

Predmet: **Experimentálne metódy**

Bratislava, 23. októbra 2023

Mikroskopia atomárnych a magnetických síl

Milan Pavúk

Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva,
Fakulta elektrotechniky a informatiky STU v Bratislave

Mikroskop atomárných síl

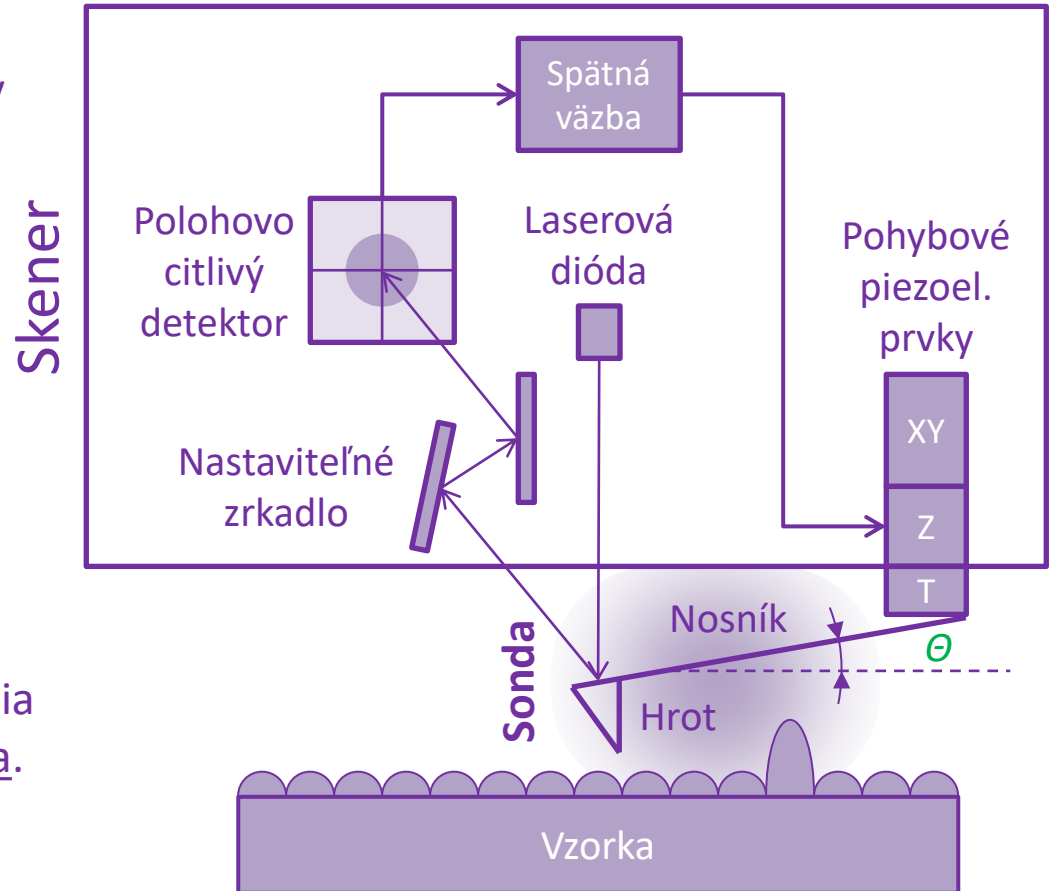
- Zariadenie využívané prevažne na štúdium povrchových vlastností vzoriek

$\theta \approx 11^\circ$ (Veeco)

$\theta = 20^\circ$ (NT-MDT)

Princíp činnosti:

- ostrý hrot rastruje povrch vzorky
- odpudivé alebo príťažlivé sily medzi hrotom a vzorkou spôsobujú priehyb nosníka
- priehyb nosníka sa prejaví posunom stopy odrazeného laserového lúča
- Sonda kmitá. Systém sleduje odchýlky kmitov nosníka od referenčnej hodnoty a pomocou spätnej väzby (zmenou oddialenia sondy od povrchu) ich vyrovnáva.
- pohyb skenera vo vertikálnom smere slúži na generovanie topografie povrchu

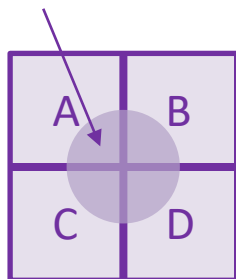


G. Binnig, C. F. Quate a Ch. Gerber (z IBM):
Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 930.

Polohovo citlivý detektor

4-kvadrantová Si-fotodióda:

stopa lúča



A , B , C , a D sú fotoprúdy merané na každom kvadrante diódy

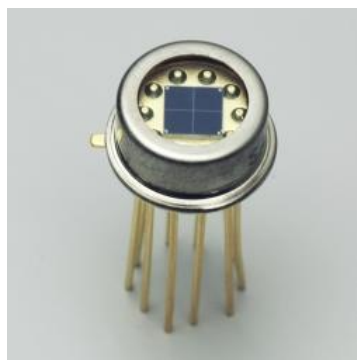
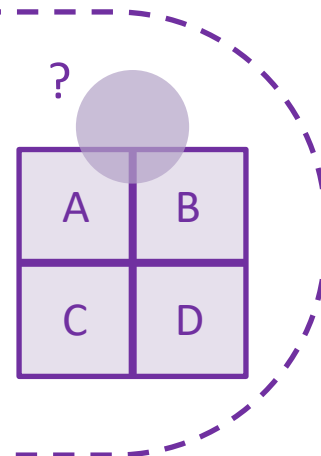
Priehyb nosníka:

$$Y = \frac{(A + B) - (C + D)}{A + B + C + D}$$

Skrut nosníka:

$$X = \frac{(B + D) - (A + C)}{A + B + C + D}$$

normovanie



Príklad: Si PIN fotodióda od **HAMAMATSU**, model S4349

Celková fotocitlivá plocha: $3 \times 3 \text{ mm}^2$

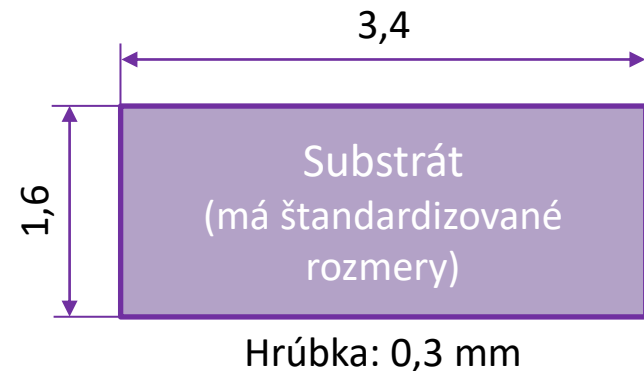
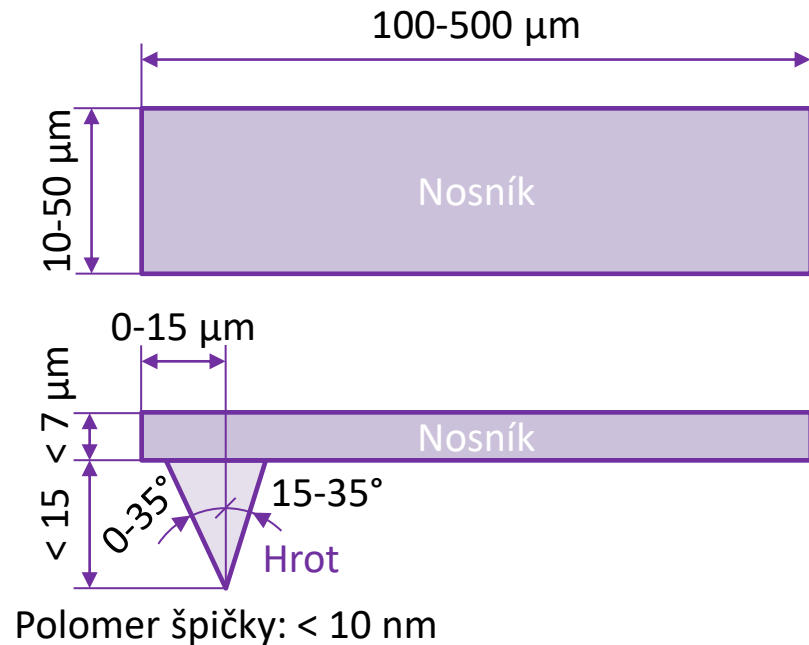
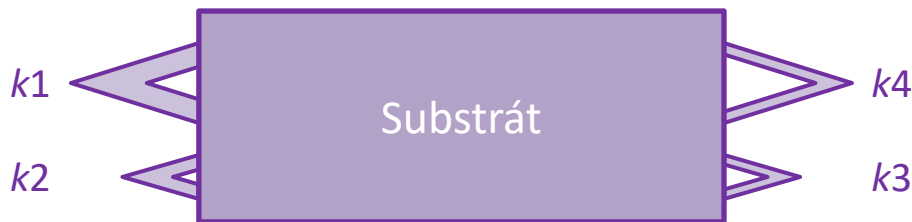
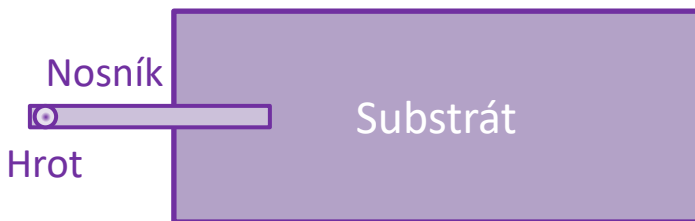
Šírka medzery medzi kvadrantmi: 0,1 mm

Sonda

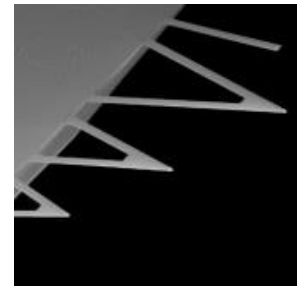
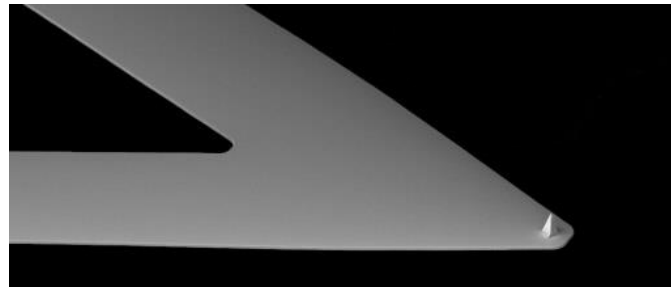
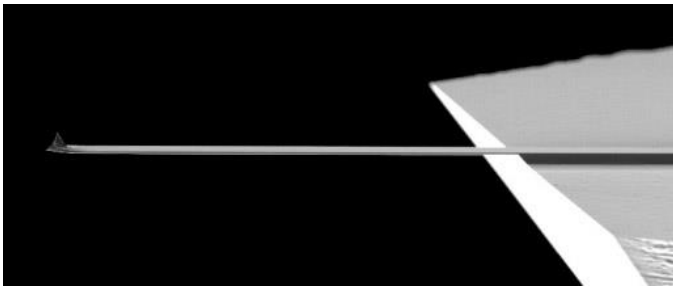
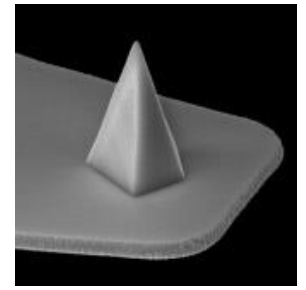
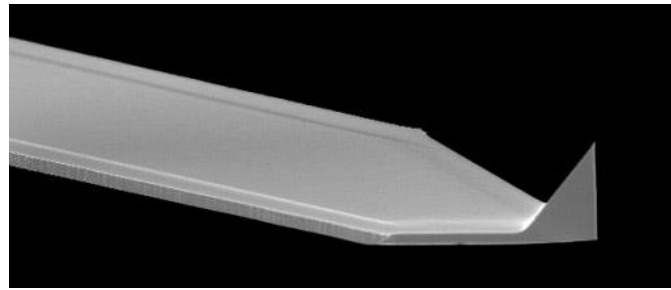
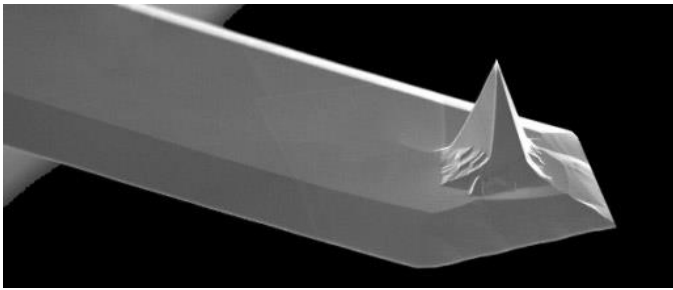
- Monolitický dizajn
- **Materiál sondy:** monokryštálický kremík dopovaný antimónom (najčastejšie) alebo nitrid kremičitý

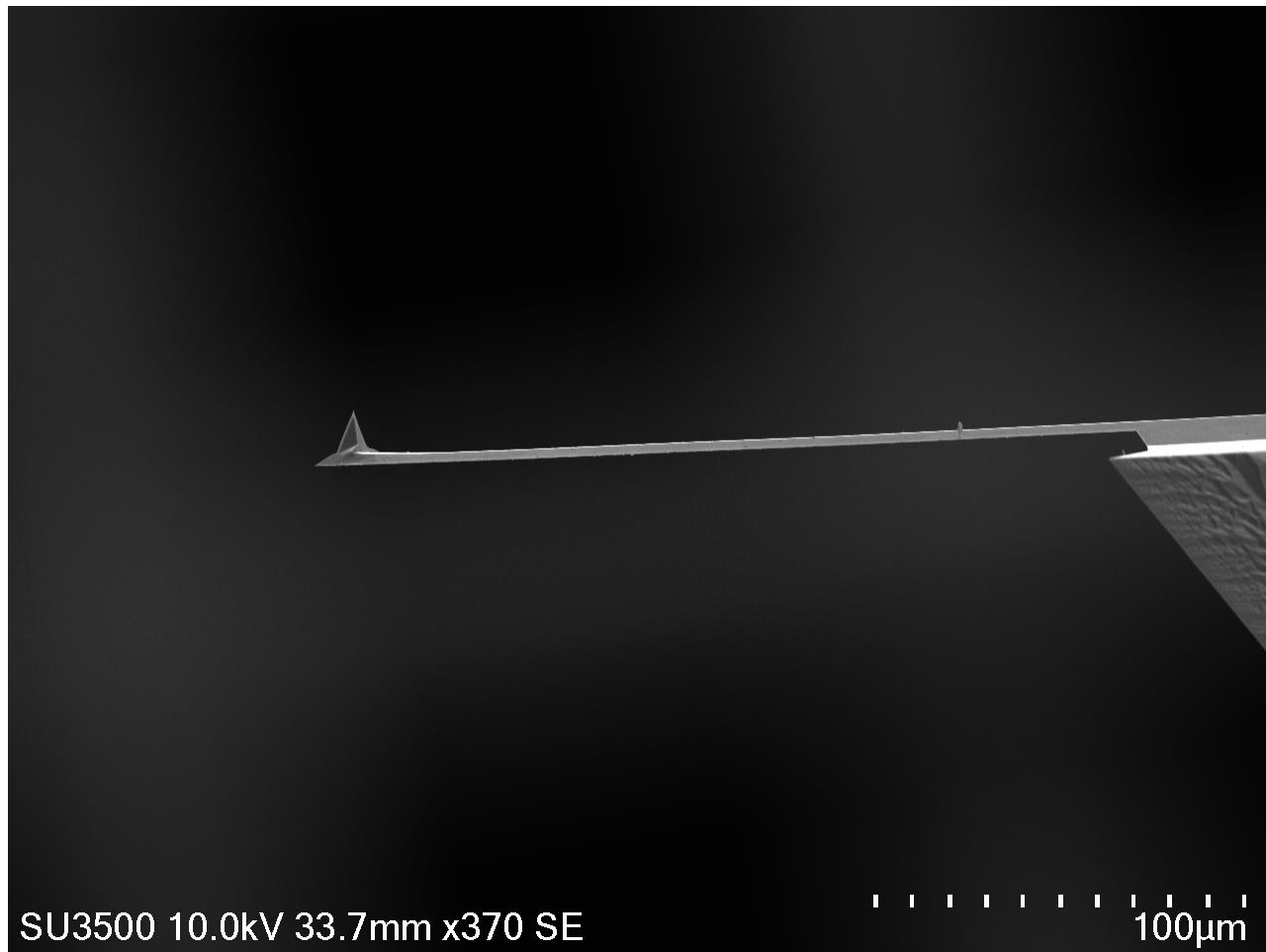
Na každý typ vzorky je špecifická sonda.

Sú sondy na mäkké vzorky, na tvrdé vzorky, na magnetické vzorky (hroty s rôzne veľkým magnet. momentom alebo koercivitou), určené pre niektorý(é) z režimov prevádzky mikroskopu. Môžu byť pokryté povlakmi, mať špecifickú geometriu hrotu a pod.



Sondy s rôznou geometriou hrotu a nosníka





Povlaky na hrote a nosníku

- Menia vlastnosti sondy. Sonda môže a nemusí mať povlak. Závisí to od jej typu a modelu.

Povlaky môžu byť nanosené:

- **na strane hrotu** (strana obrátená k povrchu vzorky), kde zabezpečujú:
 - **vodivosť sondy**: potrebná pri nanolitografii (lokálnou anodickou oxidáciou) a pri niektorých technikách AFM, ako sú: *Conductive AFM (C-AFM)*, *Electrostatic Force Microscopy (EFM)*, *Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM)* a *Scanning Capacitance Microscopy (SCM)*
 - **magnetické vlastnosti hrotu**: potrebné pri *Magnetic Force Microscopy (MFM)*
 - **mechanické vlastnosti**: predlžujú životnosť hrotu (ale zväčšujú jeho priemer)
 - **chemické vlastnosti**: *Chemical Force Microscopy (CFM)*
- **na strane nosníka** (strana obrátená k detektoru) - zvyšujú odrazivosť lasera
 - reflexný povlak na nosníku je obzvlášť výhodný pri tenkých (až čiastočne priesvitných) nosníkoch a zároveň lesklých povrchoch vzoriek

Nevýhoda povlakov: majú odlišný koeficient teplotnej rozťažnosti ako materiál nosníka (nastáva „bimetálový“ jav).

Zloženie povlakov sondy

Reflexné povlaky:

- najčastejšie Al, Au*
← **odrazivosť**

*) nanosený na adhéznej vrstve z Cr alebo Ti

Elektricky vodivé povlaky:

← **el. vodivosť**

- Au, PtIr, TiN, polykryštalický diamant dopovaný B alebo N

tvrdosť →

Nevodivé tvrdé povlaky:

- Amorfny uhlík (Diamond-Like Carbon = DLC)

Magnetické povlaky:

- Co** alebo zo zliatiny CoCr, CoPtCr, NiFe (Permalloy)

← **koercivita**

**) skrytý pod povlakom z Cr, ktorý chráni mag. vrstvu voči oxidácii

Hrúbky povlakov:

- polykryštalický diamant (100 nm)
- magnetické povlaky (20-60 nm)
- ostatné povlaky (20-30 nm)

Režimy prevádzky AFM mikroskopu

- **Kontaktný** – Udržiavaný konštantný priehyb nosníka (t.j. konštantná sila) alebo výška v ktorej sa pohybuje sonda. Nepretržitý kontakt s povrchom.
- **Prerušovaný kontakt** (tzv. *Tapping*) – konštantná amplitúda kmitov
- **Bezkontaktný režim** – udržiavaná konštantná rezonančná frekvencia, amplitúda kmitov alebo fázový posun

Režim *Tapping* (najpoužívanejší):

Výhody:

- Slabšie sily = menšie poškodenie mäkkých vzoriek

Nevýhody:

- Menšie rýchlosti skenovania v porovnaní s kontaktným režimom

Kontaktný režim:

Výhody:

- Vysoké laterálne rozlíšenie
- Vysoké rýchlosti skenovania
- Umožňuje detegovať trenie

Nevýhody:

- Citlivý na pôsobenie kapilárnych síl
- Laterálne sily vyvíjané na vzorku ju môžu poškodiť + zmeniť obraz povrchu
- Nevhodný na mäkké vzorky

Bezkontaktný režim:

Výhody:

- Šetrný k hrotu aj vzorke

Nevýhody:

- Zvyčajne vyžaduje vákuum
- Nižšie laterálne rozlíšenie

Mikroskop atomárných síl a jeho komponenty



Mikroskop atomárnych síl a jeho komponenty

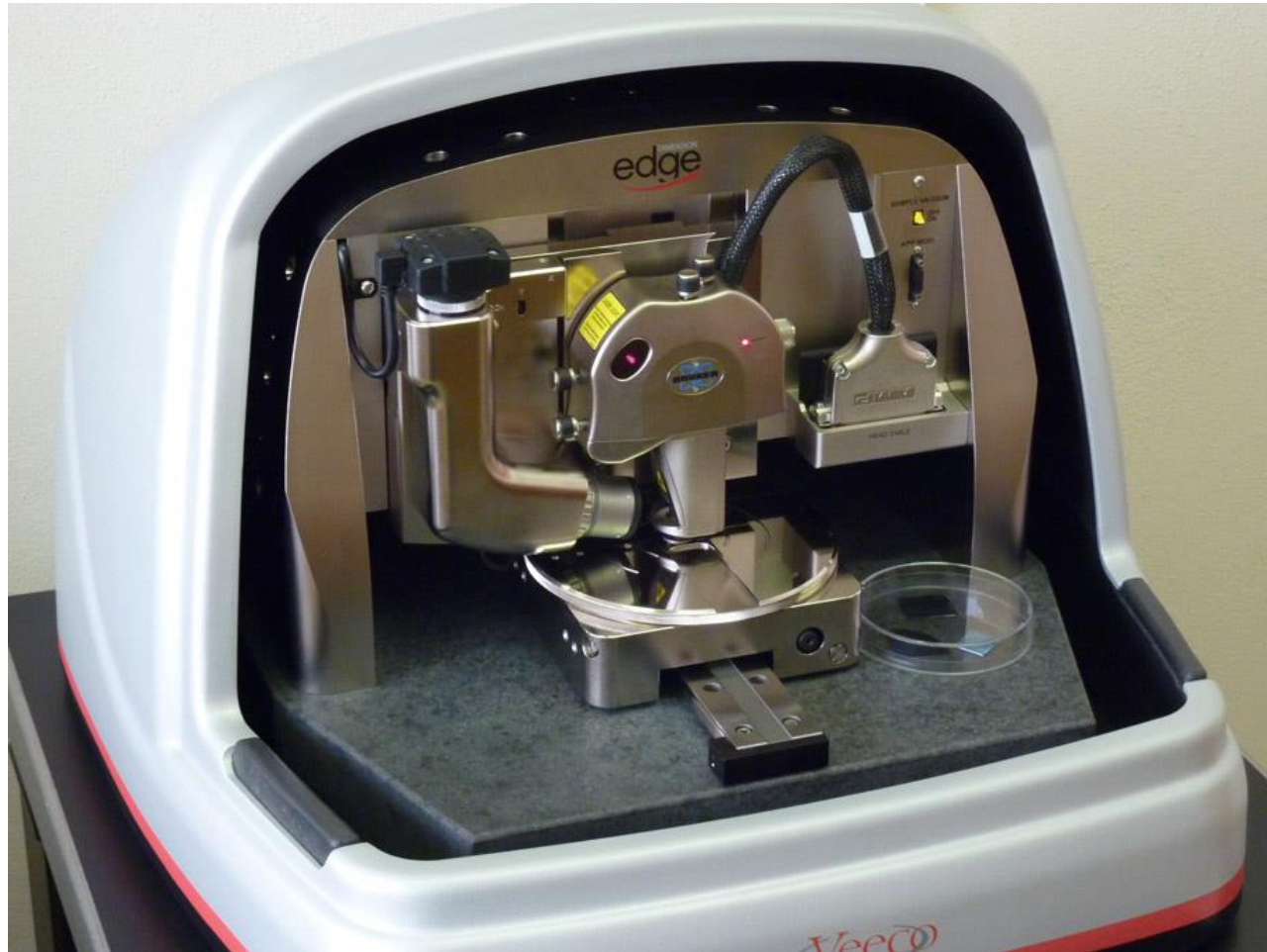
Miestnosť s mikroskopom



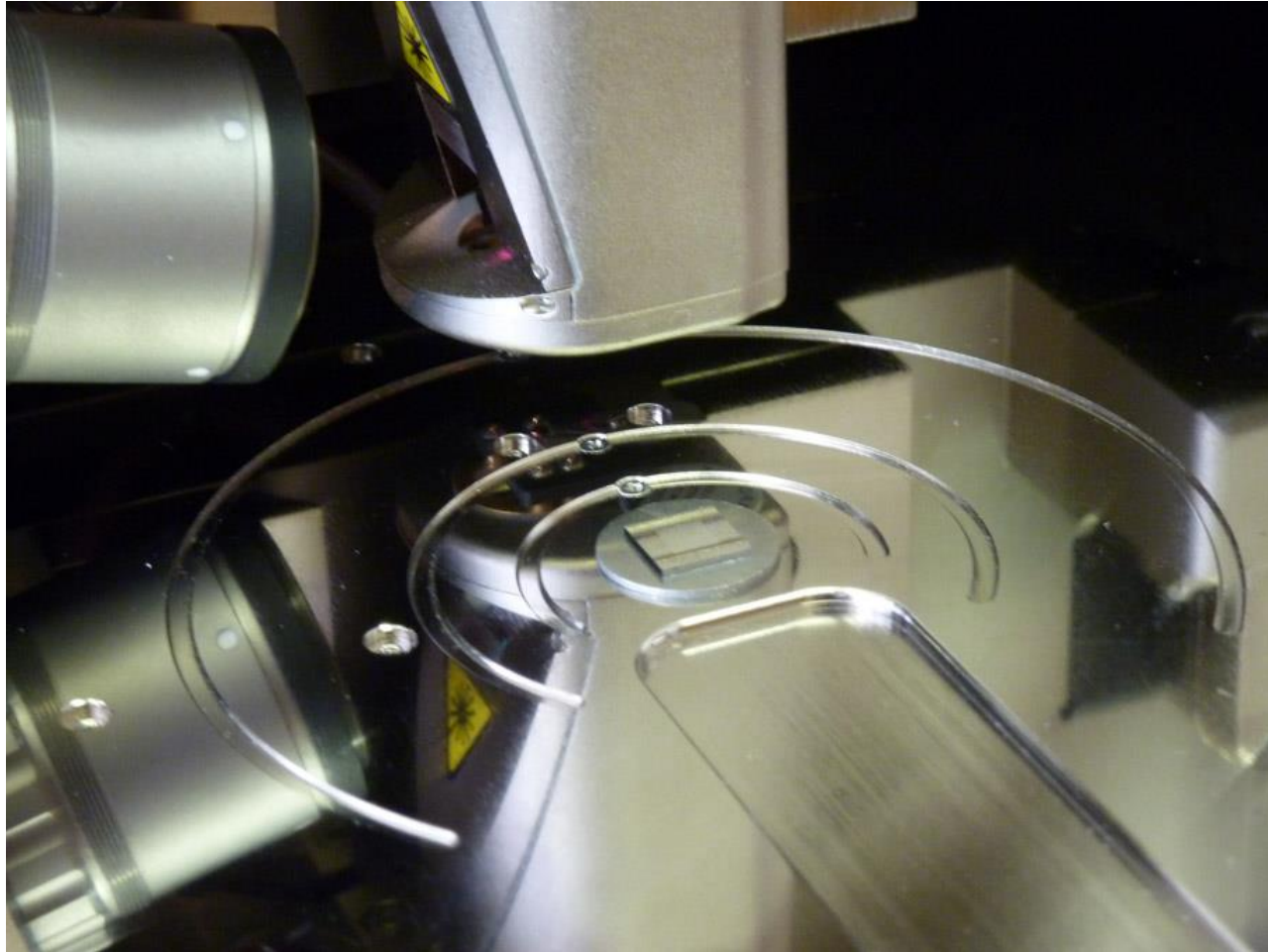
Vedľajšia miestnosť



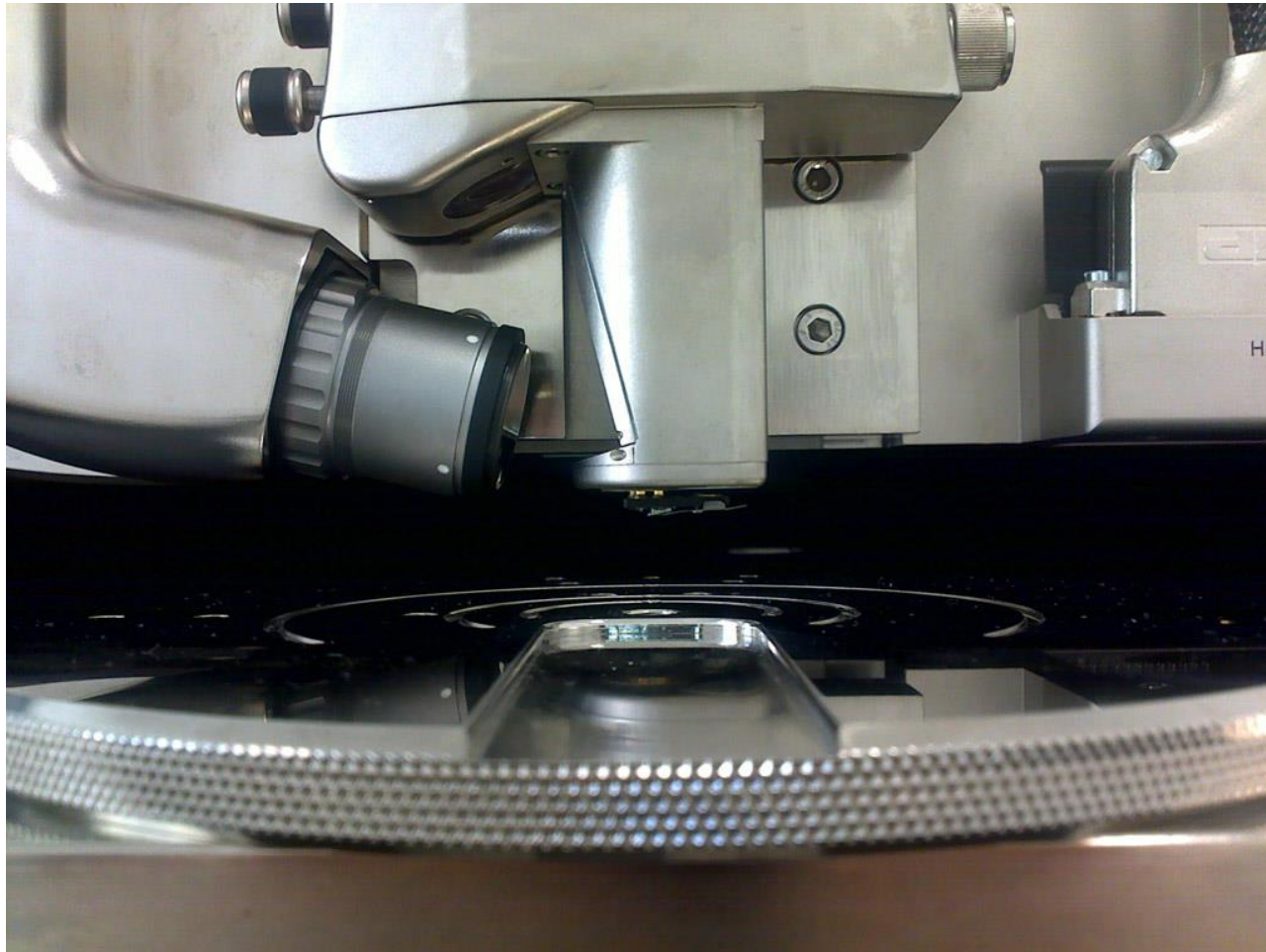
Mikroskop atomárných síl Veeco Dimension Edge™



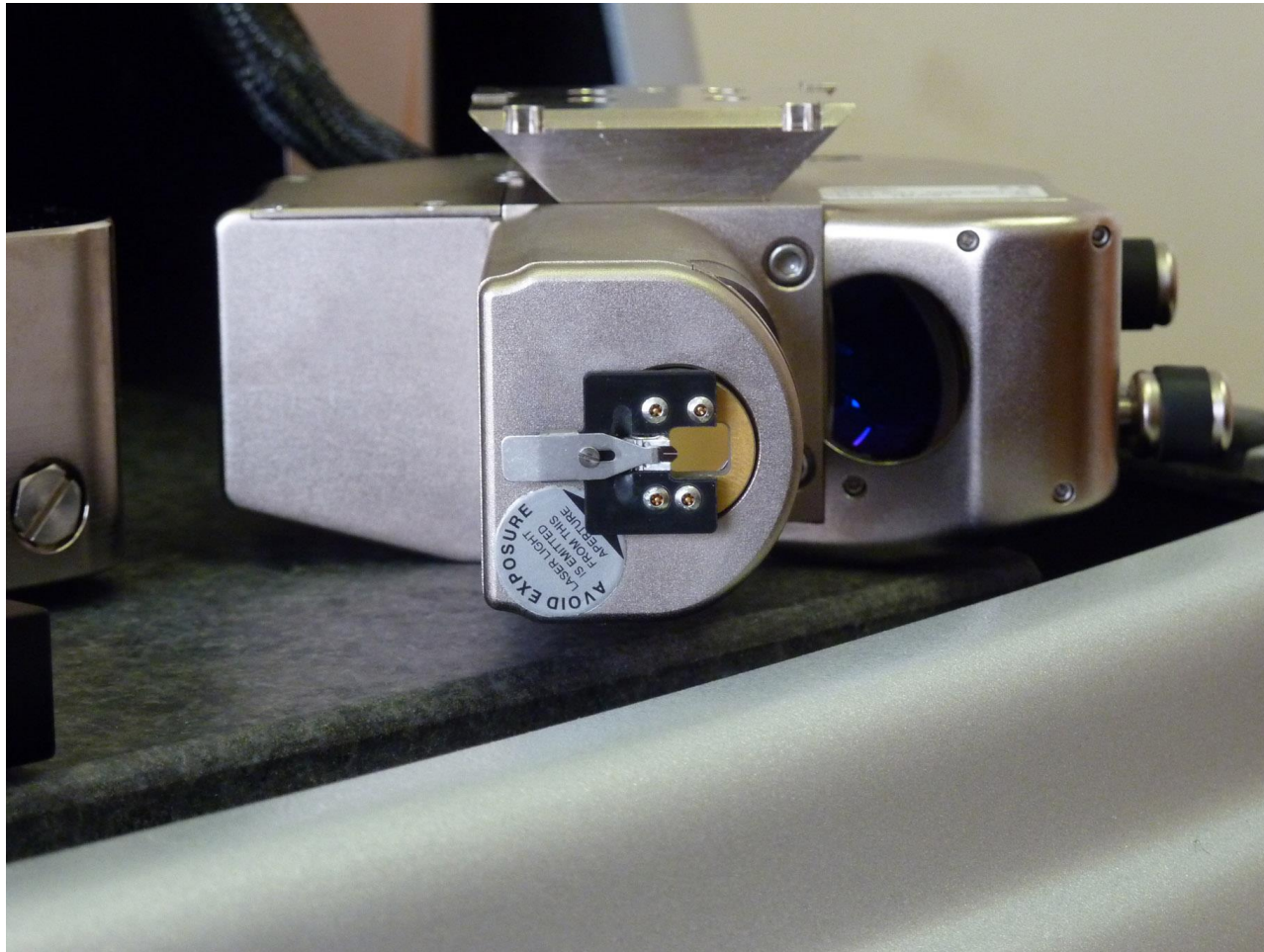
Mikroskop atomárných síl Veeco Dimension Edge™



Mikroskop atomárných síl Veeco Dimension Edge™

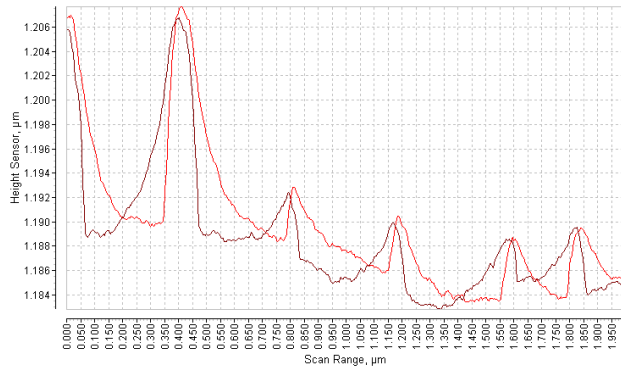
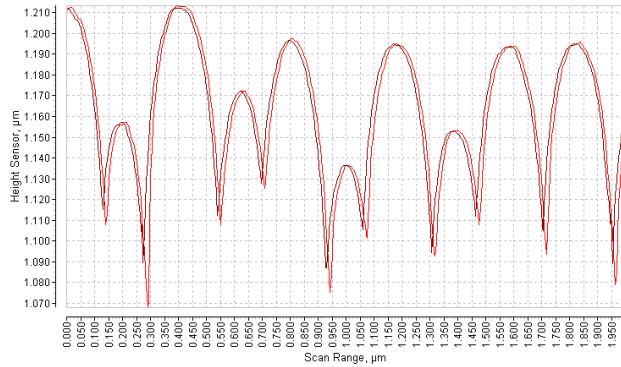


Sonda uchytená v skenovacej hlave



Parametre skenovania

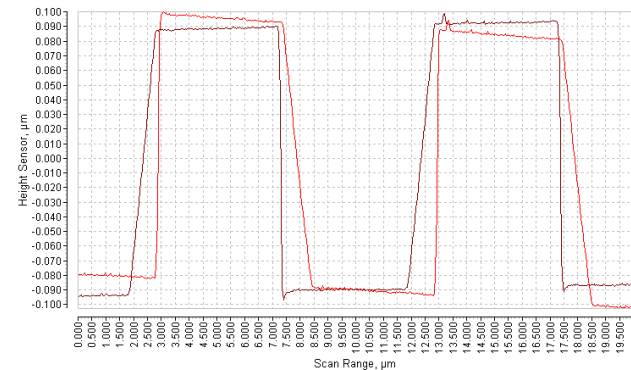
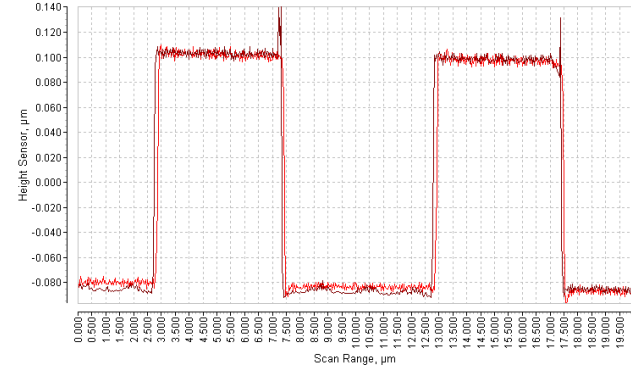
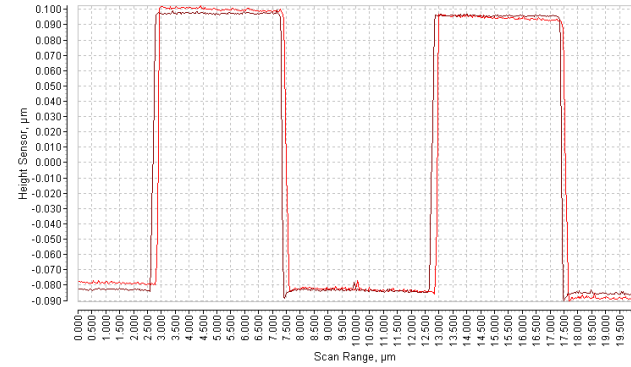
Prítlačná sila



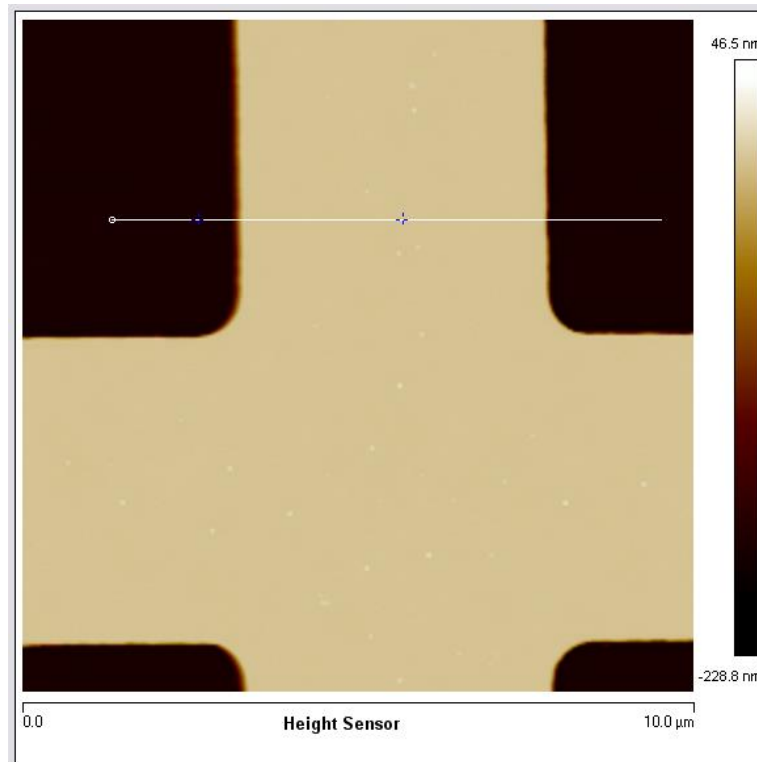
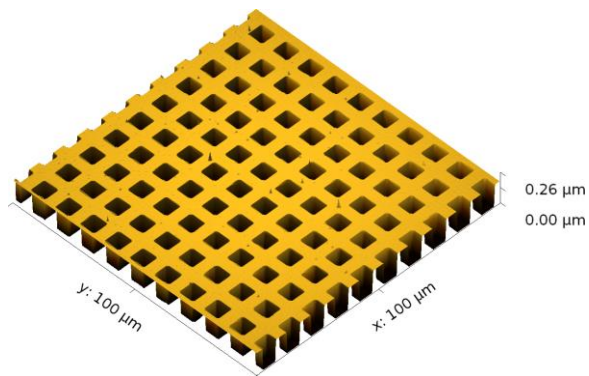
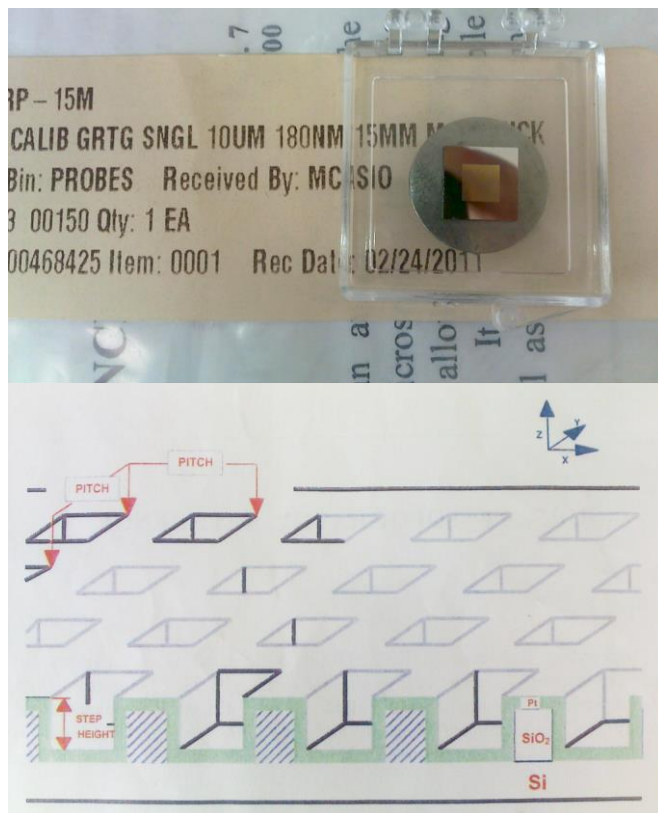
Ďalšie parametre:

- Rezonančná frekvencia
- Amplitúda voľných oscilácií
- Rýchlosť skenovania

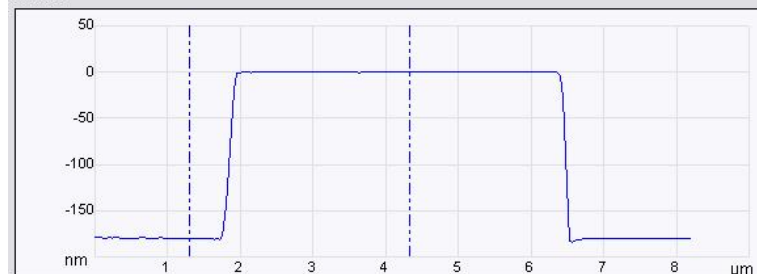
Spätná väzba



Kalibráció mikroszkopu



Section



Pair	Horizontal Distance	Vertical Distance	Surface Distance	Angle	Rmax	Rz
1	3.059 (μm)	179.999 (nm)	3.129 (μm)	3.368 ($^\circ$)	180.996...	0.

Čistenie kalibračnej mriežky



Kvantitatívna analýza obrazu

Vybrané veličiny charakterizujúce povrch:

- drsnosť
- (špecifická) plocha
- (špecifický) objem

Charakterizujúce objekty v obraze:

- (priemerná) výška výstupkov
- priemer alebo laterálne rozmery výstupkov (menej presný údaj ako výška)
- perióda (napr. pásovej doménovej štruktúry)

Využívané štatistické funkcie:

- distribúcia výšky
- priebeh výkonovej spektrálnej hustoty (PSDF = *Power Spectral Density Function*)

Drsnost' povrchu [m]

R_a = Average Roughness

- Stredná odchýlka výšky od aritmetického priemeru:

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |\Delta z_i|$$

kde

$$\Delta z_i = z_i - \bar{z}, \quad \bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$$

n - počet bodov v obraze [-]

Δz_i - odchýlka výšky v i -tom bode obrazu od aritmetického priemeru [m]

z_i - výška v i -tom bode obrazu [m]

\bar{z} - aritmetický priemer výšok [m]

R_q = Root-Mean-Square Roughness

- Stredná kvadratická odchýlka výšky od aritmetického priemeru:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\Delta z_i)^2}$$

viac citlivá na
individuálne zmeny v
topografii

MIKROSKOPIA
MAGNETICKÝCH SÍL
(MFM)

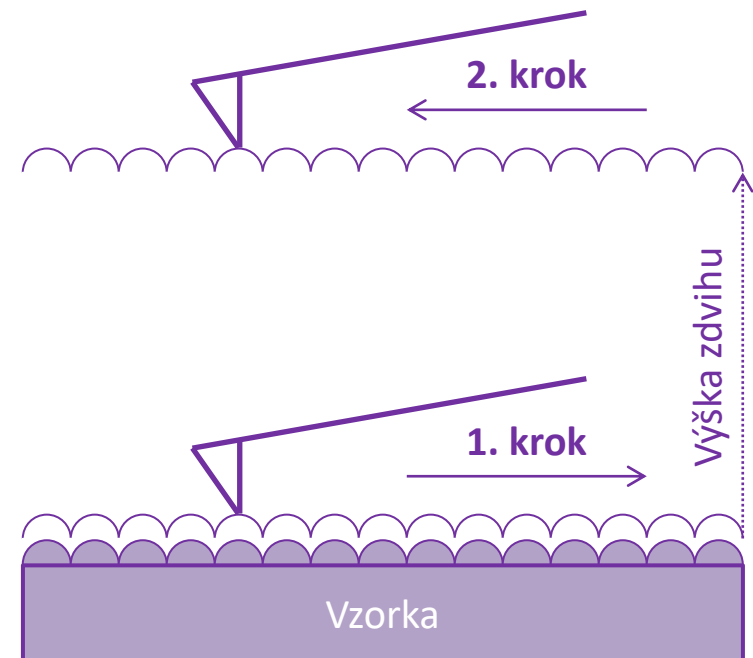
Princíp MFM

- MFM je režim prevádzky AFM mikroskopu
- Hrot MFM sondy je pokrytý tenkou vrstvou feromagnetika. Pred meraním sa hrot namagnetuje. Hrot má fixný magnet. moment orientovaný v jeho osi.

Meranie prebieha v 2 krokoch (LiftMode™):

- **1. krok** – v jednej línii sa zosiema topografia. Hrot sa oddiali do prednastavenej vzdialenosti, kde sa predpokladá, že prevláda pôsobenie magnetických síl (**výška zdvíhu**).
- **2. krok** – sonda sa vracia späť po dráhe, ktorá kopíruje už zaznamenaný priebeh topografie. Pôsobením magnetických síl dochádza k zmenám v oscilácii nosníka. Zaznamenávajú sa zmeny vo fázovom posune a amplitúde kmitov alebo rezonančnej frekvencii nosníka.

- MFM sonda je citlivá iba na magnetickú silu v smere normály → nejednoznačnosť pri určovaní orientácie magnetických momentov



Y. Martin a H. K. Wickramasinghe (z IBM):
Appl. Phys. Lett. 50 (1987) 1455;
J. J. Sáenz *et al.*: *J. Appl. Phys.* 62 (1987) 4293.

Pracovné režimy MFM

Dynamický (najpoužívanejší):

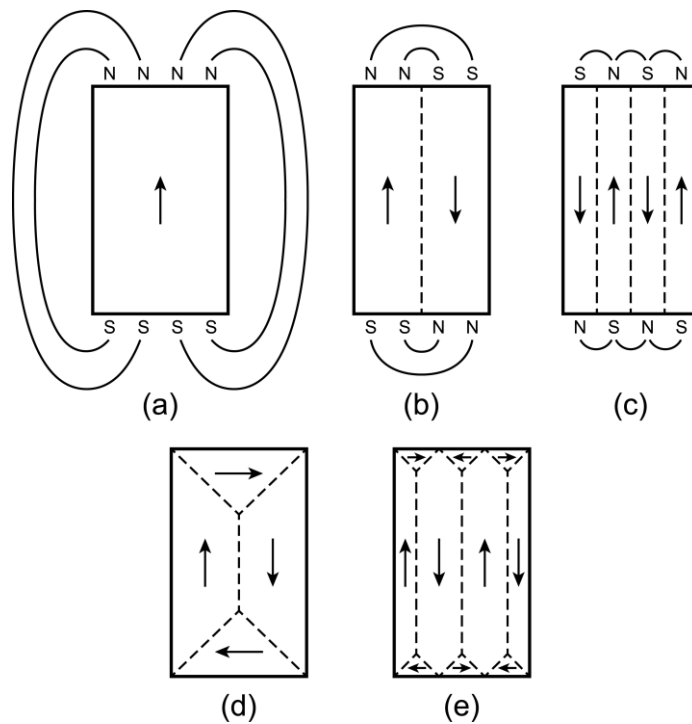
- Sonda kmitá
- Vyššia citlivosť
- Citlivosť na:
gradientsy magnetického poľa

Statický:

- Sonda nekmitá
- Nízka citlivosť
- Citlivosť na:
intenzitu magnetického poľa

- V r. **2023** N. H. Freitag a kol. (*Commun. Phys.*, roč. 6, str. 11) predstavili metódu založenú na MFM, ktorá umožňuje simultánne meranie intenzity magnetického poľa vzorky a jeho gradientu.

Magnetické domény



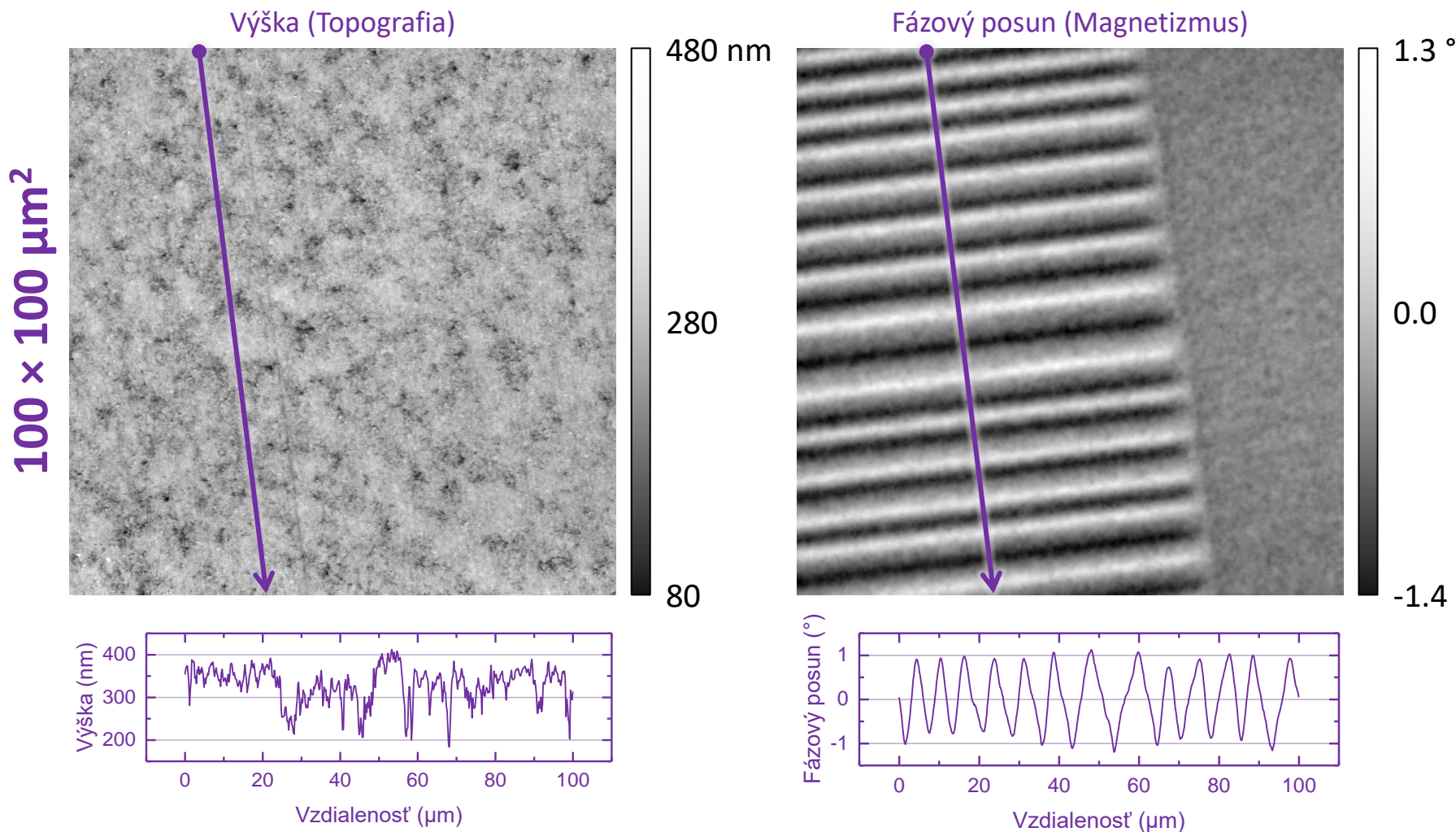
C. Kittel: Physical Theory of Ferromagnetic Domains,
Rev. Mod. Phys. 21 (1949) 541.

Ukážka MFM: 5¼-palcová disketa

06/2012

Disketa od firmy Verbatim s obojstranným zápisom, model Verex™

MAGNETICKÝ MATERIÁL: $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, TVAR MAG. ČASTÍC: ihlicovitý

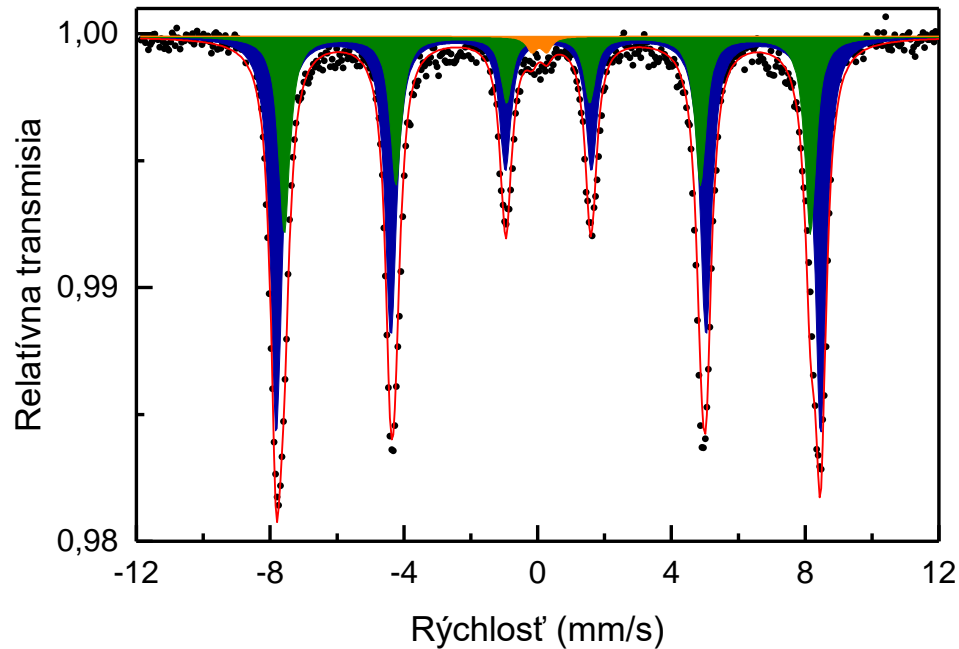


5¼-palcová disketa

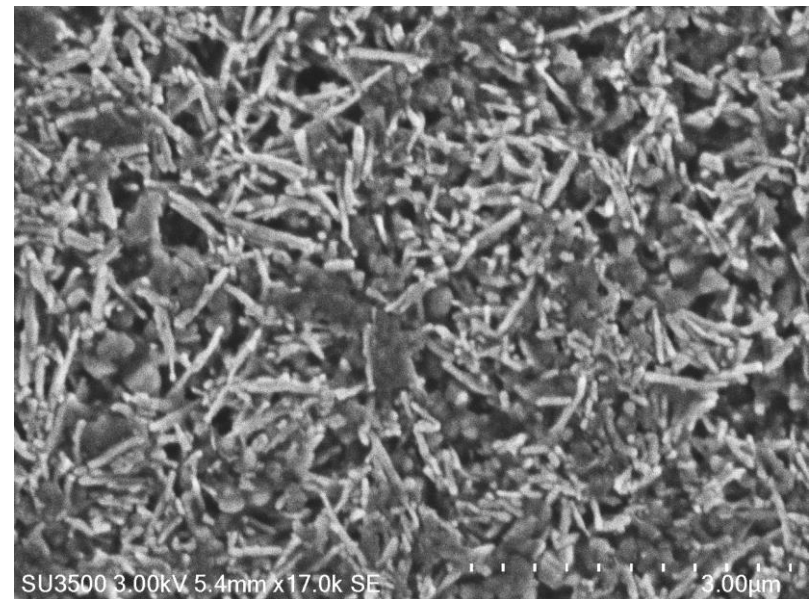
03/2016

Disketa od firmy Verbatim s obojstranným zápisom, model Verex™
MAGNETICKÝ MATERIÁL: $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, TVAR MAG. ČASTÍC: ihlicovitý

Mössbauerove spektrum diskety (J. Dekan)



SEM snímka povrchu tejto diskety



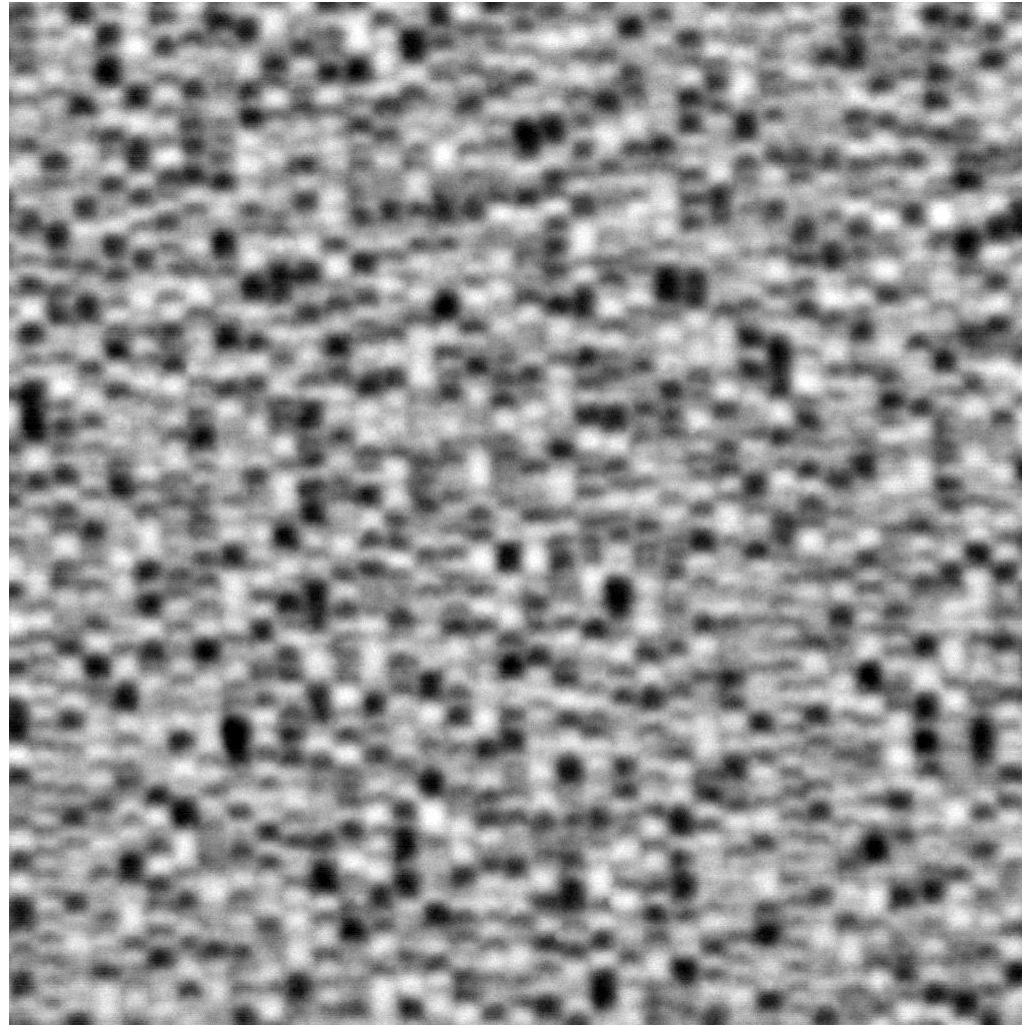
3 μm

Ukážka MFM: Platňa pevného disku

08/2018

2,5" disk od firmy Seagate využívajúci kolmý zápis (PMR), model Momentus ST9500423AS.
KAPACITA DISKU: 500 GB, ZÁZNAMOVÁ HUSTOTA (udávaná výrobcom): 541 Gb/in².

$3 \times 3 \mu\text{m}^2$



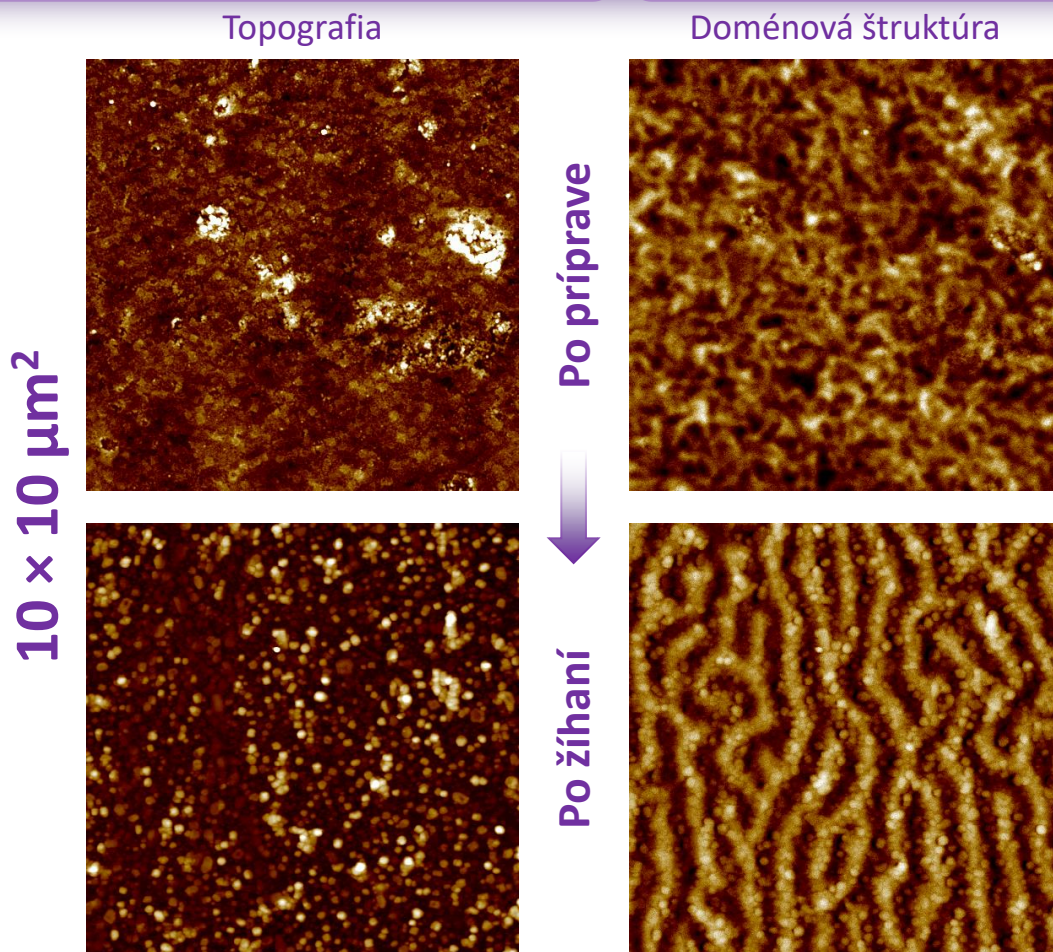
smer zapisovania



PREHĽAD VYUŽITIA AFM MIKROSKOPU NA ÚSTAVE ÚJFI

Spolupráca s **prof. Ing. Marcelom Miglierinim, DrSc.** (ÚJFI FEI)

ÚLOHA: Skúmať magnetické štruktúry zliatiny $^{57}\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$ v stave po príprave a v stave po žíhaní

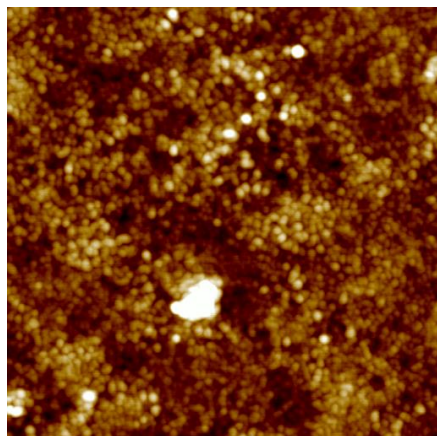


Spolupráca s **prof. Ing. Marcelom Miglierinim, DrSc.** (ÚJFI FEI)

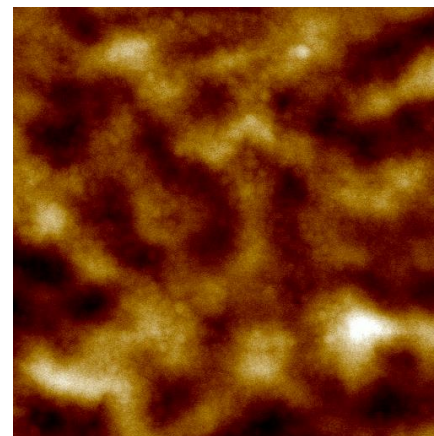
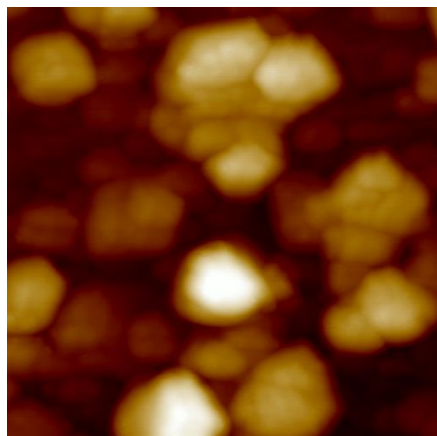
ÚLOHA: Skúmať magnetické štruktúry zliatiny $^{57}\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$ v stave po príprave a v stave po žíhaní

Topografia

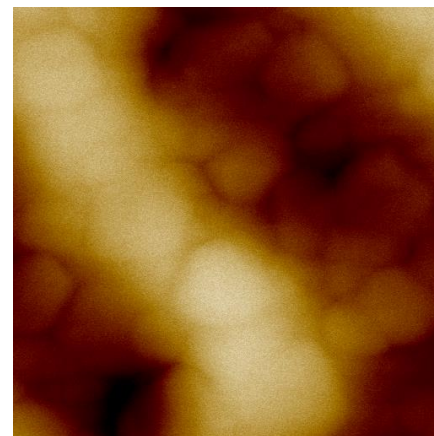
Doménová štruktúra

 $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ 

Po príprave

 $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ 

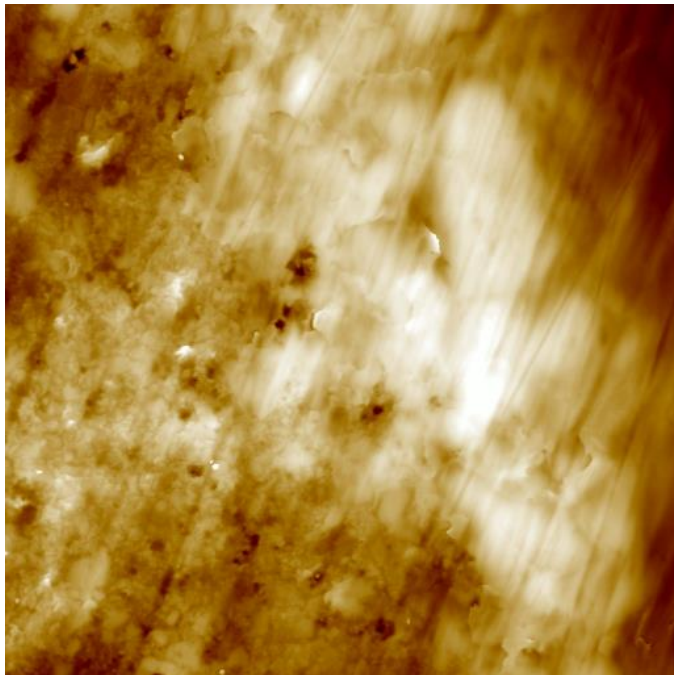
Po žíhaní



Spolupráca so študentom **Bc. Borisom Brunnerom** (ÚJFI FEI)

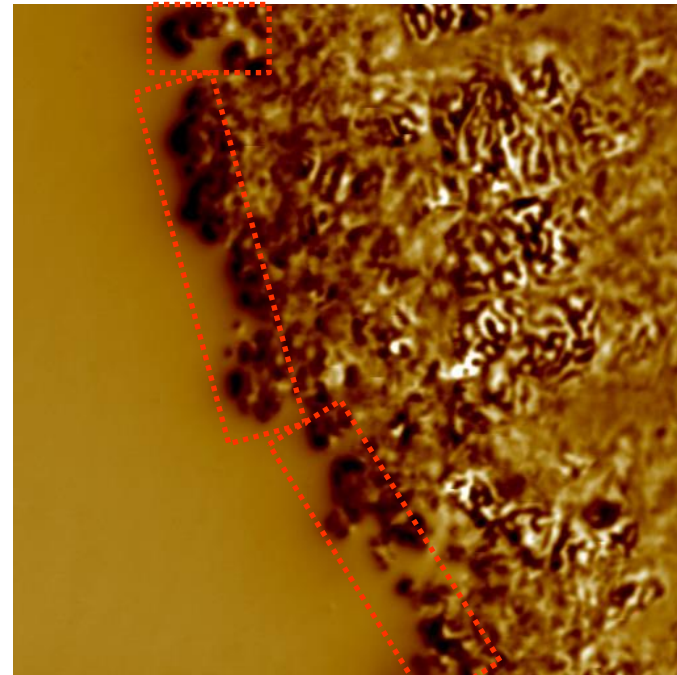
ÚLOHA: Vyšetriť rozhranie medzi jadrom supravodiča (MgB_2) jeho obalom (Fe)

Topografia



$20 \times 20 \mu\text{m}^2$

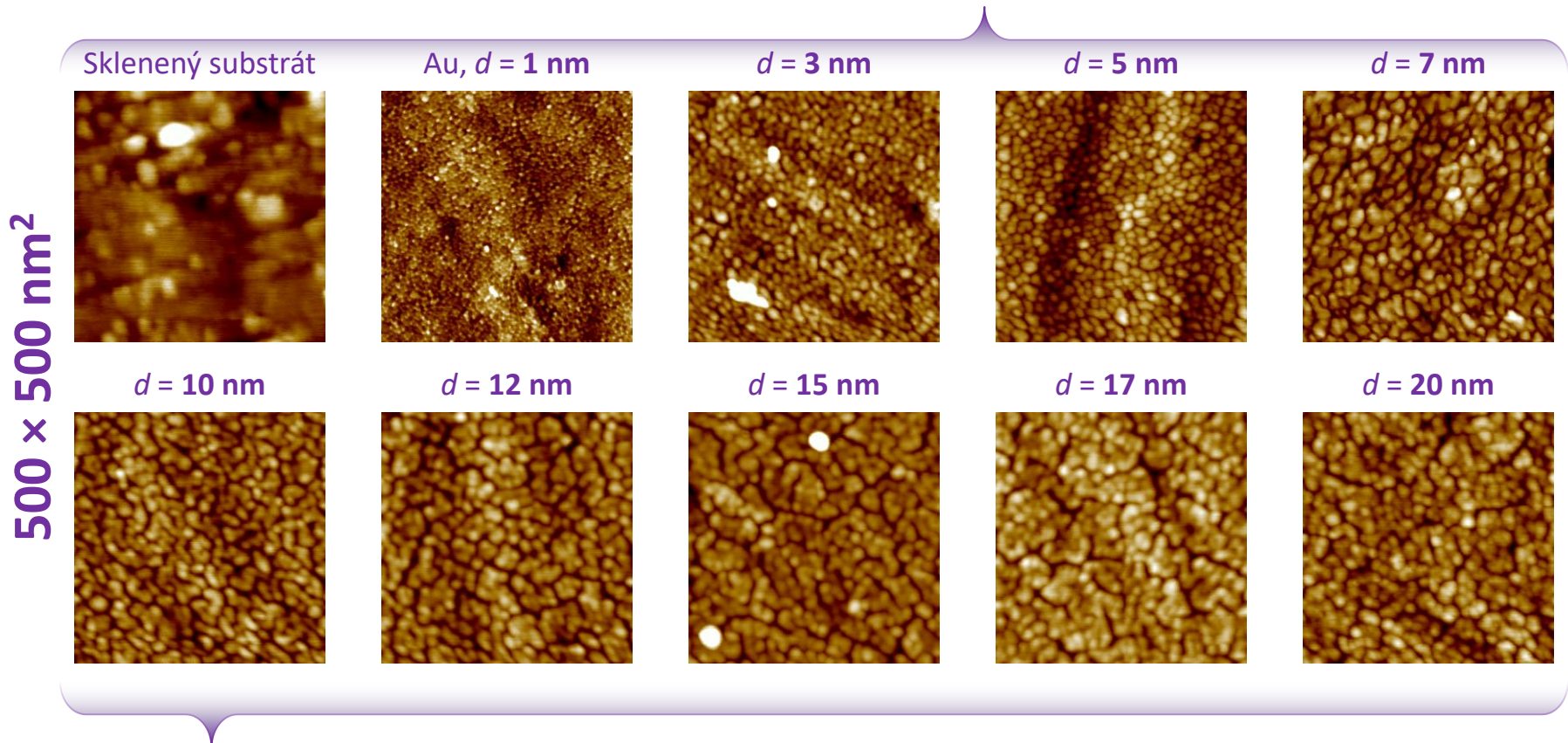
Doménová štruktúra



Priebehy v topografii a fáze porovnávané so simuláciou magnetického poľa na rozhraní dipól - vzduch

Spolupráca s **Doc. Martinom Weisom, PhD.** (ÚEF FEI)

ÚLOHA: Skúmať vývoj morfológie povrchu v závislosti od hrúbky d naparenej vrstvy Au



Sledované parametre:

1. Perióda
2. Priemerná drsnosť
3. Špecifická plocha povrchu



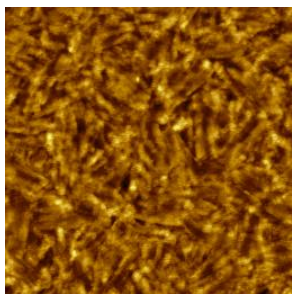
Porovnávané
s optickými
meraniami
(ÚEF FEI)

Spolupráca s **Doc. Martinom Weisom, PhD.** (ÚEF FEI)

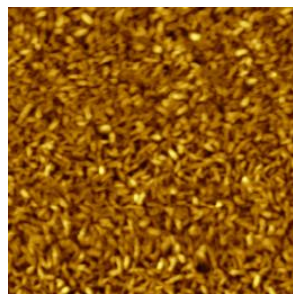
ÚLOHA: Hľadať súvis medzi morfológiou polovodiča a elektrickými vlastnosťami tranzistora

3 × 3 μm²

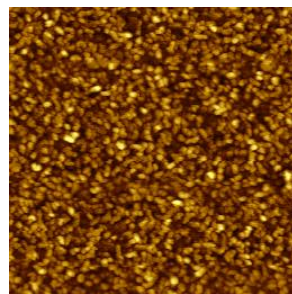
H2T26N



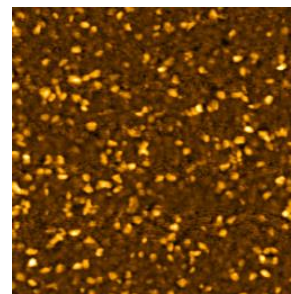
Dd2T26N



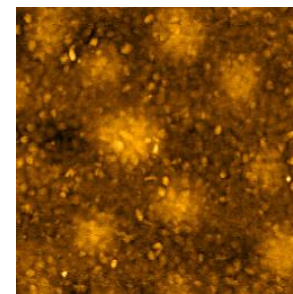
Cy2T26N



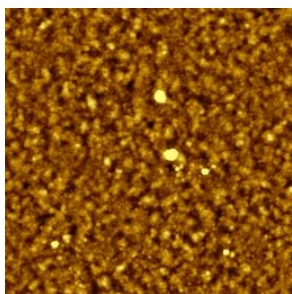
CyM2T26N



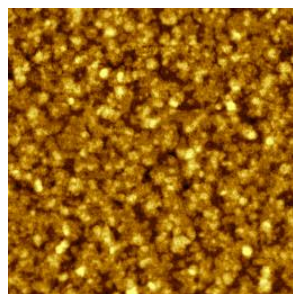
CyEt2T26N



EH2T26N



HD2T26N



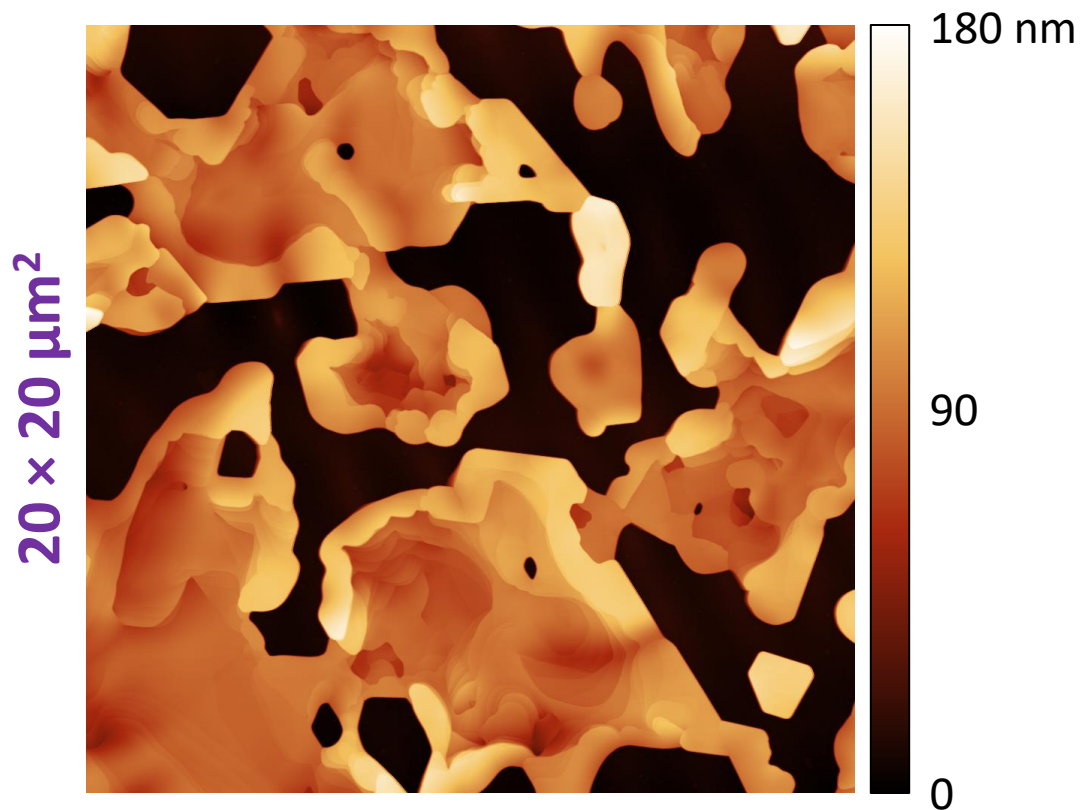
- Tranzistory na základe derivátov naftalén-bitiofénu (2T26N)
- 7 rôznych materiálov polovodiča
- na 2 rozdielnych substrátoch:
 - hydrofilnom (SiO₂)
 - **hydrofóbnom** (SiO₂ pokrytý vrstvou HMDS)

Ukázalo sa, že existuje súvis medzi kryštalinitou naparenej vrstvy a pohyblivosťou voľných nosičov náboja.

Spolupráca so študentom **Mgr. Ľubošom Cehlárikom** (PriF UK)

ÚLOHA: Vyšetriť morfológiu pripravených vzoriek

2,2'-Bis(4-(trifluoromethyl)phenyl)-4,4'-bithiazole

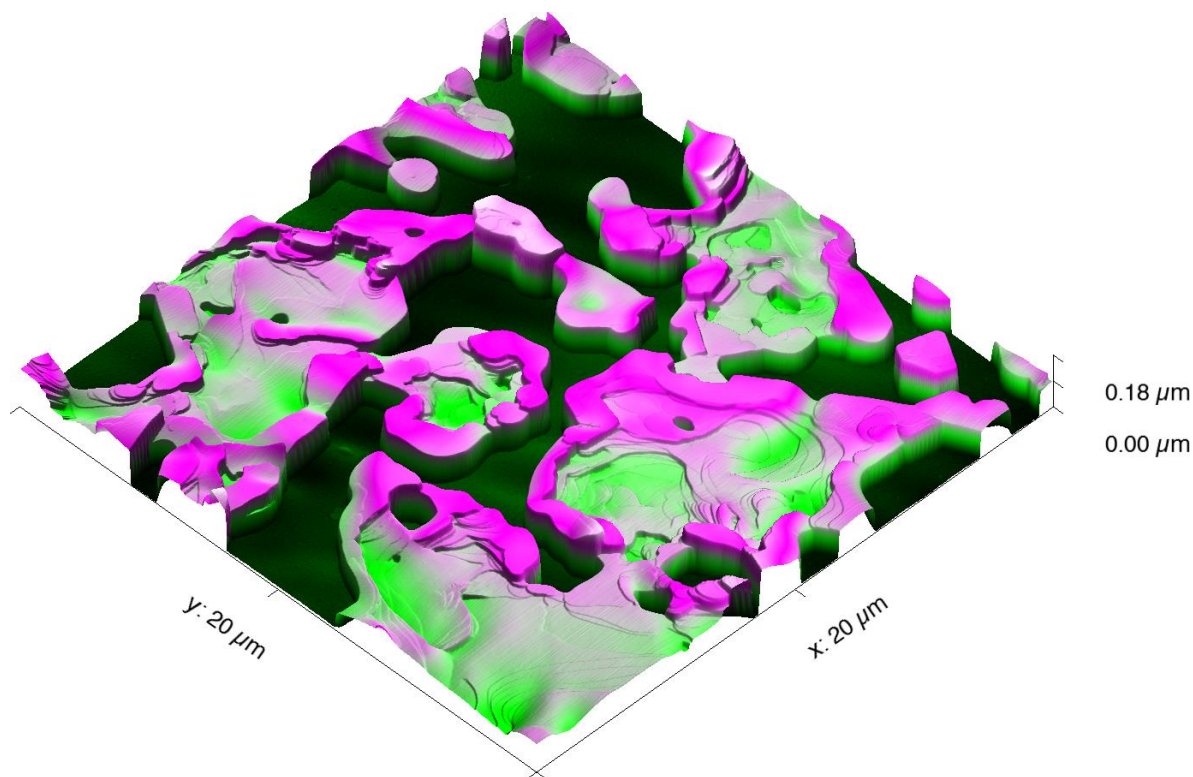


2D zobrazenie

Spolupráca so študentom **Mgr. Ľubošom Cehlárikom** (PriF UK)

ÚLOHA: Vyšetriť morfológiu pripravených vzoriek

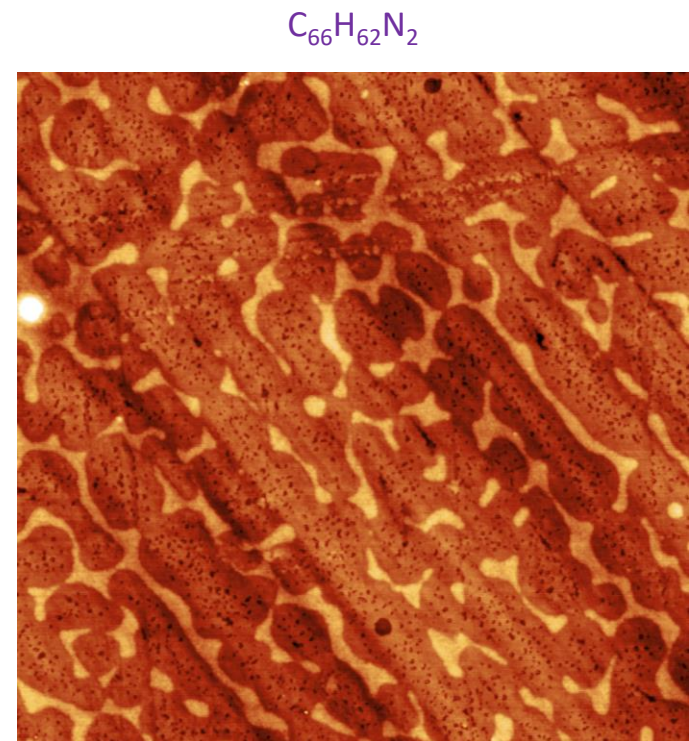
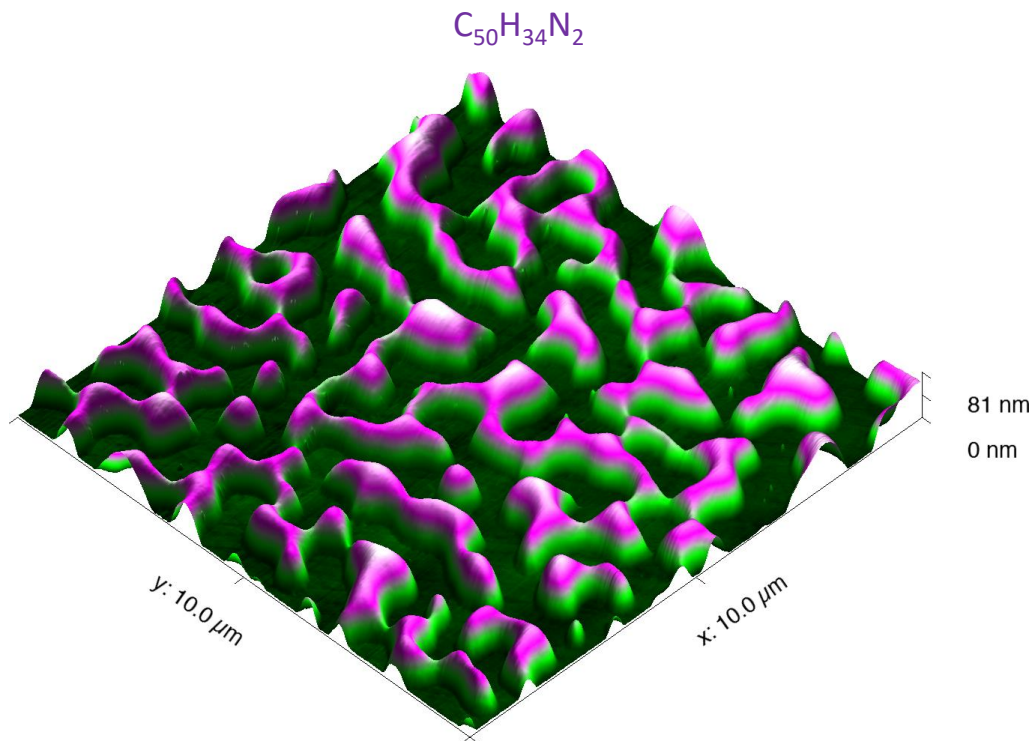
2,2'-Bis(4-(trifluoromethyl)phenyl)-4,4'-bithiazole



3D zobrazenie

Spolupráca so študentom **Mgr. Lukášom Kernerom** (PriF UK)

ÚLOHA: Vyšetriť morfológiu pripravených vzoriek



$5 \times 5 \mu\text{m}^2$

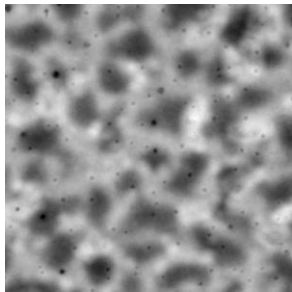
Feroelektrický kopolymér P(VDF-TrFE)

10/2014

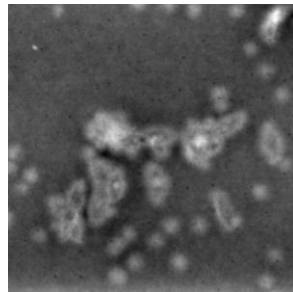
Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky

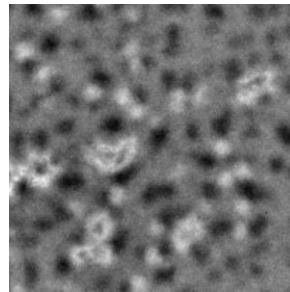
RT



100 °C

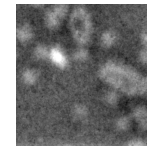


110 °C

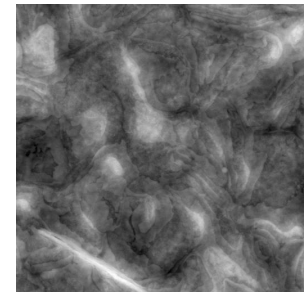


120 °C

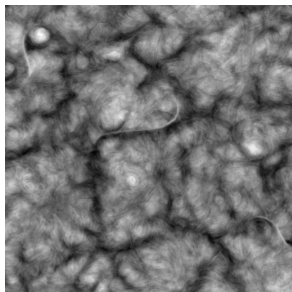
5 × 5 μm²



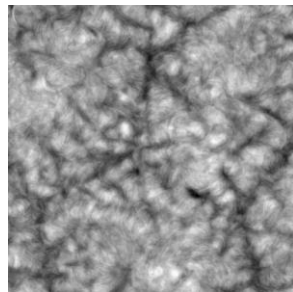
130 °C



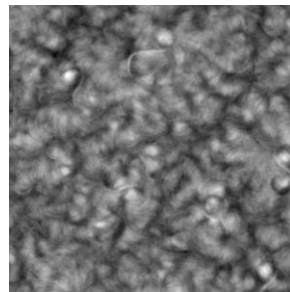
140 °C



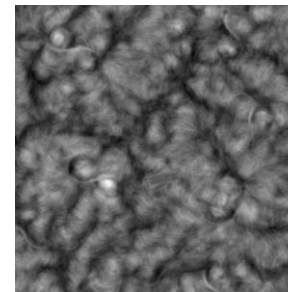
150 °C



160 °C



170 °C

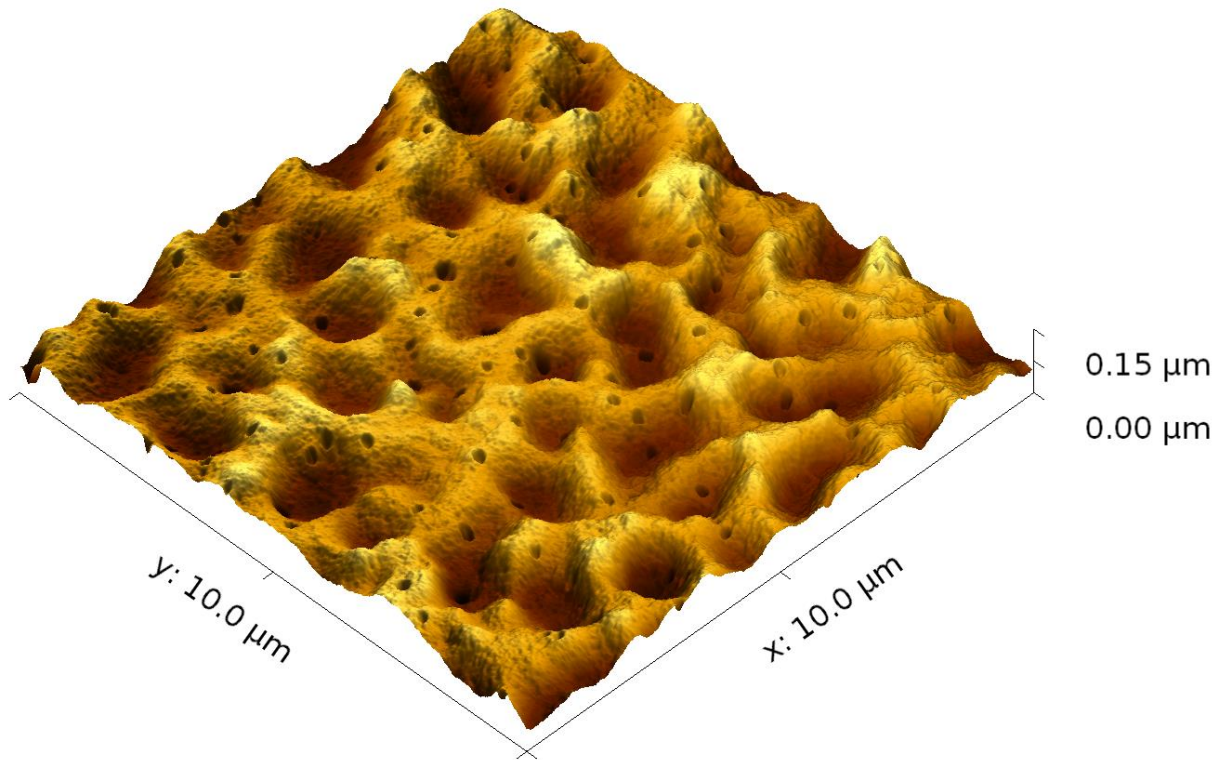


10 × 10 μm²

Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

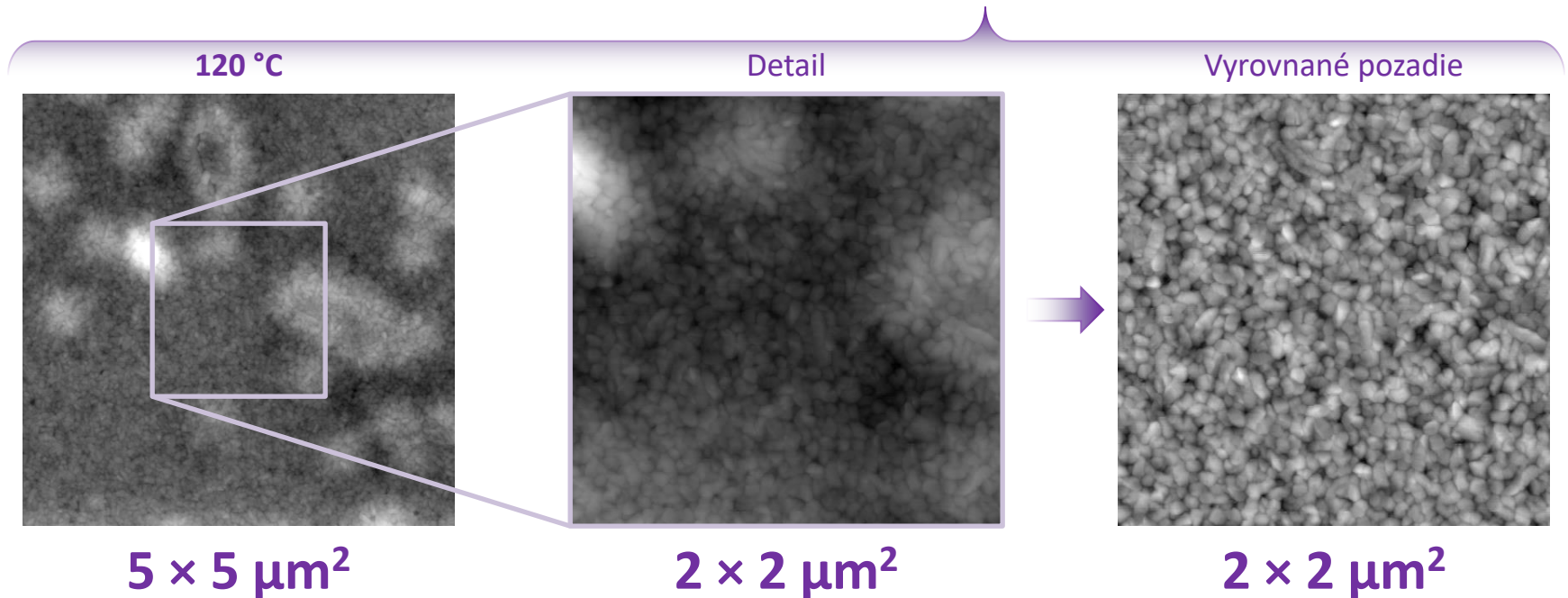
ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky

$T_g = RT$ (tzn. rozpúšťadlo sa odparilo spontánne)



Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

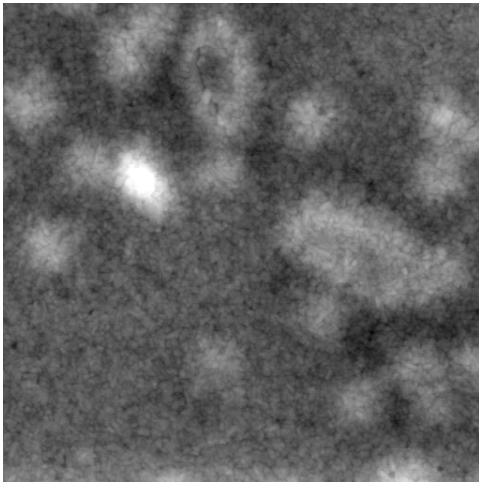
ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky



Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

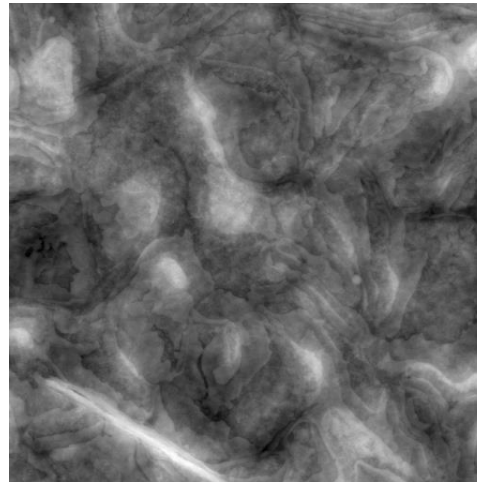
ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky

120 °C



$5 \times 5 \mu\text{m}^2$

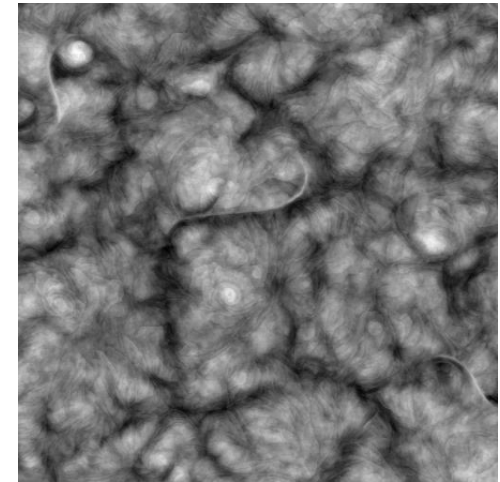
130 °C



$10 \times 10 \mu\text{m}^2$

skoková zmena v morfológii

140 °C



$10 \times 10 \mu\text{m}^2$

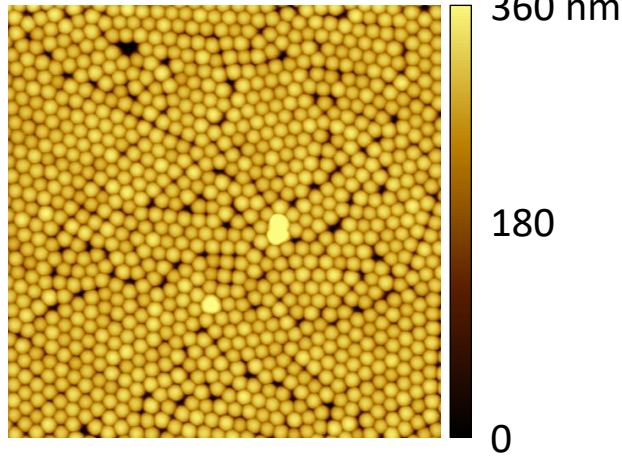
optimálny stav z hľadiska feroelektrických vlastností

Spolupráca s **Doc. Martinom Weisom, PhD.** (ÚEF FEI)

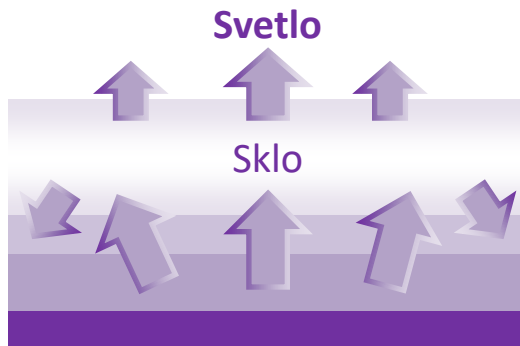
ÚLOHA: Overiť priemer guľôčok SiO₂, počet vrstiev na skle a ich plošnú hustotu

Jedna vrstva guľôčok SiO₂ na skle

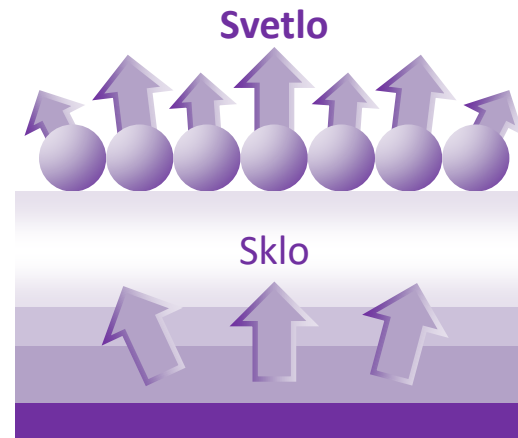
10 × 10 μm²



OLED



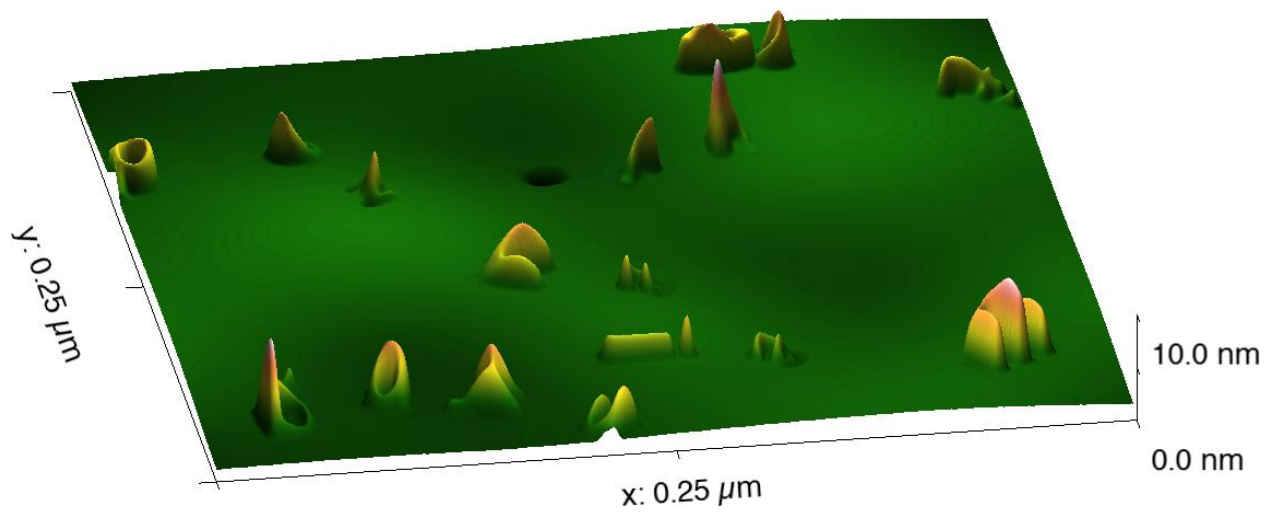
bez fotonického kryštálu

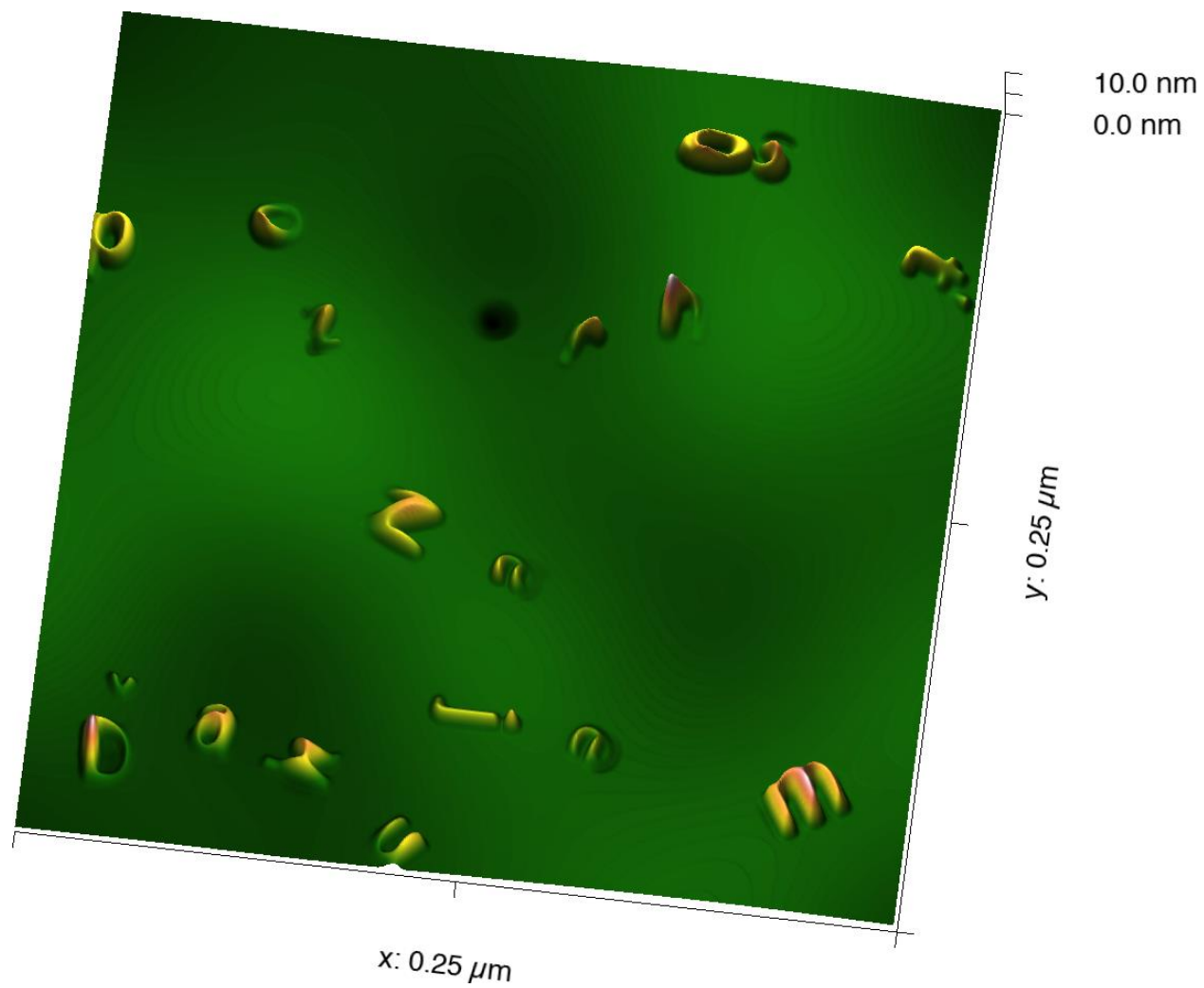


s fotonickým kryštálom

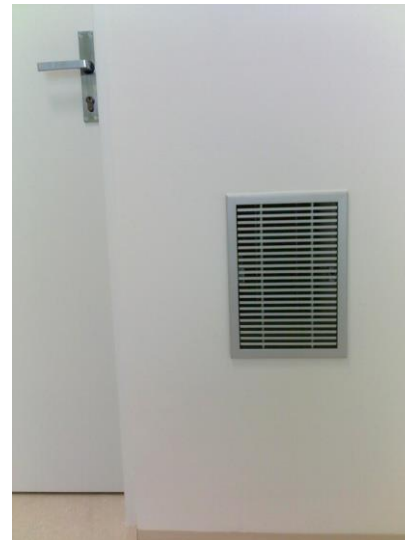
?

10/2014





Laboratórium mikroskopie AFM/MFM



Príprava vzorky

