

Mikroskopie atomárních sil pro 3D mapování povrchu

prof. Ing. Jiří Němeček, Ph.D., DSc.

ČVUT Praha, Fakulta stavební



Tvorba výukových materiálů byla podpořena projektem OPVVV, Rozvoj výzkumně orientovaného studijního programu Fyzikální a materiálové inženýrství, CZ.02.2.69/0.0/0.0/16_018/0002274 (2017-18)



EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



Základní data a historie

- AFM patří mezi **SPM** (scanning probe) metody
- První využití skenovací sondy – tunelovací mikroskopie v roce 1981 (laboratoře IBM, G. Binnig, H. Rohr)
- V roce 1986 byla Dr. Binnigem představena metoda AFM za níž obdržel **Nobelovu cenu**.



Vlastnosti

- Patří do skupiny **nedestruktivních** metod se **skenovacím** čidlem
- Ke zobrazení není zapotřebí externí zdroj částic
- Zobrazuje strukturu povrchu v atomárním rozlišení ve směru kolmém k povrchu vzorku, **rozlišení ~0,1 nm**
- Analyzuje extrémně malé objekty v rozsahu 0,25nm (velikost atomu uhlíku) až 80μm (lidský vlas)
- Využití v různých prostředích (**vzduch**, vakuum)
- Měření vodivých i nevodivých vzorků

Použití

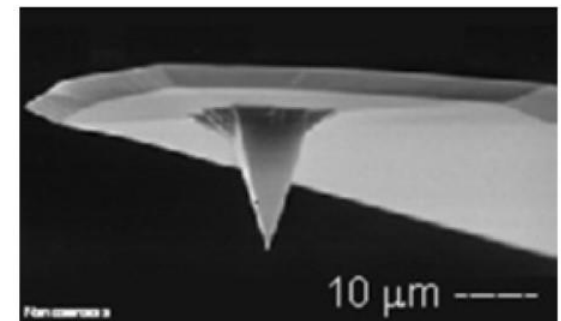
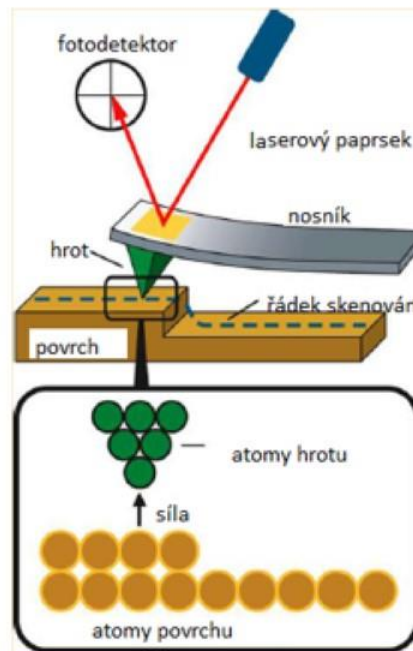
- Používá se k sestrojení trojrozměrného obrazu povrchu vzorku s vysokým rozlišením
- Využití v mnoha oborech – fyzika, chemie, biologie a medicína

Vývoj

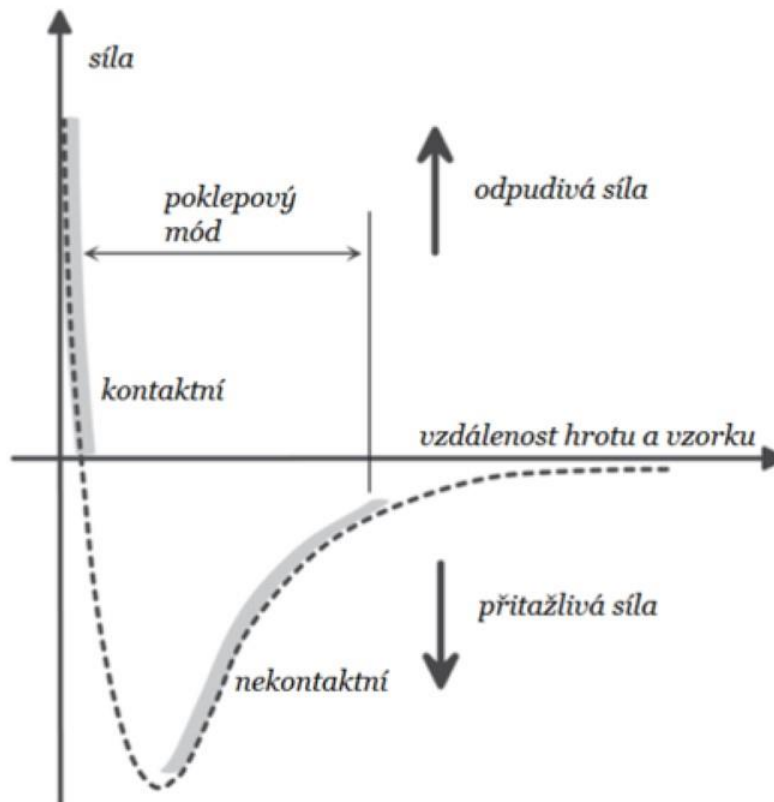
- existuje mnoho variant pro různé typy a vlastnosti povrchu
- vývoj směřuje ke zjednodušení konstrukce mikroskopu (původní přístroj potřeboval vakuum)
- velký vývoj matematického aparátu na zpracování získaných obrazů a odstraňování chyb obrazu
- použití nových vhodnějších materiálů pro raménko a hroty

Princip AFM

- AFM mapuje **rozložení atomárních sil** na povrchu vzorku těsným přiblížením hrotu k povrchu
- Síly způsobují ohnutí **raménka** délky přibližně 100 μm , na jehož volném konci je umístěn hrot průměru okolo 10nm
- Ohnutí raménka snímá citlivý, zpravidla laserový snímač
- Na základě **výchytky raménka** je vypočítávána morfologie povrchu vzorku



- Síly mezi vzorkem a hrotem mají různý charakter
- Nejčastější jsou to mezi-atomární **van der Waalsovy síly**
- Celková síla může být odpudivá nebo přitažlivá v závislosti na vzdálenosti hrotu od vzorku.



Konstrukce



Elektronická a optická část, kamera

Tubus s laserovým měřením výchylky

Stojan s rektifikací

Polohovací stokek

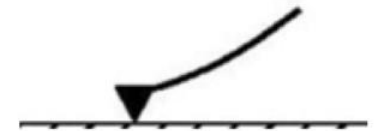
Anti-vibration

vzorek

Režimy snímání

Kontakní mód

- sonda v „kontaktu“ s povrchem vzorku, tření
- vzdálenost hrotu od povrchu je menší než několik desetin nm
- síla mezi atomy hrotu a povrchem je odpuzivá
- použití raménka s nižší tuhostí
- velikost van der Waalsových sil se pohybuje řádově okolo 10^{-7} N



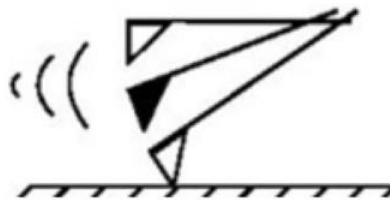
Nekontaktní mód

- hrot se pohybuje ve vzdálenosti od povrchu (řádově jednotky až desítky nm)
- působí přitažlivé síly
- raménko s hrotem vibruje v blízkosti povrchu vzorku. Sledují se změny amplitudy oscilací (stovky kilohertzů) při interakci
- používá se raménko s větší tuhostí, aby nedošlo ke kontaktu hrotu se vzorkem a jeho poškození
- velikost van der Waalsových sil je velmi malá a pohybuje se řádově okolo 10^{-12} N
- výhodou je snímání bez mechanického kontaktu a tím možnost zobrazovat měkké a pružné vzorky
- další výhodou je menší opotřebovávání vzorku



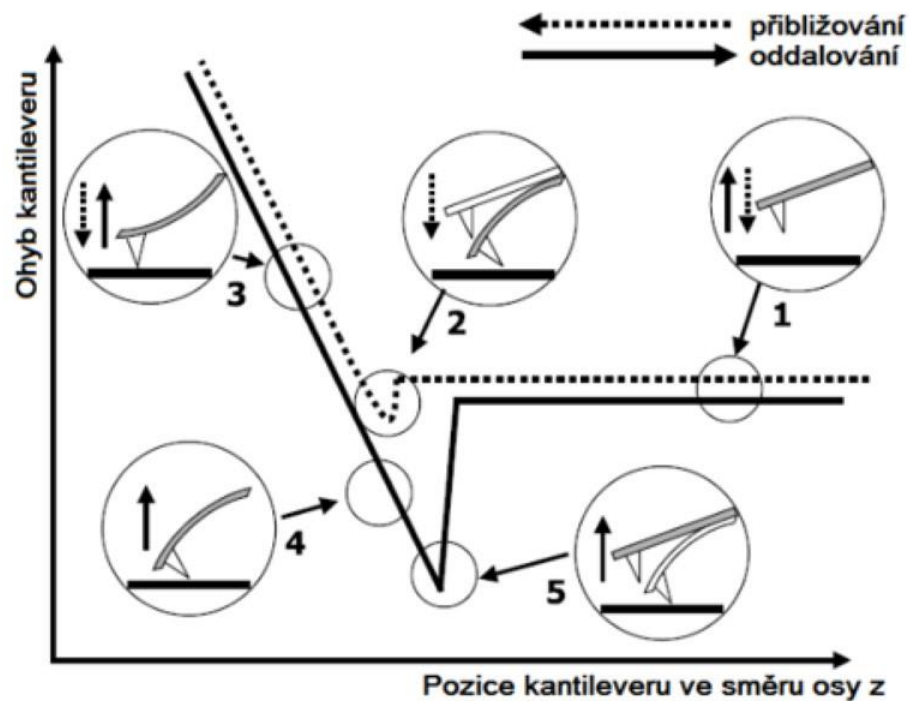
Pokleповý režim

- Hybridní režim
- velká podobnost s nekontaktním režimem
- povrch vzorku je mapován pomocí změny rezonanční frekvence
- rozkmit raménka je tak veliký, že dochází k dotyku hrotu se vzorkem
- jsou odstraněny třecí síly a tím i možnost poškození vzorku
- uplatnění při snímání větších ploch s členitým povrchem

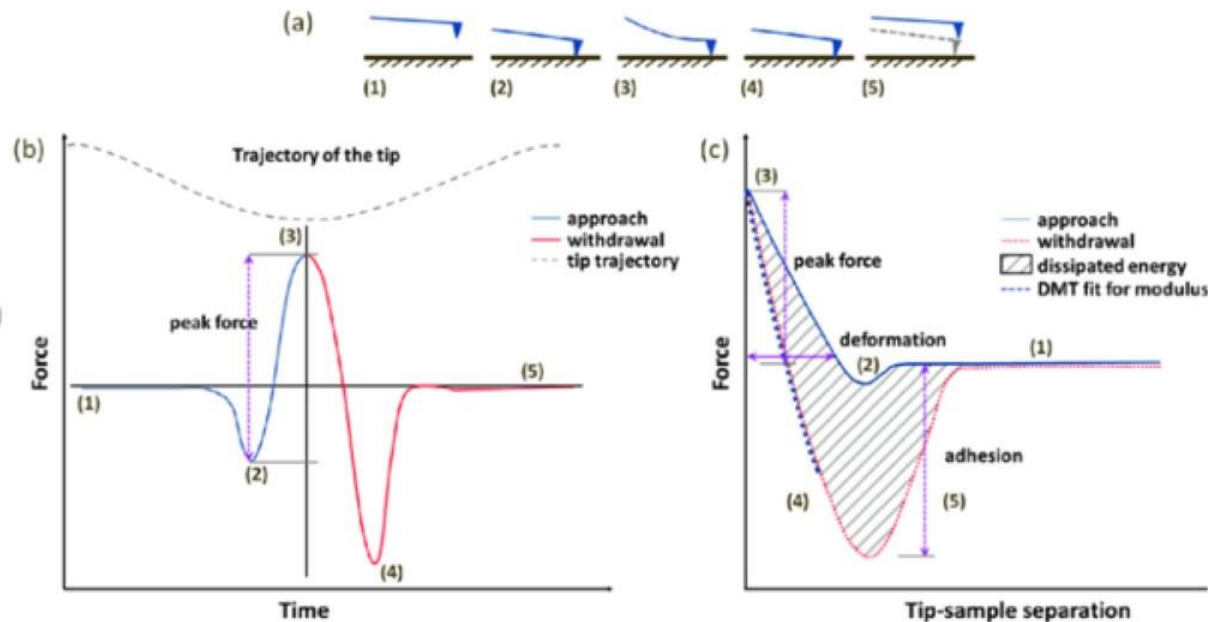


Peak-force tapping mode

- Měření silových křivek při přibližování a oddalování hrotu
- “Indentace s AFM”



The elastic modulus of the sample can be extracted by the Derjaguin-Muller-Toporov (**DMT**) model



(a) Approach and withdrawal of the AFM-tip in a single tapping cycle (b) principle of Peak Force Tapping operation with the tip trajectory (c) schematic of force-distance curve obtained at each tapping cycle with the peak force as controlling parameter.

$$F - F_{adh} = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R(d - d_0)^3}$$

$F - F_{adh}$...difference between the applied and adhesion force

$d - d_0$...sample deformation

R ...tip radius

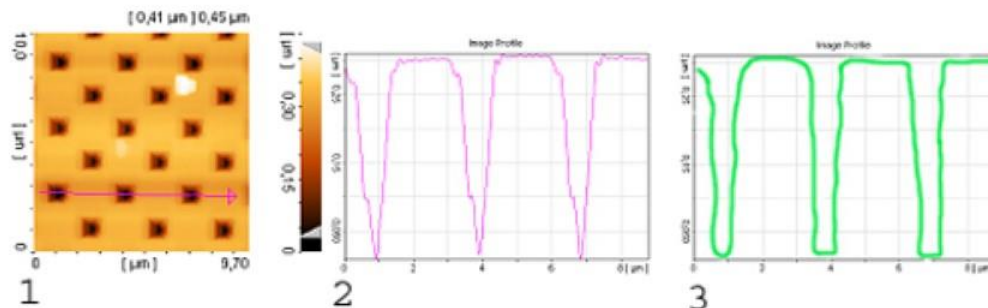
Herzian contact assumed

ARTEFAKTY OBRAZU A CHYBY MĚŘENÍ

chyby vzniklé při vytváření obrazu označujeme jako artefakty obrazu dochází k nim při chybné interpretaci měření nebo při překročení fyzikálních bariér měření (geometrie hrotu, skeneru, vibrace)

Artefakty způsobené geometrií hrotu zahrnují tyto hlavní chyby

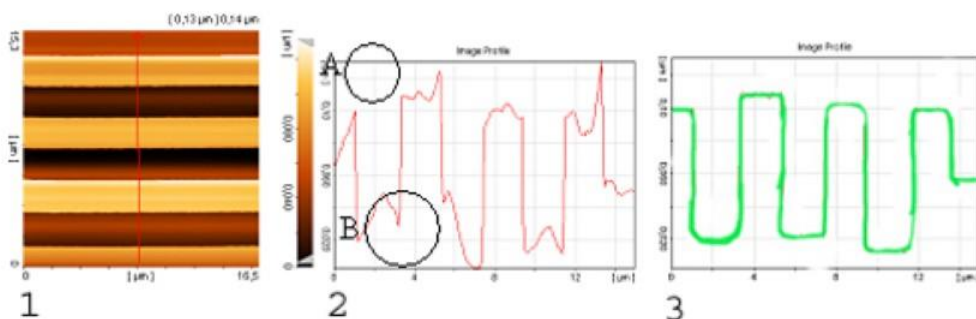
- při pohybu hrotu přes objekt (např. koule) se objekt jeví širší, než ve skutečnosti je
- Hrot se pohybuje přes prohlubeň a protože je příliš široký, nedosáhne dna prohlubně a ta vypadá nižší a užší než ve skutečnosti – viz obrázek
- Hrot může být poškozený, potom je úhel mezi hrotem a povrchem vzorku příliš velký a vznikají chyby obrazu
- Hrot je několikrát větší než prvky na snímaném povrchu a dochází k zobrazování tvaru hrotu, nikoli tvaru prvků



- 1 – snímek z AFM
- 2 – profil ovlivněný chybou
- 3 – skutečný průběh profilu

- Ostatní artefakty

- Pohyb skeneru není lineární, tím dochází k chybám v obrazu jako je hystereze, tečení, křížová vazba apod., chyby způsobené skenerem se objevují většinou současně – viz obrázek
- Okolní vibrace v místnosti, způsobují chvění hrotu a tím i artefakty na snímku (kmitání obrazu)
- Zpracování obrazu – pokud je obraz zpracován nevhodným způsobem (použití špatných funkcí – průměrná, vyhlazovací), mohou být naměřená data ještě více zkreslena a neodpovídají skutečnosti



- 1 – snímek z AFM
- 2 – profil ovlivněný chybou
- 3 – skutečný průběh profilu

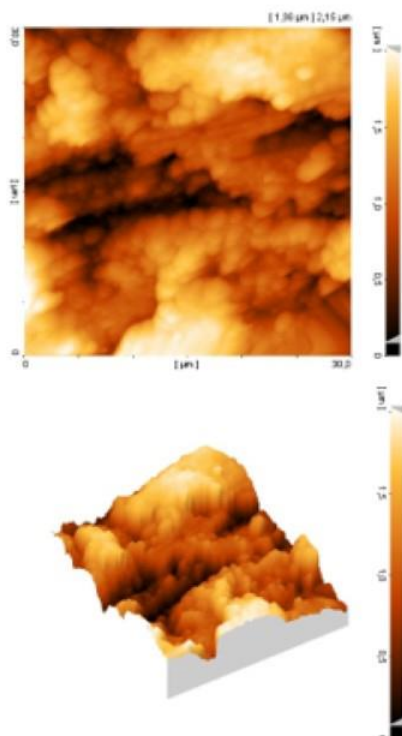
- A – vliv tečení
- B – hystereze

UKÁZKY VYUŽITÍ AFM

Studie zabývající se vlivem povrchové úpravy vzorků

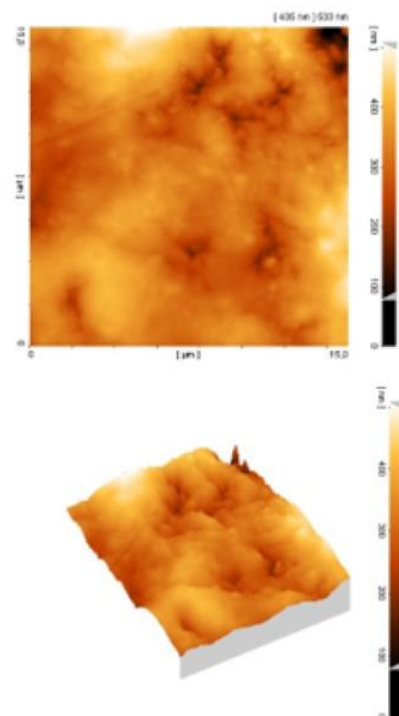
- použití vzorků pro další typy měření – nanoindentace, elektronová mikroskopie
- důležitý je hladký a rovný povrch
- vzorky byly zpracovány různou povrchovou úpravou
- vzorky byly skenovány na několika místech na ploše 30 x 30 μ m
- výsledkem měření bylo porovnání drsnosti povrchu vzorku
- k hodnocení drsností se používali drsnostní charakteristiky S_z , S_a , S_q definované v ISO 4287-1997

A. Diamond saw cut



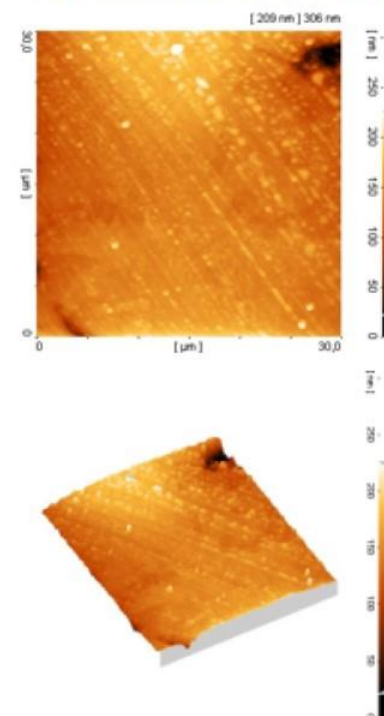
Vzorek 1 – 2D, 3D

B. SiC papers #2000,4000



Vzorek 2 – 2D, 3D

C. SiC papers+ diamond 0,25um



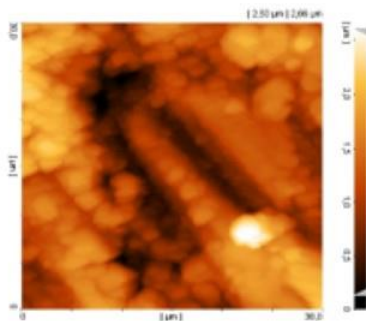
Vzorek 3 – 2D, 3D

| | Vzorek 1 | Vzorek 2 | Vzorek 3 |
|----|----------|----------|----------|
| Sz | 1970nm | 595nm | 183nm |
| Sa | 363nm | 54.5nm | 17.4nm |
| Sq | 445nm | 73.7nm | 22.8nm |

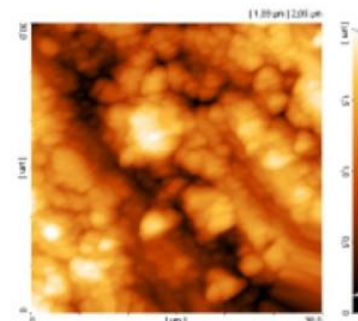
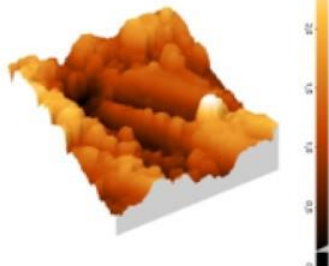
Sa je střední aritmetická odchylka
Sq je střední kvadratická odchylka

Studie zabývající se vlivem vlhkosti na drsnostní charakteristiky vzorku

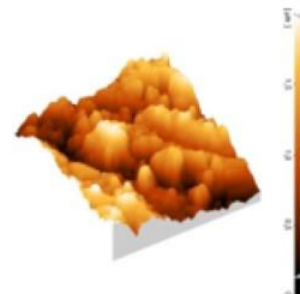
- porovnávali se vzorky s různou počáteční úpravou
 - První vzorek byl uříznut přesným diamantovým kotoučem
 - Druhý vzorek byl po uříznutí broušen a leštěn
- vzorky byly měřeny v určitých časech a za daných vlhkostí
- počáteční vlhkost byla r.h.8% a koncová r.h.50%
- Výsledkem měření bylo porovnání povrchových drsností na začátku a konci měření



Vzorek 1 – 8%r.h.

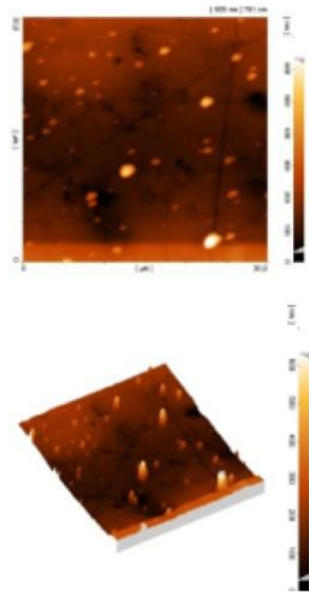


Vzorek 1 – 50%r.h.

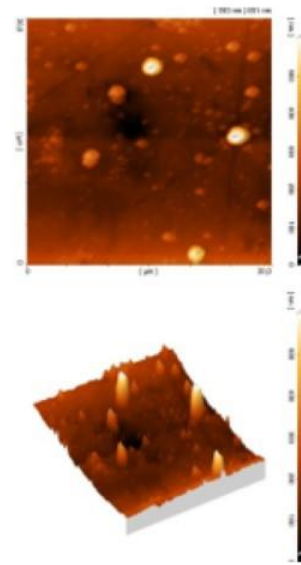


Sample after diamond saw cut + r.h.

Vzorek 2 – 8%r.h.



Vzorek 2 – 50%r.h.



Polished sample after diamond saw cut + r.h.

Pokračující hydratace a karbonatace