

Mikroskop atomárních sil (AFM) Dimension Icon Bruker

Juraj Kosek

Martina Podivinská

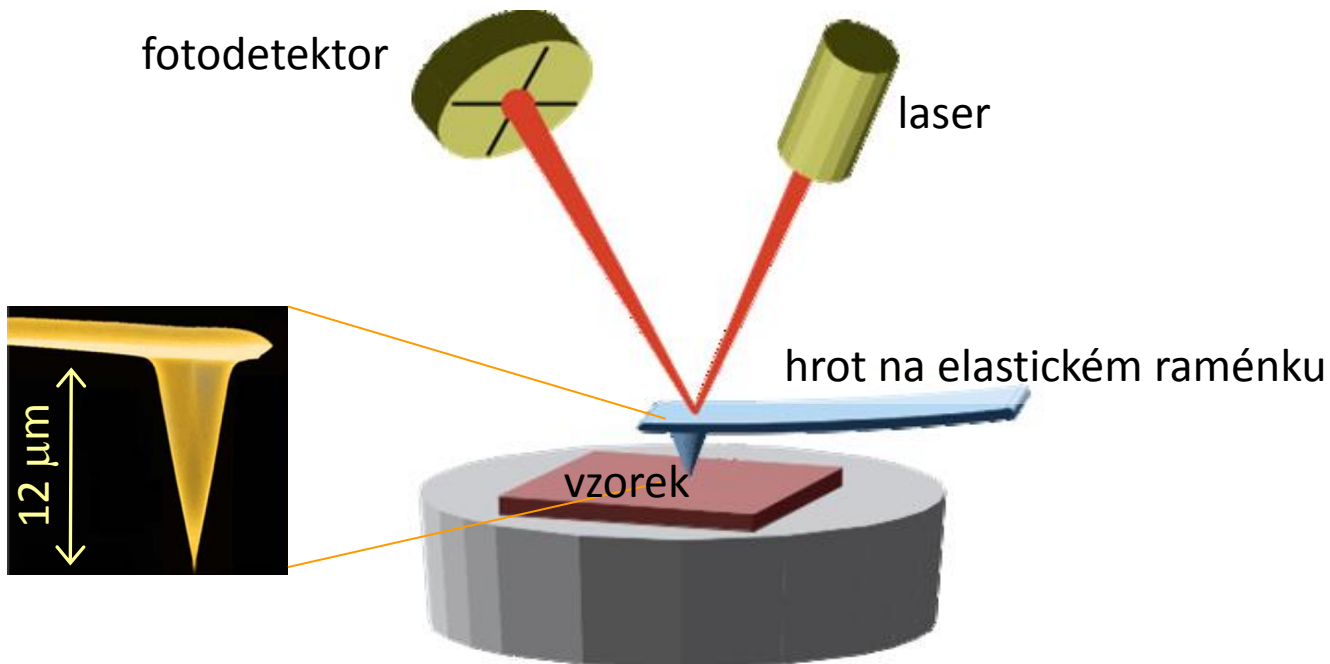
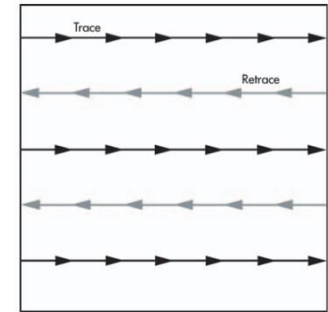
Ústav chemického inženýrství

Dimension Icon (Bruker)



Princip AFM

- Metoda skenování povrchu vzorku na mikroměřítku pomocí ostrého hrotu
- Skenování povrchu vzorku v řádcích → rekonstrukce topografie povrchu



Piezoelektrický scanner

0 V



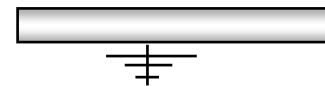
Bez aplikovaného elektrického pole

+ V



Kontrakce

-V



Prodloužení

Parametry přístroje

- **Rozlišení**

- Velikost skenované oblasti max. 90x90 μm , min. 10x10 nm
- Převýšení max. 10 μm
- Teoreticky až atomární rozlišení

- **Měřicí módy**

- Základní módy – kontaktní, bezkontaktní a Tapping mód, silová spektroskopie
- Pokročilé módy – PeakForce Tapping, Quantum nano-mechanics, měření vodivosti, elektrochemické AFM a spoustu dalších
- Speciální vybavení – ohřívání/chlazení, kapalná cela, možnost připojení bipotenciostatu

- **Možnosti SW**

- Veškerá grafická práce se snímky (úprava barev, kontrastů, ...)
- Vyhodnocení dat (velikosti objektů, částečné kvantifikace naměřených vlastností, ...)

Parametry přístroje

- **Příprava vzorku**

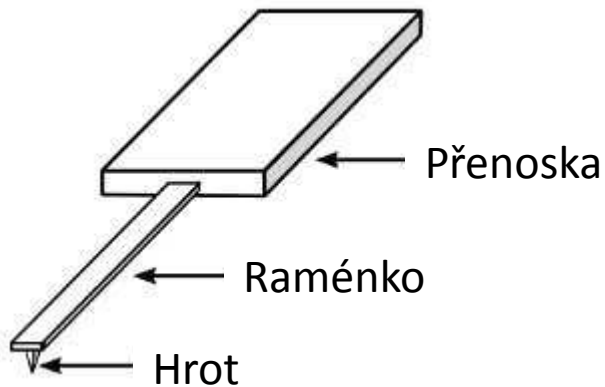
- Často kritický bod
- Pro měření povrchů je nutné mít co nejhladší povrch
- Speciální úpravy vzorku – mikrotomie, leptání, depozice, ...

- **Délka a náročnost měření**

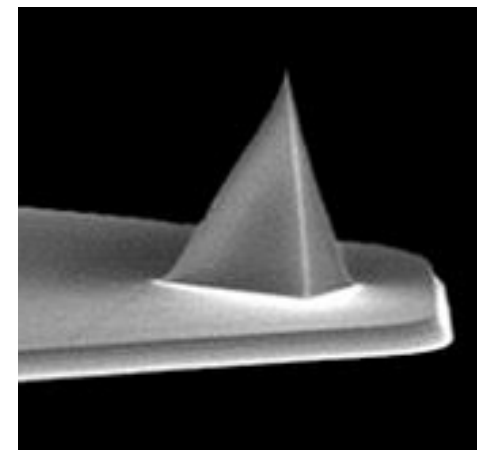
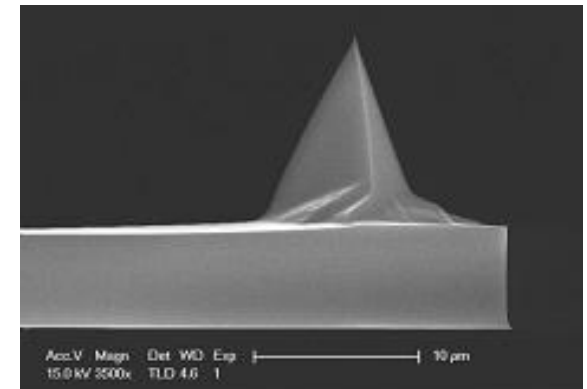
- Klasické základní měření – minuty až desítky minut pro jeden snímek
- Příprava měření (výměna vzorku, nastavení, optimalizace parametrů) – minuty až hodiny (dny, ...)
- Pokročilá měření – časově náročné kvůli nutnosti optimalizace pro každý typ měření a vzorku (vyžaduje dlouhodobé zkušenosti operátora)
- Řada pokročilých měření je stále ve fázi základního výzkumu (i ze strany výrobce)

AFM hroty

- Ostrý hrot – několik μm dlouhý, zakřivení špičky 10 nm, ale existují i ostřejší hroty
- Materiál: obvykle křemík nebo nitrid křemíku, povrch raménka pokrytý reflexní vrstvou (Au, Al, ...)
 - další materiály pro speciální aplikace

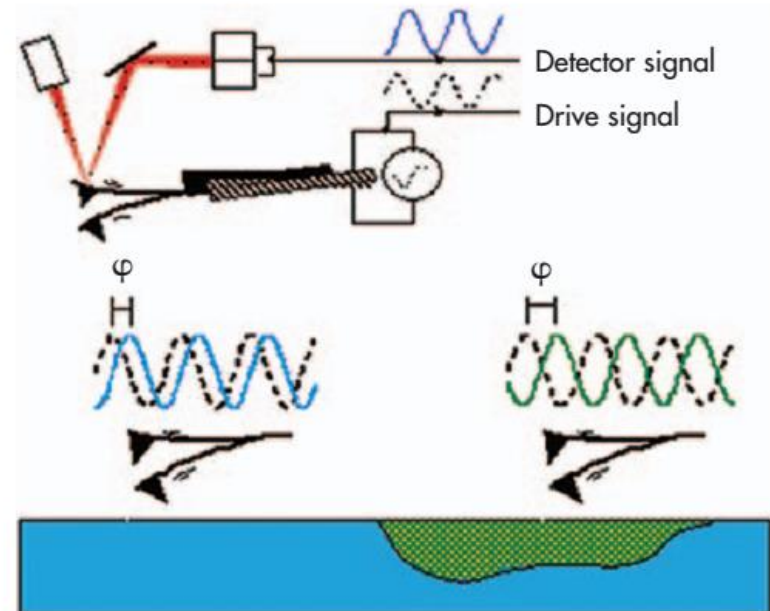
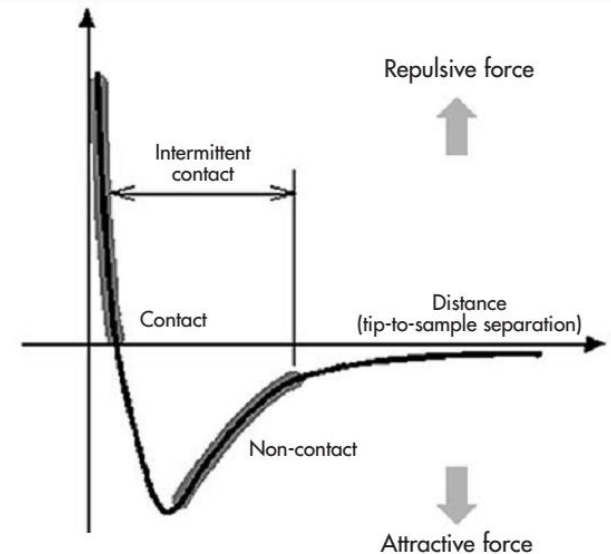


Držák hrotu



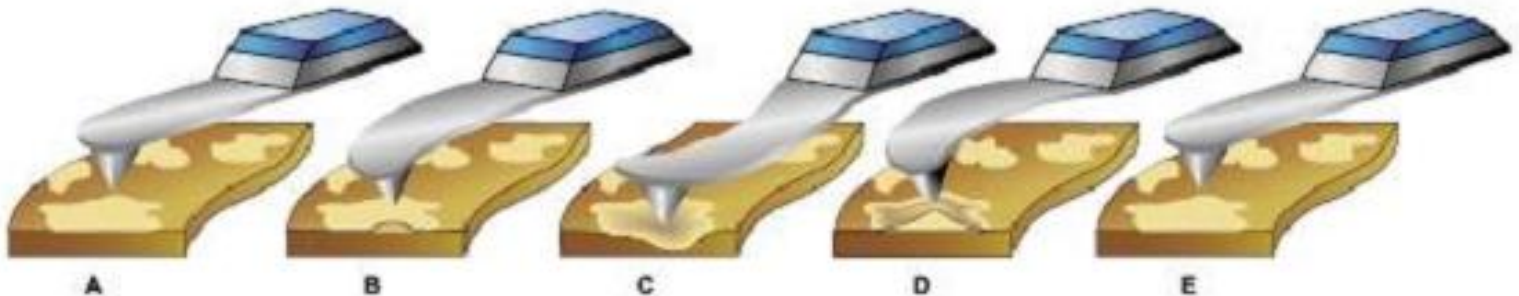
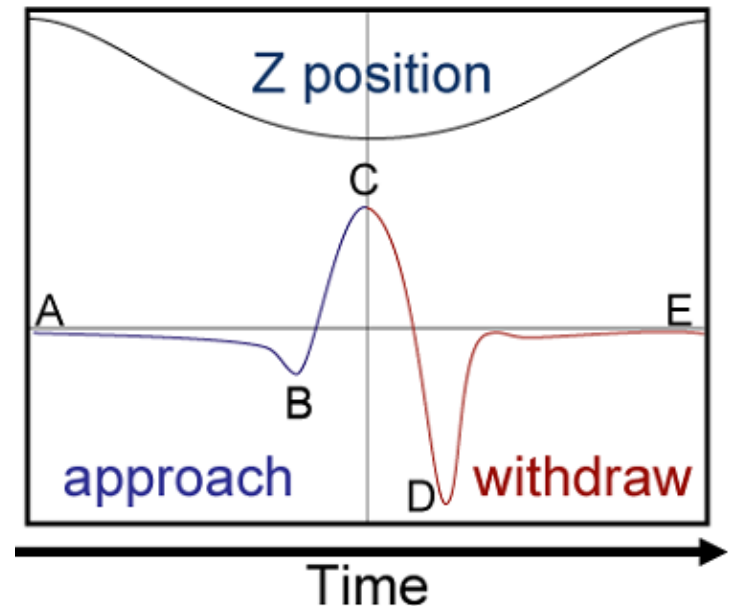
Základní skenovací módy

- **Kontaktní mód**
 - Hrot je v neustálém kontaktu se vzorkem
 - Signál na detektoru je přímo úměrný ohybu raménka v ose Z
- **Bezkontaktní mód**
 - Hrot osciluje v těsné blízkosti povrchu vzorku
- **„Tapping“ mód**
 - Oscilující hrot lehce poklepává po povrchu vzorku
 - Nejpoužívanější mód – umožňuje měření topologie i mechanických vlastností
 - Topologie je vyhodnocována ze změny amplitudy kmitů
 - Fázový kontrast (lokální „tvrdost“) je vyhodnocován ze změny fáze kmitů



PeakForce Tapping a ScanAssyst

- Podobně jako u Tapping módu se hrot střídavě přibližuje a oddaluje od vzorku
- Síla hrotu na povrchu vzorku je neustále kontrolována
- Umožňuje velmi citlivá měření při malých silách
 - eliminace poškození vzorku
 - vyšší živostnost hrotu
- **ScanAssyst funkce** – automatická optimalizace parametrů v průběhu měření



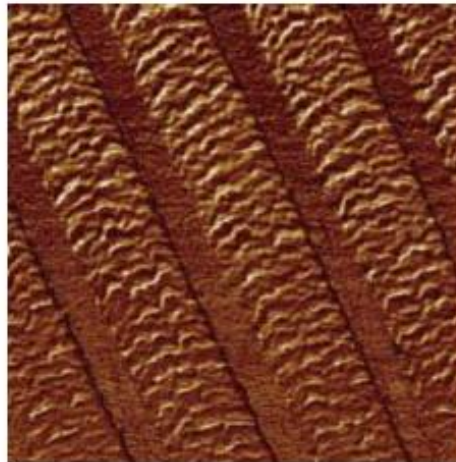
Quantum nano-mechanics (QNM)

- Měření lokálních mechanických vlastností vzorku
- Např. adheze, Youngův modul, disipace, deformace

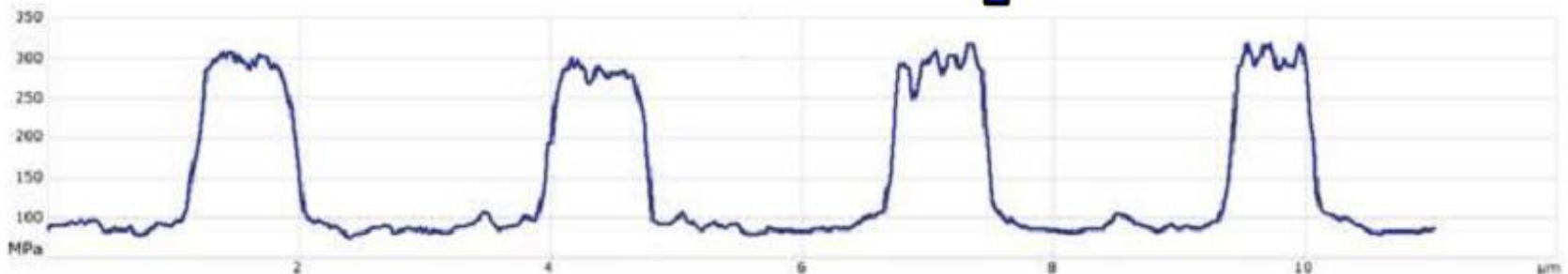
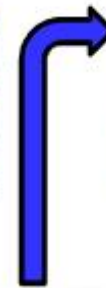
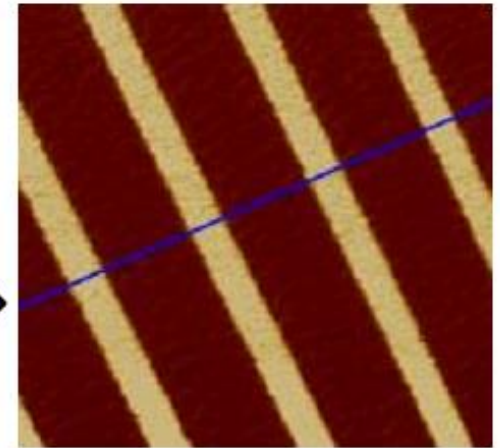
Topologie



Adheze

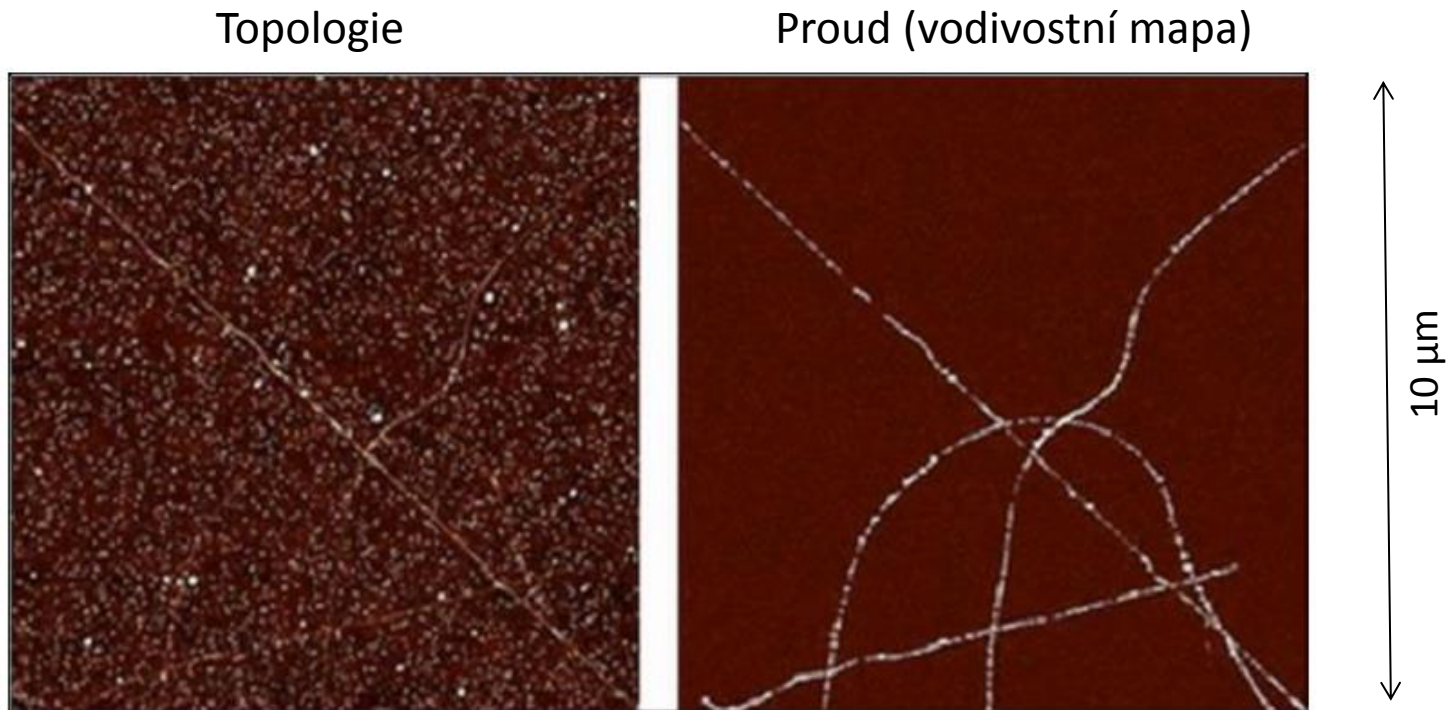


Youngův modul



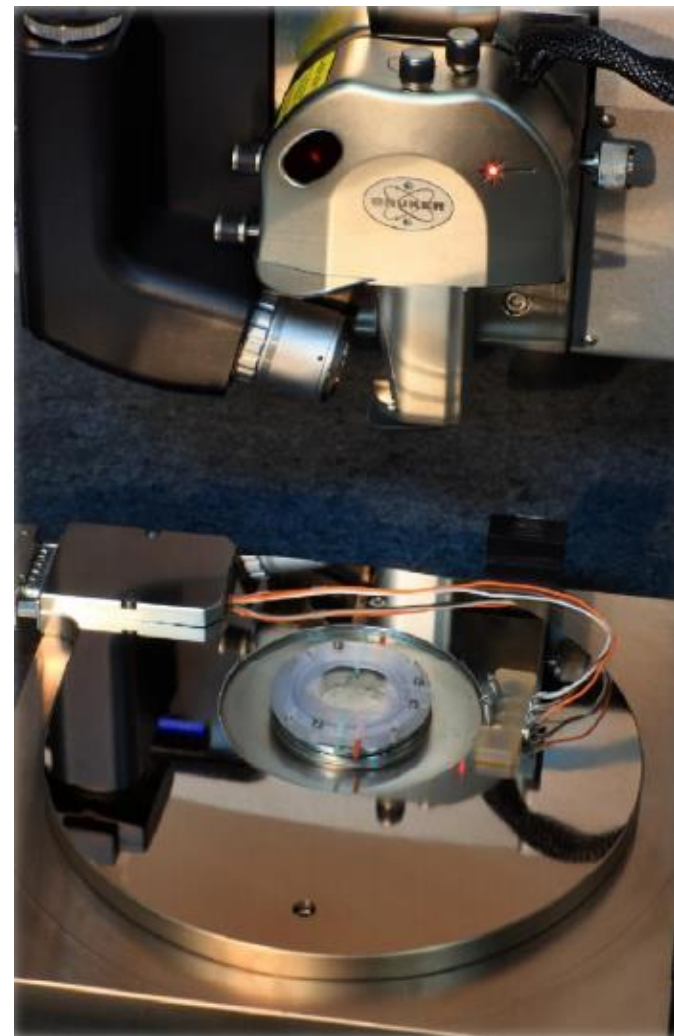
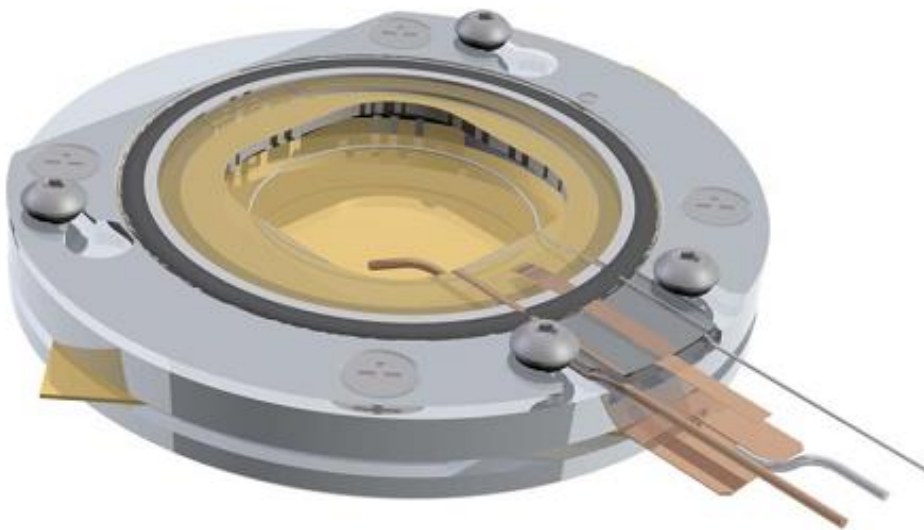
Vodivostní AFM

- Umožňuje lokálně měřit vodivost na vzorku
- Používají se speciální vodivostní hroty
- Měření proudu procházejícího mezi hrotem a vzorkem → získání vodivostní mapy
- Příklad: uhlíková nanovlákná:



Elektrochemie (EC-AFM)

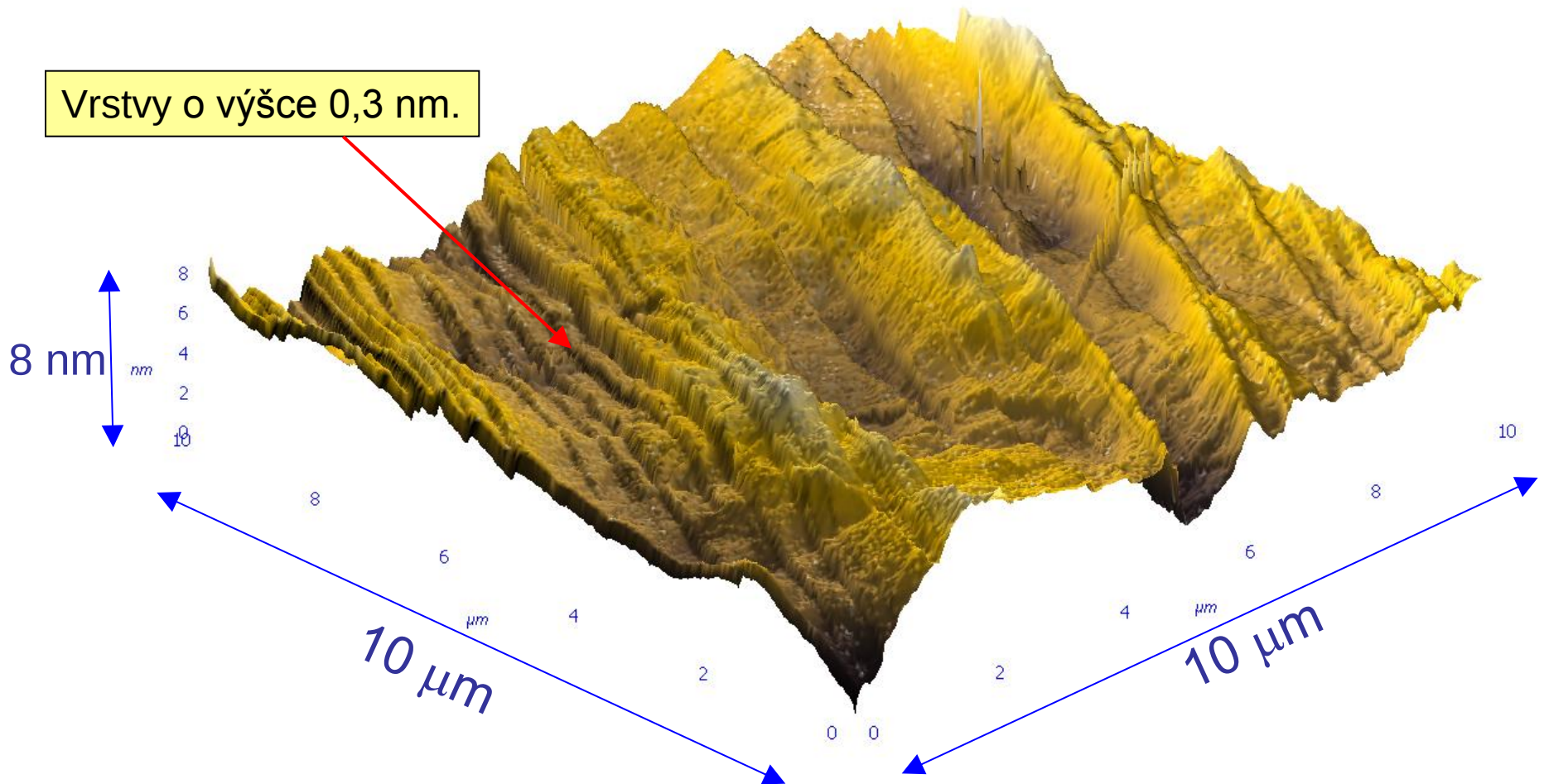
- Studium elektrochemických dějů na nanoměřítku
- Umožňuje měření elektrod in-situ
- Kontrolované prostředí díky speciální kapalně cele
- Další možné aplikace:
 - Lokální korozní chování kompozitních vodivých desek
 - Studium elektro-depozice kovů
 - Měření iontové vodivosti membrán



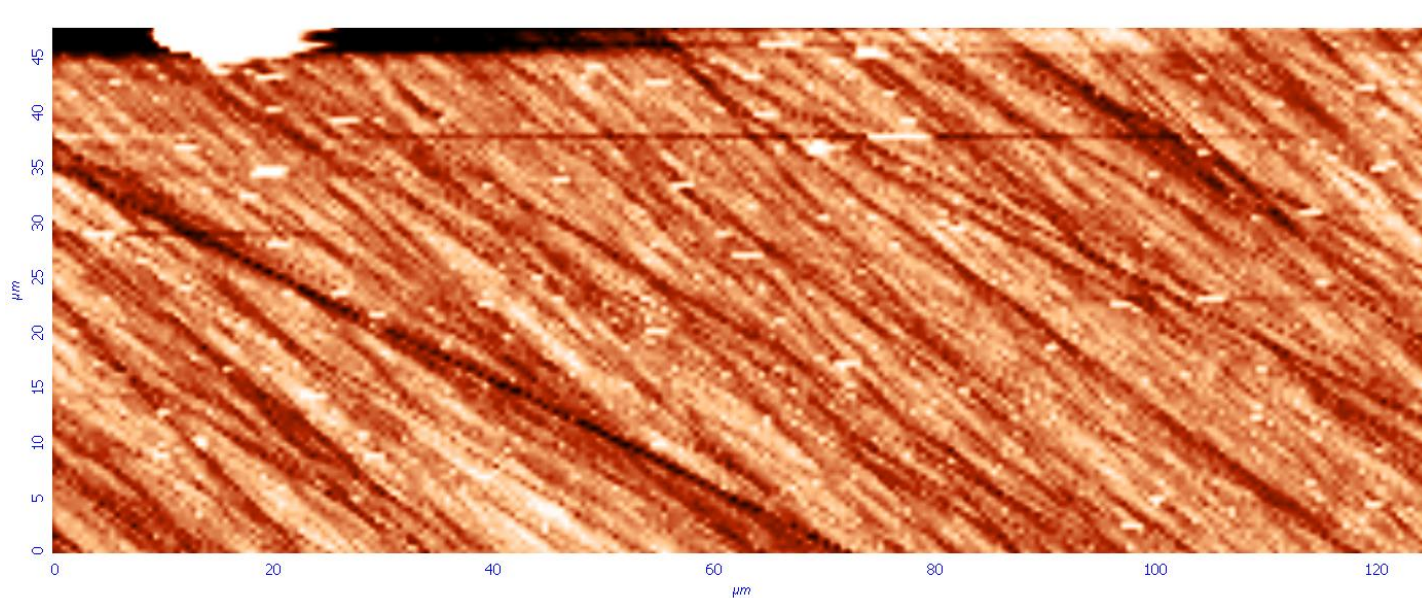
Příklad: Grafit

Topografie povrchu pyrolitického grafitu relativně nízké kvality (na rozdíl od vysoce-orientovaného grafitu).

Vrstvy o výšce 0,3 nm.

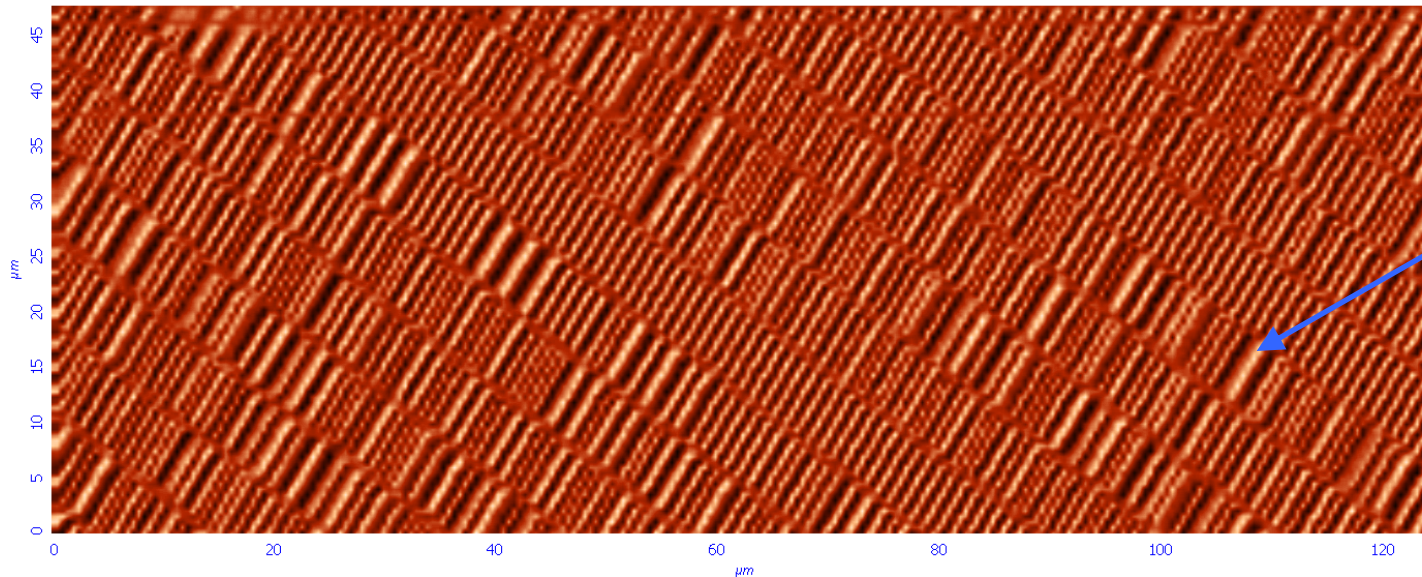


Příklad: Povrch počítačového disku



Skenovaná
oblast $125 \times 50 \mu\text{m}$.

Poškrábaný povrch
disku, šrámy
o hloubce až 50 nm .



MFM = Magnetic
Force Microscopy

Bit $5 \times 1 \mu\text{m}$,
hustota 25 kB/mm^2

Příklad: Plazmidová DNA

Příprava DNA fragmentů:

- polymerační řetězová reakce (PCR)
- extrakce přímo z organismů (bakterií, virů)

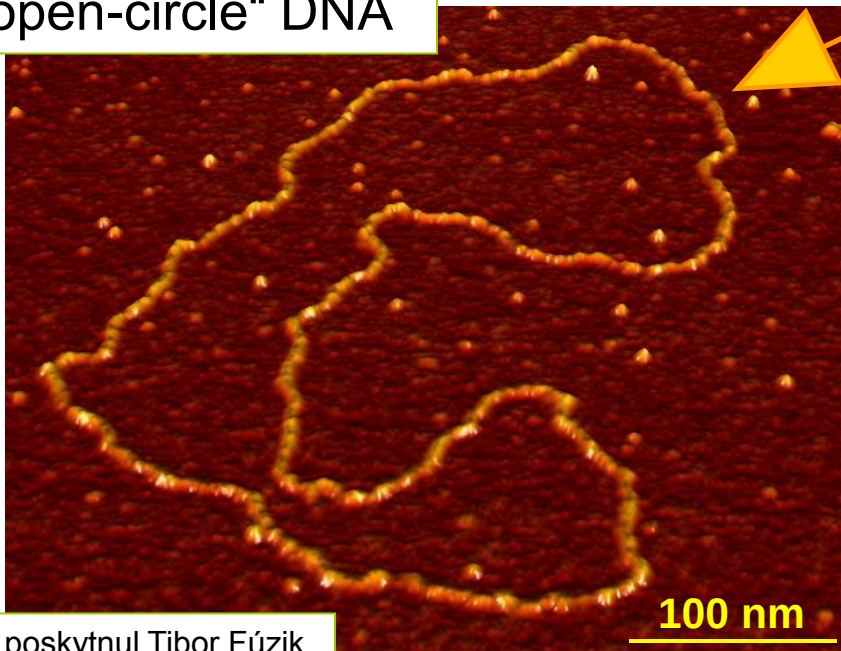
Imobilizace fragmentu DNA:

- na chemicky čistý povrch (slíďová destička)
- imobilizace pomocí Mg^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+}

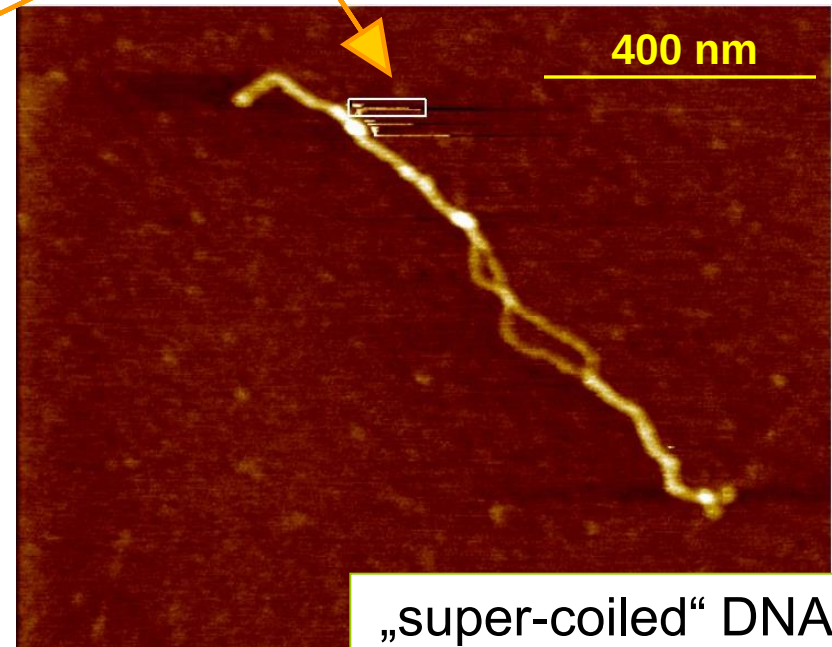
plazmidová DNA

- „nepovinná“ součást mikroorganismů
- kóduje resistenci k antibiotikům

„open-circle“ DNA

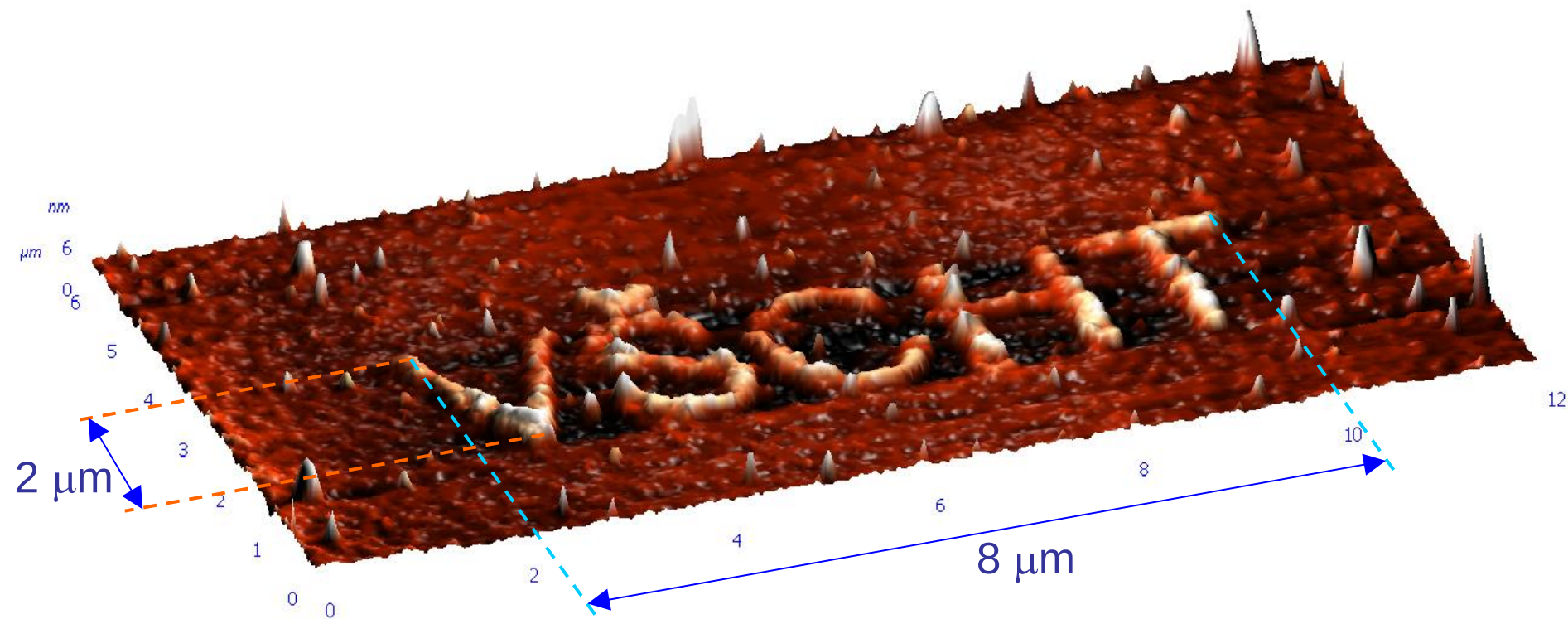


Laskavě poskytnul Tibor Fúzik



„super-coiled“ DNA

Elektro-oxidační nano-litografie



- velikost nápisu $8 \times 2\ \mu\text{m}$
- tloušťka čar asi $0,2\ \mu\text{m}$
- výška reliéfu asi $2\ \text{nm}$

Shrnutí

AFM přístroj Dimension ICON (Bruker)

- až atomární rozlišení
- nejen topologie povrchu, ale také lokální mechanické, magnetické a elektrické vlastnosti
- měření na vzduchu i v kapalině, od -35 do 250°C
- silová spektroskopie (interakce hrot-vzorek)
- elektrochemická měření včetně EIS
- příprava vzorků (mikrotom, depozice, ...)

Kontaktní informace

Ústav chemického inženýrství

- Juraj Kosek (linka 3296)
- Martina Podivinská (linka 3173)