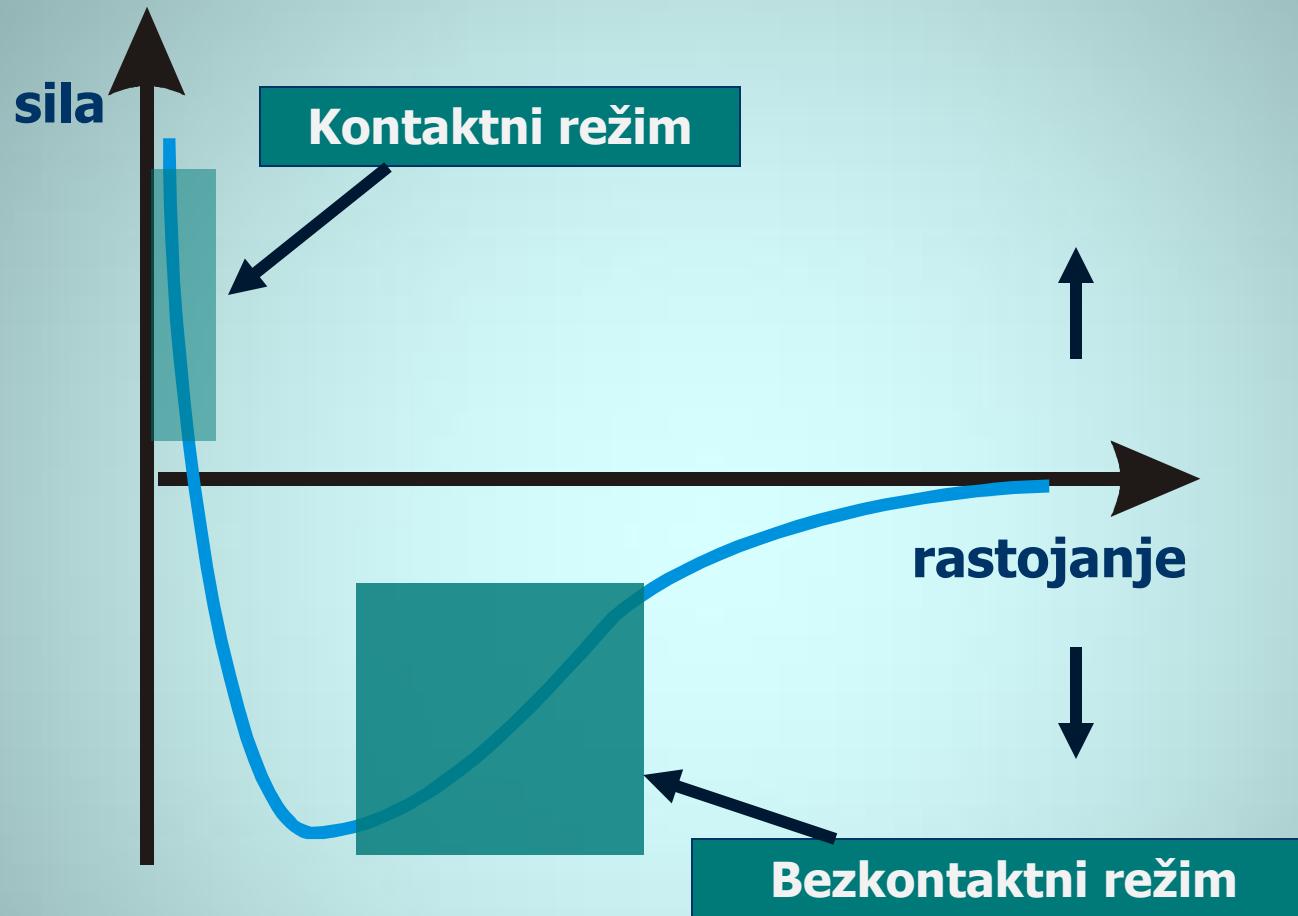
"Tapping" režim



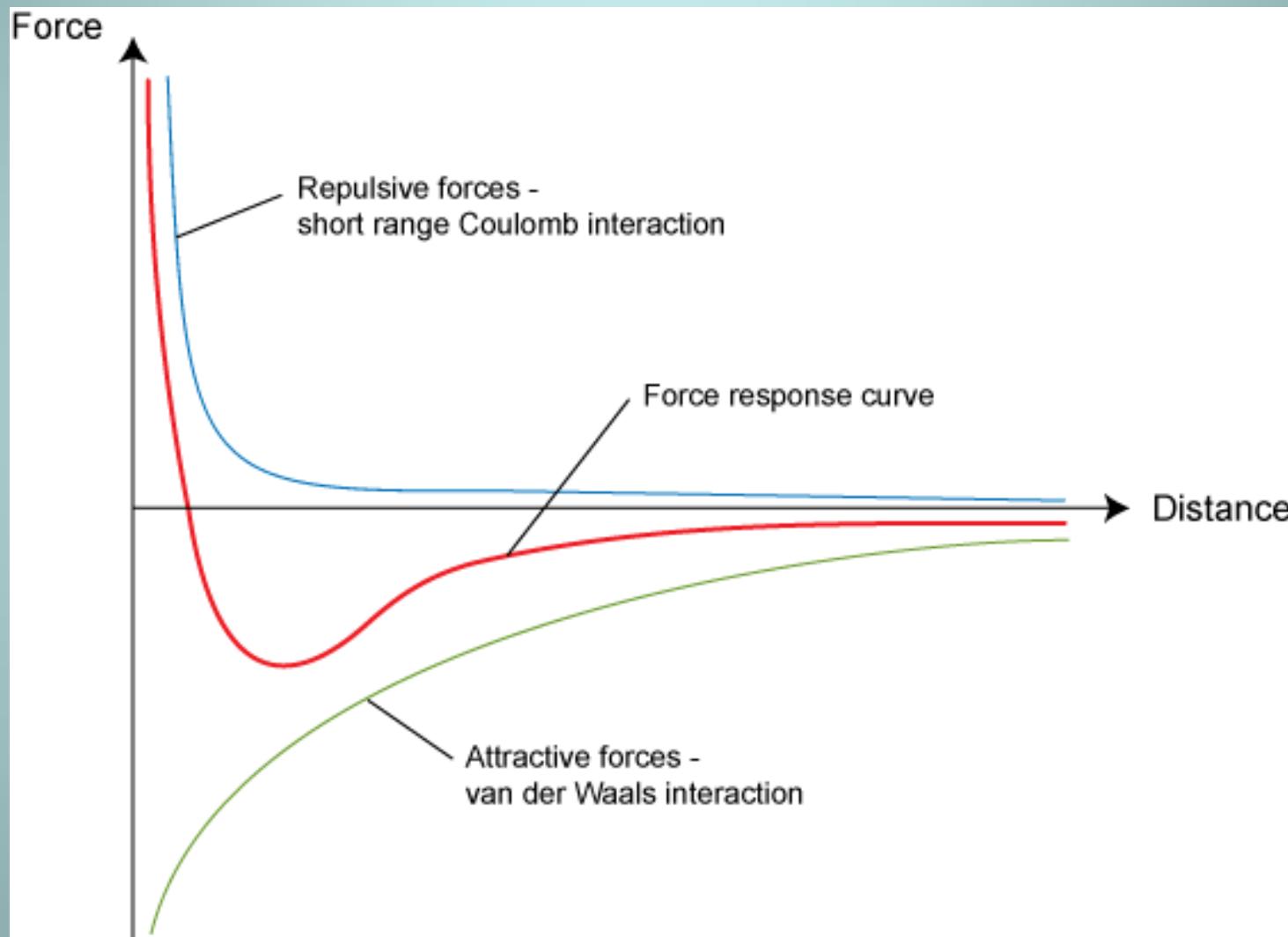
- Konstantna sila
- Visoka rezolucija
- Mogućnost oštećenja površine

- Promenljiva sila
- Manja rezolucija
- Nedestruktivan

- Promenljiva sila
- Poboljšana rezolucija
- Nedestruktivan



# Zavisnost sile od rastojanja

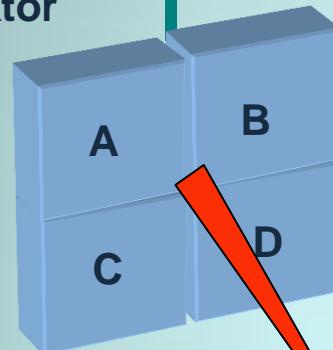


## Ostale sile koje deluju između vrha sonde i površine uzorka:

- 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

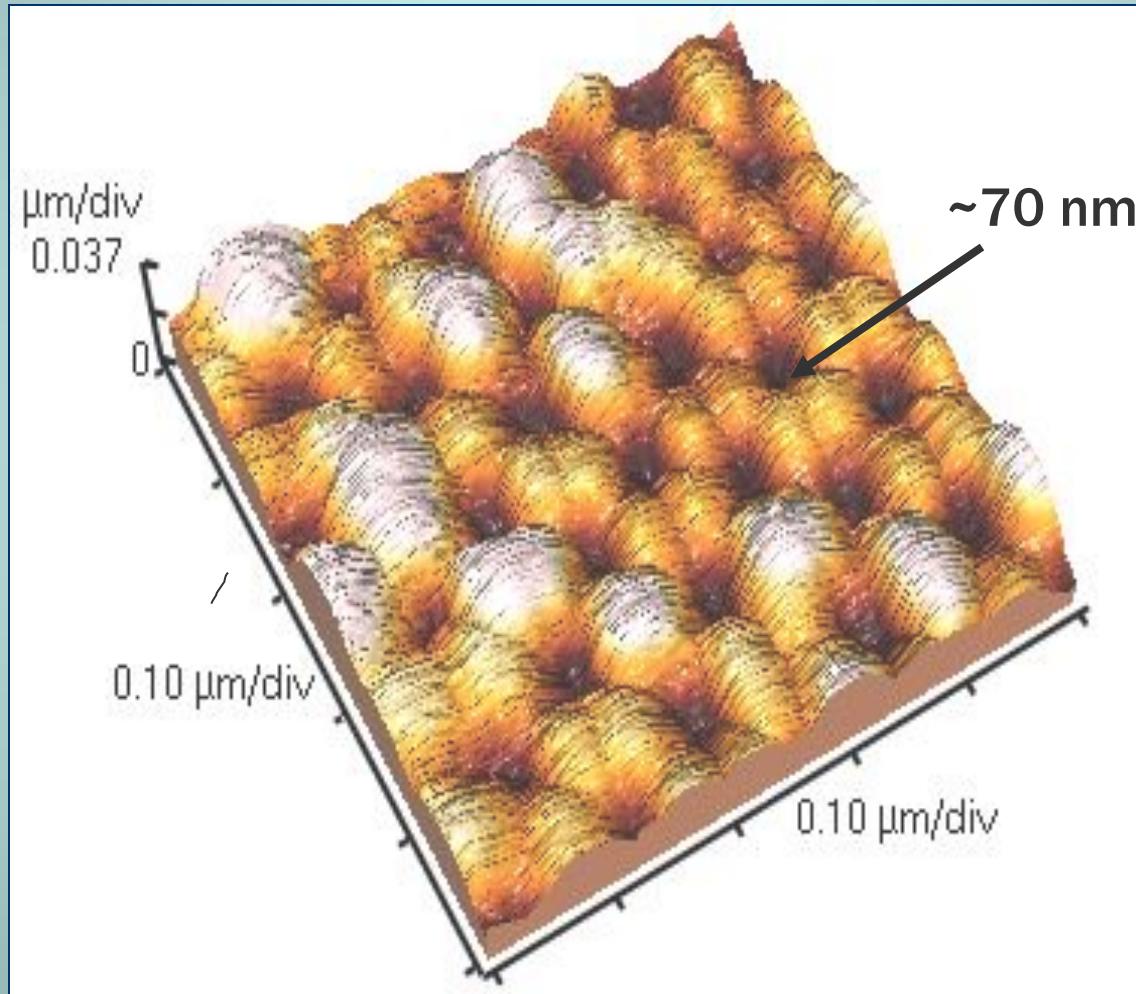
Lock-in

Sistem za  
kontrolu  
položaja  
skenera

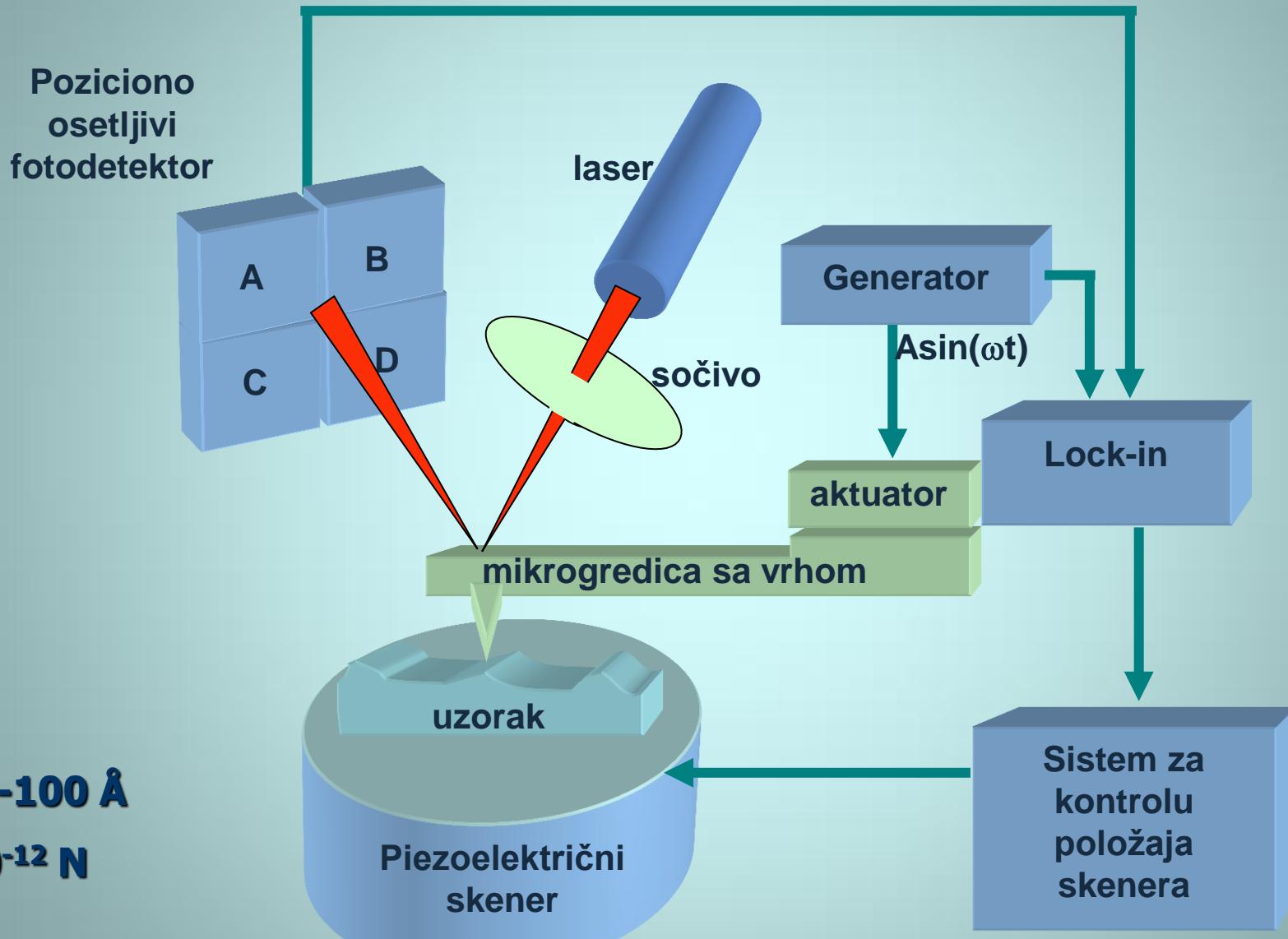
Rezolucija:

- 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

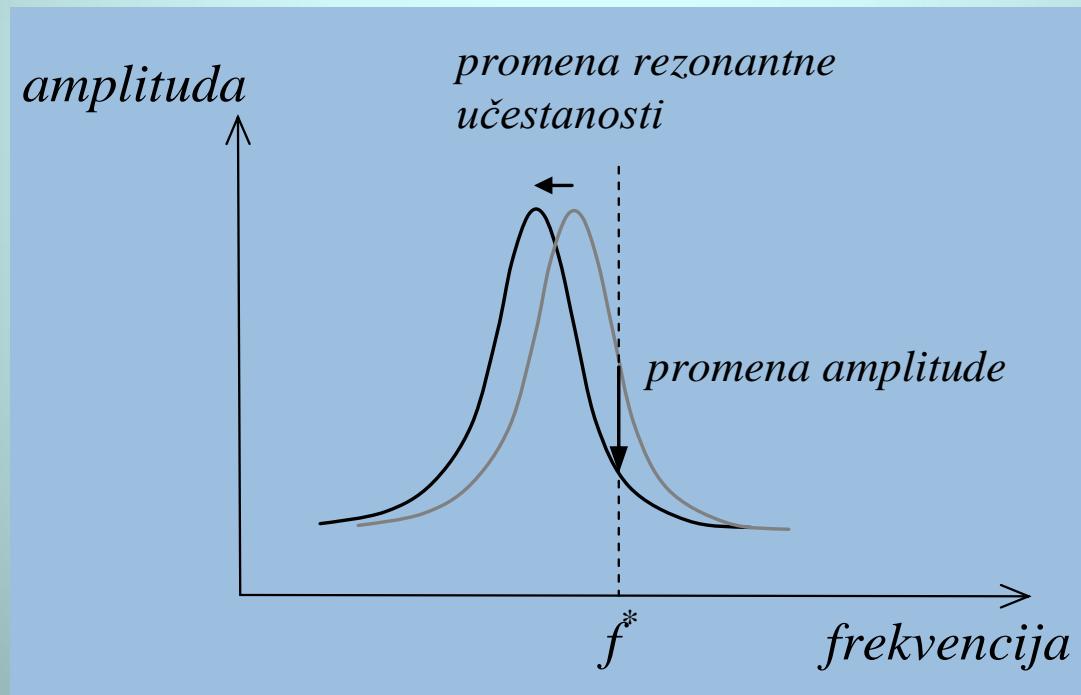


$r \sim 50-100 \text{ \AA}$

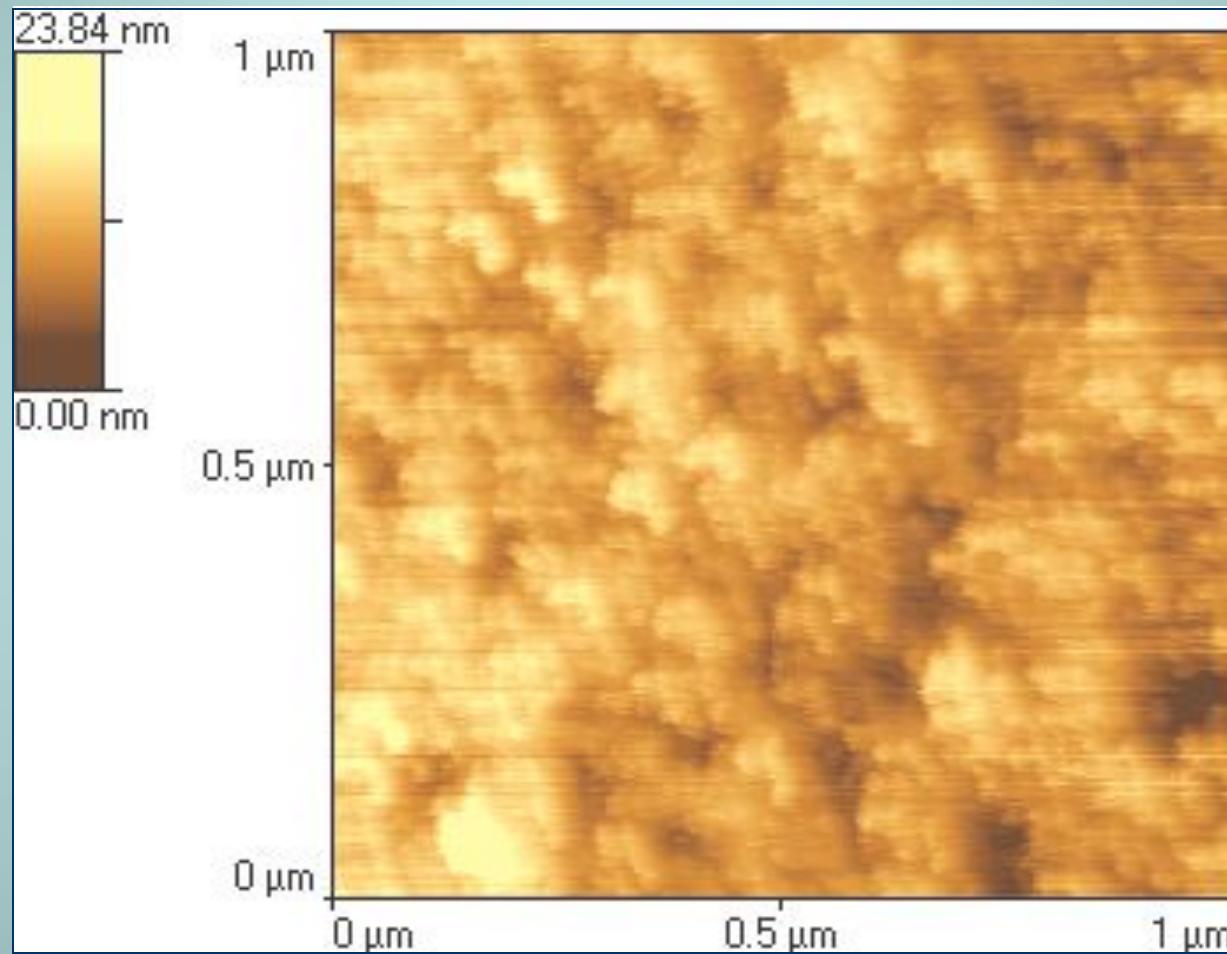
$F \sim 10^{-12} \text{ N}$

# 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

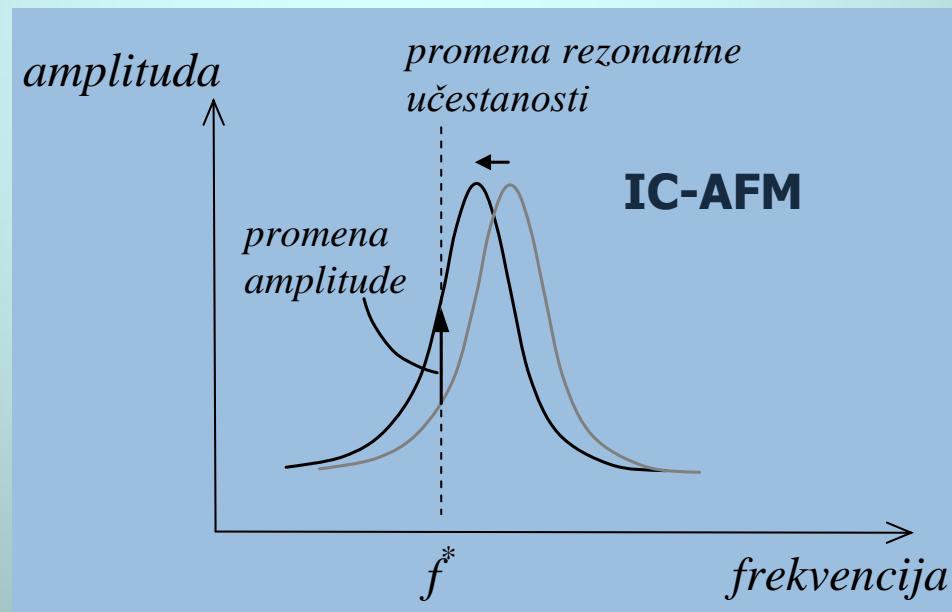


# Lignin – prirodni polimer



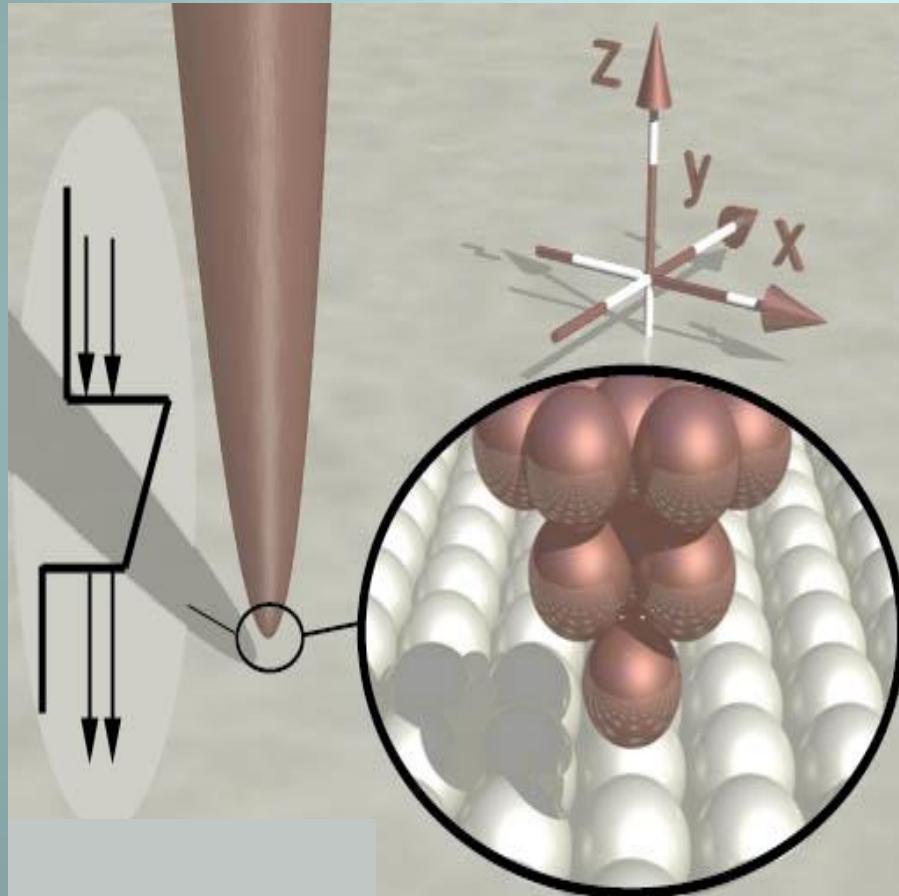
# “Tapping” režim (IC-AFM)

- 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.

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

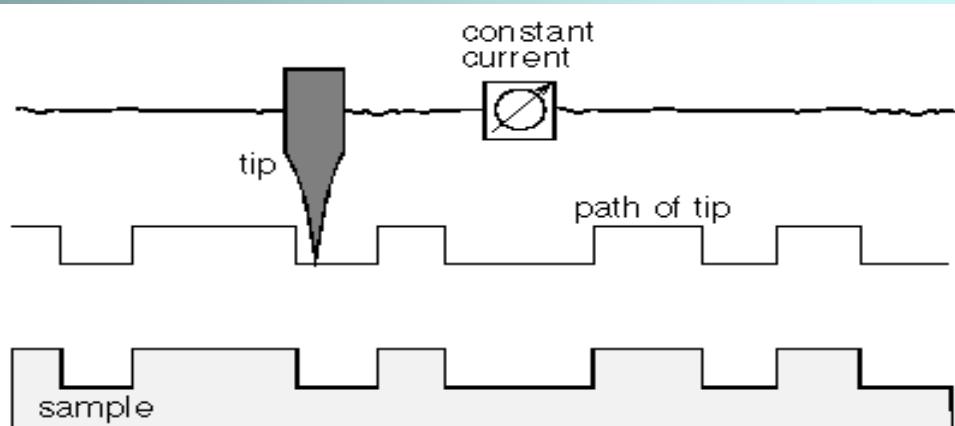
$$K \approx \frac{\sqrt{2m\Phi}}{\hbar}$$

d- rastojanje vrh sonde – uzorak

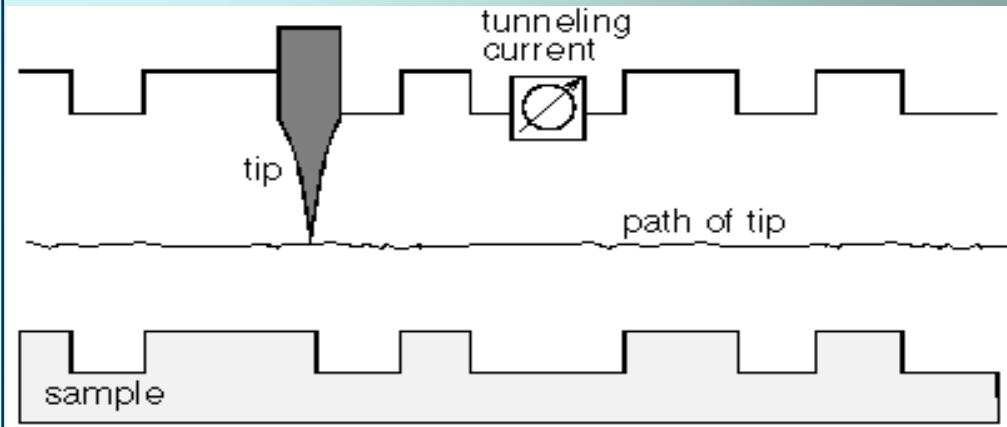
Osetljivost je velika - promena rastojanja za 10% dovodi do promene struje tunelovanja za red veličine.

# Modovi rada STM-a

## Mod: konstantna struja



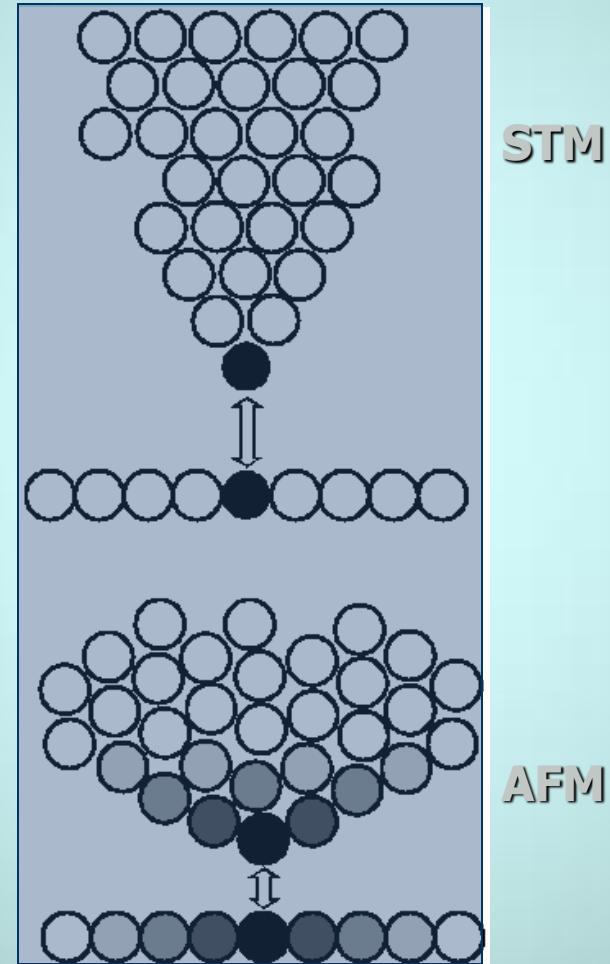
## Mod: konstantna visina



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

- manja vertikalna rezolucija
- veća brzina skeniranja

# Uporedni prikaz STM i AFM sonde

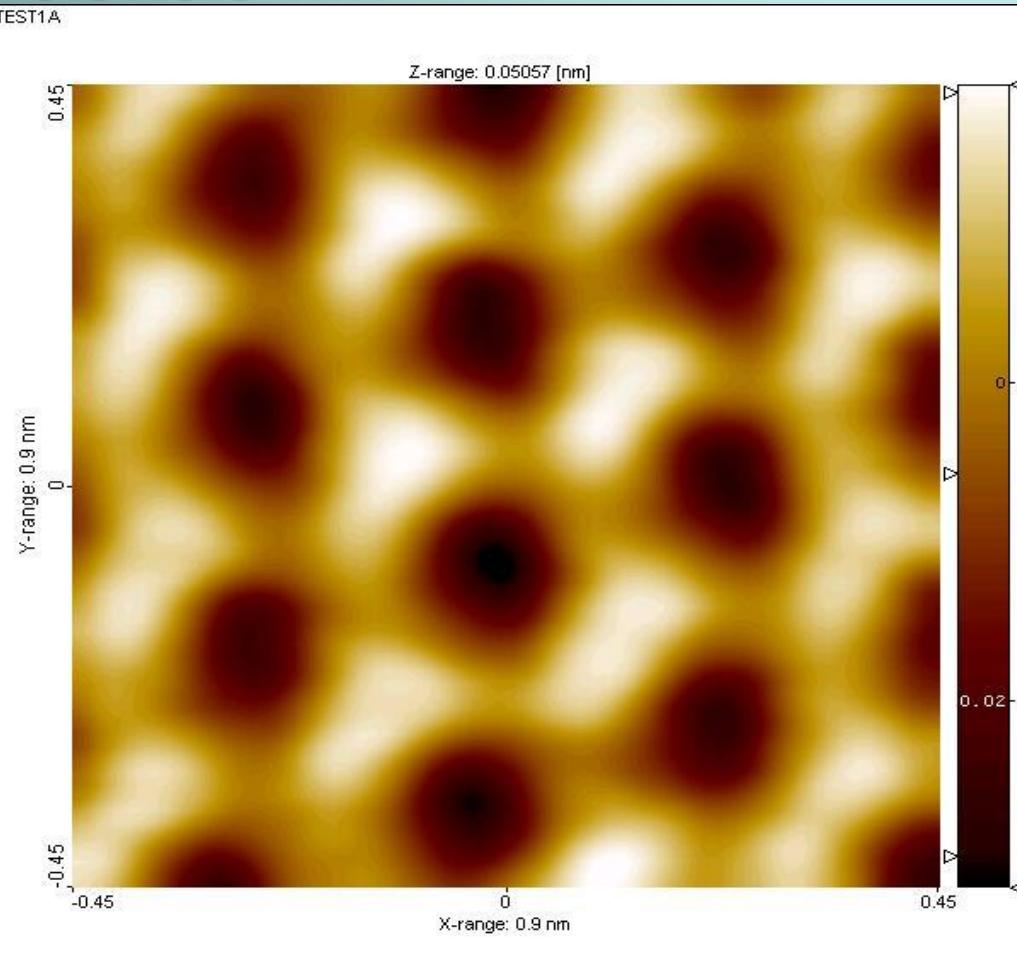


## Primena

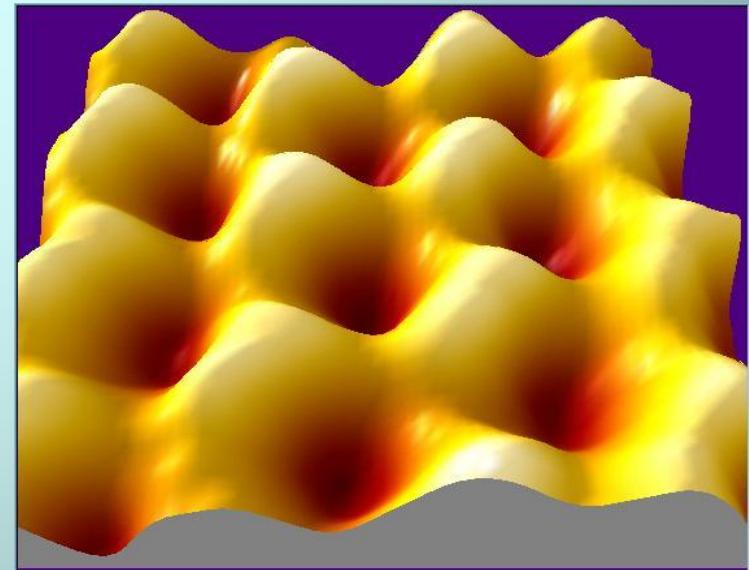
- **Merenje** - snimanje topografije površine različitih materijala
- **Modifikacija** – iscrtavanje likova na substratu (nanolitografija);
- **Manipulacija** - pomeranje atoma ili molekula po površini;

# Slika sa STM-a 0.9x0.9 nm

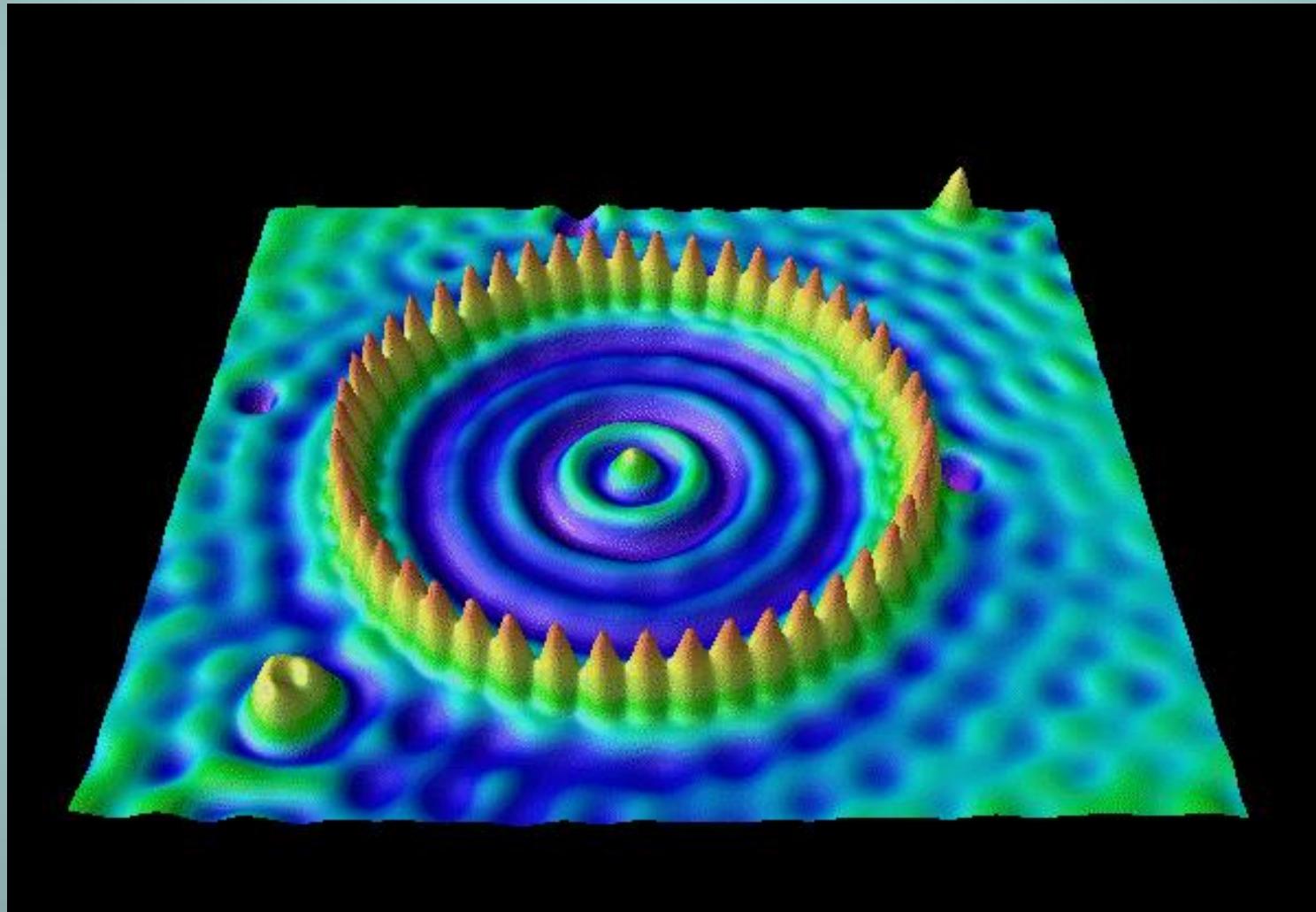
TEST1A



3D prikaz



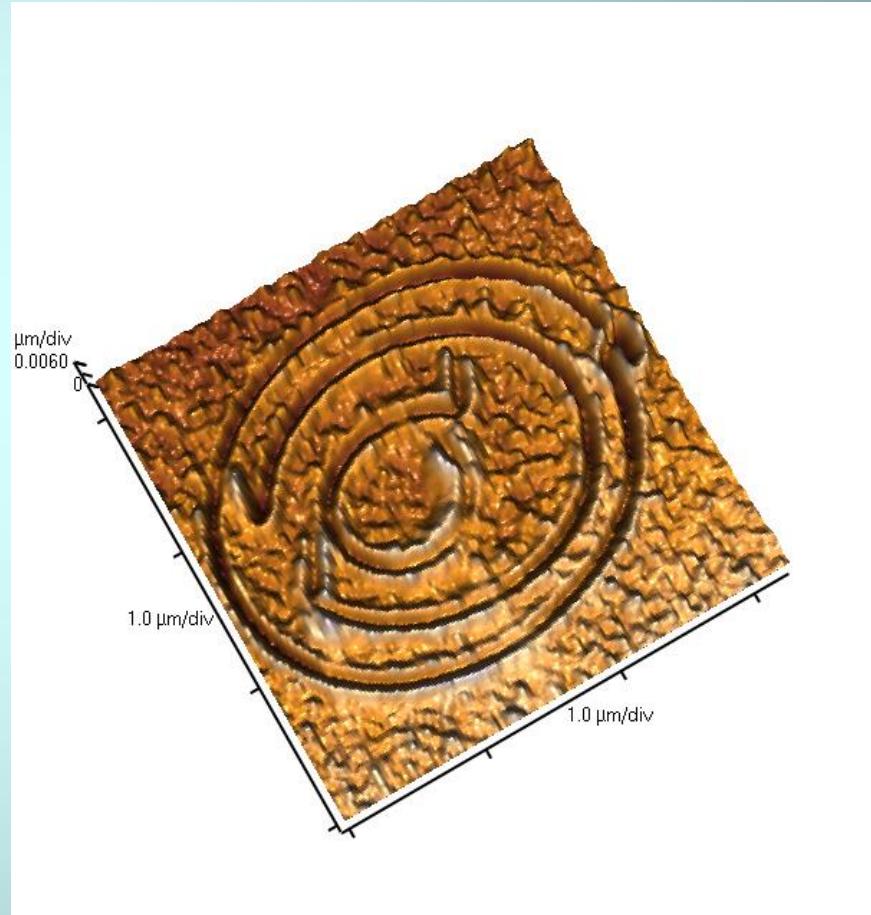
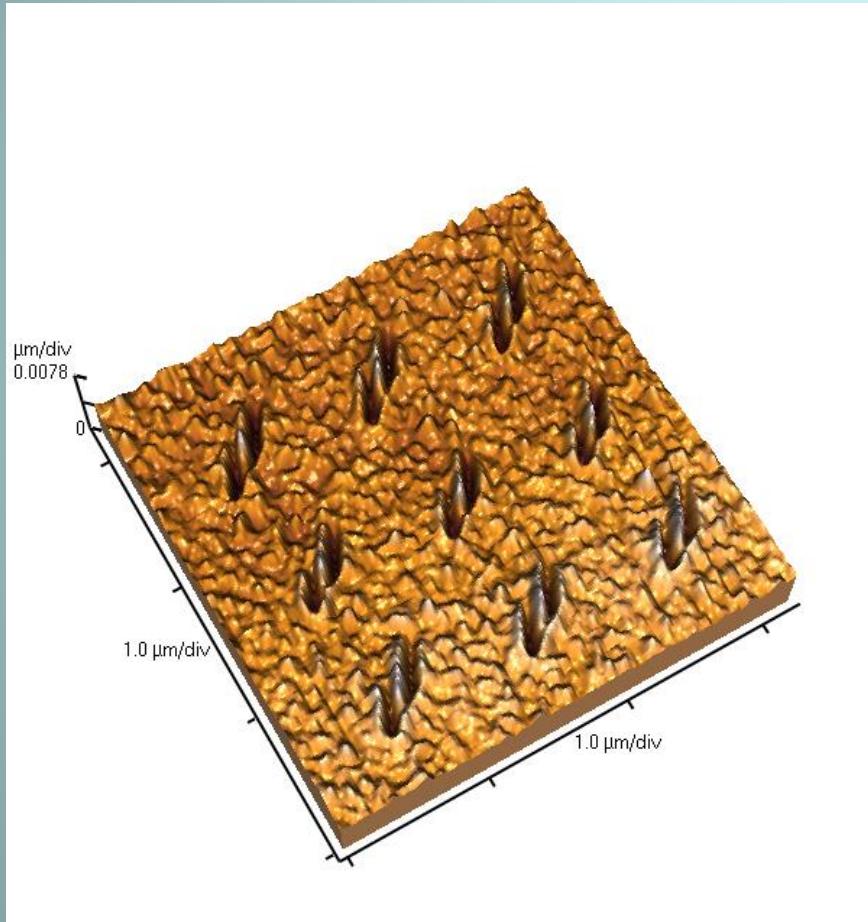
# Slika sa STM-a atomi Fe na površini Cu(111)



# 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

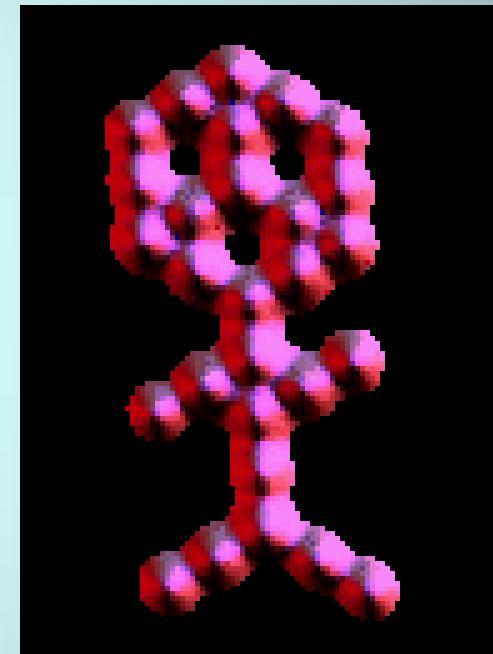
# Nanolitografija – neki primeri



# Nanomanipulacija



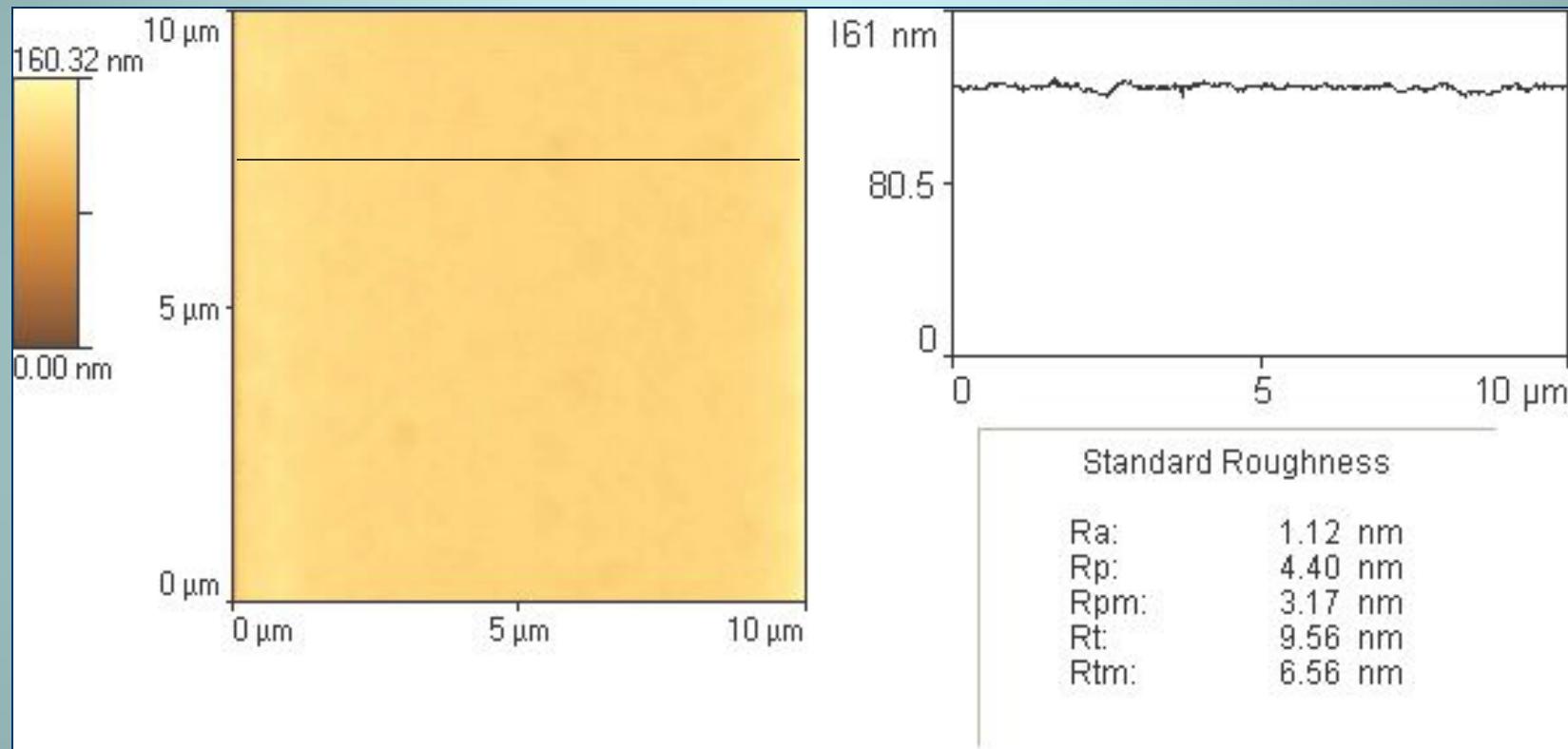
Atomi ksenona



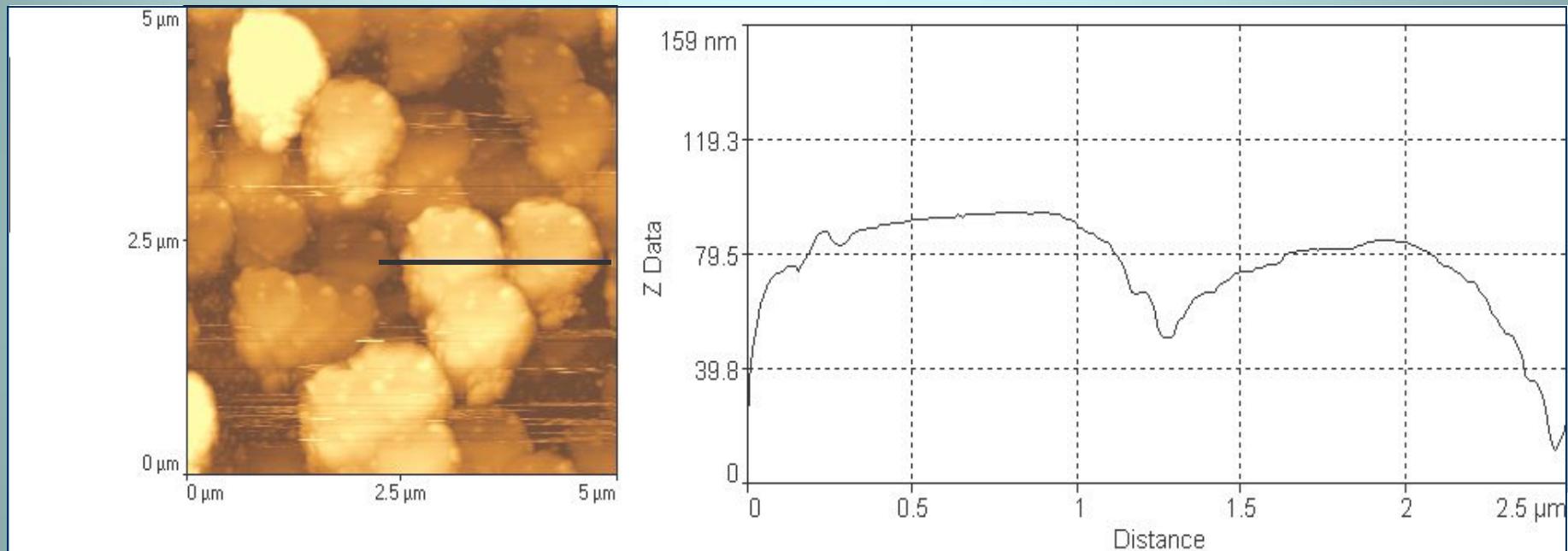
Molekuli ugljen monoksida

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"> <li>• Provodnici</li> <li>• Čvrsti uzorci</li> </ul>
SP	Snimanje profila površine	Vertikalna $\sim 10 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 1000 \text{ \AA}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Provodnici, izolatori, poluprovodnici</li> <li>• Čvrsti uzorci</li> </ul>
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"> <li>• Provodnici, izolatori, poluprovodnici</li> <li>• Tečni slojevi, tečni kristali i čvrste površine</li> </ul>
MFM	Merenje magnetnih sila	Vertikalna $\sim 1 \text{ \AA}$ Lateralna $\sim 10 \text{ \AA}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Magnetni materijali</li> </ul>
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"> <li>• Provodnici</li> <li>• Čvrsti uzorci</li> </ul>

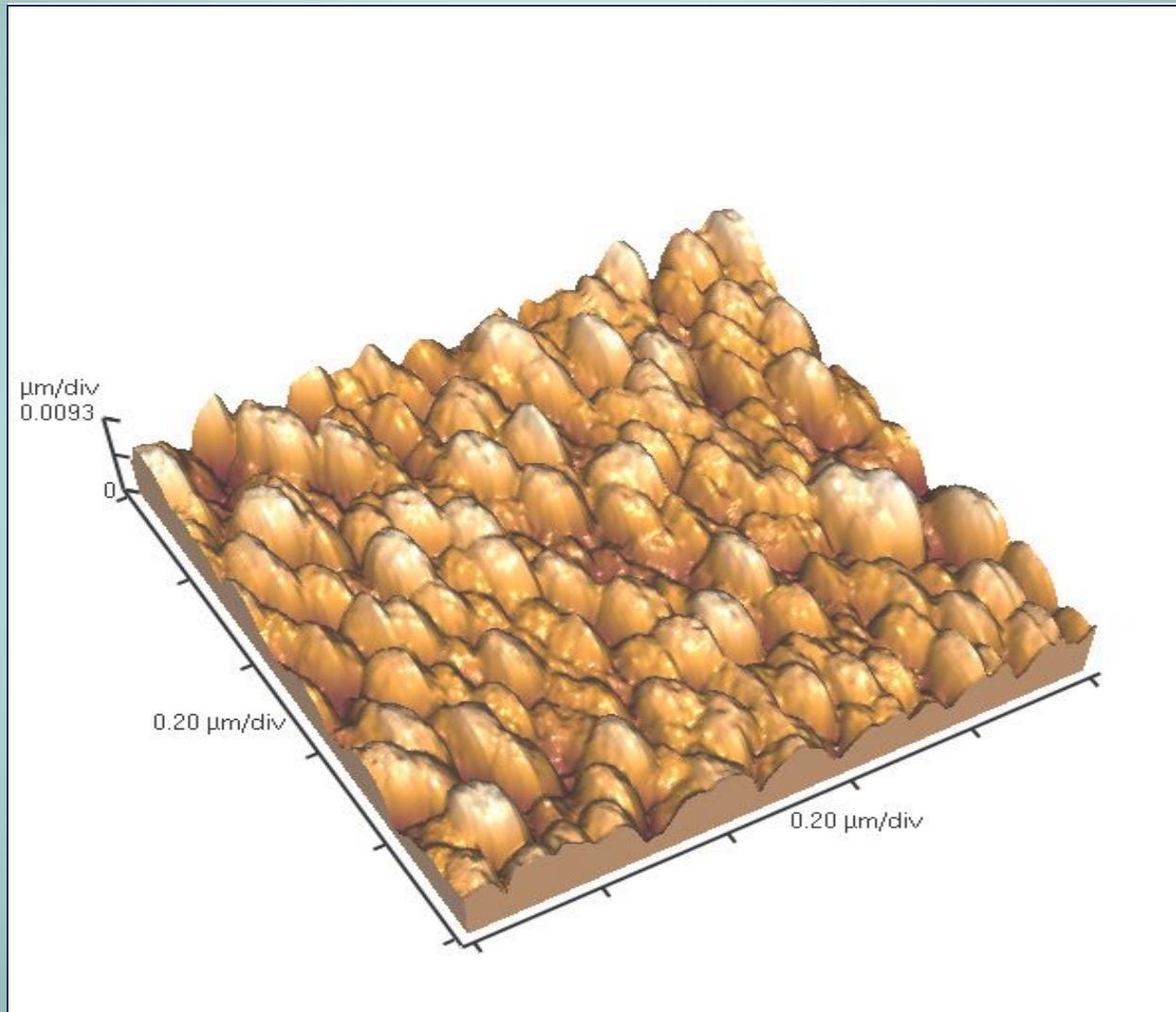
# Analiza hrapavosti silicijumske pločice



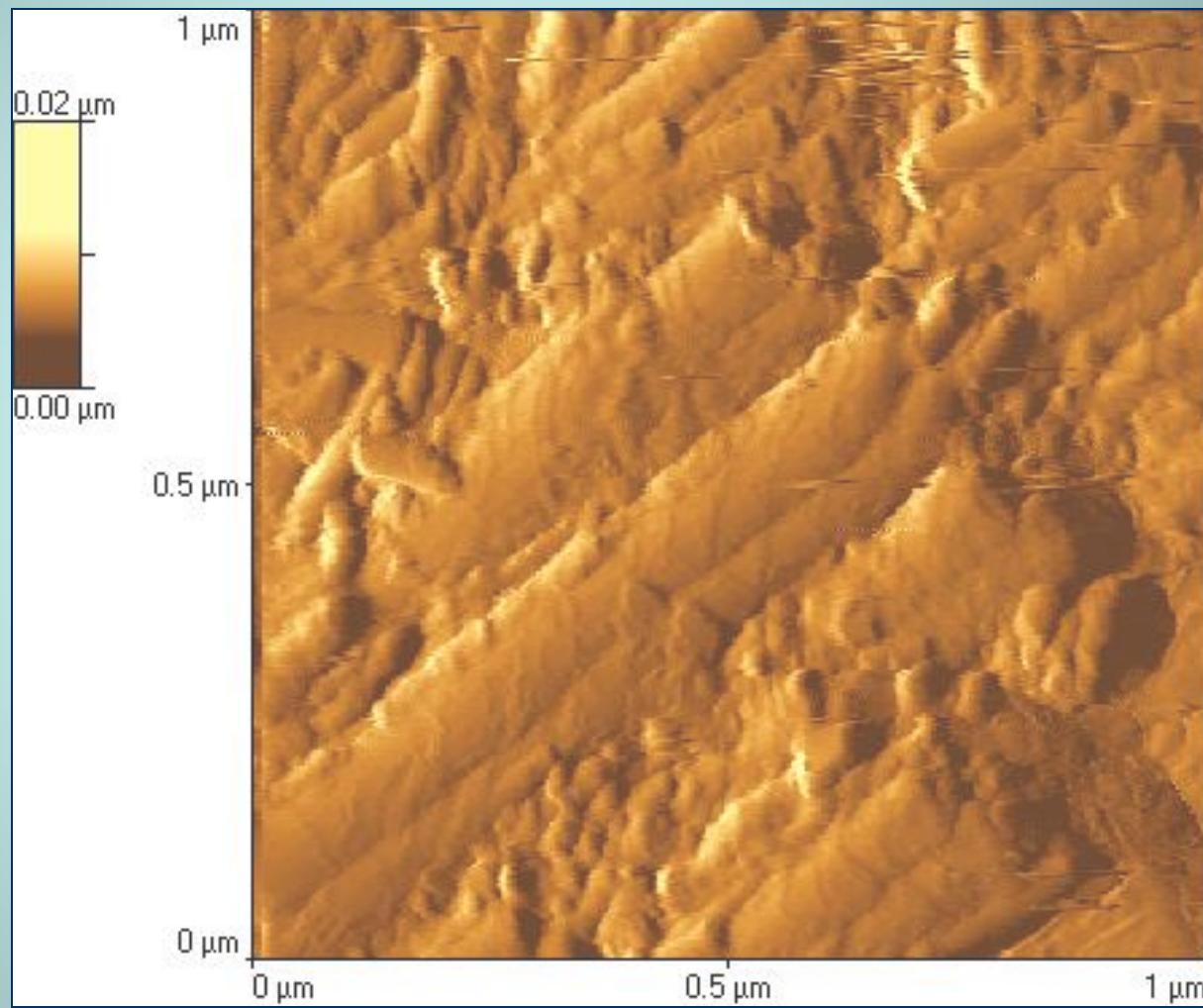
# Određivanje dimenzija čestica - tanak sloj hroma na staklu



# Provera kvaliteta tankog filma – Pt na silicijumu

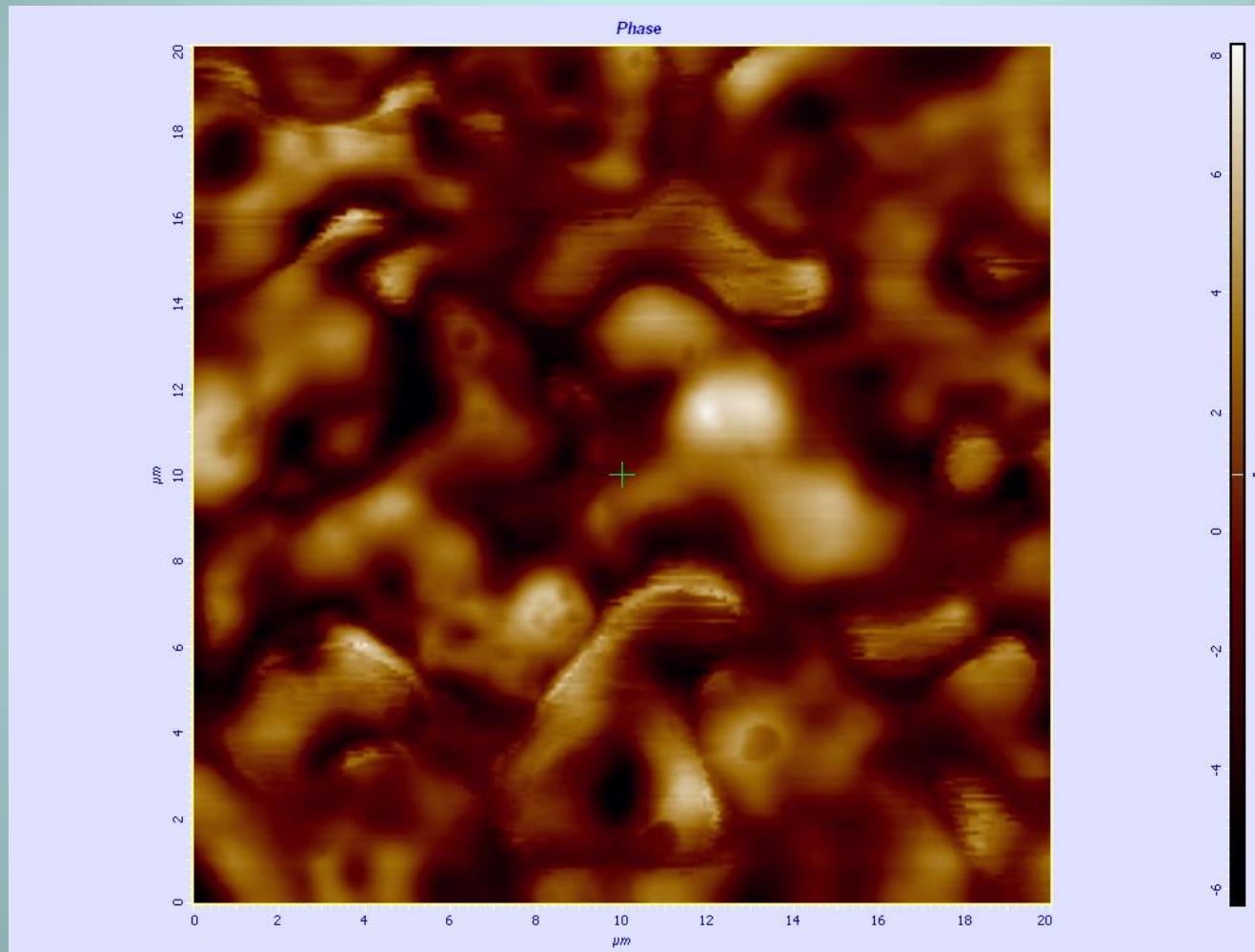


# Serpentin – prirodni mineral

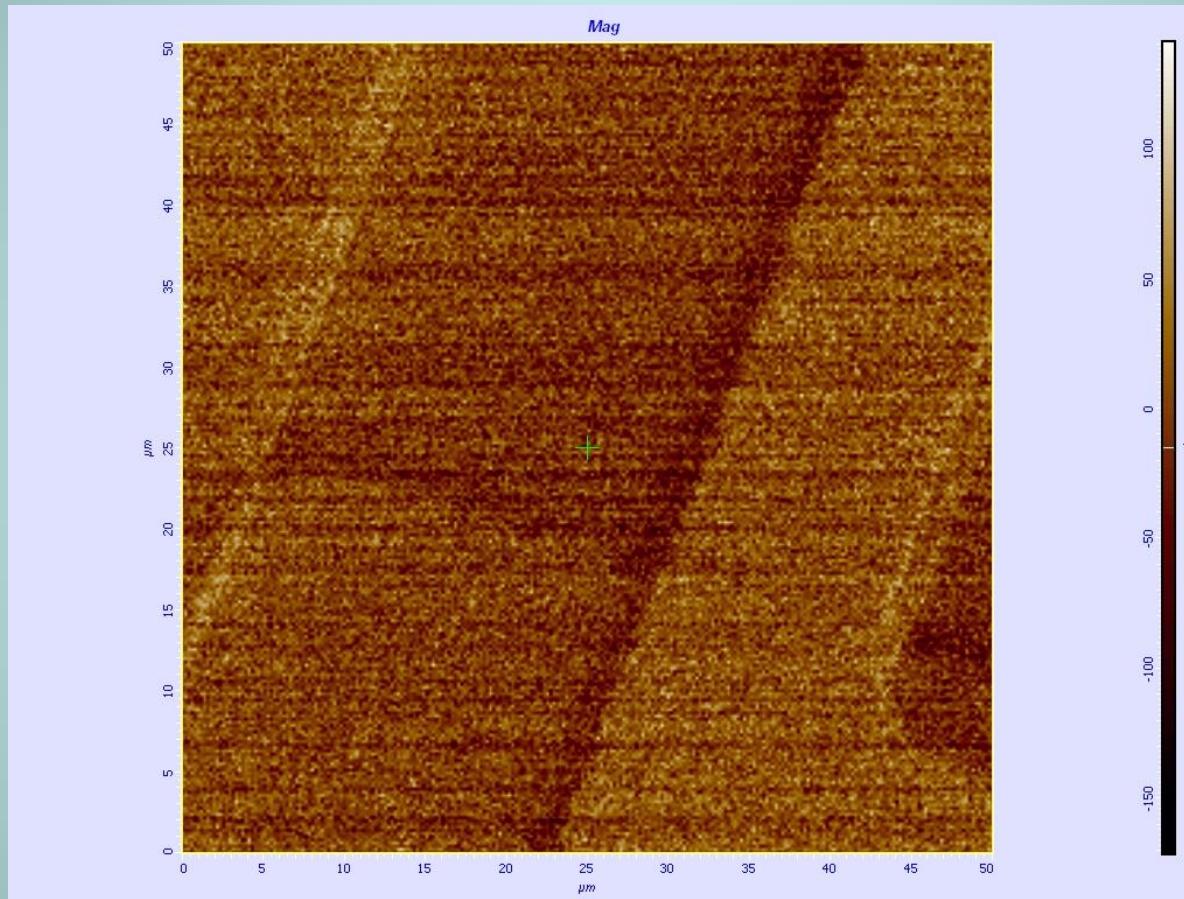


# MFM - Stroncijum heksaferit

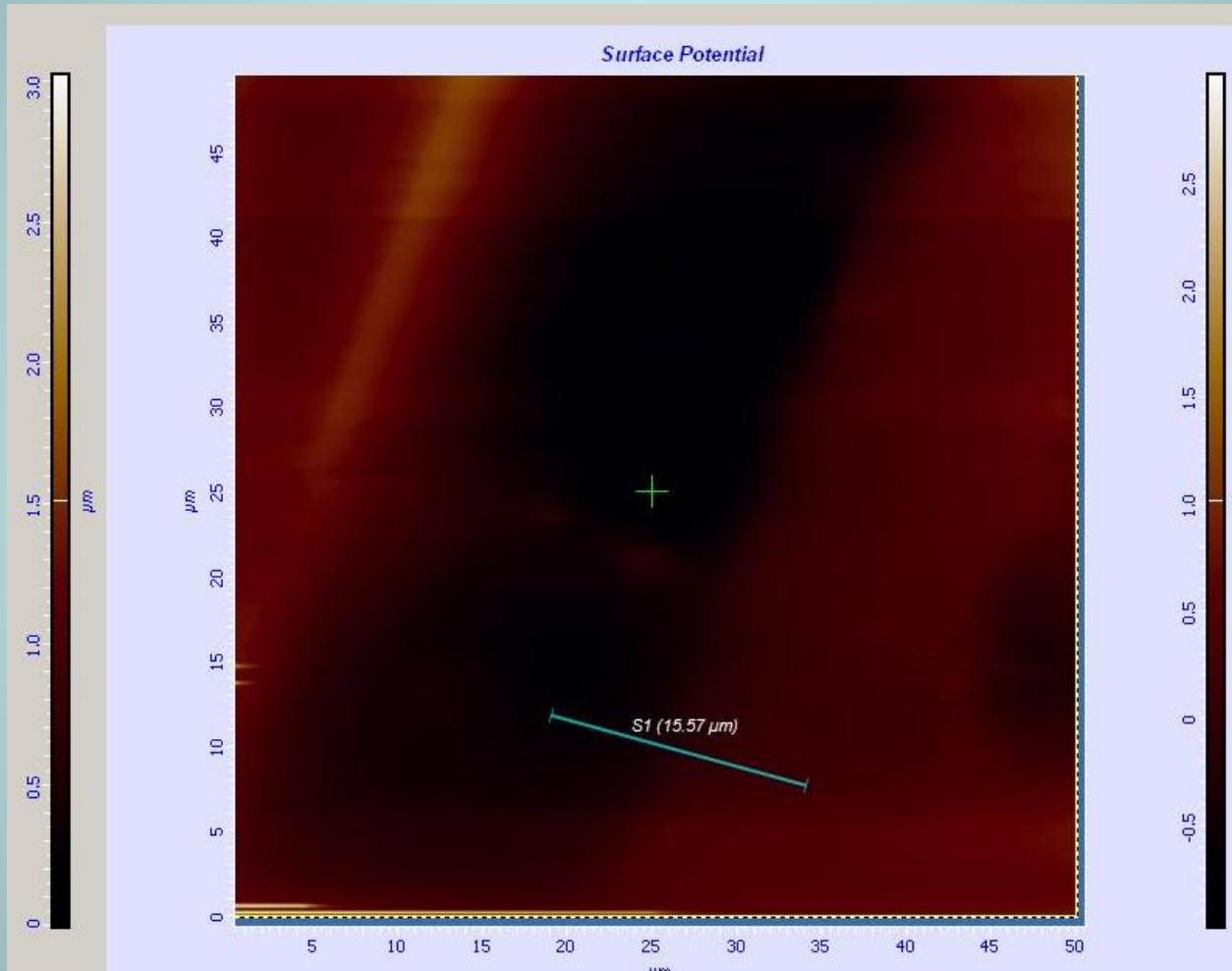
20x20  $\mu\text{m}$



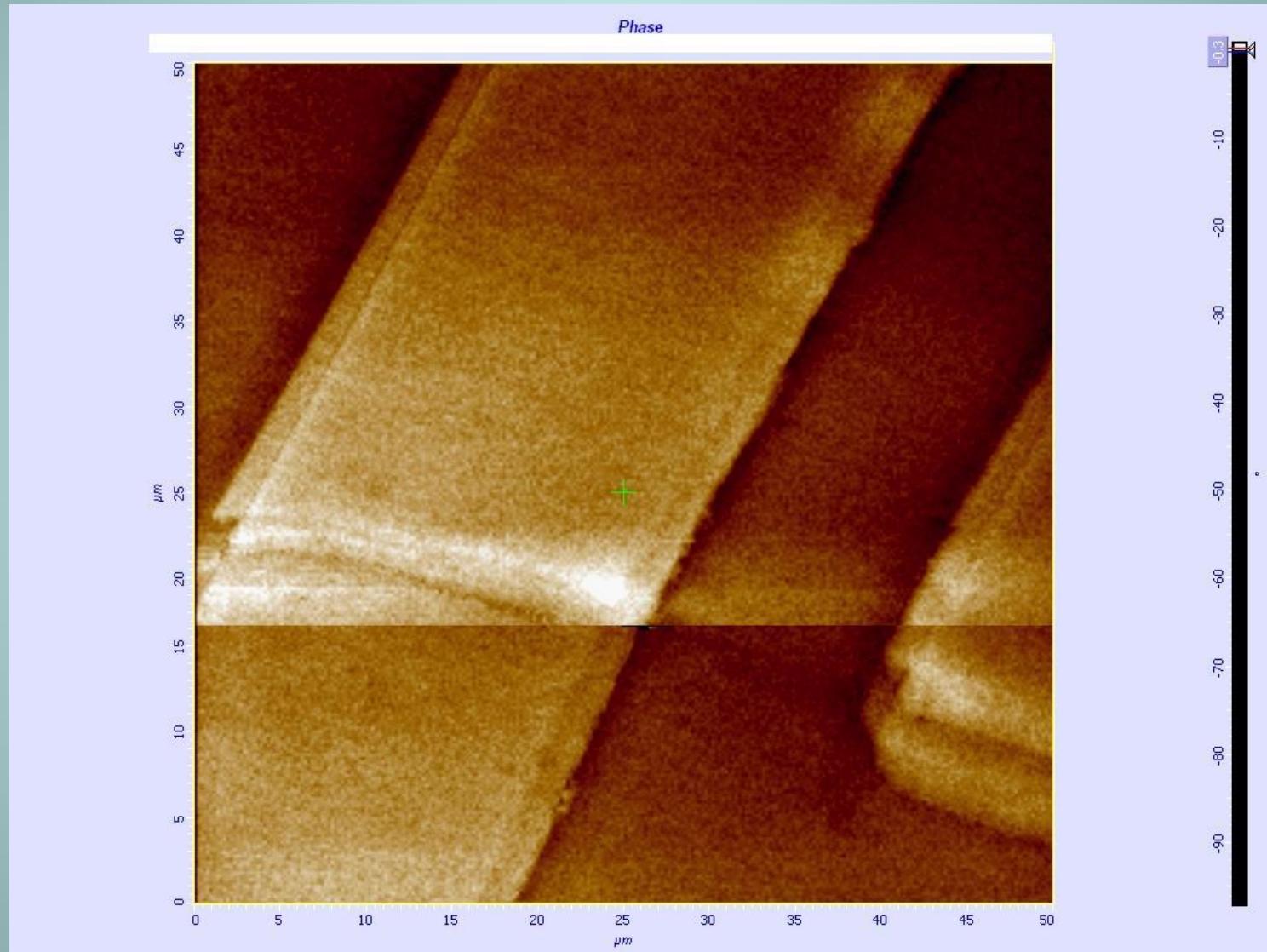
# SCM – piezotpornik na Si



# 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**