

Szegedi Tudományegyetem

Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék

**Atomi Erő Mikroszkóp Dinamikus és Statikus
Üzem módjainak Vizsgálata**

Doktori (PhD) értekezés

Készítette:

Kokavecz János

Témavezetők:

Dr. Heszler Péter

Dr. Tóth Zsolt

Szeged

2004

Bevezető

Az atomi erő mikroszkópia meglehetősen fiatal tudomány. Közel két évtizedes története során mégis hatalmas változásokon ment keresztül. Az első atomi erő mikroszkóp megépítése még óriási technikai erőfeszítéseket igényelt 1986-ban, azonban a 90-es évek közepén már megjelentek az első kereskedelmi készülékek, melyek ma már a legtöbb szilárdtestfizikai, molekuláris biológiai és anyagtudományi laboratóriumban megtalálhatók.

A műszereladási statisztikák szerint 2002-ben az atomi erő mikroszkópok eladásából származó bevétel már meghaladta az évi 500 millió dollárt és ezen összeg 60 %-a profitorientált intézményektől származik. Ezek az adatok egyértelműen jelzik, hogy a műszer már nemcsak az alap kutatásban, hanem az alkalmazott kutatásban és az ipari minőségellenőrzésben is igen fontos szerepet tölt be.

Az alkalmazások egyre szélesebb köre új kihívások elé állítja a mikroszkóp fejlesztőit. Az új mikroszkóptól gyorsabb és megbízhatóbb működést várnak el. Annak érdekében, hogy ezeket az igényeket teljesíteni tudják szükséges a mikroszkóp működésének pontosabb megismerése.

Dolgozatom témájaként az atomi erő mikroszkópot választottam. Dolgozatomban választ keresek az atomi erő mikroszkóp amplitúdó modulált módú működése során megfigyelt műhibák eredetére. Ezt követően az amplitúdó modulált módban működő szonda dinamikai tulajdonságait vizsgálom felületi erők jelenlétében. Céлом azoknak a paramétereknek meghatározása, amelyek a szonda sebességét befolyásolják és azon paraméter együtteseknek az azonosítása melyek a szonda gyorsabb működését eredményezik. Az amplitúdó modulált szonda dinamikai tulajdonságainak módosítására használt eljárás a Q szabályozás. Dolgozatomban megvizsgálom a Q szabályozás hatásmechanizmusát. Végezetül a puha minták mechanikai tulajdonságainak nanométeres skálán történő mérésével foglalkozom.

Eszközök, módszerek

A kísérleti munkák során legtöbbször *Topometrix Explorer* típusú atomi erő mikroszkópot használtam. A puha minták mechanikai tulajdonságait pedig egy *WITec α -SNOM* típusú atomi erő mikroszkóppal tanulmányoztam. Az amplitúdó modulált módú működés megvalósításához *WITec AC Unit* típusú egységet, valamint egy kissé átalakított *DASI414B* műszert használtam. A leírófüggvények és a puha minták mechanikai tulajdonságainak vizsgálatához szükséges mérések során egy Stanford SR-830 típusú digitális lock-in erősítőt használtam. A kísérletek során használt Q szabályzót magam építettem.

A mikroszkóp működésének szimulációját végző programot C++ nyelven írtam. A program fordításra a GNU projekt fordítóprogramját használtam. A programokat Solaris és Linux környezetben futtattam.

Az amplitúdó módú szonda dinamikáját lépcsős függvénnyel történő gerjesztések és a leírófüggvényes módszer segítségével tanulmányoztam. A rugólemezek rugóállandójának meghatározását az ún. Sader módszer szerint végeztem.

Új tudományos eredmények

1. Egyszerű modellt adtam gyengén kötött nanorészecskék dinamikus módú atomi erő mikroszkópos vizsgálata során történő leképezésére. Eredményeim szerint nagy amplitúdójú módban az AFM próbatűje elmozdítja a részecskéket és a topográfia jelben csak a kemény felszín látható, míg az alacsony amplitúdójú üzemmódban a részecskéket a szonda nem mozdítja el, hanem leképezi. Ezek az eredmények összhangban vannak a kísérleti megfigyelésekkel. [T1]
2. Numerikus szimuláció módszerével megvizsgáltam a grafit lépcsős éleinek amplitúdó modulált módú leképezésénél megfigyelt topográfia hibák okát. Eredményeim szerint a grafit lépcsős élein a felületi energia növekedése okozza a peremek megjelenését. A megjelenő peremek magassága mind a szabad és a beállított amplitúdó, továbbá a felületi energia függvényében változik. [T2]

3. Kísérletekkel és numerikus számolások segítségével tanulmányoztam az amplitúdó modulált szonda dinamikáját felületi erők jelenlétében. Vizsgálataim során lépcsős függvény alakú gerjesztést használtam. Bebizonyítottam, hogy a szonda nemlineáris és kimutattam, hogy a szonda dinamikai tulajdonságai és a felület - tú kölcsönhatási erő is jelentősen változik a rezgetési frekvencia és a rugólemez rezonanciafrekvenciájának aránya, valamint a jósági tényező függvényében.
4. Az amplitúdó modulált szonda dinamikáját vizsgáltam leírófüggvényes módszerrel. Megállapítottam, hogy az amplitúdó modulált szonda alapvetően aluláteresztő jellegű rendszer. Számolásaim azt mutatják, hogy tompa próbatűk esetén a leírófüggvényben kiemelkedés jelenik meg, ami a leképezés során topográfiai műhibát okozhat. Megmutattam továbbá, hogy a szabad amplitúdó növelése jelentősen növeli a szonda sávszélességét.
5. Összevettem a szabad, Q szabályozott szonda próbatűjének mozgására adott, irodalomban található numerikus és analitikus megoldásokat. Megállapítottam, hogy a két megoldás eltérő. Megismételve a numerikus számolásokat arra az eredményre jutottam, hogy a Q szabályozott szonda pontos szimulációja jóval kisebb lépésközöket igényel, mint a nem szabályozott rendszer szimulációja. Kis lépésközök esetén az analitikus és numerikus megoldás megegyezik. [T4]
6. Megmutattam, hogy a hagyományos magyarázat, miszerint az amplitúdó - távolság görbe meredekségének növekedése okozza a Q szabályozás feloldás és fáziskontraszt növekedését csak puha minták esetén lehet igaz. Megállapítottam, hogy létezik egy maximális meredekség, ami még Q szabályozással sem léphet túl. Módszert adtam az optimális effektív jósági tényező beállítására. [T4]
7. Bebizonyítottam, hogy a Q szabályozott rendszer jóval érzékenyebb a felület anyagparamétereinek megváltozására, ami a megnövekedett fáziskontrasztot és feloldást okozhatja. [T4]

8. Új mérési eljárást adtam, amely puha minták Young modulusának és viszkozitásának mérésére használható. A mérés során a Z piezo kristályt alacsony amplitúdójú és alacsony frekvenciájú szinuszos jellel gerjesztem, miközben a tű a vizsgált minta felszínével kontaktusban van. A rugólemez elhajlási jeléből meghatározom a kialakuló rezgés amplitúdóját és fázisát. A mért amplitúdó és fázis adatokból a felületi erő gradiens és a viszkozitási együttható kiszámítható. Több felület - tű kölcsönhatási erő esetén elvégzett mérésből az erő - távolság görbe meghatározható és minta mechanikai adatai (Young modulus és viszkozitás) kiszámolhatók. A módszer előnye a direkt erő - távolság görbe mérési eljárással szemben, hogy a görbék kevésbé terheltek zajjal és ehhez nincs szükség második rugólemeze.

9. Megmutattam, hogy a Q szabályozás nem csak az amplitúdó modulált mód esetén hasznos, hanem pulzáló erő mód esetén is. Kísérletileg demonstráltam a Q szabályozott PFM működését.

A tézispontok alapjául szolgáló közlemények

- [T1] Á. Mechler, J. Kokavecz, P. Heszler: The observability of poorly bound powder – like material on hard surface by atomic force microscopy, *Materials Science and Engineering C* **15** pp. 29 (2001)
- [T2] J. Kokavecz, P. Heszler, Z. Tóth, Á. Mechler: Effect of Step function - like Perturbation on Intermittent Contact Mode Sensors: a response analysis, *Applied Surface Science* **210** pp. 123 (2003)
- [T3] Á. Mechler, J. Kokavecz, P. Heszler, R. Lal: Surface energy maps of nanostructures: Atomic force microscopy and numerical simulation study, *Applied Physics Letters* **82** pp. 3740 (2003)
- [T4] J. Kokavecz, Z. L. Horváth, Á. Mechler: Dynamical Properties of the Q controlled Atomic Force Microscope, elküldve az *Applied Physics Letters* folyóirathoz (2004)

Egyéb publikációk

- [1] I. Pócsik, M. Veres, M. Füle, M. Koós, J. Kokavecz, Z. Tóth, G. Radnóczy: Carbon nanoparticles prepared by ion-clustering in plasma, *Vacuum* **71** pp. 171 (2003)
- [2] B. Hopp, N. Kresz, J. Kokavecz, T. Smausz, H. Schieferdecker, A. Döring, O. Marti, Z. Bor: Adhesive and morphological characteristics of surface chemically modified polytetra-fluoroethylene films, *Applied Surface Science* **221** pp. 437 (2004)
- [3] M. Csete, J. Kokavecz, Z. Bor, O. Marti: The existence of sub - micrometer micromechanical modulation generated by polarized UV laser illumination on polymer surfaces, *Materials Science and Engineering C* **23** pp. 939 (2003)
- [4] L. Landström, J. Kokavecz, J. Lu, P. Heszler: Characterization and Modeling of Tungsten Nanoparticles Generated by Laser-assisted Chemical Vapor Deposition, közlésre elfogadva a *Journal of Applied Physics* folyóiratban (2004)

Poszterek

- [1] R. Mingesz, Z. Gingl, J. Kokavecz, Á. Mechler, Z. Tóth: DSP-based extension to the IC mode Topometrix AFM, V. NC-AFM Conference, Montréal, Kanada (2002)
- [2] J. Kokavecz, Á. Mechler, Z. Tóth, P. Heszler: Effect of step function – like perturbation on Intermittent Contact Mode sensors: A response analysis, V. NC-AFM Conference, Montréal, Kanada (2002)
- [3] J. Kokavecz, A. Gigler, A. Döring, S. Hild, O. Marti: Novel Method for Characterization of Elastic and Viscoelastic Properties of Soft Samples Using Atomic Force Microscopy, III. SPM on Polymers Conference, Kerkrade, Hollandia (2003)