

Atomi erőmikroszkópia

Lenk Sándor, BME Atomfizika Tanszék

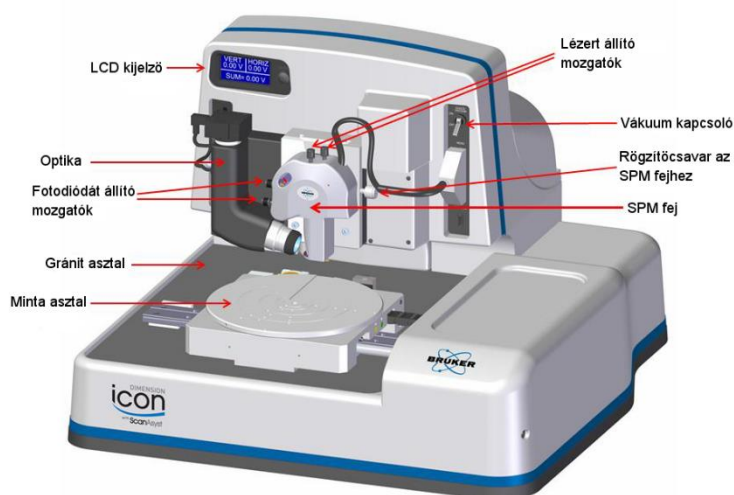
1. Bevezetés

A pásztázószondás módszerek (SPM) közös tulajdonsága, hogy egy mikroszkópikus méretű szonda pásztázza a vizsgálandó felületet. Az első ilyen technikát – a pásztázó alagútmikroszkópot (STM-et) – Binnig és Rohrer találta fel 1981-ben, majd néhány év alatt több hasonló technikát fejlesztettek ki. Ezek közül az egyik legelterjedtebb technikával, az atomi erőmikroszkópiával (AFM) ismerkedünk meg a laboratóriumi gyakorlat keretében.

Manapság az atomi erőmikroszkópia a nanotechnológia egyik legfontosabb vizsgálati és manipulációs módszere. Előnye, hogy vezető és nem-vezető anyagokra egyaránt alkalmazható, atmoszférikus nyomáson, vákuum körülmények között és folyadék közegben. Jelenleg több mint 10 gyártó kínál ilyen mérőberendezést. Fejlesztéseik eredményeként a felszín követésén túl egyéb fizikai tulajdonságok meghatározása, úgymint elektrosztatikus erő, mágneses erő, vezetőképesség vagy mechanikai tulajdonságok (pl. Young modulus) mérése lehetséges. Míg az atomi erőmikroszkópia mérésére tipikusan aránylag olcsó Si, illetve SiN tűket használunk, addig az egyéb fizikai tulajdonságok mérésére vezetővel (Pt, Ir), mágneses anyaggal (Co, Cr) vagy például gyémánttal bevont tűket vagy egyéb speciális megoldásokra (rozsdamentes acélra növesztett gyémánt tűre) lehet szükség.

E a laboratóriumi gyakorlatban az egyik piacvezető gyártó (Bruker), Dimension Icon típusú készülékével dolgozunk. Megismerkedünk az AFM felépítésével, megtanuljuk használni, és megmérünk több különböző mintákat, különböző mérési módokkal.

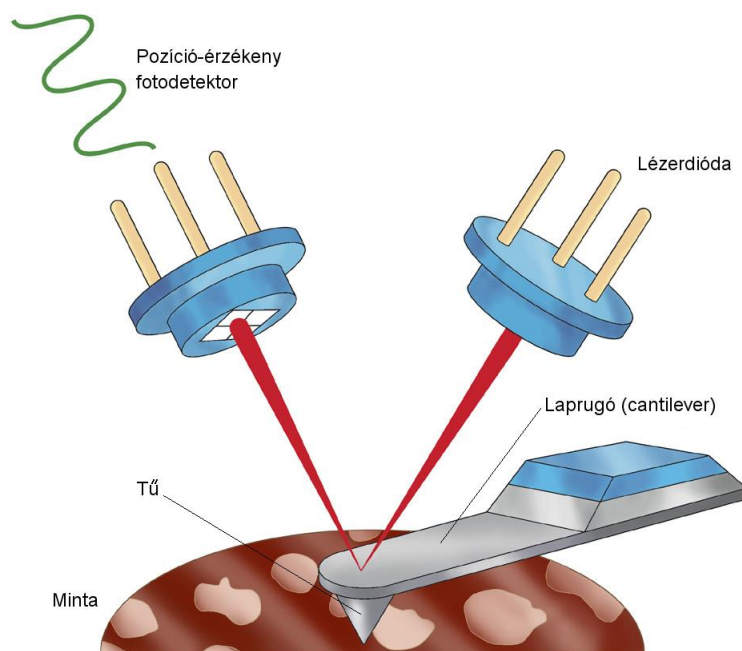
2. AFM felépítése



1. ábra
Bruker AFM felépítése

A Bruker Dimension Icon típusú atomi erőmikroszkóp felépítését az 1. ábra mutatja. A vizsgálandó mintát a **minta asztal**ra kell helyezni, amit egy **gránit asztalon** léptető motor segítségével mozgathatunk laterális és vertikális irányban egyaránt. Magát az **SPM fejet** egy **rögzítő csavar** segítségével pozícionáljuk. Az **optika** segítségével ugyanazt a területet kisebb felbontású optikai képpel is megfigyelhetjük. A megfelelő beállítást a **lézert és a fotodiódát állító mozgatók** állításával érhetjük el. A beállítást a számítógép képernyőjén grafikus felület és feszültségértékek, míg az **LCD kijelzőn** a feszültségértékek kiírása segíti.

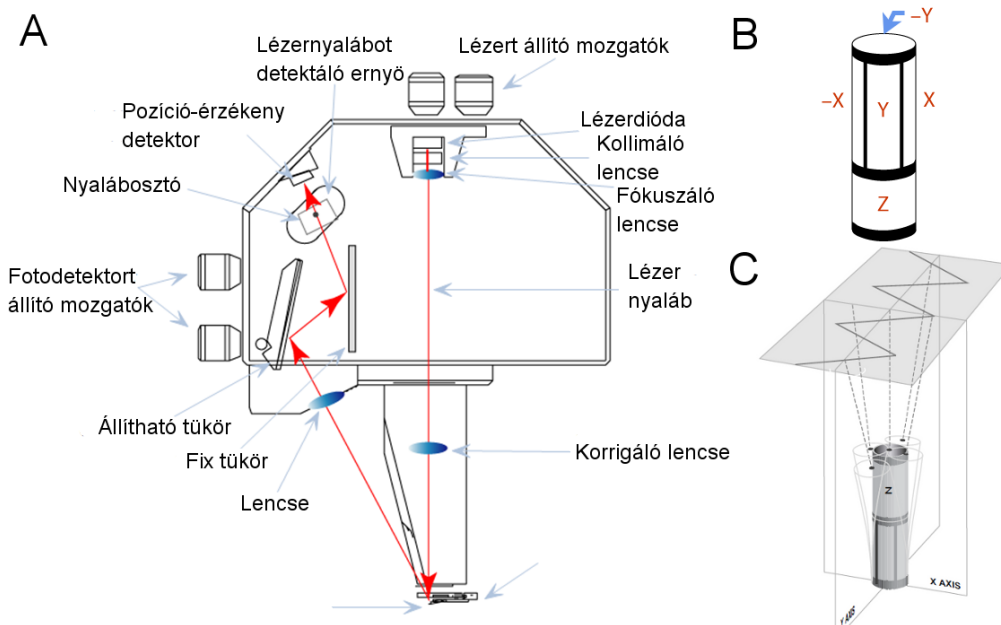
Egy atomi erőmikroszkópos kép a minta néhány száz nanométer x néhány száz nanométeres tartományától 100 mikron x 100 mikronos tartományáig terjedő részét vizsgálja. Az AFM módszer alap mechanizmusát a 2. ábra mutatja. Egy hajlékony laprugón (cantileveren) elhelyezkedő tű kölcsönhat a vizsgálandó minta felülettel. A tű anyaga tipikusan Si vagy SiN, míg hegye tipikusan 10 nm-nél kisebb. Az elhajlás mérése optikai úton történik. Egy lézerdíóda fényét a cantileverre – a tű fölé – irányítjuk, ami onnan visszaverődve a pozíció-érzékeny fotodetektorra jut. Ebből a jelből a cantilever elhajlása mérhető, amiből a minta magasságának a változása nyomon követhető.



2. ábra

Az AFM mérés alapmechnizmusa

A minta laterális és vertikális szkennelése, a Bruker Dimension Icon készüléknél a 3. ábra szerint, az SPM fejbe épített piezoelektromos mozgatóval történik. (Más konstrukciónál lehetséges, hogy a tű pozíciója fix és a minta mozgatása történik piezoelektromos módon.)

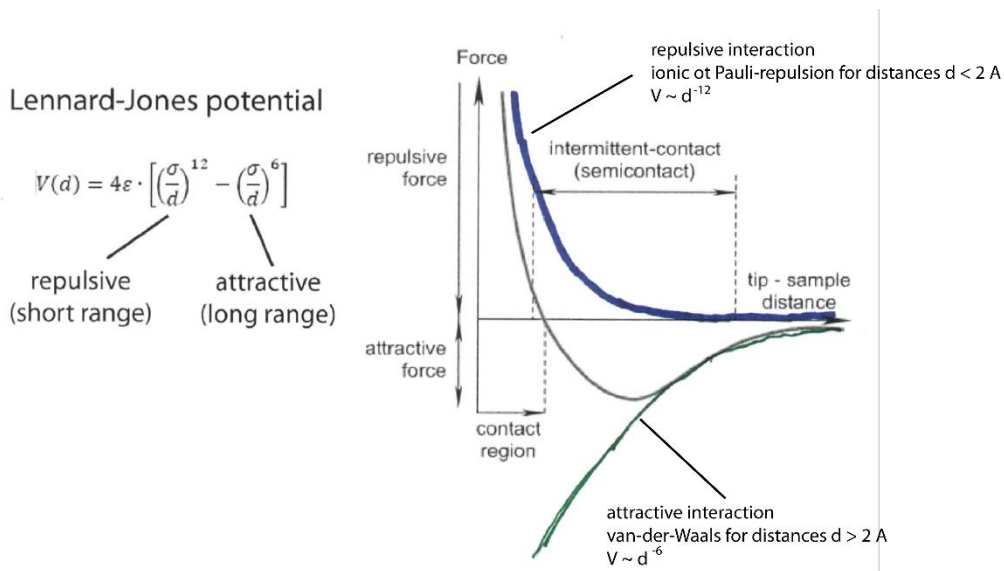


3. ábra

A) A szkennert felépítése, B) piezoelektromos szkennert részegység, C) szkennelés menete

3. AFM mérési módok

A tű-minta kölcsönhatás során többféle erőhatás lép fel – adhéziós erő, kémiai erő, elektromos és mágneses erők – melyek eredőjét mérjük. A legegyszerűbb modellnél az eredő kölcsönhatást Lennard-Jones potenciálból származtatjuk (4. ábra).



4. ábra

Kvantitatív ábra az atomi erőmikroszkópia távolság-erő görbéjéről

Annak megfelelően, hogy az erőgörbe mely tartományában és milyen módszerrel dolgozunk különböző mérési módok léteznek. Az AFM-es méréseknél tipikusan egy fizikai mennyiséget (pl. cantilever elhajlást vagy oszcillációs amplitudót) igyekszünk egy referencia értéken (setpointon) tartani, és erre az értékre visszacsatolásos szabályozást alkalmazunk.

3.1. Kontakt mód

A topográfia felvétele a tű meghatározott útvonalon (3. C. ábra) történő mozgatásával egy időben történik, mindeközben mérjük a cantilever elhajlását. Ebben a módban a visszacsatolási mechanizmus **a cantilever elhajlásának állandó értéken tartásán** alapul. Kontakt módban a tű folyamatosan kis távolságra van a mintától, vagyis a 4. ábra szerinti erőgörbe taszító tartományában dolgozunk.

3.2. Tapping mód

A tű a rezonancia frekvenciájához nagyon közeli frekvencián oszcillál a 4. ábra szerinti „intermittent” tartományban és kölcsönhat a minta felületével. Ez a mód **állandó oszcillációs amplitúdóra** csatol vissza. A tapping mód minimalizálja a nyíró erőket, amelyek egyébként károsíthatják a lágy mintákat. Ez a mód a minta topográfiája mellett a gerjesztő rezgés és a detektált rezgések közötti **fázisi különbség képeit** is párhuzamosan méri. A fázisképet pedig – a topográfia mellett – a vizsgált minta anyagi összetétele is befolyásolja, így azt az anyagi összetétel vizsgálatára is használhatjuk. Lágy és nagyobb adhéziós tulajdonságú minták sikeresebben karakterizálhatók tapping módú AFM-el, mint kontakt módúval.

Tapping módban a kontakt módban megszokott rugóállandónál nagyobb rugóállandójú tűk is használhatóak, sőt általában nagyobb rugó állandójú tűk használata a megszokott. A helyes tű megválasztás kulcsfontosságú.

3.3. ScanAsyst mód

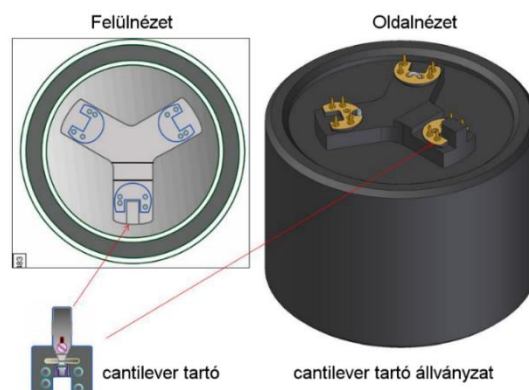
A ScanAsyst mód egy kép-optimalizáló módszere a Bruker AFM-eknek. A ScanAsyst program folyamatosan vizsgálja a kép minőségét, és a megfelelő paraméterek (névleges érték/setpoint, visszacsatolás erősítése/ feedback gain és szkennelési sebesség/scan rate) állításával optimalizálja azt.

A ScanAsyst mód az úgynevezett **Peak Force Tapping** módon alapul, ami erő görbéket vesz fel a kép valamennyi pixeléről. A topográfiai kép meghatározására az egyes erőgörbék erőcsúcsait használja, mint a képpalkotás visszacsatoló jelét, így biztosítva egyúttal a közvetlen erőszabályozást is. A módszer tipikusan kisebb erőkkel dolgozik, mint a Tapping módú mérés, ami segít abban, hogy egy lágy minta és a mérést végző tű még kevésbé sérüljön.

Ilyen módban leginkább a V-alakú, kis rugóállandójú ScanAsyst-Air vagy SNL tűk alkalmazása a leggyakoribb.

4. AFM mérés előkészítése

4.1. Tű behelyezése



5. ábra

A cantilever tartó és a cantiver tartó állvány

A tű cseréje a következő módon történik:

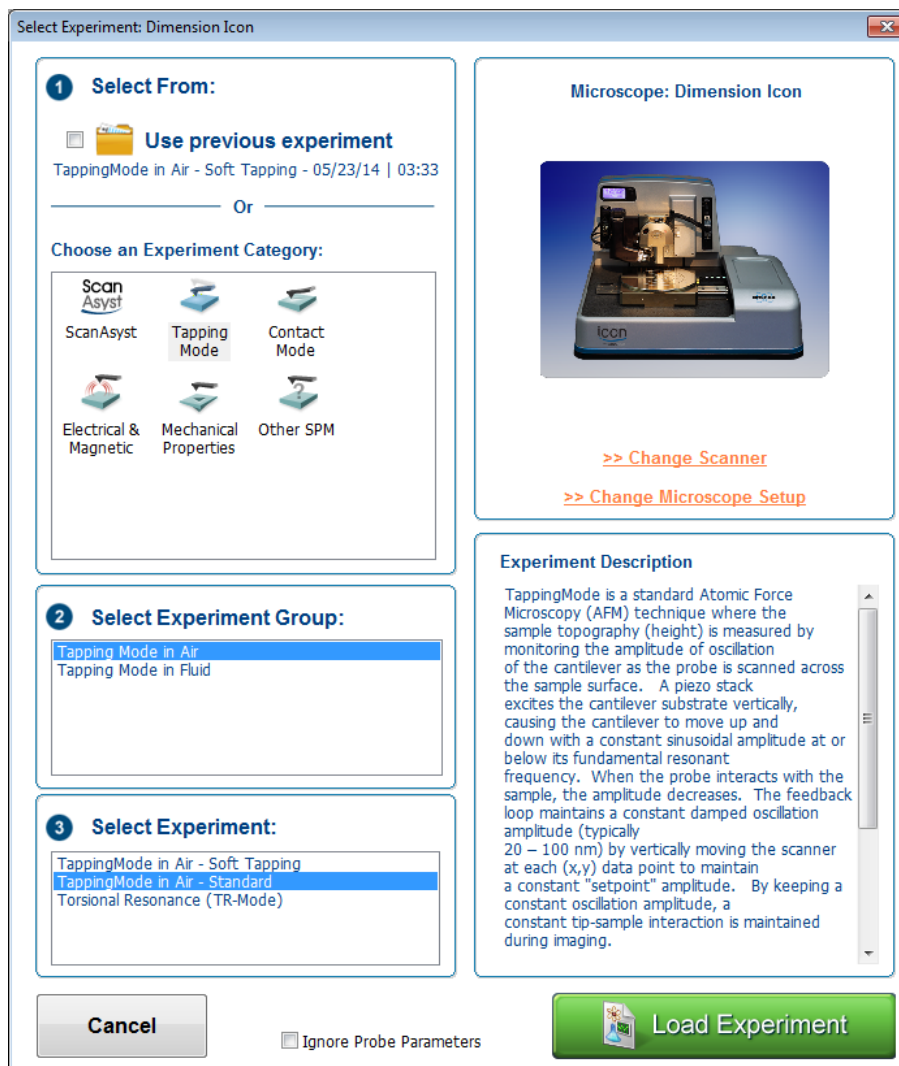
1. Helyezzük a cantilever tartót a **megfelelő** cantilever tartó állványzatra (5. abra).
2. Nyomjuk le a cantilever tartót és húzzuk a tű befogót teljesen hátra.
3. Helyezzük a megfelelő tűt a cantilever tartó hornyba.
4. Nyomjuk le és finoman toljuk előre a tű befogót, hogy tartsa a cantilever.
5. Lazítsuk ki az SPM fej rögzítő csavarját és vegyük le az SPM szkennert (Ez a rész **nagy odafigyelést** igényel, mert az SPM fej értéke meghaladja a 10 millió Ft-ot.)
6. Óvatosan helyezzük az AFM cantilever tartót (amelyet az előző lépésben tűvel szereltünk fel) az SPM fejbe.

4.2. A minta rögzítése

A minta rögzítési többféle képpen történhet pl. vákuum a beépített vákuumos rögzítés segítségével, vagy mágneses mintartóval esetleg kétoldali ragasztóval.

4.3. Kamera és lézer beállítása

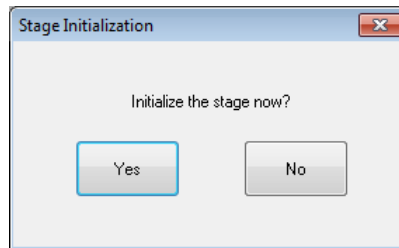
Indítsuk el a NANOSCOPE programot. A bejelentkező ablakban válasszuk ki a megfelelő mérési módot (előbb a SELECT EXPERIMENT GROUP, majd a SELECT EXPERIMENT; lásd 6. ábra).



6. ábra

Példa a megfelelő mérési mód kiválasztására a NANOSCOPE programban

Ezt követően inicializáljuk a mintaasztalt (7. ábra).



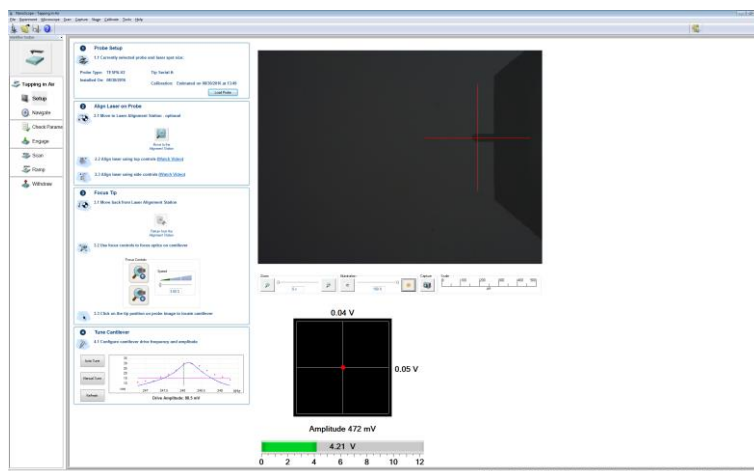
7. ábra

A minta asztal inicializálása

Ezt követően a menüben es az almenüben fentről lefelé haladunk. A SETUP menüben (8. ábra) a következő lépéseket végezzük:

1. Cseréljük a tűt amennyiben szükséges a 4.1. alpontnak megfelelően.
2. A **Probe Setup** alpontban válaszuk ki a használni kívánt tűt. (Load Probe gomb).
3. Lézer nyaláb pozicionálása a tűre (**Align Laser on Probe**). Amennyiben sztenderd cantilever tartóval dolgozunk, választhatjuk a beállításhoz a **Laser Alignment Station**. Ha folyadék mintatartóval vagy más speciális mintatartóval dolgozunk a Laser Alignment Stationt SZIGORUAN TILOS választani!!! Folyadék mintatartónál a Laser Alignment Station választásával, akár az SPM fej is sérülhet (értéke meghaladja a 10 millió Ft-ot)!
4. A beállítást a lézert állító mozgatókkal (TOP controls) kezdjük. Cél az összeg feszültség jel maximalizálása úgy, hogy a lézernyaláb a tű felett legyen.
5. Ezt követően a fotodetektort állító mozgatókkal (SIDE controls) folytatjuk. Cél, hogy a négysezmenses detektor különbségi jeleit minimalizáljuk, úgy hogy a feszültség összegjel közel maximális.
6. Ezt követően (ha sztenderd mintatartót használtuk) eljövünk a Laser Alignment Stationtól, és a fókuszt szabályozásával a cantilevert az optikai képen élesre állítjuk.
7. Ezt követi a cantilever hangolása (Tapping mód eseten).

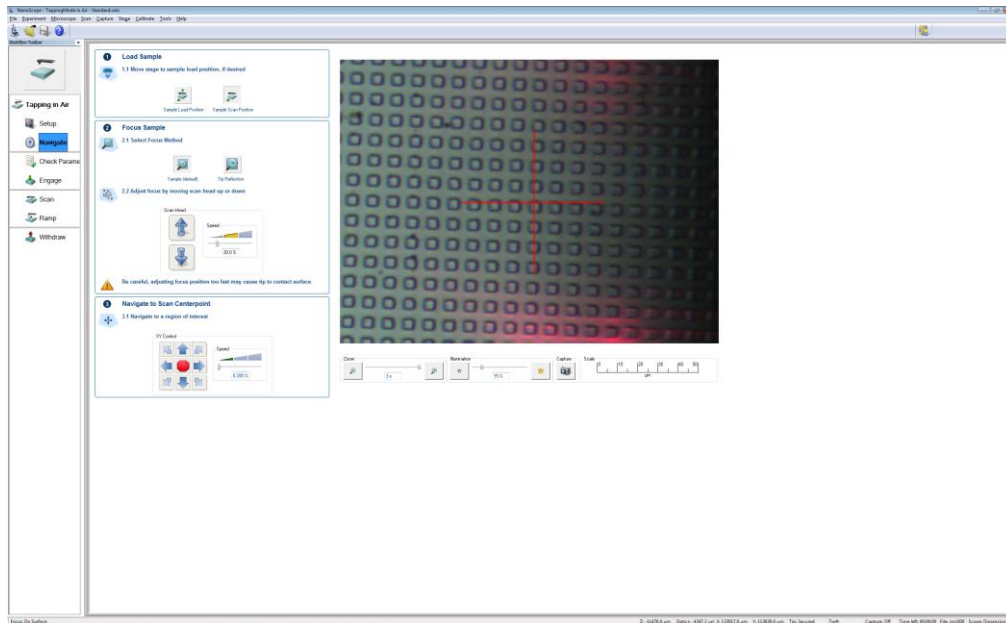
A 2-7. pont lépései a 8. ábrának megfelelő menüben történtek.



8. ábra

Beállítások (SETUP) menüpont a NANOSCOPE programban

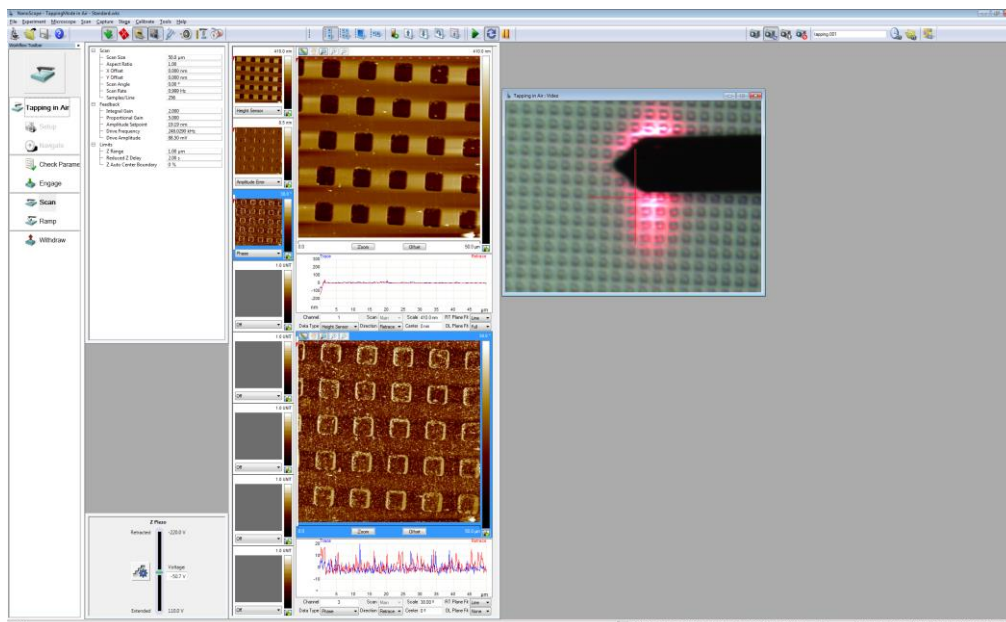
A következő (NAVIGATE) menüben (9. ábra) fókuszálunk a mintára. Itt különböző nagyítások kiválasztása mellett keressük a mintafelületet. Ez gyakorlatlanabb felhasználóknak nehézségeket okozhat.



9. ábra

Navigálás (NAVIGATE) menüpont a NANOSCOPE programban

Végül ellenőrizzük a beállítások paramétereit (CHECK PARAMETERS), majd a szkennerral elindulunk a minta felületé felé (ENGAGE). A mérés során szükséges a mérési paraméterek optimalizálására, ebben a mérésvezető segítségünkre lesz.



10. ábra

Példa egy Tapping módban végrehajtott mérésre

5. Mérési feladatok

A mérési feladatok az aktuális kutatási irányokhoz igazodóan különbözők lehetnek. Néhány példa a várható mérési feladatokra:

- 1.) Kalibráló minta vizsgálata
- 2.) Nanodotok mérése
- 3.) HDD mágneses tulajdonságainak vizsgálata
- 4.) Integrált áramkör vizsgálata
- 5.) Nanomechanikai tulajdonságok mérése