

АНАЛИЗ НА НАНОСТРУКТУРИ ЧРЕЗ СКАНИРАЩА МИКРОСКОПИЯ

Анна Петрова

*Институт за космически изследвания и технологии – Българска академия на науките
e-mail: anippetrova@abv.bg*

Ключови думи: *Микроструктура, морфология, грапавост*

Резюме: *Текущите изображения предоставят допълнителна информация за свойствата на повърхността. Техниките за изследване при сканираща сондова микроскопия (SPM) са безразрушителни и осигуряват измерване на механичните свойства на изследваните образци. Микроскопът позволява измерване на грапавостта на повърхността. Трудно е да се сканира, когато има пори, големи образвания и драскотини върху повърхността на пробата.*

Морфологията на повърхността се наблюдава с микроскоп NanoScan.

SURFACE MORPHOLOGY ANALYSIS OF NANOSTRUCTURES BY SCANNING PROBE MICROSCOPY

Anna Petrova

*Space Research and Technology Institute – Bulgarian Academy of Sciences
e-mail: anippetrova@abv.bg*

Keywords: *Microstructure, morphology, roughness*

Abstract: *Current images are also provide the additional information on properties of the surface. SPM techniques (scanning probe microscopy) are non-destructive and provide post-measurements of mechanical properties of the sample. The microscope allows surface roughness measurements. It has difficult to scan when there are pores, big rough formation and scratches on sample's surface.*

The morphology of the surface is observed using NanoScan microscope.

1. Въведение

Сканиращата микроскопия възниква като самостоятелна област в материалознанието и физическото състояние на повърхностите. При нея се наблюдава взаимодействие между иглата на сканираща сонда и изследваната повърхност на образец.

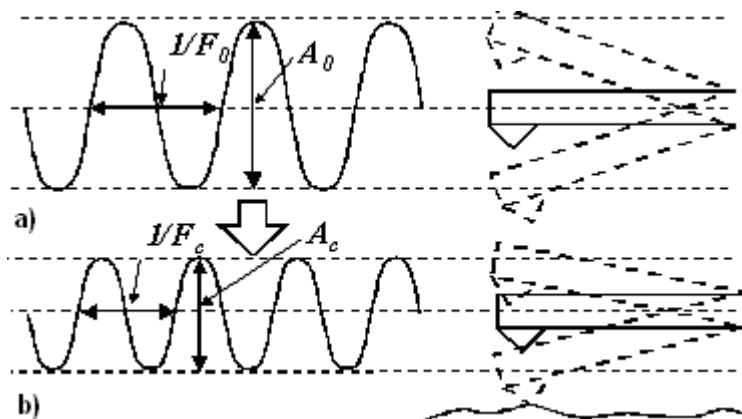
Развитие в тази област се наблюдава след 1981 г. с изобретяването на сканиращия тунелен микроскоп (STM) от Нобеловите лауреати (1986 г.) Gerd Binnig & Heinrich Rohrer (IBM, Zürich). При експеримента се използва регулиране на разстоянието между пробата и сондата с обратна връзка (feedback control) [1].

Сканиращият тунелен микроскоп използва квантово-механичен ефект (тунелен преход на електрони). Когато върхът на тънка метална игла бъде доближен до метална или полупроводникова повърхност на близко разстояние, но без да я допира, електрони от повърхността на изследвания образец прескачат потенциалната бариера и преминават във връхчето на иглата. Това явление е съпроводено с протичане на т. нар. тунелен ток. При ниско напрежение тунелният ток е функция от локалната плътност на състоянията или вариациите в силата на тока, причинени от движението на иглата по повърхността. Графичният запис на тази зависимост дава възможност за получаване на изображение. Ако изследваният образец не е проводящ материал се използва атомно-силов микроскоп (AFM). Разглежда се взаимодействието (Ван дер Валсови сили) между атомите на това острие и атомите от повърхността. Различните изследвания определят големия брой изследователски методики, като непрекъснато се наблюдава представяне на нови техники от различни автори.

Сканиращите микроскопи могат едновременно да илюстрират няколко взаимодействия. Начинът на използване на тези взаимодействия определя режима на работа за получаване на изображението. Разделителната способност варира при използваната техника. Това се дължи на трептенията на сондата и електронно командване, определящи т. нар. "пиезоелектрични техники". Данните се получават като двуизмерна мрежа от точки, визуализирани в подбран цвят като компютърно изображение [2].

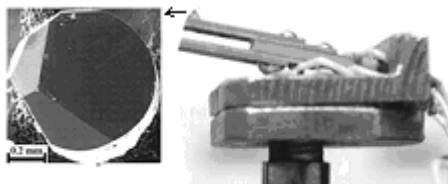
В зависимост от типа на сканиращия микроскоп се анализират различни характеристики на контакта. Чувствителността на сондата се определя от конструкцията. При контакт на иглата с повърхността се наблюдава промяна в параметрите на конзолата (амплитуда и честота) под действие на силите на взаимодействие. По този начин се описва релефа на повърхността (Z-координатата в точката на контакта).

Настоящите изследвания са направени със сканиращ електронен микроскоп *NanoScan* (ТИСНУМ, Русия) в секция "Космическо материалознание", ИКИТ – БАН. Микроскопът *NanoScan* е уникална апаратура за изследване на свойствата на материали, тънки слоеве и покрития. Работи в контактен режим с пробата, на въздух, при нормални условия. Натрупването на информация става чрез изменение на електричния сигнал в сондата [3]. Това позволява да се избегне проблема с блестящата повърхност (интерференция) при изследването. Използват се две величини: разликата в амплитудите на свободните колебания на конзолата A_0 и амплитудата при контакт с повърхността A_c и разликата в честотите при свободни колебания F_0 и честотата при контакт F_c (Фиг.1).



Фиг. 1 . Колебания на сондата:
а) Свободни (F_0 ; A_0); б) При контакт с повърхност (F_c ; A_c)

За позициониране в *NanoScan* се използва оптична камера и режим на предварително сканиране на повърхността преди всяко измерване. Избирателно честотата F или амплитудата на трептенията A се запазват постоянни по време на сканирането. При постоянна честота F свободният параметър е амплитудата A и обратно. Използва се динамичен режим (Tapping mode), при който острието трепти с определена честота и обхожда повърхността на образеца [4]. Теорията включва резонансните свойства на акустични вълни на огъване, разпространяващи се в тънки пластинки с крайни размери.



Фиг. 2. Пиезорезонансна сонда с диамантена пирамида

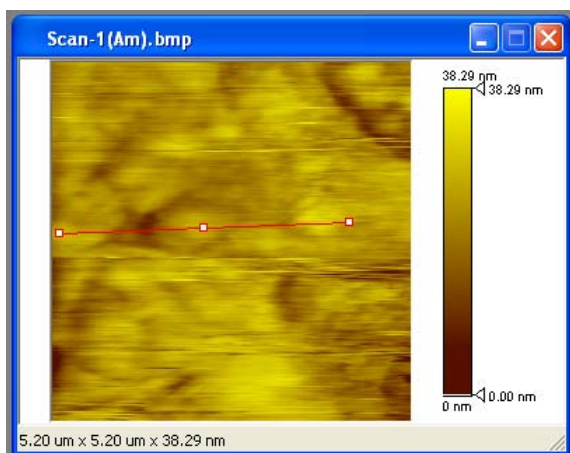
Този режим на работа е широко разпространен при този вид микроскопи. За първи път е описан, обоснован и въведен от Y. Martin et al. [5].

Главната отличителна черта на микроскопа е пиезорезонансна сонда с камертонна конструкция (Фиг. 2). Острието представлява правилна триъгълна диамантена пирамида тип Беркович с ъгъл 136° . Диамантената пирамида е от синтетичен диамант, произведен от ФГБНУ ТИСНУМ, Русия.

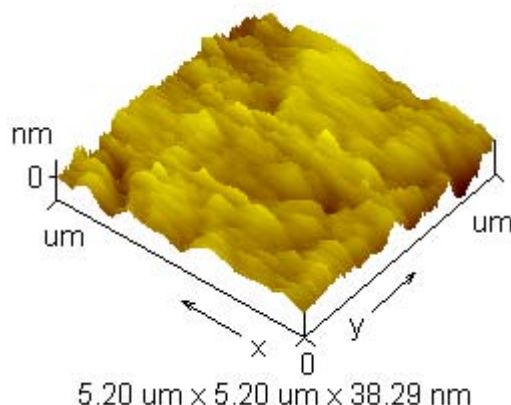
2. Експериментални измервания и резултати

Изследването обхваща проби от тънки Si слоеве и върху стъклена подложка с потенциални приложения в съвременните технологии (соларни клетки, плоски дисплеи). Получени са по метода AIC (Aluminium Induced Crystallisation) [6,7].

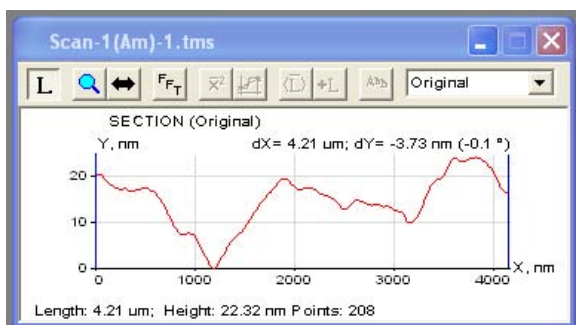
Програмата за управление *NanoScan control* позволява да се извърши обработката на данните от файловете, чрез визуализация, пресмятане и представяне на статистически параметри. Обработката на топографското изображение дава информация за структурата и механичните свойства на пробите. По време на процеса на сканиране, заедно с профила на повърхността, се записват промените на свободния параметър на сондата (в случая това е амплитудата).



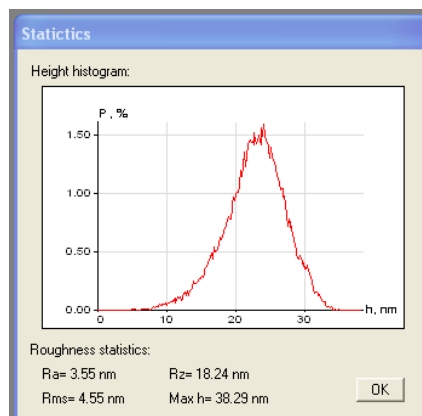
a)



b)



c)



d)

Фиг. 3. Характеристики на основата, образец 1: а) Повърхност, 2D изображение; б) 3D изображение; в) Сечение; д) Статистически параметри

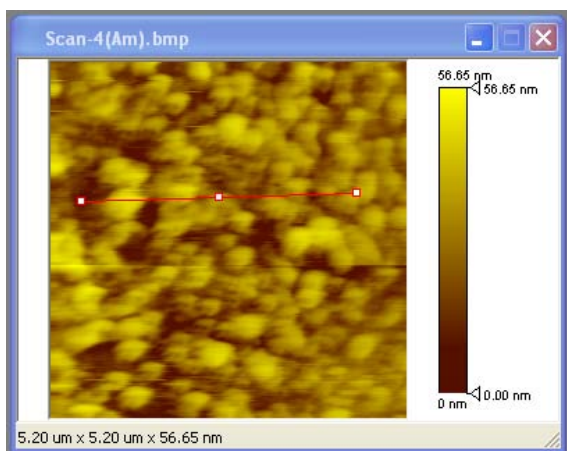
Образец 1 е стъклена подложка. Повърхността на основата е гладка. На 2D изображението, Фиг. 3. а), и 3D б) се виждат сравнително плитки драскотини. Сечението показва наличие на пори с размер 20 nm (Фиг. 3. в). На Фиг. 3. д) са дадени параметрите на разглежданата област. Средно аритметична грапавост на повърхнината R_a (average roughness) описва различни по форма, размери и посока бразди, вдлъбнатини и изпъкналости, които образуват релефа на дадена повърхнина. Математически представлява сбора, разделен на броя им. По-голяма стойност означава по-грапава повърхност.

В математиката, средно квадратична или ефективна стойност R_{ms} (root mean square roughness) е статистическа мярка за големината на променливата величина грапавост на повърхността. R_{ms} винаги е по-голяма по стойност от R_a , като е по-чувствителна към наличието на екстремни точки. Средна грапавост R_z е разликата между средната стойност от най-високи пикове и най-ниските участъци в профила на повърхността. Параметърът R_z е по-чувствителен към случайни пикове или дълбоки долини.

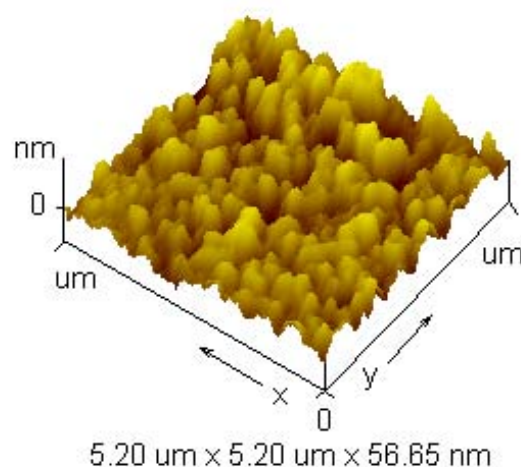
Характерна за изследвания образец е още величината максимална дълбочина на наноидентифиране Max h.

При Rms = 4,56 nm, средно аритметичната грапавост на повърхнината е Ra = 3,55 nm.

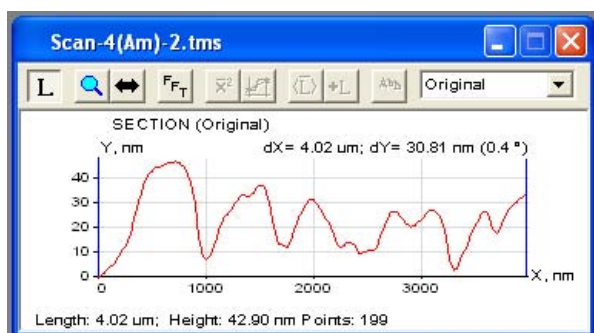
Образец 2 е основата със слоя, отложен по цитираната технология.



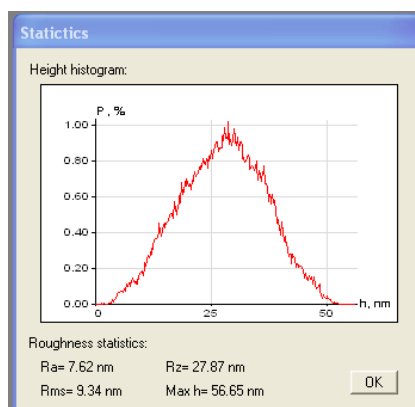
a)



b)



c)

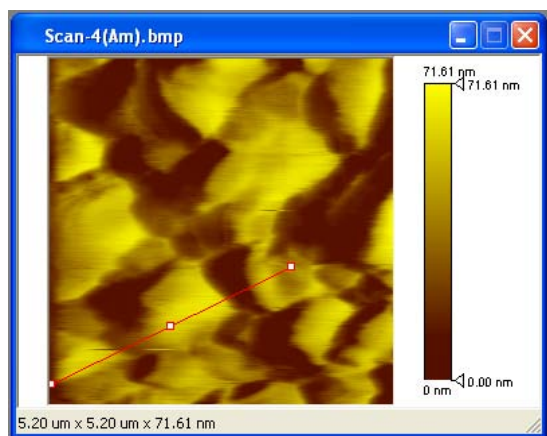


d)

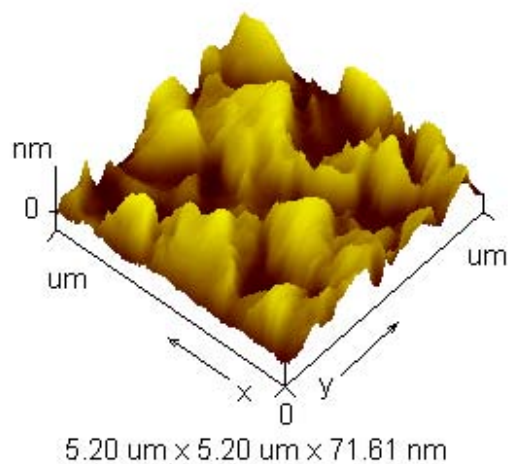
Фиг. 4. Характеристики на образец 2: а) Повърхност, 2D изображение; б) 3D изображение; в) Сечение; д) Статистически параметри

Повърхността на образец 2 е по-грапава, в сравнение с повърхността на основата, образец 1. Ясно се разграничават частиците от слоя. Наблюдават се отделни зърна с размери от няколко nm до няколко десетки nm на изображенията: Фиг. 4. а) 2D и Фиг. 4. б) 3D. Частиците са със сферична форма. Слойът не е плътен, има пори. Сечението показва дълбочина на порите 35 nm (Фиг. 4. в). На Фиг. 4. д) параметрите на разглежданата област са при Rms = 9,34 nm, средно аритметичната грапавост на повърхнината е Ra = 7,62 nm.

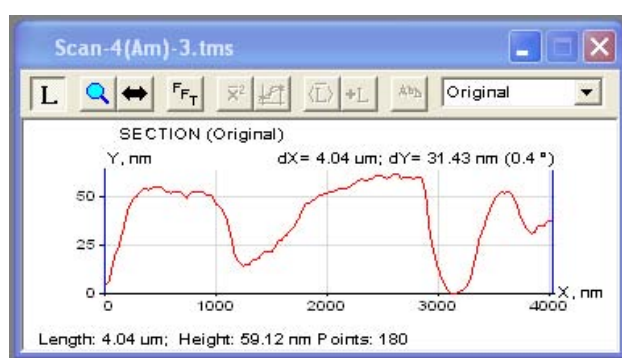
Образец 3 представлява SnTe епитаксиални слоеве [8,9]. Анализирани са структурни образувания от повърхността на образец 3. (Фиг. 5). На Фиг. 5 а) 2D и Фиг. 5. б) 3D се забелязват "пирамидални" структури с размери няколко десетки nm до няколко um. Сечението (Фиг. 5 в) обхваща 3 пирамиди с различна форма и големина.



a)



b)



c)

Фиг. 5. Характеристики на образец 3: а) Повърхност на образец, 2D изображение; б) 3D изображение; в) Сечение

Чувствителността на сондата и точността на сканиране определят получаването на изображения с максимална хоризонтална резолюция около 0,05 nm, а по вертикала - резолюция до 0,01 nm. Това е предимство при използването на сканиращата сондова микроскопия пред оптичните микроскопи. Съчетаването на двата метода допълва информацията за структурата и повърхностния слой, разпределението на фазите в изследваните материали.

3. Заключение

Топографията на изследваните образци от тънки слоеве показва наличието на различни по размер частици и структурни образувания.

Може да се направи извод, че е необходима оптимизация на условията за отлагане на слоевете по посочените технологии. Промените в процеса на кристализация биха осигурили поплътни слоеве, увеличаване размера на зърната, без наличие на празнини между отделните частици. Това води до намаляване на грапавостта на слоевете и подобряване на свойствата.

Поради изключителните си химични и физични характеристики полупроводниковите силициеви материали са перспективни материали за реализирани на уреди, работещи при високи температури, високи нива на радиация, и големи мощности. Това включва нови приложения в промишлеността и космическата индустрия.

Благодарности

Авторът благодари на В. Григоров за предоставените образци 1 и 2, както и на доц. Н. Желева и проф. Д. Кушев от Физически факултет, СУ „Св. Кл. Охридски“, Лаборатория по физика и техника на полупроводниците, за предоставянето на образец 3.

Литература:

1. Oliver, W. C. and Pharr G. M., *Journal of Materials Research* 19, 2004, pp. 3-20
2. Дашковская, Е. Ю., А.И.Козельская, Е. Е. Швецов, Применение сканирующего нанотвердомера Наноскан для исследования тонких биосовместимых кальций-фосфатных покрытий, полученных ионно-плазменными методами, XV Международная научно-практическая конференция Современные техника и технологии, 2014, стр. 481-483
3. Волина, А. А., К. С. Кравчук, А. А. Русаков, А. С. Усеинов, Применение алмазных наконечников с малым углом заострения для исследования механических свойств и рельефа поверхности, *Химия и химическая технология*, том 57, № 12, 2014, стр. 100-102
4. Lvova, N., Perfilov S., Useinov A. Study of nanostructured composites using the sclerometry method, *Key engineering materials – 2014 – v.627 – C.233-236*
5. Martin, Y., C. C. Williams, , H. K. Wickramasinghe, Atomic force microscope – force mapping and profiling on sub 100-E scale, *J. App. Phys.*, Vol. 61, № 10, 1987, pp. 4723-4729
6. Dimova- Malinovska, D., V. Grigorov, M. Nikolaeva-Dimitrova, O. Angelov, N. Peev, Investigation of structural properties of poly-Si thin films obtained by aluminium induced crystallization in different atmospheres, *Thin Solid Films*, Volume 501, Issues 1–2, 2006, pp. 358-361
7. Dimova-Malinovska, D., O. Angelov, M. Sendova-Vassileva, M. Kamenova, J. C.Pivin, *Thin Solid Films*, Polycrystalline silicon thin films on glass substrate, 451–452, 2004, pp. 303-307
8. Zheleva, N. N., St. T. Peshkalova, P. Y. Yordanov, D. B. Kushev, Low-dimensional lead chalcogenide semiconductor structures for optoelectronic applications, *Nanoscience & Nanotechnology* 3, Heron Press, 2003, pp. 210-212
9. Zheleva, N. N., Kushev, D. B., Peshkalova, St. B., Nevzat, T. N., Optical absorption edge of SnTe thin films, *AIP Conference Proceedings*, Vol. 899, 2007, pp. 6906-6912