

# Pásztázó mikroszkópiás módszerek

- Pásztázó alagútmikroszkóp, Scanning tunneling microscope, STM
- Pásztázó elektrokémiai mikroszkóp, Scanning electrochemical microscopy, SECM (1986)
- pásztázó közeli mező optikai mikroszkópia, Near-field scanning optical microscope, NSOM/SNOM (1984)
- Atomerő mikroszkóp, Atomic force microscopy, AFM (1982)

Atomerő mikroszkóp speciális változatai:

- Conductive atomic force microscopy , C-AFM
- Electrostatic force microscopy, EFM
- Kelvin probe force microscopy, KPFM
- Magnetic force microscope, MFM
- Scanning capacitance microscopy, SCM

Scanning Tunneling Microscope (STM), Gerd Binnig és Heinrich Rohrer, 1981

Ernst Ruska, Pásztázó elektron mikroszkóp, 1933

1986 Fizikai Nobel díj

# A működéséhez megoldandó problémák

1. Kis méretű szonda / tű
  - felbontást meghatározza a tű mérete: nm-es tű
2. A tű mozgása nagy felbontással
  - felbontást meghatározza a pozicionálás pontossága: nm pozicionálás
3. A tű és a vizsgált felület között fellépő kölcsönhatás mérése

# A működéséhez megoldandó problémák

1. **Kis méretű szonda / tű**
  - felbontást meghatározza a tű mérete: nm-es tű
2. A tű mozgása nagy felbontással
  - felbontást meghatározza a pozicionálás pontossága: nm pozicionálás
3. A tű és a vizsgált felület között fellépő kölcsönhatás mérése

# Tűszonda Cantilever

A felbontást meghatározó másik tényező a tűszonda mérete.  
Előállításuk mikro-elektromechanikai technológiával (**MEMS**) történik, szilíciumból.

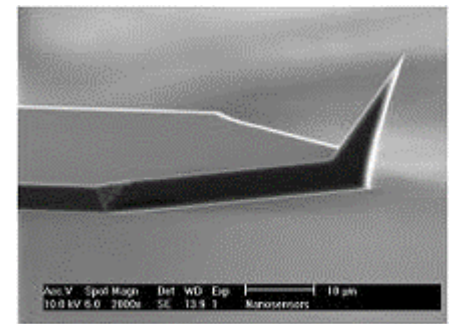
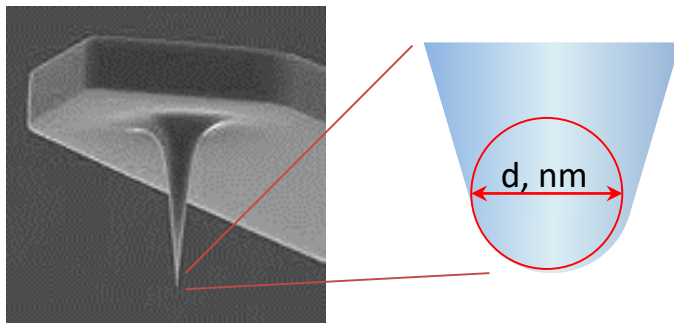
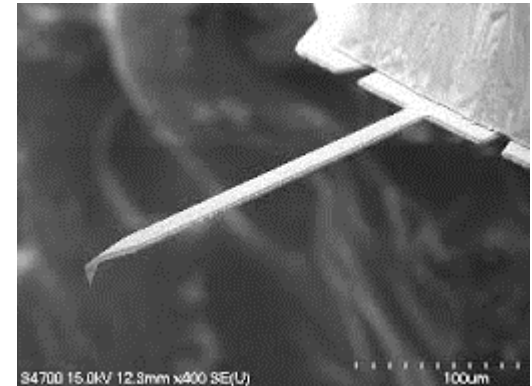
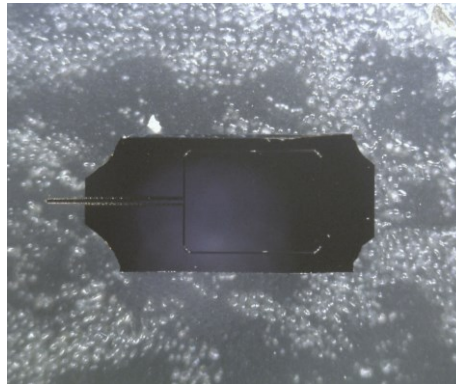
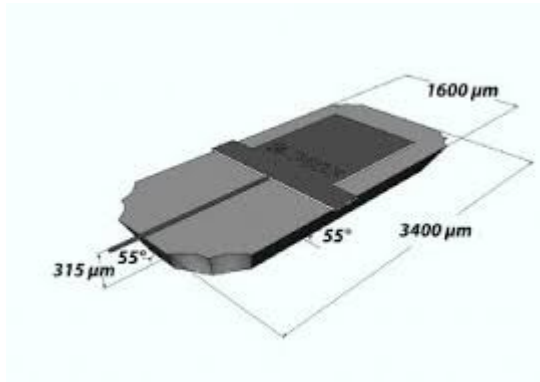


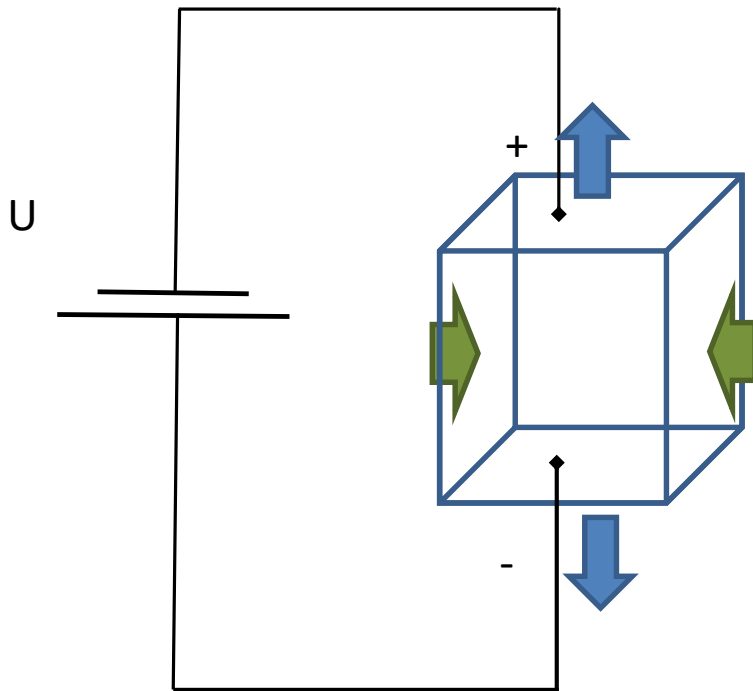
Fig.: NANOSENSORS™ AdvancedTEC™ AFM tip

A tűszonda mérete (d) 2-200 nm között változik a típustól függően.

# A működéséhez megoldandó problémák

1. Kis méretű szonda / tű
  - felbontást meghatározza a tű mérete: nm-es tű
2. **A tű mozgatása nagy felbontással**
  - **felbontást meghatározza a pozicionálás pontossága: nm pozicionálás**
3. A tű és a vizsgált felület között fellépő kölcsönhatás mérése

# Piezomotoros aktuátorok



## Elektrostrikió

Elektromos feszültséggel  
arányos mértékű alakváltozás

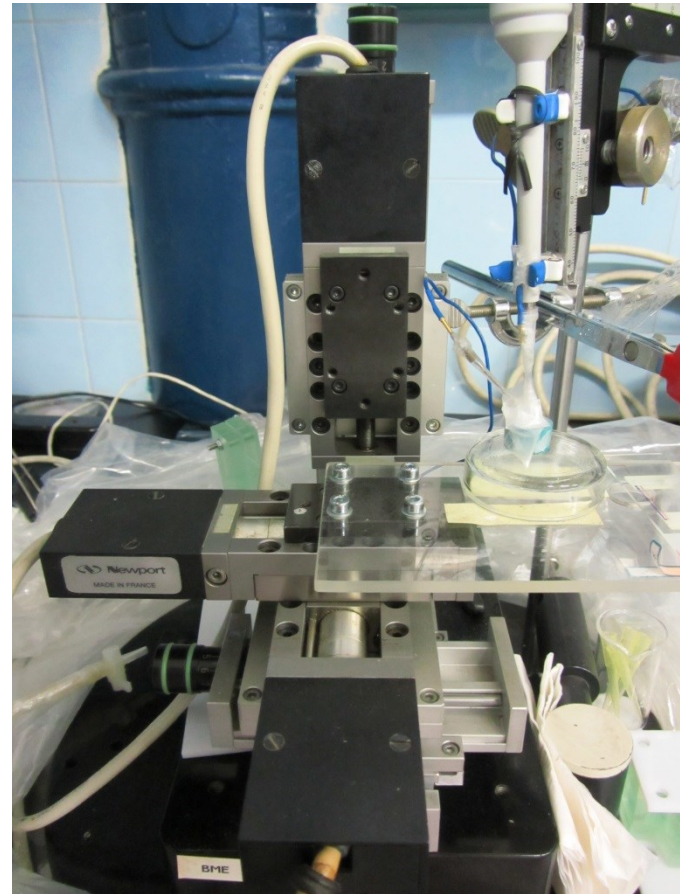
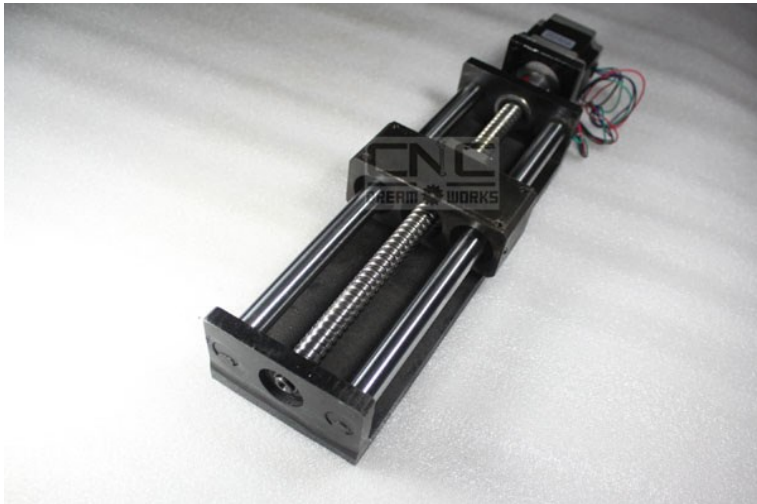
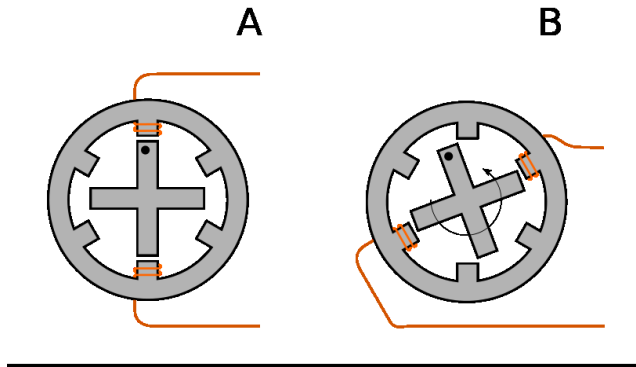
## Piezoelektromos anyagok

- Kvarc
- Turmalin
- Rochelle –só (kálium-nátrium-tartarát)
- Topáz
- Aluminnium nitrid (AlN)
- ZnO
- Polyvinylidene fluoride PVDF

## piezoelektromosság

Alakváltozás hatására kialakuló  
elektromos feszültség

# Léptetőmotoros aktuátor



# Pozicionálás, aktuátorok

A felbontást meghatározó egyik tényező a tűszondát pozicionáló rendszer geometriai felbontó képessége. Ezért cél a nanométernél pontosabb mozgató rendszer.

## Léptetőmotoros aktuátorok

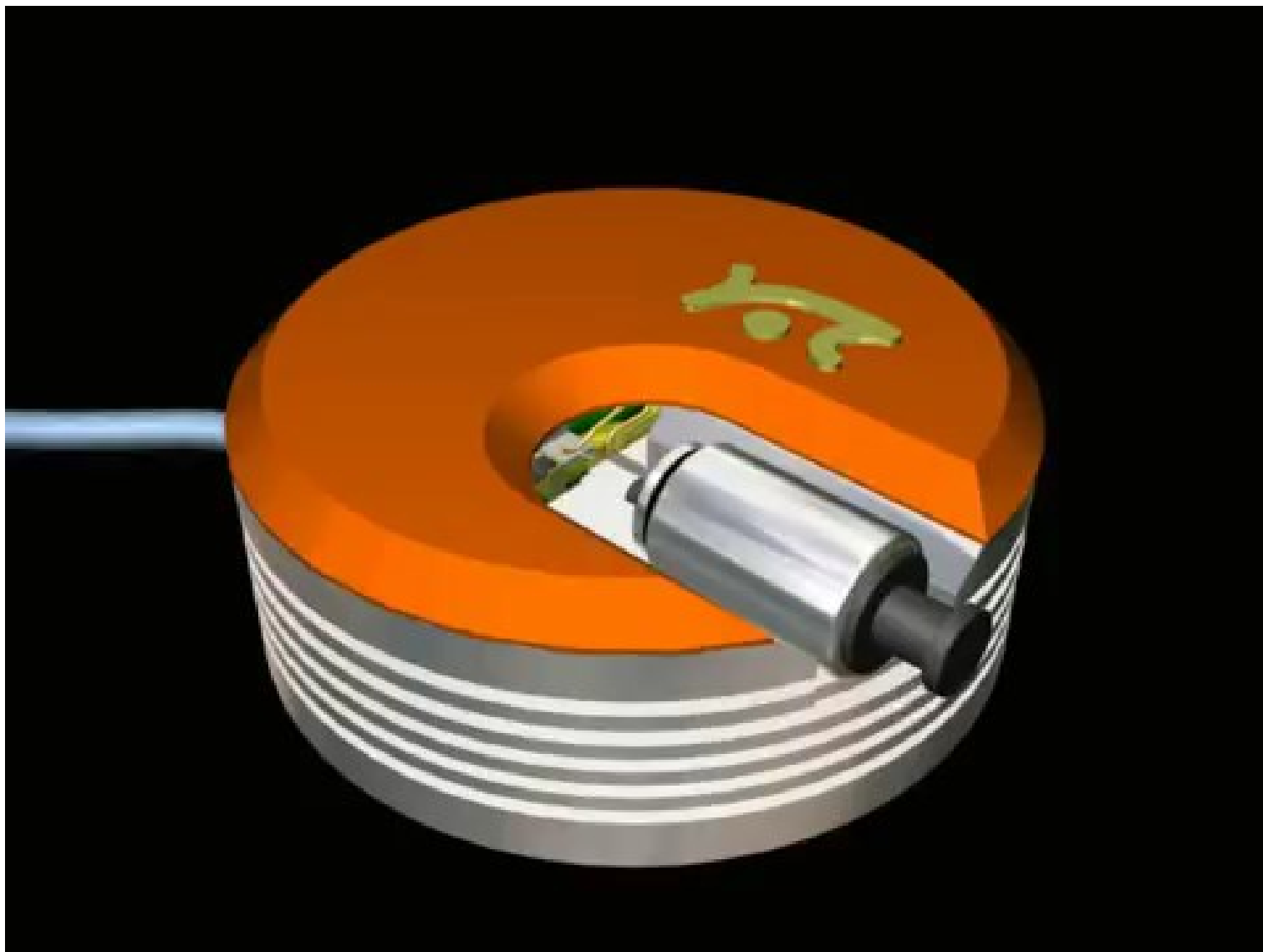
- A maximális úthossz nincs limitálva
- Kisebb precizitás

## Piezomotoros aktuátorok

- Limitált maximális úthossz ( $\sim 100 \mu\text{m}$ )
- Nagy precizitás (nanométernél pontosabb pozicionálás)



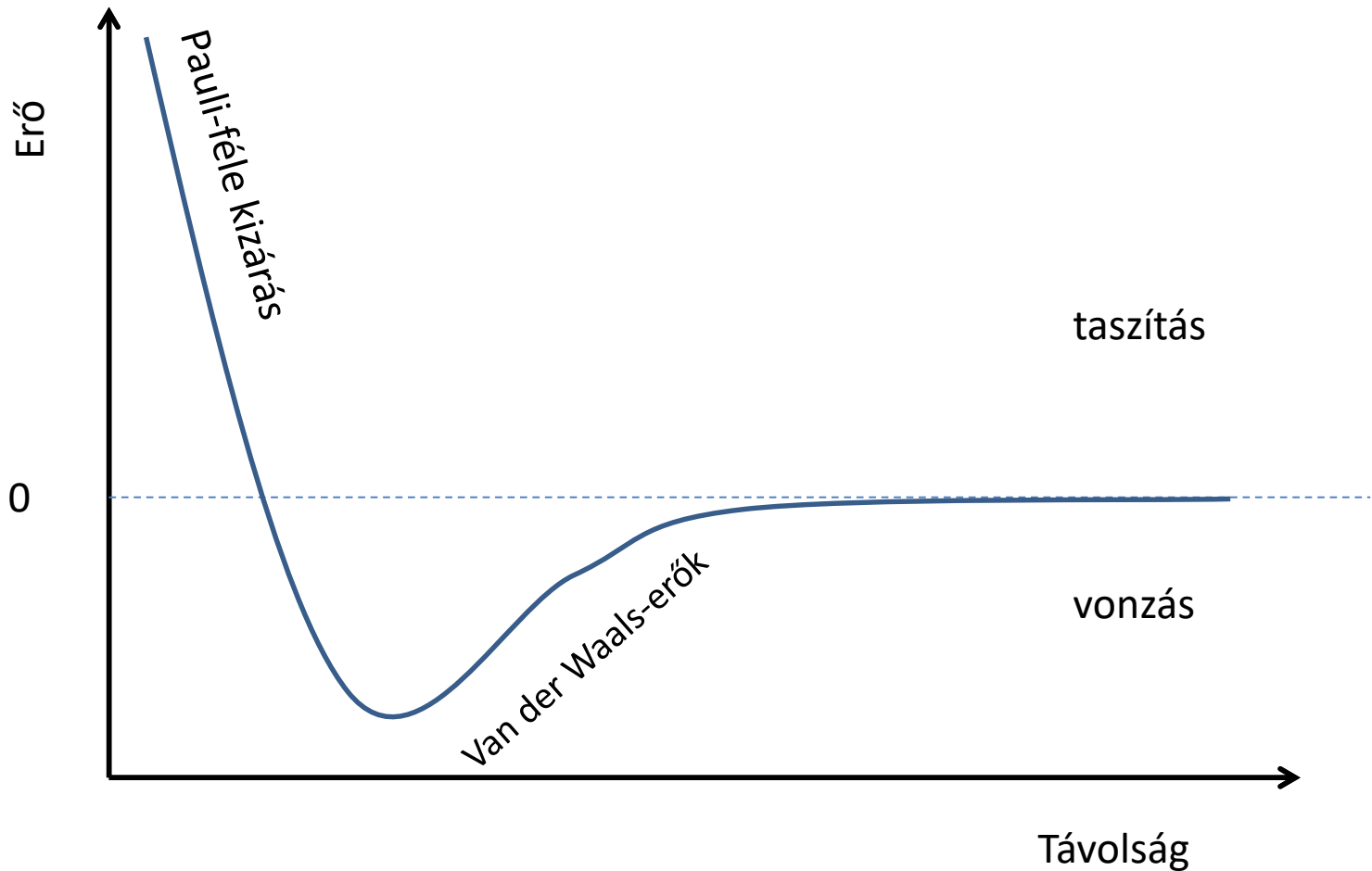
# Pásztázó alagútmikroszkóp, Scanning tunneling microscope, STM



# A működéséhez megoldandó problémák

1. Kis méretű szonda / tű
  - felbontást meghatározza a tű mérete: nm-es tű
2. A tű mozgatása nagy felbontással
  - felbontást meghatározza a pozicionálás pontossága: nm pozicionálás
3. **A tű és a vizsgált felület között fellépő erő mérése**

# Erő(távolság) függvény



Lennard-Jones potenciál görbe

# Molekuláris erők

Atom között fellépő vonzó vagy taszító, nN nagyságrendű erőket kell mérni!

A kémiai kötések erő állandóinak nagyságrendje.

Kovalens kötés: 1-3 nN

Ionos kötés: 0,1-5 nN

Másodrendű kötések: <0,1 nN

Streptavidin-avidin: 250 pN

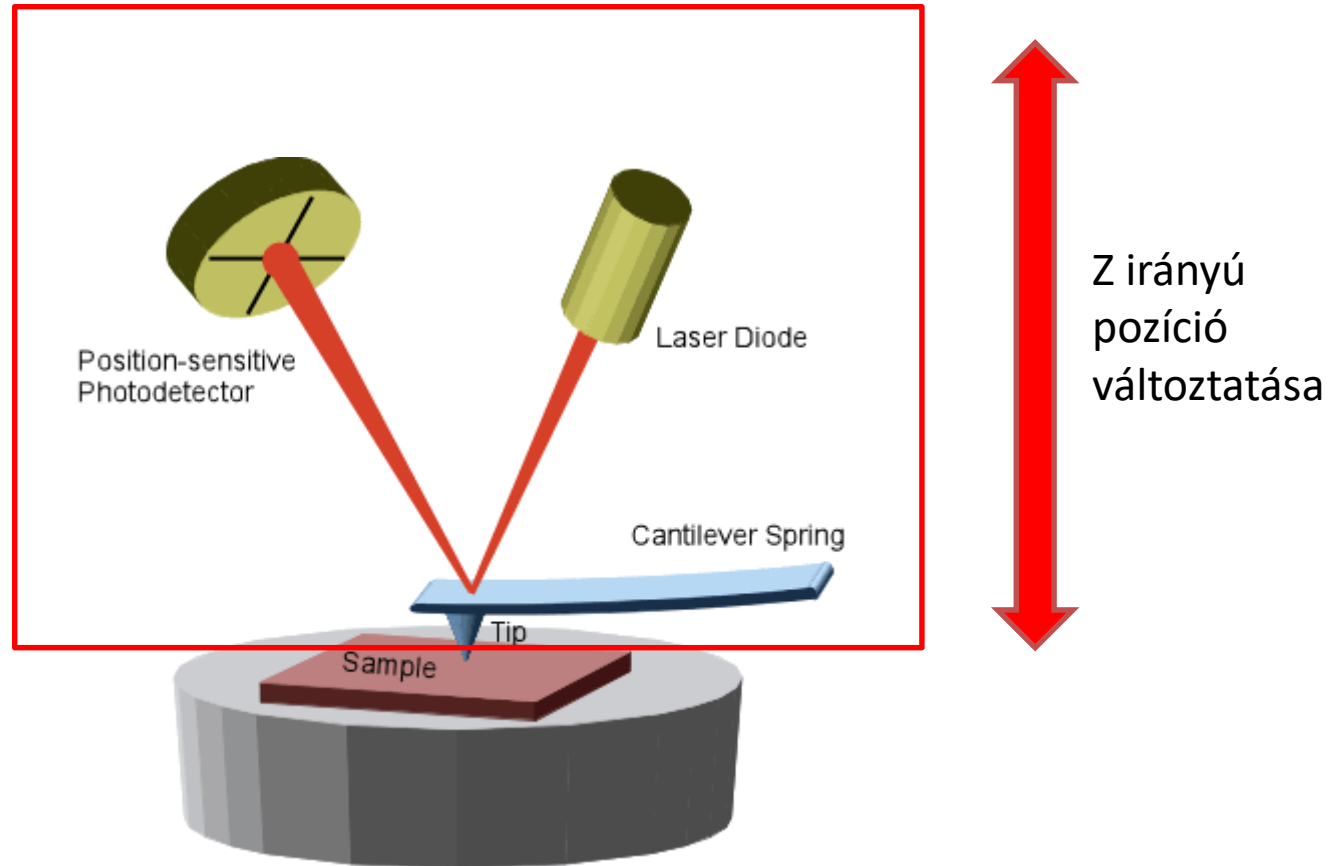
DNS bázisok közötti:

adenin-timin: 9 pN

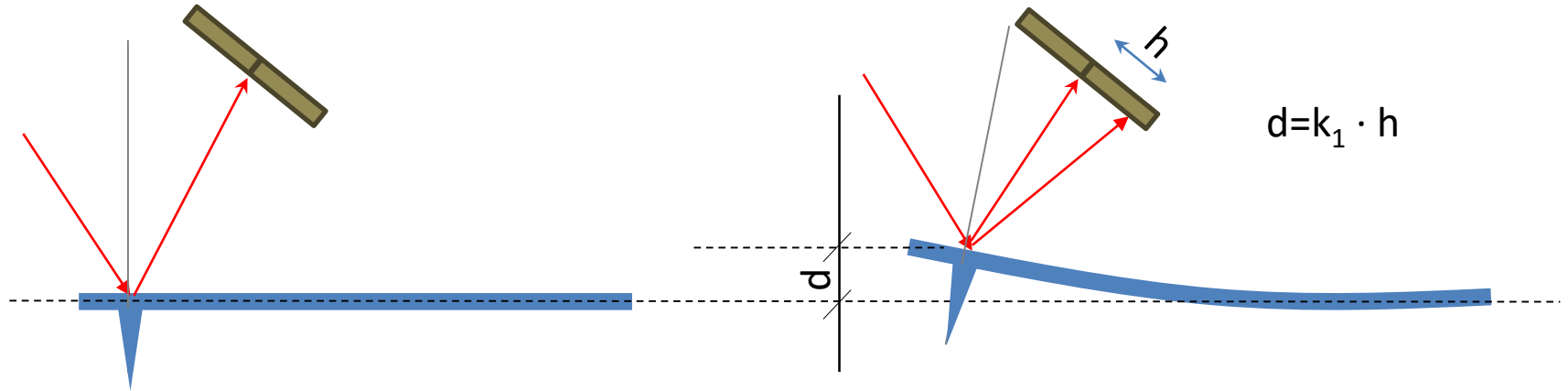
guanin-citozin: 20 pN

Az AFM tű és a felület között  
**0-10 nN** erőt használunk a  
felvételek elkészítése közben.

## A cantilever deformációjának detektálása



A **pozicionáló** egyszerre mozgatja a detektort, fényforrást és a cantilever-t



## AFM Cantilever

Shape	Beam
Force Constant ( $k$ )	<b>0.2 N/m</b> (0.07 - 0.4 N/m)
Resonance Frequency	13 kHz (9 - 17 kHz)
Length	<b>450 <math>\mu\text{m}</math></b> (440 - 460 $\mu\text{m}$ )
Width	50 $\mu\text{m}$ (45 - 55 $\mu\text{m}$ )
Thickness	2 $\mu\text{m}$ (1 - 3 $\mu\text{m}$ )

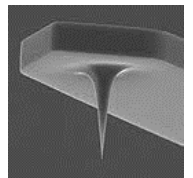
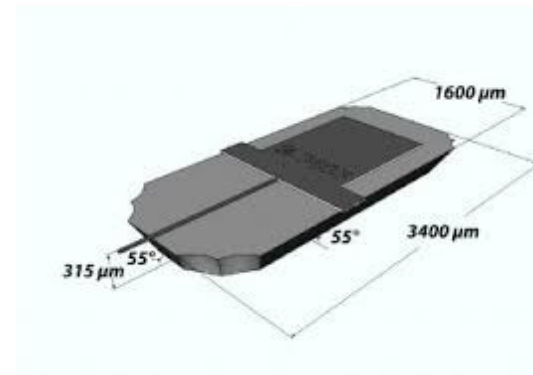
## AFM Tip

Shape	Height	Setback	Radius
Rotated	<b>17 <math>\mu\text{m}</math></b> (15 - 19 $\mu\text{m}$ )*	15 $\mu\text{m}$ (10 - 20 $\mu\text{m}$ )*	<b>&lt; 10 nm</b>

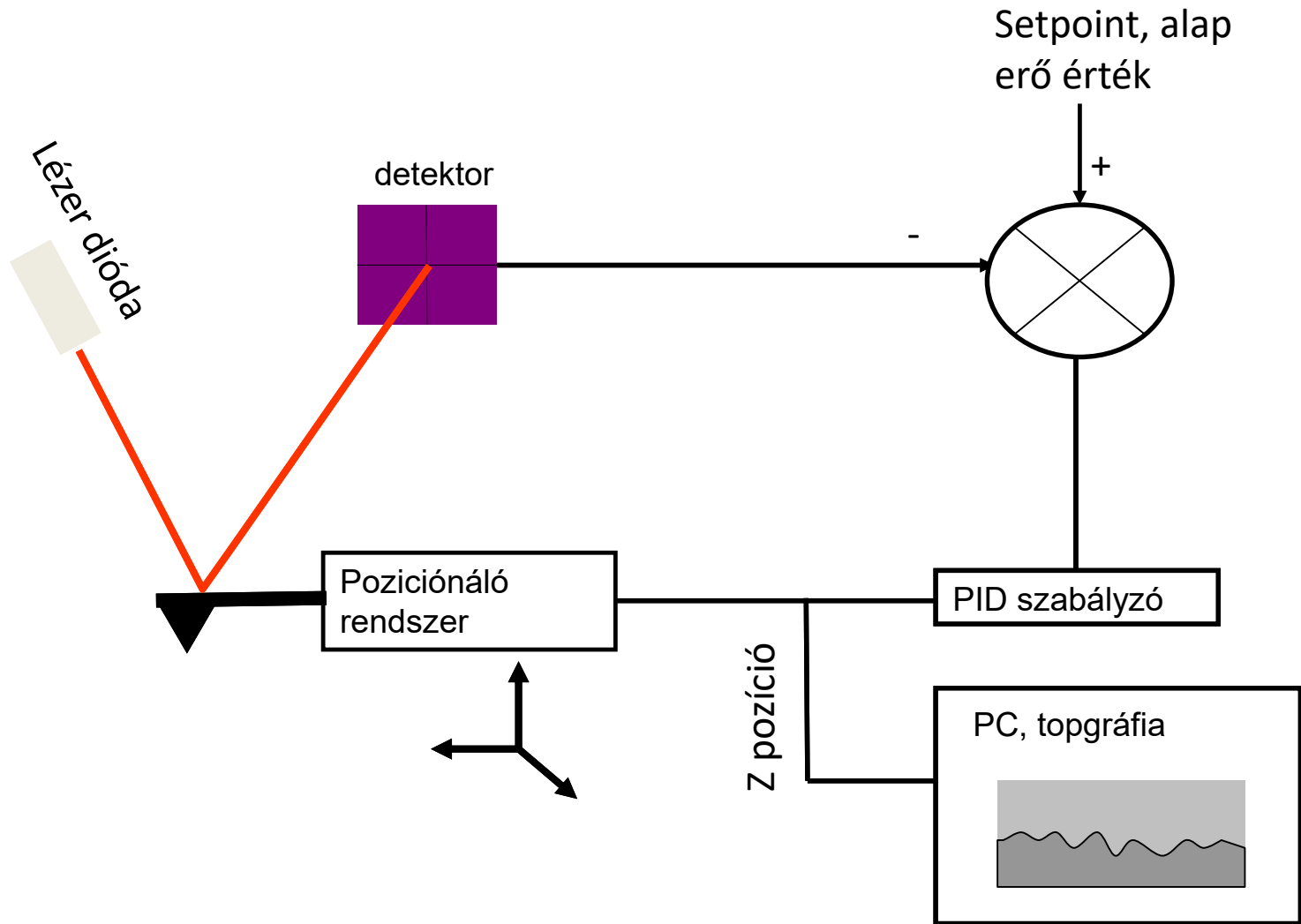
$$F = k \cdot d$$

$$d = F / k = 10 \text{ nN} / 0,2 \text{ N/m} = 20 \text{ nm}$$

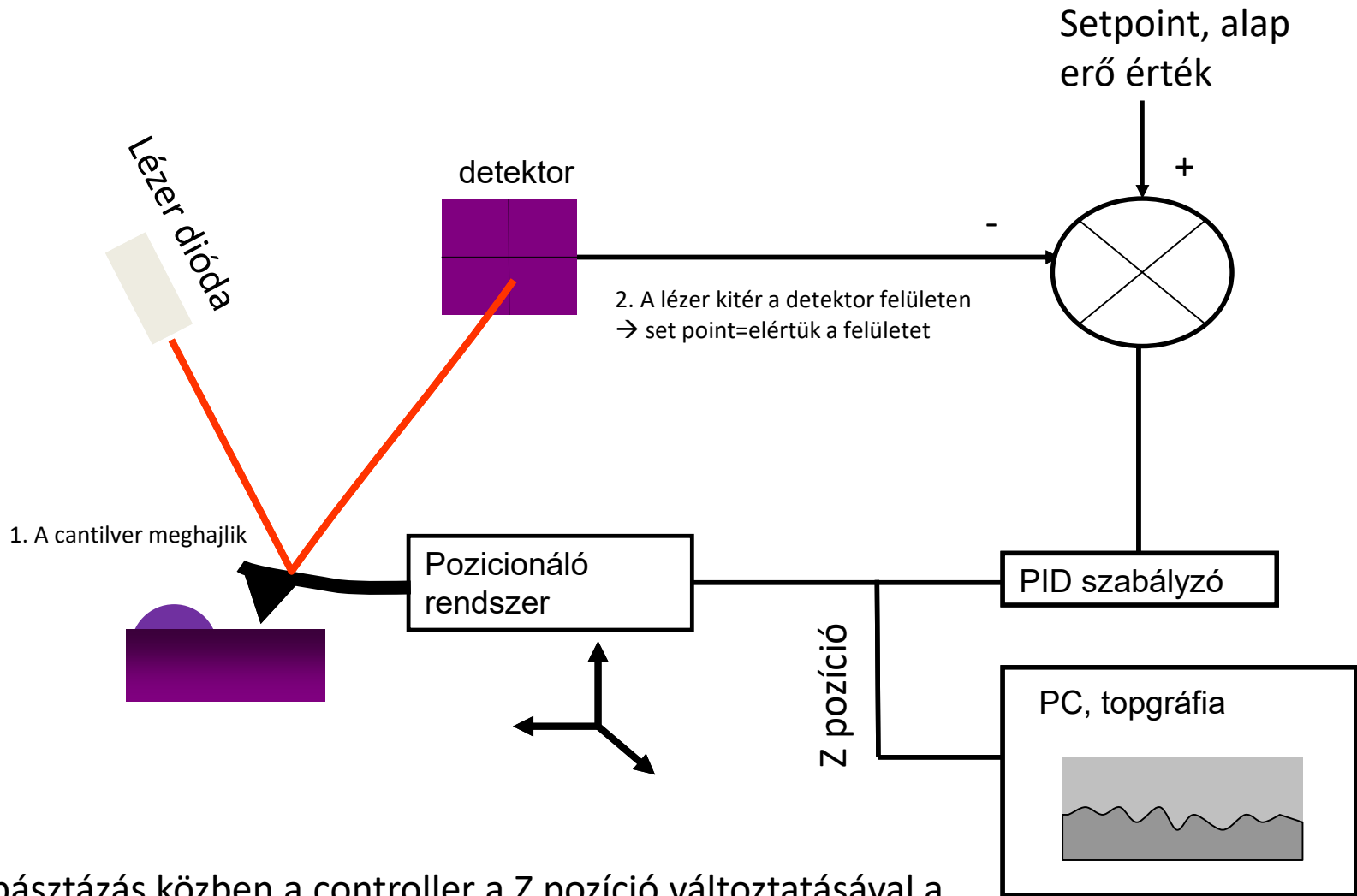
$d \ll h$  → mérhető tartomány



# Az AFM szabályzási köre



Levegőben,  $F = 0$

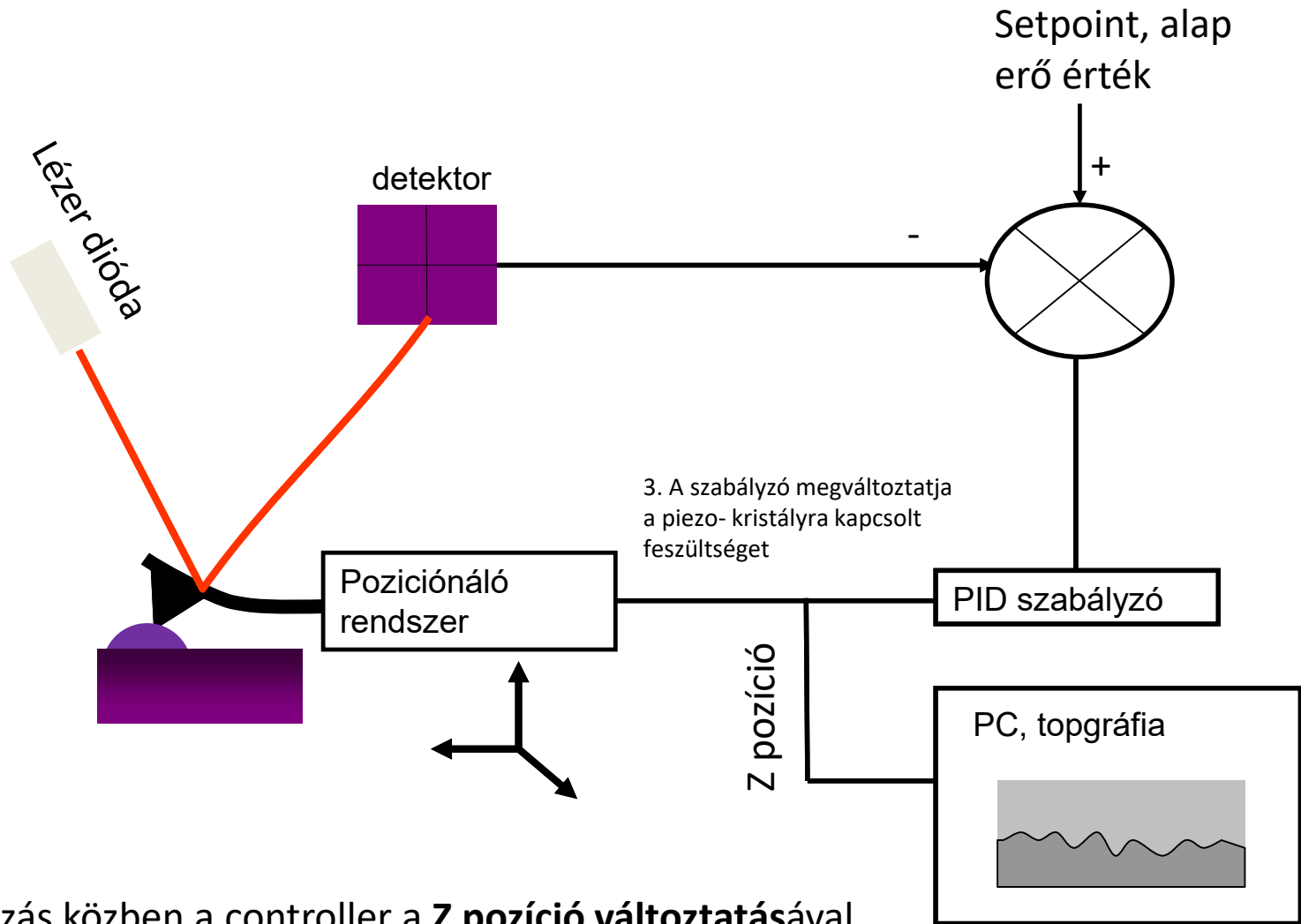


A pásztázás közben a controller a Z pozíció változtatásával a felülettől állandó távolságra tarja a csúcsot. **Az erő értéke állandó** a kép készítése közben.

Felszínen, F = alap erő értékkel

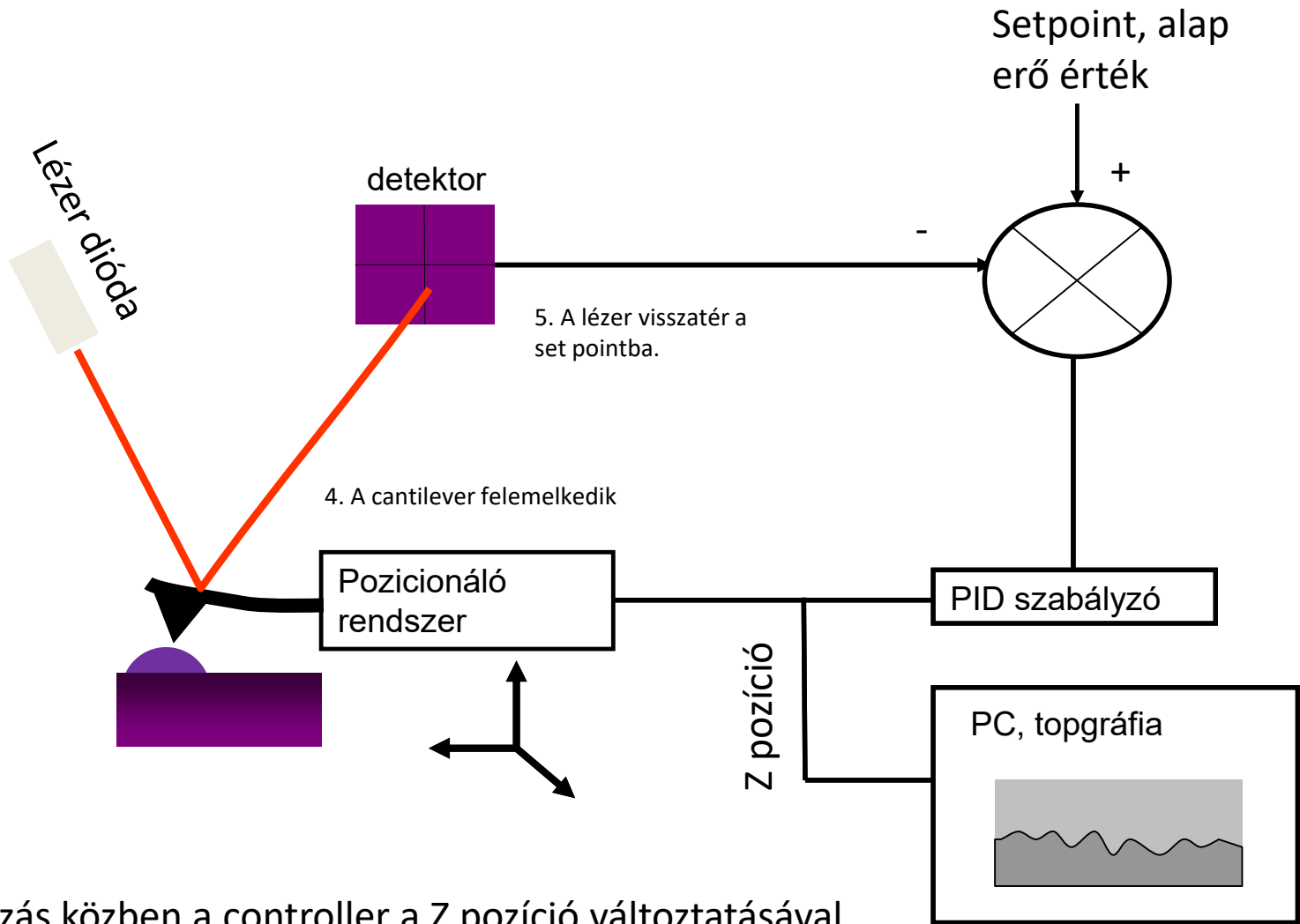


# Az AFM szabályzási köre



A pásztázás közben a controller a **Z pozíció változtatásával** a felülettől állandó távolságra tarja a csúcsot. Az erő értéke állandó a kép készítése közben.

F > alap erő értéknél, beavatkozás szükséges



A pásztázás közben a controller a Z pozíció változtatásával a felülettől állandó távolságra tarja a csúcsot. Az **erő értéke állandó** a kép készítése közben.

Beavatkozás után (csúcs megemelve), F = setpoint

# A mértjelre rakodó zaj forrásai

A felbontást, képminőséget meghatározó harmadik tényező a zaj.

A mérést terhelő zaj forrásai:

- Mechanikus rezgés
- Légmozgás és akusztikus zaj
- Az elektronikus áramkörök zaja
- A fotódetektor és a lézerdióda zaja
- Elektromágneses zaj
- A cantilever termikus rezgése

Zaj csökkentése:

- Rezgésmentes asztal
- Zárt, hangszigetelt munka tér
- Faraday kalitka, termosztált tér



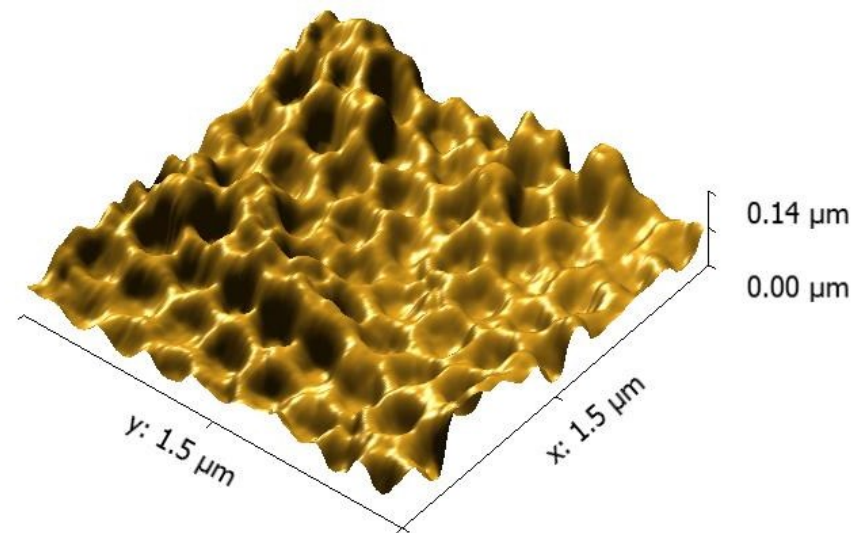
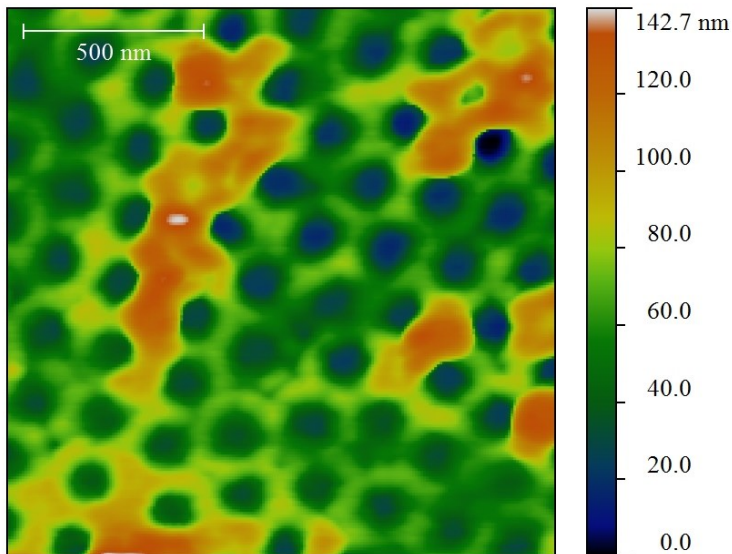
Mi a cél?

Milyen mértékben éri meg fáradozni vele?



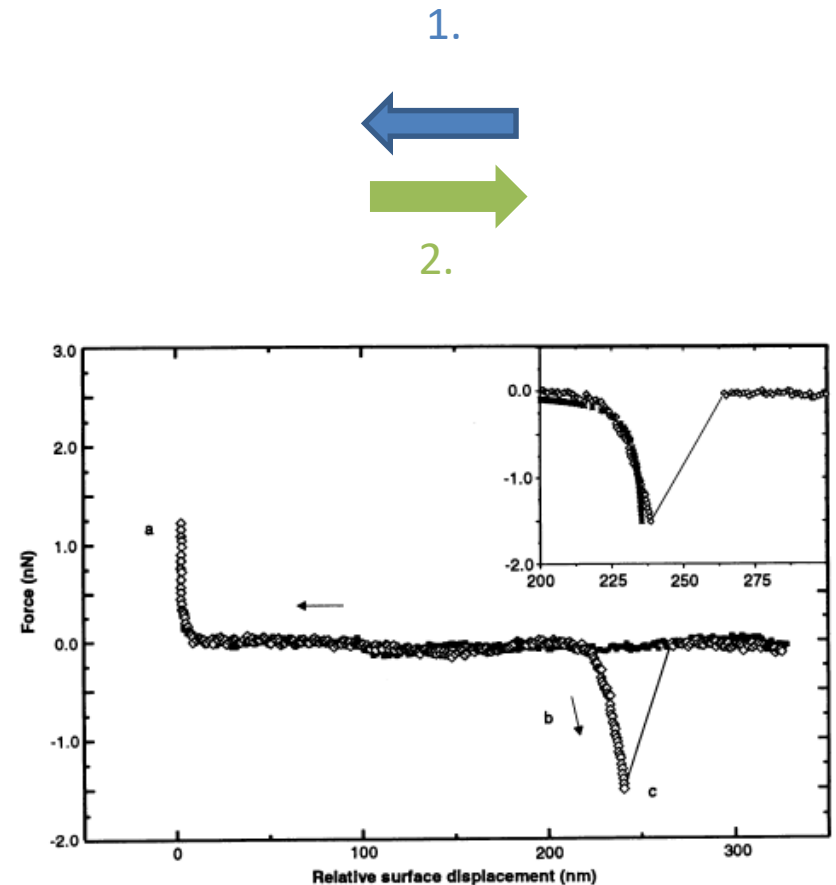
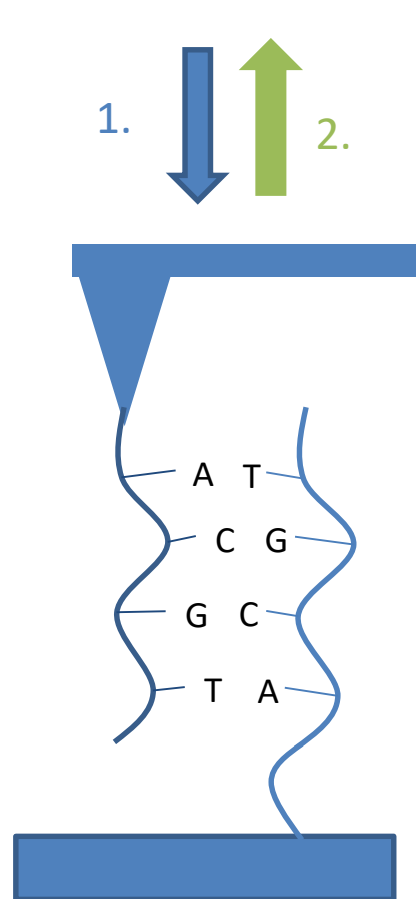
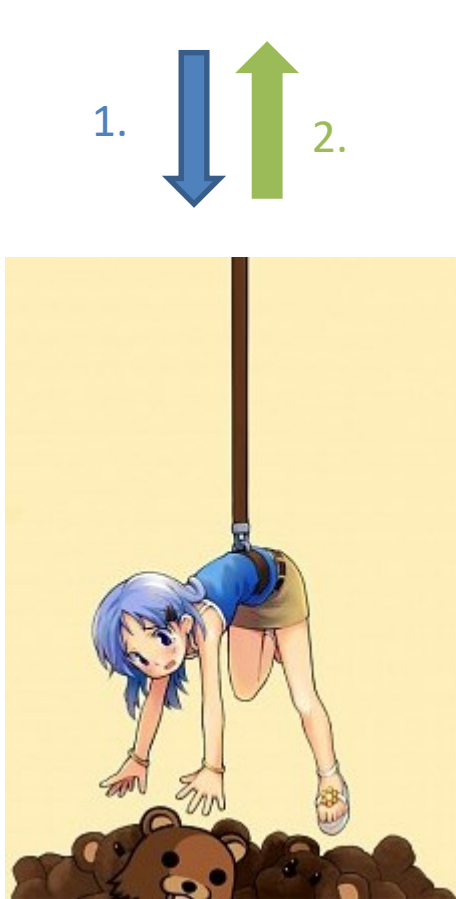
# AFM kép, a felület topográfiája

Az X, Y sík pásztázása közben a felület és a tűszonda közötti erő állandó értéken tartásához szükséges a Z irányú elmozdulást ábrázoljuk az X, Y pozíciók függvényében.



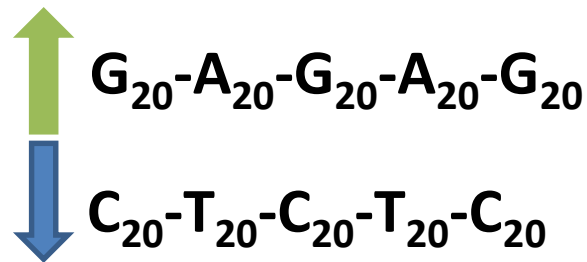
# A topográfián túl – egyéb lehetőségek

Molekulák közötti kötések erejének közvetlen mérése



Direct Measurement of the Forces Between Complementary Strands Of DNA, Science, Vol 266, 1994

# Komplementer DNS szálak szétválasztása.



Adenin - Timin 2 hidrogénkötés  
Citozin - Guanin 3 hidrogénkötés

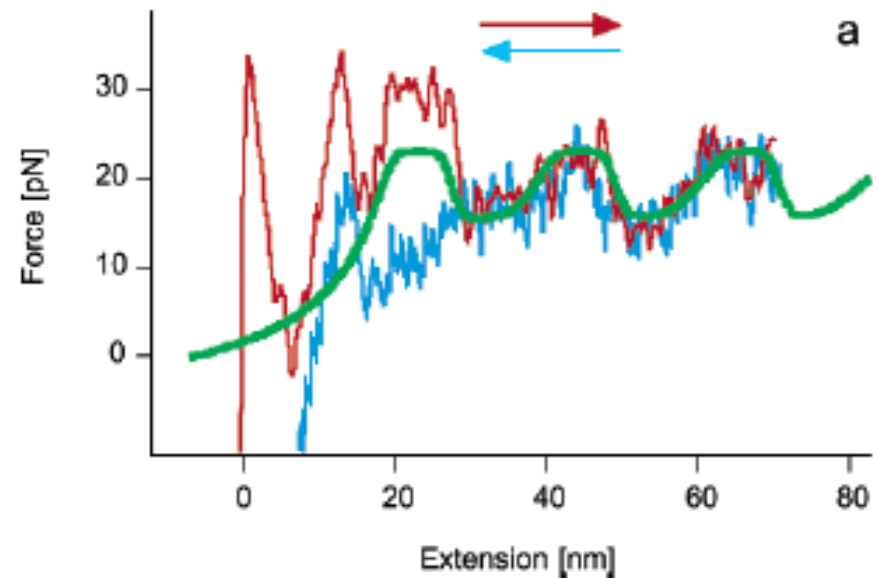
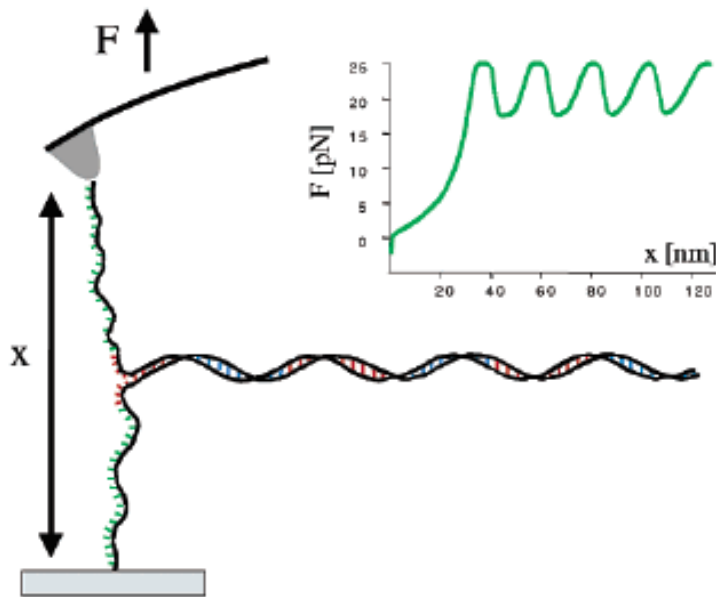
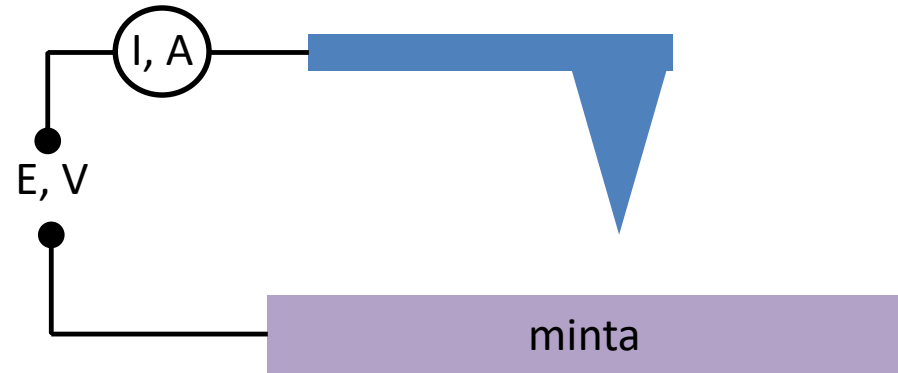
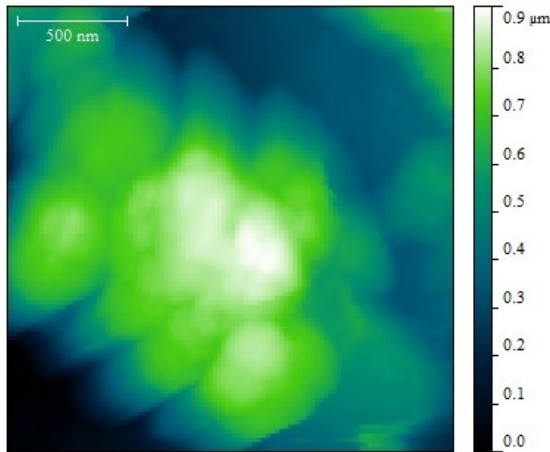


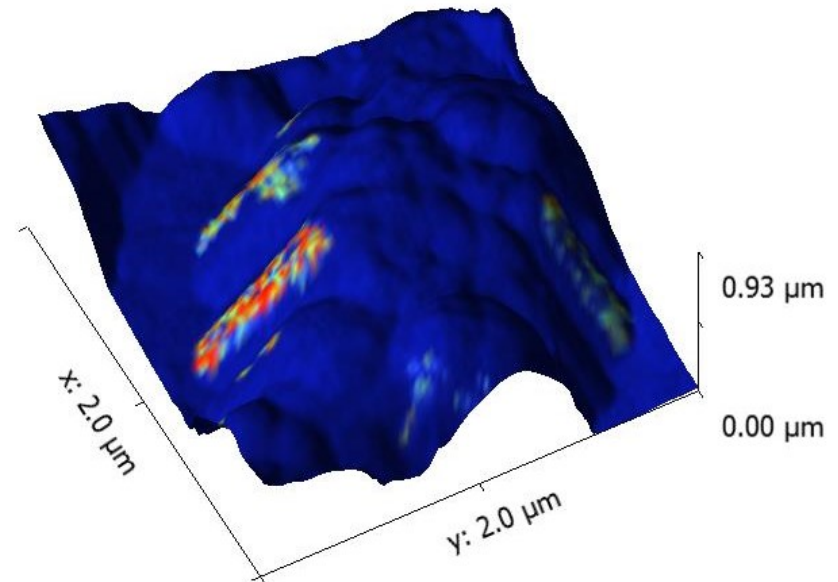
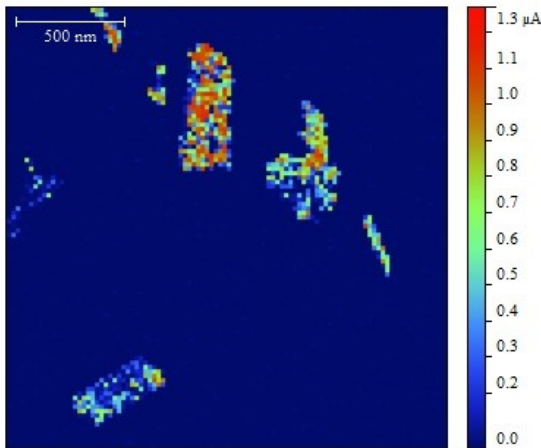
Figure 1. Complementary DNA oligonucleotides are chemically attached to an AFM tip and a glass surface. As the tip is brought in contact with the surface a double strand forms, which can subsequently be unfolded upon retraction of the tip.

# Vezetőképesség mérő AFM, Conductive AFM

Domborzat



Áram térkép



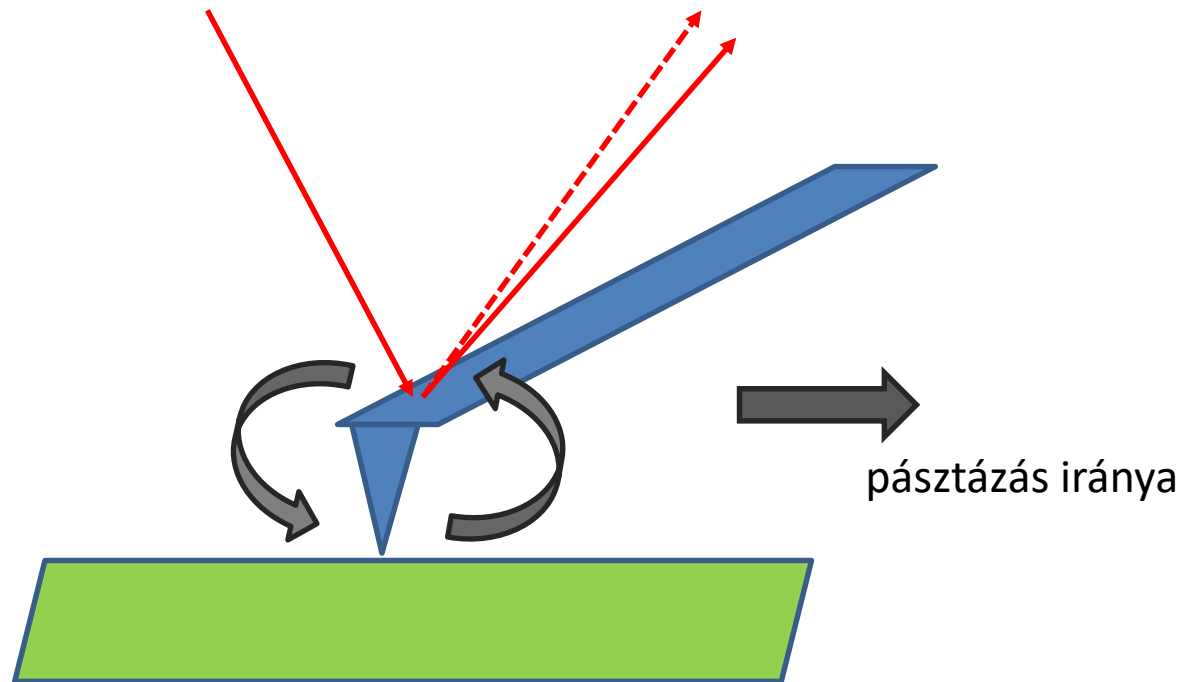
A felület lokális vezetőképességét méri a domborzattal meghatározása közben. A kontakt üzemmódú pásztázás közben állandó feszültséget kapcsol a tű és a céltárgy közé és a hely függvényében rögzíti az áramot.



# Súrlódási erő, Lateral Force Microscopy

A felület és a tűszonda között súrlódási tényező változását térképezzük fel a hely függvényében.

Az anyagi minőségtől is függ!



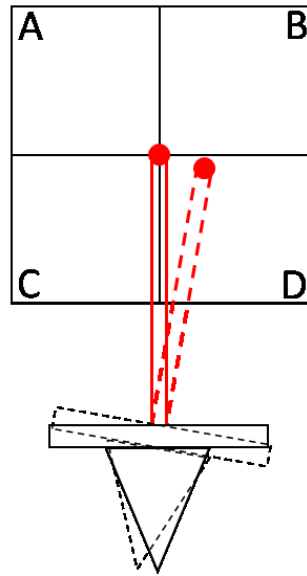
A cantilever elcsavarodik a súrlódási erő következtében, amit a helyérzékeny detektor megkülönböztet a Z irányú elmozdulástól (a cantilever elhajlik).

# Súrlódási erő, Lateral Force Microscopy

A cantilever elcsavarodik a súrlódási erő következtében, amit a helyérzékes detektor megkülönböztet a Z irányú elmozdulástól.

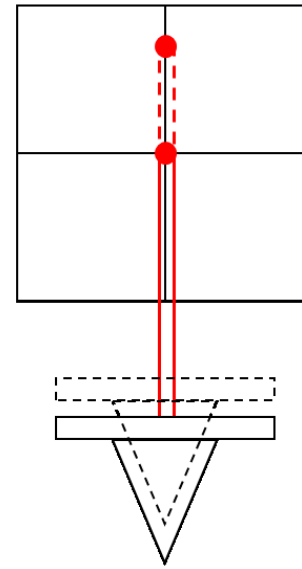
Csavarodás

Súrlódási erő

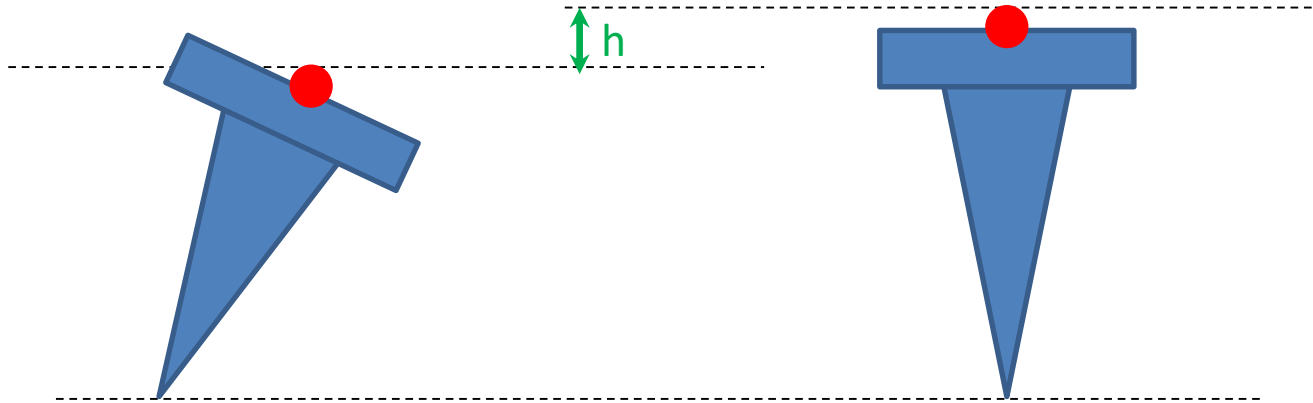


Z irányú kitérés

Domborzat



A csúcs megdőlése a képen virtuális mélyedés megjelenésével jár.



felület



A lézer vissza-  
verődésének helye



Nagy súrlódási  
tényező

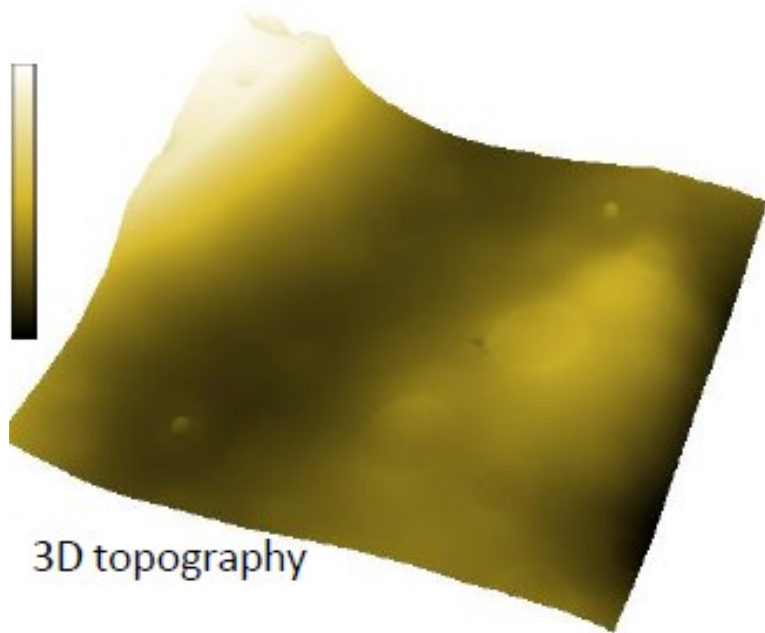
AFM-mel a felület  
mentén mért profil



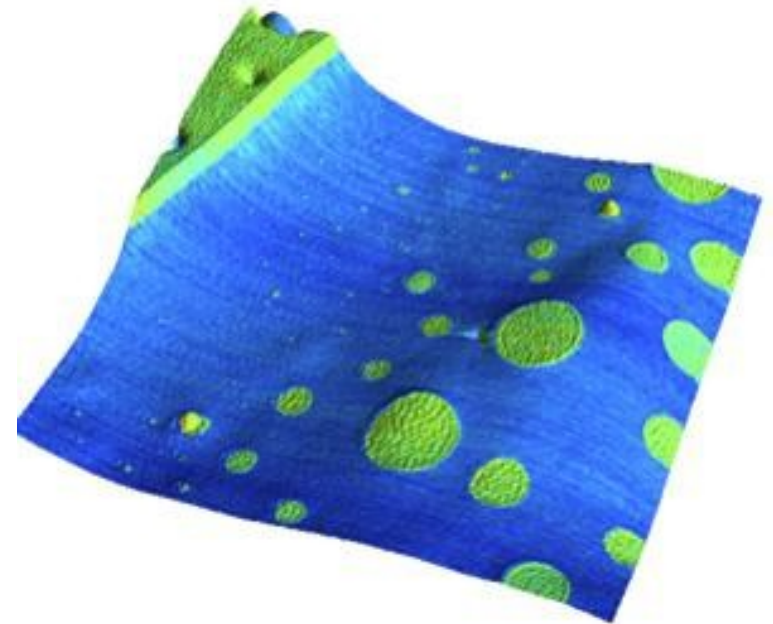
Alacsony súrlódási  
tényező

Súrlódási erő mikroszkópiás kép polisztirén polibutadién blokk-kopolimerről.

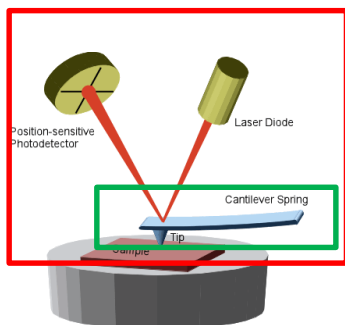
A domborzat 3D ábrázolása



3D domborzat és a színekkel jelölt az eltérő súrlódási tényezőjú területek.

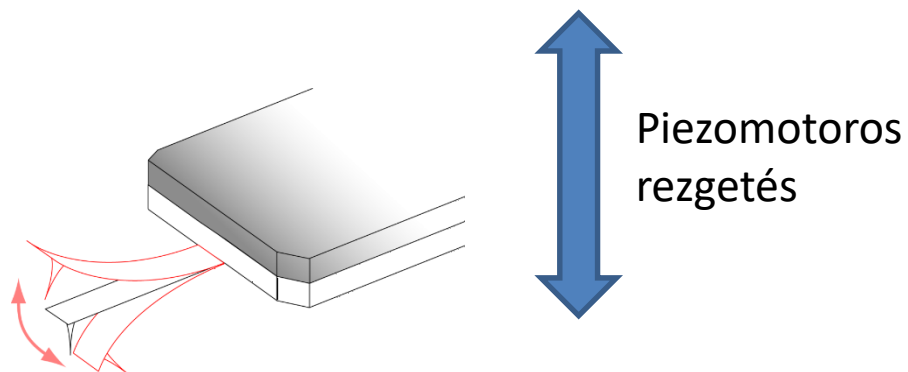


# Dinamikus vagy Tapping mode

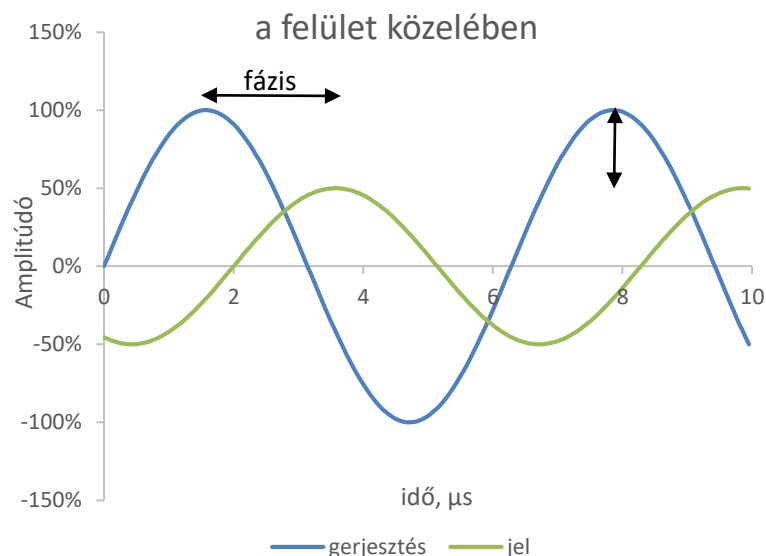
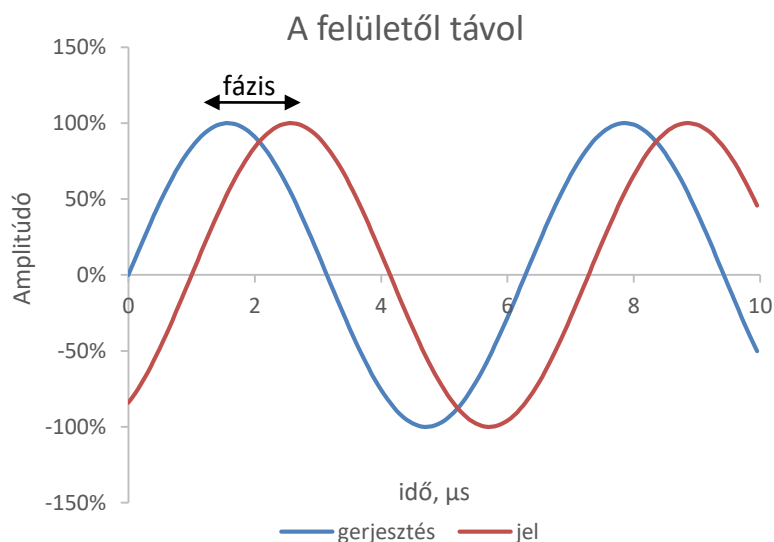


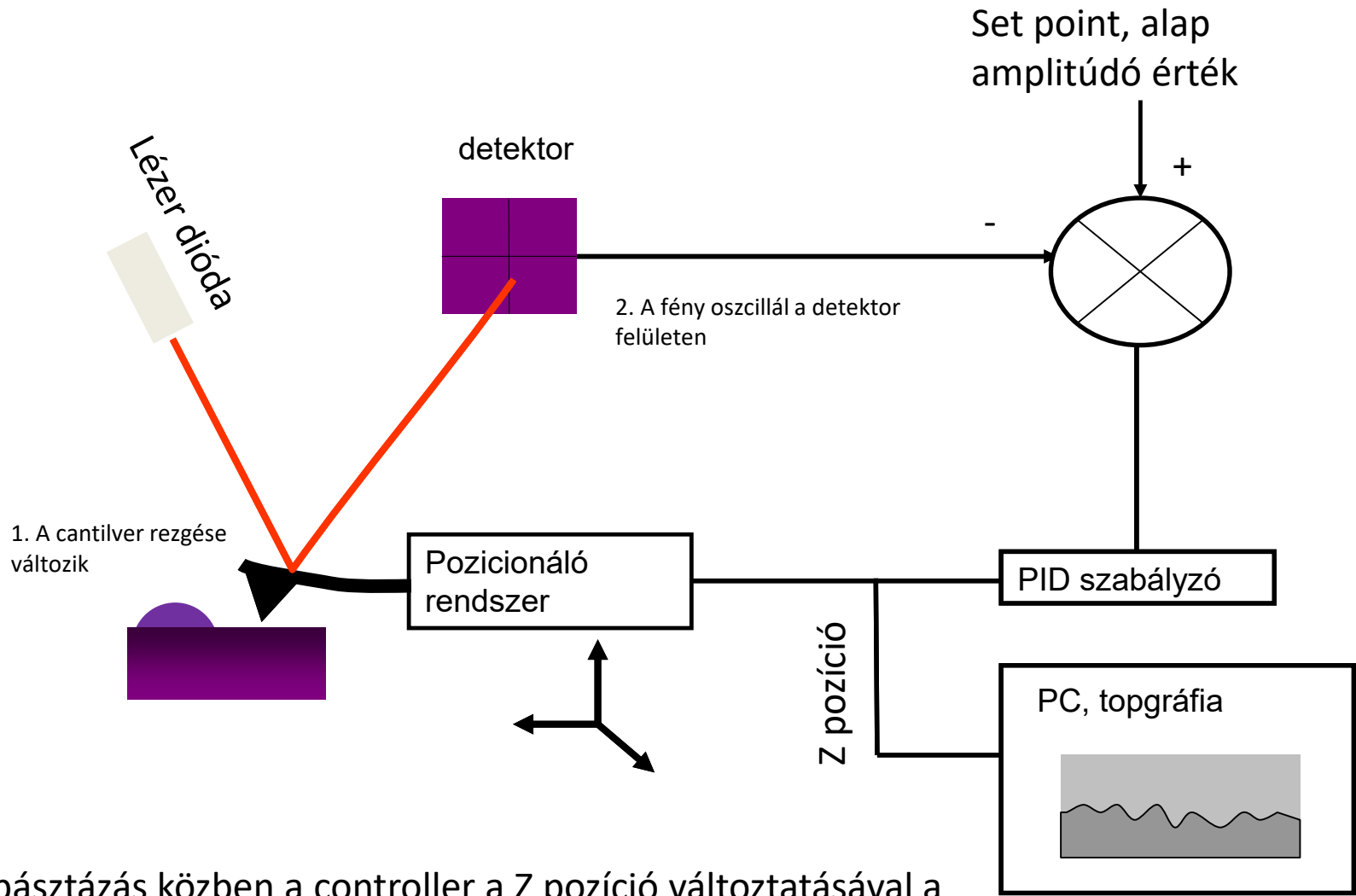
Pozicionálás  
3 piezó., x,y,z

Rezgetés  
(4. piezó.)



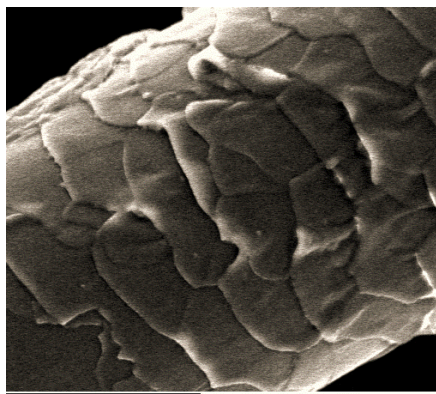
Piezomotoros  
rezgetés



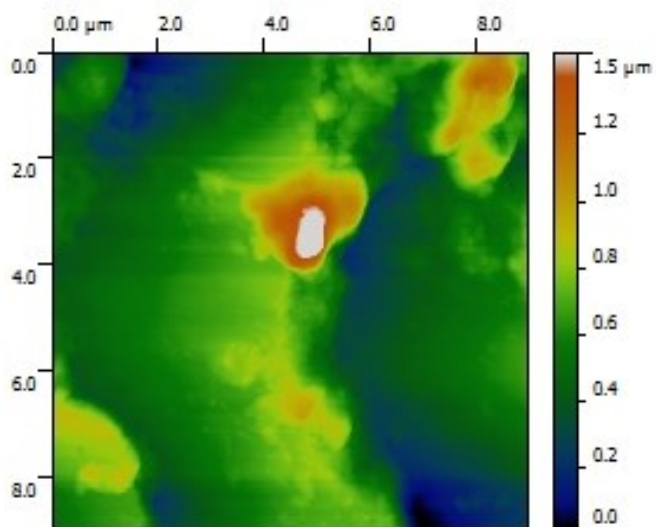


A pásztázás közben a controller a Z pozíció változtatásával a felülettől állandó távolságra tarja a csúcsot. Az **amplitúdó értéke állandó** a kép készítése közben.

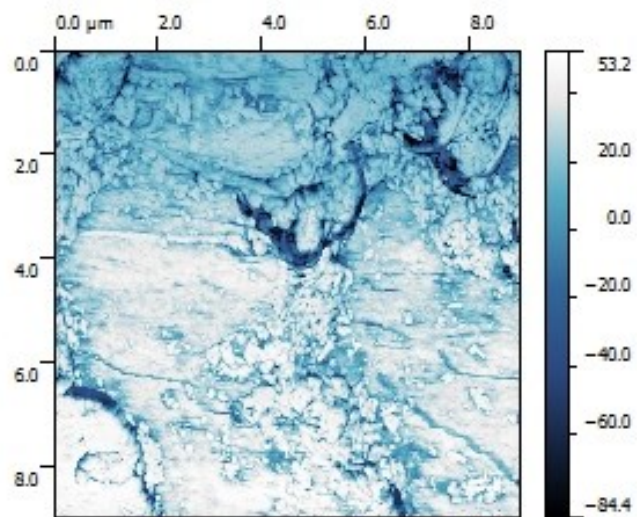
A felszínen, amplitúdó = setpoint



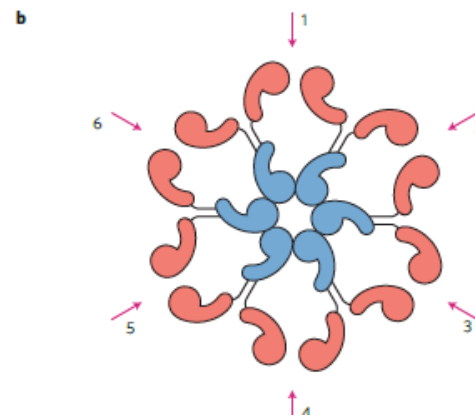
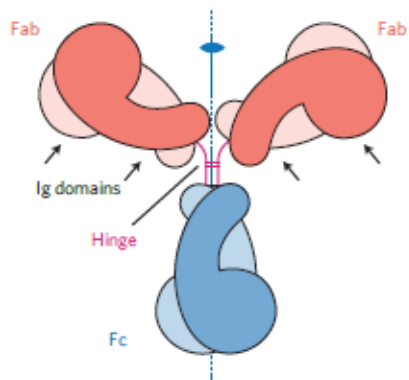
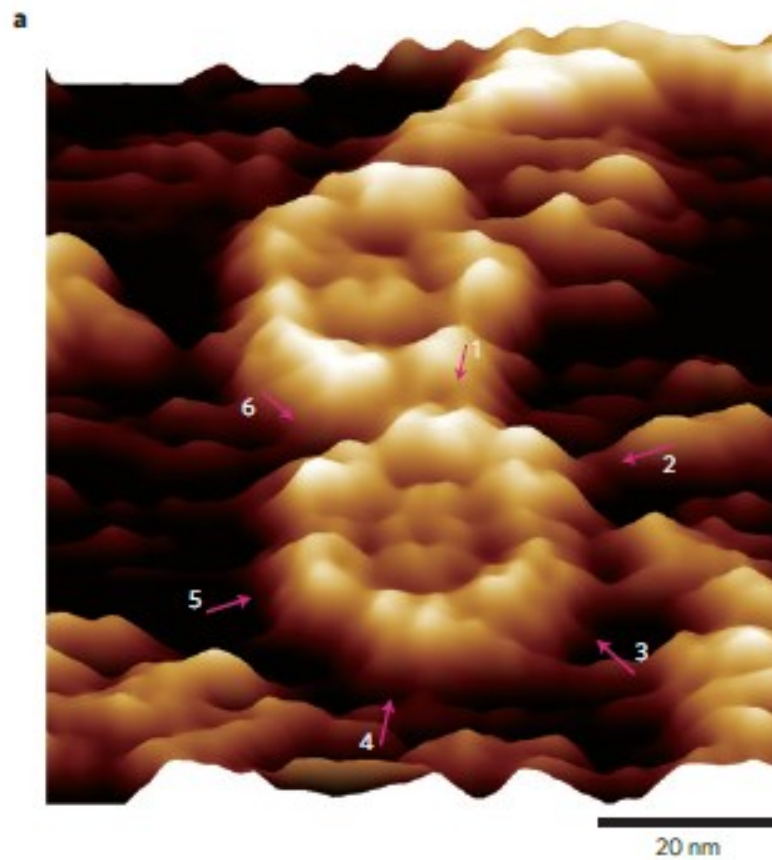
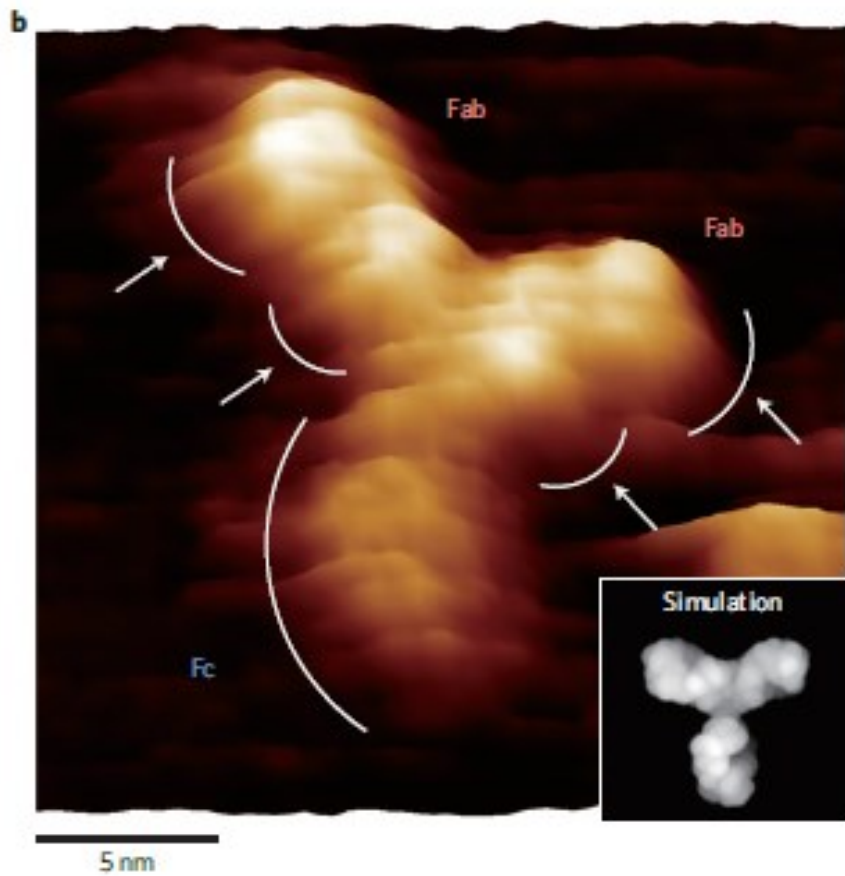
Pásztázó elektron  
mikroszkóp felvétel



AFM, topográfia



AFM, fázis térkép





# Az AFM mérés típusa

## Dinamikus (Tapping mode)

A mérőcsúcs oszcilláló mozgást végez a felületre merőleges irányban

A kontroller állandó amplitúdót tart pásztázás alatt.

- Fázis térkép
- Peak force módszer

## Kontakt (Contact mode)

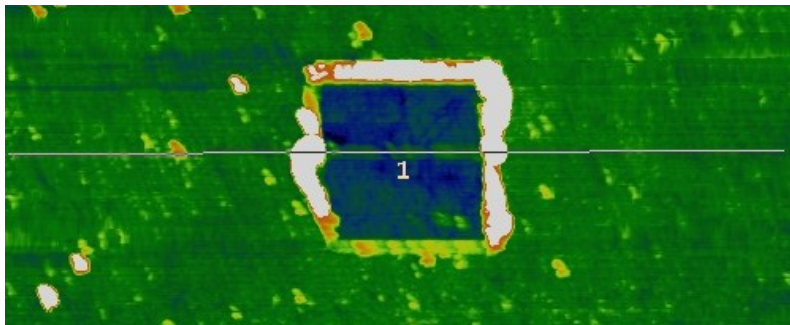
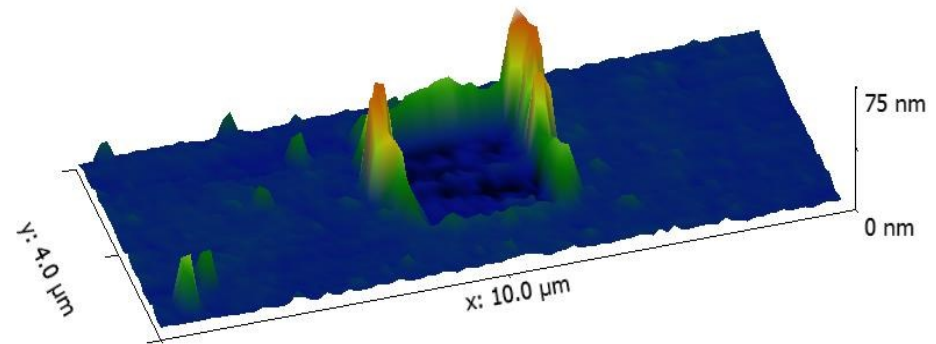
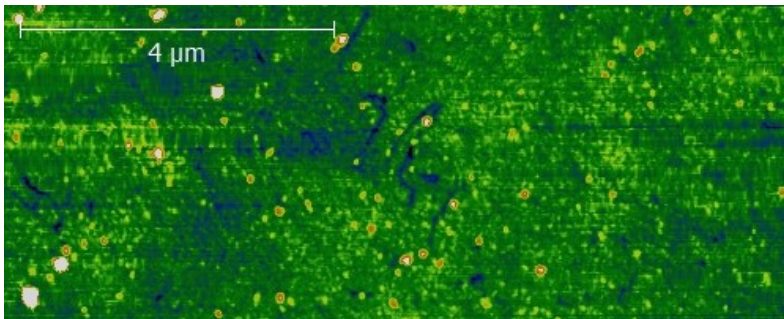
A mérőcsúcs a felülettel folyamatosan érintkezve mozog.

A kontroller állandó erőt (elhajlást) tart a pásztázás alatt.

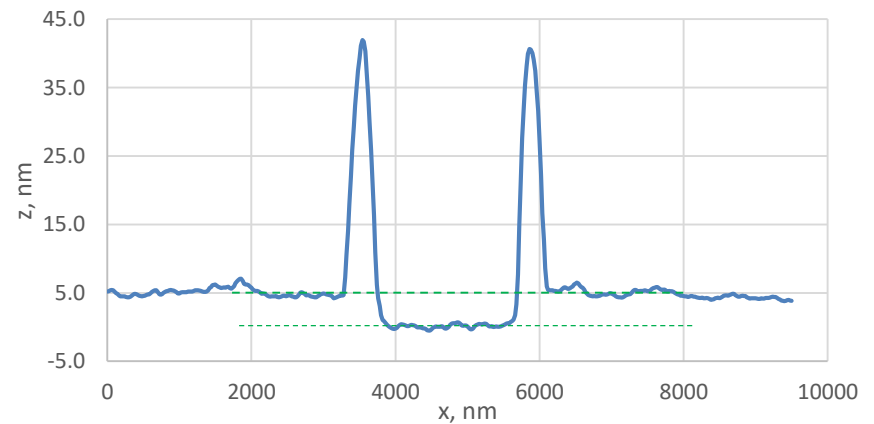
- Állandó erő (constan force)
- Súrlódási erő (Frictional force)
- Vezetőképesség mérés (cAFM)
- Mágneseserő mikroszkópia (MFM)
- Kapacitív mikroszkópia (SCM)

# Nanolitográfia avagy a felület módosítása

$\mu\text{N}$  nagyságrendű erők a tű és a felület között  
(mérésnél nN)



Keresztmetszet a fehérvonal mentén



Nagy konstans erőt használva „lekaparjuk” a felületet borító réteget, az így képződött gödör mélysége azonos a rétegvastagsággal.

# Hasznos linkek

Nanosurf:

<https://www.nanosurf.com/en/how-afm-works>

[https://www.youtube.com/channel/UCbNUVUGjE4mE\\_oJKJmVR8tQ](https://www.youtube.com/channel/UCbNUVUGjE4mE_oJKJmVR8tQ)

Park System:

<https://www.parksystems.com/index.php/medias/nano-academy/how-afm-works>

<https://www.youtube.com/user/parknano/videos>

(rövid, egyperces videók)