

*Studentská tvůrčí a odborná činnost*  
***STOČ 2012***

**MIKROVLNNÁ SKENOVACÍ MIKROSKOPIE**

**Josef KUDĚLKA, Tomáš MARTÍNEK**

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta aplikované informatiky  
Nad Stráněmi 4511  
760 05 Zlín

**26. dubna 2012**  
VŠB – Technická univerzita Ostrava

***Klíčová slova:*** *Mikroskopie skenující sondou, mikroskopie atomárních sil, mikrovlnná skenovací mikroskopie, skenování, mikroskopie, diagnostika*

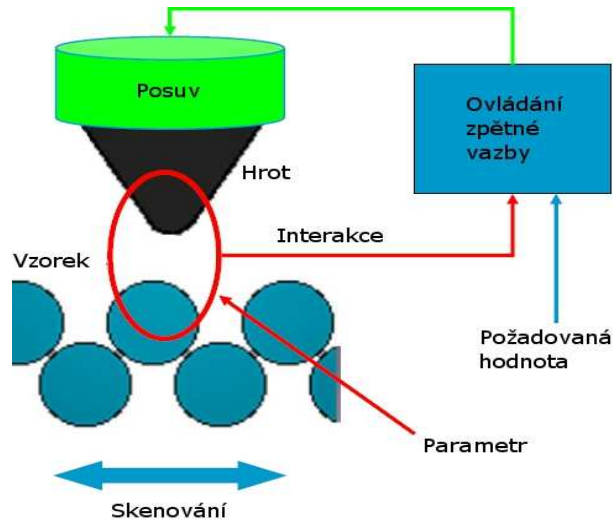
***Anotace:*** *V projektu se zabýváme mikroskopií atomárních sil (AFM), převážně nejnovější měřicí metodou AFM – skenovací mikrovlnnou mikroskopií (SMM). Tento měřicí režim spojuje schopnosti elektrického měření analyzátoru PNA (performance network analyzer) s prostorovým rozlišením AFM mikroskopu. SMM nabízí mnohem větší rozmanitost aplikací. V rámci studie se zabýváme skenováním a diagnostikou polovodič, elektroniky a biologických vzorků.*

## **Obsah**

1.	Úvod do mikroskopie skenující sondou .....	4
2.	SPM mikroskop Agilent 5420 .....	4
2.1	Mikroskopie atomárních sil - AFM .....	5
2.2	Mikroskopie magnetických sil - MAC .....	5
2.3	Skenovací mikrovlnná mikroskopie - SMM .....	6
3.	Software .....	6
4.	Měření vybraných povrchových struktur .....	7
4.1	Křemík .....	7
4.2	Biologické vzorky .....	8
4.3	Zobrazení elektronických součástí .....	9
5.	Závěr .....	11
	Literatura .....	12

## 1. Úvod do mikroskopie skenující sondou

Mikroskopie skenující sondou (Scanning probe microscopy – SPM) je soubor metod založených na pohybu sondy v těsné blízkosti povrchu nebo při kontaktu s povrchem a měření interakce, která působí mezi vzorkem a hrotem (Obrázek 1.).



Obrázek 1.: Základní princip mikroskopie skenující sondou [1]

## 2. SPM mikroskop Agilent 5420

SPM mikroskop Agilent 5420 nabízí standartní metody jako jsou mikroskopie atomárních sil (atomic force microscopy – AFM) a skenovací tunelovací mikroskopie (scanning tunneling microscopy – STM) a také méně běžné metody měření jako je kelvin force microscopy - KFM, electric force microscopy - EFM, piezo force microscopy PFM a hlavně jednu z nejnovějších metod skenování – skenovací mikrovlnnou mikroskopii (scanning microwave microscopy – SMM).



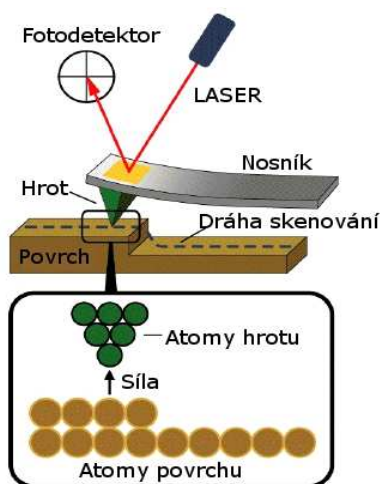
Obrázek 2.: SPM mikroskop Agilent 5420 [1]

Tento mikroskop je připojen prostřednictvím kontroleru, který zajišťuje komunikaci mezi mikroskopem, počítačem a PNA (obvodový analyzátor - performance network analyzer).

## 2.1 Mikroskopie atomárních sil - AFM

Mikroskopie atomárních sil je založena na mapování rozložení atomárních sil na povrchu vzorku. Tyto síly jsou mapovány těsným přiblížením hrotu k povrchu, čímž vzniká přitažlivá nebo odpuzivá síla, která způsobí ohnutí nosníku, na němž je upevněn hrot. Toto ohnutí je snímáno citlivým, zpravidla laserovým snímačem a vytváří měronosnou veličinu. Zřejmou výhodou této metody je možnost studovat jak nevodivé, tak i vodivé vzorky.

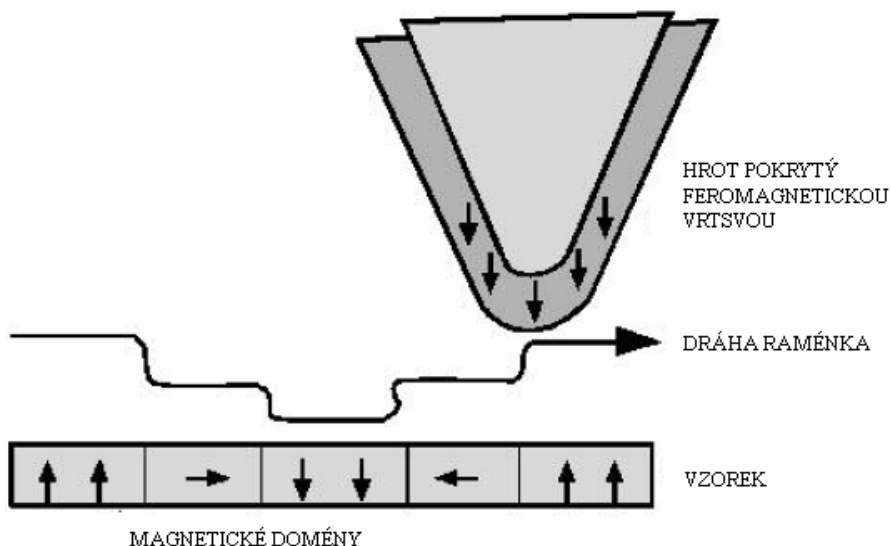
Detektor ohnutí je tvořen laserovou diodou, která vytváří skvrnu konečné velikosti, jež dopadá na špičku raménka a od něj se odráží. Odražené světlo dopadá na světelný detektor, který je rozdělen na dvě citlivé části. Před vlastním měřením se systém mechanicky vyváží tak, aby energie svazku dopadající do obou částí (duantů) byla stejná. Při měření se ohyb projeví posunem odrazu, takže energie v jednotlivých duantech už nebudou stejné a z jejich poměrů je možno určit vychýlení raménka. [8]



Obrázek 3.: Základní princip mikroskopie atomárních sil [1]

## 2.2 Mikroskopie magnetických sil - MAC

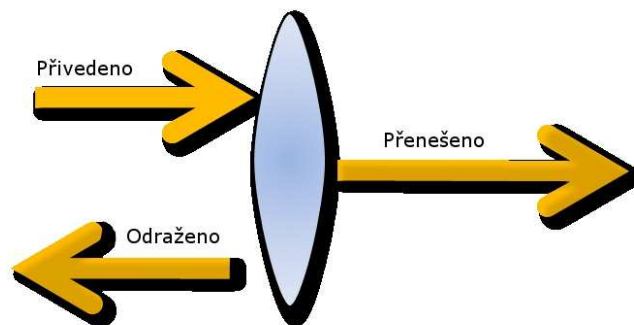
Mikroskopie magnetických sil zobrazuje prostorové rozložení magnetických sil na povrchu vzorku podobným způsobem jako bezdotyková AFM, jen hrot je pokryt ferromagnetickou vrstvou. Ve výstupním signálu jsou zahrnuta jak data topografická, tak i magnetická a lze je rozlišit snímáním obrazu při různých výškách. [8]



Obrázek 4.: Základní princip mikroskopie magnetických sil [8]

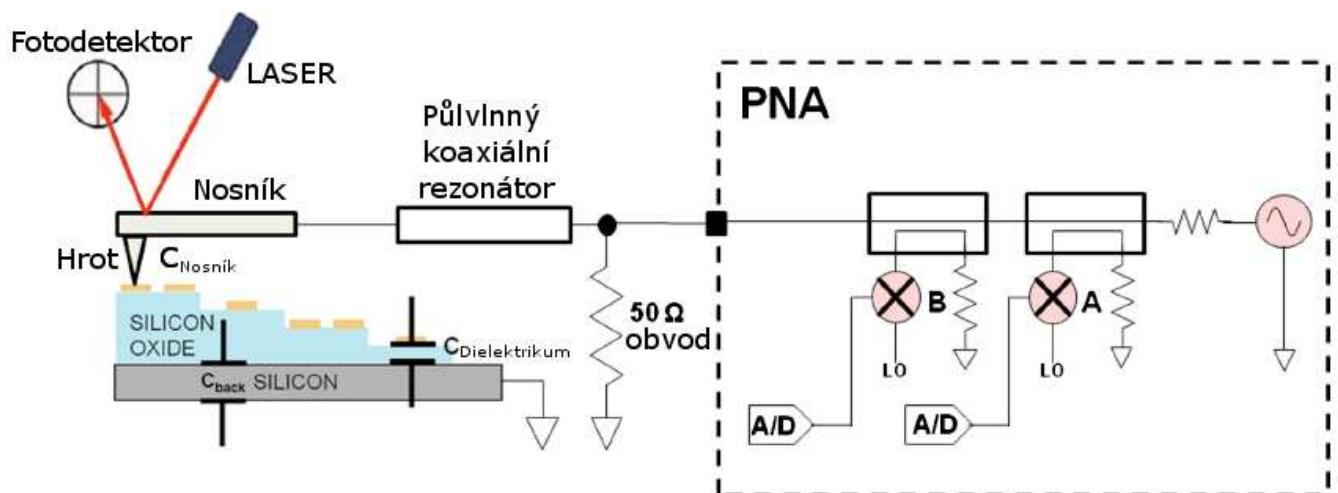
### 2.3 Skenovací mikrovlnná mikroskopie - SMM

Tento režim spojuje schopnosti elektrického měření obvodového analyzátoru PNA s prostorovým rozlišením AFM mikroskopu. SMM nabízí mnohem větší rozmanitost aplikací, může být použit např. pro měření komplexní impedance, získání kalibrované kapacity a kalibrovaného měření hustoty dopantů, pro všechny polovodiče a na rozdíl od ostatních skenovacích kapacitních měření nevyžaduje oxidovou vrstvu. V tomto režimu vysílá PNA náhodný RF signál přes slučovač na vodivý hrot nosníku ze slitiny platina a iridia. RF signál je od hrotu odražen (optická analogie na obrázku č.5) a měřen pomocí PNA. [2]



Obrázek 5.: Optická analogie skenovací mikrovlnné mikroskopie

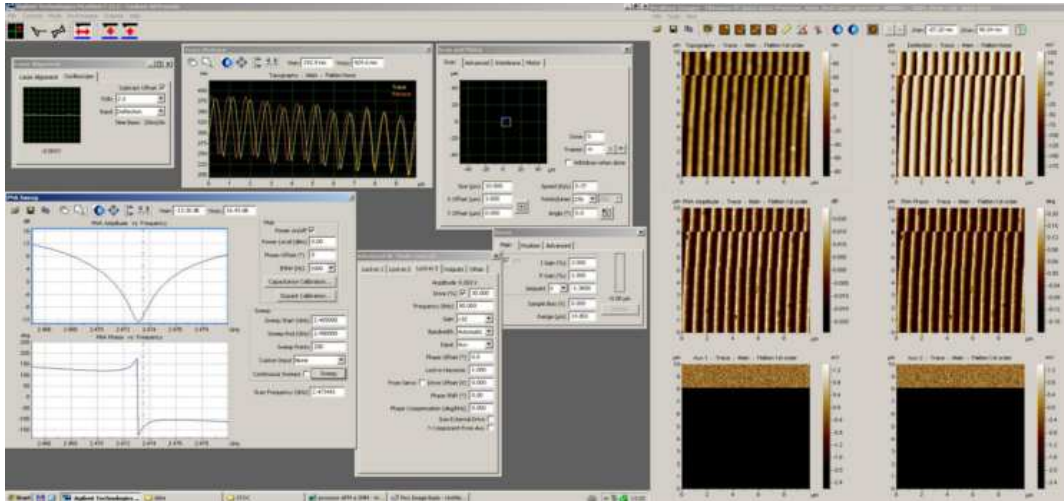
Po vypočítání poměru velikosti a fáze mezi původním a odraženým signálem je aplikován model pro vypočítání elektrických vlastností vzorku.



Obrázek 6.: Princip měření pomocí skenovací mikrovlnné mikroskopie [2]

### 3. Software

K ovládání měřicí soustavy jsme využili software PicoView, který umožňuje ovládat SPM mikroskop, MAC modul, PNA, řídicí elektroniku LASERu a AFM kontroler a také umožňuje nastavení všech parametrů. Vizualizaci naměřených dat jsme provedli v programu Pico Image Basic od firmy Agilent Technologies.



Obrázek 7.: Softwarové prostředí PicoView

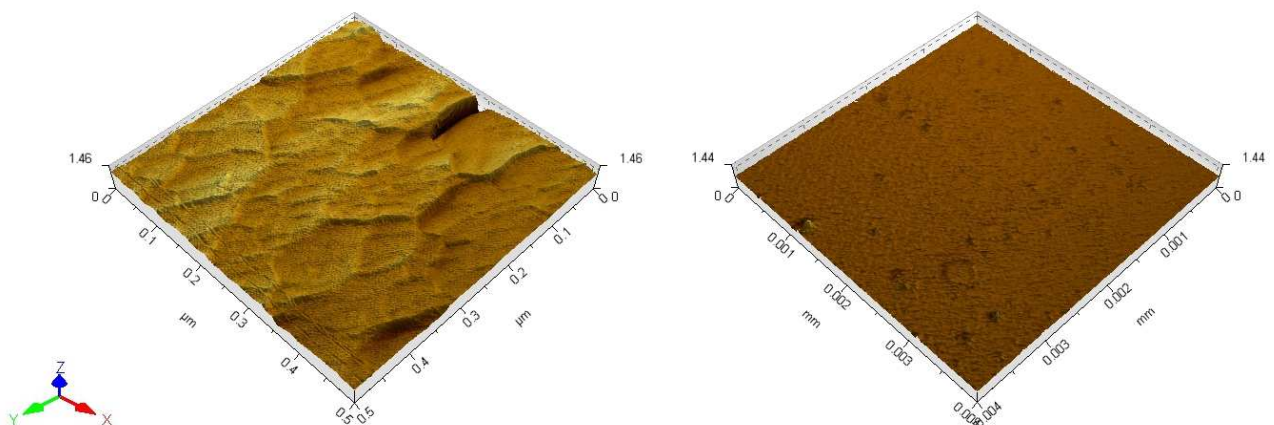
#### 4. Měření vybraných povrchových struktur

Perspektivním cílem naší práce je dosáhnout molekulárního rozlišení. Konkrétním aplikačním cílem je využití skenovacích metod v oblasti forenzních věd, především pro určování pravosti elektronických součástek s markanty danými odlišnostmi výrobních technologií jednotlivých výrobců. Dalším aplikačním cílem je použití těchto metod ve vědách o živé přírodě.

Pro seznámení s měřicí soustavou a názornou ukázkou jsme si vybrali několik různorodých vzorků – křemík (Si), chitinovou krovku Sluněčka sedmitečného (*Coccinella septempunctata*), list rostliny Zelence chocholátého (*Chlorophytum comosum*), procesor a datový záznam na magnetickém disku.

##### 4.1 Křemík

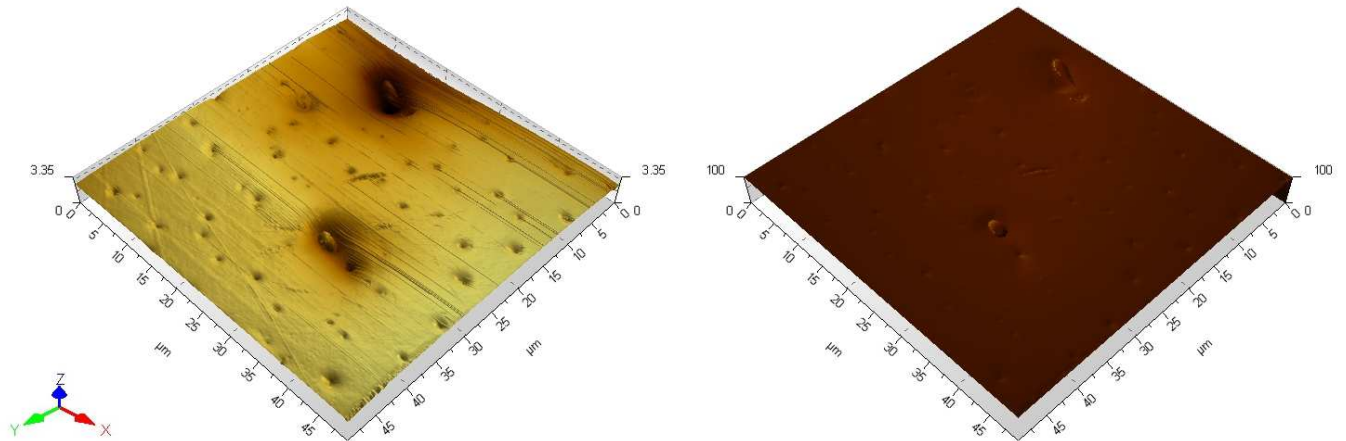
Křemík používáme jako testovací vzorek pro kontrolu nastavení měřících metod, jelikož je to nejprozkoumanější materiál a poznatky o něm jsou známé a reprodukovatelné, a protože naše laboratoř spolupracuje s Fyzikálním ústavem Akademie Věd ČR na využití křemíku pro konstrukci optoelektronických zařízení.



Obrázek 8.: Vlevo (porézni) nanokrystalický křemík, vpravo monokrystalický křemík. Naměřeno kontaktní metodou mikroskopie atomárních sil.

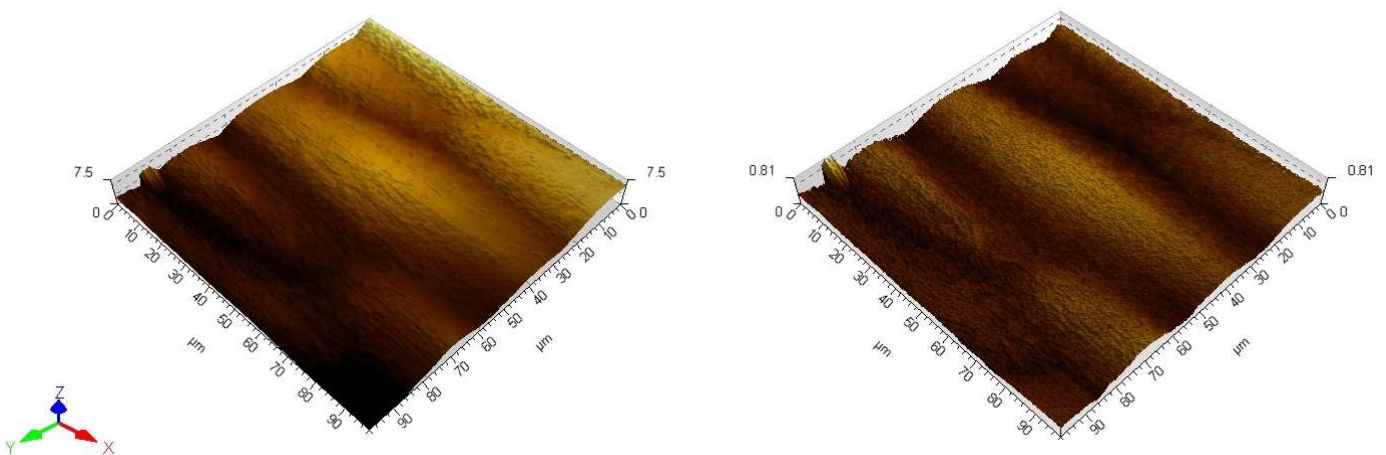
## 4.2 Biologické vzorky

Krovky Slunéčka sedmitečného (*Coccinella septempunctata*) jsme si vybrali jako první biologický vzorek, poněvadž se jedná o stabilní strukturu, která nám umožňuje aplikace různých metod skenovací mikroskopie od kontaktních módů až po mód mikrovlnný.



Obrázek 9.: Krovky Slunéčka sedmitečného (*Coccinella septempunctata*) naměřené metodou kontaktní mikroskopie atomárních sil (vlevo) a metodou skenovací mikrovlnné mikroskopie (vpravo).

Dále jsme provedli zobrazení listu rostliny Zelence chocholátého (*Chlorophytum comosum*), abychom vyzkoušeli, zda-li půjde zobrazit jeho buněčná struktura, což se nám povedlo prokázat.

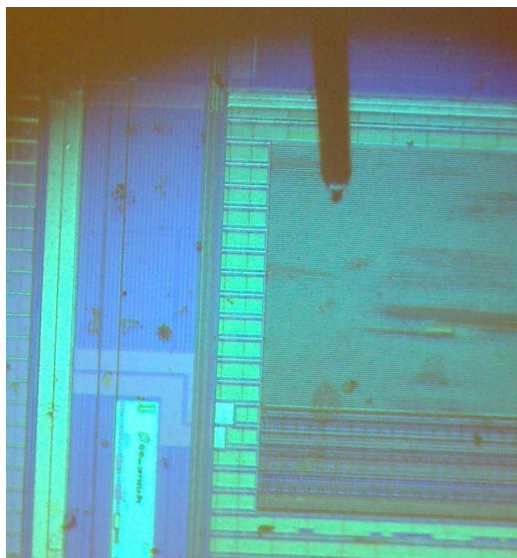


Obrázek 10.: Buněčná struktura listu rostliny Zelence chocholátého (*Chlorophytum comosum*) naměřené metodou kontaktní mikroskopie atomárních sil (vlevo) a metodou skenovací mikrovlnné mikroskopie (vpravo).

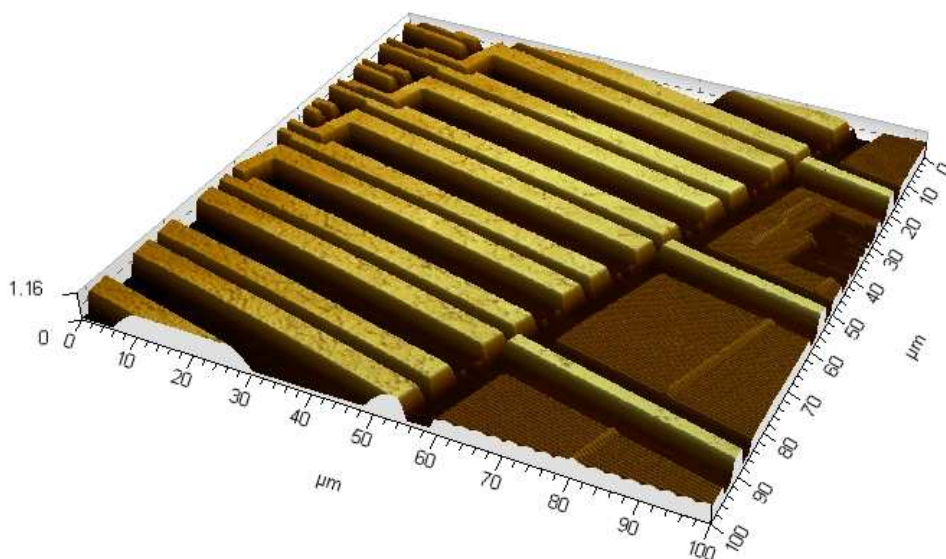


### 4.3 Zobrazení elektronických součástek

Procesor jsme si vybrali z důvodu zajímavé struktury vlastního čipu, která se hodí k prozkoumání možností využití pro určování pravosti elektronických součástek.

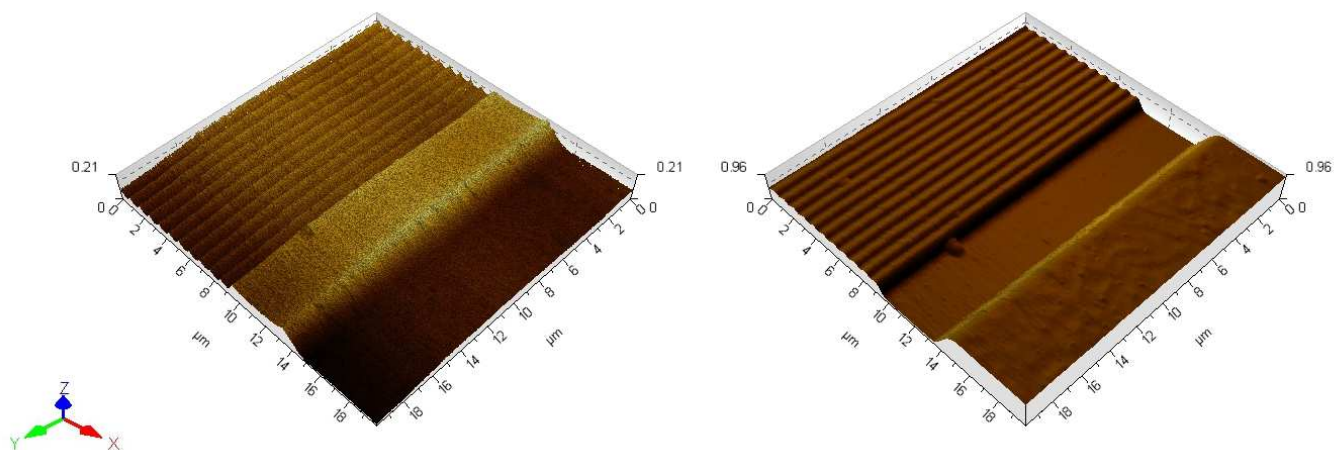


Obrázek 11.: Fotografie části procesoru v optickém mikroskopu

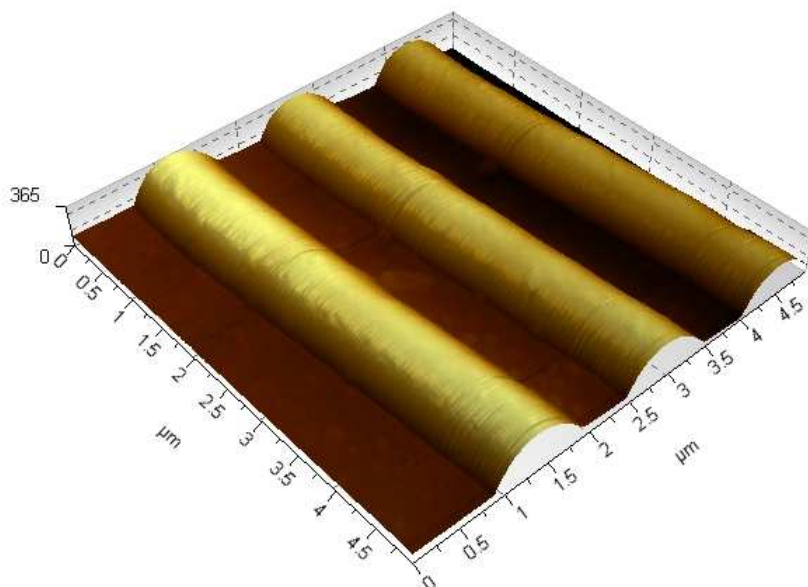


Obrázek 12.: Část procesoru zobrazený kontaktní metodou mikroskopie atomárních sil

Na obrázku č.13 lze pozorovat rozdílné výsledky při měření stejné části procesoru kontaktní metodou mikroskopie atomárních sil a skenovací mikrovlnnou mikroskopii. Na pravé části obrázku je zobrazen výškový profil části procesoru a na levé části obrázku je zobrazena tatáž struktura tvořena komplexní permitivitou.

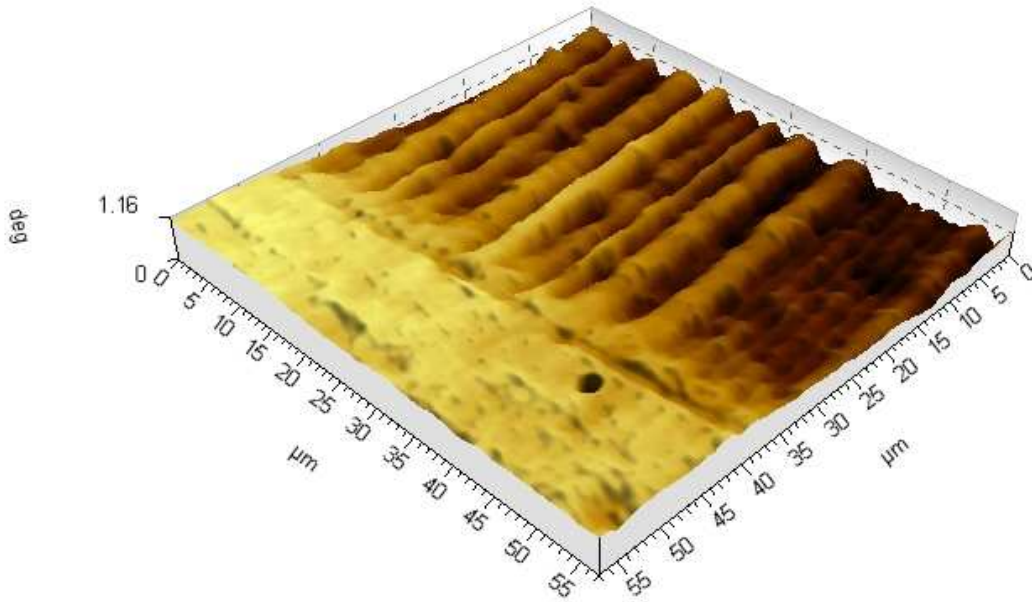


Obrázek 13.: Část procesoru (60x60 μm) naměřená kontaktní metodou mikroskopie atomárních sil (vpravo) a skenovací mikrovlnnou mikroskopii (vlevo).



Obrázek 14.: Detail (5x5 μm)procesoru naměřeného kontaktní metodou mikroskopie atomárních sil.

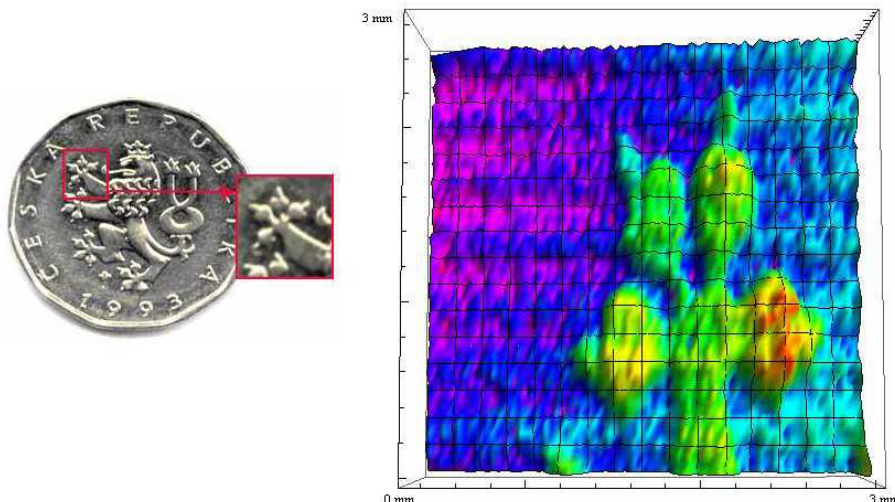
Pro osvojení metody mikroskopie magnetických sil jsme si vybrali magnetický disk. Povedlo se nám zobrazit datový záznam, kde vyvýšená a širší místa představují logickou 1 a místa ostatní logickou 0.



Obrázek 15.: Datový záznam na magnetickém disku zobrazený metodou mikroskopie magnetických sil.

## 5. Závěr

Po 3 letech studia skenovací mikroskopie se nám dostal do rukou profesionální skenovací mikroskop SPM Agilent 5420. Na tento mikroskop jsme přešli po jeho dodání na Fakultu aplikované informatiky při Univerzitě Tomáš Bati ve Zlíně v roce 2012 ze skenovacího systému, který jsme si sami vyrobili a na kterém nyní pracují další studenti naší fakulty. Na našem skenovacím zařízení jsme pracovali s rozlišením v řádech stovek nanometrů obr16..



Obrázek 16.: Výsledky z naší vyrobeného skenovacího zařízení [7]

Nyní jsme schopni se přiblížit až k atomárnímu rozlišení.

Naše další činnost v oblasti skenovací mikroskopie bude orientována přednostně na:

- zobrazování struktur v polovodičích a polymerních kompozitech,
- studium struktur biologických objektů.

## Literatura

- [1] Agilent Technologies. *Agilent Technologies 5420 Scanning Probe Microscope. Users Guide*, Agilent Technologies, Inc. 2011. s. 300.
- [2] Agilent Technologies. *Agilent Technologies Scanning Microwave Microscopy Mode. Users Guide*, Agilent Technologies, Inc. 2011. s. 90.
- [3] Agilent Technologies. *Nanotechnology measurement installation training*, 2007. 13 s.
- [4] HAWKES, Peter; SPENCE, John. *Science of Microscopy : Volume I*. 1st ed. New York : Springer, c2007. 747 s.
- [5] HAWKES, Peter; SPENCE, John. *Science of Microscopy : Volume II*. 1st ed. New York : Springer, c2007. 751-1265 s.
- [5] MARTÍNEK, Tomáš. *Impedanční skenovací mikroskopie*. Zlín, 2011. 57 s. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati, Fakulta aplikované informatiky.
- [7] KUDĚLKA, Josef; MARTÍNEK, Tomáš. *Skenovací mikroskopie*. Studentská tvůrčí a odborná činnost. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta aplikované informatiky, 2011. s. 19.
- [8] KUDĚLKA, Josef. *Metrologické zabezpečení mikronových a submikronových posuvů*. Zlín, 2011. 57 s. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta aplikované informatiky.
- [9] MACHALA, Libor, et al. *Mikroskopie skenující sondou* [online]. Olomouc : Univerzita Palackého Olomouc, 2003 [cit. 2012-02-23]. Dostupné z WWW: <<http://atmilab.upol.cz/mss/>>.