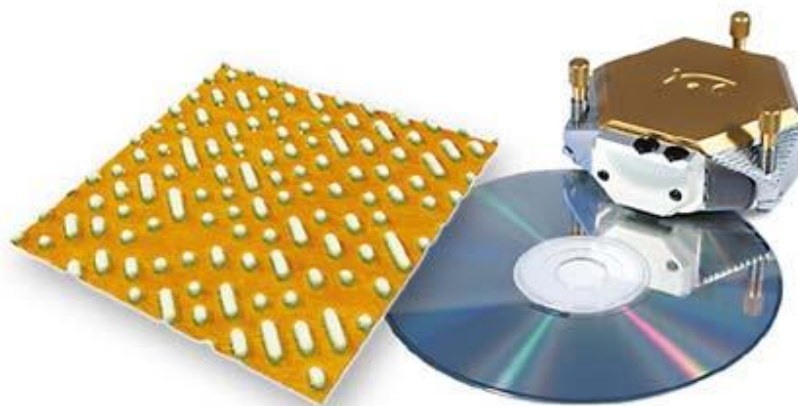


AFM Øvelse for gymnasieklasser

Atomar kraft Mikroskop (AFM)



Interdisciplinært Nanoscience center (iNANO)
Aarhus Universitet, december 2006 (redigeret august 2014)
Ronnie Vang

Formål

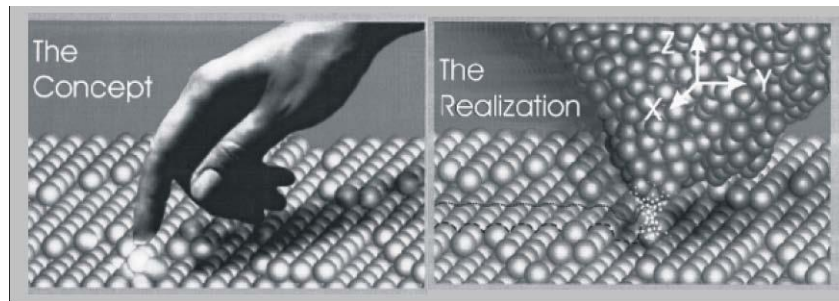
Denne øvelse har til formål at demonstrere brugen af et atomar kraft mikroskop, eller på engelsk et atomic force microscope (AFM). AFM teknikken bruges i vid udstrækning indenfor mange forskningsområder til at afbilde nanostrukturer på overflader. I denne øvelse vil vi bruge AFM'et til at kigge på overfladen af en CD (compact disc) og en DVD (digital versatile disc).

Øvelsens opbygning

1. **Foredrag** (ca. 30 minutter) Øvelsen indledes med en introduktion til AFM og nanoteknologi.
2. **Eksperimentel del** (ca. 2 timer) I får efter en kort demonstration, selv lov til at betjene AFM'et (2 mand pr. AFM er optimalt).
3. **Databehandling** (ca. ½ time) De opnåede data analyseres og fortolkes. Pkt. 2 og 3 kan med fordel kombineres, således at databehandlingen laves løbende. På den måde får I mulighed for at tænke over jeres resultater, inden I går videre til næste prøve.

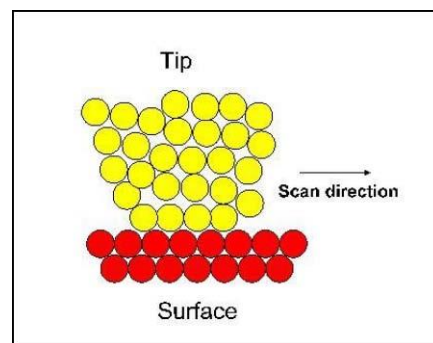
Atomic Force Mikroskopet – AFM

Princippet bag AFM teknikken minder meget om princippet i en gammeldags grammofonpladeafspiller, hvor en spids nål (pick-up) ”føler” konturerne i grammofonpladens riller. I stedet for at bruge en pick-up til at føle med, anvender AFM en meget spids nål (= tip) der er monteret på den frie ende af en fleksibel, få hundrede mikrometer lang bjælke (= cantilever). I modsætning til pick-up'en, hvis bevægelse styres af rillen i grammofonpladen, kan AFM tippen bevæges frit henover en overflade. Når tippen således skannes henover en overflade vil cantileveren bøjes således at tippen følger overfladens konturer. På denne måde ”føler” cantileveren overfladens struktur på samme måde som en blind person læser blindskrift. Ved hjælp af et detektions system (som regel baseret på refleksion af laser lys på cantileveren) kan man måle bevægelsen af cantileveren (og dermed tippen) med umådelig god præcision og omsætte bevægelsen til en højdeprofil. På denne måde kan man opbygge et billede af overfladen linje for linje og opnå et højtopløst digitalt billede af et udsnit af overfladen. Med AFM teknikken er det muligt at opnå nanometer opløste billeder, og under særlige gunstige forhold, kan man se de enkelte atomer i overfladen!



Måleprincip

AFM målinger kan udføres på flere måder. Den simpleste måde, og den måde vi vil benytte i denne øvelse, er den såkaldte "contact-mode", hvor tippet bringes i fysisk kontakt med overfladen. Normalt udføres contact-mode AFM ved konstant kraft (constant force mode), hvor et tilbagekoblings kredsløb kontrollerer tippens højde over overfladen under skanningen således at afbøjningen (og dermed kraften) er konstant, og bevægelsen af tippet kan så omsættes til et digitalt kort over overfladens struktur.



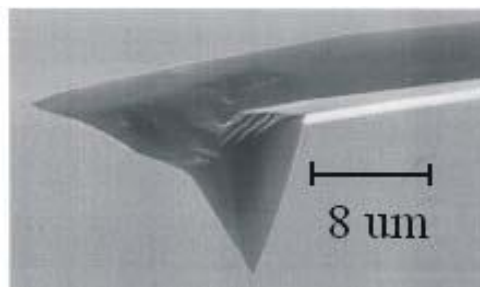
Dette har den fordel, at tippet kan bevæge sig henover meget ru områder uden at blive udsat for store afbøjninger (kræfter). Til gengæld tager det lidt længere tid at fuldføre et skan, da højden af tippet skal justeres for hvert skridt cantileveren bevæges.

For at kunne opnå høj opløsning med AFM er det ikke nok, at tippet er meget skarp. Man skal også kunne kontrollere dens position med enorm stor præcision (helst bedre end $1 \text{ \AA} = 0,1 \text{ nm}$). Til dette formål benyttes en såkaldt skannemotor lavet af *piezokeramiske materialer*. Piezokeramiske materialer har den egenskab, at de udvider/trækker sig sammen, når de pålægges en spænding. De materialer, der typisk benyttes i et AFM, har en udvidelses koefficient på ca. 2 nm/V , hvilket gør det muligt at opnå en præcision på $<1 \text{ \AA}$, hvis blot spændingen kontrolleres med en præcision på $<50 \text{ mV}$. Skannemotoren opbygges, så positionen af cantileveren kan kontrolleres i alle tre dimensioner. x- og y- positionen bruges til at skanne et område linje for linje, mens z- positionen bruges til at holde en konstant kraft (afstand) mellem tippet og overfladen.

I contact-mode AFM vil den hårde kontakt mellem overflade og tip gradvist deformere tippet (se billede), hvorfor det kan være meget svært at opnå/bevare en meget spids tip. Opløsningen er derfor begrænset af tippens bredde og efter nogen tids brug kan det være nødvendigt at skifte tippet pga. slid. Det er generelt ikke muligt at opnå rigtig atomar opløsning med kontakt AFM. Til gengæld udmærker kontakt AFM sig ved sin relative enkelthed og er effektiv til at opløse strukturer fra en 20-50 nm skala og opefter. I forbindelse med øvelsen vil vi kort komme ind på andre AFM teknikker og skanning tunnel mikroskopet med en væsentlig bedre opløsning, hvor man kan opløse enkelte atomer på overfladen.

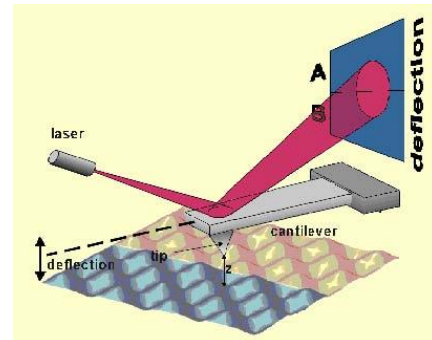
Cantilever – AFM proben

Den mest vitale del i et AFM er cantileveren (som regel bruges dette som fælles betegnelse for tippen plus bjælken), da dennes egenskaber i vid udtrækning er bestemmende for AFM'ets opløsningsevne. Cantileverne fremstilles næsten udelukkende af silicium, da dette dels har passende mekaniske egenskaber, og dels eksisterer der mange års erfaring i produktion af silicium mikrostrukturer, som f.eks. danner grundlaget for den moderne mikrochip. Ved hjælp af ætsning og elektron-litografi er det således muligt at producere en cantilever med en længde på $\sim 450 \mu\text{m}$ og en bredde på $\sim 50 \mu\text{m}$, som vi vil benytte i denne øvelse.



Optisk Detektion: Beam Deflection

I et typisk AFM, skal der måles en bevægelse af bjælkens yderste spids på nogle få hundrededele af en nm. Dette opnås ved at lede lys fra en lysdiode (eller en laser) ned på bagsiden af cantileveren. Lyset reflekteres derved i en vinkel op på en photodiode som er delt op i to sektioner. Forskellen i signalet på de to sektioner af photodioden kan omsættes til en bevægelse og den optiske vejlængde, som typisk er nogle cm, betyder at tippens bevægelse forstærkes kraftigt til noget målbart.



Udstyret: EasyScan 2 -AFM



Opstillingen består af en computer, et AFM, en AFM controller samt diverse pincetter til prøve montering. Opstillingen er forbundet ved øvelsens start.

Vigtig advarsel før I begynder!

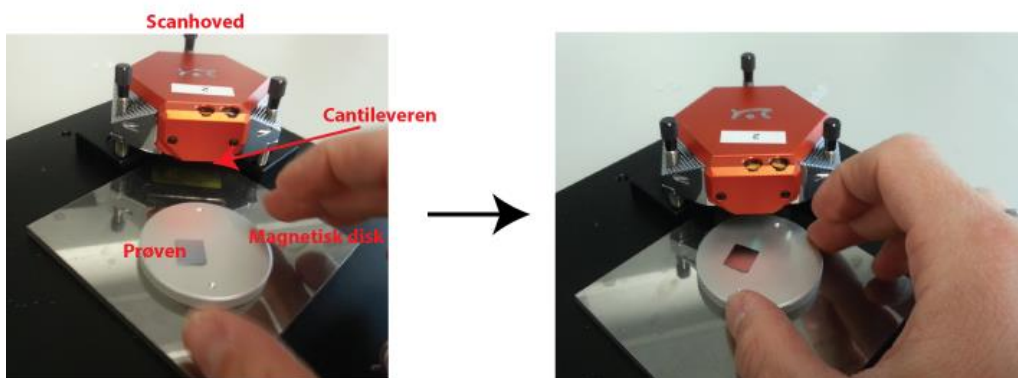
Vær forsigtig med udstyret! Mange af delene i de anvendte AFM'er er skrøbelige og skal behandles derefter. Dels kan tippen tage skade ved den mindste berøring, men værre er at skannemekanismen kan tage skade ved for voldsom behandling under udskiftning af tippen. Ikke noget med at rive, bøje eller flå. I må ikke udskifte tippen selv! AFM'et er monteret med tip ved øvelsens start og det vil normalt ikke være nødvendigt at skulle udskifte denne. Vær dog yderst opmærksom på at selv den mindste utilsigtede berøring eller voldsom behandling vil ødelægge tippen. Vær specielt forsigtig under den manuelle del af coarse approach. Hvis I er i tvivl, så spørg!!

Det samme gælder prøverne I skal undersøge. Fedtede fingre eller ridser vil ødelægge prøven og jeres muligheder for at opnå gode resultater. Så vær omhyggelige i jeres omgang med prøverne og læg dem aldrig med fronten nedad! Er I det mindste i tvivl så spørg og/eller konsultér manualen som ligger ved instrumentet. Desuden er målingerne ekstremt påvirkelige overfor rystelser (husk på at tippen skannes i en højde af <1nm fra overfladen). Så ryst ikke med bordet, hop ikke rundt og vær i det hele taget opmærksom på jeres egen og de andres opstilling.

Øvelses-program

AFM kan til tider være en drilsk teknik at få styr på, og I skal derfor ikke blive frustrerede, hvis I ikke når igennem hele øvelsesprogrammet. Det vigtige er, at I forstår virkemåden bag AFM'et. Selve resultaterne kommer i anden række (men det er selvfølgelig sjovest at få nogle vellykkede målinger 😊)

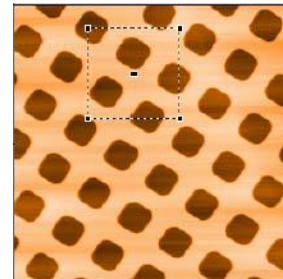
1. Programmet der kontrollerer AFM'et er Nanosurf EasyScan 2. Programmets grundlæggende funktioner vil blive gennemgået i demonstrationen, men I kan med fordel også selv forsøge at gøre jer selv bekendte med funktionerne. Se evt. software manualen.
2. Montér den første prøve med pincet på den magnetiske disk, og skub forsigtigt disken ind under AFM'et (se billede nedenfor). PAS PÅ CANTILEVEREN, OG SØRG FOR AT DER ER PLADS UNDER CANTILEVEREN!!



3. Bring tippen ned til overfladen ved først forsigtigt at skrue på de tre skruer, mens I holder øje med at der er plads mellem cantilever og prøve (grov approach).
4. Derefter benytter I den motordrevne sænkning af scanhovedet. I trykker på "Advance" mens I holder øje med cantileveren og dens skygge i linserne. VÆR SIKKER PÅ AT I KAN SE SKYGGEN! I skal stoppe når afstanden mellem cantilever og skyggen er på 2-3 gange cantileverens bredde.
5. Dernæst klikker I på "Approach", hvorved cantileveren automatisk føres det sidste stykke ned mod prøven.
6. Optag og gem et passende antal billeder ved forskellige zooms, til efterfølgende analyse, og træk derefter tippen op igen (Withdraw --> Home/Retract --> skrue).
7. Gentag pkt. 2-6 med de andre prøver.

Prøve I: Kalibreringsprøve

Kalibreringsprøven består af kvadratiske huller (eller forhøjninger) med en meget veldefineret dimension på en silicium overflade. Højden og perioden for hullerne står på kassen med prøven. Husk at notere disse.

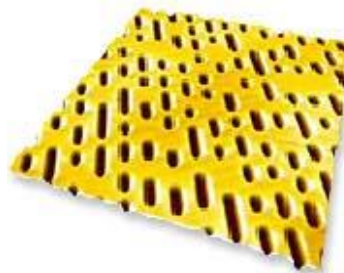


1. Mål med AFM'et et billede med et passende antal strukturer.
2. Lav passende "cross-sections" (vha. sort pil) og bestem højde (Z) samt periode for hullerne i både X- og Y-retningen. Er scanneren kalibreret? Angiv fejlkilder. Brug kalibreringen i resten af øvelsen (spørg underviseren).

Prøve II+III: Compact disc (CD) og Digital Versatile Disc (DVD)

Informationerne på en CD eller DVD er lagret som små huller, der er trykt i et stykke polykarbonat plastik. Normalt fyldes hullerne med et reflektivt aluminium lag og derpå et beskyttende lag lak, og data strukturen observeres derfor fra bagsiden ved at fokusere en laser gennem plastiklaget ned på de oprindelige huller, der så fremstår som aluminium-bump. Prøverne i denne øvelse er stykker af CD eller DVD uden lak og aluminium, og der er derfor adgang til strukturen af hullerne. Konsulter internettet (f.eks. wikipedia.com) for at forstå hvordan informationerne lagres og læses på en CD og en DVD, og hvad forskellene er. I denne opgave undersøges CD'er og DVD'er med henblik på at bestemme mikrostrukturen af databits samt datatætheden.

1. Analyser med contact-mode AFM det udleverede stykke CD. Vigtigt: Optag billeder med forskellig størrelse! Udmål dimensionerne (dybde, bredde, længde). Hvad er afstanden mellem to parallelle spor?
2. Forklar hvad strukturerne betyder? Hvordan gemmes data på en CD? Hvorfor har strukturerne den form som I lige har målt?
3. Data i form af overgangen fra "bump" til "land" læses ved hjælp af en fokuseret laserstråle. Datastrukturen opfanges i en fotodetektor ved at den reflekterede stråle danner et karakteristisk interferensmønster fra destruktiv interferens pga. højdeforskellen. Hvilken bølgelængde af laseren er ifølge jeres målinger optimal idet brydningsindekset for polykarbonat antages at være $n \approx 1.56$?
4. Angiv ud fra den fundne mindste bit-afstand og afstanden mellem to parallelle spor fra AFM billederne den totale mængde data der kan lagres på en CD. Er den fundne værdi realistisk i forhold til det normale data-indhold på en CD? NB: den mængde data, der reelt kan lagres på en CD er mindre end den målte kapacitet, da en del af bittene bruges til fejlkorrektion og tracking af laseren.



5. Optag billeder af DVD'en og sammenlign med CD'en jf. pkt. 3 og 4.

Prøve IV (for de mest ivrige!): Analyse af et hår

Montér med tape et hår fra dig selv eller din sidekammerat på et objektivglas og studér hårets struktur. Vær sikker på at håret sidder godt fast med tape så det ikke bevæges under skanningen. Brug optikken på AFM'et til at sikre at I rammer håret. Sammenlign evt. skælstrukturen af håret fra en lyshåret med et fra en mørkhåret.



Sådan gemmes og eksporteres et billede fra EasyScan 2:

1. Når billedet er færdigt, flyttes det til et analysevindue i skanneprogrammet, som viser billedet (topview) samt en skan-linje/tværsnit (lineview).
2. Billedet kan nu gemmes ved at vælge File --> Save As, hvorved filen gemmes i et .nid format, der kan læses ind i skanneprogrammet på et senere tidspunkt til analyse.
3. Billedet kan også eksporteres i et andet format, f.eks. .bmp eller .jpg, til brug i rapporten. Dette gøres ved at markere billedet ved at klikke med musen på billedet, vælge File --> Export --> Current Chart As, og gemme i det ønskede format.

Sådan eksporteres et tværsnit af billedet:

1. Et tværsnit (cross-section) af et ønsket linjeskan i billedet kan fås ved at bevæge den sorte pil ved topview-vinduet.
2. Klik på cross-section billedet og vælg File --> Export --> Current Chart As --> vælg ønskede format.