

Mikroskopie atomárních sil pro 3D mapování povrchu

Doc. 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



Mikroskop atomárních sil -AFM



ÚVOD, VYUŽITÍ

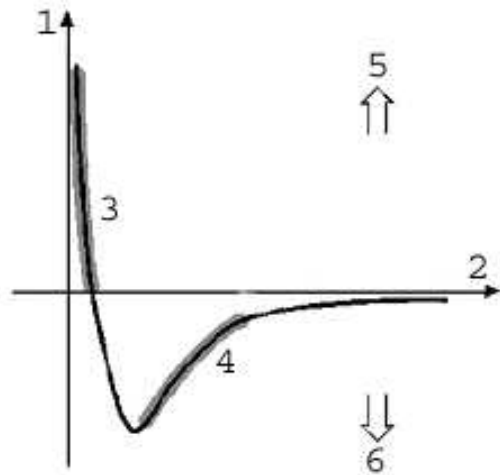
- Patří do skupiny nedestruktivních metod se skenovacím čidlem
- Ke zobrazení není zapotřebí externí zdroj částic
- Zobrazuje strukturu povrchu v atomárním rozlišení ve směru kolmém k povrchu vzorku
- Analyzuje extrémě malé objekty v rozsahu 0,25nm (velikost atomu uhlíku) až 80 μ m (lidský vlas)
- Využití v různých prostředích (vzduch, vakuum)
- Měření vodivých i nevodivých vzorků
- Používá se k sestavení trojrozměrného obrazu povrchu vzorku s vysokým rozlišením
- Využití v mnoha oborech – fyzika, chemie, biologie a medicína

HISTORIE

- První využití skenovací sondy – tunelovací mikroskopie v roce 1981 (laboratoře IBM, G. Binnig, H. Rohr)
- Následuje mnoho variant pro různé typy a vlastnosti povrchu
- Vývoj směřuje ke zjednodušení konstrukce mikroskopu (původní přístroj potřeboval vakuum)
- Následuje velký vývoj matematického aparátu na zpracování získaných obrazů a odstaňování chyb obrazu
- Použití nových vhodnějších materiálů pro raménko a hroty
- V roce 1986 byla Dr. Binnigem představena metoda AFM za níž obdržel nobelovu cenu.

PRINCIP AFM

- AFM mapuje rozložení atomárních sil na povrchu vzorku těsným přiblížením hrotu k povrchu
- Síly způsobují ohnutí raménka délky přibližně $100\mu\text{m}$, na jehož volném konci je umístěn hrot průměru okolo 10nm
- Ohnutí raménka snímá citlivý, zpravidla laserový snímač
- Na základě výchylky raménka je vypočítávána morfologie povrchu vzorku
- Síly mezi vzorkem a hrotem mají různý charakter
- Nejčastější jsou to meziatomární van der Waalsovy síly
- Celková síla může být odpudivá nebo přitažlivá v závislosti na vzdálenosti hrotu od vzorku.



Závislost van der Waalsovy síly na povrchu

- 1 – síla
- 2 – vzdálenost hrotu od vzorku
- 3 – kontaktní mód
- 4 – nekontaktní mód
- 5 – odpuzivá síla
- 6 – přitažlivá síla

Podle typu síly rozlišujeme dva základní režimy měření kontaktní a nekontaktní. Dalším typem může být poklepový režim.

Kontaktní režim

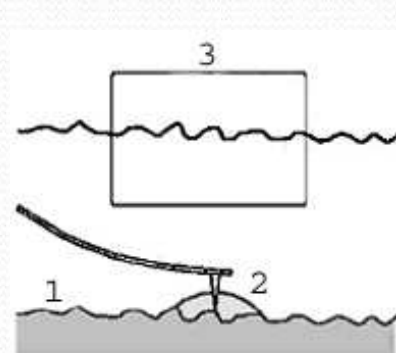
- vzdálenost hrotu od povrchu je menší než několik desetin nm
- síla mezi atomy hrotu a povrchu je odpuzivá
- použití raménka s nižší tuhostí
- odpuzivá síla je v rovnováze se silami usilující o přitlačení atomů blíže k povrchu, tzn. že raménko tlačí hrot proti povrchu vzorku a dochází spíše k ohybu raménka než k dotyku atomů vzorku a hrotu
- velikost van der Waalsových sil se pohybuje řádově okolo 10^{-7} N

Nekontaktní režim

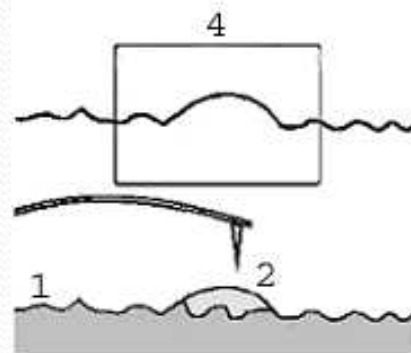
- raménko s hrotem vibruje v blízkosti povrchu vzorku
- vzdálenost mezi hrotem a povrchem vzorku jsou řádově jednotky až desítky nm
- síla mezi atomy přicházející do interakce je přitažlivá
- používá se raménko s větší tuhostí, aby nedošlo ke kontaktu hrotu se vzorkem a jeho poškození
- použití oscilační metody – raménko kmitá s vysokou frekvencí (stovky kilohertzů) a detekují se změny v amplitudě kmitů raménka při přibližování nebo vzdalování hrotu od povrchu
- 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

MĚŘENÍ RŮZNÝCH TYPŮ VZORKŮ

- při měření tuhých vzorků jsou obrazy povrchů v obou modelech relativně stejné
- rozdíl nastane, jestliže na povrchu tuhého vzorku kondenzuje několik tenkých vrstev vody
- kontaktní režim bude snímat skutečný povrch
- nekontaktní režim bude snímat tvar povrchu vodní vrstvy



kontaktní mód



nekontaktní mód

Schematické znázornění zobrazení povrchu s kapkou vody

1 - vzorek, 2 - kapka vody, 3 - snímek z kontaktního módu,
4 - snímek z nekontaktního módu

Pokleповý režim

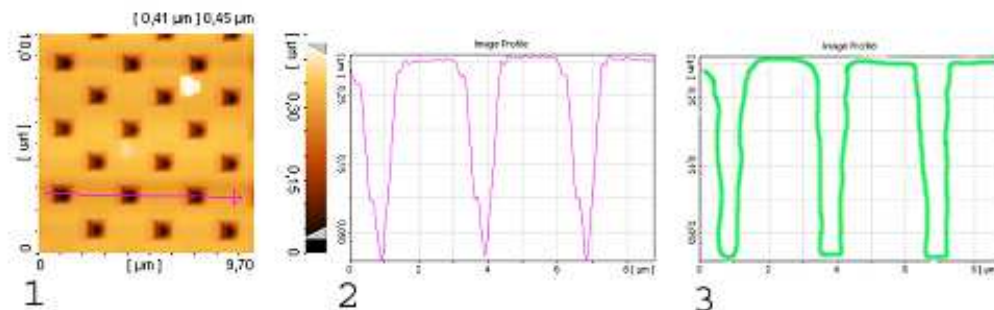
- velká podobnost s nekontaktním režimem
- povrch vzorku je mapován pomocí změny rezonanční frekvence
- rozkmit raménka je tak veliký, že dochází k dotyku hrotu se vzorkem
- jsou odstraněny třecí síly a tím i možnost poškození vzorku
- uplatnění při snímání větších ploch s členitým povrchem

KONSTRUKCE AFM

- skládá se z mechanické a elektronické části
- mechanickou část tvoří stolek k upevnění vzorku, polohovací zařízení a sonda (hrot s raménkem)
- elektronickou část tvoří napájení, zpětná vazba, sběr signálu a ovládání pohybu
- důležitou vnější součástí je zařízení k tlumení vibrací (antivibrační stůl)
- pro správnou funkci je velmi důležité polohovací zařízení, které zajišťuje dva typy pohybu :
 - makroskopický pohyb vzorku směrem k hrotu (piezometricky nebo mechanicky)
 - nanoskopický pohyb hrotu k vzorku na vzdálenost umožňující měření a výběr oblasti zkoumání (piezometricky)
- další součást AFM je optický mikroskop – pro vyhledávání oblasti měření a kontrolu práce hrotu
- počítač řídící chod AFM, sběr dat a umožňuje zpracování obrazu

ARTEFAKTY OBRAZU A CHYBY MĚŘENÍ

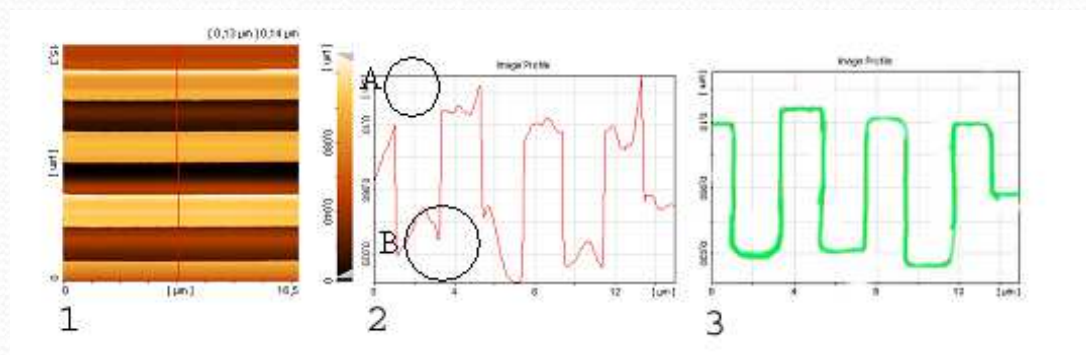
- chyby vzniklé při vytváření obrazu označujeme jako artefakty obrazu
- dochází k nim při chybné interpretaci měření nebo při překročení fyzikálních bariér měření (geometrie hrotu, skeneru, vibrace)
- Artefakty způsobené geometrií hrotu zahrnují tyto hlavní chyby
 - při pohybu hrotu přes objekt (např. 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

VZOREK A ZPŮSOB MĚŘENÍ

Měřený vzorek by měl vyhovovat určitým požadavkům

- velikost – tloušťka musí být menší než je maximální posun mikroskopu vertikálním směrem (několik mm)
- tvar – vzhledem k technice je potřeba , aby byl vzorek makroskopicky rovný nebo mírně vypouklý
- povrch– neměly by se vyskytovat lokální nerovnosti větší než několik μm
- fixace – vzorek musí být upevněn, aby se nepohyboval při skenování (důležité pro práškové nebo měkké vzorky)
- odrazivost – příliš lesklé vzorky snižují viditelnost a orientaci na monitoru

Způsob měření

- nasazení hrotu a uložení vzorku na stolek
- spuštění přístroje – hrot nejprve nalezne síly působící mezi ním a povrchem
- nastavení parametrů měření v ovládacím programu – typ režimu, velikost síly, rezonanční frekvence , velikost skenované plochy, počet bodů ve směru os x a y, směr a rychlost skenování
- spuštění skenování – skener se pohybuje ve směru prvního řádku rastru tam a zpět, posune se kolmo a vykoná opět pohyb tam a zpět. Takto probíhá rastrování přes celou plochu (při zpátečním pohybu sonda data nesnímá)
- snímaná data se zobrazují v reálném čase pomocí ovládacího programu

APLIKACE

- použití mikroskopu zasahuje do široké škály oborů
- nejzajímavější aplikace je např. manipulace s biologickými preparáty nebo manipulace s atomy na povrchu vzorků
- ve stavebnictví je AFM používáno k trojrozměrnému zobrazení povrchů vzorku, což je významné pro oblast výzkumu materiálů
- na Fakultě stavební ČVUT je mikroskop využíván především ke stanovení povrchových materiálových charakteristik převážně cementových kompozitů.

UKÁZKY VYUŽITÍ AFM

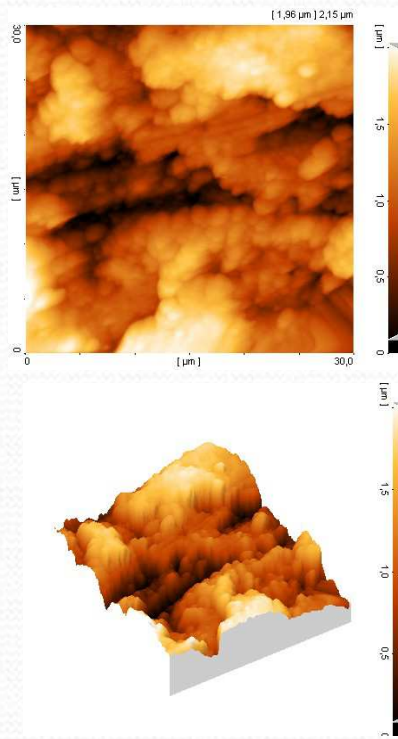
Studie zabývající se vlivem povrchové úpravy vzorků

- použití vzorků pro další typy měření – nanoindentace, elektronová mikroskopie
- důležitý je hladký a rovný povrch
- vzorky byly zpracovány různou povrchovou úpravou
 - jeden pouze uříznut na pile diamantovým kotoučem
 - druhý byl broušen brusnými papíry s hrubostí 2000 a 4000
 - Třetí byl broušen brusnými papíry s hrubostí 2000 a 4000 a posléze byl leštěn na plátně s dia sprejem 0,25 μ m
- 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 Sz, Sa, Sq definované v ISO 4287-1997

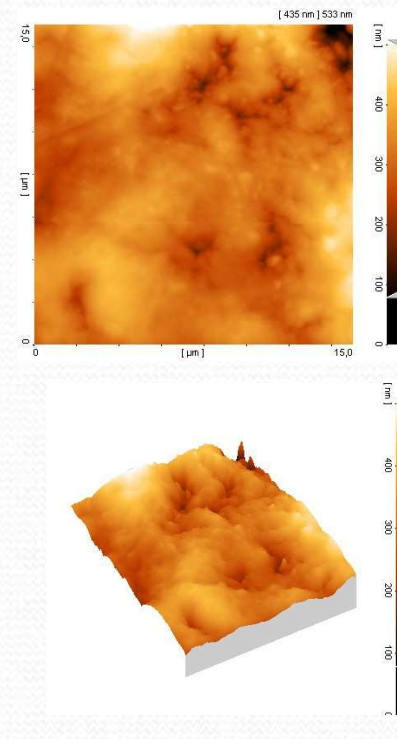
| | Vzorek 1 | Vzorek 2 | Vzorek 3 |
|----|----------|----------|----------|
| Sz | 1970nm | 595nm | 183nm |
| Sa | 363nm | 54.5nm | 17.4nm |
| Sq | 445nm | 73.7nm | 22.8nm |

Sa je střední aritmetická odchylka
Sq je střední kvadratická odchylka

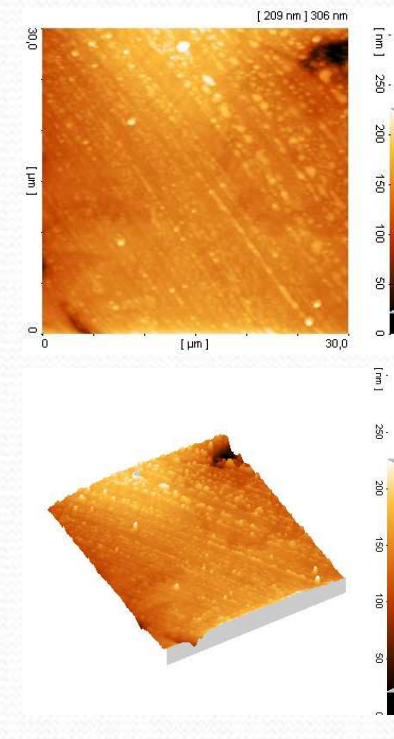
- Z naměřených výsledků vyplývá, že vzorek pouze uříznutý diamantovým kotoučem je pro další měření nepoužitelný. Oproti tomu drsnosti vzorku, který byl broušen a leštěn dosahují takových hodnot, že je např. pro nanoindentaci velmi vhodný.
- Rozdíly jsou vidět i na naskenovaných obrázcích



Vzorek 1 – 2D, 3D



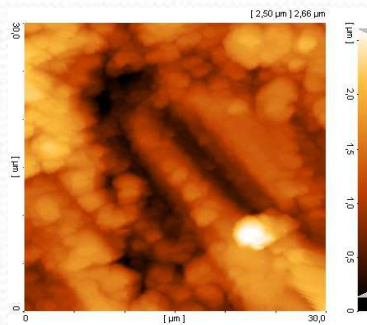
Vzorek 2 – 2D, 3D



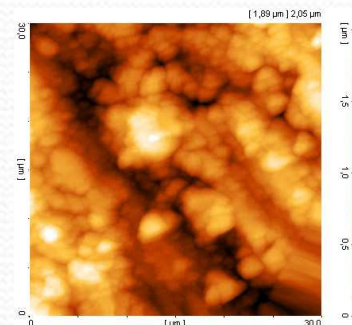
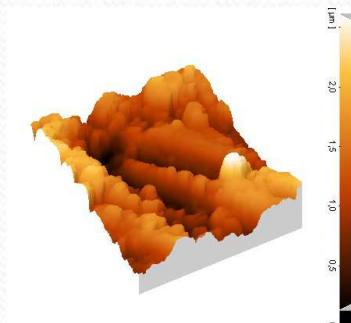
Vzorek 3 – 2D, 3D

Studie zabývající se vlivem vlhkosti na drsnosrtní charakteristiky vzorku

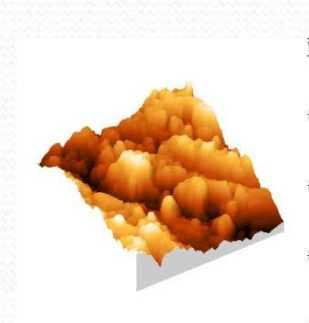
- porovnávali se vzorky s různou počáteční úpravou
 - První vzorek byl uříznut přesným diamantovým kotoučem
 - Druhý vzorek byl po uříznutí broušen a leštěn
- vzorky byly měřeny v určitých časech a za daných vlhkostí
- počáteční vlhkost byla r.h.8% a koncová r.h.50%
- Výsledkem měření bylo porovnání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



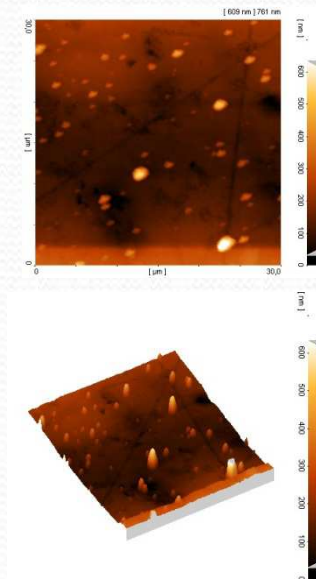
Vzorek 1 – 8%r.h.



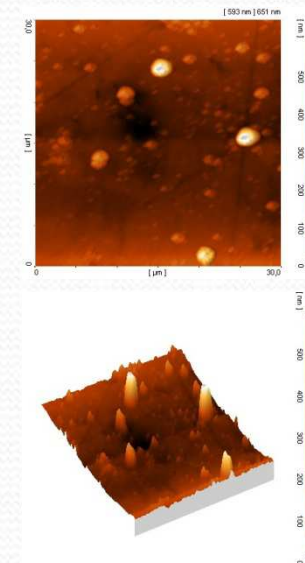
Vzorek 1 – 50%r.h.



Vzorek 2 – 8%r.h.



Vzorek 2 – 50%r.h.



Z výsledků vyplynulo, že drsnost vzorku 1 se s přibývající vlhkostí zmenšovala a drsnost vzorku 2 se s přibývající vlhkostí zvětšovala. Je to tím, že s větší vlhkostí docházelo u hrubšího vzorku k zaplňování nerovností vlivem reakcí probíhajících na povrchu. Kdež to u leštěného vzorku docházelo se vzrůstající vlhkostí ke zvětšování povrchových nerovností.