

Teodor Paweł Gotszalk

**Systemy mikroskopii
bliskich oddziaływań
w badaniach mikro- i nanostruktur**



**Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej
Wrocław 2004**

Recenzenci
Andrzej Jakubowski
Jerzy Zdanowski

Redaktor
Alicja Kordas

Korekta
Alina Kaczak

Projekt okładki
Jacek Seniów

*Fotografia na okładce udostępniona dzięki uprzejmości Pana dr. Piotra Grabca
z ITE w Warszawie*

© Copyright by Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004

ISBN 83-7085-844-9

OFICyna WYDAWNICZA POLITECHNIKI WROCLAWSKIEJ
Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław

Drukarnia Oficyny Wydawniczej Politechniki Wrocławskiej. Zam. nr 899/2004

Moim Rodzicom

Spis treści

| | |
|---|----|
| Spis oznaczeń i akronimów | 9 |
| 1. Wstęp..... | 17 |
| 2. Metody pomiarowe mikroskopii bliskich oddziaływań | 22 |
| 2.1. Mikroskopia tunelowa | 23 |
| 2.2. Mikroskopia sił atomowych | 24 |
| 2.2.1. Statyczna mikroskopia sił atomowych..... | 26 |
| 2.2.2. Rezonansowa mikroskopia oddziaływań przyciągających | 27 |
| 2.2.3. Rezonansowa mikroskopia oddziaływań odpychających | 28 |
| 2.2.4. Mikroskopia sił ścinających | 29 |
| 2.2.5. Zaawansowane metody mikroskopii sił atomowych..... | 29 |
| 2.3. Termiczna mikroskopia bliskiego pola | 31 |
| 2.4. Mikroskopia bliskiego pola optycznego..... | 32 |
| 2.5. Modułarna mikroskopia bliskich oddziaływań..... | 34 |
| 3. Belka mikroskopu bliskich oddziaływań..... | 36 |
| 3.1. Siły działające na ostrze pomiarowe, drgania belki | 37 |
| 3.2. Dobór prędkości skanowania i pasma przenoszenia | 43 |
| 3.3. Sposoby aktuacji wychylenia belki sprężystej | 45 |
| 4. Metody detekcji wychylenia belki..... | 55 |
| 4.1. Interferometryczna detekcja wychylenia belki pomiarowej..... | 55 |
| 4.2. Natężeniowa detekcja ugięcia belki pomiarowej | 56 |
| 4.3. Piezorezystywna detekcja wychylenia belki pomiarowej | 59 |
| 4.3.1. Prosta dźwignia piezorezystywna | 60 |
| 4.3.2. Dźwignie piezorezystywne do detekcji siły nacisku i tarcia | 68 |
| 4.3.3. Dźwignie piezorezystywne jako czujniki masy i składu mieszanin gazowych | 73 |
| 5. Budowa modułarnego mikroskopu bliskich oddziaływań..... | 75 |
| 5.1. Głowica mikroskopu bliskich oddziaływań | 76 |
| 5.2. System sterująco-pomiarowy modułarnego mikroskopu bliskich oddziaływań | 78 |
| 5.2.1. Sterownik cyfrowy | 78 |
| 5.2.2. Zadajnik pola skanowania i wzmacniacze WN/XY | 80 |

| | |
|---|-----|
| 5.2.3. Układy detekcji i przetwarzania bliskiego pola | 80 |
| 5.2.4. Układy pętli sprzężenia zwrotnego | 82 |
| 5.2.5. Zasilacze systemu i układy pomocnicze | 84 |
| 5.3. Oprogramowanie modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań | 85 |
| 5.3.1. Oprogramowanie sterujące – pakiet procedur <i>TopoSkan</i> | 86 |
| 5.3.2. Oprogramowanie przetwarzania, wizualizacji i analizy obrazów – pakiet procedur <i>TopoGraf</i> | 87 |
| 6. Zdolność rozdzielcza obserwacji wychylenia dźwigni sprężystej | 90 |
| 6.1. Zdolność rozdzielcza obserwacji nanowychylenia za pomocą detektora natężeniowego | 90 |
| 6.1.1. Szum detektora | 91 |
| 6.1.2. Szum fazowy i szum intensywności lasera półprzewodnikowego | 92 |
| 6.1.3. Zakłócenia wywołane odbiciami wstecznymi wiązki światła | 93 |
| 6.1.4. Podsumowanie | 94 |
| 6.2. Szum termiczny drgań dźwigni | 94 |
| 6.3. Zdolność rozdzielcza obserwacji nanowychylenia za pomocą dźwigni piezorezystywnej | 98 |
| 7. Zagadnienia pomiaru siły i wychylenia w mikroskopii bliskich oddziaływań | 104 |
| 7.1. Wyznaczanie stałej sprężystości belki pomiarowej mikroskopu bliskich oddziaływań | 104 |
| 7.2. Kalibrowanie detektora wychylenia końcówki pomiarowej | 107 |
| 7.3. Wyznaczanie właściwości metrologicznych prostych belek piezorezystywnych | 108 |
| 7.4. Wyznaczanie właściwości metrologicznych belek piezorezystywnych do pomiaru siły nacisku i tarcia | 113 |
| 8. Pomiary geometrii mikro- i nanostruktur za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań | 118 |
| 8.1. Aktuatory piezoelektryczne | 119 |
| 8.2. Dokładność przesuwów realizowanych za pomocą rurowych aktuatorów piezoelektrycznych | 123 |
| 8.3. Wpływ kształtu ostrza na wynik pomiaru szerokości linii | 125 |
| 8.4. Charakterystyka sterowania wartością bliskiego oddziaływania | 128 |
| 8.5. Pomiar wychyleń piezoaktuatora | 130 |
| 8.6. Jednowłóknowy natężeniowy czujnik światłowodowy do pomiaru wychylenia aktuatora piezoceramicznego | 132 |
| 9. Zastosowanie dźwigni piezorezystywnych w mikroskopii sił atomowych i sił tarcia | 138 |
| 9.1. Uwagi wstępne | 138 |
| 9.2. Pomiary topografii powierzchni za pomocą prostych dźwigni piezorezystywnych | 141 |
| 9.3. Pomiary topografii powierzchni i sił tarcia za pomocą dźwigni piezorezystywnych | 145 |

| | |
|--|-----|
| 10. Mikroskopia sił ścinających | 149 |
| 10.1. Interferometryczna detekcja drgań włókna pomiarowego | 149 |
| 10.2. Przykłady zastosowań mikroskopii sił ścinających z interferometrycznym detektorem wychylenia ostrza pomiarowego | 155 |
| 10.2.1. Wysokorozdzielcze pomiary topografii powierzchni..... | 155 |
| 10.2.2. Wytwarzanie nanostruktur za pomocą modularnego mikroskopu sił ścinających i mikroskopu tunelowego | 157 |
| 10.2.3. Pomiar charakterystyk zbliżeniowych | 160 |
| 11. Skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego | 161 |
| 11.1. Czujniki pomiarowe stosowane w skaningowej mikroskopii bliskiego pola termicznego | 164 |
| 11.2. Podstawy skaningowej mikroskopii bliskiego pola termicznego | 167 |
| 11.3. Układ sterująco-pomiarowy skaningowego mikroskopu bliskiego pola termicznego | 171 |
| 11.4. Wyniki eksperymentalne | 178 |
| 11.4.1. Statyczny mikroskop bliskiego pola termicznego | 178 |
| 11.4.2. Aktywny mikroskop bliskiego pola termicznego | 179 |
| 12. Mikroskopia sił elektrostatycznych | 184 |
| 12.1. Wprowadzenie | 184 |
| 12.2. Podstawy teoretyczne | 187 |
| 12.3. Czujniki pomiarowe stosowane w mikroskopii sił elektrostatycznych..... | 193 |
| 12.3.1. Czujnik piezorezystywny z przewodzącym ostrzem pomiarowym (struktura SOI) | 193 |
| 12.3.2. Czujniki z metalowym ostrzem pomiarowym | 196 |
| 12.4. Zdolność rozdzielcza pomiaru napięcia i pojemności między ostrzem a powierzchnią za pomocą mikroskopu sił elektrostatycznych..... | 199 |
| 12.5. Pomiary sił elektrostatycznych za pomocą dźwigni z metalowymi ostrzami | 204 |
| 12.6. Pomiary sił elektrostatycznych za pomocą dźwigni piezorezystywnych | 209 |
| 13. Podsumowanie | 213 |
| Literatura | 218 |

Prezentowana praca powstała w dużym stopniu dzięki współpracy z wieloma osobami, którym za życzliwość pragnę serdecznie podziękować.

Wyrazy szczególnie serdecznych podziękowań składam Panu dr. hab. Ivo W. Rangelowowi (Uniwersytet w Kassel, Niemcy) za wprowadzenie mnie w tematykę mikroskopii bliskich oddziaływań, mikro- i nanotechnologii. Realizacja większości opisanych w pracy eksperymentów była możliwa dzięki ścisłemu współdziałaniu i silnemu wsparciu ze strony kierowanej przez Niego grupy badawczej w Uniwersytecie w Kassel.

Dziękuję również Panu dr. Piotrowi Grabcowi (ITE Warszawa) za życzliwość i pomoc, na które mogłem zawsze liczyć.

Dziękuję gorąco Panu profesorowi Romanowi Szelochowi za opiekę naukową, jaką mnie otaczał, i za ogromną pomoc, której doświadczałem od początku mojej pracy w Politechnice Wrocławskiej.

Panu profesorowi Benedyktowi Licznernskiemu dziękuję za umożliwienie mi prowadzenia opisanych badań w kierowanej przez Niego katedrze.

Dziękuję również Koleżankom i Kolegom z Wydziału Elektroniki Mikrosystemów – dr Annie Sankowskiej, dr. Jackowi Radojewskiemu, dr. Pawłowi Janusowi, mgr. Wojciechowi Orawskiemu, dr. Robertowi Pędrakowi, mgr. Andrzejowi Sikorze, mgr. Andrzejowi Marendziakowi, mgr. Tomaszowi Haskowi i mgr. Krzysztofowi Kolankowi – za współpracę w laboratorium mikroskopii bliskich oddziaływań, nanostruktur i nanomiernictwa.

Panom profesorom Jerzemu Zdanowskiemu i Zbigniewowi Kowalskiemu oraz Panu Wiktorowi Zielonemu dziękuję za pomoc we wstępnej redakcji prezentowanej pracy.

Teodor Paweł Gotszalk

Spis oznaczeń i akronimów

| | |
|------------------|---|
| α | – współczynnik korekcyjny dla obliczenia gęstości widmowej szumu $1/f$ uwzględniający przebieg procesu technologicznego |
| ΔR | – bezwzględne zmiany rezystancji piezorezystorów |
| ΔR_{Li} | – bezwzględne zmiany rezystancji piezorezystorów obciążanych podłużnie |
| ΔR_{Ti} | – bezwzględne zmiany rezystancji piezorezystorów obciążanych poprzecznie |
| ΔR_z | – bezwzględne zmiany rezystancji piezorezystora zintegrowanego wzdłuż osi Z czujnika |
| $\Delta R_{x,i}$ | – bezwzględne zmiany rezystancji piezorezystorów zintegrowanych wzdłuż osi X czujnika |
| Δx | – wychylenie piezorurki wzdłuż osi X |
| Δy | – wychylenie piezorurki wzdłuż osi Y |
| ∇F | – gradient sił |
| ϵ_0 | – przenikalność dielektryczna próżni |
| ϵ_r | – przenikalność dielektryczna warstwy izolatora |
| ϵ^T | – tensor współczynników przenikalności elektrycznej |
| η | – czułość fotodetektora |
| φ_r | – faza drgań rezonansowych |
| λ | – długość promieniowania lasera |
| ζ | – średni współczynnik piezorezystywny |
| $\pi_{i,k}$ | – składowe tensora piezorezystywnego |
| π_L | – podłużny współczynnik piezorezystywny |
| π_T | – poprzeczny współczynnik piezorezystywny |
| π_S | – skośny współczynnik piezorezystywny |
| ρ | – gęstość mocy optycznej |
| ρ_A | – gęstość |
| ρ_i | – składowa tensora rezystywności |
| σ_i | – składniki tensora naprężeń |
| σ_{sh} | – wariancja szumu śrutowego |
| σ_{RIN} | – wariancja szumu intensywności lasera |
| Φ | – średnia praca wyjścia |

| | |
|---------------|---|
| Φ_1 | – praca wyjścia z ostrza |
| Φ_2 | – praca wyjścia z powierzchni |
| ω | – pulsacja |
| ω_{el} | – pulsacja modulacji napięcia elektrycznego |
| ω_0 | – pulsacja drgań swobodnych nietłumionych |
| ω_R | – pulsacja drgań rezonansowych |
| A | – powierzchnia okładek kondensatora |
| A_0 | – amplituda drgań belki swobodnej |
| a | – długość plamki laserowej |
| B | – pasmo pomiarowe; opór tłumienia wiskotycznego |
| B_S | – pasmo pomiarowe w trybie statycznym |
| B_R | – pasmo pomiarowe w trybie rezonansowym |
| b | – szerokość belki; promień kontaktu cieplnego |
| C | – pojemność cieplna; pojemność elektryczna |
| c | – ciepło właściwe |
| c_T | – sztywność piezoturki |
| D | – odległość między liniami; tensor indukcji elektrycznej; średnica piezoturki |
| d | – grubość belki; średnica rdzenia światłowodu; odległość między punktami pomiarowymi |
| E | – moduł Younga; tensor pola elektrycznego |
| e | – ładunek elementarny |
| e_n | – szum napięciowy przetwornika I/U |
| e_R | – szum napięciowy rezystora sprzężenia zwrotnego przetwornika I/U |
| F | – siła |
| F_{el} | – siła elektrostatyczna |
| $F_{i,j}$ | – funkcje kąta między kierunkiem naprężeń mechanicznych a osią krystalograficzną |
| $F_{T\min}$ | – najmniejsza zmiana siły możliwa do zdetekowania w zadanym paśmie pomiarowym |
| $F_{T\min i}$ | – najmniejsza zmiana siły możliwa do zdetekowania w zadanym paśmie pomiarowym w i -tym modzie drgań |
| F_{TS} | – wartość skuteczna szumu termicznego sił w trybie statycznym |
| F_{TR} | – wartość skuteczna szumu termicznego sił w trybie rezonansowym |
| F_{thR} | – siła odpowiadająca szumowi termicznemu mostka piezorezystywnego w trybie rezonansowym |
| $F_{el\ di}$ | – siła elektrostatyczna występująca między okładkami kondensatora z przekładką dielektrycznej |
| $F_{el\ o}$ | – siła elektrostatyczna występująca między okładkami kondensatora bez przekładki dielektrycznej |
| F_{thS} | – siła odpowiadająca szumowi termicznemu mostka piezorezystywnego w trybie statycznym |

| | |
|------------------------|---|
| $F_{1/f,R}$ | – siła odpowiadająca szumowi $1/f$ mostka piezorezystywnego w trybie rezonansowym |
| $F_{1/f,S}$ | – siła odpowiadająca szumowi $1/f$ mostka piezorezystywnego w trybie statycznym |
| f | – częstotliwość |
| f_c | – częstotliwość graniczna, przy której napięcie szumu $1/f$ jest równe napięciu szumu termicznego piezorezystorów |
| f_{\max} | – maksymalna częstotliwość |
| f_{\min} | – minimalna częstotliwość |
| f_r | – częstotliwość rezonansowa |
| $f_{\text{rez,piezo}}$ | – podłużna częstotliwość rezonansowa piezorurki |
| $f_{r,i}$ | – częstotliwość rezonansowa i -tego modu |
| G_{IS} | – konduktancja cieplna obszaru między ostrzem a powierzchnią |
| G_{SS} | – konduktancja cieplna wnętrza preparatu widziana przez kontakt o średnicy $2b$ |
| H | – grubość ścianek piezorurki |
| h | – stała Plancka $\left(\hbar = \frac{h}{2\pi}\right)$ |
| I | – prąd |
| I_d | – prąd ciemny fotodiody |
| I_{pd} | – prąd fotodiody |
| I_t | – prąd tunelowy; prąd promieniowania rozproszonego fotodiody |
| i_B | – prąd dolnych sekcji fotodetektora natężeniowego |
| i_T | – prąd górnych sekcji fotodetektora natężeniowego |
| i_{T-B} | – różnica prądów górnej i dolnej sekcji fotodetektora natężeniowego |
| i_{sh} | – prąd szumu śrutowego |
| i_n | – szum prądowy przetwornika I/U |
| J | – moduł bezwładności |
| j_u | – strumień ciepła przepływający przez ostrze |
| K | – przewodność cieplna, transmitancja dźwigni |
| K_{pT} | – wzmocnienie części proporcjonalnej regulatora PI sterownika temperatury ostrza pomiarowego |
| k | – stała sprężystości |
| k_B | – stała Boltzmanna |
| k_i | – stała sprężystości w i -tym modzie drgań rezonansowych |
| L | – długość piezorurki |
| L_s | – wysokość ostrza lub próbki |
| L_w | – szerokość struktury |
| l | – długość belki; średnia droga między zderzeniami |
| l_{piezo} | – długość piezorezystora |
| M | – łączna zastępcza masa próbki i piezorurki |
| M_g | – moment zginający |

| | |
|-----------|--|
| m_e | – masa elektronu |
| m^* | – masa zredukowana |
| N | – liczba nośników występujących w objętości piezorezystora |
| NA | – apertura numeryczna światłowodu |
| N_a | – koncentracja domieszki |
| n | – liczba powtórzeń |
| P | – moc promieniowania lasera |
| P_g | – moc tracona w grzejniku |
| P_s | – moc dostarczana do ostrza |
| P_1 | – moc wiązki padającej na zwierciadło |
| R | – siła oporu, rezystancja elektryczna |
| RIN | – stosunek mocy emitowanej wiązki promieniowania do szumu intensywności lasera |
| R_c | – rezystancja cieplna belki wspornikowej |
| R_g | – rezystancja grzejnika |
| R_t | – rezystancja cieplna ostrza |
| R_w | – rezystancja warstwy wody zaadsorbowanej w obszarze ostrza |
| R_{gaz} | – rezystancja cieplna warstwy gazu znajdującego się między ostrzem a powierzchnią |
| R_{rad} | – rezystancja cieplna związana z radiacją ciepła między powierzchnią a sondą |
| R_{ss} | – rezystancja cieplna kontaktu mechanicznego ostrza z powierzchnią o średnicy $2b$ |
| R_{ts} | – rezystancja cieplna warstwy przypowierzchniowej między sondą a powierzchnią |
| R_{Li} | – rezystancja piezorezystorów obciążanych podłużnie |
| R_{Ti} | – rezystancja piezorezystorów obciążanych poprzecznie |
| R_x | – rezystancja piezorezystora zintegrowanego wzdłuż osi X czujnika |
| R_z | – rezystancja piezorezystora zintegrowanego wzdłuż osi Z czujnika |
| $R_{i'}$ | – łączna rezystancja oporników włączanych szeregowo z sondami Wollastona |
| R_{Si} | – rezystancja sond Wollastona |
| R | – współczynnik odbicia promieniowania laserowego od powierzchni |
| r | – promień ostrza |
| S | – pole przekroju; tensor odkształceń |
| S_F | – gęstość szumu sił |
| S_{th} | – gęstość widmowa napięciowego szumu termicznego piezorezystora |
| $S_{1/f}$ | – gęstość widmowa szumu $1/f$ |
| s | – odległość |
| s^E | – tensor współczynników sprężystych |
| T | – temperatura; tensor naprężeń |
| T_a | – temperatura uchwytu sondy |
| T_o | – temperatura odniesienia próbki |

| | |
|---------------------|---|
| T_p | – temperatura ostrza |
| T_s | – temperatura na powierzchni próbki pod warstwą kontaktową między preparatem a sondą |
| T_{iT} | – stała całkowania regulatora PI sterownika temperatury ostrza pomiarowego |
| t_{piezo} | – grubość piezorezystora |
| Q | – dobroć |
| U | – napięcie zasilania |
| U_c | – napięcie między okładkami kondensatora |
| $U_{c\text{min}.B}$ | – najmniejsze napięcie między okładkami kondensatora ostrze–powierzchnia możliwe do zdetekowania w pasmie B |
| U_{ac} | – amplituda napięcia |
| U_{dc} | – składowa stała napięcia |
| $U_{\text{off}.s}$ | – napięcie wyjściowe regulatora PI w pętli Kelvina |
| U_p | – napięcie wyjściowe mostka piezorezystywnego |
| $U_{p,F}$ | – napięcie wyjściowe mostka piezorezystywnego w funkcji siły nacisku |
| $U_{p,z}$ | – napięcie wyjściowe mostka piezorezystywnego w funkcji wychylenia |
| U_t | – napięcie tunelowe |
| U_x | – napięcie przykładane do okładek rozmieszczonych wzdłuż kierunku osi X piezoaktuatora |
| U_y | – napięcie przykładane do okładek rozmieszczonych wzdłuż kierunku osi Y piezoaktuatora |
| U_z | – napięcie przykładane do okładek osadzonych wzdłuż kierunku osi Z piezoaktuatora |
| $U_{\text{wy}.z}$ | – napięcie wyjściowe mostka przy ugięciu z |
| $U_{\text{wy}.x}$ | – napięcie wyjściowe mostka przy wychyleniu x |
| u_{th} | – napięcie szumu termicznego na wyjściu mostka piezorezystywnego |
| $u_{\text{th}R}$ | – napięcie szumu termicznego piezorezystora |
| $u_{\text{mth}.B}$ | – napięcie szumów mostka pomiarowego obserwowane w przekątnej pomiarowej |
| $U_{Ri'}$ | – napięcie szumu termicznego rezystorów odniesienia tworzących mostek pomiarowy |
| $u_{1/f}$ | – napięcie szumu $1/f$ |
| V | – prędkość przesuwu ostrza |
| V_{CPD} | – kontaktowa różnica potencjałów |
| v | – prędkość ruchu cząstki |
| W | – energia |
| W_{e1} | – energia zgromadzona w kondensatorze |
| W_{F1} | – poziom Fermiego materiału ostrza |
| W_{F2} | – poziom Fermiego materiału powierzchni |
| w_{piezo} | – szerokość piezorezystora |
| X | – oś X |

| | |
|------------|---|
| x | – współrzędna w osi X |
| Y | – oś Y |
| y | – współrzędna w osi Y |
| Z | – oś Z |
| z | – współrzędna w osi Z |
| z_r | – grubość warstwy dielektrycznej |
| z_T | – wartość skuteczna drgań termicznych belki |
| z_{TS} | – wartość skuteczna drgań termicznych belki w trybie statycznym |
| z_{TR} | – wartość skuteczna drgań termicznych belki w trybie rezonansowym |
| $z_{th B}$ | – wychylenie belki odpowiadające szumowi termicznemu piezorezystorów tworzących mostek |
| AFM | – mikroskopia sił atomowych (ang. <i>Atomic Force Microscopy</i>) |
| C AFM | – statyczna mikroskopia sił atomowych (ang. <i>Contact Atomic Force Microscopy</i>) |
| C SPM | – mikroskopia przewodności elektrycznej (ang. <i>Conductivity Scanning Probe Microscopy</i>) |
| DDS | – cyfrowe generatory sygnałowe (ang. <i>Digital Direct Synthesis</i>) |
| DLC | – węglowe warstwy diamentopodobne (ang. <i>Diamond Like Carbon</i>) |
| DSP | – cyfrowe przetworniki sygnałowe (ang. <i>Digital Signal Processors</i>) |
| EBID | – osadzanie za pomocą wiązki elektronowej (ang. <i>Electron Beam Induced Deposition</i>) |
| EFM | – mikroskopia sił elektrostatycznych (ang. <i>Electrostatic Force Microscopy</i>) |
| FFM | – mikroskopia sił tarcia (ang. <i>Friction Force Microscopy</i>) |
| FFT | – szybka transformata Fouriera (ang. <i>Fast Fourier Transformation</i>) |
| FIB | – zogniskowana wiązka jonów (ang. <i>Focused Ion Beam</i>) |
| MEMS | – mikrosystem elektromechaniczny (ang. <i>Micro Electro Mechanical Systems</i>) |
| LFM | – mikroskopia sił tarcia (ang. <i>Lateral Force Microscopy</i>) |
| LDD | – układy MOS ze słabo domieszkowanym drenem (ang. <i>Lightly Doped Drain</i>) |
| LPCVD | – niskociśnieniowe osadzanie chemiczne z fazy gazowej (ang. <i>Low Pressure Chemical Vapor Deposition</i>) |
| MFM | – mikroskopia sił magnetycznych (ang. <i>Magnetic Force Microscopy</i>) |
| MLFM | – mikroskopia modulowanej siły nacisku (ang. <i>Modulation Load Force Microscopy</i>) |
| NC AFM | – rezonansowa mikroskopia sił przyciągających (ang. <i>Non Contact Atomic Force Microscopy</i>) |
| PSTM | – skaningowy mikroskop tunelowania optycznego (ang. <i>Photon Scanning Tunneling Microscopy</i>) |
| PWM | – modulacja szerokości impulsu (ang. <i>Pulse Width Modulation</i>) |
| RIN | – szum intensywności lasera (ang. <i>Relative Intensity Noise</i>) |

-
- SCM – skaningowa mikroskopia pojemnościowa (ang. *Scanning Capacitance Microscopy*)
- SIMS – spektroskopia masowa jonów wtórnych (ang. *Secondary Ion Mass Spectroscopy*)
- ShFM – mikroskopia sił ścinających (ang. *Shear Force Microscopy*)
- SNOM – mikroskopia bliskiego pola optycznego (ang. *Scanning Nearfield Optical Microscopy*)
- SPM – mikroskopia bliskich oddziaływań (ang. *Scanning Probe Microscopy*)
- SRM – skaningowa mikroskopia rezystancji rozplywu (ang. *Spreading Resistance Microscopy*)
- SThM – skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego (ang. *Scanning Thermal Microscopy*)
- TM AFM – rezonansowa mikroskopia sił odpychających (ang. *Tapping Mode Atomic Force Microscopy*)
- UHSI – ultrawysoka skala integracji układów elektronicznych (ang. *Ultra High Scale Integration*)
- VCSEL – laser z pionową wnęką rezonansową o emisji powierzchniowej (ang. *Vertical Cavity Surface Emitting Laser*)
- WDM – systemy transmisyjne z podziałem długości fali (ang. *Wavelength Division Multiplexing*)

1. Wstęp

Obserwowany w ostatnich latach postęp w dziedzinie tzw. *zaawansowanych technologii* wiąże się z wytwarzaniem i zastosowaniem układów, których makroskopowe właściwości użytkowe są determinowane przez zjawiska zachodzące w strukturach wielkości pojedynczych nanometrów. W układach takich przepływ ładunku elektrycznego, transport ciepła, zachowania mechaniczne wynikają z oddziaływań między atomami lub molekułami systemu i są z reguły opisywane przez prawa fizyki kwantowej.

Tendencje miniaturyzacji są szczególnie widoczne w nowoczesnej elektronice. Raport amerykańskiego stowarzyszenia producentów układów scalonych przewiduje, że w 2015 r. będą wytwarzane w przemyśle układy scalone z tranzystorami polowymi MOS (ang. *Metal Oxide Semiconductor*) o długości kanału równej 10 nm [1]. Zmniejszanie długości kanału pojedynczego tranzystora polowego oznacza w pierwszej kolejności zmniejszenie jego wymiarów geometrycznych i w konsekwencji możliwość wytwarzania układów scalonych większej skali integracji. Jednocześnie skrócenie kanału może prowadzić do poprawy podstawowych parametrów tranzystora, takich jak: częstotliwość graniczna i napięcie progowe. W tym przypadku zmniejszeniu długości kanału musi towarzyszyć zmniejszenie grubości tlenku podbramkowego, zastosowanie płytkich złączy źródło–podłoże i dren–podłoże, zwiększenie poziomu domieszkowania i obniżenie napięcia zasilania. Opracowanie i opanowanie odpowiednich procesów technologicznych koniecznych do wytwarzania takich układów wymaga uwzględnienia dodatkowych zjawisk fizycznych, których wpływ mógł być pomijalny w dotychczasowych konstrukcjach. Do zjawisk takich należą między innymi: transport ładunku elektrycznego przez warstwy podbramkowego dielektryka o grubości kilku monowarstw i balistyczny przepływ prądu przez kanał tranzystora. Jednocześnie i niezależnie od realizacji projektów związanych z doskonaleniem tradycyjnych przyrządów elektronicznych trwają nadzwyczaj intensywne badania nad nową generacją elementów półprzewodnikowych działających na zasadzie elektroniki jednoelektronowej lub molekularnej. Prace te mają, co prawda, jeszcze charakter laboratoryjny, ale warto zauważyć ich istotny postęp w ostatnich latach. Konsekwencją opisywanego powyżej rozwoju technologicznego oraz jego tempa jest zastępowanie powszechnie stosowanego terminu *mikroelektronika* bardziej adekwatnym pojęciem *nanoelektronika*.

W optoelektronice i technice światłowodowej tendencje miniaturyzacji są zarysowane równie ostro. Emisja i odbiór promieniowania w nowoczesnych i powszechnie stosowanych źródłach i detektorach światła zachodzi bowiem w strukturach o zmniejszonej wymiarowości, takich jak studnie i kropki kwantowe. Dotyczy to również układów z podziałem długości fali WDM (ang. *Wavelength Division Multiplexing*), w których okres siatki dyfrakcyjnej, będącej centralną częścią systemu, w zakresie pojedynczych nanometrów decyduje o jakości przetwarzania sygnałów optycznych.

Opisywany trend jest związany nie tylko z mikro- i nanoelektroniką oraz optoelektroniką, ale obejmuje także dziedziny szeroko rozumianej techniki mikrosystemów. Jest on widoczny szczególnie w przypadku zastosowań mikrosystemów w analizie chemicznej i biochemicznej. Znane są w tym przypadku konstrukcje układów typu MEMS (ang. *Micro Electro Mechanical Systems*), które umożliwiają obserwację oddziaływań między molekułami substancji czynnych biologicznie. Możliwe stają się dzięki temu np. obserwacja oddziaływań między białkiem a konkretnym przeciwciałem, segregacja łańcuchów DNA lub detekcja obecności toksyn bakteryjnych. Najczęściej w tego typu układach powierzchnia ruchomych części mikroczujnika jest pokrywana odpowiednio zmodyfikowanymi warstwami monomolekularnymi, które wiążą ze sobą chemicznie tylko wybrane molekuły innej substancji. Konsekwencją takiego połączenia może być ugięcie układu, zmiana jego mechanicznych właściwości rezonansowych lub optycznych.

Postępowi w wytwarzaniu i użytkowaniu tego typu mikro- i nanostruktur towarzyszy jednoczesny intensywny rozwój nowych metod i technik pomiarowych. Ich zadaniem jest określanie właściwości zbudowanych układów i stosowanych materiałów oraz ocena poszczególnych procesów wytwarzania mikro- i nanostruktur. Od omawianych metod i technik pomiarowych, które tworzą tzw. nanomiernictwo, oczekuje się przede wszystkim:

- ♦ możliwości obserwacji zjawisk fizycznych z lokalną rozdzielczością pojedynczych nanometrów,
- ♦ czułości pomiarowej i zdolności rozdzielczej umożliwiającej obserwację zjawisk opisywanych prawami fizyki kwantowej.

Należy jednocześnie zauważyć, że w badaniach właściwości mikro- i nanoświata trzeba uwzględniać zasady, które podczas pomiarów układów makroskopowych mogły być pomijane. Do podstawowych takich praw należy, sformułowana w 1927 roku, zasada nieoznaczoności Heisenberga, która opisuje granicę możliwości jednoczesnego określenia par zmiennych, takich jak np. położenie i pęd. W myśl tej zasady dokładność pomiaru pędu Δp i położenia Δx są związane zależnością

$$\Delta p \Delta x \geq h, \quad (2.1)$$

w której h jest stałą Plancka.

Równanie to pokazuje zatem, w przypadku jednoczesnego pomiaru zmiennych sprzężonych kanonicznie, że im dokładniej określa się położenie cząstki, tym większa jest niepewność pomiaru jej pędu i na odwrót. Dodatkowo z zasady tej wynika, że

w pomiarach właściwości mikro- i nanoświata nie można pominąć wzajemnego oddziaływania między mierzonym obiektem a urządzeniem pomiarowym. W przeciwieństwie do układów makroskopowych, w których wpływ tego zjawiska jest minimalizowany przez stosowanie coraz doskonalszych metod i przyrządów pomiarowych, w świecie fizyki mikro- i nanoświata ograniczenia pomiarowe nie wynikają z niedoskonałości stosowanych układów. Zasadę nieoznaczoności Heisenberga można też nazwać zasadą indeterminizmu. Wyniki pomiaru zmiennych sprzężonych kanonicznie są bowiem ustalane na podstawie rachunku prawdopodobieństwa¹. Świat mikro- i nanostruktur dlatego jest zasadniczo z gruntu indeterministyczny. Komentując zasady pomiaru właściwości mikro- i nanostruktur, należy również zauważyć, że informacje uzyskane o stanie próbki mają często charakter makroskopowy (dotyczy to np. pomiaru topografii powierzchni kryształu w skali atomowej, obserwacji przenikania ciepła przez struktury supersieci itd.). Ze względu na rozwój technologii uzyskiwane w ten sposób informacje mają często charakter podstawowy i są nadzwyczaj istotne.

Jedną z metod badawczych, która spełnia przedstawione wymagania jest mikroskopia bliskich oddziaływań (ang. *Scanning Probe Microscopy* – SPM). Rozwój mikroskopii bliskich oddziaływań (nazywanej też mikroskopią bliskich pól) zainicjowało skonstruowanie w 1982 roku przez G. Binniga i H. Rohrera skaningowego mikroskopu tunelowego, który umożliwił badanie przewodzących struktur elektronowych ciał stałych [2]. Rozwój ten uległ istotnemu przyspieszeniu po przedstawieniu w roku 1987 przez G. Binniga i jego współpracowników zasady działania mikroskopu sił atomowych [3]. W przeciwieństwie do skaningowego mikroskopu tunelowego, urządzenie to pozwalało również na badanie z rozdzielczością subnanometrową właściwości powierzchni ciał izolacyjnych. Zasadniczą ideą mikroskopii bliskich oddziaływań jest obserwacja zjawisk występujących między mikroostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią znajdującą się w odległości pojedynczych nanometrów. W układzie między mikroostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią możliwe są zatem obserwacje przepływającego prądu, temperatury powierzchni, kształtu preparatu i jego właściwości mechanicznych.

Pierwsze zastosowania mikroskopii bliskich oddziaływań związane były przede wszystkim z wysokorozdzielczym odwzorowaniem topografii badanej powierzchni. Następne projekty badawcze, realizowane w laboratoriach mikroskopii bliskich oddziaływań, dotyczyły głównie zastosowania tej metody do detekcji, czyli do jakościowej obserwacji zjawisk fizycznych występujących między mikroostrzem a badaną powierzchnią.

Celem projektów badawczych realizowanych przez autora niniejszej pracy było natomiast zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań do pomiaru, czyli ilości-

¹ Mechanika klasyczna Newtona i Galileusza jest pod tym względem w pełni deterministyczna, tzn. jeśli przykładowo znamy siłę działającą na cząstkę i jej warunki początkowe, takie jak położenie i pęd, to dalszy ruch cząstki możemy przewidzieć z bezwzględną dokładnością.

wej oceny zjawisk występujących między ostrzem a powierzchnią i wykorzystanie tych danych do opisu właściwości badanych układów [4, 5, 6, 7]. Realizacja tak zdefiniowanych zadań badawczych wymagała:

- ◆ opracowania uniwersalnego elektronicznego systemu sterująco-pomiarowego mikroskopu bliskich oddziaływań o zdefiniowanej charakterystyce użytkowej,
- ◆ opracowania otwartej konstrukcji mechanicznej mikroskopu bliskich oddziaływań,
- ◆ opracowania oprogramowania sterującego procesem pomiaru i przetwarzania zarejestrowanych wyników,
- ◆ opracowania rodziny mikrosystemowych czujników bliskiego pola i pełnej analizy ich właściwości metrologicznych,
- ◆ opracowania metod pomiarowych pozwalających na zastosowanie opracowanych czujników w skonstruowanych systemach,
- ◆ przeprowadzenia pomiarów testowych.

Monografia składa się z trzynastu rozdziałów. W rozdziale drugim omówiono podstawowe metody pomiarowe mikroskopii bliskich oddziaływań oraz zasadniczą ideę modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań.

W rozdziale trzecim przedstawiono analizę zachowań mechanicznych belki mikroskopu bliskich oddziaływań, przeanalizowano drgania dźwigni mikroskopu bliskich oddziaływań jako oscylatora harmonicznego i jako belki wspornikowej. Zaprezentowano także zasady doboru prędkości skanowania i pasma przenoszenia układów akwizycji danych pomiarowych. Dodatkowo zamieszczono opis termicznej aktuacji wychylenia dwuwarstwowych belek sprężystych stosowanych w mikroskopii bliskich oddziaływań.

W rozdziale czwartym omówiono metody obserwacji wychylenia ostrza pomiarowego dźwigni sprężystej mikroskopu bliskich oddziaływań. Szczególny nacisk położono na konstrukcję dźwigni ze zintegrowanym piezorezystywnym detektorem ugięcia. Przedstawiono również analizę czułości pomiaru wychylenia i siły przeprowadzanego za pomocą prostych dźwigni piezorezystywnych i dźwigni piezorezystywnych przeznaczonych do pomiaru sił nacisku i tarcia.

W rozdziale piątym zaprezentowano budowę modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań. Omówiono możliwe konstrukcje mechaniczne głowicy, architekturę elektronicznego systemu sterująco-pomiarowego i funkcje oprogramowania obróbki wyników i sterowania procesem pomiarowym.

Rozdział szósty zawiera analizę zdolności rozdzielczej pomiaru sił i wychyleń mikroskopu bliskich oddziaływań. Analizę tę przeprowadzono dla natężeniowych detektorów wychylenia ostrza pomiarowego i dźwigni piezorezystywnych, z uwzględnieniem statycznych i rezonansowych metod pomiarowych mikroskopii bliskich oddziaływań.

W rozdziale siódmym przedstawiono zagadnienia kalibracji systemu pomiarowego mikroskopu bliskich oddziaływań. Omówiono zasady wyznaczania stałej sprężystości prostej belki piezorezystywnej i dźwigni, przeznaczonych do pomiaru siły nacisku i tarcia.

W rozdziale ósmym zaprezentowano zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań w pomiarach wymiarów geometrycznych mikro- i nanostruktur. Omówiono źródła błędów występujących w systemie pomiarowym i sposoby ich minimalizowania, a także możliwość zastosowania światłowodowych czujników natężeniowych.

W rozdziale dziewiątym podano wyniki pomiarów topografii powierzchni i sił tarcia przeprowadzonych za pomocą dźwigni piezorezystywnych. Omówiono rezultaty badań w statycznym trybie mikroskopii sił atomowych i w rezonansowej mikroskopii sił odpychających. Ukazano także możliwości zastosowania belek piezorezystywnych w mikroskopii sił tarcia.

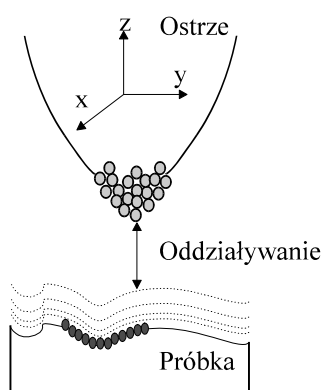
W rozdziale dziesiątym przedstawiono możliwości zastosowania mikroskopii sił ścinających *Shear force* z interferometryczną detekcją wychylenia ostrza w badaniu topografii i właściwości elektrycznych powierzchni. Omówiono architekturę systemu, konstrukcję układu optycznego i możliwości zastosowania takiego systemu w diagnostyce właściwości emisyjnych powierzchni.

W rozdziale jedenastym zamieszczono wyniki badań przeprowadzanych za pomocą skaningowego mikroskopu termicznego. Zaprezentowano wyniki pomiarów rozkładu temperatury panującej na powierzchni badanej struktury i lokalnego rozkładu rezystancji cieplnych obserwowanych w układzie między ostrzem pomiarowym a badaną strukturą. W tej części pracy omówiono również podstawy teoretyczne mikroskopii termicznej i ograniczenia zastosowania tej metody.

W rozdziale dwunastym omówiono podstawy teoretyczne mikroskopii sił elektrostatycznych, konstrukcję i właściwości metrologiczne stosowanych czujników oraz przedstawiono wyniki pomiarów sił elektrostatycznych w układach mikroelektronicznych.

2. Metody pomiarowe mikroskopii bliskich oddziaływań

Ideę mikroskopii bliskich oddziaływań zilustrowano na rysunku 2.1 [8]. Ostrze pomiarowe, będące sondą bliskiego oddziaływania, przesuwa się nad badaną powierzchnią. Wartość tego oddziaływania jest rejestrowana i następnie wykorzystywana do odwzorowania właściwości próbki. Należy zauważyć, że bliskie oddziaływanie występujące między mikroostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią jest pojęciem umownym. Obejmuje ono na przykład zjawisko tunelowania nośników ładunku między dwiema powierzchniami przewodzącymi i oddziaływanie dynamiczne między ostrzem a powierzchnią próbki. Miejsce obserwacji jest zasadniczo określone przez aktywny



Rys. 2.1. Idea mikroskopii bliskiego oddziaływania

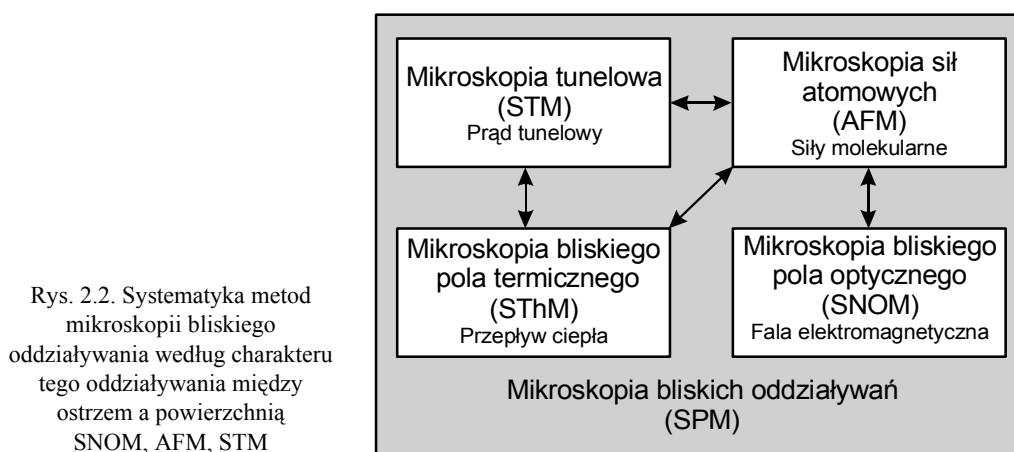
rozmiar ostrza pomiarowego i dynamikę oddziaływania między sondą a powierzchnią. Wraz ze wzrostem dynamiki tego oddziaływania zwiększa się lokalna rozdzielczość obserwacji właściwości preparatu. Zmniejsza się bowiem w ten sposób aktywny obszar mikroostrza pomiarowego, na którym skupia się bliskie pole. Mniejsza sonda wskazuje w ten sposób miejsce pomiaru z większą rozdzielczością i umożliwia obserwację mikroświata na poziomie występujących w nim efektów kwantowych.

Zależność wartości bliskiego oddziaływania od odległości między sondą a preparatem jest kluczem do wysokorozdzielczego pomiaru topografii powierzchni. Jeśli ostrze pomiarowe przesuwa się nad próbką w taki sposób, aby wartość obserwowanego oddziaływania była stała, to otrzymuje się kontur stałego bliskiego pola występującego między ostrzem a powierzchnią. W przy-

padku próbek jednorodnych odpowiada to topografii ich powierzchni. Należy w tym miejscu dodatkowo zaznaczyć, że wartość bliskiego pola zależy również od rodzaju materiału, który tworzy badaną powierzchnię. W przypadku preparatów niejednorodnych oznacza to, że w sygnale pomiarowym, odpowiadającym rejestrowanemu bliskiemu polu, zawarte są też informacje o strukturze materiałowej powierzchni i jej właściwościach.

Mikroskopia bliskich oddziaływań jest także nazywana mikroskopią mikroostrzy. Mikroostrze pomiarowe spełnia rolę nadajnika lub odbiornika wybranego oddziaływania między sondą a powierzchnią. W skaningowych mikroskopach tunelowych ostrze takie jest kolektorem prądu tunelowego elektronów poruszających się między sondą a powierzchnią, a w mikroskopach sił atomowych zawieszono na sprężystej belce ostrze pomiarowe skupia na sobie siły pochodzące od pojedynczych atomów powierzchni próbki.

Na rysunku 2.2 przedstawiono schematycznie główny podział metod pomiarowych mikroskopii bliskich oddziaływań (wraz z ich angielskimi akronimami). Podstawą tego podziału jest charakter oddziaływania występującego między ostrzem pomiarowym a badanym preparatem. Ze względu na badania powierzchni technologicznych szczególnie interesujące są eksperymenty, w których obserwowane jest w jednym procesie pomiarowym kilka oddziaływań występujących między mikroostrzem a badaną powierzchnią. Metody takie są nazywane modularną mikroskopią bliskich oddziaływań i umożliwiają bardziej wszechstronną analizę właściwości powierzchni.



2.1. Mikroskopia tunelowa

Rzeczywistość mikroskopii bliskich oddziaływań zapoczątkowała konstrukcja skaningowego mikroskopu tunelowego. W urządzeniu tym przewodząca mikrosonda zostaje zbliżona do przewodzącej powierzchni badanej na odległość ułamków nanometra. W odległości takiej elektrony z ostrza (lub powierzchni) mogą pokonać drogą tunelowania barierę potencjału między mikroostrzem i badaną próbką.

Między ostrze a próbkę przykłada się różnicę potencjałów elektrycznych U_t i mierzy prąd tunelowy I_t . Modele pasmowe przedstawiono na rysunku 2.3. W tym przypadku sonda jest spolaryzowana potencjałem dodatnim w stosunku do podłoża i elektrony tunelują z ostrza do próbki. Prąd tunelowy I_t zależy nie tylko od wartości

napięcia polaryzującego U_t , ale także od pracy wyjścia z ostrza i próbki (odpowiednio Φ_1 , Φ_2) i od odległości między elektrodami s [8]

$$I_t \propto U_t e^{-2k_0 s}, \quad (2.2)$$

gdzie

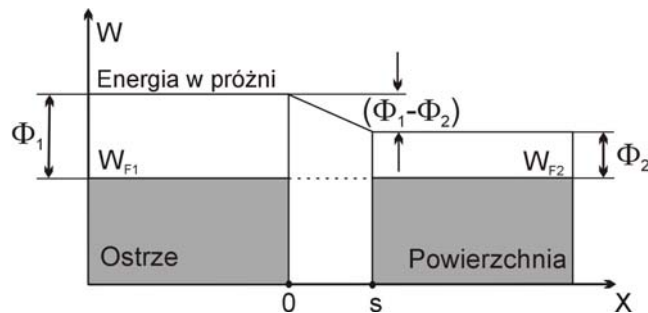
$$k_0 = \frac{\sqrt{2m_e \Phi}}{\hbar}, \quad (2.3)$$

przy czym:

$\Phi = (\phi_1 + \phi_2)/2$ – średnia wartość pracy wyjścia, eV,

m_e – masa elektronu.

W przypadku metali, których praca wyjścia jest rzędu pojedynczych elektronowoltów, współczynnik k_0 przyjmuje wartości na poziomie $0,1 \text{ nm}^{-1}$; zmianie odległości s o $0,1 \text{ nm}$ towarzyszy zmiana prądu tunelowego o jeden rząd.



Rys. 2.3. Modele pasmowe ostrza i powierzchni przewodzącej w mikroskopie tunelowym

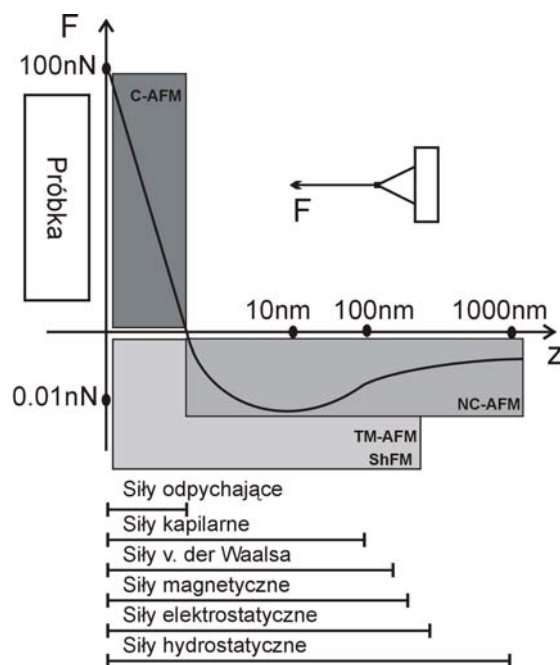
Tak duża dynamika zmian obserwowanego oddziaływania jest podstawą dużej rozdzielczości pomiaru właściwości powierzchni (w płaszczyźnie skanowania XY i kierunku do niej prostopadłym Z – rys. 2.1). Kolektorem prądu jest jedynie przednia część ostrza pomiarowego o promieniu pojedynczych nanometrów. Należy dodatkowo zauważyć, że w mikroskopie tunelowym obserwuje się jedynie strukturę elektronową powierzchni. Jak już wspomniano, w przypadku próbki jednorodnej zmierzone profile stałego prądu tunelowego można utożsamiać z topografią powierzchni preparatu.

2.2. Mikroskopia sił atomowych

W mikroskopii sił atomowych siły występujące między sondą pomiarową a próbką mają charakter bliskiego oddziaływania, którego wartość charakteryzuje powierzchnię. Pomiar tego oddziaływania jest jednym z podstawowych problemów metrologicznych związanych z budową i użytkowaniem mikroskopu sił atomowych.

Wartość sił występujących między ostrzem a powierzchnią waha się w zakresie od 10^{-12} do 10^{-7} N, a ich czujnikiem jest sprężyste ramię (dźwignia lub belka), na końcu którego osadzono mikroostrze pomiarowe (mikroskondę). Wychylenie dźwigni z położenia równowagi stanowi w tym przypadku miarę badanego oddziaływania. Problem pomiaru sił występujących między ostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią sprowadza się zatem do dokładnego określenia właściwości sprężystych dźwigni i pomiaru jej wychylenia.

Wykres typowego rozkładu sił między ostrzem a powierzchnią próbki, w zależności od odległości między nimi, przedstawiono na rysunku 2.4 [9]. Na osiach wykresu zaznaczono orientacyjnie odległości, przy których odpowiednie siły są mierzalne, oraz charakterystyczne wartości poszczególnych oddziaływań.



Rys. 2.4. Rozkład oddziaływań między ostrzem a powierzchnią w zależności od odległości między nimi oraz zasięg działania poszczególnych oddziaływań

W zależności od charakteru oddziaływania między ostrzem a powierzchnią można wyróżnić następujące podstawowe tryby pomiarowe mikroskopii sił atomowych:

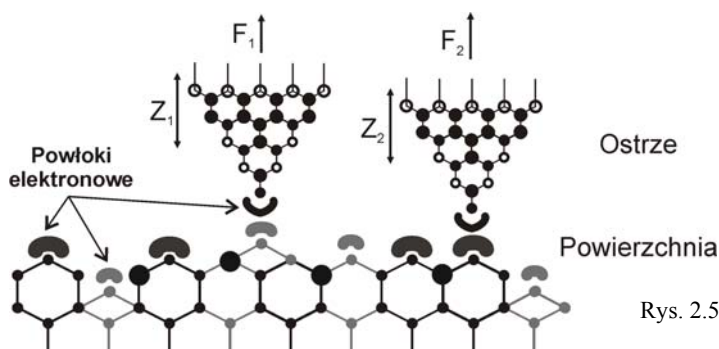
- ◆ mikroskopię oddziaływań odpychających, nazywaną również trybem statycznym mikroskopii sił atomowych (ang. *Contact Atomic Force Microscopy* – C AFM),
- ◆ mikroskopię oddziaływań przyciągających, nazywaną inaczej trybem rezonansowym lub dynamicznym mikroskopii sił atomowych (ang. *Non Contact Atomic Force Microscopy* – NC AFM),

- ♦ rezonansową mikroskopię oddziaływań odpychających (ang. *Tapping Mode Atomic Force Microscopy* – TM AFM),
- ♦ mikroskopię sił ścinających (ang. *Shear Force Microscopy* – ShFM).

2.2.1. Statyczna mikroskopia sił atomowych

Zasada działania statycznego mikroskopu sił atomowych przypomina pracę typowych profilometrów. Zawieszona na sprężystej belce ostrze pomiarowe znajduje się w odległości ułamków nanometra od pierwszej monowarstwy badanej powierzchni. W takiej odległości pojawiają się stosunkowo silne oddziaływania odpychające między ostrzem a pojedynczymi atomami powierzchni (wartości sił odpychających mieszczą się w zakresie do około 10^{-7} N (rys. 2.4)).

Rejestracja wychylenia belki sprężystej, przy znanych parametrach dźwigni, pozwala kontrolować wartość siły działającej na sondę. Odpychanie między atomami sondy i powierzchni pojawia się wtedy, gdy funkcje falowe elektronów z powłok zewnętrznych atomów ostrza i powierzchni zaczynają na siebie zachodzić (rys. 2.5). Pierwotne poziomy energetyczne elektronów obu struktur atomowych ulegają zmianom, przy czym energia elektronów układu się zwiększa. Obowiązuje przybliżona reguła, że siły odpychające zmieniają swoją wartość o dwa rzędy, jeśli odległość między dwoma ciałami zmieni się o 1 nm. Podobnie jak w przypadku prądu tunelowego, tak duża dynamika oddziaływania umożliwia obserwację powierzchni z rozdzielczością atomową [11, 12]. Istotną wadą statycznej mikroskopii sił atomowych są jednak duże wartości nacisków występujących w miejscu kontaktu sondy z próbką (siła nacisku ostrza na powierzchnię kryształu Mg wynosi około $5 \cdot 10^9$ N/m² lub $5 \cdot 10^{-10}$ N/atom [13]). Tak duże wartości ciśnienia (przekraczające często wytrzymałości mechaniczne materiału próbki i sondy) mogą być przyczyną zmiany struktury powierzchni lub uszkodzenia ostrza. Zjawiska te ograniczają zastosowania statycznego mikroskopu sił atomowych w pomiarach topografii próbek wrażliwych na odkształcenia mechaniczne. Dotyczy to zwłaszcza próbek biologicznych i miękkich powierzchni polimerowych.



Rys. 2.5. Zasada działania mikroskopu sił atomowych

2.2.2. Rezonansowa mikroskopia oddziaływań przyciągających

W rezonansowej mikroskopii sił atomowych ostrze jest wprowadzone w obszar oddziaływań przyciągających (rys. 2.4), gdzie typowe odległości między sondą i próbką wynoszą zwykle od 5 do 50 nm [14]. Pojawiające się wówczas między ostrzem a powierzchnią siły przyciągające mieszczą się w zakresie od 10^{-12} do 10^{-9} N i są to oddziaływania praktycznie niemierzalne w statycznej mikroskopii sił atomowych¹. W rezonansowej mikroskopii sił atomowych oddziaływaniami o największej dynamice są oddziaływania kapilarne obserwowane między ostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią. Oddziaływania te są jednak obserwowane na wysokości około 5 nm, co w istotny sposób utrudnia obserwację kształtu powierzchni. Najczęściej do stabilizacji wysokości zawieszenia ostrza nad badaną powierzchnią wykorzystywane są oddziaływania van der Walsa, których zasięg działania sięga wysokości około 50 nm [15]. Pomiary sił magnetycznych wymagają wyprowadzenia mikroostrza pokrytego warstwą magnetyczną z zasięgu działania sił van der Waalsa [16, 17].

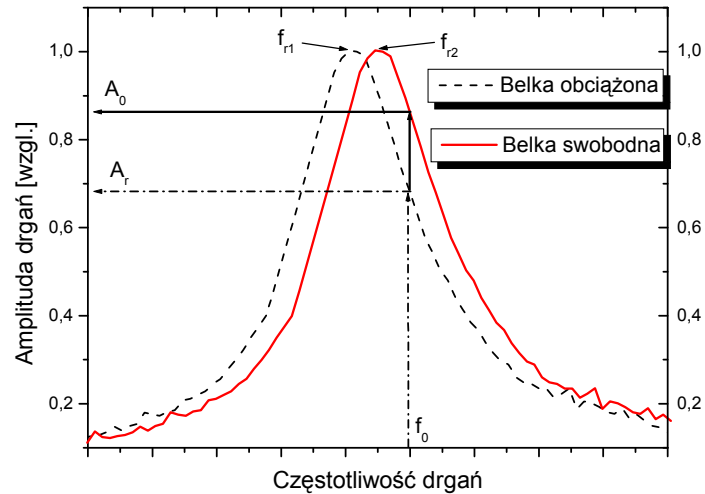
W rezonansowej mikroskopii sił atomowych dźwignia pomiarowa jest wprowadzana w drgania rezonansowe. Pod wpływem oddziaływania przyciągającego, jakie się skupia na mikroostrzu pomiarowym, zmianie ulega częstotliwość rezonansowa dźwigni i dobroć jej drgań. Zmiany tych wielkości w czasie skanowania są podstawą sterowania wysokością zawieszenia ostrza.

Można wyróżnić dwie metody pomiaru gradientu oddziaływania przyciągającego między ostrzem a próbką:

♦ **Detekcję amplitudową** gradientu oddziaływania przyciągającego [14].

Belka pomiarowa jest pobudzana przez zewnętrzny generator do drgań tylko o jednej wybranej częstotliwości f_0 (rys. 2.6). Jeśli zmaleje odległość między ostrzem a powierzchnią, to krzywa rezonansowa przesunie się w kierunku mniejszych częstotliwości. Przy stałym zewnętrznym wzbudzeniu (punkt pracy jest usytuowany na zboczku krzywej rezonansowej dźwigni nieobciążonej) oznacza to spadek amplitudy drgań od A_0 do A_r (rys. 2.6). Zmianę tę wykorzystuje się do ustalenia odległości między próbką a powierzchnią tak, aby amplituda drgań belki była równa wcześniej zadanej. Mikroskop z amplitudową detekcją gradientu oddziaływania przyciągającego charakteryzuje się stosunkowo prostą architekturą systemu pomiarowego. Uzyskanie obrazów o atomowej zdolności rozdzielczej jest jednak bardzo utrudnione i wymaga prowadzenia pomiarów w środowisku, w którym zakłócenia są nadzwyczaj starannie tłumione [18].

¹ Zdolność rozdzielczą statycznego mikroskopu sił atomowych ogranicza zasadniczo niskoczęstotliwościowy i termiczny szum występujący w obwodach sterująco-pomiarowych urządzenia. Rezonansowe mikroskopy sił przyciągających pracują w układzie zmiennoprądowym i wąskopasmowym, co powoduje, że udział tych szumów jest silnie zmniejszony. W konsekwencji możliwa staje się obserwacja słabych oddziaływań przyciągających występujących między ostrzem a powierzchnią.



Rys. 2.6. Krzywe rezonansowe belki obciążonej i swobodnej rezonansowego mikroskopu sił atomowych

♦ **Detekcję częstotliwościową** gradientu oddziaływania przyciągającego [19].
Częstotliwość drgań rezonansowych belki sprężystej f_r określa zależność

$$f_r = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m^*}}, \quad (2.4)$$

w której:

k – stała sprężystości,

m^* – zredukowana masa mikrobilki.

Gradient oddziaływania przyciągającego skupionego na ostrzu pomiarowym powoduje zatem przesunięcie częstotliwości rezonansowej dźwigni sprężystej. W rozważanym przypadku belka pomiarowa jest pobudzana do drgań przez przetwornik piezoelektryczny zasilany z układu generatora samowzbudnego. Elementem ustalającym częstotliwość oscylacji generatora (pełniącym podobną rolę jak rezonatory kwarcowe) jest dźwignia pomiarowa obciążona siłami przyciągającymi. Wynik porównania częstotliwości rezonansu belki wolnej f_{r1} z obciążoną f_{r2} (rys. 2.6) jest podstawą określenia wartości oddziaływania między ostrzem a powierzchnią [20, 21, 22].

2.2.3. Rezonansowa mikroskopia oddziaływań odpychających

W przypadku rezonansowych mikroskopów oddziaływań odpychających dźwignia sprężysta drga w rezonansie ponad badaną powierzchnią. W porównaniu z mikroskopią rezonansową oddziaływań przyciągających amplituda tych drgań jest jednak zdecydowanie większa i sięga wartości około 100 nm [23, 24]. Ostrze pomiarowe wprowadzane jest w obszar zasięgu sił odpychających (dotyka powierzchni) jedynie

w części cyklu pomiarowego, w pozostałej zaś fazie drgań sonda pomiarowa jest całkowicie wyprowadzana ze strefy sił odpychających. Wartość amplitudy oscylacji lub różnica fazy między drganiami ostrza a pobudzeniem jest miarą oddziaływania, które skupia się na mikrosondzie. Rezonansowa mikroskopia oddziaływań odpychających jest obecnie coraz częściej stosowaną metodą pomiaru właściwości powierzchni. Zaletami pomiarów przeprowadzanych w tym trybie są:

- ◆ ochrona preparatu przed uszkodzeniem mechanicznym wywołanym zbyt dużym statycznym naciskiem sondy na preparat,
- ◆ obserwacja próbki za pomocą ostrza, które jest w mniejszym stopniu narażone na stępienie,
- ◆ stosunkowo niewielka wrażliwość układu na zakłócenia wywołane pasożytniczymi wibracjami i szumami niskoczęstotliwościowymi układów elektronicznych mikroskopu.

2.2.4. Mikroskopia sił ścinających

Do badania właściwości powierzchni w praktyce laboratoryjnej często jest stosowana mikroskopia sił ścinających [25, 26, 27]. W technice tej drgania rezonansowe włókna pomiarowego zakończonego ostrzem pomiarowym zachodzą równolegle do powierzchni na wysokości kilkudziesięciu nanometrów². Oddziaływanie dynamiczne między powierzchnią preparatu a ostrzem pomiarowym zmienia amplitudę i fazę tych drgań. Jest to podstawą do sterowania wysokością zawieszenia ostrza ponad skanowaną powierzchnią. Mikroskopię sił ścinających najczęściej stosowano w mikroskopii bliskiego pola optycznego (ang. *Scanning Near Optical Microscopy* – SNOM), gdzie wartość oddziaływań ścinających skupionych na ostrzu pomiarowym definiowała odległość między sondą optyczną a badaną powierzchnią. Opisywana technika pomiarowa w porównaniu z metodami mikroskopii sił atomowych, w których ostrze drga w kierunku pionowym ku powierzchni, charakteryzuje się mniejszą rozdzielczością obserwacji topografii powierzchni. Możliwość wytwarzania we własnym zakresie różnorodnych ostrzy pomiarowych o odpowiednich właściwościach i prostota konstrukcji systemu pomiarowego sprawia, że technika ta jest szczególnie często stosowana do badania powierzchni technologicznych.

2.2.5. Zaawansowane metody mikroskopii sił atomowych

Podstawowe metody mikroskopii sił atomowych pozwalają jedynie na wysokorozdzielcze pomiary topografii powierzchni. Bardziej wszechstronne badanie właściwości preparatu jest możliwe w zaawansowanych trybach mikroskopii sił atomowych. Cechą charakterystyczną tych ostatnich jest prowadzenie w jednym cyklu pomiarowym selektywnych obserwacji:

² W pracy [20] mikroskopię sił ścinających (*Shear force*) nazwano mikroskopią sił tarcia.

- ◆ Oddziaływań dynamicznych, na podstawie których można wnioskować o kształcie badanej powierzchni.

Pomiary takie mogą być wykonywane w statycznym i rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych. Obserwacja takich oddziaływań ma w tym przypadku charakter podstawowy i jest przeprowadzana we wszystkich metodach zaawansowanej mikroskopii sił atomowych.

- ◆ Dodatkowych oddziaływań dynamicznych skupionych na mikroostrzu, które odwzorowują właściwości mechaniczne (trybologiczne i elastyczne), elektryczne lub magnetyczne powierzchni.

Obserwacja tych oddziaływań jest możliwa dzięki odpowiedniej detekcji wychylenia ostrza pomiarowego, która pozwala na selektywne określenie poszczególnych sił działających na mikroostrze.

W tabeli 2.1 zestawiono najważniejsze zaawansowane metody mikroskopii sił atomowych.

Tabela 2.1. Zaawansowane metody mikroskopii sił atomowych

| Lp. | Metoda obserwacji topografii powierzchni | Metody pomiarowe | Obserwowane oddziaływanie | Możliwości badawcze |
|-----|--|---|---------------------------|---|
| 1 | Statyczna mikroskopia sił atomowych | mikroskopia sił tarcia (ang. <i>Friction Force Microscopy</i> – FFM) [28, 29] | siły odpychające | obserwacja zachowań trybologicznych w układzie ostrze–powierzchnia |
| | | mikroskopia modulowanej siły nacisku (ang. <i>Modulation Load Force Microscopy</i> – MLFM) [30, 31] | siły odpychające | lokalne obserwacje modułu sprężystości Younga |
| | | mikroskopia sił magnetycznych (ang. <i>Magnetic Force Microscopy</i> – MFM) [32] | siły magnetyczne | obserwacje struktury magnetycznej powierzchni |
| 2 | Rezonansowa mikroskopia sił atomowych | mikroskopia sił elektrostatycznych (ang. <i>Electrostatic Force Microscopy</i> – EFM) [33, 34] | siły elektrostatyczne | obserwacje rozkładu potencjałów Kelvina, domieszkowania w strukturach półprzewodnikowych, napięć w układach scalonych |
| | | mikroskopia sił magnetycznych (ang. <i>Magnetic Force Microscopy</i> – MFM) [16, 17, 35, 36] | siły magnetyczne | obserwacje struktury magnetycznej powierzchni |

2.3. Termiczna mikroskopia bliskiego pola

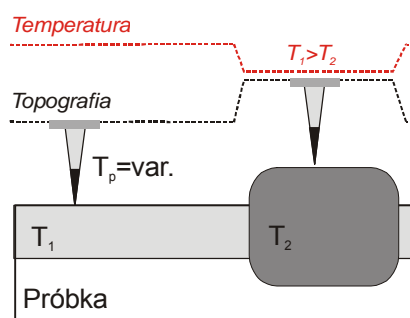
W mikroskopii termicznej bliskiego pola (ang. *Scanning Thermal Microscopy* – SThM) bliskim oddziaływaniem, obserwowanym w czasie pomiaru powierzchni, jest przepływ ciepła między termiczną sondą wykonaną w postaci mikroostrza a badaną próbką [37]. Można wyróżnić dwa podstawowe tryby pomiarowe skaningowej mikroskopii termicznej:

♦ **Tryb pasywny** – mikroostrze pełni rolę czujnika temperatury (rys. 2.7).

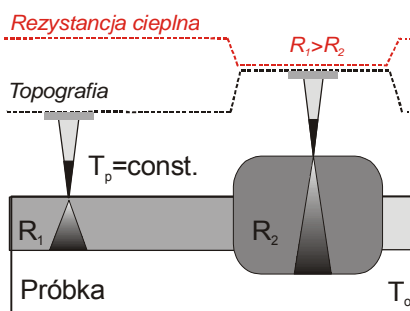
Przedmiotem badań jest w tym przypadku rozkład temperatury panującej na powierzchni badanej struktury. Przeprowadzone eksperymenty wykazały, że w statycznej mikroskopii termicznej bliskiego pola możliwy jest pomiar temperatury pracującego układu scalonego dokonywany z rozdzielczością 10 mK [38, 39, 40]. Statyczną mikroskopię termiczną zastosowano również do pomiarów temperatury panującej na powierzchni laserów z pionową wnęką rezonansową (ang. *Vertical Cavity Surface Emitting Laser* – VCSEL) [41]. Temperatura panująca na górnym zwierciadle struktury zmienia w sposób istotny wartość współczynnika załamania światła. Dodatkowo nierównomierny rozkład temperatury powoduje zmiany wymiarów wnęki lasera, co prowadzi w konsekwencji do przeskoków modów emitowanego promieniowania. Modelowanie zjawisk w tego typu strukturach jest nadzwyczaj utrudnione i obciążone dużymi błędami. Pomiaru wykonane za pomocą statycznego mikroskopu termicznego wykazały w tym przypadku wzrost temperatury o 15 K w obszarze, jaki się rozciągał w otoczeniu 5 μm wokół obszaru aktywnego [41]. Zastosowanie ostrzy pomiarowych o wymiarach na poziomie kilkudziesięciu nanometrów umożliwia natomiast obserwację transportu ciepła w nanorurkach węglowych [42].

♦ **Tryb aktywny** – mikroostrze jest jednocześnie źródłem ciepła (mikrogrzejnikiem) i czujnikiem temperatury [43] (rys. 2.8).

W czasie badania powierzchni temperatura ostrza pomiarowego jest stabilizowana w zamkniętym układzie sterowania. Moc dostarczona do mikros sondy, która jest niezbędna aby temperaturę sondy utrzymać na zadanym poziomie, jest miarą rezystancji cieplnej układu, który tworzy ostrze, warstwa kontaktowa między ostrzem a preparatem i wewnątrz próbki. W pew-



Rys. 2.7. Skaningowa mikroskopia termiczna – tryb pasywny

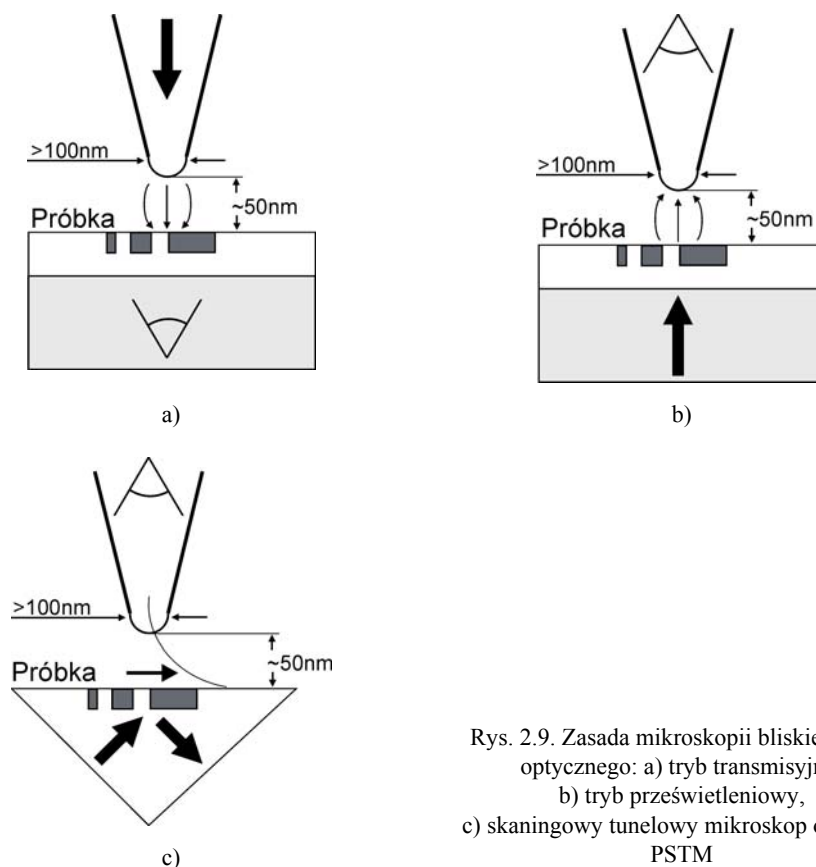


Rys. 2.8. Skaningowa mikroskopia termiczna – tryb aktywny

nych konfiguracjach pomiarowych moc dostarczona do mikros sondy cieplnej odwzorowuje wartość lokalnej przewodności cieplnej powierzchni preparatu. Aktywna mikroskopia termiczna bliskiego pola pozwala na obserwację rezystancji cieplnej układów, których podłoża tworzą materiały o dużej przewodności cieplnej [44, 45] i warstw polimerowych [46, 47, 48].

2.4. Mikroskopia bliskiego pola optycznego

W mikroskopii bliskiego pola optycznego sonda optyczna jest integrowana na ostrzu pomiarowym włókna lub dźwigni sprężystej. Sonda ta pełni rolę anteny optycznej (ang. *Optical Antenna* – OA), która jest odbiornikiem lub nadajnikiem propagowanej fali elektromagnetycznej (światłej) [8]. W przypadku transmisyjnego trybu mikroskopii bliskiego pola optycznego sonda, wykonana w postaci ostrza o promieniu dziesiątek nanometrów i zawieszona na wysokości kilkudziesięciu nanometrów nad badaną powierzchnią, jest nadajnikiem fali świetlnej oświetlającej badaną próbkę (rys. 2.9a) [49].



Rys. 2.9. Zasada mikroskopii bliskiego pola optycznego: a) tryb transmisyjny, b) tryb prześwietleniowy, c) skaningowy tunelowy mikroskop optyczny PSTM

Natężenie światła, które przechodzi przez badaną próbkę jest rejestrowane za pomocą makroskopowego układu detekcyjnego. W prześwietleniowym trybie mikroskopii bliskiego pola optycznego próbka jest oświetlana rozciągniętą wiązką światła [50]. Promieniowanie to przechodzi następnie przez preparat i jest rejestrowane za pomocą sondy optycznej, która jest w tej technice odbiornikiem promieniowania elektromagnetycznego.

Osobnego komentarza wymaga skaningowa tunelowa mikroskopia bliskiego pola optycznego (ang. *Photon Scanning Tunneling Microscope* – PSTM) [51]. W technice tej badana próbka jest umieszczona na pryzmacie, do którego wprowadzone jest światło pod kątem całkowitego wewnętrznego odbicia. Światło biegnące w pryzmacie, z racji swojej falowej natury, propaguje się jednak również w postaci tzw. fali zanikającej w obszarze powyżej badanej powierzchni. Jeśli w obszar ten wprowadzimy sondę optyczną, to może ona – jako odbiornik promieniowania – rejestrować natężenie tej fali [52, 53]. Natężenie pola zanikającego zależy w tym przypadku między innymi od współczynników załamania światła materiałów tworzących preparat i wysokości zawieszenia sondy [54, 55].

Duże możliwości badawcze skaningowej mikroskopii bliskiego pola optycznego wiążą się z możliwością:

- ♦ Odzorowania kształtu i właściwości optoelektronicznych powierzchni za pomocą ostrzy pomiarowych, których średnica jest rzędu dziesiątek nanometrów.

Jak już wspomiano w rozdziale 2., tak małe wymiary ostrzy definiują miejsce pomiaru z dużą lokalną rozdzielczością. Dodatkowo, w transmisyjnym trybie mikroskopii bliskiego pola optycznego, preparat jest oświetlany z odległości dużo mniejszej niż długość promieniowania roboczego³. Umożliwia to badania powierzchni z większą rozdzielczością aniżeli wynika to z dyfrakcyjnego kryterium Abbego, znanego z klasycznej mikroskopii optycznej. W przypadku mikroskopii bliskiego pola optycznego lokalna rozdzielczość pomiaru właściwości powierzchni sięga około 30 nm. W badaniach laboratoryjnych stosowane są jako sondy pomiarowe zaostrzone włókna światłowodowe [56]. Zaletą takich rozwiązań jest możliwość przygotowania czujników optycznych o różnych właściwościach metrologicznych we własnym zakresie. Wady czujników włóknistych, związane głównie z niepowtarzalnością parametrów, są wyeliminowane natomiast w przypadku dźwigni mikromechanicznych, z którymi integrowane są ostrza zawierające nanoapertury [57, 58] lub zintegrowane detektory półprzewodnikowe [59]. Wśród głównych zastosowań mikroskopii bliskiego pola optycznego należy wskazać badania struktur biologicznych, badania niskowymiarowych struktur optoelektronicznych [60] i układów molekularnych [61].

³ W przypadku prześwietleniowego trybu mikroskopii bliskiego pola optycznego oraz w mikroskopii tunelowej bliskiego pola optycznego dotyczy to detekcji promieniowania na wysokości dużo mniejszej niż długość promieniowania roboczego.

- ◆ Prowadzenia badań spektroskopowych promieniowania emitowanego w czasie reakcji chemicznych zachodzących między różnymi molekułami znajdującymi się na badanej powierzchni.

Mikroskopia bliskiego pola optycznego otwiera w tym zakresie unikatowe możliwości badawcze – zdolność rozdzielcza umożliwia bowiem obserwacje przebiegu reakcji chemicznych na poziomie molekularnym. Dotyczy to również badań fluorescencji, w których pojedyncze molekuły badanej substancji są pobudzane do świecenia przez wiązkę promieniowania kierowanego poprzez włókno mikroskopu [62, 63].

- ◆ Modyfikacji właściwości powierzchni (nanolitografii) za pomocą wiązki światła emitowanej z ostrza mikroskopu [64, 65].
- ◆ Obserwacji rozchodzenia się plazmonów powierzchniowych w optoelektronicznych układach niskowymiarowych.

Mikroskopia bliskiego pola optycznego umożliwia w tym przypadku bezpośrednie odwzorowanie sposobu propagowania się fali elektromagnetycznej na powierzchni struktur niskowymiarowych [66, 67]. Badania takie wymagają jednak nadzwyczaj starannego przygotowania sond pomiarowych, które mogą w istotny sposób zaburzać lub zniekształcać sposób propagowania się fali elektromagnetycznej [68].

2.5. Modułarna mikroskopia bliskich oddziaływań

W przypadku modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań charakterystyczne jest prowadzenie w jednym procesie pomiarowym obserwacji kilku bliskich oddziaływań o różnym charakterze, występujących między ostrzem a powierzchnią. Dotyczy to rejestracji:

- ◆ Oddziaływania, na podstawie którego można odwzorować kształt badanej powierzchni.

Dzięki takiej rejestracji możliwe jest także czasami zawieszenie mikrosondy na stałej wysokości ponad badaną powierzchnią. W większości eksperymentów modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań oddziaływaniem takim jest siła skupiona na mikroostrzu pomiarowym. Możliwe jest dzięki temu badanie właściwości powierzchni próbek izolacyjnych i przewodzących elektrycznie lub termicznie.

- ◆ Oddziaływania dodatkowego, którego przebieg pozwala wnioskować o elektrycznych, termicznych lub optycznych właściwościach powierzchni.

Oddziaływaniem takim może być prąd tunelowy, przepływ ciepła, prąd upływności warstwy półprzewodnikowej lub izolacyjnej.

W tabeli 2.2 zestawiono najważniejsze metody pomiarowe mikroskopii bliskich oddziaływań.

Tabela 2.2. Metody modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań

| Lp. | Metoda obserwacji topografii powierzchni | Metody pomiarowe | Obserwowane oddziaływanie | Możliwości badawcze |
|-----|--|---|---|--|
| 1 | Statyczna mikroskopia sił atomowych | mikroskopia pojemnościowa (ang. <i>Scanning Capacitance Microscopy</i> – SCM) [69, 70, 71, 72] | siły odpychające, pojemność między ostrzem a obszarem ładunku przypowierzchniowego w strukturze MOS | obserwacje topografii, rozkładu domieszki w układach niskowymiarowych |
| | | mikroskopia rezystancji rozplywu (ang. <i>Spreading Resistance Microscopy</i> – SRM) [73] | siły odpychające, rezystancja rozplywu | obserwacje topografii, rozkładu rezystancji w układzie ostrze–powierzchnia |
| | | mikroskopia przewodności elektrycznej (ang. <i>Conductive Probe Microscopy</i> – C SPM) [74, 75] | siły odpychające, przewodność elektryczna powierzchni | |
| | | Skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego (ang. <i>Scanning Thermal Microscopy</i> – SThM) [43] | przepływ ciepła | pomiary temperatury, rezystancji cieplnej i przewodności cieplnej warstwy |
| 2 | Rezonansowa mikroskopia sił atomowych | mikroskopia bliskiego pola optycznego (ang. <i>Scanning Optical Nearfield Microscopy</i> – SNOM) [61, 63] | fala elektromagnetyczna | obserwacja rozkładu współczynnika załamania światła, fluorescencji |
| 3 | Mikroskopia sił ścinających | modularna mikroskopia tunelowa i sił atomowych [76, 77] | prąd tunelowy | lokalne obserwacje emisji polowej |
| 4 | Mikroskopia tunelowa | modularna mikroskopia tunelowa i bliskiego pola termicznego [78] | przepływ ciepła | obserwacje rozkładu temperatury na powierzchni |
| | | modularna mikroskopia tunelowa i bliskiego pola optycznego [50] | fala elektromagnetyczna | obserwacja rozkładu współczynnika załamania |

3. Belka mikroskopu bliskich oddziaływań

Częścią centralną mikroskopu bliskich oddziaływań jest dźwignia – sprężyste ramię, na którego końcu jest zawieszono ostrze pomiarowe. Właściwości sprężyste czujnika i charakterystyka zastosowanego ostrza pomiarowego decydują o jakości obserwacji bliskich oddziaływań.

W praktyce laboratoryjnej stosuje się zwykle dźwignie wytwarzane w technologii mikroelektronicznej. Materiałem, który stanowi część sprężystą takich belek i z którego są również wykonane mikroostrza dźwigni, jest zwykle krzem lub azotek krzemu [79, 80]. Dzięki modyfikacji wymiarów geometrycznych czujników możliwa jest budowa czujników o stałych sprężystości z zakresu od 0,1 do 100 N/m i częstotliwościach rezonansowych z przedziału od 15 kHz do 1 MHz. Opisywane konstrukcje, które w wersji podstawowej umożliwiają pomiary topografii powierzchni za pomocą mikroskopu sił atomowych, charakteryzują się dodatkowo powtarzalnymi parametrami użytkowymi i stosunkowo niewielkimi kosztami wytwarzania.

Zastosowanie tych czujników w modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań, w której prowadzi się obserwację takich właściwości powierzchni, jak np. twardość, przewodność cieplna i elektryczna oraz namagnesowanie, wymaga modyfikacji właściwości końcówki mikrosondy pomiarowej. Proces ten jest również nazywany funkcjonalizowaniem ostrza. Jego zadaniem jest uczynienie mikrosondy czułą na konkretne oddziaływanie występujące między ostrzem a badanym preparatem. Osiąga się to zwykle przez cienkowarstwowe pokrycie ostrza warstwą metaliczną, diamentopodobną lub biologicznie czynną. W zależności od metody pomiarowej mikroskopii bliskich oddziaływań, zadaniem takiego pokrycia jest np. zwiększenie twardości końcówki, zapewnienie jej odpowiedniej przewodności elektrycznej lub wstępnego namagnesowania.

Osobną grupę dźwigni mikroskopów bliskiego pola stanowią dźwignie wytrawiane z folii i drutów metalowych. Znajdują one zastosowanie głównie w mikroskopii sił ścinających *Shear force* i w niektórych metodach modularnej mikroskopii sił atomowych, takich jak skaningowa mikroskopia pojemnościowa. Walorem tego typu czujników są niewielkie koszty wytwarzania, o ich zasadniczych wadach decyduje zaś mała powtarzalność właściwości sprężystych belki i parametrów ostrza.

Należy też zauważyć, że dźwignie sprężyste o możliwie najlepszej charakterystyce pomiarowej powinny się jednocześnie charakteryzować małą wartością stałej sprężystości (mniejszą niż 100 N/m) i dużą częstotliwością rezonansową (większą niż 100 kHz). Czujniki takie są mniej wrażliwe na zakłócenia związane z wibracjami występującymi w otoczeniu systemu. Zmniejszony wpływ szumu termicznego drgań dźwigni pozwala detekować siły na poziomie pojedynczych pikoniutonów [81]. Detekcja tak małych sił i odporność na zakłócenia jest możliwa do uzyskania, gdy wymiary belki są odpowiednio zmniejszone. Wymiary jednej z najnowocześniejszych tego typu konstrukcji wynoszą odpowiednio: grubość 100 nm, szerokość 5 μm i długość w zakresie od 27 do 32 μm [81]. Wytwarzanie takich elementów jest jednak utrudnione i wymaga zastosowania krzemowych podłoży SOI (ang. *Silicon on Insulator* – SOI) oraz przeprowadzenia złożonych procesów elektronolitografii, połączonych z trawieniem plazmowym [82]. W przypadku użycia tego typu czujników dodatkowymi trudnościami są również detekcja ugięcia tak małych elementów oraz ich zamocowanie w głowicy mikroskopu.

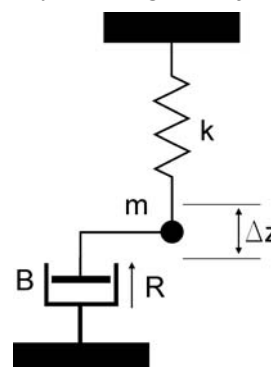
Niezależnie od materiału, z jakiego dźwignia sprężysta i sonda są wykonane, wysokorozdzielczy pomiar bliskiego pola wymaga:

- ♦ zastosowania dźwigni pomiarowych o stałej sprężystości i częstotliwości rezonansowej dostosowanych do warunków eksperymentu,
- ♦ zastosowania czułych na konkretne oddziaływanie ostrzy pomiarowych,
- ♦ precyzyjnego doboru czasu i szybkości skanowania preparatu,
- ♦ doboru pasma przenoszenia systemu sterująco-pomiarowego, tak aby ograniczyć wpływ szumów i jednocześnie wiernie odtworzyć właściwości powierzchni.

Spełnienie wymienionych postulatów i poprawna interpretacja rejestrowanych obrazów wymaga ścisłego opisu właściwości sprężystych belki oraz charakterystyki drgań dźwigni pod wpływem sił skupianych na końcówce pomiarowej.

3.1. Siły działające na ostrze pomiarowe, drgania belki

Wychylenia dźwigni sprężystej mikroskopu bliskich oddziaływań dogodnie jest modelować drganiami prostego oscylatora harmonicznego. W tym przypadku zakłada się, że belka sprężysta jest nieważką sprężyną o stałej k , na końcu której jest zawieszona ostrze o masie m , zanurzone w ośrodku lepkiem o współczynniku oporu wiskotycznego B (rys. 3.1).



Rys. 3.1. Belka mikroskopu bliskich oddziaływań jako prosty oscylator harmoniczny

Na rysunku 3.1 oznaczono schematycznie opór ośrodka tłumikiem, założono jednocześnie, że jest on wprost proporcjonalny do prędkości $R = -B(\partial z/\partial t)$. Równanie sił działających na masę m , zawieszoną na nieważkiej sprężynie o stałej sprężystości k , określa w tym przypadku zależność [74]

$$m \frac{\partial^2 z(t)}{\partial t^2} + B \frac{\partial z(t)}{\partial t} + kz(t) = 0, \quad (3.1)$$

którą dogodnie jest przekształcić do postaci

$$\frac{k}{\omega_0^2} \frac{\partial^2 z(t)}{\partial t^2} + \frac{k}{\omega_0} Q \frac{\partial z(t)}{\partial t} + kz(t) = 0, \quad (3.2)$$

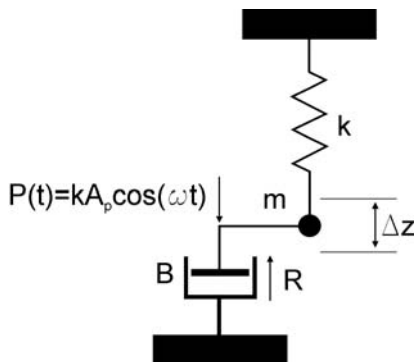
gdzie:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad \text{– pulsacja drgań swobodnych nietłumionych,}$$

$$Q = \frac{B}{\sqrt{km}} \quad \text{– dobroć układu.}$$

Jeśli układ taki zostanie pobudzony do drgań siłą okresowo zmienną $P(t) = kA_p \cos(\omega t)$, to masa m zawieszona na sprężynie o stałej sprężystości k drga harmonicznym zgodnie z zależnością (rys. 3.2)

$$kA_p \cos(\omega t) = \frac{k}{\omega_0^2} \frac{\partial^2 z(t)}{\partial t^2} + \frac{k}{\omega_0} Q \frac{\partial z(t)}{\partial t} + kz(t). \quad (3.3)$$



Rys. 3.2. Drgania wymuszone tłumione belki mikroskopu bliskich oddziaływań

W przypadku drgań o tłumieniu niekrytycznym, tzn. gdy $Q > 1/2$, mogą powstawać oscylacje rezonansowe o amplitudzie A_{\max} , częstości ω_R i fazie drgań φ_R , gdzie

$$A_{\max} = A_p Q \frac{1}{\sqrt{1 - \frac{1}{4Q^2}}}, \quad (3.4)$$

$$\omega_R = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}, \quad (3.5)$$

$$\varphi_R = \arctg 2Q \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}}. \quad (3.6)$$

W przypadku stosowanych w praktyce laboratoryjnej dźwigni pomiarowych, dla których dobroć osiąga wartości większe niż 200, równania powyższe upraszczają się do postaci:

$$A_{\max} \approx A_p Q, \quad (3.7)$$

$$\omega_R \approx \omega_0, \quad (3.8)$$

$$\varphi_R \approx \arctg 2Q. \quad (3.9)$$

W dziedzinie zmiennej zespolonej równanie wyjściowe opisujące ruch końcówki dźwigni $z(j\omega)$ pod wpływem siły $f(j\omega)$ można zapisać

$$z(j\omega) = \left[\frac{\omega_0^2}{\omega_0^2 - \omega^2 + \frac{j\omega\omega_0}{Q}} \right] \frac{f(j\omega)}{k} = X(j\omega) \frac{f(j\omega)}{k}, \quad (3.10)$$

gdzie $X(j\omega)$ jest zespolonym zapisem drgań tłumionego oscylatora harmonicznego.

Moduł tej odpowiedzi, który opisuje kształt krzywej rezonansowej drgań dźwigni sprężystej, przyjmuje postać

$$|X(j\omega)| = \frac{\omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega_0^2 \omega^2}{Q^2}}}. \quad (3.11)$$

Energia drgającego oscylatora harmonicznego jest proporcjonalna do kwadratu jego amplitudy drgań. Dla swobodnie drgającego oscylatora energia ta jest rozpraszana, zgodnie z równaniem

$$E(t) = E(0) e^{-\frac{\omega_0 t}{Q}}. \quad (3.12)$$

Analiza powyższego równania pokazuje, że podczas badań, w których ostrze drga z dużą dobrocią Q , stała czasowa, definiowana przez iloraz Q/ω_0 , przyjmuje stosunkowo dużą wartość. W konsekwencji amplituda drgań belki zmienia się pod wpływem oddziaływania skupianego na ostrzu bardzo powoli. Zjawisko to ma szczególnie duże znaczenie dla eksperymentów prowadzonych w układach próżniowych, gdzie dobroć układu sięga wartości kilkudziesięciu tysięcy. W badaniach takich stosuje się zwykle detektory częstotliwości rezonansowej drgającej belki [19]

(w postaci analogowych i cyfrowych pętli PLL lub detektorów koincydencyjnych) zamiast detektorów amplitudy drgającej dźwigni (w postaci prostowników sygnałowych lub detektorów fazoczułych) [14]. Dalszą konsekwencją opisywanego zjawiska jest ograniczenie prędkości skanowania powierzchni (lub przesuwu mikroostrza). Większe stałe czasowe ustalania się drgań wymagają bowiem odpowiednio dłuższego czasu między kolejnymi punktami pomiarowymi, w których drgania te będą osiągać stabilny charakter.

Model opisujący drgania belki drganiami prostego oscylatora harmonicznego jest szczególnie przydatny dla klasycznej rezonansowej mikroskopii sił atomowych, kiedy belka wzbudzona jest do drgań o częstotliwości bliskiej częstotliwości podstawowej. Rzeczywista belka mikroskopu bliskich oddziaływań jest jednak układem o parametrach rozłożonych – masa dźwigni jest w tym przypadku rozłożona wzdłuż całej długości czujnika. Drgania takiej dźwigni opisuje się wówczas drganiami poprzecznymi prostych belek wspornikowych, a równanie drgań giętych belki przyjmuje postać [84]

$$EJ \frac{\partial^4 z(x,t)}{\partial x^4} + \rho_A \frac{\partial^2 z(x,t)}{\partial t^2} = 0, \quad (3.13)$$

gdzie:

E – moduł Younga materiału belki,

z – wychylenie belki,

ρ_A – gęstość dźwigni,

J – moduł bezwładności belki.

Równanie (3.13) ma charakter przybliżony, gdyż nie uwzględnia wpływu sił poprzecznych ani też momentów sił bezwładności, wynikających z obrotów (kątów ugięcia) poszczególnych przekrojów. Dla dźwigni smukłych (rys. 3.2), czyli takich, jakie są stosowane w mikroskopii bliskich oddziaływań, równanie powyższe jest w pełni wystarczające. Przy założeniu, że ruch belki jest ruchem drgającym, można zapisać dodatkowo

$$\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = -\omega_s^2 z,$$

gdzie ω_s jest pulsacją drgań belki wspornikowej.

Równanie (3.13) przyjmuje zatem postać

$$EJz^{IV} - \rho_A \omega_s^2 z = 0 \quad (3.14)$$

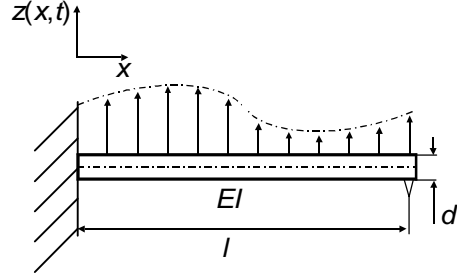
lub

$$z^{IV} - \lambda^4 z = 0, \quad (3.15)$$

gdzie

$$\lambda = \sqrt[4]{\frac{\rho_A \omega_s^2}{EJ}}. \quad (3.16)$$

Rys. 3.3. Dźwignia sprężysta mikroskopu bliskich oddziaływań jako jednorodna belka wspornikowa. Wymiary belki: l – długość, d – grubość



Całkę ogólną równania (3.13) można po rozdzieleniu zmiennych przedstawić w postaci

$$v(x, t) = \Phi(x)\psi(t). \quad (3.17)$$

Rozwiązaniem równania jest funkcja

$$\Phi(x) = C_1 \sin \lambda x + C_2 \cos \lambda x + C_3 \sinh \lambda x + C_4 \cosh \lambda x. \quad (3.18)$$

Dla ułatwienia obliczeń wprowadza się specjalne funkcje częstotliwości (nazywane również funkcjami Kryłowa) oraz współrzędną względną

$$\bar{x} = \frac{x}{l}, \quad \text{gdzie } 0 \leq \bar{x} \leq 1.$$

Równanie (3.13) można zatem zapisać w postaci

$$\Phi^{IV}(\bar{x}) - \alpha^4 \Phi(\bar{x}) = 0,$$

gdzie

$$\alpha = \lambda l = \sqrt[4]{\frac{\rho_A l^4 \omega_s^2}{EJ}}. \quad (3.19)$$

Po przekształceniach powyższej zależności otrzymuje się tzw. wiekowe równanie pulsacji ω_s w postaci

$$\omega_s = \frac{\alpha^2}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho_A}}. \quad (3.20)$$

Dla jednorodnej belki wspornikowej (czyli takiej, jaką stosuje się w mikroskopii bliskich oddziaływań) o stałym przekroju i stałej sztywności współczynniki α spełniają równanie [84]

$$\cosh \alpha \cos \alpha + 1 = 0, \quad (3.21)$$

czyli:




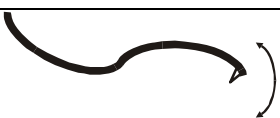
$$\alpha_1 = 1,875,$$

$$\alpha_2 = 4,694,$$

$$\alpha_i \approx \frac{2i-1}{2} \pi \quad \text{dla } i > 2, \text{ a ciąg pulsacji wyznacza się zgodnie z formułą (3.20).}$$

W badaniach powierzchni dźwignia mikroskopu bliskich oddziaływań może zatem być wzbudzona do drgań rezonansowych o różnej częstotliwości. Badania prowadzone przy częstotliwościach wyższego rzędu umożliwiają odwzorowanie powierzchni z większą prędkością skanowania i zwiększają kontrast uzyskiwanego obrazu [85, 86]. W przypadku nieparzystych modów drgań belki (tab. 3.1) ostrze wykonuje ruchy nie tylko w osi prostopadłej do badanej powierzchni, ale również równoległe do preparatu. Ostrze podlega zatem oddziaływaniom, które są obserwowane w klasycznej mikroskopii sił przyciągających i w mikroskopii sił tarcia. Dokładna ilościowa analiza uzyskanych wyników jest jednak bardzo utrudniona i metodę tę stosowano jedynie w pomiarach właściwości powierzchni zawierających szczeliny o wysokości około 200 nm.

Tabela 3.1. Drgania belki mikroskopu bliskich oddziaływań jako belki wspornikowej

| Rząd drgań | Współczynnik α_i^2 | Pozycja węzłów drgań | Stała sprężystości | Amplituda drgań | Postać drgań |
|------------|---------------------------|----------------------|--------------------|-----------------|--|
| 1 | 3,52 | 0 | k | A |  |
| 2 | 22,00 | 0 0,783 | $40,4k$ | $0,32A$ |  |
| 3 | 61,70 | 0 0,504 0,868 | $317,5k$ | $1,04A$ |  |
| 4 | 121,00 | 0 0,365 0,644 0,905 | $1218,4k$ | $5,95A$ |  |

Należy dodatkowo zauważyć, że przy drganiach w wyższych modach zmianie ulega również stała sprężystości dźwigni, która wyraża się wzorem

$$k_i = \frac{\omega_i^2}{m_i},$$

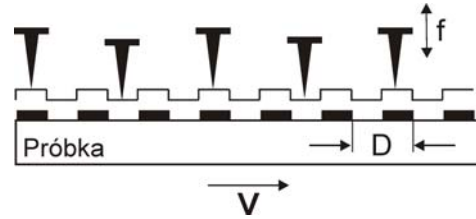
w którym m_i jest efektywną masą drgającej belki [87, 88].

Wyniki obliczeń stałych sprężystości dla pierwszych czterech modów drgań, przeprowadzone na podstawie nomogramów z pracy [87], przedstawiono w tabeli 3.1. Na podstawie tych nomogramów można również obliczyć stosunek amplitud wolnych drgań belki wspornikowej dla wyższych modów rezonansowych i odnieść je do amplitudy drgań pierwszego modu (tab. 3.1).

3.2. Dobór prędkości skanowania i pasma przenoszenia

Rozważania dotyczące szerokości pasma częstotliwości sygnałów, jakie musi przenosić układ pomiarowy mikroskopu bliskich oddziaływań, można analizować w układzie przedstawionym na rysunku 3.4. Powierzchnia próbki, którą stanowią linie rozmieszczone w odległości D , przesuwa się z prędkością V , pasmo częstotliwości B , w jakim ostrze pomiarowe śledzi poruszające się podłoże, można zatem obliczyć na podstawie zależności

$$B = \frac{V}{D}. \quad (3.22)$$



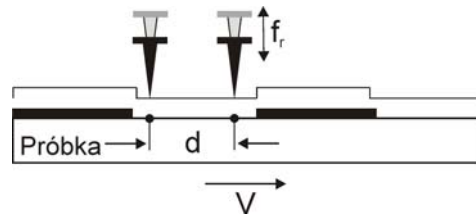
Rys. 3.4. Pasma częstotliwości sygnałów przenoszonych przez mikroskop bliskiego oddziaływania

Dla struktur o szerokości $D/2 = 25$ nm, przy typowej w praktyce laboratoryjnej prędkości przesuwu równej $10 \mu\text{m/s}$, pasmo częstotliwości rejestrowanego sygnału wynosi 200 Hz. Podobne pasmo pomiarowe projektuje się w systemach pomiarowych, które są przeznaczone do badań topografii powierzchni w skali atomowej.

W przypadku tak zwanych szybkich pomiarów geometrii powierzchni (np. określania kształtu masek umieszczonych i poruszanych w urządzeniach do elektrolitografii) prędkość przesuwu próbki (lub ostrza) wynosi około 1 mm/s, co powoduje, że pasmo częstotliwości sygnału odpowiadającego topografii powierzchni wynosi 20 000 Hz [89–95].

Jeśli badania takie prowadzi się w rezonansowym trybie mikroskopii sił odpychających, zadaniem pomiarowym jest m.in. określenie częstotliwości drgań belki pomiarowej, umożliwiającej zarejestrowanie profilu linii z zadaną rozdzielczością (rys. 3.5). Przy założeniu, że d jest odległością między kolejnymi zarejestrowanymi punktami pomiarowymi, ostrze zaś pozostaje przez n okresów drgań rezonansowych ponad pojedynczym punktem pomiarowym, częstotliwość drgań rezonansowych w tym przypadku można obliczyć na podstawie równania

$$f_r = \frac{nV}{d}. \quad (3.23)$$

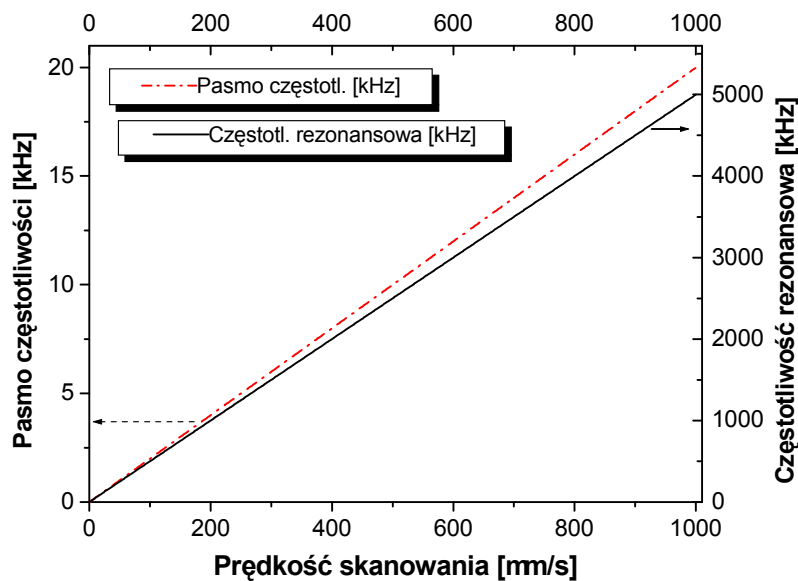


Rys. 3.5. Pasma częstotliwości i częstotliwość drgań rezonansowych ostrza w rezonansowym trybie mikroskopii sił odpychających

Dla prędkości przesuwu próbki V równej 1 mm/s, odległości d równej 2 nm i dla 10 okresów uśredniania wymagana częstotliwość rezonansowa drgań ostrza wynosi zatem 10 kHz, a dla prędkości 1 mm/s częstotliwość rezonansowa drgań końcówki jest równa 5 MHz.

Przedstawiona analiza pokazuje, że w przypadku szybkich pomiarów topografii w trybie rezonansowym układy pomiarowe detektora wychylenia ostrza powinny przenosić sygnały o częstotliwości podnośnej rzędu kilkuset kiloherców i w paśmie pomiarowym rzędu kilkunastu kiloherców. W konsekwencji układy pomiarowe systemu do szybkich obserwacji topografii powierzchni powinny być układami szerokopasmowych i niskoszumowych wzmacniaczy analogowych, selektywnych filtrów połączonych z prostownikiem sygnałowym. W przeprowadzonych obliczeniach nie uwzględniono rozpraszania energii, które zachodzi w czasie drgań ostrza ponad badaną powierzchnią. Stała czasowa, z jaką następuje stabilizacja drgań między kolejnymi punktami pomiarowymi, obliczana jako iloraz $Q/2\pi f_0$, wynosi dla typowych dźwigni sprężystych stosowanych w mikroskopii bliskich oddziaływań ($Q \approx 250$, $f_0 \approx 250\,000$ Hz) 1 ms, co odpowiada pasmu przenoszenia 1 kHz. Pomiar kształtu powierzchni z odpowiednio dużą szybkością może być zatem możliwy, gdy częstotliwość rezonansowa zostanie odpowiednio zwiększona.

Na rysunku 3.6 przedstawiono wykres zależności szerokości pasma częstotliwości i częstotliwości rezonansowej dźwigni w funkcji szybkości skanowania.



Rys. 3.6. Pasmo częstotliwości rejestrowanych przez ostrze pomiarowe i częstotliwość rezonansowa drgań belki sprężystej w zależności od prędkości skanowania (dla odległości między punktami pomiarowymi d równej 2 nm i 10 okresów uśredniania)

Charakterystykę układów pomiarowych stosowanych w podstawowych badaniach mikroskopii bliskich oddziaływań zestawiono w tabeli 3.2.

Tabela 3.2 Charakterystyka układów pomiarowych, przenoszonych częstotliwości wybranych trybów pomiarowych mikroskopii bliskich oddziaływań

| Lp. | Tryb pomiarowy mikroskopii sił atomowych | Prędkość skanowania | Pasma pomiarowe | Charakterystyka układów pomiarowych |
|-----|--|---------------------|---|---|
| 1 | Statyczny Pomiary atomowe powierzchni krystalicznych | 1 $\mu\text{m/s}$ | szerokość pasma 0÷3 kHz | niskoszumowe wzmacniacze sprzężone stałoprądowo |
| 2 | Rezonansowy Pomiar struktur submikronowych | < 1 $\mu\text{m/s}$ | częstotliwość podnośna < 200 kHz; szerokość pasma < 30 Hz | detekcja amplitudy; selektywne układy wzmacniaczy fazoczułych |
| 3 | Rezonansowy Pomiar struktur atomowych w próżni | < 500 nm/s | częstotliwość środkowa < 300 kHz; szerokość pasma < 200 Hz | detekcja częstotliwości; pętle detekcji fazoczułej PLL; detektory koincydencyjne |
| 4 | Rezonansowy sił odpychających – szybkie pomiary topografii powierzchni | < 1 mm/s | częstotliwość podnośna < 10 MHz; szerokość pasma < 20 kHz | detekcja amplitudy; niskoszumowe wzmacniacze selektywne sprzężone zmiennoprądowo pasmowe |

3.3. Sposoby aktuacji wychylenia belki sprężystej

Wychylenie dźwigni mikroskopu bliskich oddziaływań może być wywoływane za pomocą połączonych z nimi makroskopowych aktuatorów piezoelektrycznych. Aktuatory te, wykonane najczęściej w postaci jednolitych elementów piezoceramicznych lub stosów folii piezoelektrycznych, charakteryzują się typowo wymiarami na poziomie pojedynczych milimetrów i wymagają zasilania napięciami polaryzującymi w zakresie do 300 V. Jednocześnie częstotliwości mechanicznych drgań rezonansowych makroskopowych układów piezoceramicznych leżą w zakresie kilku kiloherców. Utrudnia to w istotny sposób generowanie wychyleń, koniecznych np. do szybkich pomiarów topografii powierzchni za pomocą mikroskopów bliskich oddziaływań lub wzbudzania drgań w zakresie częstotliwości większych niż 100 kHz.

Rozwiązaniem powyższych problemów jest integracja w układzie belki sprężystej aktuatora mikro- lub nanowychylenia. Znane są następujące rozwiązania:

◆ **Aktuatory elektrostatyczne** (rys. 3.7a).

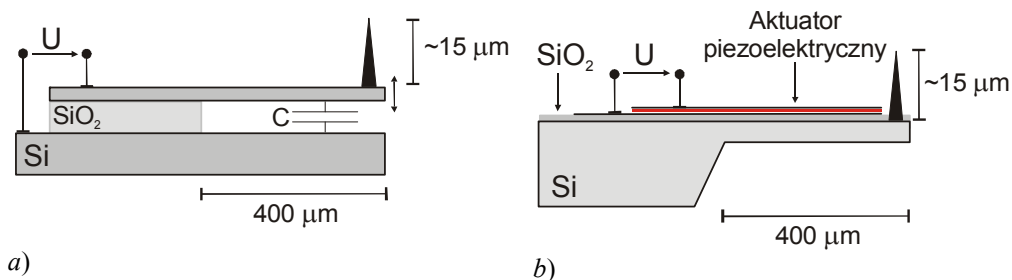
Ruchomy element mikromechaniczny stanowi wraz z elektrodą odniesienia układ kondensatora. Po odpowiednim spolaryzowaniu elektrod między okładkami tej pojemności pojawia się oddziaływanie elektrostatyczne, które powoduje ugięcie ruchomej części czujnika. Wadą opisywanego rozwiązania jest konieczność wytwarzania złożonych trójwymiarowych struktur mikromechanicznych. Części składowe tej struktury muszą być izolowane od siebie i powinny jednocześnie charakteryzować się

dobrą przewodnością elektryczną oraz możliwością podłączenia (kontaktowania) do nich sygnałów zewnętrznych [96].

♦ **Aktuatory piezoelektryczne** (rys. 3.7b).

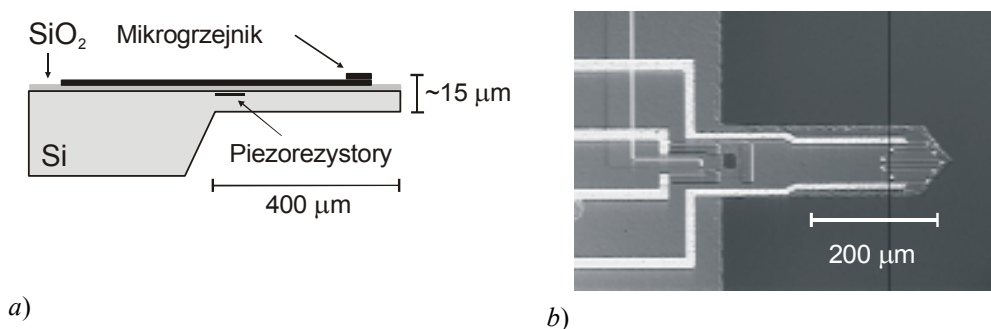
Cienkowarstwowy aktuator piezoelektryczny integruje się z ruchomą częścią mikrosystemu. Pod wpływem przykładanego pola elektrycznego aktuator ten zmienia swoje wymiary, poruszając tym samym połączony z nim ruchomy element mikromechaniczny. Wadą tego rozwiązania jest konieczność polaryzacji cienkiej warstwy piezoelektrycznej dużym napięciem elektrycznym, co często prowadzi do pasożytniczych przesłuchów między sygnałami, związanymi z pomiarem i akcją wychylenia [97, 98, 99].

W przypadku aktywacji termicznej na powierzchni ruchomych części mikrosystemu osadzony jest cienkowarstwowy mikrogrzejnik [90, 91, 100, 101]. W rozwiązaniach, gdy układ jest wykonywany z polikrzemu, aktuatorem termicznym jest zaimplementowany w strukturze mikrogrzejnik [101, 102]. Po zmianie temperatury tego grzejnika dochodzi do naprężeń mechanicznych między poszczególnymi warstwami poruszanego elementu i w konsekwencji do jego wychylenia [103].



Rys. 3.7. Dźwignia sprężysta mikroskopu bliskich oddziaływań pobudzana do wychylenia za pomocą: a) aktuatora elektrostatycznego, b) zintegrowanego aktuatora piezoelektrycznego

Na rysunku 3.8 przedstawiono dźwignię sprężystą z termicznym aktuatorem wychylenia oraz ze zintegrowanym piezorezystywnym detektorem ugięcia końcówki [104].



Rys. 3.8. Dźwignia mikromechaniczna z termicznym aktuatorem wychylenia i piezorezystywnym detektorem ugięcia [104]: a) schemat przekroju, b) widok z góry

Jeśli napięcie elektryczne przykładane do grzejnika wyraża się zależnością

$$U = U_{dc} + U_{ac} \sin \omega t,$$

to moc tracona w strukturze jest określona równaniem [100, 104]

$$\begin{aligned} P_g &= \frac{1}{R_g} [U_{dc} + U_{ac} \sin \omega_g t]^2 \\ &= \frac{1}{R_g} \left[\left(U_{dc}^2 + \frac{1}{2} U_{ac}^2 \right) + 2U_{ac} U_{dc} \sin \omega_g t - \left(\frac{1}{2} U_{ac}^2 \cos (2\omega_g t) \right) \right] \\ &= [P_{dc} + P(\omega_g) + P(2\omega_g)]. \end{aligned} \quad (3.24)$$

W widmie mocy rozpraszanej w mikrogrzejniku można zatem wskazać trzy składowe: stałoprądową, o pulsacji ω_g i o pulsacji $2\omega_g$. Statyczne wychylenie dźwigni z termicznym aktuatorem można uzyskać w przypadku zasilania grzejnika sygnałem stałoprądowym. Wychylenia zmiennoprądowe generuje się przy zasilaniu grzejnika napięciem zmiennym. W przypadku zastosowania opisywanych belek w mikroskopii sił przyciągających lub rezonansowej mikroskopii sił odpychających drgania rezonansowe można wzbudzić, jeśli:

- ◆ Częstość zasilania mikrogrzejnika ω_g jest równa częstości drgań rezonansowych modu podstawowego ω_0 lub modów wyższych rzędów ω_i mikrobilki ($\omega_g = \omega_0$ lub $\omega_g = \omega_i$). Przy takim sposobie zasilania aktuatora termicznego amplituda drgań mikrodrogownicy zależy jednak również od wartości stałoprądowego sygnału U_{dc} przykładanego do grzejnika. Nie jest zatem możliwe niezależne od drgań rezonansowych belki sterowanie statycznym wychyleniem końcówki sondy.
- ◆ Częstość drgań rezonansowych modu podstawowego lub modów wyższych rzędów ω_0 lub ω_i są równe podwójnej częstości zasilania grzejnika ω_g ($2\omega_g = \omega_0$ lub $2\omega_g = \omega_i$).

W opisywanym układzie amplituda sygnału stałoprądowego U_{dc} moduluje wprawdzie drgania o częstości ω_g , ale należy zauważyć, że drgania te nie są drganiami rezonansowymi mikrobilki. Amplituda oscylacji o pulsacji ω_g jest zatem znikomo mała, dzięki temu drgania o tej częstości nie mają wpływu na wynik pomiaru kształtu powierzchni.

Rozpływ energii cieplnej, która jest dostarczana przez grzejnik osadzony na jej powierzchni, dogodnie jest modelować, zakładając, że wpływ wymiany ciepła przez unoszenie i konwekcję jest pomijalnie mały [105]. W tym przypadku energia cieplna dostarczona przez grzejnik w czasie dt wynosi [105]

$$dQ_g = I^2 R_g dt, \quad (3.25)$$

gdzie:

I – wartość natężenia prądu,

R_g – rezystancja mikrogrzejnika.

Część energii dostarczanej przez grzejnik jest przenoszona przez belkę do jej nasady o temperaturze T_0

$$dQ_1 = \frac{K}{l'} S(T - T_0) dt, \quad (3.26)$$

gdzie:

K – przewodność cieplna materiału tworzącego dźwignię,

l' – długość belki, w której do takiego transportu dochodzi,

S – powierzchnia poprzeczna belki,

T – temperatura części mikrodźwigni znajdującej się pod aktuatorem,

T_0 – temperatura nasady belki.

Pozostała część energii dostarczanej przez mikrogrzejnik jest akumulowana w obszarze belki bezpośrednio pod nim (zakłada się dla uproszczenia, że temperatura tej części dźwigni jest stała). Energię akumulowaną pod grzejnikiem można obliczyć zgodnie z zależnością

$$dQ_2 = cm' dT, \quad (3.27)$$

w której:

c – ciepło właściwe mikrodźwigni,

m' – masa części belki znajdującej się bezpośrednio pod grzejnikiem.

Bilans ciepła transportowanego w obszarze dźwigni musi zatem spełniać następujący warunek

$$dQ_g = dQ_1 + dQ_2. \quad (3.28)$$

Po uwzględnieniu równań (3.25)–(3.27) oraz po ich przekształceniu otrzymuje się

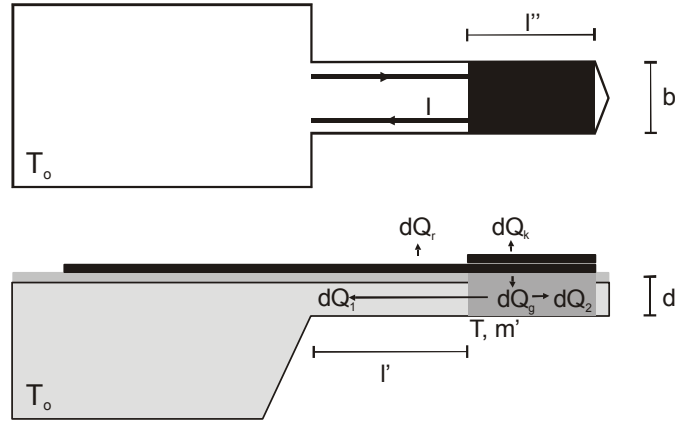
$$\frac{dT}{dt} + \frac{KS}{cm'l'} T = \frac{I^2 R_g}{cm'} + \frac{KS}{cm'l'} T_0. \quad (3.29)$$

Po przekształceniu powyższego równania za pomocą transformaty Laplace'a obowiązuje następująca zależność

$$sT(s) - T(0) + \frac{KS}{cm'l'} T(s) = \frac{1}{s} \left(\frac{I^2 R_g}{cm'} + \frac{KS}{cm'l'} T_0 \right). \quad (3.30)$$

Po podstawieniu $\tau = \frac{cm'l'}{KS}$ i $H = \frac{I^2 R_g}{cm'}$ równanie (3.30) można przekształcić do postaci

$$T(s) = \frac{T(0)}{s + \frac{1}{\tau}} + \frac{\frac{1}{\tau} T_0 + H}{s \left(s + \frac{1}{\tau} \right)}. \quad (3.31)$$



Rys. 3.9. Rozpływ energii cieplnej dostarczonej przez grzejnik w strukturze mikrodźwigni [105]

Drugi człon równania (3.31) można przekształcić na ułamki proste według schematu

$$\frac{\frac{1}{\tau}T_0 + H}{s\left(s + \frac{1}{\tau}\right)} = \frac{A}{s} + \frac{B}{s + \frac{1}{\tau}}. \quad (3.32)$$

Po rozwiązaniu tej zależności otrzymuje się następujące wartości współczynników A i B :

$$A = T_0 + T_0 H, \quad (3.33)$$

$$B = -(T_0 + \tau H), \quad (3.34)$$

a po uwzględnieniu powyższych zależności

$$T(s) = \frac{T(0)}{s + \frac{1}{\tau}} + \frac{T_0 + T_0 H}{s} - \frac{T_0 + T_0 H}{s + \frac{1}{\tau}}. \quad (3.35)$$

W dziedzinie czasu równanie to przyjmuje postać

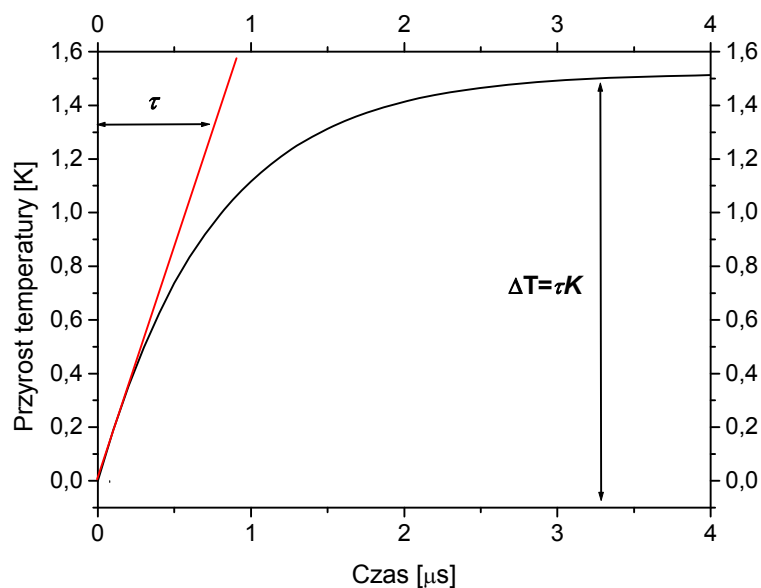
$$T(t) = T_0 + [T(0) - T_0]e^{-t/\tau} + \tau K \left[1 - e^{-t/\tau}\right]. \quad (3.36)$$

Jeżeli temperatura w chwili $t = 0$ wynosiła w obszarze grzejnika T_0 ($T(0) = T_0$), równanie (3.36) sprowadza się do postaci

$$T(t) = T_0 + \tau H \left[1 - e^{-t/\tau}\right]. \quad (3.37)$$

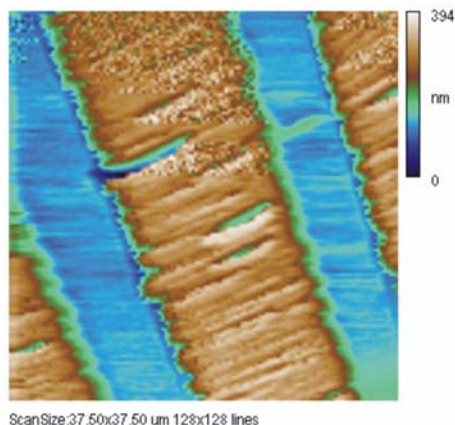
Na rysunku 3.10 przedstawiono wykres zależności temperatury grzejnika od czasu dla następujących wymiarów dźwigni: długość grzejnika $l'' = 150 \mu\text{m}$, szerokość dźwigni $b = 200 \mu\text{m}$, grubość $d = 15 \mu\text{m}$, odległość między grzejnikiem a nasadą belki $l' = 450 \mu\text{m}$, prąd zasilania $I = 10 \text{ mA}$. Dla przyjętych danych stała czasowa τ wynosi $1 \mu\text{s}$, przyrost zaś temperatury ΔT jest równy $1,5 \text{ K}$. Niewielkie wartości stałej czasowej τ wynikają głównie z:

- ◆ małej masy tej części dźwigni, która znajduje się pod grzejnikiem,
- ◆ dużej wartości przewodności cieplnej krzemu,
- ◆ dużej powierzchni, przez którą dostarczane przez mikrogrzejnik ciepło jest transportowane do nasady belki.

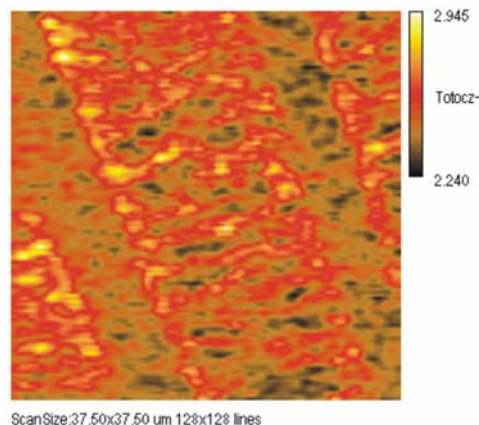


Rys. 3.10. Przyrost temperatury mikrogrzejnika pobudzonego skokiem jednostkowym prądu zasilania o wartości 10 mA

Obliczenia weryfikowano, mierząc temperaturę na końcówce za pomocą skaningowego mikroskopu bliskiego pola termicznego. W opisywanych eksperymentach do końcówki mikrogrzejnika przyłożono oporową sondę termiczną Wollastona. Topografię powierzchni zarejestrowano za pomocą ostrza spoczywającego na końcówce mikrogrzejnika (rys. 3.11). Widoczne są aluminiowe ścieżki mikrogrzejnika o wysokości 394 nm osadzone na podłożu z dwutlenku krzemu, który pokrywał krzemową belkę. Jednocześnie z rejestracją topografii powierzchni obszaru mikroaktuatora prowadzono lokalną obserwację jego temperatury. Ustalono, że temperatura ta wzrasta, w porównaniu z nasadą czujnika, w zakresie od $2,240$ do $2,945 \text{ K}$ (rys. 3.12). Zdaniem autora pracy zaobserwowana wyższa temperatura obszaru grzejnika wynika w tym przypadku z mniejszej grubości belki, przez którą ciepło jest odprowadzane do nasady dźwigni.

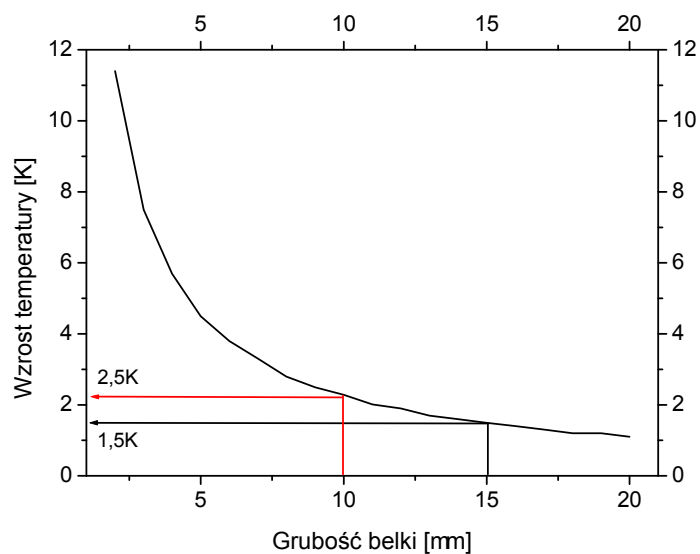


Rys. 3.11. Topografia końcówki mikrodźwigni z termicznym aktuatorem wychylenia (pole skanowania $37 \times 37 \mu\text{m}$) [105]



Rys. 3.12. Temperatura w obszarze aktuatora termicznego (zaobserwowany wzrost temperatury w zakresie od 2,240 do 2,945 K) [105]

Na rysunku 3.13 przedstawiono obliczony przyrost temperatury grzejnika w funkcji grubości belki. Temperatura w przypadku dźwigni, których grubość waha się od 2 do $20 \mu\text{m}$, mieści się w zakresie od 11,5 do 1 K.

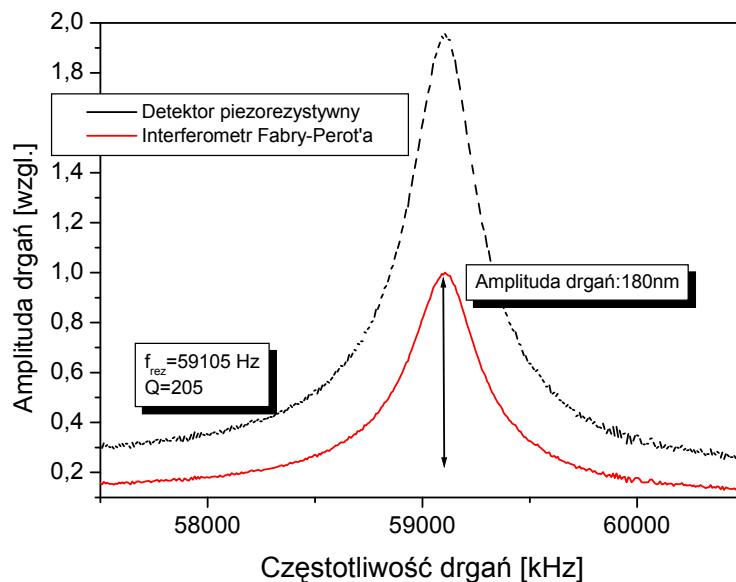


Rys. 3.13. Wzrost temperatury grzejnika dźwigni z termiczną akcją wychylenia. Wymiary belki: szerokość $200 \mu\text{m}$, długość $l = 200 \mu\text{m}$, długość aktuatora $100 \mu\text{m}$

Z przedstawionej charakterystyki wynika, że grubość dźwigni, której temperatura końcówki była obserwowana, wynosi około $10 \mu\text{m}$. Można też zauważyć, że tem-

peratura w obszarze ścieżki aluminiowej jest wyższa o około 0,7 K od temperatury panującej na podłożu z dwutlenku krzemu. Zjawisko to wynika z niejednorodnego przylegania warstwy metalizacji do podłoża z dwutlenku krzemu i zaburzonego w ten sposób odprowadzania ciepła do dźwigni i następnie do nasady czujnika.

Na rysunku 3.14 przedstawiono krzywą rezonansową drgań dźwigni piezorezystywnej z termiczną akcją wychylenia [105]. W opisywanych badaniach modulowano częstotliwość prądu zasilania grzejnika cienkowarstwowego. Oscylacje belki obserwowano natomiast, rejestrując sygnał wyjściowy detektora piezorezystywnego zintegrowanego z dźwignią sprężystą. W celu określenia wychylenia belki, jej końcówkę oświetlono dodatkowo za pomocą interferometru światłowodowego Fabry–Perota, którego sygnał wyjściowy był rejestrowany jednocześnie z sygnałem z detektora piezorezystywnego. Zaobserwowano w ten sposób, że częstotliwość rezonansowa badanej belki wynosi 59 105 Hz, dobroć układu natomiast jest równa 205.



Rys. 3.14. Krzywe rezonansowe belki piezorezystywnej z termiczną akcją wychylenia, obserwowane za pomocą interferometru światłowodowego Fabry–Perota, na wyjściu detektora piezorezystywnego dźwigni [105]

Zmienna temperatura grzejnika powoduje naprężenia mechaniczne między sprężystą dźwignią krzemową i warstwami jej pokrycia. Źródłem tych naprężeń są różne współczynniki rozszerzalności liniowej krzemu, dwutlenku krzemu i warstwy aluminiowej. Wychylenie końcówki dźwigni z_T , gdy temperatura grzejnika wynosi T , można obliczyć na podstawie równania [101, 102, 106, 107]

$$z_T = 3K_z T l^2, \quad (3.38)$$

w którym:

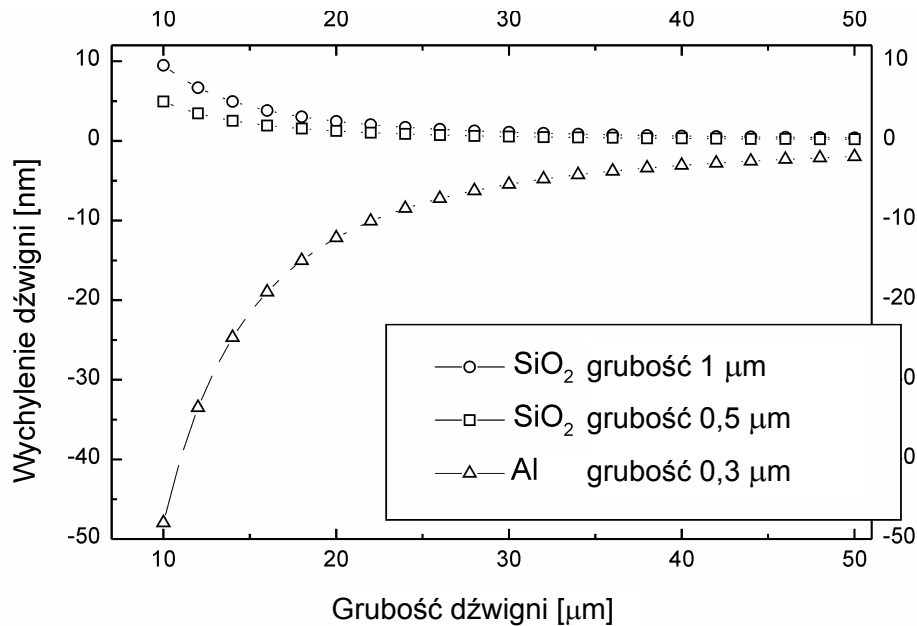
l – długość belki,

K_z – współczynnik obliczony według zależności

$$K_z = \frac{(\alpha_1 - \alpha_2)(t_1 + t_2) \frac{1}{t_2^2}}{4 + 6 \left(\frac{t_1}{t_2}\right) + 4 \left(\frac{t_1}{t_2}\right)^2 + \left(\frac{t_1}{t_2}\right)^3 \left(\frac{E_1}{E_2}\right) + \left(\frac{t_2 E_2}{t_1 E_1}\right)}, \quad (3.39)$$

przy założeniu, że t_1 , t_2 , α_1 , α_2 , E_1 , E_2 są – odpowiednio – grubościami warstw, współczynnikami rozszerzalności liniowej i modułami sprężystości Younga materiałów pokrycia i części sprężystej dźwigni.

Na rysunku 3.15 przedstawiono wyniki obliczeń wychylenia dwuwarstwowej dźwigni o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 100 μm w funkcji grubości krzemowej części sprężystej oraz w przypadku pokrycia belki warstwami SiO_2 lub Al [106]. Widoczne jest, że największe wychylenia belki można uzyskać dla pokryć wykonanych z aluminium i dla grubości części krzemowej równej 15 μm wychylenie to sięga około 20 nm [106].



Rys. 3.15. Wychylenie belki krzemowej w funkcji grubości dźwigni dla pokrycia belki warstwą SiO_2 i Al w przypadku ogrzania końcówki mikrobilki o 1 K [106]

W badaniach prowadzonych we współpracy z autorem pracy, kształt powierzchni badano za pomocą dźwigni piezorezystywnych z opisywanym wcześniej aktuatorem wychylenia [108]. Modulując prąd zasilania grzejnika cienkowarstwowego, wprowadzono dźwignię w drgania rezonansowe trzeciego rzędu. Zgodnie z analizą przedstawioną w podrozdziale 3.2, umożliwiło to skanowanie powierzchni z prędkością przesuwu ostrza równą $50 \mu\text{m/s}$, co w konsekwencji prowadzi do skrócenia czasu pomiaru pojedynczego obrazu. W przeprowadzonych eksperymentach obserwowano struktury metalizacji platynowej o wysokości około 5 nm osadzonej na podłożu kwarcowym (pole skanowania wynosiło w tym przypadku $25 \times 25 \mu\text{m}$) [108]. Uzyskane wyniki wskazują, że belki sprężyste z piezorezystywnym detektorem ugięcia i termicznym aktuatorem są doskonałym narzędziem do pomiaru kształtu mikro- i nanostruktur mikroelektronicznych. Umożliwiają one bowiem skanowanie powierzchni z dużą szybkością i jednocześnie odwzorowanie kształtu powierzchni z rozdzielczością subnanometrową.

4. Metody detekcji wychylenia belki

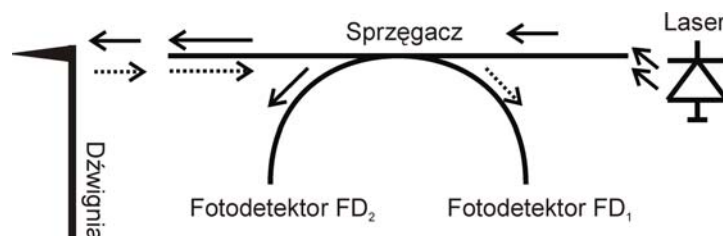
W mikroskopii sił atomowych pomiar sił działających na ostrze pomiarowe odbywa się przez obserwację wychylenia mikrosondy osadzonej na końcówce belki lub włókna sprężystego. W praktyce laboratoryjnej wymagane jest, aby zastosowany układ obserwacji ruchu dźwigni pozwalał na rozróżnienie w zadanym paśmie częstotliwości wychylenia mikrosondy o co najmniej 0,02 nm. Można wskazać dwie zasadnicze grupy detektorów wychylenia ostrza pomiarowego:

- ♦ detektory natężeniowe i interferometryczne, stosowane w metodach optycznych,
- ♦ detektory tunelowe, pojemnościowe, piezoelektryczne i piezorezystywne, stosowane w metodach elektrycznych.

Zastosowanie poszczególnych technik i porównywanie ich właściwości jest związane z rodzajem prowadzonych badań i charakterem środowiska, w którym eksperymenty te są wykonywane. Poniżej przedstawiono skróconą charakterystykę wybranych metod obserwacji wychylenia ostrza pomiarowego.

4.1. Interferometryczna detekcja wychylenia belki pomiarowej

Do obserwacji wychylenia końcówki pomiarowej zastosować można interferometr światłowodowy pracujący w konfiguracji Fabry–Perota [109]. Schemat urządzenia przedstawiono na rysunku 4.1.

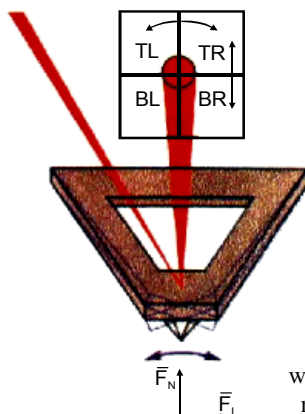


Rys. 4.1. Schemat interferometru Fabry–Perota do obserwacji wychylenia belki pomiarowej mikroskopu sił atomowych

Wiązka światła wychodząca z włókna światłowodowego oświetla belkę sprężystą. Część tej wiązki odbija się od powierzchni czołowej włókna, pełniąc rolę wiązki odniesienia. Z wiązką odniesienia interferują promienie odbite od tylnej ściany dźwigni i wprowadzone ponownie do światłowodu interferometru. Utworzony w ten sposób sygnał interferencyjny jest rejestrowany przez fotodetektor FD_1 . Na podstawie wysokości zarejestrowanych uprzednio prążków interferencyjnych możliwe jest obliczenie wychylenia ostrza. Skonstruowane urządzenie charakteryzuje się zdolnością rozdzielczą detekcji wychylenia belki około 0,01 nm w paśmie 2 kHz [109]. Ponieważ konstrukcja tego typu urządzeń jest nadzwyczaj zwarta, możliwe jest ich zastosowanie w układach niskotemperaturowych i próżniowych [110, 111]. Mankamentem opisywanego rozwiązania jest brak możliwości obserwacji skręcenia belki, co wyklucza zastosowanie tego typu układów do badań tarcia występującego między ostrzem a powierzchnią. Układ interferometryczny należy do najczulszych detektorów wychylenia elementów mikromechanicznych. Systemy o zwiększonej precyzji pozwalają bowiem na detekcję sił działających na mikrobelkę o wartości 10 aN [112] i 76 aN [113]. Ogromną zaletą układów interferometrycznych jest możliwość pomiaru wychyleń elementów drgających z częstotliwością nawet do 100 MHz. Obróbka sygnału interferencyjnego jest bowiem dokonywana za pomocą selektywnych układów elektronicznych, których pasma przenoszenia można łatwo modyfikować.

4.2. Natężeniowa detekcja ugięcia belki pomiarowej

Do najczęściej stosowanych optycznych detektorów wychylenia belki pomiarowej należą tzw. detektory natężeniowe [114]. Zasada ich działania polega na obserwacji różnicy intensywności oświetlenia sekcji fotodetektora, na które pada wiązka laserowa odbita od dźwigni sprężystej (rys. 4.2). Ugięcie belki pomiarowej pod wpływem sił działających na ostrze pomiarowe powoduje niesymetryczne oświetlenie fotodetektora



$$\begin{aligned} \text{Topografia} &= (TL+TR)-(BL+BR) \\ \text{Tarcie} &= (TL+BL)-(TR+BR) \\ \text{Centrowanie} &= (TL+TR)+(BL+BR) \end{aligned}$$

Rys. 4.2. Zasada działania natężeniowego detektora wychylenia belki pomiarowej mikroskopu sił atomowych

i jest źródłem różnic poziomów sygnałów elektrycznych obserwowanych na wyjściu każdej sekcji. Zastosowanie detektora czterosekcyjnego i sumowanie sygnałów wyjściowych, zgodnie ze schematem pokazanym na rysunku 4.2, umożliwia obserwację wychylenia ostrza nie tylko w kierunku prostopadłym do płaszczyzny dźwigni, ale pozwala również na obserwację skręcenia belki pomiarowej. Zakłada się, że:

- ♦ różnica w oświetleniu sekcji górnych i dolnych fotodetektorów odpowiada topografii powierzchni,
- ♦ różnica w oświetleniu sekcji lewych i prawych fotodetektora koresponduje z siłami tarcia (nazywanymi również siłami lateralnymi) działającymi na mikroostrze belki.

Natężeniowy detektor ugięcia belki pomiarowej wymaga wstępnego pozycjonowania plamki laserowej na tylnej ścianie dźwigni. W stanie spoczynku odbita od dźwigni sprężystej wiązka laserowa powinna równomiernie oświetlać wszystkie sekcje fotodetektora. Wstępne justowanie pozycji fotodiod i lasera oświetlającego belkę polega zatem na takim ustawieniu układu optycznego, aby sygnał *Centrowanie* (rys. 4.2) był największy, sygnał zaś *Topografia* (rys. 4.2) najmniejszy [115].

Natężeniowe detektory wychylenia ostrza pomiarowego pozwalają na detekcję ruchu mikrosondy z rozdzielczością 0,01 nm w paśmie pomiarowym 10 kHz [114]. Ich wadą jest rozbudowany układ przesuwów mechanicznych lasera oświetlającego dźwignię i fotodetektora. Układ ten może być źródłem niestabilności przetwarzania sygnałów pomiarowych.

W przypadku niewielkich wychyleń ostrza sygnał wyjściowy z fotodetektora (rys. 4.3) wyraża się zależnością [116]

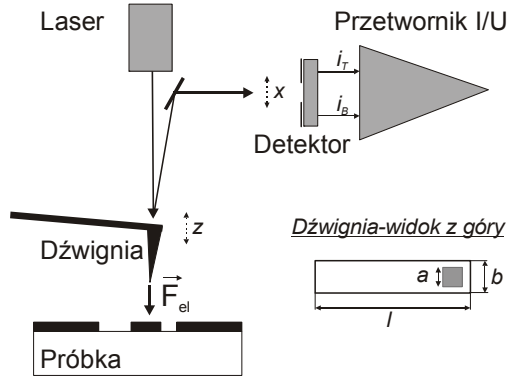
$$i_T - i_B = i_{T-B} = \frac{3\pi a \mathcal{R} \eta P}{\lambda l} \Delta z, \quad (4.1)$$

w której:

- i_T – prąd wyjściowy górnej sekcji fotodetektora,
- i_B – prąd wyjściowy dolnej sekcji fotodetektora,
- i_{T-B} – różnica prądów odpowiadająca wychyleniu ostrza w pionie,
- \mathcal{R} – współczynnik odbicia od powierzchni belki,
- η – czułość fotodetektora,
- a – długość zwierciadła, od którego odbija się promień świetlny,
- P – moc promieniowania padającego na sekcje fotodetektora,
- λ – długość promieniowania lasera,
- Δz – wychylenie ostrza pomiarowego,
- l – długość belki.

Czułość detektora jest definiowana przez wyrażenie

$$S = \frac{di_{T-B}}{dz} = \frac{3\pi a \mathcal{R} \eta P}{\lambda l}. \quad (4.2)$$



Rys. 4.3. Schemat głowicy mikroskopu sił atomowych z natężeniowym detektorem wychylenia ostrza belki sprężystej

W przypadku dźwigni o wymiarach: długość 225 μm , szerokość 58 μm i grubość 10 μm czułość detekcji wychylenia ostrza, obliczona z zależności (4.2), wynosi 0,5 $\mu\text{A/nm}$. Z zależności (4.2) wynika również, że czułość detekcji wychylenia ostrza pomiarowego nie zależy od odległości między dźwignią pomiarową a fotodetekto-rem¹. Należy też zauważyć, że większą czułość detekcji wychylenia ostrza uzyskuje się dzięki:

- ◆ Zastosowaniu pokryw odblaskowych na powierzchni dźwigni pomiarowych.

Nakładanie warstw odblaskowych może jednak powodować, że belka pod wpływem temperatury będzie się dodatkowo odkształcać. Zjawisko to jest szczególnie widoczne w przypadku dźwigni o stałej sprężystości mniejszej niż 1 N/m i często utrudnia precyzyjne pomiary sił działających na mikroostrze.

- ◆ Powiększeniu wymiarów zwierciadła, od którego odbija się wiązka laserowa.

Wielkość zwierciadła jest jednak ograniczona przez wymiary dźwigni (szerokość typowych dźwigni stosowanych do pomiarów rezonansowych wynosi około 100 μm). Powiększanie plamki laserowej padającej na belkę może powodować również, że część promieniowania po odbiciu od badanej powierzchni może interferować z wiązką odbitą od mikrobilki [117] i prowadzić do zakłóceń wyników obserwacji.

- ◆ Zastosowaniu dźwigni o możliwie małej długości l .

Skrócenie długości dźwigni musi jednak być połączone ze zmniejszeniem grubości belki, tak aby stała sprężystości k pozostała na niezmiennym poziomie. Powyższa tendencja prowadzi do konstruowania belek o wymiarach submikrometrowych, które umożliwiają detekcję sił na poziomie 10^{-18} N [118]. W tym przypadku konieczne jest opracowanie i zastosowanie złożonego układu optycznego głowicy, który pozwoli zogniskować wiązkę laserową do plamki o średnicy około 5 μm [119].

W przypadku zastosowania optycznych detektorów wychylenia mikrodźwigni zasadnicze trudności są związane:

- ◆ z uzyskaniem zogniskowanej na drgającej belce plamki laserowej o średnicy mniejszej niż 10 μm ,
- ◆ obserwacją drgań belki wzdłuż jej osi podłużnej.

Ugięcie dźwigni drgającej rezonansowo w wyższych modach zmienia się wzdłuż jej długości [120], mechanizm głowicy mikroskopu powinien zatem umożliwiaćJUSTOWANIE plamki laserowej w dowolnym miejscu belki, co przy wcześniej opisanych wymiarach jest nadzwyczaj kłopotliwe.

¹ Dyfrakcja występująca przy odbiciu promieni światła od powierzchni belki połączona z rozbieżnością wiązki powoduje, że w dużej odległości między ostrzem a powierzchnią wielkość plamki laserowej na fotodetektorze zwiększa się równomiernie ze wzrostem amplitudy jej przesuwu na powierzchni fotodiod. Zwiększanie odległości między belką a detektorem nie prowadzi zatem do wzrostu czułości detekcji wychylenia.

4.3. Piezorezystywna detekcja wychylenia belki pomiarowej

Zastosowanie optycznych (interferencyjnych i natężeniowych) metod obserwacji wychylenia belki pomiarowej wymaga użycia w głowicy mikroskopu złożonych układów optoelektronicznych i mechanicznych, których zadaniem jest ogniskowanie plamki laserowej wzdłuż osi mikrodźwigni sprężystej, kierowanie wiązki odbitej do fotodetektora oraz przetwarzanie sygnałów optycznych. Złożona konstrukcja opisywanych zespołów bardzo utrudnia, a czasami wręcz uniemożliwia zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań w badaniach prowadzonych w warunkach próżniowych i niskotemperaturowych. Istotne uproszczenie konstrukcji mikroskopu wiąże się z zastosowaniem dźwigni sprężystych, z którymi zintegrowany jest detektor ugięcia końcówki belki. Możliwe jest wtedy zastosowanie piezoelektrycznych i piezorezystywnych detektorów wychylenia belki sprężystej mikroskopu.

W przypadku dźwigni piezoelektrycznych czujnikiem wychylenia ostrza jest cienka warstwa piezoelektryczna, osadzona na tylnej ścianie dźwigni. Przy wychyleniu sondy dochodzi do naprężeń mechanicznych, które prowadzą następnie do powstania ładunku między okładkami piezoelektryka. Powstające w konsekwencji napięcie elektryczne, rejestrowane przez zewnętrzne układy elektroniczne, jest miarą wychylenia ostrza. Omawiane detektory znalazły zastosowanie jedynie w niektórych laboratoriach badawczych [121, 122]. Wadą dźwigni z piezoelektrycznymi detektorami wychylenia są duże wartości ich stałych sprężystości i niepewność parametrów metrologicznych.

Piezorezystywna detekcja wychylenia ostrza pomiarowego należy natomiast do powszechniej stosowanych metod pomiarowych w mikroskopii bliskich oddziaływań. Dźwignie piezorezystywne wykonane w technologii SOI [123, 124] były stosowane do badania topografii powierzchni w skali atomowej w statycznym i rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych w warunkach atmosferycznych [125], w układach ultra wysokiej próżni [126], w układach niskotemperaturowych [127] i w połączeniu ze skaningowym mikroskopem elektronowym [128]. Czujniki tego typu użyto także jako detektory promieniowania podczerwonego, pozwalające na obserwację energii na poziomie 70 nW [129]. Detekcję piezorezystywną zastosowano również do odczytu danych cyfrowych zapisywanych w drodze mechanicznej modyfikacji powierzchni polimerów [130, 131] i do obserwacji sił magnetycznych [132].

Ograniczeniem technologii opisanej w pracach [123, 124] jest brak możliwości modyfikowania funkcji i właściwości ostrza pomiarowego. W opisywanym rozwiązaniu ostrze to jest częścią dźwigni sprężystej integrującej również pojedynczy piezorezystor służący do detekcji wychylenia mikrosondy. Prace prowadzone w ramach współpracy Uniwersytetu w Kassel (Niemcy), Instytutu Technologii Elektronowej w Warszawie i Laboratorium Mikroskopii Bliskich Oddziaływań, Nanostruktur i Nanomiernictwa Politechniki Wrocławskiej doprowadziły do opracowania rodziny piezorezystywnych czujników bliskich oddziaływań przeznaczonych do zastosowania w modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań [133, 134]. Grupę tych czujników tworzą:

- ◆ proste dźwignie piezorezystywne przeznaczone do badania powierzchni w statycznym i rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych [135, 136, 137];
- ◆ dźwignie z przewodzącymi ostrzami pomiarowymi przeznaczone do mikroskopii sił elektrostatycznych, skaningowej mikroskopii pojemnościowej i mikroskopii rezystancji rozplywu [138, 139, 140];
- ◆ dźwignie ze zintegrowanymi oporowymi nanopętlami do skaningowej mikroskopii termicznej bliskiego pola [141, 142];
- ◆ dźwignie ze zintegrowanymi nanoaperturami dla skaningowej mikroskopii optycznej bliskiego pola [58, 143];
- ◆ dźwignie do detekcji siły nacisku i tarcia przeznaczone do zastosowania w skaningowej mikroskopii sił tarcia [144, 145];
- ◆ dźwignie z cienkowarstwowym czujnikiem temperatury do pomiaru temperatury obiektów biologicznych [146, 147];
- ◆ dźwignie ze zintegrowanym aktuatorem wychylenia [104, 107];
- ◆ matryce dźwigni do detekcji promieniowania podczerwonego i masy [107];
- ◆ matryce dźwigni do badania topografii powierzchni [148];
- ◆ dźwignie z diamentowym ostrzem do badań zachowań trybologicznych powierzchni [149, 150].

W dalszych rozdziałach przedstawiono zasadę detekcji wychylenia i siły przeprowadzanej za pomocą prostych dźwigni piezorezystywnych z mostkowym detektorem ugięcia końcówki i belek piezorezystywnych do obserwacji siły nacisku i tarcia.

4.3.1. Prosta dźwignia piezorezystywna

Efekt piezorezystywny polega na zmianie rezystancji przewodnika pod wpływem naprężeń mechanicznych, które są w tym przewodniku wywoływane. W piezorezystorach półprzewodnikowych naprężenia mechaniczne zmieniają strukturę pasm energetycznych półprzewodnika. W konsekwencji zmianom ulega również rezystywność materiału piezorezystora. Efekt piezorezystywny w półprzewodnikach krystalicznych ma charakter anizotropowy i silnie zależy od typu przewodnictwa, temperatury i koncentracji domieszek. Analityczny opis wpływu wszystkich tych czynników na zmiany rezystancji piezorezystorów wykonanych metodami technologii mikroelektronicznej jest z tego powodu nadzwyczaj utrudniony. W praktyce mikroskopii bliskich oddziaływań wystarczające jest jednak przeprowadzenie analizy uproszczonej, która wyjaśnia główne związki między geometrią dźwigni, parametrami piezorezystora a odpowiedzią detektora. Jednocześnie analiza ta wskazuje sposoby zwiększenia czułości i zdolności rozdzielczej obserwacji bliskich oddziaływań skupionych na ostrzu pomiarowym belki piezorezystywnej.

Zależność zmian rezystywności od przestrzennych właściwości kryształu oraz kierunku i wartości naprężeń mechanicznych określa równanie [151]

$$\frac{\Delta\rho_i}{\rho_i} = \sum_{k=1}^6 \pi_{ik} \sigma_k, \quad (4.3)$$

w którym:

π_{ik} – elementy tensora piezorezystywnego Π ,

σ_k – tworzą tensor naprężeń mechanicznych P w sześciokładnikowym zapisie wektorowym.

Równanie (4.3) przedstawia ogólny zapis efektu piezorezystywnego, tzn. umożliwia obliczenie zmiany rezystywności w jednym z sześciu kierunków. W kryształach regularnych, takich jak krzem i german, tensor piezorezystywny Π przyjmuje uproszczoną formę i jest opisywany jedynie przez trzy parametry: π_{11} , π_{12} , π_{44} . W tabeli 4.1 zestawiono wartości współczynników piezorezystywnych π_{11} , π_{12} , π_{44} dla niedomieszkowanego krzemu i germanu o przewodnictwie n i p [151].

Tabela 4.1. Współczynniki piezorezystywne krzemu i germanu

| Współczynnik piezorezystywny | π_{11} $\cdot 10^{11}$ [1/Pa] | π_{12} $\cdot 10^{11}$ [1/Pa] | π_{44} $\cdot 10^{11}$ [1/Pa] |
|------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| n -Si, (11,7 Ω cm) | -102,2 | 53,4 | -13,6 |
| p -Si, (7,8 Ω cm) | 6,6 | -1,1 | 138,1 |
| n -Ge, (9,9 Ω cm) | -4,7 | -5,0 | -137,9 |
| p -Ge, (15,0 Ω cm) | -10,6 | 5,0 | 46,5 |

W wielu zastosowaniach technicznych szczególne znaczenie mają tzw. naprężenia planarne (dwuosiowe), które można rozłożyć na naprężenia podłużne, poprzeczne i skośne. W tej sytuacji równanie (4.3) można zapisać w postaci

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \pi_L\sigma_1 + \pi_T\sigma_2 + \pi_S\sigma_6, \quad (4.4)$$

gdzie: π_L , π_T , π_S są – odpowiednio – podłużnymi, poprzecznymi i skośnymi współczynnikami piezorezystywnymi.

W równaniu (4.4) wyróżniono zatem trzy rodzaje efektu piezorezystywnego: poprzeczny, podłużny i skośny. Podstawą takiego podziału jest konfiguracja kierunków naprężenia mechanicznego i osi piezorezystora (lub inaczej kierunku wektora gęstości prądu). Parametry π_L , π_T , π_S można dalej obliczyć według następujących równań [152]:

$$\pi_L = \pi_{11} - 2(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})F_{11}, \quad (4.5)$$

$$\pi_T = \pi_{12} - 2(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})F_{12}, \quad (4.6)$$

$$\pi_S = -4\pi_{44}F_{16}, \quad (4.7)$$

w których współczynniki F_{11} , F_{12} , F_{16} są funkcją kąta między kierunkiem krystalograficznym a naprężeniem mechanicznym (ewentualnie kierunkiem piezorezystora).

Wyznaczenie czułości piezorezystywnego detektora wychylenia dźwigni mikroskopu sił atomowych wymaga, oprócz obliczenia czułości piezorezystora, analizy zachowania się belki uginanej siłą F (rys. 4.4). Dla stosowanych w praktyce laborato-

ryjnej dźwigni piezorezystywnych, których grubość (kilkanaście mikrometrów) jest wielokrotnie mniejsza od grubości nasady czujnika (równej grubości krzemowej płytki podłożowej), można przyjąć, że siła działająca na końcówkę prowadzi do prostego zginania belki. W tym przypadku układ sił wewnętrznych w poprzecznym przekroju pręta sprowadza się do pary sił leżących w płaszczyźnie prostopadłej do jego przekroju. Jeżeli osie Y i Z są głównymi centralnymi osiami bezwładności przekroju, to moment zginający M_g pary sił leżącej w płaszczyźnie (X, Y) wywołuje proste zginanie o naprężeniu σ_1 w punkcie oddalonym o y od osi Z (rys. 4.4) [84]

$$\sigma_1 = \frac{y(l-x)}{I_z} F, \quad (4.8)$$

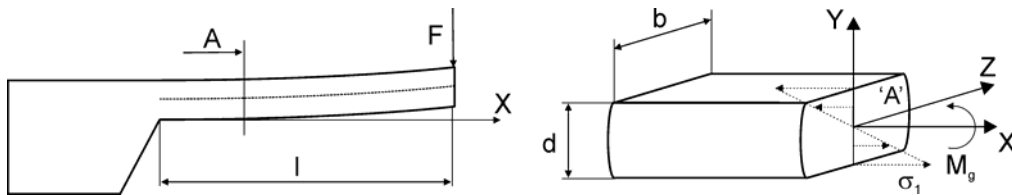
gdzie:

l – długość dźwigni,

x – odległość od nasady belki,

I_z – moduł bezwładności,

F – siła skupiona na końcówce dźwigni.



Rys. 4.4. Ugięcie belki mikroskopu sił atomowych i rozkład naprężeń mechanicznych w przypadku prostego zginania

Moment bezwładności I_z belki o przekroju prostokątnym wynosi odpowiednio

$$I_z = \frac{bd^3}{12}, \quad (4.9)$$

gdzie:

b – szerokość belki,

d – grubość belki.

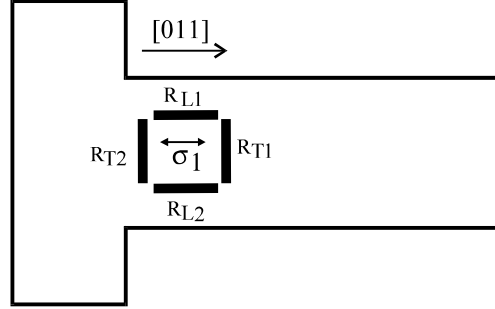
Analiza równania (4.8) wskazuje, że naprężenie mechaniczne σ_1 osiąga ekstremalne wartości w punkcie podparcia belki ($x = 0$) oraz na jej powierzchni ($y = \pm d/2$). Wynosi ono wówczas, po uwzględnieniu zależności (4.9),

$$\sigma_1 \left(x = 0, y = \pm \frac{d}{2} \right) = \sigma_{1 \text{ extr}} = \pm \frac{6Fl}{bd^2}. \quad (4.10)$$

Jeśli do wykonania dźwigni wybierze się płytkę krzemową o orientacji (100), to uprzywilejowanymi, z racji ekstremalnych wartości współczynników piezorezystywnych

π_L , π_T , osiami podłużnymi belki są kierunki [011], [101]. Konfigurację dla osi podłużnej dźwigni w kierunku [011] przedstawiono na rysunku 4.5 [153, 154, 155].

W takiej dźwigni naprężenia mechaniczne są rozłożone wzdłuż osi podłużnej belki i osiągają największe lub najmniejsze wartości u jej nasady oraz na górnej i dolnej powierzchni belki. Jeżeli wzdłuż osi podłużnej belki (kierunek [011] w kryształach) zostaną ułożone rezystory R_{L1} , R_{L2} (rys. 4.5), to taka konfiguracja odpowiada wystąpieniu podłużnego efektu piezorezystywnego. W rezystorach R_{T1} , R_{T2} wystąpi natomiast poprzeczny efekt piezorezystywny. W piezorezystorach detektora obciążanych ekstremalnym naprężeniem mechanicznym σ_{\max} , odpowiednio poprzecznie i podłużnie, względne zmiany rezystancji wyniosą [154]:



Rys. 4.5. Konfiguracja mostkowego piezorezystywnego detektora w belce pomiarowej mikroskopu sił atomowych (oś podłużna dźwigni w kierunku [011]) [154]

$$\frac{\Delta R_{T_i}}{R_{T_i}} = \frac{6\pi_T Fl}{bd^2}, \quad (4.11)$$

$$\frac{\Delta R_{L_i}}{R_{L_i}} = \frac{6\pi_L Fl}{bd^2}. \quad (4.12)$$

Przykładowe wartości współczynników π_L , π_T przyjęto na podstawie charakterystyk podanych w pracy [152], zakładając poziom domieszkowania $N_a = 6 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, temperaturę $T = 300 \text{ K}$, przewodnictwo typu p , kierunki krystalograficzne rezystorów [011] i [101], kierunek naprężenia mechanicznego [011] i orientację płytki podłoża [100]. Wartości współczynników piezorezystywnych π_L , π_T (obliczone na podstawie równań (4.5) i (4.6)) wynoszą w tym przypadku odpowiednio [152]:

$$\pi_L = -66,3 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1},$$

$$\pi_T = 71,8 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}.$$

Ponieważ bezwzględne wartości współczynników π_L , π_T różnią się niewiele, w pierwszym przybliżeniu można przyjąć, że zmiany wartości rezystancji piezorezystorów obciążanych poprzecznie i podłużnie są równe co do wartości bezwzględnej i przeciwne co do znaku. Jeśli rezystory wykonano tak, że $R_{L_i} = R_{T_i} = R$, to względne zmiany rezystancji w detektorze można przedstawić w postaci [154, 155]

$$\frac{\Delta R_{L_i}}{R_{L_i}} = -\frac{\Delta R_{T_i}}{R_{T_i}} = \frac{\Delta R}{R}. \quad (4.13)$$

Jeśli detektor mostkowy jest zasilany napięciem symetrycznym $\pm U$, to napięcie wyjściowe mostka U_p wynosi

$$U_p = 2 \frac{\Delta R}{R} U. \quad (4.14)$$

Po uwzględnieniu równań (4.13) i (4.14) oraz przyjęciu założenia, że $\xi \approx \pi_L \approx -\pi_T$, napięcie wyjściowe mostka U_p można wyrazić w funkcji siły F wywołującej ugięcie belki

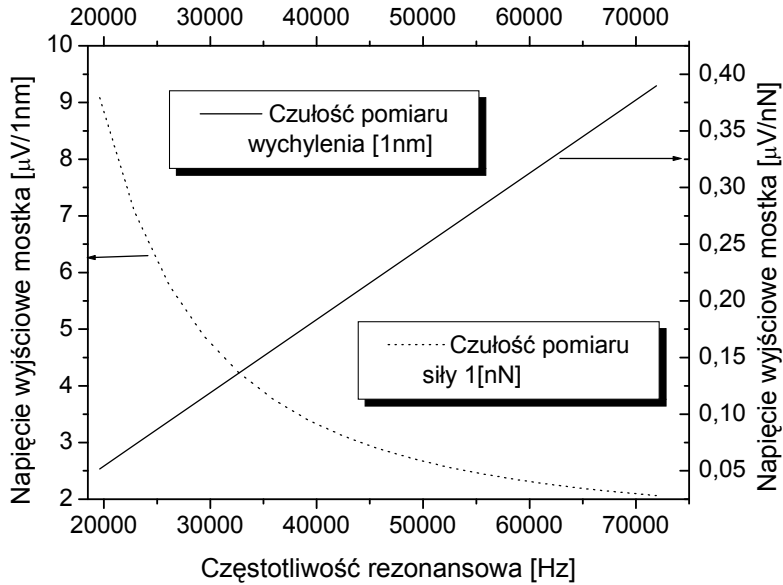
$$U_{p,F} = \frac{12\xi l U}{bd^2} F. \quad (4.15)$$

Równanie (4.15) można przekształcić tak, aby napięcie mostka U_p wyrażać w postaci zależności od ugięcia belki z . Przy założeniu, że $F = kz$, gdzie k jest stałą sprężystości belki o przekroju prostokątnym, wyrażoną dalej wzorem (7.1), rozważana funkcja przyjmie postać

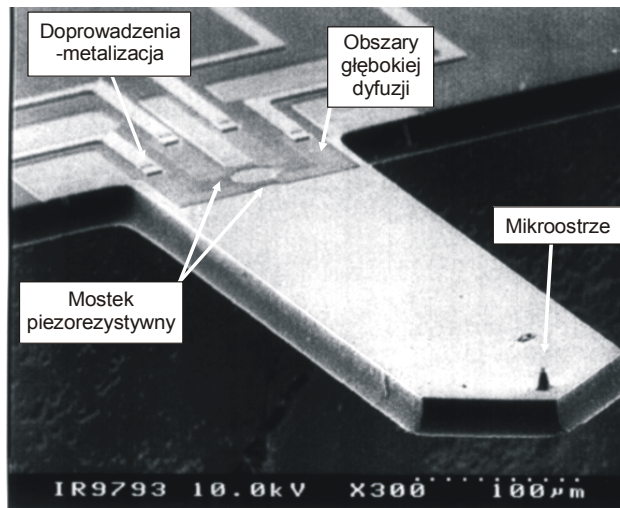
$$U_{p,z} = \frac{3\xi d E U}{l^2} z. \quad (4.16)$$

W badaniach realizowanych w Politechnice Wrocławskiej zastosowano dźwignie piezorezystywne o długości 650 μm i szerokości 200 μm . W procesie technologicznym wytwarzane są jednak belki o różnej grubości, co wpływa na ich właściwości mechaniczne. Ocena wartości czułości pomiaru wychYLENIA 1 nm i siły 1 nN działającej na mikrostrze jest dokonywana w praktyce laboratoryjnej na podstawie pomiaru częstotliwości rezonansowej belki. Na rysunku 4.6 przedstawiono wartości czułości pomiaru siły i wychYLENIA dla dźwigni piezorezystywnych, których częstotliwości rezonansowe mieszczą się w zakresie od 20 do 70 kHz. Opisane zmiany częstotliwości rezonansowych oznaczają zmiany grubości dźwigni w zakresie od 6 do 22 μm oraz równoznacznie zmiany stałej sprężystości od 6 do 330 N/m. Na rysunku 4.7 pokazano dźwignię mikroskopu sił atomowych z mostkowym piezorezystywnym detektorem jej ugięcia [133].

W takiej dźwigni wytworzono pełną strukturę mostka piezorezystywnego. W jego skład wchodzi cztery piezorezystory czułe na naprężenia mechaniczne wywołane siłą działającą na mikrostrze. Każdy z tych piezorezystorów znajduje się w obszarze zbliżonych wartości naprężeń mechanicznych. Dzięki temu sygnał elektryczny na wyjściu detektora piezorezystywnego przyjmie czterokrotnie większą wartość niż w układzie z pojedynczym aktywnym czujnikiem. Dodatkową zaletą detektora mostkowego jest większa stabilność termiczna układu. Wszystkie rezystory mostka mają bowiem prawie równe sobie współczynniki temperaturowe zmian rezystancji. Ponieważ rezystory detektora są wytwarzane dodatkowo w jednym procesie technologicznym, stosunkowo prosto więc można zapewnić również wstępne zrównoważenie mostka. Opisane powyżej czynniki stanowią o zaletach dźwigni z mostkowym piezorezystywnym układem do detekcji wychYLENIA ostrza w stosunku do układów z jednym piezorezystorem integrowanym w dźwigni sprężystej [123, 124, 125].



Rys. 4.6. Czułość pomiaru siły nacisku 1 nN i wychylenia 1 nm za pomocą belki piezorezystywnej o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej dźwigni

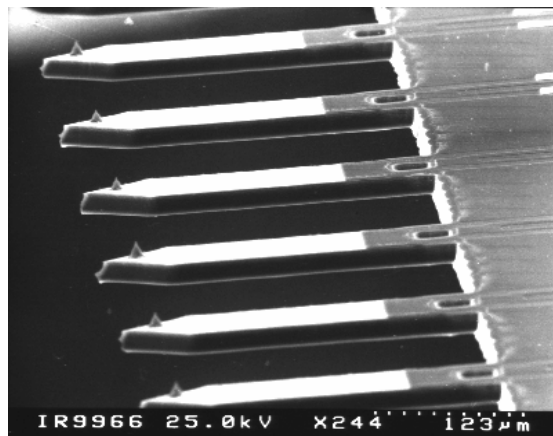


Rys. 4.7. Piezorezystywna belka mikroskopu sił atomowych

Analiza równania (4.15) pokazuje również, że do uzyskania maksymalnej czułości pomiaru siły działającej na mikroostrze należy konstruować dźwignie o możliwie dużej długości, małej szerokości i grubości. Należy jednak zauważyć, że:

- ♦ Zmniejszanie szerokości dźwigni jest ograniczone wymiarami piezorezystorów, które są zintegrowane z dźwignią.

W przypadku piezorezystorów z rodziny czujników opisanej w pracach [133, 134] długość i szerokość piezorezystorów wynoszą $50\ \mu\text{m}$. W przypadku opisanej technologii wytwarzania mostka piezorezystywnego nie jest zatem możliwe wytwarzanie dźwigni sprężystych o szerokości mniejszej niż około $70\ \mu\text{m}$. Zwiększeniu czułości pomiaru siły służą natomiast otwory wytworzone metodą trawienia plazmowego w obszarze belki otaczającym detektor piezorezystywny (rys. 4.8) [148, 156]. Zadaniem tego typu wycięć jest zmniejszenie efektywnej szerokości belki i skupienie naprężeń mechanicznych w obszarze detektora piezorezystywnego [157].



Rys. 4.8. Matryca dźwigni piezorezystywnych z otworem koncentrującym naprężenia mechaniczne w obszarze detektora piezorezystywnego [148]

- ♦ W technologii belki piezorezystywniej, opisanej w pracach [133, 134], utrudnione jest wytwarzanie struktur o grubości równej około $5\ \mu\text{m}$.

Dodatkowo, w celu uzyskania możliwie dużej czułości pomiarowej niezbędne jest, aby grubość dźwigni była zdecydowanie większa niż głębokość piezorezystorów², która wynosi zwykle około $3\ \mu\text{m}$. W technologii dźwigni z mostkowym detektorem wychylenia ostrza płytkie piezorezystory mogą być utworzone w układzie tranzystora MOS [158, 159]. W omawianym rozwiązaniu kanał tranzystora MOS jest indukowany napięciem przykładanym do bramki struktury. Jak pokazały obliczenia przeprowadzone w pracach [158, 159], możliwe jest w ten sposób utworzenie piezorezystywnych czujników naprężeń o głębokości w zakresie od 10 do 20 nm.

² W ekstremalnym przypadku, gdy głębokość piezorezystora jest równa grubości belki, detektor piezorezystywny nie reaguje na naprężenia mechaniczne wywołane działaniem siły skupionej na końcówce sondy.

- ◆ W technologii tzw. ultracienkich dźwigni piezorezystywnych część sprężysta czujnika o grubości 100 nm jest wytwarzana na podłożu SOI [160].

W opisywanej pracy piezorezystory o grubości około 10 nm zostały wytworzone na drodze epitaksji cienkich warstw domieszkowanego półprzewodnika, pełniącego rolę piezorezystora, na krzemowej mikrodźwigni sprężystej. Zaproponowana technologia pozwala na detekcję oddziaływań z rozdzielczością 500 fN w paśmie pomiarowym od 10 Hz do 1 kHz [160]. Inną metodą wytwarzania płytkich piezorezystorów jest implantacja jonowa przeprowadzana przez warstwę dodatkowego cienkiego dwutlenku krzemu pokrywającego obszar piezorezystora [129] lub implantacja przy obniżonym napięciu przyspieszającym wiązkę jonów do wartości 10 kV [161, 162]. Należy jednak zauważyć, że integracja mikroostrza o zadowalających parametrach z dźwignią o tak małej grubości jest nadzwyczaj złożona. Zastosowanie układów z mikrosondami o wysokości rzędu kilkuset nanometrów w praktyce mikroskopii bliskich oddziaływań jest bardzo kłopotliwe. Przedstawiona powyżej charakterystyka pokazuje, że opisane w pracach [160, 161] układy będą stanowiły czujniki statycznych sił działających wzdłuż całej długości belki i zostaną użyte jako czujniki w mikrosystemach analityki biochemicznej (np. do segregacji łańcuchów DNA), ewentualnie do badania rezonansu magnetycznego.

- ◆ Równanie (4.15) pokazuje, że o czułości pomiaru siły i wychylenia decydują wymiary geometryczne dźwigni, właściwości materiałowe belki i parametry czujnika piezorezystywnego.

Możliwe jest zatem przeprowadzenie kalibracji sensora, której zadaniem jest określenie czułości pomiaru siły i wychylenia mikroostrza oraz stałej sprężystości belki, niezależnie od systemu, w jakim czujnik ten zostanie użyty. Jest to wyjątkowa właściwość dźwigni piezorezystywnych, która stanowi o ich przewadze nad innymi rozwiązaniami pomiaru i detekcji oddziaływań występujących w mikroskopii bliskich oddziaływań³.

- ◆ Stosunkowo prosta architektura systemu akwizycji danych pomiarowych z czujnika piezorezystywnego otwiera możliwości zastosowania tego typu układów w jedno- i dwuwymiarowych matrycach dźwigni sprężystych [148, 163, 164, 165].

Matryce te umożliwiają szybki i wysokorozdzielczy pomiar topografii powierzchni dużych struktur, takich jak np. układy scalone lub maski mikroelektroniczne. Badania takie mają szczególne znaczenie dla przemysłu mikroelektronicznego, gdzie diagnostyka wytwarzanych struktur musi zajmować możliwie mało czasu.

- ◆ W przypadku rezonansowej mikroskopii sił przyciągających wymagane jest, aby ostrze pomiarowe drgało ponad badaną powierzchnią z możliwie najmniejszą

³ W systemach optycznych detektorów ugięcia ostrza czułość pomiaru wychylenia i siły zależy od ustawienia plamki laserowej, pozycji dźwigni mocowanej w głowicy, poziomu promieniowania lasera półprzewodnikowego i geometrii układu optycznego. Wymienione czynniki ulegają zmianom w czasie eksperymentów, co w istotny sposób ogranicza m.in. powtarzalność pomiaru (rozumianą jako: właściwość przyrządu polegająca na tym, że jego wskazania są zbliżone do siebie w przypadku wielokrotnego pomiaru tej samej wielkości mierzonej w tych samych warunkach [4]).

amplitudą (w praktyce amplituda drgań rezonansowych w rezonansie powinna wynosić ok. 0,1 nm) [166, 167].

Analiza teoretyczna zaprezentowana w tych pracach i przeprowadzone pomiary pokazały, że możliwe jest w takich warunkach uzyskanie atomowych rozdzielczości pomiaru topografii powierzchni. Wzbudzenie drgań o tak małych amplitudach jest możliwe jednak tylko w przypadku dźwigni o stałych sprężystości większych niż około 100 N/m. Zastosowanie czujników piezorezystywnych, dla których wytwarzanie struktur o dużych stałych sprężystych jest już technologicznie opanowane, powinno przyspieszyć postęp w tego typu badaniach [168]. Należy zauważyć, że niewątpliwym atutem czujników z rodziny sensorów opisanej w pracach [133, 134] jest ostrze pomiarowe, które jest wytwarzane na drodze trawienia anizotropowego, którego jakość dorównuje najlepszym ostrzom dźwigni współpracujących z optycznymi detektorami wychylenia.

- ♦ Zależności podane wzorami (4.15) i (4.16) określają czułość pomiaru siły i wychylenia mikrostrza w przypadku prostego ugięcia belki.

Analiza ta odpowiada zastosowaniu dźwigni piezorezystywnych w statycznym trybie mikroskopii bliskich oddziaływań.

W przypadku badań rezonansowych zaprezentowane obliczenia dotyczą drgań w modzie podstawowym. Zgodnie z obliczeniami pokazanymi w podrozdziale 3.1 dla wyższych modów drgań, zmianie ulegają stałe sprężystości belki i amplitudy drgań wolnego mikrostrza. Przy założeniu, że rozkład naprężeń mechanicznych w belce jest taki sam jak w przypadku drgań podstawowych, wartości napięcia wyjściowego mostka piezorezystywnego w funkcji wychylenia ostrza ($U_{p,zi}$) i w funkcji siły ($U_{p,Fi}$) można obliczyć zgodnie z zależnościami podanymi w tabeli 4.2.

Tabela 4.2. Napięcie wyjściowe mostka dźwigni piezorezystywnej w funkcji siły nacisku i wychylenia końcówki dla wyższych modów rezonansowych

| Rząd drgań | Stała sprężystości | Amplituda drgań | Czułość pomiaru wychylenia $U_{p,zi}$ | Czułość pomiaru siły $U_{p,Fi}$ |
|------------|--------------------|-----------------|---------------------------------------|---------------------------------|
| 1 | k | A | $U_{p,z}$ | $U_{p,F}$ |
| 2 | 40,4 | 0,32 | 0,32 | 0,01 |
| 3 | 317,5 | 1,04 | 1,04 | 0,003 |
| 4 | 1218,4 | 5,95 | 5,95 | 0,004 |

4.3.2. Dźwignie piezorezystywne do detekcji siły nacisku i tarcia

W czasie pomiaru właściwości powierzchni dźwignia sprężysta mikroskopu sił atomowych ulega wychyleniu w wielu stopniach swobody. Zgodnie ze wstępnymi uwagami przedstawionymi w podrozdziale 4.2, pionowe ugięcie dźwigni odpowiada topografii badanej powierzchni, skręcenie zaś belki jest związane z siłami tarcia, jakie działają na mikrosondę w czasie przesuwu po powierzchni. Detekcja sił tarcia, skupionych na ostrzu, może być prowadzona metodami optycznymi w układzie czujnika natężeniowego [115] lub za pomocą dwóch interferometrów oświetlających końcówkę

dźwigni [28, 29]. Zespół dwóch interferometrów zastosowano również do obserwacji wychyleń w osi pionowej i poziomej podwójnej dźwigni, wykonanej w postaci mikrokratownicy, na końcu której osadzono diamentowe ostrze [169]. Opisywany układ zastosowano do obserwacji zjawisk trybologicznych występujących na powierzchni twardych dysków magnetycznych przy obciążeniach ostrza siłą kilkunastu mikrontonów. Siły tarcia w podobnej skali i w podobnych układach były także obserwowane za pomocą czujnika piezorezystywnego, z którym integrowano głowicę zapisu i odczytu [170]. Przeprowadzane eksperymenty wykonywano przy sile nacisku około 80 mN i prędkości obrotowej dysku w zakresie od 1 do 100 obr/s [170].

W ramach prac badawczych, realizowanych we współpracy z Instytutem Technologii Elektronowej w Warszawie i Uniwersytetem w Kassel (Niemcy), opracowano i zastosowano do badania właściwości trybologicznych powierzchni nowatorski czujnik piezorezystywny, zawierający układ detekcji sił działających pionowo i prostopadle do mikroostrza zintegrowanego z sensorem (rys. 4.9) [144, 145]. Siły działające pionowo na mikroostrze są także nazywane siłami nacisku. Siły skierowane prostopadle do ostrza pomiarowego są natomiast utożsamiane z tarciem, jakie występuje między mikrosondą i preparatem w czasie skanowania. Zarówno siły nacisku, jak i siły tarcia skupione na mikrostrzu pomiarowym wywołują w objętości mikrobekki naprężenia mechaniczne skierowane wzdłuż różnych osi czujnika. Zadanie czujnika piezorezystywnego zintegrowanego z mikrobekką polega zatem na ich selektywnej detekcji. Opisywany detektor nacisku i tarcia składa się z 3 piezorezystorów umieszczonych w belce podłużnej i w belkach poprzecznych czujnika (rys. 4.10). Piezorezystor R_z , umieszczony w dźwigni środkowej czujnika, służy do detekcji oddziaływań wzdłuż osi ostrza (prostopadle do płaszczyzny dźwigni). Piezorezystory umieszczone w dźwigniach skrajnych czujnika są natomiast przeznaczone do detekcji oddziaływań prostopadłych do mikrostrza (równoległych do płaszczyzny dźwigni). Analityczne obliczenie czułości opisywanego czujnika piezorezystywnego i innych jego właściwości jest jednak bardzo utrudnione z powodu złożonej budowy sensora. Określenie właściwości metrologicznych czujnika jest w tym przypadku możliwe jedynie na podstawie analizy zachowań czujnika metodą elementów skończonych.

Założmy, że oś współrzędnych Z , będąca jednocześnie osią podłużną belki, odpowiada osi krystalograficznej płytki podłożowej $[110]$, oś współrzędnych X odpowiada osi krystalograficznej $[1\bar{1}0]$, a płaszczyzna płytki jest (001) (rys. 4.11). Zmiany względne wartości rezystancji piezorezystora lokowanego wzdłuż osi $[110]$ i $[1\bar{1}0]$ opisują poniższe równania [171]:

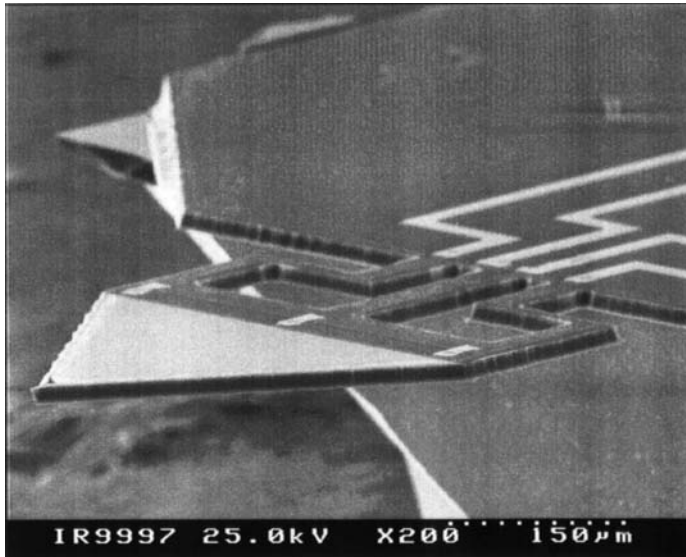
$$\left(\frac{\Delta R_z}{R_z}\right) = \pi_L|_{[110]}\sigma_z + \pi_T|_{[110]}\sigma_x, \quad (4.17)$$

$$\left(\frac{\Delta R_{xi}}{R_{xi}}\right) = \pi_L|_{[1\bar{1}0]}\sigma_x + \pi_T|_{[1\bar{1}0]}\sigma_z, \quad (4.18)$$

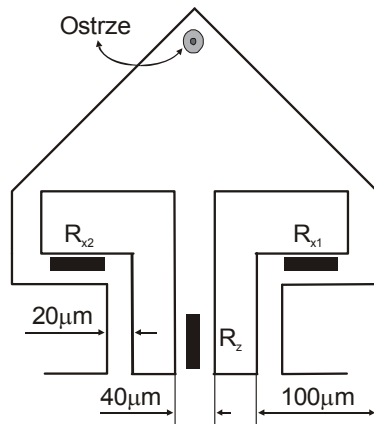
w których:

π_L, π_T – średnie współczynniki piezorezystywne,

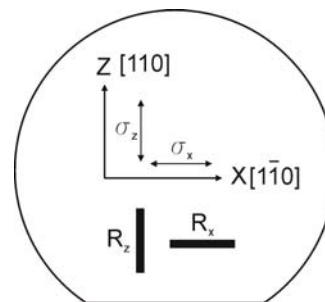
σ_z, σ_x – naprężenia mechaniczne w kierunkach osi Z i X.



Rys. 4.9. Krzemowa mikrobeltka piezorezystywna do detekcji sił tarcia i siły nacisku [144]



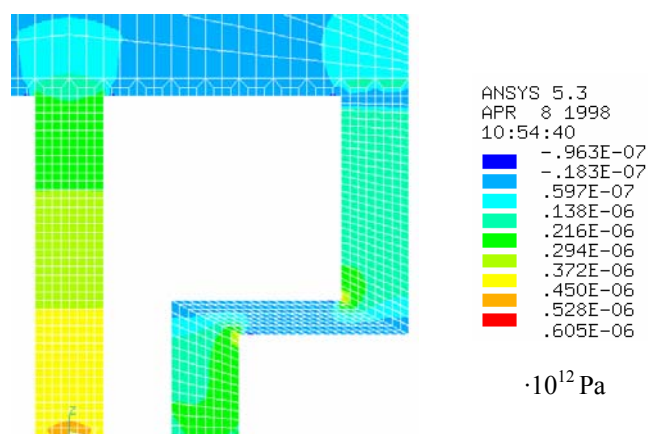
Rys. 4.10. Krzemowa mikrobeltka piezorezystywna do detekcji sił tarcia i siły nacisku – rozmieszczenie piezorezystorów



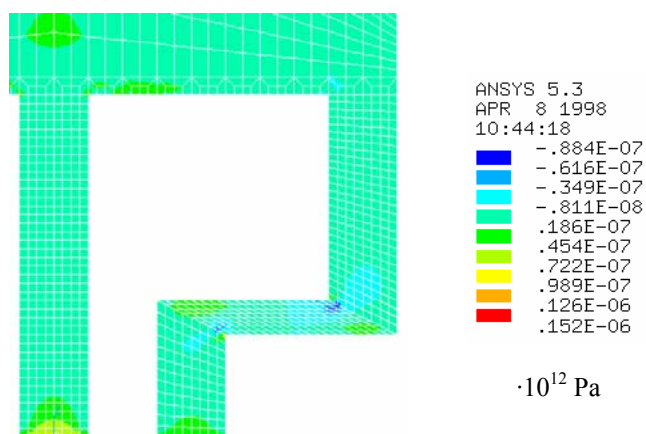
Rys. 4.11. Krzemowa mikrobeltka piezorezystywna do detekcji sił tarcia i siły nacisku – kierunki krystalograficzne piezorezystorów i płytki podłożowej

Przykładowa analiza czułości detekcji sił poziomych i poprzecznych dotyczy mikrobeltki pokazanej na rysunku 4.9. Przypadek ugięcia belki siłą pionową odpowiada ugięciu prostemu dźwigni. W objętości belki występują w tym przypadku naprężenia

mechaniczne jedynie w kierunku osi Z (rys. 4.12). Wniosek ten potwierdza analiza narażeń mechanicznych czujnika, przeprowadzona za pomocą metody elementów skończonych. Wyniki obliczeń pokazują również, że naprężenia mechaniczne występujące w kierunku osi X są w tym przypadku pomijalnie małe (rys. 4.13).



Rys. 4.12. Rozkład naprężeń w belkach podłużnych i poprzecznych czujnika przy obciążeniu ostrza siłą pionową 1 μN – kierunek osi Z [171]



Rys. 4.13. Rozkład naprężeń w belkach podłużnych i poprzecznych czujnika przy obciążeniu ostrza siłą pionową 1 μN – kierunek osi X [171]

Względną zmianę wartości rezystancji piezorezystora R_z można zatem obliczyć zgodnie z zależnością [171]

$$\left(\frac{\Delta R_z}{R_z}\right) = \pi_L|_{[110]} \sigma_z. \quad (4.19)$$

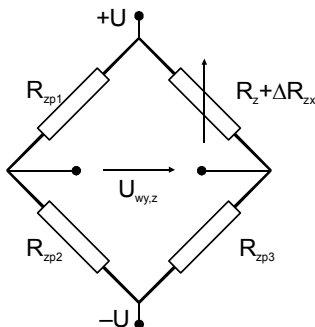
Dla układu mostka Wheatstone'a z jednym piezorezystorem aktywnym R_z napięcie wyjściowe detektora sił pionowych wynosi zatem (rys. 4.14)

$$U_{wy,z} = \frac{\Delta R_z}{R_{zp} + R_z + \Delta R_z} U. \quad (4.20)$$

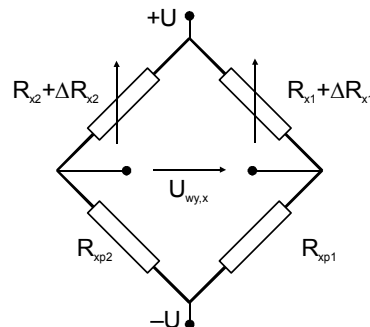
Przy założeniu, że $R_{zp,i} = R_z$ i $\Delta R_z \ll R_z$, można zapisać w przybliżeniu

$$U_{wy,z} \approx \frac{\Delta R_z}{2R_z} U. \quad (4.21)$$

Gdy napięcie zasilania $U = \pm 0,5$ V, napięcie wyjściowe detektora mostkowego, przy obciążeniu ostrza siłą pionową $1 \mu\text{N}$, wynosi $U_{wy,z} = 70 \mu\text{V}$. Rezystory R_{x1} i R_{x2} są tak połączone (rys. 4.15), aby tworzyły mostek czteroramienny z dwoma czujnikami aktywnymi. Działająca na mikroostrze siła nacisku wywołuje w obydwóch piezorezystorach R_{x1} i R_{x2} naprężenia mechaniczne o tej samej wartości i znaku. W tym przypadku sygnał wyjściowy z mostka, złożonego z piezorezystorów R_{x1} i R_{x2} , nie zmienia swojej wartości.



Rys. 4.14. Połączenia układu do detekcji siły nacisku

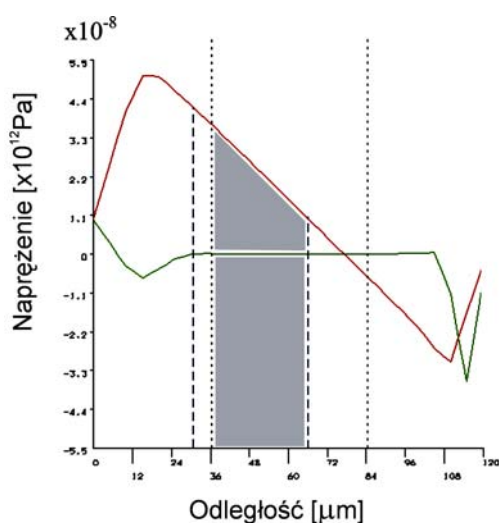


Rys. 4.15. Połączenia układu do detekcji siły tarcia

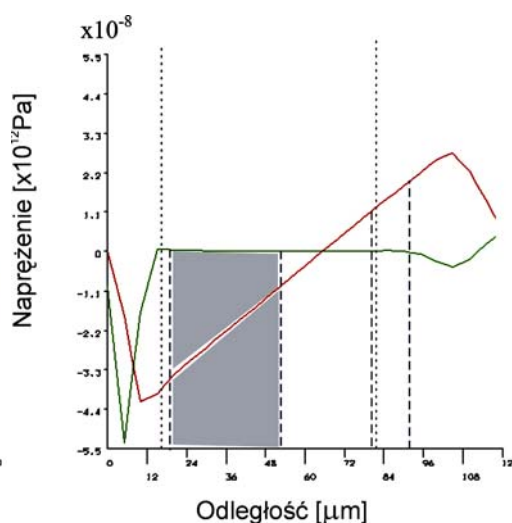
Wyniki analizy naprężeń mechanicznych, przeprowadzonej za pomocą elementów skończonych, pokazują, że w przypadku ugięcia belki siłą działającą prostopadle do ostrza (innymi słowy – tarcie między ostrzem a powierzchnią) w obszarze mikrobelki występują naprężenia mechaniczne zarówno wzdłuż osi X , jak i osi Z . Przebieg naprężeń mechanicznych występujących w tym przypadku w obszarze piezorezystorów R_{x1} i R_{x2} przedstawiono na rysunkach 4.16 i 4.17 (założono, że piezorezystory te są wdyfundowane w odległości $5 \mu\text{m}$ od górnej krawędzi dźwigni). Wartości naprężeń mechanicznych wzdłuż osi Z są pomijalnie małe, w porównaniu z naprężeniami rejestrowanymi wzdłuż osi X . Dodatkowo wartości i znak naprężeń wzdłuż osi Z są takie

same, co powoduje, że sygnał wyjściowy mostka detekcyjnego z piezorezystorami R_{x1} i R_{x2} nie zmienia swojej wartości pod wpływem tych obciążeń. Naprężenia w osi X , rejestrowane w obszarze piezorezystorów R_{x1} i R_{x2} , są natomiast równe co do wartości bezwzględnej i przeciwne co do znaku (rys. 4.16 i 4.17). Dla takiego ułożenia piezorezystorów napięcie wyjściowe mostka do detekcji sił tarcia wynosi [171]

$$U_{wyx} = \frac{\Delta R_x}{R_x} U \approx \pi_L \sigma_x U. \quad (4.22)$$



Rys. 4.16. Rozkład naprężeń w piezorezystorze R_{x1} wzdłuż osi X i Y (piezorezystor położony 5 μm od górnej krawędzi belki) – obciążenie siłą poziomą 1 μN [171]



Rys. 4.17. Rozkład naprężeń w piezorezystorze R_{x2} wzdłuż osi X i Z (piezorezystor położony 5 μm od górnej krawędzi belki) – obciążenie siłą poziomą 1 μN [171]

Gdy wartość napięcia zasilania $U = \pm 0,5 \text{ V}$, napięcie wyjściowe mostka U_{wyx} , z piezorezystorami R_{x1} i R_{x2} , przy obciążeniu ostrza siłą poziomą 1 μN , wynosi $U_{wyx} = 10 \mu\text{V}$.

4.3.3. Dźwignie piezorezystywne jako czujniki masy i składu mieszanin gazowych

Możliwość detekcji wychylenia belki za pomocą zintegrowanego z dźwignią detektora pozwoliła na zastosowanie tego typu układów jako czujników masy zaadsorbowanej na powierzchni belki. Analiza równania (2.3) pokazuje bowiem, że obserwacja częstotliwości rezonansowych może być także podstawą do określenia zmiany masy drgającej mikrobekki sprężystej [106, 172, 173, 174, 175]⁴. Układy takie zasto-

⁴ Należy dodać, że pomiar częstotliwości rezonansowej dźwigni należy do jednych z najbardziej dokładnych i w praktyce laboratoryjnej można go przeprowadzać z rozdzielczością pojedynczych miliherców.

sowano do kontroli procesu utwardzania fotorezystu, którego warstwę naniesiono na krzemową mikrobekkę długości 600 μm , szerokości 100 μm i grubości 5 μm . W czasie ekspozycji w warstwie fotorezystu dochodzi do [106]:

- ◆ Odparowania rozpuszczalnika zawartego w emulsji.

Po nałożeniu fotorezystu i wygrzaniu go w objętości emulsji pozostaje zwykle około 5% rozpuszczalnika. Ta resztkowa ilość jest następnie odparowywana w czasie roboczego naświetlania wzoru.

- ◆ Uwalniania molekuł N_2 z warstwy emulsji.

Zjawisko to jest szczególnie widoczne w przypadku fotorezystów pozytywowych z grupy fotorezystów *Novolack*, naświetlanych promieniowaniem o długości w zakresie od 300 do 500 nm.

Ocena zmiany masy fotorezystu w czasie ekspozycji pozwala na precyzyjną ocenę dawki promieniowania potrzebnej do przeprowadzenia procesu litografii. Dla opisanych powyżej mikrodźwigni zmiana częstotliwości rezonansowej mikrobekki o 1 Hz oznaczała zmianę masy o $2 \cdot 10^{-13}$ g. W przeprowadzonych eksperymentach zaobserwowano zmiany częstotliwości mikrobekki odpowiadające zmianom masy fotorezystu o $11,3 \cdot 10^{-12}$ g.

Drgające dźwignie piezorezystywne mogą być również stosowane jako czujnik gazu. W przypadku dźwigni ze zintegrowaną częścią wykonaną w postaci krzemu porowatego [173, 174] możliwa była obserwacja wilgotności gazu w zakresie od 10 do 80%, której towarzyszyła zmiana częstotliwości rezonansowej w przedziale od 84 do 76 kHz [174].

Matryce czterech dźwigni piezorezystywnych zastosowano też do detekcji składu mieszanin gazowych [175]. Część jednej dźwigni piezorezystywnej była pokryta warstwą polimeru PDMS (polidimetyloooksanów), drugiej zaś warstwą polimeru PVP (poliwinylpirydyny). Końcowe części dwóch pozostałych belek pokryto warstwami azotku węgla CN_x . Cała matryca była umieszczona w komorze pomiarowej, w której zmieniano skład gazu. Podczas badań zaobserwowano, po zmianach wilgotności w zakresie od 20 do 80% zmiany częstotliwości rezonansowych w przedziale o szerokości do 200 Hz. Największą czułość wykazywała dźwignia pokryta polimerem PDMS, która adsorbowała najwięcej molekuł wody (innymi słowy masa efektywna dźwigni zmieniała się w największym zakresie). W badaniach stężenia alkoholu dźwignia ta charakteryzowała się jednak najmniejszą czułością. Przy zmianach koncentracji metanolu od 20 do 90% zaobserwowano zmianę częstotliwości w zakresie 50 Hz, a zmiany częstotliwości rezonansowych dla dźwigni pokrytych polimerem PDMS wyniosły 350 Hz. Uzyskane wyniki wskazują jednak, że możliwe jest skonstruowanie na bazie dźwigni piezorezystywnych układów tzw. sztucznych nosów, które umożliwiają detekcję stężenia składników mieszaniny gazów. Istotnym atutem zastosowania dźwigni piezorezystywnych w tego typu układach jest uproszczony sposób akwizycji sygnałów pomiarowych. Ułatwia to zdecydowanie automatyzację całego systemu i przetwarzanie uzyskanych danych metodami sztucznej inteligencji.

5. Budowa modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań

Realizacja opisanych we wstępie prezentowanej pracy badań wymagała opracowania konstrukcji i zastosowania uniwersalnego systemu modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań. System ten powinien się charakteryzować otwartą architekturą zespołów elektronicznych i mechanicznych o ściśle zdefiniowanych właściwościach użytkowych i metrologicznych oraz uniwersalnym oprogramowaniem sterowania i przetwarzania danych i obrazów. Dodatkowo konstrukcja systemu powinna umożliwiać łatwe dostosowywanie właściwości i struktury pomiarowej urządzenia do wymagań realizowanych eksperymentów. Komercyjne systemy pomiarowe, które są dostępne na rynku, ogół tych wymagań nie spełniają. Urządzenia te są z reguły systemami zamkniętymi, przeznaczonymi do rutynowych badań typowych próbek za pomocą standardowych czujników. Architektura tych urządzeń jest często optymalizowana pod kątem zapewnienia użytkownikowi komfortu i prostoty obsługi. Właściwości metrologiczne aparatury nie są natomiast znane, a ponadto nie można ich zmieniać.

W ramach prac realizowanych w Politechnice Wrocławskiej opracowano rodzinę systemów pomiarowych mikroskopii bliskich oddziaływań, które stosowano następnie we wszystkich prowadzonych badaniach. W urządzeniach tych można wyróżnić następujące główne składniki:

- ◆ Głowica mechaniczna mikroskopu.

Blok ten obejmuje układy piezoaktuatorów przesuwu próbki (lub ostrza pomiarowego) w płaszczyźnie XY i osi Z , mechanizm zgrubnego zbliżania sondy do powierzchni, zespoły tłumienia drgań akustycznych i wibracji. Układ mechaniczny mikroskopu może również integrować mikroskop optyczny obserwacji pola skanowania połączony z kamerą CCD.

- ◆ Układy elektroniczne sterujące procesem pomiaru i akwizycją danych.

Układy te obejmują zespoły małoszumowych wzmacniaczy wejściowych, regulatorów PID, wzmacniaczy wysokonapięciowych sterujących pracą piezoceramiki i zespoły zadajników pola skanowania. Osobną część urządzenia tworzą zespoły sterowania procesem zbliżania sondy do badanej powierzchni, zasilania lasera półprzewodnikowego i akwizycji danych pomiarowych z detektora piezorezystywnego.

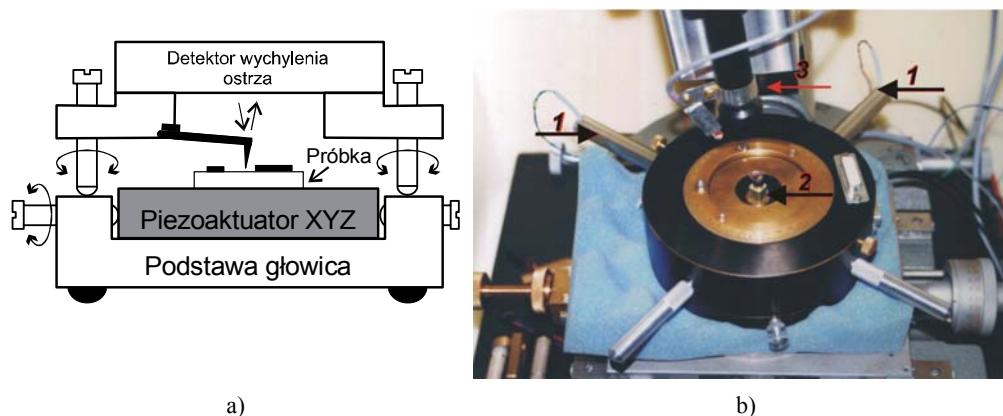
- ◆ Oprogramowanie przetwarzania obrazu i danych oraz sterowania procesem pomiarowym.

5.1. Głowica mikroskopu bliskich oddziaływań

W układzie mechanicznym mikroskopu bliskich oddziaływań można wyróżnić dwie podstawowe konstrukcje:

- ♦ Głowice ze skanującą próbką (ang. *Sample Scan*) [176].

W urządzeniach takich badany preparat jest mocowany na piezoaktuatorze realizującym przesuwę w płaszczyźnie XY i osi Z (rys. 5.1). Mikrosonda pomiarowa jest natomiast umieszczona w nieruchomym uchwycie ponad poruszającą się powierzchnią. Konstrukcje takie charakteryzują się stosunkowo prostą, zwartą i stabilną konstrukcją mechaniczną. Dodatkowo głowice ze skanującą próbką są stosowane przede wszystkim do pomiaru preparatów o stosunkowo małych wymiarach i ciężarze. Większy ciężar próbki zmniejsza częstotliwość rezonansu mechanicznego aktuatora piezoelektrycznego i uniemożliwia poruszanie preparatu z większą prędkością. Przykład głowicy ze skanującą próbką przedstawiono na rysunku 5.1a.



Rys. 5.1. Głowica mikroskopu bliskich oddziaływań z nieruchomą sondą *Sample scan*:

a) schemat głowicy, b) widok podstawy i piezoaktuatora XYZ:

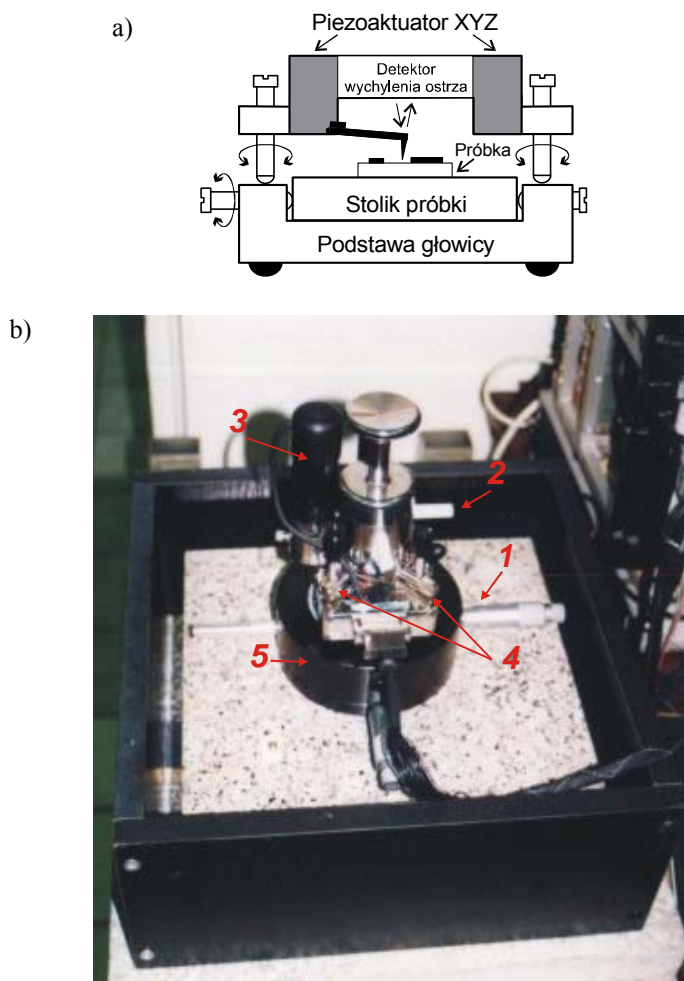
- 1 – silniki stałoprądowe przesuwu zgrubnego próbki,
- 2 – aktuator Z, 3 – kamera CCD obserwacji pola skanowania

W opracowanych w Politechnice Wrocławskiej rozwiązaniach na głowicy z piezoaktuatorami mocowany jest zespół detektora wychylenia ostrza pomiarowego. W zależności od trybu przeprowadzanych badań może to być zespół detekcji dyfrakcyjnej lub interferometrycznej wychylenia ostrza mikroskopu sił ścinających [177, 178], natężeniowy detektor wychylenia ostrza [179] lub układ współpracujący z dźwigniami piezorezystywnymi.

- ♦ Głowice z ruchomą mikrosondą (ang. *Probe Scan*) [180].

W konstrukcjach tych dźwignia pomiarowa wraz z układem detekcji ruchu mikroostrza porusza się nad nieruchomą próbką (rys. 5.2). Głowice tego typu stosuje się przede wszystkim do pomiarów mikro- i nanostruktur osadzonych na większych i cięższych

podłożach (lub zintegrowanych z większymi blokami)¹. Konstrukcja układów mechanicznych ułatwia bowiem prostą integrację z systemem zespołów pomiaru przesunięć realizowanych przez aktulatory piezoelektryczne mikroskopu.



Rys. 5.2. Głowica mikroskopu bliskich oddziaływań z ruchomą sondą *Sample scan*:

a) schemat głowicy, b) widok głowicy wraz ze stolikiem preparatu:

- 1 – mechanizm zgrubnego przesuwu preparatu,
- 2 – skaner przesuwu w osi X (Y),
- 3 – kamera CCD obserwacji pola skanowania,
- 4 – mechanizm justowania pozycji lasera,
- 5 – głowica stolika preparatu

¹ Urządzenia takie często są nazywane głowicami typu *Stand alone*.

W przypadku tego typu konstrukcji dużym problemem jest jednak opracowanie stabilnego, lekkiego i niewrażliwego na zakłócenia zespołu detektora nanowychylenia mikroostrza, który musi się poruszać razem z piezoprzesuwami mikros sondy. W przypadku natężeniowej detekcji ugięcia belki wadą układów ze skanującą mikros sondą jest konieczność przesuwu plamki laserowej razem z poruszającą się mikrodźwignią. Wymaga to stosunkowo złożonej modyfikacji optyki oświetlenia belki sprężystej, polegającej np. na integracji z piezoprzesuwem ruchomej mikrosoczewki [181]. Rozwiązaniem tego problemu jest konstrukcja piezoprzesuwów, w której rozdzielono funkcję skanowania powierzchni od funkcji sterowania wysokością zawieszenia ostrza ponad skanowanym preparatem [182]. Opisany układ pozwala na uzyskiwanie obrazów topografii powierzchni o bardzo dobrej jakości i niewielkich zniekształceniach [182]. Wadą rozwiązania jest jednak brak możliwości skanowania preparatów o dużym ciężarze z dowolną prędkością. Na rysunku 5.2b przedstawiono wygląd głowicy mikroskopu Topometrix „Explorer”, który był jednym z pierwszych systemów ze skanującą sondą pomiarową. W ramach zrealizowanych prac głowicę tę połączono z układami pomiarowo-sterującymi i oprogramowaniem opracowanym w Politechnice Wrocławskiej.

5.2. System sterująco-pomiarowy modułowego mikroskopu bliskich oddziaływań

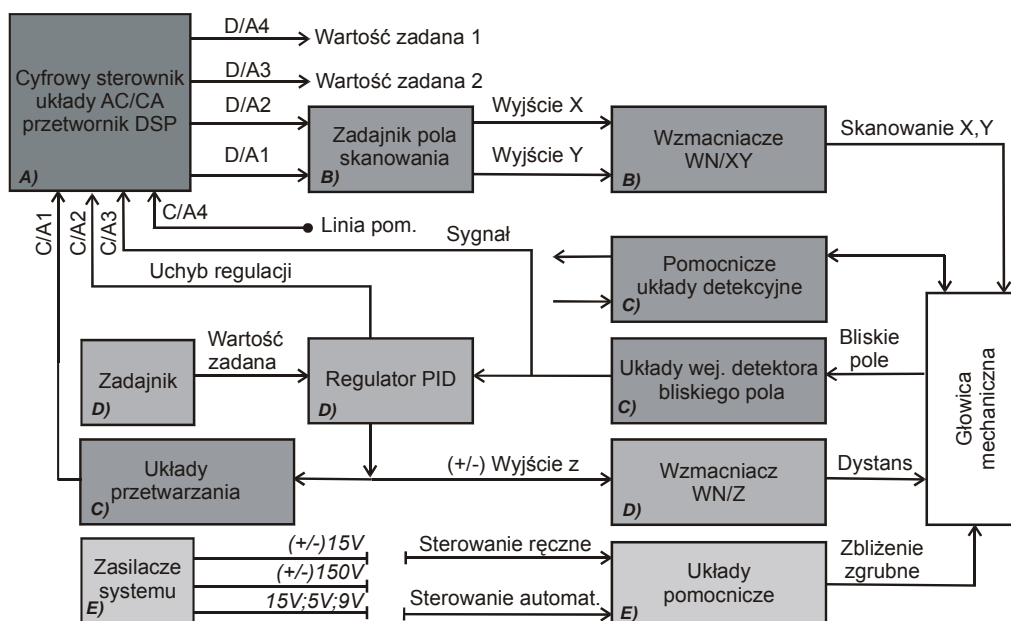
Podstawowy schemat elektronicznego systemu sterująco-pomiarowego mikroskopu bliskich oddziaływań, składającego się z pięciu bloków, przedstawiono na rysunku 5.3.

5.2.1. Sterownik cyfrowy

Blok cyfrowego sterownika (zespół A – rys. 5.3) zawiera zespoły przetworników analogowo-cyfrowych A/C i cyfrowo-analogowych C/A oraz cyfrowych linii sterowania wejść WE i wyjść WY. Zadaniem tych zespołów jest akwizycja sygnałów pomiarowych, odpowiadających [183]:

- ♦ wysokości zawieszenia ostrza pomiarowego nad badaną powierzchnią (sygnał: Wyjście z – rys. 5.3),
- ♦ jakości sterowania wartością bliskiego pola między sondą a preparatem (sygnał: Uchyb regulacji – rys. 5.3),

Z zespołem cyfrowego sterownika są ponadto zwykle połączone obwody związane z obserwacją dodatkowych zjawisk występujących między sondą a próbką. Do obwodów takich należą detektory tarcia występującego między ostrzem a powierzchnią, przewodności elektrycznej powierzchni, elastyczności próbki itd. W systemach mikroskopii bliskich oddziaływań skonstruowanych w Politechnice Wrocławskiej możliwa jest, w zależności od typu karty pomiarowej, akwizycja czterech lub szesnastu dodatkowych sygnałów.



Rys. 5.3. System sterująco-pomiarowy modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań

Zadaniem zespołu przetworników A/C i C/A oraz cyfrowych linii sterowania WE/WY jest również sterowanie procesem skanowania, co jest związane z:

- ♦ zadawaniem wielkości i pozycji pola skanowania,
- ♦ definiowaniem szybkości i kierunku skanowania.

Cyfrowy sterownik, który jest zwykle połączony z komputerem osobistym PC, może zawierać również zespół przetwornika sygnałowego DSP (ang. *Digital Signal Processor* – DSP). Rozwiązanie takie umożliwia realizację zadań pomiarowych i sterujących mikroskopu bliskich oddziaływań niezależnie od procesów realizowanych przez system operacyjny komputera PC [184, 185, 186]. Zadaniem zespołu przetwornika sygnałowego DSP jest w tym przypadku:

♦ **Programowe sterowanie wartością bliskiego oddziaływania** występującego między ostrzem a powierzchnią. Umożliwia to nadzwyczaj elastyczne zadawanie warunków sterowania w otwartej i zamkniętej pętli sprzężenia zwrotnego mikroskopu bliskich oddziaływań. Możliwość swobodnego definiowania miejsc na badanej powierzchni, w których dochodzi do zmiany trybu sterowania oraz czasu, w jakim system ma zadane procesy realizować, ma istotne znaczenie dla badań spektroskopowych bliskich oddziaływań i podczas wykonywaniu procedur nanolitografii. Przetwornik sygnałowy DSP pozwala również na zastosowanie adaptacyjnych algorytmów regulacji wartości bliskiego oddziaływania występującego między ostrzem a powierzchnią. Celem tak realizowanego sterowania jest poprawa jakości regulacji wartości bliskiego pola występującego między ostrzem a preparatem i wierne odwzorowanie właściwości powierzchni.

♦ **Nadzór nad pracą układów przetworników** analogowo-cyfrowych i cyfrowo-analogowych. Większość systemów z przetwornikami sygnałowymi DSP jest wyposażona we własne układy zegarowe, które umożliwiają ściśle definiowanie przebiegu czasowego prowadzonych badań. Proces pomiarowy przebiega zatem w tym przypadku niezależnie od otoczenia systemu, z którym blok przetwornika DSP kontaktuje się po zakończonym zadaniu. Dodatkowo procesory sygnałowe mogą przetwarzać w czasie rzeczywistym sygnały z czujników położenia skanera piezoelektrycznego i tak sterować jego zasilaniem, aby zapewnić możliwie liniowe przesunięcia.

Mankamentem zastosowania przetworników sygnałowych DSP jest możliwość przetwarzania sygnałów tylko w ograniczonym paśmie częstotliwości. W praktyce laboratoryjnej, przy obciążeniu procesora sygnałowego obliczeniami związanymi ze sterowaniem bliskim oddziaływaniem występującym między sondą a powierzchnią i skanowaniem powierzchni, możliwa jest akwizycja i przetwarzanie danych w paśmie do około 10 kHz. Nie jest możliwe w tym przypadku zastosowanie układów o opisywanej powyżej konfiguracji w szybkiej mikroskopii bliskich oddziaływań i w systemach współpracujących z matrycami dźwigni sprężystych.

5.2.2. Zadajnik pola skanowania i wzmacniacze WN/XY

Układy zadajnika pola skanowania i wzmacniaczy WN/XY (zespoły B – rys. 5.3) odpowiadają za sterowanie napięciami zasilania przykładanymi do przesuwników piezoelektrycznych. Zadajnik pola skanowania jest zespołem wzmacniaczy różnicowych i sumacyjnych oraz stopni separujących, które współpracują z dzielnikami sygnału i filtrami dolnoprzepustowymi. Możliwe jest dzięki temu zadawanie wielkości pola skanowania i jego pozycji. Układy zadajnika pola skanowania pracują w paśmie do 2 kHz, co umożliwia sterowanie procesem skanowania o maksymalnej rozdzielczości 512×512 linii. Funkcją zadajnika pola skanowania jest wytwarzanie napięć sterujących dla wysokonapięciowych układów wykonawczych, jakimi są wzmacniacze WN/XY. W zależności od konstrukcji aktuatora piezoelektrycznego i rozdzielczości pomiaru napięcia wyjściowe układów wykonawczych mieszczą się odpowiednio w zakresach od –15 do –150 V i od +15 do +150 V, a wzmocnienia zespołu wysokonapięciowego wynoszą 1 i 10 V/V.

5.2.3. Układy detekcji i przetwarzania bliskiego pola

Układy detektora bliskiego pola są zespołami bezpośrednio współpracującymi z detektorem bliskiego oddziaływania występującego między ostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią (zespoły C – rys. 5.3). W zależności od trybu pomiarowego układy te mogą być przetwornikami prądu tunelowego, prądu fotodetektora laserowego czujnika natężeniowego wychylenia ostrza, wzmacniaczami sygnału z czujników piezorezystywnych itp. W tabeli 5.1 zestawiono podstawowe układy wejściowe stosowane w mikroskopii bliskich oddziaływań wraz z ich charakterystyką. W systemie skonstruowanym w Politechnice Wrocławskiej bloki te mogą być wymiennie zastępowane, co czyni konstrukcję całego urządzenia nadzwyczaj elastyczną.

Tabela 5.1. Podstawowe układy detektorów bliskiego pola i ich charakterystyka

| Lp. | Tryb pomiarowy | Układy wejściowe | Podstawowa charakterystyka |
|-----|---|---|--|
| 1 | Skaningowa mikroskopia tunelowa | przetworniki prądu tunelowego na napięcie | zakres detekcji prądów $1 \text{ pA} \div 50 \text{ nA}$, opcjonalna możliwość polaryzacji ostrza napięciem tunelowym z zakresu $5 \text{ mV} \div 0,5 \text{ V}$; możliwość logarytmowania prądu tunelowego w zakresie 5 dekad; pasmo przenoszenia: $0 \div 2 \text{ kHz}$; wzmacnienie $1 \text{ V}/100 \text{ pA}$ |
| 2 | Mikroskopia sił atomowych – natężeniowa detekcja wychylenia ostrza | dwu- lub cztero-kanalowe przetworniki prądu fotodetektora na napięcie połączone z układami arytmetycznymi | zakres detekcji prądów fotodetektora $1 \div 50 \text{ nA}$; wzmacnienie $1 \text{ V}/10 \text{ nA}$; pasmo przenoszenia w trybie statycznym $0 \div 2 \text{ kHz}$, w trybie rezonansowym $50 \div 500 \text{ kHz}$ |
| 3 | Mikroskopia sił atomowych – piezorezystywna detekcja wychylenia ostrza | wzmacniacze różnicowe (instrumentacyjne) współpracujące z mostkami cztero-ramiennymi | zakresy wzmacnienia 1000 V/V ; prąd polaryzacji $< 5 \text{ nA}$; współczynnik tłumienia składowej sumacyjnej $> 100 \text{ dB}$; pasmo przenoszenia w trybie statycznym $0 \div 2 \text{ kHz}$, w trybie rezonansowym $50 \div 500 \text{ kHz}$ |
| 4 | Mikroskopia sił atomowych – interferometryczna detekcja wychylenia ostrza | przetworniki prądu na napięcie | zakres detekcji prądów fotodetektora $10 \text{ pA} \div 50 \text{ nA}$, wzmacnienie $1 \text{ V}/10 \text{ nA}$; pasmo przenoszenia w trybie statycznym $0 \div 2 \text{ kHz}$, w trybie rezonansowym $50 \div 500 \text{ kHz}$ |
| 5 | Mikroskopia sił atomowych – piezoelektryczna detekcja wychylenia ostrza | przetworniki prądu na napięcie lub wzmacniacze napięciowe o dużej impedancji wejściowej | zakres detekcji prądów $5 \div 20 \text{ pA}$; wzmacnienie przetwornika prądu na napięcie zależne od zastosowanego rezonatora, możliwe kaskadowe połączenie wzmacniaczy napięciowych z wejściowym przetwornikiem prądu na napięcie; prąd polaryzacji wzmacniaczy napięciowych 5 pA ; pasmo przenoszenia $20 \text{ kHz} \div 5 \text{ MHz}$ |
| 6 | Skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego – detekcja wychylenia ostrza | rozwiązania jak w punkcie 2 | |
| 7 | Mikroskopia sił elektrostatycznych – detekcja wychylenia ostrza pomiarowego | rozwiązania jak w punkcie 2 i 3 | |
| 8 | Mikroskopia sił ścinających Shear force – interferometryczna detekcja wychylenia ostrza | rozwiązania jak w punkcie 4 | zakres detekcji prądów fotodetektora $10 \text{ pA} \div 50 \text{ nA}$, wzmacnienie $1 \text{ V}/1 \text{ nA}$, możliwe kaskadowe połączenie wzmacniaczy napięciowych z wejściowym przetwornikiem prądu na napięcie; pasmo przenoszenia $1 \div 100 \text{ kHz}$ |

Układy przetwarzania bliskiego pola są stosowane natomiast do połączenia obwodów wejściowych detektora bliskiego pola z zespołami akwizycji danych lub pomocniczymi układami sprzężenia zwrotnego (np. pętla Kelvina mikroskopu sił elektrostatycznych). W tabeli 5.2 zestawiono układy stosowane w systemach opracowanych w Politechnice Wrocławskiej.

Tabela 5.2. Podstawowe pomocnicze układy detekcyjne stosowane w systemach modułowego mikroskopu bliskich oddziaływań

| Lp. | Układ pomocniczy | Funkcja | Charakterystyka |
|-----|--|--|--|
| 1 | Selektywne wzmacniacze fazoczułe (ang. <i>Lock-In amplifiers</i>) | selektywna filtracja sygnałów | zakres detekcji napięć $1 \mu\text{V} \div 100 \text{ mV}$; wzmocnienie $80 \div 120 \text{ dB}$; pasmo przenoszenia: $100 \text{ Hz} \div 500 \text{ kHz}$; zakresy stałych czasowych $1 \text{ ms} \div 1 \text{ s}$; |
| 2 | Selektywne wzmacniacze i prostowniki sygnałowe | selektywna filtracja sygnałów | zakres detekcji napięć $1 \mu\text{V} \div 100 \text{ mV}$; wzmocnienie $60 \div 100 \text{ dB}$; pasmo przenoszenia: $100 \text{ Hz} \div 500 \text{ kHz}$; dobroć układu zależnie od częstotliwości przenoszonego sygnału w zakresie: $10 \div 30$; utrudnione strojenie filtrów, które zapewnia utrzymanie zdefiniowanej dobroci dla sygnałów o różnych częstotliwościach |
| 3 | Zespoły arytmetyczne | zwiększenie rozdzielczości akwizycji sygnałów | wzmocnienie 1 V/V , 2 V/V , 4 V/V , 8 V/V ; pasmo przenoszenia: $0 \div 2 \text{ kHz}$; opcjonalne operacje dodawania i odejmowania sygnałów odniesienia |
| 4 | Detektory częstotliwości | detekcja częstotliwości rezonansowych drgań belki i rezonatorów piezoelektrycznych | detekcja częstotliwości w zakresie $20 \div 500 \text{ kHz}$ z rozdzielczością $0,1 \text{ Hz}$; detektory pracujące jako detektory koincydencyjne, cyfrowe lub analogowe pętle PLL |

5.2.4. Układy pętli sprzężenia zwrotnego

Zadaniem zespołu pętli sprzężenia zwrotnego jest sterowanie wysokością zawieszenia ostrza nad badaną powierzchnią, tak aby zapewnić w czasie pomiaru stałą wartość oddziaływania skupionego na mikrosondzie (zespoły D – rys. 5.3). Częścią centralną całego zespołu jest regulator proporcjonalnie całkujący PI [187, 188]. Do tego zespołu należą ponadto wzmacniacz WN/Z i zadajnik wartości zadanej. Schemat wewnętrzny regulatora PI modułowego mikroskopu bliskiego oddziaływania przedstawiono na rysunku 5.4. Sygnałami wejściowymi regulatora są: sygnał korespondujący z oddziaływaniem aktualnie skupionym na mikroostrzu i sygnał tzw. wartości zadanej definiującej poziom bliskiego pola, który ma być zachowany w czasie badań [189]. Sygnały te po przejściu przez obwody wejściowe regulatora PI, złożone ze wzmacniaczy różnicowych i filtrów dolnoprzepustowych, są od siebie odejmowane w bloku

sumatora. Różnica tych dwóch sygnałów, nazywana uchybem regulacji, w zapisie operatorowym wyraża się równaniem

$$E(s) = X(s) - X^*(s), \quad (5.1)$$

w którym:

$E(s)$ – transformata Laplace'a uchybu regulacji,

$X(s)$ – transformata sygnału wyjściowego układów detektora bliskiego pola,

$X^*(s)$ – transformata wartości zadanej.

Uchyb regulacji jest poddawany następnie przetwarzaniu proporcjonalno-całkowemu, zgodnie z zależnością [142]

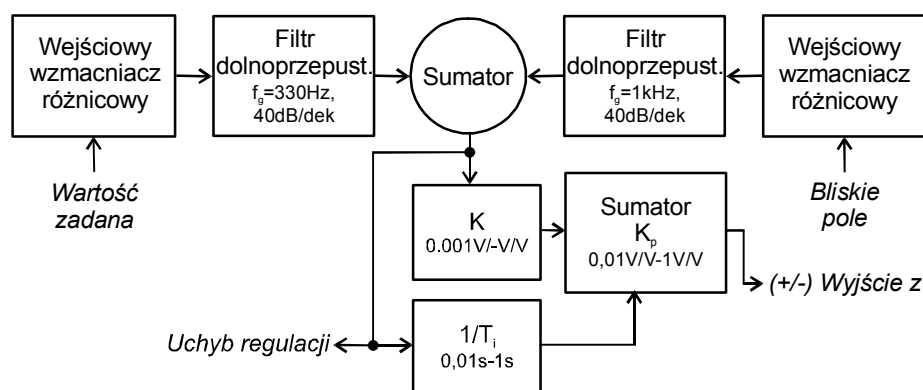
$$U(s) = E(s) \left[K_p \left(K + \frac{1}{sT_i} \right) \right], \quad (5.2)$$

w której:

K_p – zakres proporcjonalności,

K – wzmacnienie części proporcjonalnej,

T_i – stała całkowania regulatora PI.



Rys. 5.4. Struktura regulatora PI mikroskopu bliskich oddziaływań

Sygnaly wyjściowe części całkującej i proporcjonalnej są sumowane i wzmacniane w zespole sumatora. Zespół ten pełni również dodatkowo rolę ogranicznika sygnału wyjściowego, co zabezpiecza przed niewłaściwą polaryzacją piezoceramiki sterującej wysokością zawieszenia sondy nad badaną powierzchnią.

W modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań obwody nastaw zakresu proporcjonalności, wzmacnienia regulatora i stałej całkowania uniwersalnego regulatora PI muszą być tak projektowane, aby umożliwić precyzyjny dobór tych nastaw w szerokim zakresie [190]. Należy bowiem zauważyć, że każda zmiana w układzie mikroskopu, związana np. z wymianą czujnika bliskiego oddziaływania lub badanego preparatu, doбором innej prędkości skanowania lub wartości zadanej, zmienia dynamikę całej

pętli sprzężenia zwrotnego systemu. Strojenie regulatora, które musi być zatem przeprowadzone przed każdym rozpoczęciem pomiarów, ułatwia w tym przypadku oprogramowanie sterujące. Jedną z jego funkcji jest modulacja wartości zadanej, podawanej do regulatora sygnałem o zdefiniowanej częstotliwości i amplitudzie. Obserwacja uchybu regulacji pozwala w tym przypadku na ustalenie nastaw regulatora tak, aby uzyskać optymalne warunki pomiarowe.

Struktura wzmacniacza wysokonapięciowego WN/Z jest zbliżona do struktury wzmacniaczy stosowanych do sterowania przesuwami aktuatorów piezoelektrycznych w płaszczyźnie skanowania. Obwody wejściowe w tym przypadku umożliwiają sterowanie wysokonapięciowego stopnia wyjściowego sygnałem z regulatora PI (w paśmie 2 kHz) i dodatkowo sygnałami dwóch wejść modulacyjnych (w pasmach odpowiednio równych 200 Hz i 2 kHz). Wejścia modulacyjne w tak opracowanym systemie pozwalają na ręczne sterowanie wysokością zawieszenia ostrza i przesuwem aktuatora piezoelektrycznego, koniecznym np. do kalibracji czułości detektora wychylenia ostrza pomiarowego.

5.2.5. Zasilacze systemu i układy pomocnicze

Grupę układów pomocniczych stanowią zespoły, które nie są związane z przetwarzaniem sygnałów odpowiadających oddziaływaniom występującym między mikrosondą pomiarową a badaną powierzchnią (zespoły E – rys. 5.3). Należy też zwrócić uwagę, że właściwości tych zespołów silnie wpływają na jakość prowadzonych badań i pomiarów.

W tabeli 5.3 zestawiono podstawowe układy stosowane w systemach skonstruowanych w Politechnice Wrocławskiej.

Tabela 5.3. Podstawowe układy pomocnicze stosowane w systemach modułowych mikroskopu bliskich oddziaływań

| Lp. | Układ pomocniczy | Funkcja | Charakterystyka |
|-----|--|---|--|
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | Zasilacze systemowe | zasilanie układów analogowych niski- i wysokonapięciowych, obwodów cyfrowych i sterowania | eliminacja pasożytniczych sprzężeń elektromagnetycznych i galwanicznych przez ekranowanie uzwojeń w transformatorach sieciowych, filtrację tętnień, staranne uziemianie odpowiednich sekcji zasilania i kaskadowe stabilizowanie napięć zasilacza |
| 2 | Sterowniki silników krokowych i stałoprądowych | sterowanie zgrubnymi przesuwami stolika pomiarowego i uchwytu mikrosondy | możliwość sterowania ręcznego i automatycznego; sterowanie wysokością zawieszenia ostrza w zakresie 10 mm z rozdzielczością 100 nm; sterowanie przesuwami stolika pomiarowego w zakresie 10 mm z rozdzielczością 10 μ m w trybie ręcznym i automatycznym |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|--|
| 3 | Zasilacze prądowe laserów półprzewodnikowych i diod LED | precyzyjne zasilanie źródeł promieniowania | zakres prądów zasilania od 10 mA do 100 mA; stabilność prądu zasilania 10 ppm/K; możliwość stabilizacji mocy wiązki w układzie pętli sprzężenia zwrotnego z dodatkowym fotodetekтором; możliwość analogowej modulacji prądu zasilania |
| 4 | Układy sterowania pracą złączy termoelektrycznych Peltiera | stabilizacja temperatury pracy stolików pomiarowych, komór pomiarowych itd. | zasilanie złączy Peltiera ze źródeł prądowych o wydajności do 3 A; sterowanie pracą układów termoelektrycznych w otwartym i zamkniętym układzie sterowania |
| 5 | Układy pomocniczych mikroskopów optycznych sprzężonych z kamerami CCD | zasilanie kamer CCD, oświetlaczy obrazu, akwizycja obrazów | zasilanie układów wizyjnych ze źródeł izolowanych galwanicznie od zasilaczy systemowych |

5.3. Oprogramowanie modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań

Wykonanie badań opisanych na wstępie pracy wymagało, oprócz konstrukcji aparatury, opracowania uniwersalnego oprogramowania, umożliwiającego sterowanie pracą mikroskopu, akwizycję danych pomiarowych, analizę i przetwarzanie uzyskanych wyników. Zasadniczą cechą opracowanych rozwiązań jest możliwość realizacji poszczególnych zadań sterowania, pomiaru, analizy i przetwarzania danych według scenariusza narzuconego przez użytkownika systemu. Dodatkowo oprogramowanie to musi współpracować z aparaturą, której architektura jest zmieniana w zależności od rodzaju przeprowadzanych badań. W przypadku systemów komercyjnych możliwość takiego interaktywnego planowania przebiegu eksperymentu, elastycznego konfigurowania oprogramowania i wszechstronnego analizowania wyników jest zwykle nadzwyczaj ograniczona.

Opracowane – w ramach prac realizowanych w Politechnice Wrocławskiej – oprogramowanie składa się z dwóch pakietów procedur, umożliwiających² [191]:

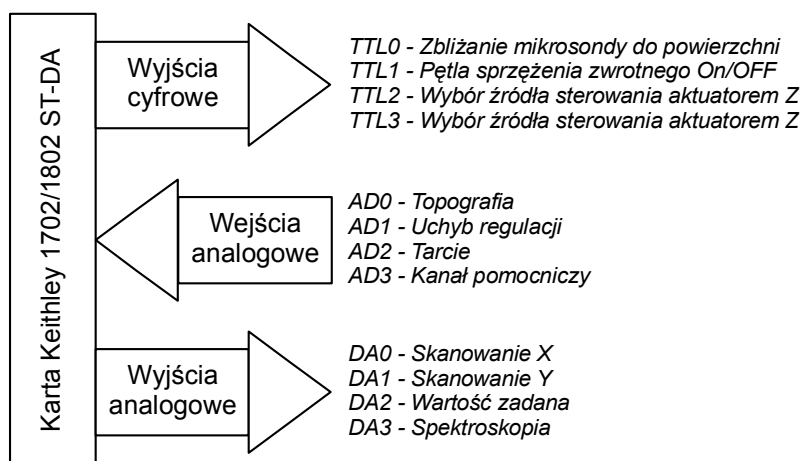
- ◆ kompleksowe sterowanie pracą mikroskopu (pakiet procedur *TopoSkan*),
- ◆ analizę i przetwarzanie zarejestrowanych danych i obrazów (pakiet procedur *TopoGraf*).

² Oprogramowanie zrealizowano przy użyciu platformy Visual C++ ver. 6.0 dla systemów operacyjnych Windows 95/98, NT, 2000 i XP.

5.3.1. Oprogramowanie sterujące – pakiet procedur *TopoSkan*

Program *TopoSkan* współpracuje z kartami przetworników analogowo-cyfrowych i cyfrowo-analogowych A/C i C/A firmy Keithley 1702STDA i 1802STDA. Poniżej przedstawiono schemat połączeń portów WE/WY, niezbędnych do komunikacji karty z systemem pomiarowym mikroskopu bliskich oddziaływań:

16 wejść analogowych o rozdzielczości 12 bitów ze sterowanymi programowo przedwzmacniaczami D0–D15 (rys. 5.5). Wejścia te są używane do akwizycji danych pomiarowych rejestrowanych w czasie skanowania badanej powierzchni. W celu zwiększenia rozdzielczości systemu pomiarowego stosuje się w opracowanych systemach pomiarowych dodatkowe stopnie wzmacniaczy wyjściowych o wzmacnieniu zmienianym w zakresie od 1 do 8 V/V, które podnoszą poziom rejestrowanych sygnałów.



Rys. 5.5. Schemat blokowy połączeń portów WE/WY karty pomiarowej Keithley 1702ST-DA (1802ST-DA) w systemie pomiarowym mikroskopu bliskich oddziaływań

Program *TopoSkan* umożliwia jednoczesną rejestrację 4 sygnałów. W praktyce laboratoryjnej są to najczęściej sygnały:

- ◆ wyjścia regulatora PI, którego zadaniem jest utrzymanie stałej wartości oddziaływania występującego między mikroostrzem a badaną powierzchnią,
- ◆ uchybu regulacji oddziaływania między ostrzem a powierzchnią,
- ◆ odpowiadające tarcie między ostrzem a powierzchnią (w przypadku zastosowania detektorów natężeniowych oddziaływań między sondą a powierzchnią),
- ◆ kanału pomocniczego.

4 wyjścia analogowe DA0–DA3 o rozdzielczości 12 bitów (rys. 5.5). Standardowe połączenia wyjść analogowych karty pomiarowej z systemem opracowanym w ramach projektu badawczego są następujące:

- ◆ przetworniki DA0 i DA1 są stosowane do sterowania procesem skanowania powierzchni,
- ◆ przetwornik DA2 ustala wartość zadaną bliskiego oddziaływania, które jest rejestrowane w czasie pomiaru właściwości powierzchni,
- ◆ przetwornik DA3 jest kanałem pomocniczym, który służy do modulowania bliskiego oddziaływania między ostrzem a powierzchnią w badaniach spektroskopowych.

4 linie cyfrowe TTL0–TTL3 (rys. 5.5), które służą do:

- ◆ sterowania procedurą automatycznego zbliżania mikrosondy do powierzchni,
- ◆ „zamrażania” pętli sprzężenia zwrotnego,
- ◆ wyboru źródła sterowania wysokością zawieszenia ostrza pomiarowego ponad preparatem.

Oprogramowanie *TopoScan* umożliwia w opcji skanowania dobór:

- ◆ liczby linii skanowania (możliwe konfiguracje: 64×64 linii, 128×128 linii, 256×256 linii, 512×512 linii, 1024×1024 linii),
- ◆ wartości zadanej, na poziomie której odbywa się rejestracja właściwości skanowanej powierzchni,
- ◆ prędkości i kierunku skanowania oraz czasów pomiaru danych w jednym punkcie,
- ◆ liczby i adresów kanałów, danych pomiarowych, z których odczytywane i zapamiętywane są dane pomiarowe.

Dodatkowo oprogramowanie *TopoScan* umożliwia również:

- ◆ Pomiar charakterystyki odpowiedzi detektora nanowychylenia ostrza pomiarowego w funkcji wydłużenia piezoaktuatora osi Z.

Funkcja ta ma zasadnicze znaczenie przy ustalaniu wartości siły nacisku mikroostrza na powierzchnię w trybie statycznym lub ocenianiu odległości między mikrosondą a badanym preparatem w trybie rezonansowym mikroskopii bliskich oddziaływań;

- ◆ Adresowanie wybranych punktów na powierzchni preparatu i wykonanie w tych punktach badań spektroskopowych.

Dzięki tej funkcji staje się możliwe przeprowadzenie lokalnych badań właściwości elektrycznych i mechanicznych powierzchni w punktach wybranych na podstawie zarejestrowanego obrazu topografii.

- ◆ Przeprowadzanie procesów nanolitografii.

Ideą tej funkcji jest modyfikacja powierzchni emulsji elektronoczułych lub powierzchni metalicznych za pomocą prądu emitowanego z mikroostrza pomiarowego osadzonego na mikrodźwigni sprężystej.

5.3.2. Oprogramowanie przetwarzania, wizualizacji i analizy obrazów – pakiet procedur *TopoGraf*

W systemach mikroskopii bliskich oddziaływań skonstruowanych w Politechnice Wrocławskiej dane rejestrowane w czasie skanowania powierzchni są zapisywane do

macierzy wyników w kolejności zgodnej z procedurą przesuwu ostrza nad powierzchnią. Macierz wyników jest tablicą o wymiarach $2^n \times 2^n$, gdzie n jest liczbą punktów pomiarowych w jednej linii skanowania. Macierz ta zawiera liczby zmiennoprzecinkowe typu float z zakresu od $-10,0$ V do $+10,0$ V, obliczone jako wynik wstępnego uśrednienia dokonanego przez procedury pakietu *TopoGraf*.

Program *TopoGraf* umożliwia natomiast przeprowadzenie dalszych procedur, których zadaniem jest przetwarzanie i wizualizacja uzyskanych danych oraz ich analiza.

Do procedur przetwarzania danych, które są wstępnym krokiem wizualizacji i analizy obrazu, zaliczyć należy procedury:

- ◆ Filtracji wyostrzającej i uśredniającej kontury.
- ◆ Usuwania początkowych i końcowych linii skanowania.

Funkcją tej procedury jest eliminacja z macierzy wyników danych związanych z niestabilnym początkiem i końcem skanowania, jak również zakłóceń występujących w momencie zmiany kierunku przesuwu ostrza.

- ◆ Równoważenia skali barw zarejestrowanych obrazów.

Zadaniem tej funkcji jest przedstawienie zarejestrowanego obrazu tak, aby zakres zmian przetwarzanych sygnałów w pełni odpowiadał skali barw obowiązującej palety.

- ◆ Kadrowania obrazu.

Funkcją tej procedury jest umożliwienie dalszego przetwarzania i analizy wskazanych obszarów pierwotnego obrazu.

- ◆ Korekcji nachylenia [192].

Jest to najczęściej stosowana w mikroskopii bliskiego pola wstępna procedura przetwarzania obrazu. Jej zadaniem polega na przedstawieniu obrazu w pełnej głębi ostrości bez uwzględnienia:

- wpływu początkowego pochylenia próbki w uchwycie stolika pomiarowego,
- dodatkowego przesunięcia rejestrowanego w czasie skanowania powierzchni związanego z nieortogonalnością przesuwów aktuatorów piezoelektrycznych mikroskopu.

Zastosowanie tej procedury i jej dodatkowych funkcji umożliwia również zmniejszenie zniekształceń obrazu związanych z niestabilnością układu detektora bliskiego pola (np. niestabilność mocy wiązki oświetlającej belkę mikroskopu sił atomowych) oraz drgań całego układu. Korekta nachylenia przeprowadzana jest na drodze obliczenia i odjęcia od zarejestrowanego obrazu:

- rzędnych płaszczyzny wyznaczonej przez wskazane trzy punkty na obrazie,
- rzędnych średniej powierzchni obliczanej przez procedury oprogramowania *TopoGraf*, która powinna być usytuowana w zadanej odległości od górnej powierzchni zarejestrowanego obrazu.

Do procedur wizualizacji zarejestrowanego i ewentualnie wstępnie przetworzonego obrazu należą funkcje:

◆ Wizualizacji trójwymiarowej.

Zadaniem tej procedury jest przedstawienie otrzymanych danych w postaci trójwymiarowego obrazu. Wizualizacji takiej towarzyszyć może dodatkowo oświetlenie planu i jego obserwacja z różnych perspektyw, obrót obrazu oraz skalowanie wysokości struktury.

◆ Definiowania palety kolorów.

Dla poprawy odbioru całego zarejestrowanego obrazu lub jego niektórych szczegółów korzystne jest przedstawienie powierzchni w zmodyfikowanej skali barw. W opracowanym oprogramowaniu stosowane mogą być palety standardowe i palety edytowane przez użytkownika oprogramowania.

◆ Tworzenia raportów i eksportowania wyników przetwarzania i wizualizacji w innych formatach.

Procedurami analizy obrazu są natomiast procedury, które pozwalają na określenie właściwości fizycznych powierzchni lub na opis ilościowy zjawisk obserwowanych w czasie skanowania powierzchni. Do procedur takich należy zaliczyć funkcje:

◆ Skalowania obrazu zgodnie z założonymi charakterystykami przetwarzania aktuatora piezoelektrycznego.

◆ Analizy przekrojów.

Procedura ta ma istotne znaczenie w wyznaczaniu wymiarów geometrycznych struktur, których kształt został zarejestrowany za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań. Funkcje tej procedury pozwalają na wskazanie miejsca analizy, obliczenie na podstawie założonych charakterystyk ceramiki piezoelektrycznej geometrii struktury i sporządzenie raportu z pomiaru.

◆ Obliczeń parametrów chropowatości powierzchni.

W przypadku badań właściwości trybologicznych powierzchni ważnym problemem jest określenie parametrów chropowatości powierzchni na podstawie zarejestrowanego obrazu jej topografii. Funkcje tej procedury pozwalają na obliczenie parametrów średniej i średniokwadratowej chropowatości preparatu, wysokości najwyższych i najniższych miejsc na powierzchni.

◆ Obliczeń arytmetycznych zarejestrowanych danych. Procedury te pozwalają przykładowo na określenie mocy oddawanej z mikros sondy skaningowego mikroskopu bliskiego pola termicznego. Podstawą takich obliczeń jest znajomość wzmocnienia toru pomiarowego skaningowego mikroskopu termicznego.

◆ Analizy częstotliwościowej obrazu przeprowadzanej metodami szybkiej transformaty Fouriera (ang. *Fast Fourier Transformation* – FFT).

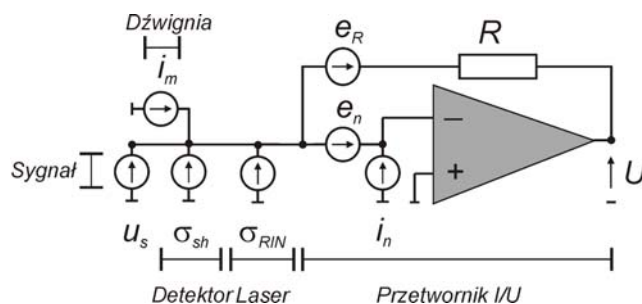
Procedury te są szczególnie często stosowane w przypadku pomiarów powierzchni periodycznych. Odwrotna transformata Fouriera, połączona z fitracją dolno-, górno- lub środkowoprzepustową, może dodatkowo służyć do eliminacji zakłóceń występujących na obrazie.

6. Zdolność rozdzielcza obserwacji wychylenia dźwigni sprężystej

Zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań do badania zjawisk występujących między mikroostrzem a powierzchnią wymaga przeprowadzenia analizy zdolności rozdzielczej systemu, która jest rozumiana jako możliwość obserwacji najmniejszego oddziaływania, pojawiającego się w układzie między mikrosondą a powierzchnią. W przypadku mikroskopii sił atomowych główne zadanie pomiarowe sprowadza się do obserwacji ugięcia mikrobekki pod wpływem siły skupionej na mikroostrzu. W niniejszym rozdziale dokonano analizy szumu, który pojawia się w całym układzie mikroskopu sił atomowych i którego wartość skuteczna determinuje granicę obserwacji wychylenia mikroostrza. Źródłem tego tła są szумы, które powstają w układzie optoelektronicznym i elektronicznym detektora ugięcia belki. Dodatkowym źródłem szumu są również drgania termiczne belki sprężystej, które zależą między innymi od geometrii czujnika. Zaprezentowana analiza dotyczy właściwości szumowych mikroskopów sił atomowych i opartych na nich modularnych mikroskopów bliskich oddziaływań stosowanych w badaniach w Politechnice Wrocławskiej i wyposażonych w natężeniowe i piezorezystywne detektory wychylenia belki sprężystej.

6.1. Zdolność rozdzielcza obserwacji nanowychylenia za pomocą detektora natężeniowego

Źródłem szumów w układzie optoelektronicznym natężeniowego detektora wychylenia ostrza jest zespół fotodetektora i źródło promieniowania, stosowane do oświetlenia belki, oraz układ przetworników fotoprądu na napięcie (I/U). W przedstawionej dalej charakterystyce szczegółowo omówiono wpływ każdego z tych składników na sumaryczny poziom szumów występujący w układzie. Podstawą przedstawianej analizy jest elektryczny schemat zastępczy wszystkich źródeł szumu występujących w systemie natężeniowego detektora wychylenia, który przedstawiono na rysunku 6.1 [193].



Rys. 6.1. Schemat elektryczny szumu mikroskopu sił atomowych – detektor natężeniowy

6.1.1. Szum detektora

Do detekcji położenia plamki laserowej, która pojawia się po odbiciu od tylnej ścianki dźwigni, służą dwu- lub cztero-sekcyjne fotodiody. W fotodiodach tych dochodzi do konwersji sygnału optycznego na sygnał elektryczny. Moc sygnału elektrycznego, nawet przy oświetleniu wiązką o stałej mocy, podlega fluktuacjom, wskutek działania szumu śrutowego i termicznego. Przyczyną szumu śrutowego jest to, że fotoprąd składa się z fotoelektronów generowanych w przypadkowych momentach. W praktyce laboratoryjnej zakłada się, że proces generacji takich fotoelektronów ma charakter rozkładu Poissona. Przy dużej liczbie generowanych nośników zastosowanie twierdzenia granicznego do sumy ich ładunków w jednostce czasu prowadzi do przyjęcia rozkładu gaussowskiego dla prądu wywołwanego przez szum śrutowy. Całkowity fotoprąd $I(t)$, można przedstawić jako [194]

$$I(t) = I + i_{sh}(t), \quad (6.1)$$

gdzie:

I – średnia wartość prądu generowanego w laserze,

i_{sh} – prąd szumu śrutowego.

Wariancja tego szumu (jego moc) wyraża się wzorem

$$\sigma_{sh}^2 = 2eI_{pd}B, \quad (6.2)$$

w którym:

I_{pd} – prąd roboczy fotodetektora,

B – pasmo pomiarowe,

e – ładunek elementarny.

W prowadzonej analizie należy uwzględnić, że wszystkie detektory generują prąd, nawet jeśli sekcje fotodiod nie są oświetlone. Prąd ten, nazywany prądem ciemnym I_d , tworzą pary elektron–dziura generowane termicznie. Należy też zauważyć, że fotodetektor reaguje również na promieniowanie rozproszone (emitowane np. z układu oświetlającego pole skanowania) I_t . Całkowita moc szumów śrutowych wyraża się zależnością

$$\sigma_{sh}^2 = 2e(I_{pd} + I_d + I_t)B. \quad (6.3)$$

W systemach skonstruowanych w Politechnice Wrocławskiej prąd detektora cztero-sekcyjnego I_{pd} waha się w granicach od 50 do 75 μA , prąd ciemny detektora I_d wynosi 10 nA, a prąd tła był eliminowany dzięki umieszczeniu głowicy mikroskopu w zaciemnionej komorze. W najmniej korzystnym przypadku, gdy roboczy prąd fotodetektora I_{pd} wynosił 75 μA , szum śrutowy detektora σ_{sh} w paśmie B równym 1 Hz osiągał poziom $5 \cdot 10^{-12}$ A. W zrealizowanych konstrukcjach do każdej sekcji fotodetektora jest podłączony przetwornik prądu na napięcie (I/U) z rezystorem w obwodzie sprzężenia zwrotnego o wartości rezystancji 47 k Ω (rys. 6.1). Szum śrutowy σ_{sh} wytwarza zatem na wyjściu przetwornika I/U sygnał napięciowy $U_{sh} = \sigma_{sh}R$, który wynosi dla systemu skonstruowanego w ramach realizowanych projektów $U_{sh} = 2,5 \cdot 10^{-7}$ V.

W układzie przetwornika I/U można wskazać napięciowe i prądowe źródła szumu wejść wzmacniacza operacyjnego oraz źródło szumu termicznego rezystora sprzężenia zwrotnego. Dokładną analizę opisywanego układu przeprowadzono dla wzmacniacza operacyjnego TL084, którego termiczny szum napięciowy i prądowy wynosi odpowiednio 18 nV/Hz^{0,5} i 0,01 pA/Hz^{0,5} [195]. Sygnały napięciowe na wyjściu przetwornika I/U, odpowiadające temu szumowi, wynoszą natomiast w przypadku szumu napięciowego $0,3 \cdot 10^{-7}$ V i prądowego $0,3 \cdot 10^{-7}$ V. Zastosowany rezystor sprzężenia zwrotnego generuje natomiast na wyjściu przetwornika sygnał na poziomie $0,1 \cdot 10^{-7}$ V. Ze względu na optymalizację właściwości szumowych układu przetwornika I/U korzystnie jest połączyć w układzie sprzężenia zwrotnego rezystor o możliwie dużej rezystancji [196]. Duże wartości oporności połączonej w przetworniku, które oznaczają konstrukcję układu o dużym wzmocnieniu, powodują jednak zmniejszenie pasma pomiarowego systemu i utrudniają zastosowanie przetwornika w rezonansowej mikroskopii sił atomowych.

6.1.2. Szum fazowy i szum intensywności lasera półprzewodnikowego

Światło lasera półprzewodnikowego pracującego w jednym modzie podłużnym i zasilanego stałym prądem podlega fluktuacjom natężenia, fazy i częstotliwości [150]. Przyczyną tych fluktuacji jest przede wszystkim emisja spontaniczna, zachodząca jednocześnie z akcją laserową. Każdy wyemitowany spontanicznie foton dodaje się w sposób przypadkowy do światła koherentnego, powstającego dzięki emisji wymuszonej. Ponieważ przypadki emisji spontanicznej zachodzą bardzo często, natężenie więc pola i faza emitowanego promieniowania ulegają szybkim fluktuacjom. Fluktuacje natężenia pola prowadzą do powstania tzw. szumu intensywności (ang. *Relative Intensity Noise* – *RIN*). Z kolei fluktuacje fazy są przyczyną skończonej szerokości linii widmowej (gdy laser jest zasilany ze źródła prądowego). Gęstość widmowa tego szumu (wyrażana w decybelach na herce) maleje ze zwiększeniem średniej mocy emitowanego promieniowania.

Gęstość widmowa szumu w istotny sposób zwiększa się dla częstotliwości zbliżonych do częstotliwości drgań relaksacyjnych danego lasera.

Należy dodać, że generacja modów bocznych zwiększa wartość szumu intensywności nawet o 20 dB. W praktyce mikroskopii bliskich oddziaływań można przyjąć, że szum RIN jest szumem białym, wówczas szum RIN określa się równaniem

$$RIN = -10 \log \frac{\sigma_{RIN}^2 B}{P^2}, \quad (6.4)$$

w którym:

B – pasmo pomiarowe mikroskopu,

P – moc lasera oświetlającego dźwignię,

σ_{RIN}^2 – wartość skuteczna szumu intensywności źródła światła.

Dla typowych diod laserowych wartość szumu RIN wynosi -130 dB/Hz [198], moc promieniowania P lasera stosowanego do detekcji wychylenia belki jest natomiast równa 1 mW. Poziom szumu intensywności σ_{RIN} w paśmie pomiarowym 1 Hz wynosi $\sigma_{RIN} = 4 \cdot 10^{-10}$ W. Zakładając czułość fotodetektorów krzemowych dla promieniowania o długości 630 nm η równą $0,5$ A/W poziom szumu prądowego i_{RIN} jest równy $2 \cdot 10^{-10}$ A. Szum ten odpowiada natomiast napięciu na wyjściu układu przetwornika I/U, które jest równe $1 \cdot 10^{-5}$ V.

6.1.3. Zakłócenia wywołane odbiciami wstecznymi wiązki światła

W stosowanych do oświetlania dźwigni sprężystej układach światłowodowych część wiązki światła odbija się od miejsc, w których graniczą ośrodki o różnym współczynniku załamania światła. Wiązka odbita biegnie z powrotem w kierunku źródła światła i może silnie zakłócać jego pracę. W przypadku lasera półprzewodnikowego odbite promienie, wnikając powtórnie do rezonatora, wywołują:

- ♦ zmianę szerokości linii widmowej lasera,
- ♦ zwiększenie natężeniowego szumu intensywności.

W zależności od wielkości odbicia wstecznego może wystąpić niestabilność emisji promieniowania, która w skrajnych przypadkach prowadzi do rozpadu jednej linii na kilka rywalizujących ze sobą (tzw. przeskakiwanie modów; ang. *Mode hopping*). Opiswane zjawiska mają szczególnie duże znaczenie w przypadku układów interferometrów światłowodowych, gdzie przeskakiwanie modów uniemożliwia precyzyjne pomiary wychylenia włókna. Zakłócenia wywołane odbiciami wstecznymi są obserwowane również w układach objętościowych, gdzie wiązka odbita od badanej powierzchni lub dźwigni sprężystej może dotrzeć do wnęki rezonatora lasera półprzewodnikowego. Podanie wartości współczynników określających zakłócenia wywołane odbiciami wstecznymi jest nadzwyczaj utrudnione. Opiswane zakłócenia mogą być jednak skutecznie eliminowane przez zastosowanie izolatorów optycznych, włączanych za laserem światłowodowym zasilającym układ interferometru lub za innym źródłem światła, stosowanym do oświetlenia mikrodźwigni. W przypadku detektorów natężeniowych wiązka laserowa powinna być tak prowadzona, aby promienie odbite od belki, powierzchni bocznych głowicy i badanej próbki nie trafiały z powrotem do lasera.

6.1.4. Podsumowanie

Wartości skuteczne szumu, obserwowane w układzie optoelektronicznym natężeniowego czujnika wychylenia belki, zestawiono w tabeli 6.1. Na podstawie równania (4.2) przyjęto prądową czułość układu fotodetektora równą $0,5 \mu\text{A}/\text{nm}$ (obliczenia wykonano dla dźwigni o wymiarach: długość $225 \mu\text{m}$, szerokość $58 \mu\text{m}$ i grubość $5 \mu\text{m}$). Na wyjściu układu przetwornika I/U oznacza to sygnał napięciowy równy $23 \text{mV}/\text{nm}$.

Tabela 6.1. Zdolność rozdzielcza detekcji wychylenia ostrza pomiarowego w mikroskopie sił atomowych w paśmie pomiarowym 300 Hz za pomocą natężeniowego detektora wychylenia belki

| Rodzaj szumu | Szum prądowy na wejściu fotodetektora | Szum napięciowy na wyjściu przetwornika I/U | Wychylenie odpowiadające szumowi na wyjściu przetwornika I/U |
|---|---------------------------------------|---|--|
| Szum śrutowy detektora – σ_{sh} | $1,0 \cdot 10^{-10} \text{ A}$ | $4,7 \cdot 10^{-6} \text{ V}$ | 0,001 nm |
| Szum intensywności lasera – σ_{RIN} | $3,4 \cdot 10^{-9} \text{ A}$ | $1,6 \cdot 10^{-4} \text{ V}$ | 0,007 nm |
| Szum prądowy wejścia przetwornika I/U – i_n | | $4,7 \cdot 10^{-6} \text{ V}$ | 0,001 nm |
| Szum napięciowy wejścia przetwornika I/U – e_n | | $0,5 \cdot 10^{-6} \text{ V}$ | 0,001 nm |
| Szum termiczny rezystora przetwornika I/U – e_R | | $1,0 \cdot 10^{-6} \text{ V}$ | 0,001 nm |
| Łącznie | | | 0,007 nm |

Z zestawienia w tabeli 6.1 wynika, że największy udział w rachunku szumów obserwowanych w układzie optoelektronicznym detektora natężeniowego ma szum intensywności lasera. Poprawę właściwości układu można uzyskać dzięki zastosowaniu do oświetlenia mikrobilki lasera półprzewodnikowego sprzężonego z włóknem światłowodowym. Możliwe jest w tym układzie obniżenie temperatury źródła światła i zasilanie całego systemu wiązką laserową o mniejszym szumie intensywności. Konstrukcja głowicy, której układ oświetlenia belki jest zasilany z lasera półprzewodnikowego, okazuje się dodatkowo znacznie stabilniejsza mechanicznie. Źródło ciepła, jakie stanowi laser półprzewodnikowy, nie jest w tym przypadku częścią głowicy i zmiany jego temperatury nie wpływają na dryfy mechaniczne głowicy.

6.2. Szum termiczny drgań dźwigni

Transmitancja belki pomiarowej mikroskopu bliskich oddziaływań, która jest definiowana jako stosunek wychylenia dźwigni $z(j\omega)$ do pobudzenia siłą $F(j\omega)$, jest

opisana – po uwzględnieniu równania (3.11) i przy założeniu, że $\omega_R \cong \omega_0$ – zależnością [199]

$$K(j\omega) = \frac{1}{k} \left[\frac{\omega_R^2}{\omega_R^2 - \omega^2 + \frac{j\omega\omega_R}{Q}} \right] = \frac{1}{k} \frac{1}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_R^2}\right) + \frac{j\omega}{Q\omega_R}}. \quad (6.5)$$

Dźwignia ta, umieszczona w otoczeniu o temperaturze T , jednocześnie oscyluje z energią $1/2k_B T$, przypadającą na jeden stopień swobody drgań belki [82], gdzie k_B jest stałą Boltzmanna. Szum ten można interpretować jako drgania o wartości skutecznej z_T , wywołane przez szum sił o jednorodnej gęstości widmowej $S_F = \frac{4k_B T}{Q\omega_R}$,

działających na końcówkę mikros sondy [116]. Ostatecznie można zatem napisać, że kwadrat wartości skutecznej drgań termicznych belki wynosi

$$z_T^2 = \int_0^\infty S_F |K(j\omega)|^2 d\omega = \int_0^\infty \frac{4Qk_B T}{k\omega_R} \frac{1}{Q^2 \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_R^2}\right)^2 + \frac{\omega^2}{\omega_R^2}} d\omega. \quad (6.6)$$

W praktyce laboratoryjnej pomiary są prowadzone w ograniczonym paśmie; w celu obliczenia wartości skutecznych szumu termicznego drgań belki w statycznym oraz rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych analiza równania (6.6) prowadzi do następujących przybliżeń:

i) gdy $\omega \ll \omega_R$

$$z_{TS}^2 = \frac{4k_B T B_S}{k\omega_R Q} = \frac{2k_B T B_S}{\pi k f_R Q}, \quad (6.7)$$

ii) gdy $\omega = \omega_R$

$$z_{TR}^2 = \frac{4k_B T Q B_R}{k\omega_R} = \frac{2k_B T Q B_R}{\pi k f_R}, \quad (6.8)$$

gdzie B_S i B_R są – odpowiednio – pasmami pomiarowymi w statycznym i rezonansowym trybie mikroskopii bliskich oddziaływań (rys. 6.2).

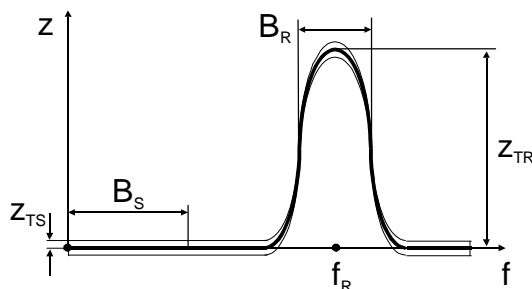
Analogicznie tło szumu termicznego sił działających na ostrze wynosi:

i) gdy $\omega \ll \omega_R$

$$F_{TS} = \sqrt{\frac{4k_B k T B_S}{\omega_R Q}} = \sqrt{\frac{2k_B k T B_S}{\pi f_R Q}}, \quad (6.9)$$

ii) gdy $\omega = \omega_R$

$$F_{TR} = \sqrt{\frac{4k_B k T Q B_R}{\omega_R}} = \sqrt{\frac{2k_B k T Q B_R}{\pi k f_R}}. \quad (6.10)$$



Rys. 6.2. Szum drgań termicznych belki w rezonansowym i statycznym trybie mikroskopii sił atomowych

Z przedstawionej analizy wynika, że zdolność rozdzielcza pomiaru siły, rozumiana jako zdolność zaobserwowania najmniejszej zmiany siły działającej na ostrzu belki, związana z szumem termicznym dźwigni, jest stała dla rezonansowej i statycznej mikroskopii bliskich oddziaływań i wynosi

$$F_{T\min} = \sqrt{\frac{4k_B kTB_S}{\omega_R Q}} = \sqrt{\frac{2k_B kTB_S}{\pi f_R Q}}. \quad (6.11)$$

W przypadku statycznych pomiarów siły przeprowadzanych za pomocą dźwigni o przekroju prostokątnym powyższy wzór można przekształcić, po uwzględnieniu zależności opisujących stałą sprężystości i częstotliwość rezonansową, do postaci

$$F_{T\min} = \sqrt{\frac{4k_B kTB_S}{\omega_R Q}} = \left(\frac{bd^2}{lQ}\right)^{\frac{1}{2}} (E\rho)^{\frac{1}{4}} (k_B TB)^{\frac{1}{2}}, \quad (6.12)$$

gdzie B jest pasmem pomiarowym.

Podniesieniu zdolności rozdzielczej pomiaru siły sprzyjają zatem: zwiększenie długości belki, zmniejszenie jej grubości i szerokości oraz zwiększenie dobroci dźwigni. Przy zastosowaniu krzemowych belek o wymiarach: długość 235 μm , szerokość 3,5 μm , grubość 65 nm i dobroci równej 46 000 i w temperaturze 2,3 K autorzy pracy [200] zademonstrowali pomiar siły równej 1,4 aN ($1,4 \cdot 10^{-18}$ N). Dźwignie takie charakteryzują się nadzwyczaj małą stałą sprężystości równą około 3 $\mu\text{N/m}$ i były przeznaczone do obserwacji rezonansu magnetycznego. Podobne konstrukcje dźwigni sprężystych były również stosowane do obserwacji oddziaływań między pojedynczymi molekułami [201, 202].

Komentując zagadnienie pomiaru najmniejszych sił skupionych na mikroostrzu, należy zauważyć, że w przypadku rezonansowej mikroskopii sił atomowych najmniejszą siłą możliwą do zmierzenia jest jednak siła F_{TR} (patrz równanie (6.10)). Jest ona wielokrotnością najmniejszego oddziaływania, jakie można zaobserwować w trybie

statycznym. Ponieważ pomiary rezonansowe są pomiarami zmiennoprądowymi, zdecydowanie łatwiejsza jest realizacja selektywnej i wąskopasmowej obserwacji wychylenia dźwigni sprężystej. Dodatkowo badania takie można przeprowadzić niezależnie od zakłóceń i wibracji o małej częstotliwości.

W badaniach rezonansowych, w układach z tzw. amplitudową detekcją drgań belki, czułość obserwacji oddziaływania między ostrzem a powierzchnią zależy od dobroci Q . Związek ten wyraża równanie [16]

$$\nabla F = \Delta A \frac{3\sqrt{3}k}{2A_0Q}, \quad (6.13)$$

w którym:

∇F – gradient oddziaływania między ostrzem a powierzchnią,

k – stała sprężystości belki,

Q – dobroć dźwigni,

A_0 – amplituda drgań belki nieobciążonej,

ΔA – spadek amplitudy drgań pod wpływem oddziaływania.

Zastosowanie zatem dźwigni o większej dobroci służy poprawie zdolności rozdzielczej pomiaru gradientów oddziaływań dynamicznych między ostrzem a powierzchnią. Analizę przedstawioną zależnościami (6.13) można również przeprowadzić dla wyższych modów drgań rezonansowych belki. W tym przypadku zdolność rozdzielcza wyrażać się będzie zależnością

$$F_{T \min i} = \sqrt{\frac{4k_B k_i T B}{\omega_{Ri} Q}} = \sqrt{\frac{2k_B k_i T B}{\pi f_{Ri} Q}}, \quad (6.14)$$

w której k_i i f_{Ri} są stałymi sprężystości i częstotliwością rezonansową w i -tym modzie drgań dźwigni.

W tabeli 6.2 przedstawiono wyniki obliczeń zdolności rozdzielczej pomiaru siły, związanej z drganiami termicznymi belki, z uwzględnieniem danych zawartych w tabeli 3.1 i przy założeniu, że dobroć drgań belki jest stała dla wszystkich drgań rezonansowych.

Tabela 6.2. Zdolność rozdzielcza pomiaru siły
– szum termiczny belki w wyższych modach rezonansowych

| Rząd drgań | Zdolność rozdzielcza pomiaru siły |
|------------|---|
| | $F_{T \min i} = \sqrt{\frac{2k_B k_i T B}{\pi f_{Ri} Q}}$ |
| 1 | F_T |
| 2 | 2,54 |
| 3 | 4,25 |
| 4 | 5,95 |

6.3. Zdolność rozdzielcza obserwacji nanowychylenia za pomocą dźwigni piezorezystywnej

W przypadku zastosowania dźwigni piezorezystywnych w mikroskopii sił atomowych o zdolności rozdzielczej pomiaru siły i wychylenia ostrza pomiarowego decydują następujące źródła szumów [136]:

- ♦ Szum termiczny piezorezystorów mostka pomiarowego. Każdy z piezorezystorów tworzących mostek pomiarowy jest źródłem szumu termicznego Johnsona. Gęstość widmowa napięciowego szumu generowanego przez pojedynczy piezorezystor

$$S_{\text{th}} = 4k_B TR, \quad (6.15)$$

gdzie:

k_B – stała Boltzmanna,

T – temperatura czujnika,

R – rezystancja piezorezystora.

Wartość skuteczną napięcia szumu generowanego przez pojedynczy piezorezystor w paśmie pomiarowym B oblicza się na podstawie zależności: $u_{\text{th}R} = \sqrt{4k_B TRB}$. Przy założeniu, że źródła szumu termicznego są ze sobą nieskolerowane, wartość skuteczna sygnału napięciowego związanego z szumami pojedynczych piezorezystorów w przekątnej pomiarowej mostka wynosi

$$u_{\text{th}} = \sqrt{4k_B TRB}. \quad (6.16)$$

Napięcie to odpowiada wychyleniu belki $z_{\text{th}B}$, które można obliczyć według zależności

$$z_{\text{th}B} = \frac{2}{3} \frac{l^2}{\xi d E} \frac{\sqrt{2k_B TRB}}{U}. \quad (6.17)$$

W przypadku pomiaru siły w trybie statycznym i rezonansowym wychylenie to odpowiada siłom obliczanym odpowiednio zgodnie z zależnościami:

$$F_{\text{th}S} = kz_{\text{th}B}, \quad (6.18)$$

$$F_{\text{th}R} = \frac{kz_{\text{det}B}}{Q}. \quad (6.19)$$

- ♦ Szum niskoczęstotliwościowy $1/f$ mostka piezorezystywnego. Gęstość widmową napięciowego szumu $1/f$, który jest generowany w objętości piezorezystora, wyraża zależność [203]

$$S_{1/f}(f) = \frac{\alpha U^2}{Nf}, \quad (6.20)$$

w której:

U – napięcie przykładane do piezorezystora,

N – liczba nośników występujących w objętości piezorezystora,

f – częstotliwość,

α – współczynnik, którego wartość zależy od przeprowadzanego procesu implantacji i wygrzewania piezorezystora.

Po scałkowaniu wyrażenia (6.20) w zakresie częstotliwości od f_{\min} do f_{\max} otrzymuje się zależność

$$u_{1/f} = \frac{\alpha U^2}{N} \ln \left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}} \right). \quad (6.21)$$

Liczbę nośników, które uczestniczą w transporcie ładunku w piezorezystorze można oszacować, mnożąc koncentrację domieszkowania przez objętość piezorezystora. Po przekształceniach równania (6.21) obowiązuje zatem

$$u_{1/f} = \frac{\alpha U^2}{N_a l_{\text{piezo}} w_{\text{piezo}} t_{\text{piezo}}} \ln \left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}} \right), \quad (6.22)$$

gdzie:

$l_{\text{piezo}}, w_{\text{piezo}}, t_{\text{piezo}}$ – odpowiednio długość, szerokość i grubość piezorezystora,

N_a – koncentracja domieszkowania.

Obliczone według wzoru (6.22) napięcie odpowiada wychyleniu belki

$$z_{1/f} = \frac{1}{3} \frac{l^2}{\xi d E} \frac{\alpha U^2}{N_a l_{\text{piezo}} w_{\text{piezo}} t_{\text{piezo}}} \ln \left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}} \right). \quad (6.23)$$

Szum sił działających na ostrze w trybie statycznym i rezonansowym oblicza się zatem zgodnie z równaniami:

$$F_{1/f,S} = z_{1/f} k, \quad (6.24)$$

$$F_{1/f,R} = z_{1/f} \frac{k}{Q}. \quad (6.24a)$$

Udział szumu niskoczęstotliwościowego $1/f$ jest szczególnie widoczny w pomiarach prowadzonych w trybie statycznym skaningowej mikroskopii sił atomowych. Poszczególne stopnie łańcucha pomiarowego są wówczas ze sobą sprzężone stałoprądowo i szum mostka piezorezystywnego jest przenoszony bezpośrednio do wejścia regulatora PI. W praktyce laboratoryjnej pomocne jest oszacowanie częstotliwości, przy której gęstość szumu $1/f$ jest równa gęstości szumu termicznego. Po odpowiednich przekształceniach równań (6.15) i (6.20) uzyskuje się zależność

$$f_c = \frac{\alpha U^2}{4k_B TRN} = \frac{\alpha U^2}{4k_B TR p l_{\text{piezo}} w_{\text{piezo}} t_{\text{piezo}}}. \quad (6.25)$$

Dla piezorezystorów o wymiarach: długość 50 μm , szerokość 50 μm , grubość 2 μm i dla koncentracji domieszek 10^{24} m^{-3} oraz współczynnika α równego $2 \cdot 10^{-7}$ [204],

rezystancji piezorezystora $1\text{ k}\Omega$ i temperatury 300 K częstotliwość f_c , dla której gęstości szumu termicznego i niskoczęstotliwościowego $1/f$ są sobie równe, wynosi około $3,5\text{ Hz}$. Równanie (6.22) pokazuje również, że wartość szumu $1/f$ zależy od wymiarów geometrycznych piezorezystora. Zmianie poziomu domieszkowania piezorezystorów, która oznacza dodatkowo zmianę wartości współczynników piezorezystywnych i temperaturowych współczynników zmian rezystancji piezorezystorów, towarzyszyć musi również optymalizacja wymiarów geometrycznych piezorezystorów w celu zmniejszenia wartości szumu $1/f$.

Wpływ szumu $1/f$ może być również zmniejszany przez odpowiednią modyfikację procesów wytwarzania dźwigni piezorezystywnych. Dotyczy to zwłaszcza rodzaju i właściwości warstw pasywujących, które pokrywają belkę i obszaru piezorezystorów. W objętości izolatora mogą pojawić się w tym przypadku ładunki związane, które wpływają na przewodzenie (ruch) nośników elektrycznych w piezorezystorze. Usunięcie pasywującej warstwy tlenku w drodze mokrego trawienia eliminuje powierzchniowe źródła szumu $1/f$ [204], ale utrudnia lub wręcz wyklucza możliwość zastosowania takich dźwigni sprężystych w systemach pracujących w powietrzu. Wpływ objętościowych źródeł szumu niskoczęstotliwościowego może być zredukowany przez odpowiednie wygrzewanie implantowanych piezorezystorów [205]. Proces wygrzewania prowadzi wtedy do zmniejszenia liczby defektów w obszarze piezorezystorów, dzięki temu zmniejszają się fluktuacje ruchliwości nośników. Przeprowadzenie procesu wygrzewania według odpowiednio zoptymalizowanego profilu temperatury i czasu pozwala zmniejszyć współczynnik α aż do wartości 10^{-9} [206, 207].

- ◆ Szum układów elektronicznych współpracujących z mostkiem piezorezystywnym. W ramach realizowanych prac własnych opracowano zespoły wzmacniaczy pomiarowych¹, które charakteryzują się napięciowym szumem termicznym wejścia na poziomie $4\text{ nV/Hz}^{0,5}$. Dodatkowo, dzięki starannemu ekranowaniu termicznemu i elektrostatycznemu przedwzmacniacza, wpływ szumu niskoczęstotliwościowego $1/f$ układów elektronicznych może być w istotny sposób zredukowany [208]. W ogólnym bilansie szumów występujących w systemie współpracującym z belką piezorezystywną w statycznym i rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych szumy układów elektronicznych mogą być zatem nieuwzględniane;
- ◆ Szum drgań termicznych belki. Szum drgań termicznych belki można obliczać zgodnie z równaniami (6.8 i 6.9). Należy zauważyć, że belki piezorezystywne charakteryzują się generalnie większymi wartościami stałej sprężystości w porównaniu ze standardowymi dźwigniami współpracującymi z detektorami optycznymi.

W tabeli 6.3 przedstawiono wyniki obliczeń właściwości pomiarowych i szumowych prostej dźwigni piezorezystywnej stosowanej w statycznej mikroskopii sił atomowych. Obliczenia przeprowadzono dla dźwigni o wymiarach: długość $600\text{ }\mu\text{m}$, szerokość

¹ W opracowanych konstrukcjach zastosowano wzmacniacze instrumentacyjne AD624 firmy Analog Devices [209].

kość 135 μm , grubość 7 μm , napięcie zasilania 0,5 V; jednocześnie przyjęto pasmo pomiarowe równe 300 Hz, napięcie zasilania $\pm 0,5$ V, rezystancję piezorezystorów 2 k Ω .

Tabela 6.3. Zestawienie właściwości pomiarowych i szumowych prostej dźwigni piezorezystywnej do badań w statycznym trybie mikroskopii sił atomowych

| k N/m | f_r kHz | $U_{p,z}$ $\mu\text{V}/\text{nm}$ | $U_{p,F}$ $\mu\text{V}/\text{nN}$ | z_{TS} nm | F_{TS} nN | $z_{th B}$ nm | $F_{th S}$ nN | $z_{1/f}$ nm | $F_{1/f S}$ nN |
|------------|--------------|--------------------------------------|--------------------------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|-----------------|-------------------|
| 9,1 | 26,4 | 3,5 | 0,4 | 0,003 | 0,03 | 0,02 | 0,18 | 0,003 | 0,03 |

W tabeli 6.4 przedstawiono natomiast wyniki obliczeń właściwości pomiarowych i szumowych dźwigni stosowanych w mikroskopii sił elektrostatycznych. Obliczenia wykonano dla belki o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm , grubość 10 μm i dla pasma pomiarowego równego 3 Hz, założono przy tym, że dobroć belki nie ulega zmianie przy drganiach wyższych modów, pozostałe parametry przyjęto jak w obliczeniach przeprowadzonych dla trybu statycznego.

Tabela 6.4. Zestawienie właściwości pomiarowych i szumowych prostej dźwigni piezorezystywnej do badań w rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych

| Rząd drgań | k N/m | f_r kHz | $U_{p,z}$ $\mu\text{V}/\text{nm}$ | $U_{p,F}$ $\mu\text{V}/\text{nN}$ | z_{TS} nm | F_{Ti} nN | $z_{th B}$ nm | $F_{th R,i}$ nN | $z_{1/f}$ nm | $F_{1/f S}$ nN |
|---------------|------------|--------------|--------------------------------------|--------------------------------------|----------------|----------------|------------------|--------------------|-----------------|-------------------|
| 1 | 30,9 | 32,7 | 4,2 | 0,140 | 0,0001 | 0,003 | 0,001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0 |
| 2 | 1246,3 | 204,4 | 1,4 | 0,001 | 0,0003 | 0,008 | 0,001 | 0,0005 | 0,0001 | 0,0 |
| 3 | 9795,3 | 573,2 | 4,2 | 0,001 | 0,0004 | 0,013 | 0,002 | 0,0350 | 0,0001 | 0,0 |
| 4 | 36450,0 | 1124,1 | 25,0 | 0,0001 | 0,0006 | 0,018 | 0,002 | 0,0250 | 0,0001 | 0,0 |

Charakterystyka pomiarów rezonansowych prowadzonych za pomocą dźwigni piezorezystywnej przedstawia się następująco:

- ♦ W przypadku drgań w pierwszym i drugim modzie największy udział w bilansie wszystkich szumów ma szum drgań termicznych belki. Wpływ szumu termicznego drgań belki w pierwszym i drugim modzie drgań belki może być zredukowany w układach próżniowych i niskotemperaturowych [210]. Dzięki redukcji szumu termicznego możliwa była detekcja przejścia szklistego w warstwach poli-metylo-meta-akrylatu o grubości 50 nm. Podstawą takich eksperymentów stały się obserwacje pojemności występującej w układzie kondensatora, jaką tworzy przewodzące mikroostrze, warstwa polimeru i przewodzące podłoże. Pojemność ta jest również funkcją przenikalności elektrycznej cienkiej warstwy polimerowej. W zaproponowanym systemie, w którym wykorzystano piezorezystywne dźwignie, możliwe były obserwacje zmian przenikalności elektrycznej ϵ z rozdzielczością $3 \cdot 10^{-5}$ [211].
- ♦ W przypadku drgań w trzecim i czwartym modzie rezonansowym udział szumu związanego z szumem termicznym mostka rośnie i staje się dominujący w całym

rachunku. Przeprowadzone powyżej obliczenia mają jednak charakter przybliżony. Jednym z ich założeń było założenie, że dobroć drgań jest stała dla oscylacji we wszystkich modach. Wyniki eksperymentalne prezentowane w pracy [119] pokazują jednak, że dobroć dźwigni o wymiarach zbliżonych do wymiarów analizowanej dźwigni piezorezystywnej zwiększa się dla drgań o częstotliwości w zakresie od 1 do 2 MHz. Dodatkowo należy zauważyć, że dobroć drgań zależy silnie od wymiarów poruszającej się belki. W przypadku dźwigni o wymiarach submikrometrowych, przeznaczonych do obserwacji oddziaływań w zakresie pojedynczych aN, dobroć drgań jest w przybliżeniu o jeden rząd większa niż dla dźwigni standardowych stosowanych w mikroskopii sił atomowych. Powodem takiego zjawiska są mniejsze oddziaływania między drgającą mikrobarką a otaczającym powietrzem [211]. Szum termiczny mostka można również w sposób istotny zmniejszyć, prowadząc badania w warunkach ultrawysokiej próżni i w niskiej temperaturze [128, 129]. W obserwacjach właściwości magnetycznych warstw nadprzewodzących NbSe₂ wprowadzenie dźwigni piezorezystywnej w drgania rezonansowe trzeciego rzędu pozwoliło na trzykrotną poprawę stosunku sygnał–szum [128]. Dodatkowym atutem pomiarów realizowanych w wyższych modach jest możliwość skanowania powierzchni ze zwiększoną prędkością przesuwu ostrza, co umożliwia skrócenie czasu pomiaru.

- ♦ W badaniach rezonansowych całkowicie może być wyeliminowany wpływ niskoczęstotliwościowego szumu $1/f$. Uzyskuje się to dzięki odpowiedniemu zaprojektowaniu i wykonaniu piezorezystorów, dla których częstotliwość załamania szumu niskoczęstotliwościowego musi być wielokrotnie mniejsza od częstotliwości rezonansowych mikrobarki.

Powyższe uwagi charakteryzują właściwości pomiarowe rezonansowej mikroskopii sił atomowych, która pozwala na obserwację zmian oddziaływań dynamicznych skupionych na mikroostrzu w zakresie pojedynczych pN. W tabeli 6.5 zestawiono, dla porównania, właściwości szumowych dźwigni krzemowej, stosowanej w elektrostatycznej mikroskopii sił atomowych, przeznaczonej do współpracy z optycznymi detektorami nanougięcia [70].

Tabela 6.5. Zestawienie właściwości szumowych dźwigni do badań w rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych

| Rząd drgań | k N/m | f_r kHz | z_{TS} nm | F_{Ti} nN |
|------------|------------|--------------|----------------|----------------|
| 1 | 2,81 | 81,9 | 0,0003 | 0,0009 |
| 2 | 113,52 | 540,54 | 0,0003 | 0,0022 |
| 3 | 890,77 | 1435,57 | 0,0003 | 0,0038 |
| 4 | 3422,58 | 2784,37 | 0,0003 | 0,0053 |

Obliczeń dokonano dla następujących wymiarów czujnika: długość 225 μm , szerokość 28 μm , grubość 3 μm i dla dobroci Q równej 400. Porównując właściwości

dźwigni piezorezystywnych i dźwigni współpracujących z optycznymi detektorami drgań w rezonansowej mikroskopii bliskich oddziaływań należy zauważyć, że:

- ◆ w przypadku zastosowania dźwigni piezorezystywnych i optycznych w rezonansowych trybie mikroskopii sił atomowych zdolności rozdzielcze pomiaru siły działającej na ostrze pomiarowe są zbliżone;
- ◆ stosunkowo mała podstawowa częstotliwość rezonansowa dźwigni piezorezystywnej (ok. 32 kHz) wymaga bardzo starannego ekranowania systemu pomiarowego od zakłóceń i wibracji w przypadku dźwigni piezorezystywnych pomiar sygnałów odpowiadających drganiom rezonansowym wyższego rzędu nie stanowi istotnego problemu technicznego i wiąże się jedynie z zastosowaniem dodatkowych selektywnych stopni wzmocnienia;
- ◆ duże wartości częstotliwości rezonansowych wyższego rzędu belki optycznej komplikują pomiar sygnałów odpowiadających drganiom mikroostrza. Większe pasmo pomiarowe przetwornika I/U w połączeniu z jego mniejszym wzmocnieniem oznacza degradację właściwości szumowych stopnia wejściowego. Dodatkowo, ponieważ pozycje strzałek drgań rezonansowych wyższych modów nie pokrywają się ze sobą, optyczna obserwacja łącznych oscylacji wiąże się z mniejszą czułością systemu i ogromnymi trudnościami związanymi z optymalnym ustawieniem plamki laserowej wzdłuż belki pomiarowej.

7. Zagadnienia pomiaru siły i wychylenia w mikroskopii bliskich oddziaływań

W mikroskopii bliskich oddziaływań wartość skupionej na mikroostrzu siły F wyznacza się na podstawie iloczynu stałej sprężystości dźwigni k i wychylenia ostrza z : $F = kz$. Znajomość wartości tego oddziaływania ma podstawowe znaczenie w statycznej mikroskopii bliskich oddziaływań, szczególnie w pomiarach właściwości mechanicznych powierzchni technologicznych i preparatów biologicznych. Opisana procedura jest jednak obciążona wieloma błędami, które wiążą się z niedokładnością wyznaczenia stałej sprężystości belki pomiarowej i wychylenia końcówki pomiarowej. W poniższym podrozdziale przedstawiono sposoby wyznaczania stałych sprężystości dźwigni sprężystych mikroskopu sił atomowych i metody kalibracji odpowiedzi detektora ugięcia mikrobekki. Omówiono także, opracowane w ramach prac własnych, metody wyznaczania właściwości metrologicznych prostych dźwigni piezorezystywnych i dźwigni do pomiaru sił tarcia i nacisku.

7.1. Wyznaczanie stałej sprężystości belki pomiarowej mikroskopu bliskich oddziaływań

W przypadku dźwigni współpracujących z optycznymi detektorami wychylenia mikroostrza trudności w wyznaczaniu wartości stałej sprężystości dźwigni wiążą się z:

- ◆ Nieznajomością wartości modułu Younga materiału, z jakiego wykonana jest dźwignia mikroskopu. Dotyczy to zwłaszcza powszechnie stosowanych dźwigni wykonanych z azotku krzemu Si_3N_4 [80]. Materiał ten jest zwykle osadzany w technice LPCVD (ang. *Low Pressure Chemical Vapor Deposition*) i w tym przypadku właściwości sprężyste warstwy zależą silnie od przebiegu procesu technologicznego. Dodatkowo na wartość stałej sprężystości całej struktury czujnika ma wpływ pokrycie metaliczne nałożone w celu zapewnienia odbicia wiązki laserowej od tylnej ściany mikrodźwigni. Właściwości mechaniczne tej warstwy zależą bardzo silnie od procesu osadzania i grubości pokrycia.

◆ Niedokładnością określania wymiarów geometrycznych belki. W praktyce laboratoryjnej stosowane są zwykle dźwignie o długości kilkuset i szerokości kilkadziesiąt mikrometrów oraz o grubości poniżej jednego mikrometra. Wyznaczenie długości i szerokości mikrobarki, wykonywane za pomocą kalibrowanych mikroskopów optycznych, jest jednak utrudnione przez niejednorodny przekrój poprzeczny dźwigni. Przeprowadzane procesy trawienia struktury powodują bowiem, że belka jest zwykle węższa po stronie, po której znajduje się mikroostrze, i rozszerza się wokół punktu nasady. W zależności od przebiegu procesu trawienia i wykonania litografii wymiary te mogą ulegać zmianom trudnym do ujęcia analitycznego. W przypadku pomiaru grubości mikrodźwigni największe trudności wiążą się z ograniczoną zdolnością rozdzielczą mikroskopów optycznych, która uniemożliwia dokładne odwzorowanie submikrometrowych szczegółów czujnika. Zastosowanie skaningowej mikroskopii elektronowej jest natomiast ograniczone w tego typu eksperymentach w związku z dużą niedokładnością kalibracji mikroskopu. Jednocześnie mała grubość dźwigni utrudnia wskazanie na zarejestrowanym obrazie początku i końca struktury.

◆ Koniecznością uwzględnienia wpływu masy i miejsca osadzenia mikroostrza na powierzchni belki. Masa standardowego ostrza pomiarowego o wysokości kilkunastu mikrometrów, osadzonego na końcówce dźwigni, silnie obciąża belkę i zmienia częstotliwość rezonansową jej drgań. Trudności przeprowadzenia procesu litografii definiującej kształt czujnika powodują natomiast, że to stosunkowo ciężkie ostrze może nie znajdować się na osi podłużnej czujnika. W rezultacie dochodzi do skrzywienia i drgań torsyjnych belki.

Przedstawione względy powodują, że opracowano wiele metod kalibracji wyznaczania stałej sprężystości dźwigni mikroskopu bliskich oddziaływań. Możliwy jest zasadniczo następujący ich podział:

- ◆ Metody geometryczne, tzn. wymagające znajomości wymiarów belki sprężystej; na podstawie tych wymiarów i po przeprowadzeniu dodatkowych eksperymentów, takich jak np. rejestracja drgań rezonansowych w różnych ośrodkach, oblicza się stałą sprężystości czujnika.
- ◆ Metody termiczne, w których rejestrowane są drgania termiczne belki i na podstawie znajomości wartości amplitudy tych drgań wnioskuje się o wartości stałej sprężystości belki.
- ◆ Metody ugięcia dźwigni zadaną siłą. W tym przypadku niezbędny jest pomiar ugięcia badanej belki znaną siłą. Pozwala to na określenie stałej sprężystości czujnika niezależnie od kształtu i właściwości mechanicznych całej struktury czujnika.

W tabeli 7.1 przedstawiono charakterystykę wybranych metod kalibracji stałej sprężystości dźwigni sprężystych współpracujących z optycznymi detektorami wychylenia belki sprężystej.

Tabela 7.1. Metody wyznaczania stałej sprężystości dźwigni sprężystych mikroskopu bliskich oddziaływań

| Lp. | Metoda | Dokładność | Opis | Uwagi |
|-----|--|---|--|--|
| 1 | Pomiar częstotliwości rezonansowej belki obciążonej dodatkową masą [212] | 10% | pomiar częstotliwości rezonansowych belek sprężystych wolnych i obciążonych kulkami lateksowymi lub wolframowymi | utrudnione manipulacje obciążeniem, jakie stanowią kulki lateksowe mocowane na końcówce mikrodźwigni |
| 2 | Pomiar częstotliwości rezonansowej belki w próżni i w cieczy [213, 214] | 5% | pomiar częstotliwości rezonansowych belek w próżni i cieczy | wymaga znajomości liczby Reynoldsa cieczy odniesienia |
| 3 | Wyznaczeniu stałej sprężystości na podstawie obserwacji drgań rezonansowych mikrobarki [215] | 5÷10% | obserwacja drgań rezonansowych belki w powietrzu | wymaga znajomości szerokości i długości belki |
| 4 | Pomiar częstotliwości rezonansowych dźwigni na podstawie obserwacji szumu termicznego drgań belki [216, 217] | 10÷20% | obserwacja szumu termicznego drgań belki, po dociśnięciu belki do twardego podłoża | wymaga zastosowania specjalistycznych analizatorów widma częstotliwości i znajomości wychylenia końcówki belki |
| 5 | Pomiar częstotliwości rezonansowych belki I i II modu drgań [218] | | obserwacja krzywych rezonansowych I i II modu drgań | wymaga zastosowania specjalistycznych analizatorów widma częstotliwości i kłopotliwego justowania detektora optycznego przy obserwacji drgań wyższych rzędów |
| 6 | Pomiar wychylenia belki ugiętej pomocniczym wahadłem [219] | 50% | pomiar wychylenia belki przy ugięciu zadaną siłą | wymaga kalibracji pomocniczego wahadła |
| 7 | Pomiar wychylenia belki ugiętej zadaną siłą [220] | 10% dla dźwigni o stałej sprężystości mniejszej niż 1 N/m | pomiar wychylenia dźwigni uginanej zadaną siłą | wymaga pomiaru wychylenia belki i zastosowania zintegrowanej głowicy, tzw. nanointendera |
| 8 | Pomiar wychylenia belki przy ugięciu dźwignią odniesienia [221] | 10% | pomiar wychylenia belki poddawanej naciskowi wywieranemu za pomocą belki odniesienia | wymaga zastosowania belek odniesienia o znanej stałej sprężystości; kłopotliwe justowanie miejsca nacisku |

7.2. Kalibrowanie detektora wychylenia końcówki pomiarowej

Metody obserwacji ugięcia belki opisano w rozdziale 4. niniejszej pracy. Każdy z opisanych układów detekcji wymaga jednak przeprowadzenia kalibracji jego odpowiedzi elektrycznej występującej przy znanym wychyleniu ostrza. W praktyce laboratoryjnej oznacza to zwykle zarejestrowanie odpowiedzi detektora wychylenia ostrza, gdy:

♦ Skanowana jest powierzchnia preparatu o zdefiniowanej topografii. W tym przypadku do kalibracji detektora ugięcia ostrza stosuje się jako podłoża wzorcowe czyste powierzchnie krystaliczne [222], nanorurki węglowe [223, 224] lub podłoża wytwarzane metodami mikroelektronicznymi [225, 226]. Charakterystykę zastosowań poszczególnych preparatów zestawiono w tabeli 7.2.

Tabela 7.2. Pomiar wysokości mikro- i nanostruktur za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań – sposoby kalibracji systemu

| Lp. | Rodzaj podłoża do kalibracji | Zakres kalibracji | Uwagi |
|-----|---|-------------------|---|
| 1 | Podłoża krystaliczne Si, WSe ₂ [222] | 0÷1 nm | pomiary powierzchni atomowych, eksperymenty możliwe do przeprowadzenia jedynie w warunkach UHV; możliwość kalibracji piezoaktuatora również w płaszczyźnie skanowania |
| 2 | Nanorurki węglowe [223, 224] | 0÷3 nm | przypadkowe ułożenie nanorurek na krystalicznym podłożu (najczęściej z grafitu lub miki) utrudnia pomiar w kierunkach prostopadłych do osi dźwigni |
| 3 | Podłoża wykonywane metodami mikroelektronicznymi (np. struktury z dwutlenku krzemu, polikrzemu osadzone i trawione na podłożu krzemowym) [225, 226] | 0÷100 nm | wygodne w zastosowaniu, wysokość próbki wymaga wstępnej kalibracji za pomocą elipsometru lub kalibrowanych mikroskopów sił atomowych |

♦ Belka jest uginana za pomocą zintegrowanego z mikroskopem aktuatora piezoceramicznego. Metoda ta jest wygodna w zastosowaniu, wymaga jednak znajomości pełnej charakterystyki metrologicznej aktuatorów piezoelektrycznych, zgodnie z uwagami przedstawionymi w rozdziale 9. Często wygodne jest kalibrowanie nie tylko detektora wychylenia belki sprężystej, ale również całego systemu sterowania mikroskopu bliskiego pola. W takich eksperymentach moduluje się wartość zadaną oddziaływania, które powinno być zachowane między ostrzem a powierzchnią. Jednocześnie monitorowane jest wyjście regulatora PI, który tak steruje wysokością zawieszenia mikros sondy, aby ten warunek był spełniony. Przeprowadzenie takiej procedury kalibracyjnej umożliwia ocenę jakości sterowania i odpowiednie dostrojenie regulatora.

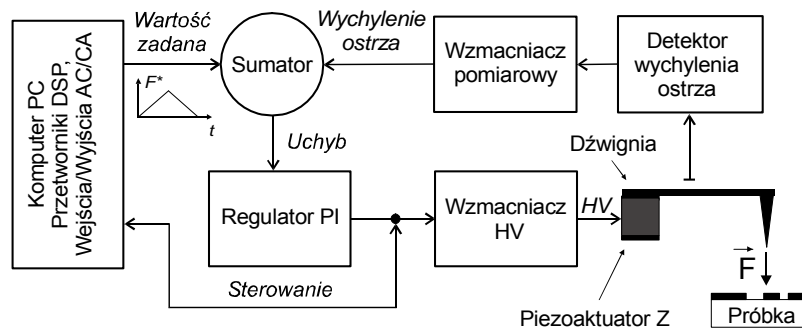
Dodatkowo, przy znanej charakterystyce aktuatora piezoelektrycznego, pozwala to na wyznaczenie charakterystyk przetwarzania mikroskopu bliskiego pola we współrzędnych

$$\text{wartość bliskiego pola} = f(\text{wartości zadanej})$$

lub

$$\text{sygnał detektora} = f(\text{wartości zadanej}).$$

Należy też zauważyć, że odpowiedź optycznych detektorów wychylenia mikroostrza zależy od mocy sygnału odbitego od powierzchni belki sprężystej, pozycji i intensywności padającej wiązki świetlnej oraz ustawienia detektora promieniowania odbitego od belki. Kalibracja detekcji wychylenia końcówki pomiarowej powinna być zatem dokonywana dla każdej dźwigni bezpośrednio po jej zamocowaniu w głowicy mikroskopu i po każdej zmianie zjustowania układu optycznego. Konieczność częstego przeprowadzania opisanych czynności zwiększa czasochłonność badań i jest mankamentem optycznych rozwiązań detektorów ugięcia belki pomiarowej.



Rys. 7.1. Układ do kalibracji czułości detekcji wychylenia ostrza pomiarowego

7.3. Wyznaczanie właściwości metrologicznych prostych belek piezorezystywnych

W przypadku zastosowania w mikroskopii bliskich oddziaływań dźwigni piezorezystywnych w procedurze wyznaczania stałej sprężystości belki i odpowiedzi detektora piezorezystywnego należy uwzględnić, że:

- ♦ dźwignia jest wykonana w całości z krzemu monokrystalicznego (tzn. nie ma pokryć odblaskowych i pasywujących) i że oś podłużna czujnika pokrywa się z osią [011] kryształu; w tym przypadku moduł Younga niedomieszkowanego krzemu wynosi w temperaturze 300 K 169 GPa;
- ♦ przekrój poprzeczny belki jest jednorodnie prostokątny; wielkość podtrawienia, jakie powstaje podczas plazmowego wycinania kształtu belki z membrany mikromechanicznej jest bowiem wielokrotnie mniejsza od szerokości czujnika;

- ♦ masa ostrza nie obciąża belki; stosunek masy typowej belki piezorezystywnej do masy jej ostrza wynosi bowiem około 4000, a w przypadku dźwigni współpracujących z detektorami optycznymi stosunek ten jest równy około 120.

Przedstawiona charakterystyka pokazuje, że kalibrowanie systemu z belkami piezorezystywnymi jest w istotny sposób uproszczone i cechuje się, w porównaniu z układami optycznymi, większą wiarygodnością [227]. W omawianym przypadku, przy założeniu niezmiennych parametrów układów elektronicznych współpracujących z detektorem piezorezystywnym, o wyniku pomiaru oddziaływania skupionego na mikroostrzu decydują bowiem jedynie właściwości metrologiczne belki piezorezystywnej. Dodatkowo właściwości te, do których należą: stała sprężystości, częstotliwość rezonansowa, czułość pomiaru wychylenia i siły, nie są związane z systemem, w jakim belka jest stosowana i mogą być określane niezależnie od niego [227].

Wartość stałej sprężystości k jednorodnej dźwigni o przekroju prostokątnym określa równanie

$$k = \frac{Ebd^3}{4l^3}, \quad (7.1)$$

w którym:

E – moduł Younga materiału belki,

b – szerokość dźwigni,

d – grubość dźwigni,

l – długość belki.

W przypadku typowych dźwigni piezorezystywnych stosowanych w mikroskopii sił atomowych (tzn. dźwigni o długości ok. 600 μm i szerokości ok. 100 μm) długość dźwigni l oraz jej szerokość b wyznacza się za pomocą mikroskopu optycznego z dokładnością około 1%. Istotnym problemem pomiarowym jest natomiast pomiar grubości belki d^1 . Parametr ten wyznacza się na podstawie pomiaru częstotliwości rezonansowej dźwigni. W przypadku dźwigni o przekroju prostokątnym częstotliwość rezonansową belki oblicza się z zależności

$$f_r = \frac{3,52d}{4\pi l^2} \sqrt{\frac{E}{3\rho}}, \quad (7.2)$$

w której ρ jest gęstością materiału belki (w przypadku krzemu $\rho = 2330 \text{ kg/m}^3$ w temperaturze 300 K).

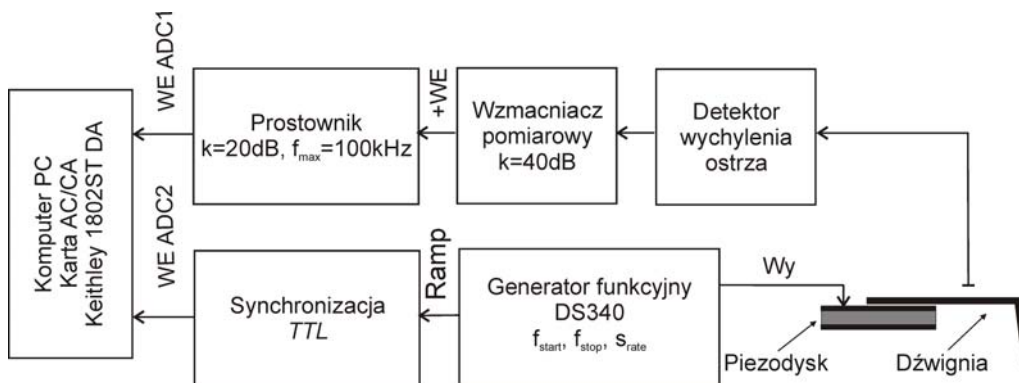
Po przekształceniach równania (7.1) i podstawieniu do równania (7.2) otrzymuje się zależność umożliwiającą obliczenie wartości stałej sprężystości k na podstawie zarejestrowanej częstotliwości rezonansowej f_r .

¹ Grubość wytwarzanych dźwigni piezorezystywnych leży w zakresie od 5 do 15 μm . Mała głębokość ostrości mikroskopu optycznego przy dużych powiększeniach oraz utrudnione justowanie obiektu pomiarowego w polu widzenia uniemożliwia praktycznie rzetelny pomiar grubości belki.

$$k = 11,27 E b l^3 f_R^3 \sqrt{\left(\frac{3\rho}{E}\right)^3}. \quad (7.3)$$

Względny błąd wyznaczenia stałej sprężystości na podstawie pomiaru częstotliwości rezonansowej wynosi zatem

$$\frac{dk}{k} = \frac{db}{b} + 3\frac{dl}{l} + 3\frac{df_r}{f_r}. \quad (7.4)$$



Rys. 7.2. Układ do pomiaru częstotliwości rezonansowych

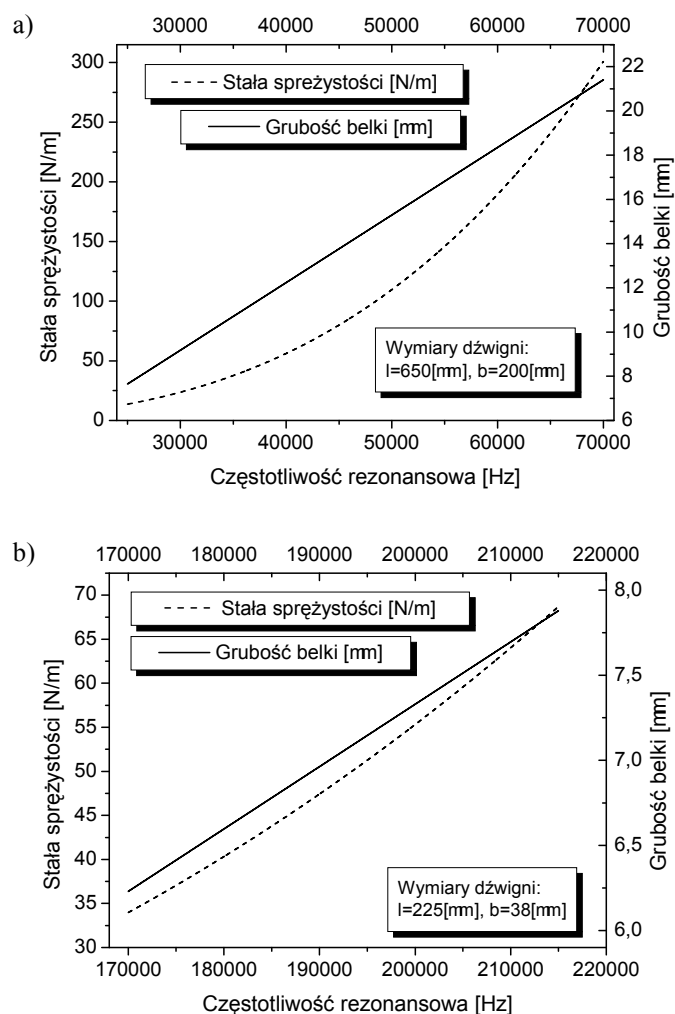
Skonstruowany na potrzeby eksperymentalne system pomiarowy pozwala ustalić wartość częstotliwości rezonansowej belki z dokładnością 0,5% (rys. 7.3) [227, 228]. System ten składa się z generatora sygnałowego o dużej rozdzielczości, firmy Stanford Research Systems, typu DS340, układu wzmacniacza pomiarowego, prostownika sygnałowego (o regulowanym wzmacnieniu w zakresie od 10 do 500 V/V w paśmie pomiarowym do 500 kHz) i układu synchronizacji modulacji częstotliwości. System ten jest połączony z kartą przetworników A/C i C/A, sterowanych za pośrednictwem komputera PC. Zgodnie z równaniem (7.4) system ten pozwala zatem na wyznaczenie stałej sprężystości belek piezorezystywnych z dokładnością 5%.

W praktyce laboratoryjnej wartości stałych sprężystości k dźwigni o przekroju prostokątnym o znanej długości i szerokości wygodnie jest odczytywać z nomogramów przedstawionych na rysunkach 7.3a,b.

Określanie właściwości metrologicznych czujników piezorezystywnych obejmuje, oprócz wyznaczenia stałej sprężystości czujnika, również wyznaczenie czułości detekcji wychylenia mikrosondy i siły nacisku działającej na tę sondę. Należy zauważyć w tym przypadku, że równania (4.12), (4.13) mają charakter jedynie przybliżony i że stanowią one podstawę do oszacowania czułości pomiaru siły i wychylenia przy następujących założeniach:

- ◆ piezorezystory są ulokowane na powierzchni dźwigni,

- ◆ piezorezystory znajdują się dokładnie w obszarze największych naprężeń mechanicznych powstających przy ugięciu dźwigni,
- ◆ znane są poziomy domieszkiowania piezorezystorów i temperatura czujnika piezorezystywnego.

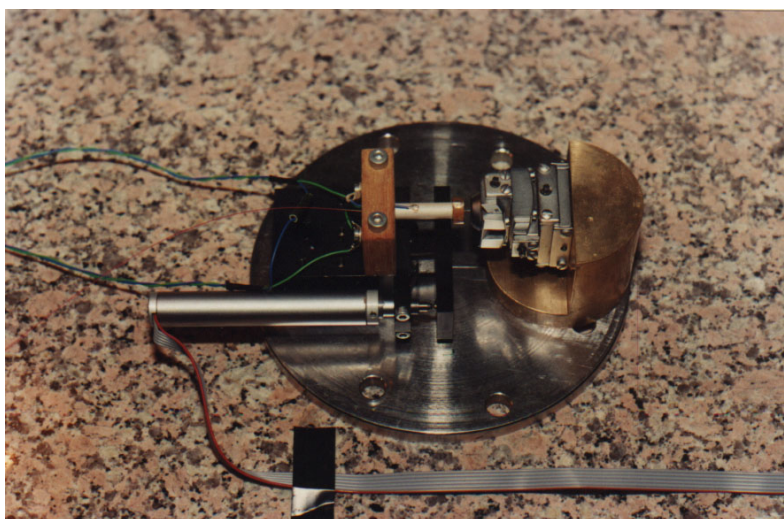


Rys. 7.3. Stałe sprężystości i grubość dźwigni sprężystych stosowanych w mikroskopii sił elektrostatycznych:

- a) dźwignie o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm ,
b) dźwignie o wymiarach: długość 225 μm , szerokość 38 μm

W praktyce laboratoryjnej spełnienie tych założeń nie jest możliwe, a znajomość wszystkich parametrów technologicznych jest niepełna. Dodatkowo, w przypadku

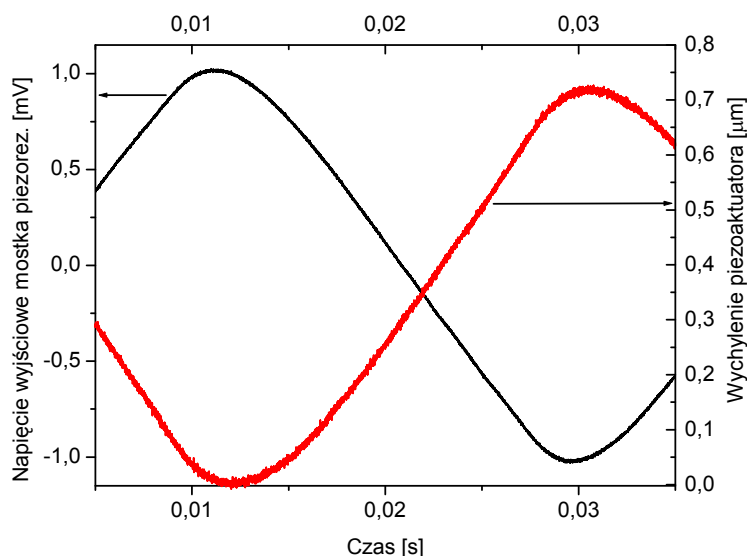
dźwigni podwójnych, analityczne obliczenie wartości odpowiedzi elektrycznej w funkcji ugięcia końcówki belki jest praktycznie niemożliwe. Ścisłe ustalenie czułości detektora piezorezystywnego w funkcji siły nacisku i wychylenia końcówki jest zatem możliwe jedynie po przeprowadzeniu procedury kalibracji dźwigni mikroskopu sił atomowych. Procedura kalibracji dźwigni piezorezystywnej polega na wychyleniu końcówki ostrza o zadaną wartość i rejestracji odpowiedzi elektrycznej detektora. W przypadku prostych dźwigni piezorezystywnych do ich kalibracji stosuje się głowicę pomiarową pokazaną na rysunku 7.4.



Rys. 7.4. Głowica pomiarowa stosowana do kalibracji dźwigni piezorezystywnych [227]

Badana dźwignia jest mocowana na pochylnym uchwycie, który umożliwia dowolne ustawienie belki w stosunku do ruchomego stolika z aktuatorem piezoceramicznym. Aktuator ten, naciskając na końcówkę dźwigni, wychyla ją o zadaną wartość. Wychylenie piezorurki było kalibrowane za pomocą interferometru światłowodowego i w przypadku urządzenia pokazanego na rysunku 7.4 wynosi 27,7 nm/V.

Przykład kalibracji dźwigni piezorezystywnej o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 135 μm przedstawiono na rysunku 7.5. Drgania rezonansowe pierwszego rzędu zarejestrowano przy wzbudzeniu aktuatora sygnałem o częstotliwości równej 43 413 Hz. Zgodnie z opisaną powyżej procedurą grubość dźwigni wynosi 13,35 μm , a stała sprężystości belki jest równa 48,87 N/m. Zgodnie z analizą przedstawioną w rozdziale 4., czułość pomiaru wychylenia końcówki belki przy zasilaniu detektora napięciem symetrycznym o wartości 0,45 V wynosi w tym przypadku 5,1 $\mu\text{V}/\text{nm}$, a czułość pomiaru siły działającej na końcówkę sondy jest równa 0,1 $\mu\text{V}/\text{nN}$. Przeprowadzona kalibracja wykazała jednak, że rzeczywista czułość wychylenia końcówki jest równa 2,9 $\mu\text{V}/\text{nm}$, a czułość pomiaru siły skupionej na końcówce sondy wynosi natomiast 0,06 $\mu\text{V}/\text{nN}$.



Rys. 7.5. Odpowiedź czujnika wychylenia prostej belki piezorezystywnej przy ugięciu końcówki o 700 nm

7.4. Wyznaczanie właściwości metrologicznych belek piezorezystywnych do pomiaru siły nacisku i tarcia

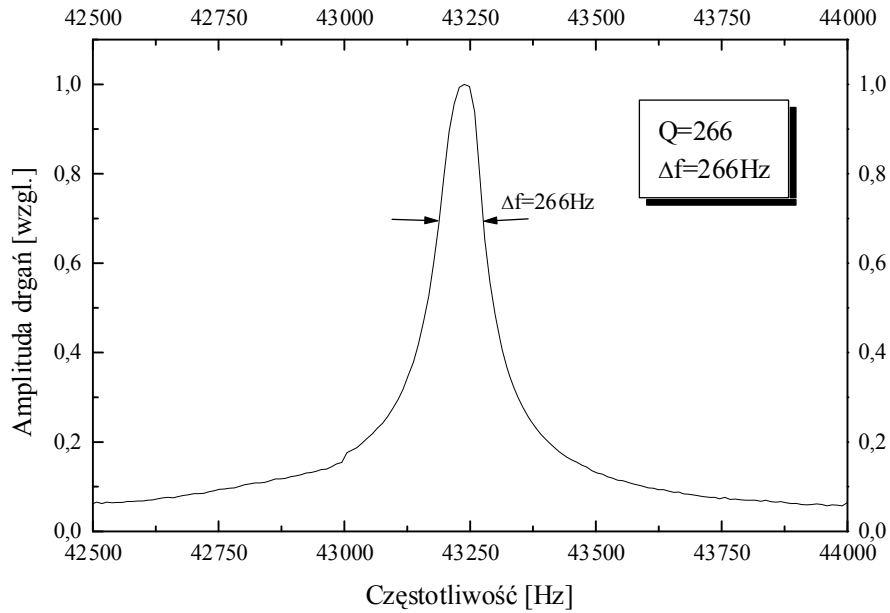
W przypadku dźwigni piezorezystywnych do pomiaru sił nacisku i tarcia (rys. 4.9 i 4.10) obliczenie analityczne wartości stałej sprężystości czujnika, w funkcji wymiarów geometrycznych sensora lub jego częstotliwości rezonansowej, jest niemożliwe. Największe trudności wynikają ze złożonej konstrukcji mechanicznej czujnika i z anizotropowych właściwości krzemu, z którego wykonana jest dźwignia.

Ustalenie wartości stałej sprężystości belki na podstawie jej zarejestrowanej częstotliwości rezonansowej jest możliwe jednak dzięki modelowaniu właściwości mechanicznych czujnika metodą elementów skończonych.

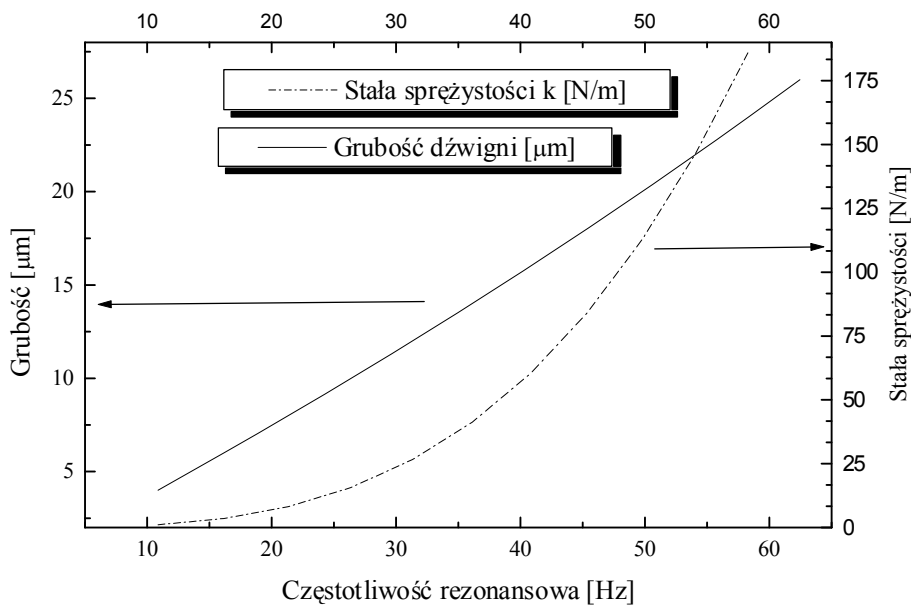
Na rysunku 7.6 przedstawiono zarejestrowaną przykładową krzywą rezonansową belki piezorezystywnej do pomiaru siły nacisku i tarcia. Częstotliwość rezonansowa czujnika wynosiła w tym przypadku 43 200 Hz.

Na rysunku 7.7 zaprezentowano – odpowiednio – wykresy zależności stałej sprężystości określonej w osi Z i płaszczyźnie ZX czujnika od częstotliwości rezonansowej dźwigni.

Na podstawie zaprezentowanych charakterystyk można ustalić, że dla czujnika, którego krzywą rezonansową pokazano na rysunku 7.6, stałe sprężystości czujnika wzdłuż osi Z i X wynoszą odpowiednio 72,5 i 89 N/m.



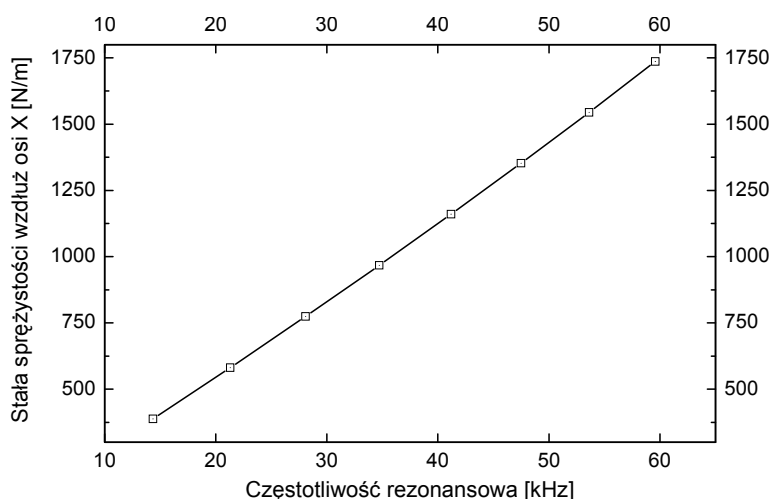
Rys. 7.6. Krzywa rezonansowa podwójnej belki piezorezystywnej, częstotliwość rezonansowa $f_r = 43\,250$ Hz, stała sprężystości $k = 65,8$ N/m, dobroć $Q = 266$



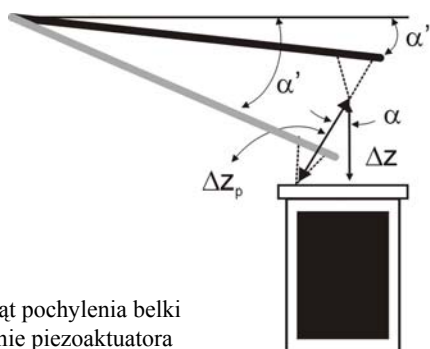
Rys. 7.7. Wartości stałych sprężystości wzdłuż osi Z i grubość piezorezystywnej belki do detekcji siły nacisku i tarcia w funkcji częstotliwości rezonansowej sensora

Odpowiedź piezorezystywnego detektora siły nacisku i tarcia może być również rejestrowana w przypadku ugięcia końcówki mikrobilki o zadaną wartość w głowicy pomiarowej mikroskopu bliskich oddziaływań. Metoda ta jest szczególnie wygodna w przypadku skanowania powierzchni następującego bezpośrednio po kalibracji czujnika. W takich eksperymentach należy jednak uwzględnić kąt pochylenia mikrobilki w uchwycie sondy pomiarowej (rys. 7.9). W skonstruowanych w Politechnice Wrocławskiej systemach pomiarowych kąt pochylenia dźwigni w stosunku do uchwytu (rys. 7.9) wynosi 10° . Dla wychyleń aktuatora Δz dużo mniejszych niż grubość czujnika można przyjąć, że kąt pochylenia belki w stosunku do uchwytu nie ulega zmianie przy testowym ugięciu, tzn. $\alpha' \approx \alpha'' \approx \alpha$. W tym przypadku wychylenie ostrza Δz_p można obliczyć na podstawie zależności (rys. 7.9)

$$\Delta z_p = \frac{\Delta z}{\cos \alpha}$$

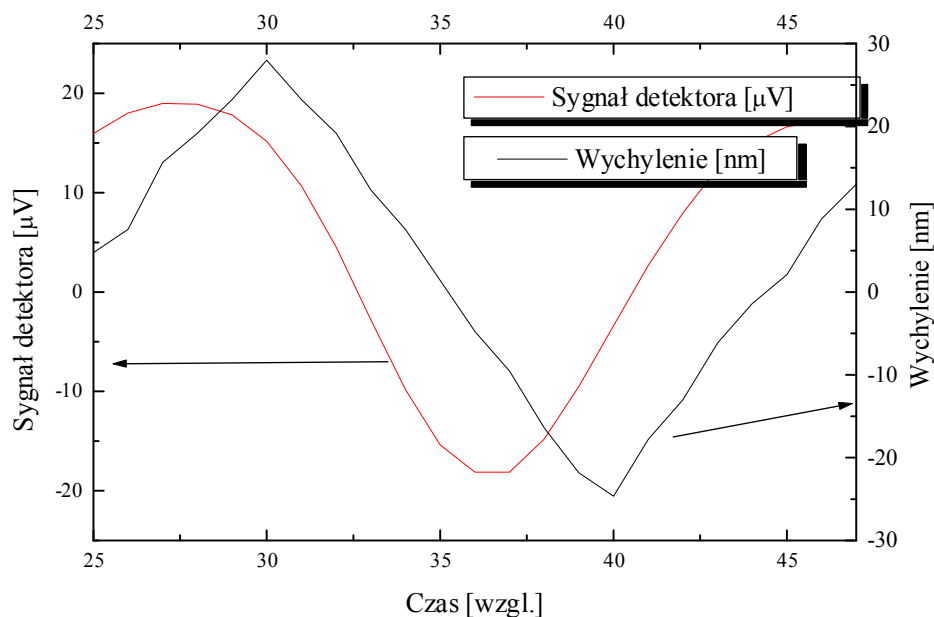


Rys. 7.8. Wartości stałych sprężystości wzdłuż osi X i grubość belki piezorezystywnej do detekcji siły nacisku i tarcia w funkcji częstotliwości rezonansowej sensora



Rys. 7.9. Kąt pochylenia belki a wydłużenie piezoaktuatora

Zgodnie z uwagami zawartymi w podrozdziale 7.2, w czasie rejestracji odpowiedzi detektora piezorezystywnego siła nacisku końcówki belki na powierzchnię stolika jest stabilizowana w układzie pętli sprzężenia zwrotnego mikroskopu bliskich oddziaływań. Odpowiedź piezorezystywnego detektora siły nacisku, zaobserwowaną przy następujących nastawach regulatora PI sterującego wartością oddziaływania skupionego na mikroostrzu: zakres proporcjonalności $k_p = 0,4$, stała całkowania $T_i = 0,4$ s, przedstawiono na rysunku 7.10. W przeprowadzonych eksperymentach siła nacisku końcówki belki na stół piezoaktuatora była dodatkowo modulowana sygnałem o częstotliwości 600 Hz i wartości skutecznej 500 mV, który był przykładany do piezoaktuatora sterującego wysokością zawieszenia ostrza ponad preparatem. Przykładowe napięcie odpowiadało w tym przypadku wydłużeniu rurki o 3 nm i modulacji siły nacisku o 217,5 nN. Częstotliwość sygnału modulującego była tak dobierana, aby leżała powyżej częstotliwości granicznej regulatora PI i jednocześnie była mniejsza od górnej częstotliwości przenoszenia wzmacniacza pomiarowych ($f_{\max} = 10$ kHz). Widoczne na charakterystyce przesunięcie fazowe między pobudzeniem aktuatora a odpowiedzią czujnika wynika z ograniczonego pasma przenoszenia wzmacniacza wysokonapięciowego oraz przesunięć fazowych wnoszonych przez układy wzmacniacza pomiarowego współpracującego z detektorem piezorezystywnym.



Rys. 7.10. Odpowiedź detektora piezorezystywnego na statyczne wychylenie dźwigni (symetryczne napięcie zasilania detektora $U = \pm 1$ V, wzmacnienie łańcucha pomiarowego 50 000 V/V)

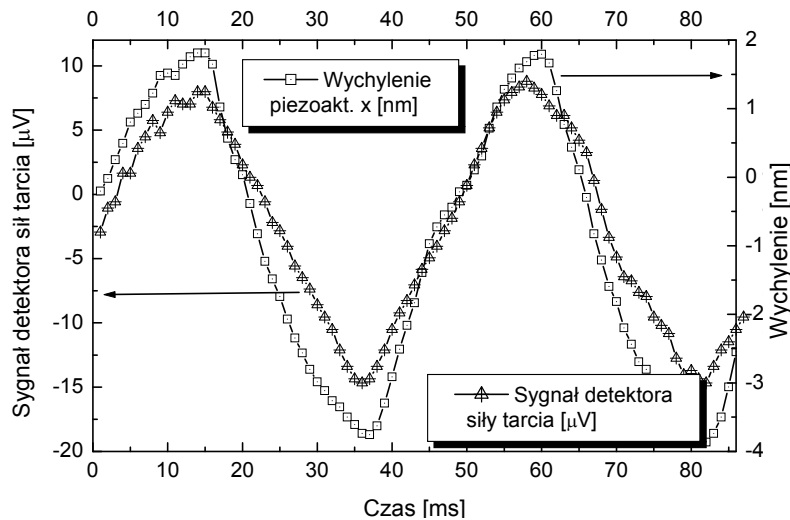
Po uwzględnieniu kąta pochylenia uchwytu mikrosondy ustalono, że czułość detektora piezorezystywnego w funkcji ugięcia końcówki mikroostrza w temperaturze

298 K wynosi $(\Delta U)_{\Delta z} = 1,0 \mu\text{V}/\text{nm}$ z dokładnością $\pm 5\%$. Czułość dźwigni piezorezystywnej w funkcji ugięcia końcówki belki siłą nacisku oblicza się z zależności

$$(\Delta U)_{\Delta F} = (\Delta U)_{\Delta z} k. \quad (7.5)$$

Dla dźwigni, której krzywą rezonansową przedstawiono na rysunku 7.6, czułość ta wynosi $(\Delta U)_{\Delta F} = 65,80 \mu\text{V}/\text{nN}$ z dokładnością $\pm 5,5\%$.

W przypadku opisywanych dźwigni piezorezystywnych zadaniem pomiarowym jest również określenie czułości detektora piezorezystywnego w sytuacji oddziaływania na ostrze pomiarowe siłą tarcia. W takich badaniach siła nacisku ostrza na powierzchnię powinna być stabilizowana w układzie sprzężenia zwrotnego mikroskopu bliskich oddziaływań. W przeprowadzonych eksperymentach ostrze pomiarowe zostało zanurzone przez nacisk siłą $1 \mu\text{N}$ w nieutwardzonej termicznie warstwie fotorezystu. Jednocześnie położenie próbki jest modulowane w kierunku prostopadłym do osi podłużnej dźwigni sygnałem o amplitudzie 2 nm . Odcisk w warstwie polimerowej, jaki powstaje pod wpływem stosunkowo dużej siły nacisku, łączy trwale badaną dźwignię z poruszającą się pod nią powierzchnią. Możliwe jest dzięki temu wychylenie struktury w kierunku prostopadłym do osi podłużnej czujnika. Przebieg sygnałów sterujących wychyleniem piezoaktuatora wzdłuż osi X i zarejestrowanych na wyjściu detektora sił tarcia pokazano na rysunku 7.11. Przy założeniu, że ostrze porusza się razem z próbką, amplituda siły działającej na ostrze w kierunku prostopadłym do osi czujnika wynosi w tym przypadku $3 \mu\text{N}$. Na podstawie zarejestrowanych przebiegów można zatem oszacować, że czułość detekcji siły tarcia jest równa $(\Delta U)_{\Delta FT} = 6 \mu\text{V}/\mu\text{N}$.



Rys. 7.11. Odpowiedź piezorezystywnego detektora siły tarcia w przypadku oddziaływania na mikroostrze belki w kierunku prostopadłym do osi podłużnej czujnika (siła nacisku na ostrze wynosiła $1 \mu\text{N}$, symetryczne napięcie zasilania detektora $U = \pm 1 \text{ V}$, wzmocnienie łańcucha pomiarowego $10\,000 \text{ V/V}$)

8. Pomiary geometrii mikro- i nanostruktur za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań

Rozwój techniki mikrosystemów i nanotechnologii wymaga opracowania dokładnych i wysokorozdzielczych metod pomiaru wymiarów geometrycznych wytwarzanych i badanych nanostruktur. W mikroelektronice produkcja układów pamięci o pojemności 1 Gb wymaga litograficznego przenoszenia wzorów o szerokości linii $0,25\ \mu\text{m}$ z tolerancją nakładania struktur wynoszącą jedynie 50 nm, a określaną z dokładnością 15 nm [229]. Do pomiarów wymiarów geometrycznych nanostruktur stosowane są rutynowo mikroskopy elektronowe, sprzężone z precyzyjnymi układami przesuwu badanego preparatu. W konstrukcjach tych przesuw próbki jest jednocześnie mierzony za pomocą interferometrów optycznych zintegrowanych z aktuatorami [230]. Wiązka elektronowa służy zasadniczo w omawianej metodzie jedynie za detektor początku i końca struktury przesuwanej na połączonym z interferometrami stoliku. W celu zminimalizowania zjawisk rozpraszania elektronów wtórnych na krawędziach struktury i ładowania powierzchni stosuje się w omawianych systemach napięcia przyspieszania na poziomie 1 kV. Rozdzielczość mikroskopu elektronowego wynosi, według danych podanych w pracy [230], 8 nm przy odległości roboczej 2,5 mm, typowa zaś rozdzielczość układów interferometrycznych stosowanych w tym przypadku jest równa 0,4 nm [231]. Podstawowym problemem pomiarowym opisywanej metody, który decyduje o dokładności i rozdzielczości pomiaru szerokości linii, jest opracowanie algorytmu definiowania krawędzi badanej struktury (innymi słowy wskazania początku i końca struktury) na podstawie zarejestrowanego rozkładu elektronów wtórnych. Mankamentami są również możliwość jedynie dwuwymiarowego odwzorowania kształtu powierzchni i konieczność nadzwyczaj starannej izolacji systemu od wstrząsów podłoża i zakłóceń elektromagnetycznych.

Do metod pomiarowych, które znajdują ostatnio coraz większe zastosowanie w badaniach wymiarów geometrycznych nanostruktur należy również mikroskopia bliskich oddziaływań. W porównaniu z mikroskopią elektronową technika ta zapewnia, po spełnieniu dodatkowych założeń, osiągnięcie większych rozdzielczości dwuwymiarowych pomiarów topografii. Dodatkowo mikroskopia bliskich oddziaływań pozwala na pomiar głębokości (wysokości) badanych struktur, co jest szczególnie istotne w diagnostyce układów mikroelektronicznych VLSI [232]. Technika ta staje się w ten sposób

alternatywną metodą do często stosowanej w takich eksperymentach mikroskopii interferencyjnej [233]. W badaniach głębokości struktur kondensatorów pamięci półprzewodnikowych RAM, osiągana za pomocą mikroskopu interferencyjnego dokładność pomiaru wynosi przykładowo jedynie $0,1 \mu\text{m}$ [233] i jest zdecydowanie mniejsza od dokładności możliwej do uzyskania za pomocą kalibrowanych mikroskopów sił atomowych równej $5 \text{ nm} + 2 \cdot 10^{-4} h$, gdzie h jest wysokością (głębokością) struktury [234].

W mikroskopii bliskich oddziaływań przesuw powierzchni lub mikrosondy jest sterowany za pomocą aktuatorów piezoelektrycznych, które umożliwiają realizację przesunięć w zakresie od pojedynczych nanometrów aż do $380 \mu\text{m}$ [235]. Określenie wymiarów geometrycznych struktury na podstawie obrazu zarejestrowanego za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań wymaga jednak znajomości rzeczywistego wychylenia aktuatora piezoelektrycznego i uwzględnienia ogólnej charakterystyki wszystkich układów pomiarowych i sterowania całego systemu. W podrozdziale 8.1 omówiono te czynniki oraz ich wpływ na dokładność i rozdzielczość pomiaru geometrii nanostruktur.

8.1. Aktuatory piezoelektryczne

Prostym efektem piezoelektrycznym nazywamy zjawisko występowania indukcji elektrycznej w ciele stałym pod wpływem naprężenia. Zjawisko to zachodzi tylko w pewnych ciałach stałych, mających uporządkowaną budowę atomową i wykazujących właściwą symetrię tej budowy. Zjawisko piezoelektryczne może także zaistnieć w materiałach wykazujących samoistną lub indukowaną polaryzację. Odwrotnym efektem piezoelektrycznym nazywamy natomiast zjawisko powstawania odkształceń ciała stałego pod wpływem przyłożonego do niego pola elektrycznego. Zarówno prosty, jak i odwrotny efekt piezoelektryczny można obserwować w niektórych materiałach krystalicznych, polimerach i ceramikach.

W przypadku materiałów krystalicznych, kryształy piezoelektryczne są układami niecentrosymetrycznymi (innymi słowy nie mającymi środka symetrii). Do najczęściej stosowanych piezokryształów należą: kwarc, niobian litu i turmalin. W mikroskopii bliskich oddziaływań zastosowanie najczęściej znajdują kwarcowe rezonatory piezoelektryczne, które są czujnikami oddziaływań sił ścinających w mikroskopii sił atomowych [236]. Rezonatory te cechuje duża stabilność temperaturowa i powtarzalność parametrów użytkowych [237].

Ceramiki piezoelektryczne są obecnie jednym z najczęściej stosowanych materiałów piezoelektrycznych w mikroskopii bliskich oddziaływań. Szeroki zakres praktycznych zastosowań materiałów piezoceramicznych wynika w dużym stopniu z łatwej i prostej technologii, która może być z powodzeniem stosowana w produkcji wielkoseryjnej. Ograniczenia w zastosowaniach wynikają jednak z trudności otrzymania ceramiki o powtarzalnych parametrach (rozrzut wartości parametrów jest w granicach od kilku do kilkunastu procent), niestabilności tych parametrów w czasie (silny

efekt starzeniowy), silnych efektów nieliniowych (zależność parametrów od pól elektrycznych i mechanicznych) i dużych wartości współczynników temperaturowych. W wyniku spiekania ceramiki tworzy się materiał o strukturze polikrystalicznej i właściwościach wielodomenowego kryształu ferroelektrycznego. W mikroskopii bliskich oddziaływań najczęściej stosowane są ceramiki na bazie cyrkonu i tytanianu ołowiu, oznaczane jako PZT. Wykonywane są z nich akтуatory w postaci rurek lub dysków. Akтуatory takie umożliwiają poruszanie próbką lub ostrzem w płaszczyźnie skanowania XY i osi Z . Dodatkowo są one często stosowane do wzbudzania drgań rezonansowych belki pomiarowej i wysokoczęstotliwościowej modulacji wychylenia mikroostrza.

Równania stanu opisujące związki między elektrycznymi i sprężystymi zmiennymi akтуatora, występującymi w określonych warunkach brzegowych, wyrażają się dla prostego i odwrotnego efektu piezoelektrycznego zależnościami [238]:

$$D = \varepsilon^T E + dT, \quad (8.1)$$

$$S = s^E T + dE, \quad (8.2)$$

w których:

D, E, S i T – tensory indukcji elektrycznej, natężenia pola elektrycznego, odkształceń i naprężeń mechanicznych piezoelektryka,

$\varepsilon^T, \varepsilon^E$ – tensory przenikalności elektrycznej piezoelektryka obciążonego i swobodnego,

d – tensor współczynników piezoelektrycznych.

Dla ośrodków asymetrycznych związek między niezależnymi zmiennymi sprężystymi lub ewentualnie stanem pola elektrycznego a stanem odkształceń wyraża macierz współczynników dielektrycznych i sprężystych o wymiarze 9×9 . Postać tej macierzy zależy od układu i klasy kryształu piezoelektrycznego. Dla piezoceramiki ferroelektrycznej (np. stosowanej w mikroskopii bliskich oddziaływań piezoceramiki PZT) przyjmuje się układ heksagonalny i klasę 6 mm [239]. Po uwzględnieniu możliwych relacji między kierunkiem polaryzacji w piezoceramice a składową naprężeń można wyróżnić:

♦ **Podłużny efekt piezoelektryczny**, w którym kierunki naprężenia mechanicznego i indukcji elektrycznej (polaryzacji) są zgodne, obowiązuje zatem w tym przypadku zależność

$$D_3 = d_{33}T_3. \quad (8.3)$$

Analogiczne równanie rozważane dla podłużnego odwrotnego efektu piezoelektrycznego przyjmuje postać

$$S_3 = d_{33}E_3. \quad (8.4)$$

♦ **Poprzeczny efekt piezoelektryczny**, w którym kierunki naprężenia mechanicznego i indukcji elektrycznej (polaryzacji) są prostopadłe względem siebie; w tym przypadku obowiązuje zatem zależność

$$D_3 = d_{31}T_1. \quad (8.5)$$

Analogiczne równanie dla poprzecznego odwrotnego efektu piezoelektrycznego ma postać

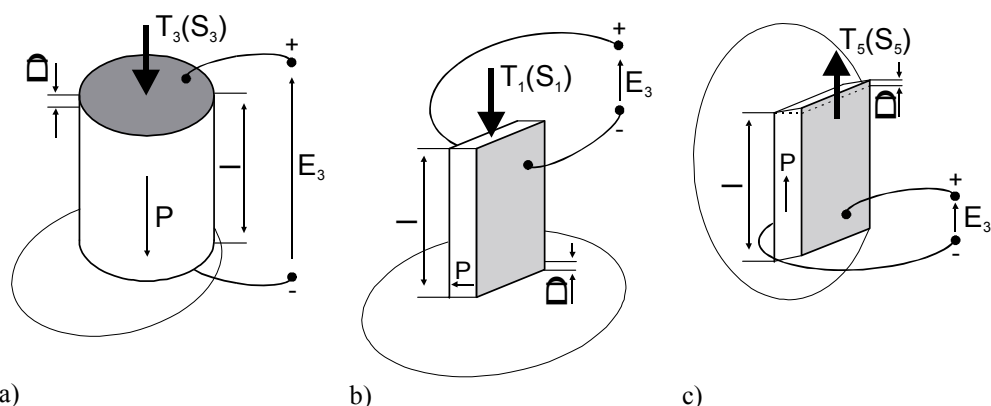
$$S_1 = d_{31}E_3. \quad (8.6)$$

♦ **Skośny efekt piezoelektryczny**, w którym wektor polaryzacji jest równoległy do płaszczyzny ścięcia; obowiązuje zatem w tym przypadku zależność

$$D_1 = d_{15}T_5. \quad (8.7)$$

Analogiczne równanie dla skośnego odwrotnego efektu piezoelektrycznego ma postać

$$S_5 = d_{15}E_1. \quad (8.8)$$



Rys. 8.1. Prosty i odwrotny efekt piezoelektryczny obserwowany w piezoceramice:
 a) efekt podłużny, b) efekt poprzeczny, c) efekt skośny

W przypadku zastosowania aktuatorów piezoelektrycznych wykonanych w postaci rurek wychylenie podłużne aktuatora oblicza się na podstawie zależności

$$\Delta z = d_{31}L \frac{U}{H}, \quad (8.9)$$

w której:

- L – długość rurki piezoelektrycznej,
- H – grubość ścianek rurki piezoelektrycznej,
- d_{31} – współczynnik piezoelektryczny materiału rurki,
- U – napięcie przyłożone między elektrody rurki (w przypadku realizacji wychyleń w kierunku osi Z do poszczególnych okładek piezorurki przykładane są napięcia elektryczne o tej samej wartości).

W przypadku wychyleń w płaszczyźnie XY odpowiednie wydłużenia oblicza się zgodnie z zależnością [240]

$$\Delta x = \Delta y = 2\sqrt{2}d_{31} \frac{UL^2}{\pi DH}, \quad (8.10)$$

w której D jest wewnętrzną średnicą piezorurki.

Z przedstawionej analizy wynikają następujące uwagi:

♦ Równania (8.1) i (8.2) pokazują, że odkształcenie piezoelektryka w ogólnym przypadku zależy nie tylko od przykładanego napięcia elektrycznego (pola elektrycznego), ale także od naprężeń, jakim jest poddawany aktuator. W praktyce laboratoryjnej wychylenia piezoaktuatora oblicza się na podstawie przykładanych napięć i znanej charakterystyki odkształceniowej przetwornika. Należy jednak zauważyć, że procedura taka jest wiarygodna jedynie wtedy, gdy obciążenia struktury piezoelektryka, wywierane np. przez preparat, są identyczne z tymi, jakie były wywierane w procesie kalibracji wychylenia.

♦ Równania (8.9) i (8.10) mają charakter przybliżony. Ich założeniem są stałe właściwości materiału i jednolite wymiary aktuatora. W praktyce laboratoryjnej stosuje się aktulatory, których wartość współczynnika d_{31} jest podawana z około 10% tolerancją i których grubość ścianek jest niejednorodna wzdłuż rurki. Dodatkowo wartość współczynników piezoelektrycznych piezoceramiki PZT silnie zależy od temperatury otoczenia. Przy zmianach temperatury w zakresie od 300 do 4 K obserwuje się w przypadku zastosowania popularnej piezoceramiki PZT 5A aż 5,5-krotne liniowe zmiany wartości współczynników piezoelektrycznych [241].

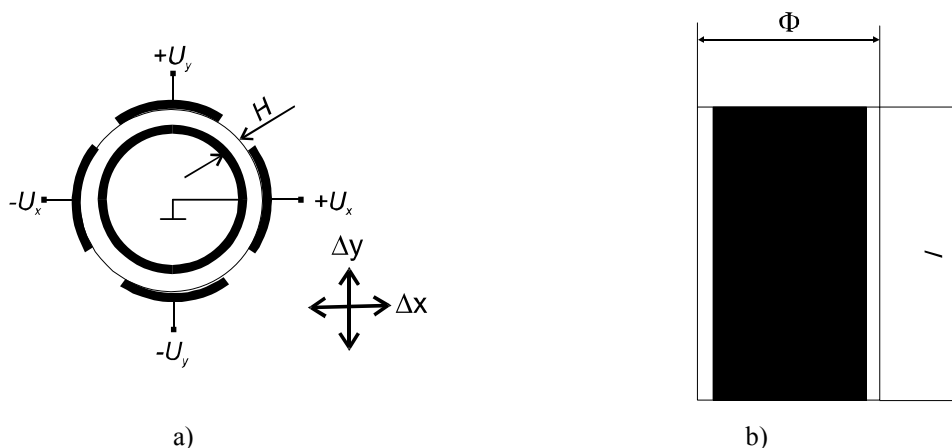
♦ Wychylenia piezoaktuatora zależą od częstotliwości przykładanego pobudzenia. Częstotliwość rezonansową obciążonego aktuatora można obliczyć na podstawie zależności

$$f_{\text{rez piezo}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{c_T}{M}},$$

w której:

M – łączna masa przetwornika i poruszanej masy,

c_T – sztywność aktuatora.



Rys. 8.2. Aktuator piezoceramiczny przesuwu próbki w osiach XYZ:
a) widok z góry, b) przekrój

Przy zmiennej masie obciążającej aktuator zmianie ulega zatem możliwa do osiągnięcia prędkość przesuwu ostrza (ewentualnie powierzchni). Efekt ten musi być uwzględniany zwłaszcza podczas pomiarów w trybie tzw. szybkiej mikroskopii bliskich oddziaływań, w których przesuwu są dokonywane z prędkością około 1 mm/s (dla porównania w standardowych pomiarach prędkość ta wynosi około 1 $\mu\text{m/s}$).

8.2. Dokładność przesułów realizowanych za pomocą rurowych aktuatorów piezoelektrycznych

Aktuatory piezoelektryczne wykonane w postaci rurek z naniesionymi czterema elektrodami umożliwiają realizację przesułów ostrza (lub próbki) w zakresie od pojedynczych nanometrów do kilkudziesięciu mikrometrów [240]. Należy jednak zauważyć, że środek aktuatora i zamocowane na nim ostrze lub preparat poruszają się po sferze wyznaczonej przez odkształcenia sprężyste występujące w obszarze wokół polaryzowanych elektrod piezoelektryka. Gdy na końcu rurki zamocowany zostanie uchwyt z próbką (ewentualnie uchwyt z mikrosondą) o wysokości L_s , wychylenie piezoaktuatora x_1 różni się od wychylenia próbki (mikroskondy) x_2 (rys. 8.4). Różnica tych wychyleń nazywana jest błędem Abbego [242] i jest jednym z błędów pomiaru wymiarów geometrycznych nanostruktur za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań.

Dla niewielkich ugięć piezorurki przesunięcie aktuatora x_1 można obliczyć na podstawie równania

$$x_1 = L \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right) \approx L \frac{\alpha}{2}. \quad (8.11)$$

Ostrze (lub próbka) o wysokości L_s wychyla się jednak do pozycji x_2 . Różnicę między rzeczywistym a zakładanym wychyleniem wyraża zależność

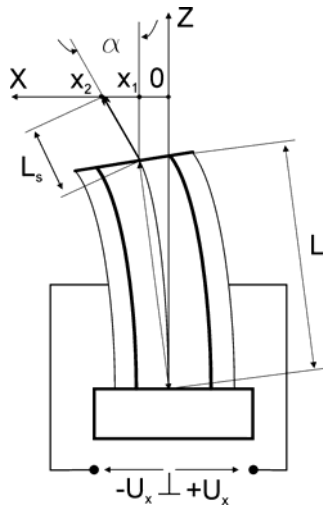
$$x_2 - x_1 = L_s \sin \alpha \approx L_s \alpha. \quad (8.12)$$

Po przekształceniach otrzymuje się równanie określające tzw. względny błąd Abbego w kierunku osi X w postaci

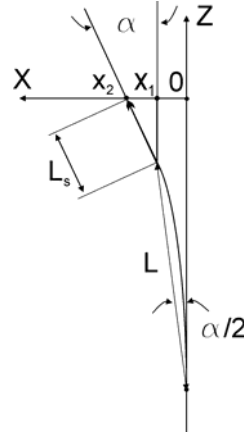
$$\left| \frac{x_2 - x_1}{x_1} \right| \approx 2 \frac{L_s}{L}. \quad (8.13)$$

W opisywanym układzie przesułów próbki (ostrza) wzdłuż osi X powoduje również dodatkowe przesunięcie próbki (ostrza) obserwowane w kierunku osi Z mikroskopu (rys. 8.3). Względny błąd Abbego w kierunku osi Z można wyznaczyć zgodnie z zależnością (rys. 8.5)

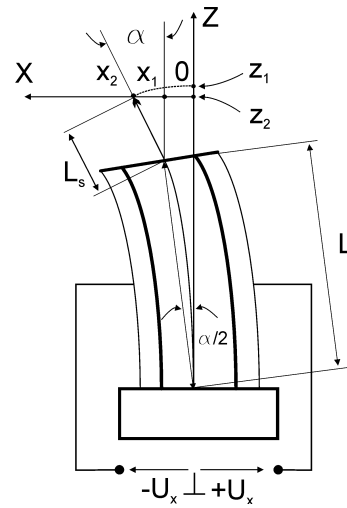
$$\left| \frac{z_1 - z_2}{z_1} \right| = \frac{(L + L_s) - \left(L \cos \frac{\alpha}{2} + L_s \cos \alpha \right)}{L + L_s} = \frac{L \left(1 - \cos \frac{\alpha}{2} \right) + L_s (1 - \cos \alpha)}{L + L_s}. \quad (8.14)$$



Rys. 8.3. Błąd Abbego w płaszczyźnie skanowania XY mikroskopu bliskich oddziaływań



Rys. 8.4. Ugięcie piezoaktuatora w płaszczyźnie XY mikroskopu bliskich oddziaływań



Rys. 8.5. Błąd Abbego wzdłuż osi Z mikroskopu bliskich oddziaływań

W tabeli 8.1 zestawiono wyniki obliczeń kąta wychylenia aktuatora o długości 40 mm i zawieszono na nim uchwyty z sondą o wysokości 5 mm przy odchyleniu w osi X równym 10 nm i 10 μm , przedstawiono także przesunięcia związane z błędem Abbego obliczonym dla osi Z.

Tabela 8.1. Błędy Abbego wychylenia piezoaktuatora w osi X i Z

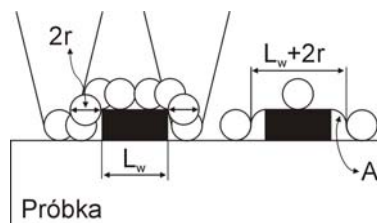
| Wychylenie w osi X | Kąt ugięcia aktuatora μrad | Kąt ugięcia aktuatora μdeg | Błąd Abbego wzdłuż osi X nm | Błąd Abbego wzdłuż osi Z nm |
|--------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 10 nm | 0,5 | 30 | 2,5 | 0 |
| 10 μm | 500 | 30 000 | 2500,0 | 1 |

Zastosowanie mikroskopu bliskich oddziaływań w pomiarach wymiarów nanostruktur wymaga uwzględnienia odpowiednich poprawek i obserwacji (pomiaru) ruchów skanujących aktuatora dokładnie w płaszczyźnie skanowania preparatu. W niektórych zastosowaniach, szczególnie przy polach skanowania większych niż 20 μm , używane są piezorurki o dwóch blokach czterosekcyjnych elektrod, które są polaryzowane przeciwsobnie [243]. W takim przypadku kątowe wygięcia obu bloków piezoaktuatora są wzajemnie kompensowane i błędy Abbego w kierunkach osi X, Y i Z są w istotny sposób zmniejszane. Kompensacja błędów Abbego może być również przeprowadzana za pomocą procedur oprogramowania przetwarzania danych i obrazów. Procedury te jednak mogą prowadzić do utraty części informacji zawartej w zarejestrowanych obrazach. Dotyczy to zwłaszcza pomiaru powierzchni struktur o dużym

zakrzywieniu, takich jak np. układy zol–żel. Przeprowadzenie planarnego odwzorowania powierzchni takich struktur prowadzi do dużych zniekształceń obrazu i znacznych niedokładności pomiaru zakrzywienia uzyskanych struktur.

8.3. Wpływ kształtu ostrza na wynik pomiaru szerokości linii

W mikroskopii bliskich oddziaływań parametry ostrza pomiarowego, takie jak promień zakończenia i kąt otwarcia sondy, mają bardzo duży wpływ na jakość uzyskiwanych obrazów [244]. Na rysunku 8.6 przedstawiono schematycznie przypadek, gdy ostrze skanuje powierzchnię w kierunku prostopadłym do struktury linii osadzonych na płaskim podłożu¹.



Rys. 8.6. Wpływ kształtu ostrza na wynik pomiaru szerokości linii

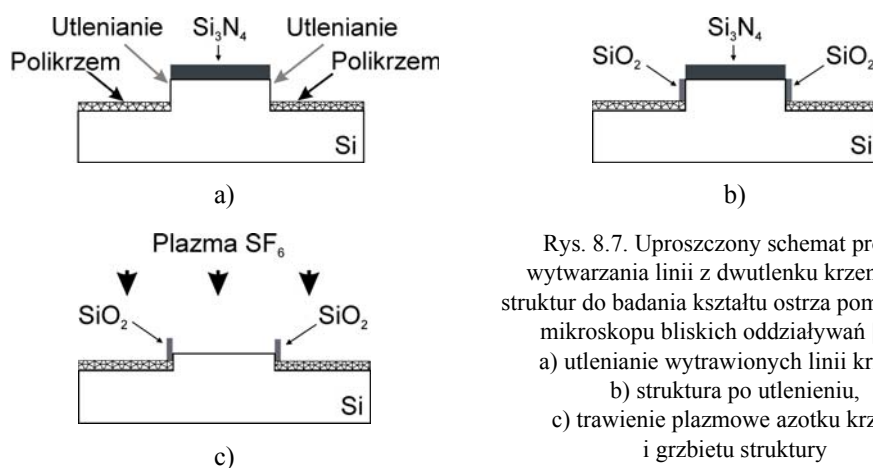
W tym przypadku zarejestrowany za pomocą mikroskopu sił atomowych profil jest szerszy aniżeli rzeczywista struktura o szerokości L_w o dwa promienie ostrza $- 2r$ (rys. 8.6). W pomiarach szerokości linii przeprowadzanych za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań wymagane jest zatem uwzględnienie poprawki związanej z promieniem ostrza. Należy jednak zaznaczyć, że określenie kształtu końcówki ostrza jest złożonym zagadnieniem pomiarowym. Zasadnicze problemy są związane z obserwacją kształtu końcówki struktury, której promień zakończenia jest rzędu dziesiątek nanometrów i która często jest nieprzewodząca elektrycznie. Zastosowanie do tego celu skaningowej mikroskopii elektronowej jest w wielu przypadkach ograniczone. Badania takie wymagają bowiem użycia systemów o wysokiej rozdzielczości. Dodatkowo w przypadku skierowania na końcówkę ostrza wiązki elektronów przyspieszanych napięciem kilkudziesięciu kilowoltów istnieje niebezpieczeństwo uszkodzenia sondy. W praktyce pomiarowej do określania kształtu końcówki pomiarowej ostrza stosowane są często jako próbki testowe mikro- i nanostruktury, wytwarzane metodami technologii mikroelektronicznej, których szerokość i wysokość są zbliżone do wymiarów badanego ostrza. Zastosowanie tego typu struktur do badania kształtu końcówki sondy wymaga jednak uwzględnienia następujących czynników:

♦ Struktury, których wymiary są znane jedynie w przybliżeniu, mogą być zastosowane do rozróżnienia ostrzy uszkodzonych (tzn. takich, których końcówka jest ułamana) i ostrzy nieuszkodzonych (tzn. takich, których końcówkę można opisać

¹ Opisywana sytuacja odpowiada pomiarom wymiarów geometrycznych, zwłaszcza tzw. szerokości linii, struktur wytwarzanych w drodze foto- i elektronolitografii oraz trawienia.

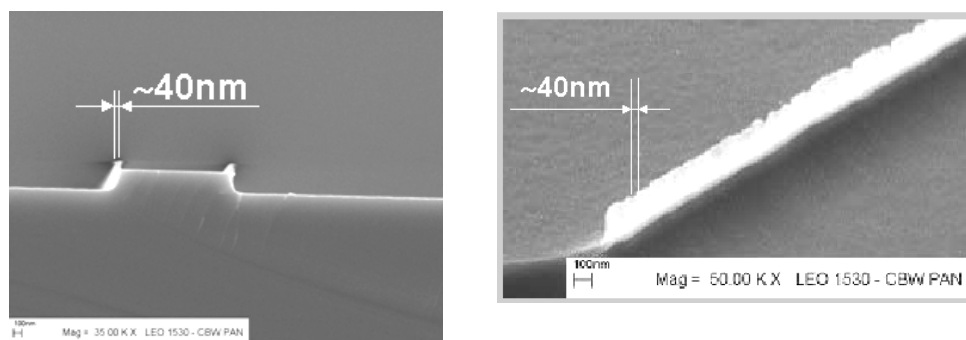
półkulą o promieniu r rzędu dziesiątek nanometrów). W przypadku zastosowania ostrza o końcówce ułamanej profil skanowania struktury linii będzie zdecydowanie większy aniżeli znana w przybliżeniu szerokość linii. Przy założeniu, że ostrze jest nieuszkodzone, tzn. jego końcówka ostrza jest półkulą, promień zaokrąglenia zarejestrowanego profilu odpowiada promieniowi ostrza r . W opisywanych eksperymentach stosowane są struktury wytwarzane na drodze trawienia plazmowego. Struktury takie charakteryzują się pionowymi lub podtrawionymi ściankami, co umożliwia odwzorowanie kształtu końcówki pomiarowej. Założenie zaokrąglonego kształtu końcówki sondy (innymi słowy rozstrzygnięcie czy ostrze jest uszkodzone) jest często wynikiem subiektywnej oceny. Należy zatem uznać, że badanie wymiarów ostrza za pomocą struktur o nieznannej szerokości jest metodą o małej dokładności i wiarygodności.

♦ Struktury o znanych wymiarach geometrycznych pozwalają nie tylko na określenie promienia zakrzywienia końcówki, ale również na odtworzenie kształtu sondy [245]. W eksperymentach przeprowadzonych w Politechnice Wrocławskiej do badania kształtu ostrza zastosowano struktury pionowych ścianek z dwutlenku krzemu o szerokości rzędu dziesiątek nanometrów. Na rysunku 8.7 przedstawiono zasadniczą ideę wytwarzania tego typu struktur. Warstwę dwutlenku krzemu pokryto boczne powierzchnie linii wytrawionej w podłożu krzemowym (rys. 8.7a). Następnie na drodze trawienia plazmowego usuwa się warstwę azotku krzemu, który znajdował się na górnej części żebra nośnego (rys. 8.7b). Jednocześnie w tym procesie trawienia plazmowego trawieniu podlega również żebro nośne, które – obniżając się – odsłania „ścianki” dwutlenku krzemu. W wyniku sterowania przebiegiem procesu suchego lub mokrego utleniania podłoża polikrzemowych i krzemowych można wytwarzać struktury, których szerokość daje się precyzyjnie ustalać w zakresie od 20 do 100 nm (rys. 8.8a,b). Opisywane struktury znajdują również zastosowanie w litografii typu *Nanoimprint*, w której wzory wytwarzane są przez odcisnięcie matrycy w miękkich warstwach polimeru [245].



Rys. 8.7. Uproszczony schemat procesu wytwarzania linii z dwutlenku krzemu jako struktur do badania kształtu ostrza pomiarowego mikroskopu bliskich oddziaływań [245]:

- utlenianie wytrawionych linii krzemu,
- struktura po utlenieniu,
- trawienie plazmowe azotku krzemu i grzbietu struktury

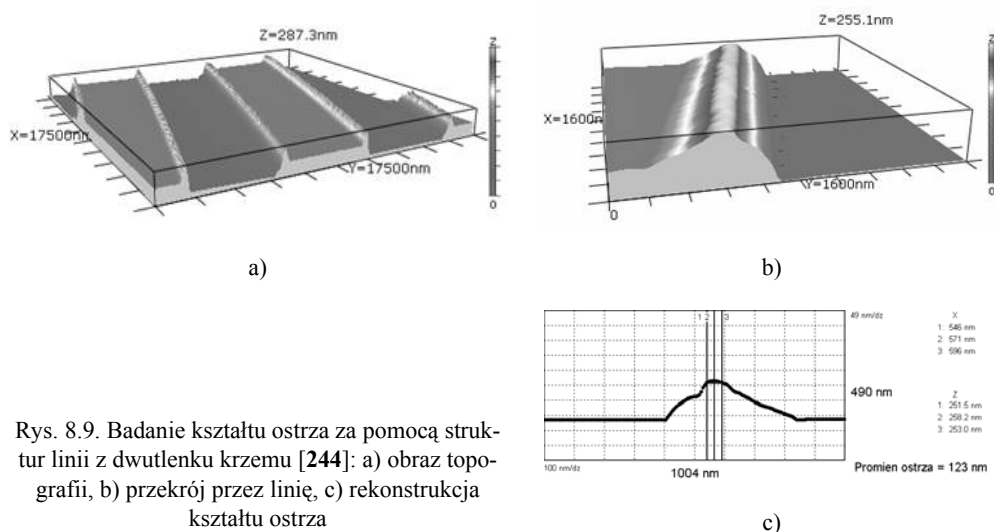


a)

b)

Rys. 8.8. Widok ścianek z dwutlenku krzemu zastosowanych do badania kształtu ostrza pomiarowego mikroskopu bliskich oddziaływań [245]: a) przełom struktury; b) widok z góry

Opisane struktury zastosowano do badania kształtu ostrzy dźwigni wytwarzanych przez różnych producentów. Na rysunku 8.9a przedstawiono obraz topografii struktur linii testowych zarejestrowany za pomocą statycznego mikroskopu sił atomowych, a na rysunku 8.9b pokazano natomiast wycinek obrazu z rysunku 8.9a, powiększony w okolicy pojedynczej linii testowej. Widoczne jest w tym przypadku, że kąt pochylenia ścianek ostrza jest różny po obu stronach sondy przesuwanej prostopadle do linii z dwutlenku krzemu. Na rysunku 8.9c przedstawiono zrekonstruowany kształt ostrza, po uwzględnieniu szerokości linii testowej równej 100 nm [244].



Rys. 8.9. Badanie kształtu ostrza za pomocą struktur linii z dwutlenku krzemu [244]: a) obraz topografii, b) przekrój przez linię, c) rekonstrukcja kształtu ostrza

8.4. Charakterystyka sterowania wartością bliskiego oddziaływania

Jak już wspomiano w rozdziale 5., układ sprzężenia zwrotnego mikroskopu tak steruje wysokością zawieszenia ostrza nad badaną powierzchnią, aby wartość bliskiego pola skupionego na ostrzu pomiarowym pozostawała na zadanym poziomie. W takim układzie sygnał wyjściowy regulatora PI, którego zadaniem jest sterowanie wysokością zawieszenia sondy (rys. 5.3), odpowiada topografii obserwowanej powierzchni. W praktyce laboratoryjnej zapewnienie w czasie skanowania całej próbki warunków idealnej regulacji jest nadzwyczaj utrudnione². Wymaga to bowiem bardzo precyzyjnego doboru nastaw regulatora PI w każdym procesie skanowania. Przy doborze tych nastaw muszą być uwzględniane następujące czynniki:

- ♦ Szybkość przesuwu ostrza (próbki). Zmiana szybkości przesuwu ostrza (próbki) wpływa w pierwszej kolejności na zmianę stałych czasowych w pętli sprzężenia zwrotnego.

- ♦ Wartość zadana bliskiego oddziaływania skupionego na ostrzu pomiarowym. Zmiana wartości zadanej bliskiego oddziaływania działającego na mikrosondę może wpływać na zmianę wzmocnienia w układzie sprzężenia zwrotnego. Jest to szczególnie widoczne w przypadku pomiarów realizowanych w rezonansowej mikroskopii oddziaływań odpychających, w których dynamika oddziaływań skupionych na ostrzu zależy silnie od wysokości zawieszenia sondy nad badaną powierzchnią.

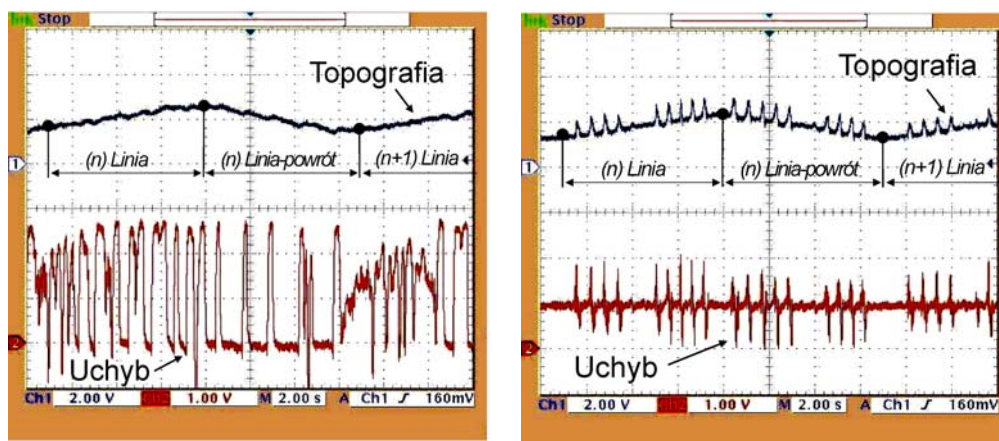
- ♦ Ustawienia detektora ugięcia belki. Modyfikacja justowania detektora ugięcia belki może powodować zmiany wypadkowego wzmocnienia układu. W konsekwencji strojeniu musi być poddane wzmocnienie części proporcjonalnej regulatora.

Na rysunkach 8.10a i b przedstawiono zarejestrowane linie skanowania odpowiadające topografii powierzchni struktur płyty CD RW. Na obydwu rysunkach widoczne są sygnały wyjściowe regulatora PI (korespondujące z topografią próbki) i sygnał uchybu regulacji, który jest różnicą między rzeczywistym oddziaływaniem skupionym na mikroostrzu a wartością zadaną tego oddziaływania. Na rysunku 8.10a pokazano przebieg opisywanych sygnałów, w przypadku gdy regulator PI jest niewłaściwie dostrójony do warunków pomiarowych. W rezultacie sygnał wyjściowy regulatora nie odpowiada kształtowi badanej powierzchni. Na rysunku 8.10b widoczne są natomiast przebiegi zarejestrowane w sytuacji, gdy nastawy regulatora były dobrane właściwie. W tym przypadku sygnał *Topografia* (rys. 8.10b) odwzorowuje wiernie kształt badanej powierzchni.

Strojenie nastaw regulatora dogodnie jest wykonywać przed rozpoczęciem skanowania próbki, modulując sygnał wartości zadanej podawanej do wejścia regulatora PI (rys. 5.3). W tym przypadku obserwacja sygnału uchybu oraz jego odpo-

² Oznacza to, że w każdym punkcie pomiarowym na badanej powierzchni bliskie oddziaływanie skupione na mikroostrzu jest równe oddziaływaniu zadanemu.

wiednie przetwarzanie, prowadzące do obliczenia np. odchylenia średniokwadratowego, może być podstawą do doboru optymalnych nastaw regulatora. Zastosowanie adaptacyjnych algorytmów sterowania, w których wzmacnienia i stałe czasowe regulatora są ustalane na podstawie obliczeń wykonywanych metodami sieci neuronowych, zbiorów rozmytych i zaawansowanych metod optymalizacji, ma w mikroskopii bliskich oddziaływań ograniczone zastosowanie. Przeprowadzenie tego typu procedur wymaga bowiem wstępnego zarejestrowania kilku obrazów, na podstawie których dokonuje się optymalizacji nastaw regulatora [246]. Dopiero po skończonym procesie strojenia pętli sprzężenia zwrotnego możliwy jest ostateczny pomiar powierzchni. Opisywana procedura bywa jednak nadzwyczaj czasochłonna. Dodatkowo w tak przedłużonym pomiarze zwiększa się ryzyko uszkodzenia i zużycia ostrza pomiarowego, którego właściwości mają bardzo duże znaczenie dla jakości uzyskiwanych wyników.



a)

b)

Rys. 8.10. Wpływ sterowania na odwzorowanie kształtu powierzchni:
a) nastawy regulatora PI niewłaściwie dobrane, b) optymalne nastawy regulatora PI

W przypadku skanowania struktur linii naniesionych na stosunkowo płaskim podłożu wygodnie jest stosować w pętli sprzężenia zwrotnego układy regulatorów PID³. Odpowiednio dobrana część różniczkująca regulatora może zmniejszać uchyb występujący w okolicy krawędzi struktury. W przypadku pomiarów standardowych powierzchni część różniczkująca regulatora jest jednak zwykle wyłączona, ze względu na kłopotliwe wymiarowanie.

³ Dotyczy to zwłaszcza badań prowadzonych w celu oceny jakości przeprowadzonych procesów foto- i elektronolitografii, gdzie przedmiotem pomiarów są zwykle pomiary właściwości geometrycznych wzorów na podłożu z dwutlenku krzemu, kwarcu lub krzemu.

8.5. Pomiar wychyleń piezoaktuatora

Pomiar wychyleń piezoaktuatorów, rozumiany jako zbiór operacji mających na celu wyznaczenie wartości wychYLENIA [4], wymaga opracowania urządzeń zintegrowanych z głowicą mikroskopu bliskich oddziaływań, umożliwiających obserwację przesunięć piezoaktuatora w zakresie do 380 μm , z rozdzielczością 1 nm i dokładnością co najmniej 10 nm [247].

W praktyce laboratoryjnej do obserwacji wychYLENIA piezoaktuatora mikroskopu bliskich oddziaływań w płaszczyźnie XY i osi Z stosowane są układy:

- ◆ Czujników pojemnościowych [248]. W tym przypadku z ruchomą częścią aktuatora zintegrowana jest jedna okładka kondensatora pomiarowego. Jego druga elektroda jest natomiast umieszczona na nieruchomej ramie głowicy mikroskopu. Przesunięcie piezoaktuatora powoduje zmianę pojemności, która jest następnie detekowana w układzie mostka niezrównoważonego [249] lub precyzyjnego przetwornika prądu na napięcie [250]. Zastosowanie czujników pojemnościowych pozwoliło uzyskać rozdzielczość pomiaru wychYLENIA piezoaktuatora mikroskopu bliskich oddziaływań równą 0,1 nm/Hz^{0,5} [248], dokładność zaś pomiaru przesunięcia aktuatora S wynosiła $10 \text{ nm} + S \cdot 3 \cdot 10^{-4} \text{ nm}$ [249].

- ◆ Objętościowych interferometrów optycznych. W omawianym przypadku z głowicą mikroskopu zespolone są interferometry, które służą do pomiaru wychYLENIA aktuatora w płaszczyźnie XY i osi Z . W praktyce pomiarowej stosuje się heterodynowe interferometry objętościowe [251] lub interferometry objętościowe zasilane światłowodowo wiązką światła [252, 253]. Rozwiązania te umożliwiają uzyskanie dokładności pomiaru przesunięcia S piezoaktuatora równego $5 \text{ nm} + 2 \cdot 10^{-4} \text{ nm}$ [252].

Wspomniane metody, z racji ograniczonego do kilkuset herców pasma pomiarowego, nie mogą być użyte w tzw. szybkich pomiarach topografii powierzchni, w których mikroostrze przesuwa się nad badaną powierzchnią z prędkością około 1 mm/s [89, 90, 91, 92]. Tak duża prędkość skanowania (dla porównania w pomiarach standardowych ostrze porusza się zwykle z prędkością około 1 $\mu\text{m/s}$) umożliwia skrócenie czasu pomiaru powierzchni, wymaga jednak opracowania systemu przenoszącego sygnały w paśmie do kilkudziesięciu kiloherców.

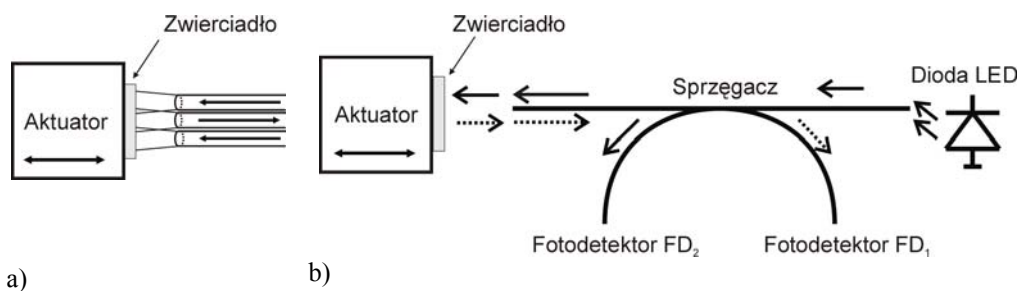
W badaniach przeprowadzonych przez autora pracy do obserwacji wychYLENIA piezoaktuatora mikroskopu bliskich oddziaływań zastosowano układy światłowodowych czujników zbliżenia. W porównaniu z czujnikami pojemnościowymi i interferencyjnymi układy światłowodowe wykazują wiele zalet, do których należą:

- ◆ małe rozmiary i waga sondy pomiarowej, którą stanowi światłowodowe włókno kwarcowe,
- ◆ możliwość prostej integracji czujnika z układami skanera piezoelektrycznego,
- ◆ możliwość prostego doboru pasma pomiarowego układu detekcyjnego, tak aby odpowiadało ono wymaganiom eksperymentalnym,

- ♦ odporność na zakłócenia elektromagnetyczne,
- ♦ możliwość zastosowania czujnika w podwyższonych i niskich temperaturach.

W wielowłóknowych czujnikach zbliżenia część światłowodów głowicy czujnika jest wykorzystana do oświetlenia poruszającego się zwierciadła (rys. 8.11a). Pozostałe włókna w pęku służą natomiast do odbioru światła odbitego od ruchomego obiektu. Możliwe są konstrukcje wielowłóknowych zbliżeniowych czujników światłowodowych, w których włókna nadawcze i odbiorcze są w sposób przypadkowy rozłożone w głowicy sensora [254, 255] lub konstrukcje, w których jedno włókno nadawcze, umieszczone w środku pęku, jest otoczone kręgiem światłowodów odbiorczych [256].

W przypadku układów jednowłóknowych wiązka niespójnego promieniowania oświetla zwierciadło poruszające się razem z piezoaktuatorem (rys. 8.11b). Część wiązki padającej na zwierciadło po odbiciu powraca do włókna czujnika. Natężenie promieniowania odbitego, propagowanego w kierunku detektora FD_1 (rys. 8.11b), jest w tym przypadku miarą odległości między końcówką pomiarową a lustrem zamocowanym na piezoaktuatorze.



Rys. 8.11. Światłowodowe czujniki natężeniowe do pomiaru wychyleń piezoaktuatora:
a) układ wielowłóknowy, b) układ jednowłóknowy

Układy wielowłóknowe były stosowane do detekcji ruchu masek litograficznych w płaszczyźnie prostopadłej do osi czujnika [257]. Gęstość widmowa szumu, która determinowała zdolność rozdzielczą obserwacji przesunięcia wynosiła w przypadku tej konstrukcji $0,025 \text{ nm/Hz}^{0,5}$ [257]. Systemy tego typu znajdowały również zastosowanie jako przemysłowe czujniki zbliżeniowe pracujące z rozdzielczością detekcji ruchu w płaszczyźnie XY i wzdłuż osi Z , równą – odpowiednio – $0,1 \mu\text{m}$ i $1 \mu\text{m}$ [258]. Opisywane były również konstrukcje, w których obserwowano przesunięcia kątowe zwierciadła detekowane na podstawie różnicy intensywności światła docierającego do poszczególnych włókien systemu [259, 260]. Zdolność rozdzielczą obserwacji przesunięcia kątowego wynosiła w tym przypadku $0,5 \text{ mrad}$ w zakresie 40 mrad , rozdzielczość zaś detekcji przesunięcia osiowego była równa $2 \mu\text{m}$ w zakresie 4 mm [259]. Jednowłóknowe czujniki światłowodowe integrowano natomiast w konstrukcjach mikromechanicznych czujników ciśnienia, gdzie włókno światłowodowe oświetlało i odbierało światło odbite od odkształcającej się membrany krzemowej [261]. Optyczna detekcja wychylenia membrany pozwalała w tym przypadku na instalację czujnika w silnikach

lotniczych, gdzie temperatura pracy urządzenia wynosiła około 450 °C, a poziom zakłóceń elektromagnetycznych był nadzwyczaj wysoki. Wyposażenie głowicy jednowłóknowej w układ optyczny ogniskujący wiązkę światła na powierzchni ruchomego zwierciadła pozwala na zwiększenie zdolności rozdzielczej detekcji przesunięcia kąтового do poziomu 0,001 mrad [262]. Układ jednowłóknowego czujnika światłowodowego zastosowano również do detekcji właściwości rezonansowych membran krzemowych stosowanych w litografii jonowej [263]. W tym przypadku włókno światłowodowe oświetlało wzbudzaną akustycznie do drgań membranę krzemową, którą wytrawiono w trzycalowej krzemowej płytce podłożowej. Za pomocą opracowanego układu zarejestrowano drgania o częstotliwości w zakresie od 300 do 500 Hz [263].

Zastosowanie światłowodowych czujników natężeniowych do pomiaru wychyleń piezoaktuatorów mikroskopu bliskich oddziaływań wymagało przeprowadzenia modyfikacji opisanych powyżej układów [264, 265]. Wykonane prace miały na celu:

- ♦ poprawę rozdzielczości układu, tak aby system pozwalał na obserwację wychyleń piezoaktuatora na poziomie 5 nm w paśmie 10 kHz; zwiększenie zdolności rozdzielczej czujnika można uzyskać kosztem zmniejszenia zakresu pomiarowego czujnika, który w przypadku zastosowań w mikroskopii bliskich oddziaływań powinien wynosić maksymalnie 150 μm,
- ♦ zapewnienie czułości układu stabilnej w czasie i przy zmianach temperatury,
- ♦ zapewnienie możliwości kalibracji systemu, tak aby możliwy był pomiar wychyleń zwierciadła z dokładnością 20 nm.

8.6. Jednowłóknowy natężeniowy czujnik światłowodowy do pomiaru wychyleń aktuatora piezoceramicznego

W przeprowadzonych badaniach do pomiarów wychyleń aktuatorów piezoelektrycznych zastosowano jednowłóknowe czujniki światłowodowe. O walorach jednowłóknowych układów sensorowych decydują w tym przypadku małe wymiary i mały ciężar głowicy czujnika. Umożliwia to prostą integrację układu razem z aktuatorem piezoceramicznym mikroskopu. W przypadku pomiarów wychyleń elektrostatycznych przesuwników mikroostrza [96, 266] jednowłóknowe czujniki optyczne są jedynymi układami umożliwiającymi zachowanie zwartej konstrukcji całego mikrosystemu.

Odpowiedź jednowłóknowego natężeniowego czujnika światłowodowego można oszacować, rozważając stosunek mocy wiązki świetlnej padającej na poruszające się zwierciadło do mocy wiązki od tego zwierciadła odbitej i wprowadzonej powtórnie do światłowodu (rys. 8.12). Gęstość mocy promieniowania oświetlającego poruszające się zwierciadło wynosi [267]

$$\rho = \frac{P_1}{\pi \frac{D^2}{4}} = \frac{P_1}{\pi \left(\frac{d}{2} + z \operatorname{tg} \alpha \right)^2}, \quad (8.15)$$

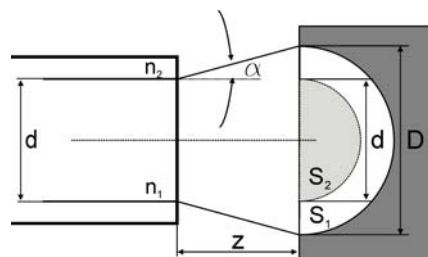
gdzie:

z – odległość końcówki światłowodu od poruszającego się obiektu,

2α – kąt akceptacji światłowodu,

P_1 – moc wiązki propagowanej w światłowodzie.

Jeśli uwzględni się, że apertura numeryczna światłowodu jest związana z kątem akceptacji związkamiem $NA = \sin \alpha$, moc wiązki świetlnej, która pada na powierzchnię zwierciadła o promieniu równym promieniowi światłowodu d i która powraca do włókna, wyraża się zależnością



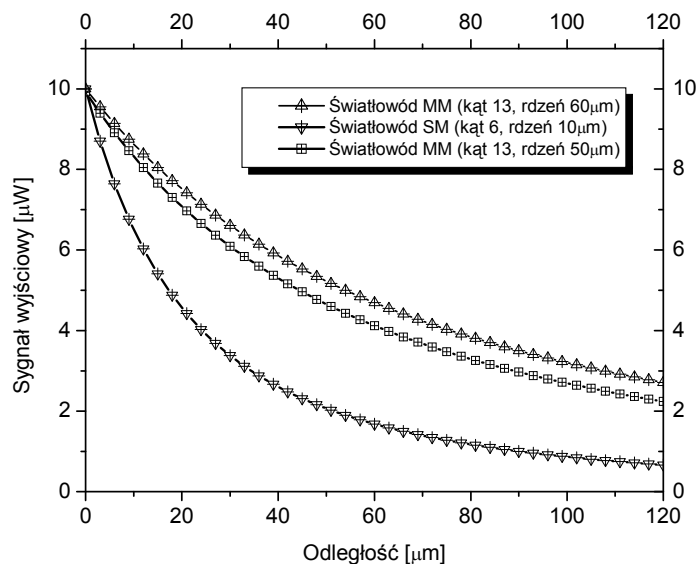
Rys. 8.12. Natężeniowy czujnik zbliżenia do detekcji nanowychyleń – bieg promieni [267]

$$P_2 = \rho S_2 = \frac{P_1 d^2}{4 \left\{ \frac{d}{2} + z \operatorname{tg} [\arcsin (NA)] \right\}^2}. \quad (8.16)$$

Analiza równania (8.16) pokazuje, że zastosowanie światłowodu o możliwie małej aperturze powoduje zwiększenie mocy odbieranej przez włókno czujnika. Jednocześnie jednak zastosowanie światłowodów o większej aperturze numerycznej zwiększa tzw. czułość czujnika, która jest rozumiana jako stosunek przyrostu odpowiedzi sensora do przyrostu sygnału wejściowego [4]. Na rysunku 8.13 przedstawiono przebieg obliczonych odpowiedzi czujnika zbudowanego z zastosowaniem różnych światłowodów telekomunikacyjnych w funkcji odległości między końcówką światłowodu a zwierciadłem mocowanym na poruszającym się piezoaktuatorze. Widoczne jest, że w porównaniu czujników budowanych na bazie włókien światłowodowych jedno- i wielomodowych sensory wielomodowe charakteryzuje mniejsza czułość, większy zakres pomiarowy i mniejsza nieliniowość. Niedogodnością układu zbudowanego ze światłowodów jednomodowych jest konieczność prowadzenia w rdzeniu włókna wiązki o mocy powyżej $1 \mu\text{W}$. Wymaga to zastosowania diod superelektroluminescencyjnych o dużej mocy, które są połączone z rozbudowanymi układami chłodzenia i zasilania prądowego. Zgodnie z przeprowadzonymi obliczeniami czujniki jednomodowe pozwalają dodatkowo na pomiary przesunięcia piezoaktuatora w zakresie do około $20 \mu\text{m}$. Pomiary większych przesunięć z racji mniejszego nachylenia charakterystyki cechują się zdecydowanie mniejszą rozdzielczością.

Analiza równania (8.16) pokazuje też, że w celu poprawy rozdzielczości systemu, która jest definiowana jako najmniejsza różnica sygnału wyjściowego możliwa do zarejestrowania, korzystne jest zasilanie układu sygnałem optycznym o możliwie największej mocy. Jednocześnie, dla efektywnej filtracji zakłóceń elektromagnetycznych, eliminacji szumu niskoczęstotliwościowego i stabilnego przetwarzania słabych sygnałów elektrycznych, zastosowano w opracowanym systemie zmiennoprądowe zasilanie

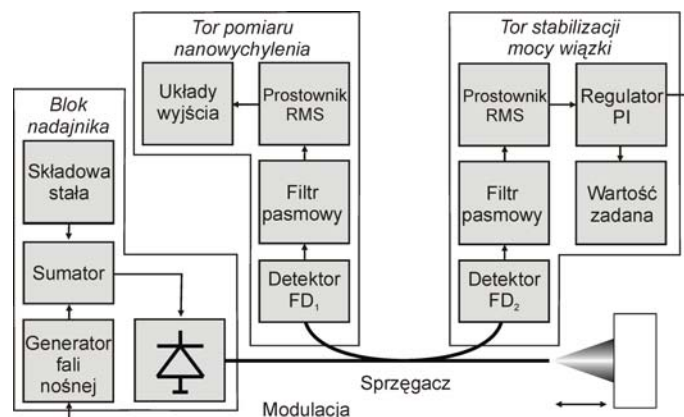
źródła światła [268]. Schemat układu sterowania i przetwarzania sygnałów czujnika do pomiaru nanowchyień pokazano na rysunku 8.14. Diodę elektroluminescencyjną LED HFBR 1414T firmy Agilent zasilają szerokopasmowe źródło prądowe o paśmie do 200 kHz i wydajności prądowej równej 100 mA. Źródło to jest sterowane z generatora z amplitudową modulacją sygnału wyjściowego. Dla umożliwienia powtarzalnego i stabilnego w czasie pomiaru wychylenia zwierciadła zastosowano pętlę sprzężenia zwrotnego, umożliwiającą regulację mocy we włóknie pomiarowym. Sygnał z detektora FD_2 , który jest miarą mocy wiązki przenoszonej w systemie, jest poddany selektywnej filtracji i prostowaniu. Następnie w obwodach wejściowych regulatora PI jest on porównywany z wartością zadaną (rys. 8.14). Sygnał wyjściowy regulatora, który jest kierowany do wejścia modulacji generatora sterującego, tak długo zmienia natężenie prądu zasilającego źródło światła, aż poziom mocy optycznej propagowanej w układzie osiągnie wartość zadaną.



Rys. 8.13. Symulacja odpowiedzi natężeniowej światłowodowego czujnika zbliżenia dla wybranych typów światłowodów telekomunikacyjnych [267]

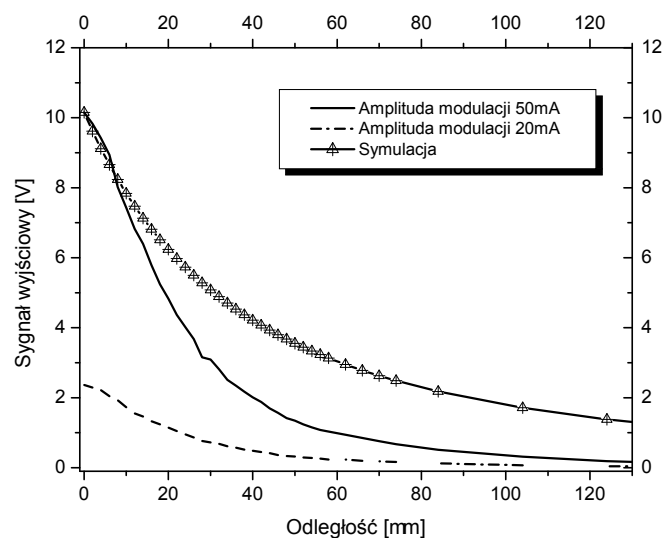
Struktura toru pomiaru sygnału wychylenia jest analogiczna do struktury toru stabilizacji mocy optycznej. Dobroć filtrów pasmowych i częstotliwość podnośna generatora są dobierane pod kątem wymaganego pasma pomiarowego (innymi słowy – prędkości skanowania powierzchni lub ostrza).

W opracowanym rozwiązaniu zastosowano telekomunikacyjny światłowod wielomodowy o średnicy rdzenia $50\ \mu\text{m}$ i kącie akceptacji 2α , równym 26° . Częstotliwość podnośna generatora układu zasilającego wynosiła 16 kHz, dobroć filtrów w torze stabilizacji mocy wiązki świetlnej i pomiaru sygnału nanowchylenia była równa 10.



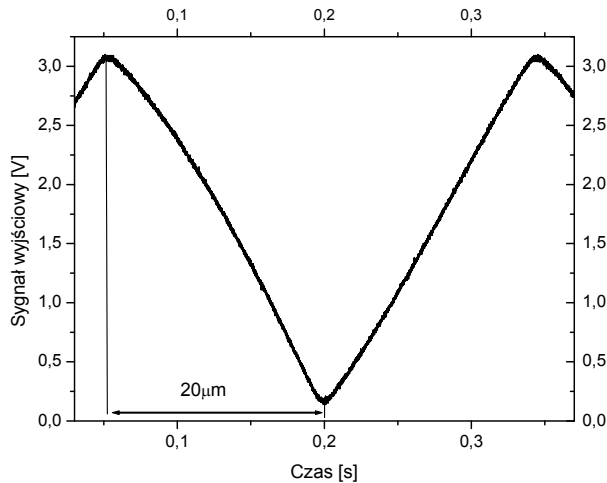
Rys. 8.14. Układ sterowania i pomiaru sygnałów w zmiennoprądowym czujniku nanowychylenia [267]

Maksymalna moc nadajnika promieniowania o długości 820 nm, zasilającego układ optyczny, wynosiła $30 \mu\text{W}$. Jako detektory sygnału optycznego zastosowano niskoszumowe układy przetworników I/U połączone z fotodiodami PIN BPYP42W. Na rysunku 8.15 przedstawiono statyczne charakterystyki przenoszenia światłowodowego czujnika zbliżenia dla zakresów modulacji prądu zasilania od 30 do 70 mA i od 0 do 100 mA [267], a także wyniki symulacji funkcji przetwarzania czujnika, przeprowadzonej zgodnie z równaniem (8.16). Na rysunku tym jest widoczne, że czułość czujnika zwiększa się proporcjonalnie do mocy sygnału optycznego zasilającego układ czujnika.



Rys. 8.15. Charakterystyki statyczne pomiaru wychylenia zmiennoprądowego czujnika nanowychylenia [267]

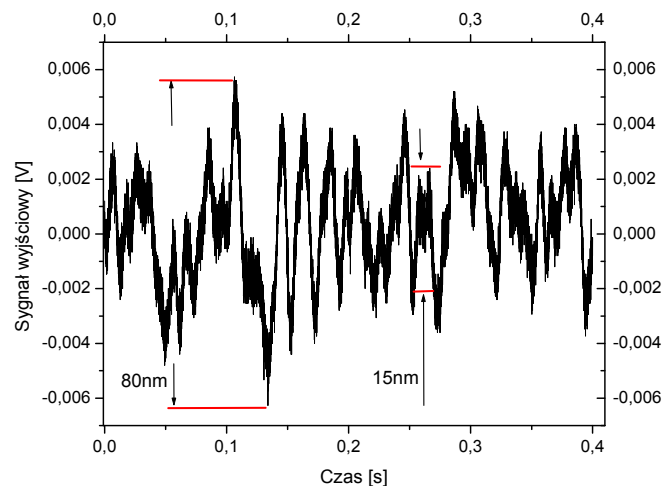
Należy dodatkowo podkreślić, że zasilanie układu wiązką o większej mocy umożliwia również pomiar słabszych sygnałów elektrycznych, co w konsekwencji zwiększa rozdzielczość systemu. Na rysunku 8.16 przedstawiono wyniki pomiaru wychylenia piezoaktuatora P-853 firmy Physik Instrumente GmbH przesuwanego z prędkością $150 \mu\text{m/s}$ za pomocą skonstruowanego czujnika światłowodowego. Na podstawie zarejestrowanej charakterystyki można określić czułość układu, która wynosi w tym przypadku $150 \text{ mV}/\mu\text{m}$.



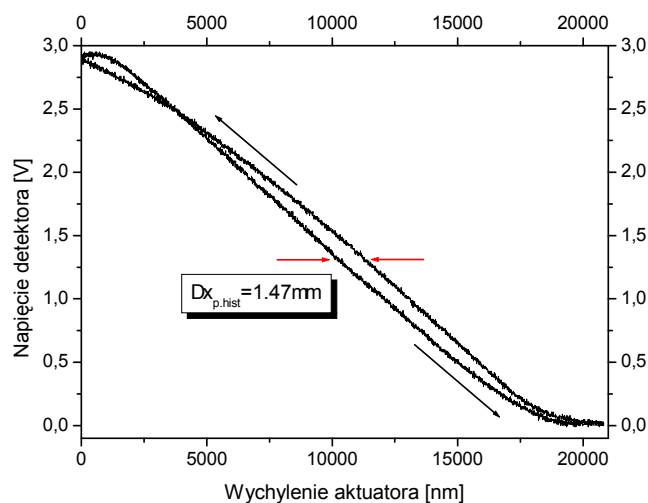
Na podstawie zarejestrowanej charakterystyki można określić czułość układu, która wynosi w tym przypadku $150 \text{ mV}/\mu\text{m}$.

Rys. 8.16. Odpowiedź natężeniowego czujnika światłowodowego [267]

Wynik pomiaru zdolności rozdzielczej urządzenia do obserwacji nanowychyleń przedstawiono na rysunku 8.17. Z uwzględnieniem wyznaczonych powyżej parametrów międzyszczytowa rozdzielczość czujnika jest równa 80 nm , a jej wartość skuteczna 15 nm . Na rysunku 8.18 przedstawiono dodatkowo wynik pomiaru histerezy aktuatora piezoelektrycznego. Z analizy rysunku widać, że szerokość pętli histerezy wynosi $1,47 \mu\text{m}$ przy przesuwie przetwornika równym $20 \mu\text{m}$ [268].



Rys. 8.17. Zdolność rozdzielcza światłowodowego czujnika nanowychyleń [267]



Rys. 8.18. Histereza aktuatora piezoceramicznego [268]

Uzyskanie większej rozdzielczości pomiaru nanowychyleń wiąże się z zastosowaniem źródeł światła o większej mocy i mniejszym szumie intensywności. Obniżenie temperatury nadajnika promieniowania w istotny sposób poprawi w tym przypadku właściwości metrologiczne konstrukcji. Dodatkowo niezbędne jest bardzo staranne ekranowanie konstrukcji optycznej czujnika od zakłóceń, wywołanych np. bocznym oświetleniem i drganiami mechanicznymi głowicy.

Jednym z głównych problemów metrologicznych związanych z pomiarem przesunięć piezoaktuatora jest kalibracja odpowiedzi czujnika wychylenia. Najbardziej wiarygodne wyniki zapewnia przeprowadzanie kalibracji czujnika po jego zamocowaniu bezpośrednio w głowicy mikroskopu, ustalone bowiem zostają odstęp i kąt między zwierciadłem umieszczonym na aktuatorze piezoelektrycznym a światłowodowym włóknem odbiorczym. Dla opisywanych sensorów zbliżenia przeprowadzenie takiej procedury jest w istotnym stopniu ułatwione. W końcu pomiarowej czujnika integrowane jest w tym przypadku dodatkowe włókno, które może być na potrzeby kalibracji połączone z interferometrem światłowodowym. Jednoczesna rejestracja prążków interferencyjnych i sygnału wyjściowego czujnika zbliżenia umożliwia w ten sposób dokonanie kalibracji odpowiedzi sensora światłowodowego.

9. Zastosowanie dźwigni piezorezystywnych w mikroskopii sił atomowych i sił tarcia

9.1. Uwagi wstępne

Jak już wspomiano, w czasie skanowania powierzchni za pomocą statycznego mikroskopu sił atomowych belka wychyla się nie tylko pionowo, ale ulega również skręceniu wzdłuż swojej osi podłużnej. Zakłada się, że pionowe wychylenie ostrza w stosunku do badanej powierzchni odwzorowuje topografię preparatu, a kąt pochyleńa ostrza (innymi słowy – skręcenie belki) w stosunku do próbki jest miarą sił tarcia¹ występujących między ostrzem a powierzchnią. Jednoczesny pomiar topografii i sił tarcia występujących w czasie skanowania powierzchni, przeprowadzany w trybie mikroskopii sił tarcia (ang. *Lateral Force Microscopy* – FFM lub LFM), daje możliwość oceny właściwości trybologicznych preparatu. Wyjaśnienie istoty sił tarcia między ostrzem a powierzchnią było przedmiotem wielu prac [213]. Rozważania takie wygodnie jest prowadzić, przyjmując następujący podział:

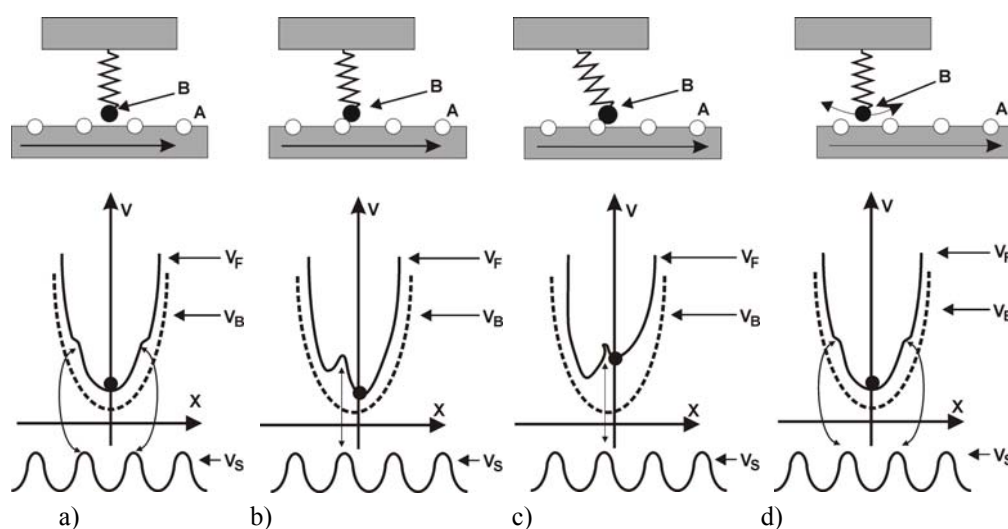
♦ **Siły tarcia w skali atomowej.** Zjawisko tarcia w skali atomowej po raz pierwszy zaobserwował McClelland [28] w czasie skanowania powierzchni grafitu za pomocą ostrza wolframowego, a interpretację tego zjawiska podał w opracowaniu [270]. W modelu tym atom ostrza dźwigni pomiarowej B (rys. 9.1) jest zawieszony na sprężynie o stałej sprężystości k , na stałej wysokości ponad badaną powierzchnią A . Energia potencjalna atomowej końcówki ostrza, znajdującej się w nieskończenie dużej odległości od preparatu, jest zaznaczona na rysunkach 9.1a–d jako parabola V_B . Energia potencjalna wyznaczona przez atomy rozłożone na powierzchni jest natomiast opisana funkcją okresową V_s (rys. 9.1a–d). Chwilową energię potencjalną atomu B znajdującego się w polu oddziaływań atomów powierzchni wyznacza w tym przypadku na podstawie równania

$$V_F(t) = V_B + V_s(t).$$

W czasie skanowania powierzchni zmianom ulega zatem rozkład energii potencjalnej atomu ostrza opisywany wzdłuż osi skanowania X . W rozkładzie tym poja-

¹ Siły tarcia są również nazywane siłami lateralnymi.

wiają się minima energetyczne, które odpowiadają energii potencjalnej, jaką przyjmuje ostrze w czasie przesuwu wzdłuż atomów tworzących powierzchnię próbki. W przedstawianej analizie, gdy sonda zajmuje pozycję między atomami powierzchni w rozkładzie energii potencjalnej pojawia się jedno wyraźne minimum (rys. 9.1a). W czasie przesuwu wzdłuż osi X w przebiegu tym można wskazać kolejne minima, których układ będzie się zmieniać w zależności od położenia ostrza w stosunku do atomów na powierzchni preparatu (rys. 9.1b,c). Przejściu atomu B ze stanu równowagi nietrwałej (rys. 9.1c) do stanu energii potencjalnej, odpowiadającej minimum globalnemu (rys. 9.1d), towarzyszy rozpraszanie energii w postaci drgań struktury krystalicznej. Proces przejścia ostrza pomiarowego, obserwowany w skali atomowej od pozycji przedstawionej na rysunku 9.1c do pozycji z rysunku 9.1d jest odpowiednikiem przejścia między tarcieniem statycznym a dynamicznym, obserwowanym w skali makroskopowej, i nazywany jest efektem *stick-slip* [271]. Efekt ten umożliwia odwzorowanie tzw. korugacji atomowej powierzchni [272]. Korugacja ta jest obrazem struktury, którą tworzą elementy rozmieszczone w odległościach odpowiadających stałej krystalograficznej sieci badanego preparatu. Jednocześnie jednak obraz ten nie odpowiada kształtowi topografii pierwszej monowarstwy powierzchni.



Rys. 9.1. Zjawisko tarcia między mikroostrzem pomiarowym a atomową powierzchnią wg [270]

♦ **Sily tarcia w skali submikrometrowej** mają szczególne znaczenie w przypadku układów mikrosystemowych, gdzie o tarcniu decyduje:

- chropowatość poruszających się względem siebie elementów,
- oddziaływania dynamiczne między molekułami pokryć osadzonych na powierzchni ruchomych części.

Jedną z dziedzin ilustrujących konieczność opracowywania i stosowania nowych metod pomiaru zjawisk trybologicznych występujących w mikro- i nanoświecie jest

magnetyczny zapis informacji cyfrowych. W przypadku dysków twardych o szybkości dostępu do zapisanych danych decyduje prędkość obrotowa dysku magnetycznego. Decydujący wpływ na prędkość wirowania ma z kolei tarcie występujące między głowicą czytnika a pokryciami smarującymi i ochronnymi płyty magnetycznej. Pokrycia te stanowią z reguły: warstwa diamentopodobna (ang. *Diamond Like Carbon* – DLC), zapewniająca twardość i odporność na ścieranie, oraz cienki film polimerowy, zmniejszający tarcie między głowicą czytnika zawieszoną na poduszce powietrznej a wirującym podłożem. Przewiduje się, że w przypadku twardych dysków o gęstości zapisu około $1,5 \text{ Gb/cm}^2$ wysokość zawieszenia głowicy czytnika wynosić będzie około 5 nm, grubość pokrycia diamentopodobnego będzie równa około 5 nm, jego średniokwadratowa chropowatość powinna natomiast wynosić około 1 nm [273]. Przewiduje się również, że warstwę smarującą nałożoną na podłoże diamentopodobne stanowić będzie film fluoropolyeteru o grubości 1 nm [273]. Przedstawiona charakterystyka wskazuje jednoznacznie, że jednymi z najważniejszych metod, umożliwiającymi pomiary tego typu właściwości, są mikroskopia sił atomowych i mikroskopia sił tarcia. Metody te umożliwiają bowiem odwzorowanie kształtu powierzchni i jej właściwości mechanicznych w skali pojedynczych nanometrów przy naciskach ostrza na preparat zmieniających się w zakresie od 1 nN do 10 μN [274, 275].

Do detekcji sił tarcia między ostrzem a powierzchnią za pomocą mikroskopu sił atomowych stosuje się powszechnie natężeniowe detektory optyczne [114]. Detektory te umożliwiają obserwację ugięcia torsyjnego dźwigni, zmieniającego się pod wpływem siły tarcia. Należy jednak jednocześnie wskazać, że w przypadku detektorów natężeniowych procedura ilościowego określania wartości siły tarcia działającej na mikroostrze jest nadzwyczaj utrudniona lub wręcz niemożliwa. Analizy przeprowadzone przez autora monografii w przypadku dźwigni piezorezystywnych wykazały, że dźwignie takie są nieczułe na naprężenia torsyjne, występujące wówczas, gdy powierzchnia jest skanowana w kierunku prostopadłym do osi podłużnej czujnika [156, 276]. Zastosowanie prostej belki piezorezystywnej w mikroskopii sił tarcia atomowego wymagało nowej techniki pomiarowej, nazywanej metodą modulacji poziomej [277]. Idea tej metody pomiarowej polega na modulacji położenia preparatu w kierunku osi podłużnej dźwigni pomiarowej. W objętości belki powstają w takim przypadku naprężenia podłużne, które są związane z tarcie między ostrzem a powierzchnią oraz z topografią preparatu. Jeśli częstotliwość modulacji położenia preparatu jest dużo większa od górnej częstotliwości regulatora PI, sygnały z detektora piezorezystywnego, związane z tarcie i topografią powierzchni, mogą być od siebie rozdzielone [277]. Zalety tej metody pomiarowej wiążą się głównie z możliwością pomiaru (a nie tylko detekcji) sił tarcia występujących między ostrzem a powierzchnią. Tarcie można obliczyć w tym przypadku na podstawie znajomości współczynników piezorezystywnych krzemu i wymiarów geometrycznych dźwigni.

Druga metoda detekcji sił tarcia w mikroskopie sił atomowych wiąże się z zastosowaniem różnicowych dźwigni piezorezystywnych [156]. Dźwignie takie tworzy układ dwóch ramion połączonych w kształcie litery U. W każdym z ramion czujnika

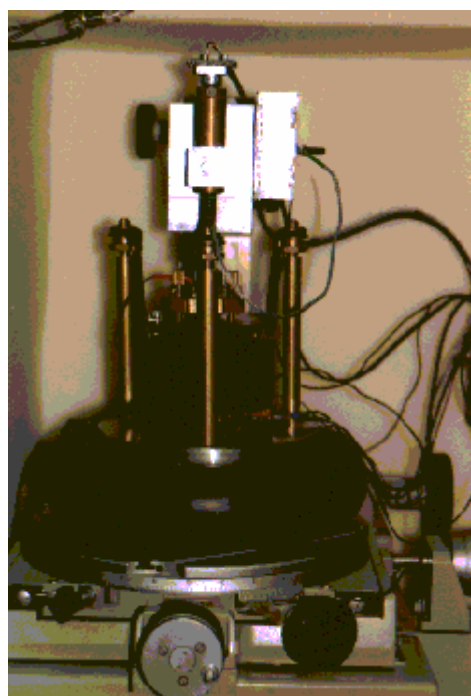
jest umieszczony mostkowy detektor piezorezystywny. Zakłada się, że podczas obserwacji topografii (tzn. pionowego ugięcia belki) sygnał otrzymany po sumowaniu sygnałów z obydwu detektorów odpowiada kształtowi powierzchni. W przypadku zaś obserwacji sił tarcia sygnały z obydwu mostków są od siebie odejmowane. Największą wadą konstrukcji opisanej w pracy [156] była mała częstotliwość rezonansowa czujnika oraz jego duża stała sprężystości odnoszona do płaszczyzny działania sił tarcia.

9.2. Pomiary topografii powierzchni za pomocą prostych dźwigni piezorezystywnych

Zastosowanie prostych dźwigni piezorezystywnych w modularnym mikroskopie bliskich oddziaływań skonstruowanym w Politechnice Wrocławskiej wymaga jedynie niewielkich modyfikacji, które są związane z:

- ♦ użyciem odpowiedniego uchwytu sondy pomiarowej (rys. 9.2),
- ♦ użyciem wzmacniaczy wejściowych współpracujących z detektorem piezorezystywnym,
- ♦ doбором zakresu wzmocnień i stałych czasowych układu sprzężenia zwrotnego systemu, tak aby uzyskać optymalne warunki regulacji siły działającej na końcówce belki.

Pomiary testowe przeprowadzono, wykorzystując próbki wzorcowe², wykonane metodami trawienia plazmowego i elektrolitografii, których powierzchnię stanowią struktury chromowe osadzone na podłożu kwarcowym o różnym kształcie i wysokości około 100 nm [278].



Rys. 9.2. Głowica pomiarowa mikroskopu sił atomowych wraz z pomiarowymi układami elektronicznymi

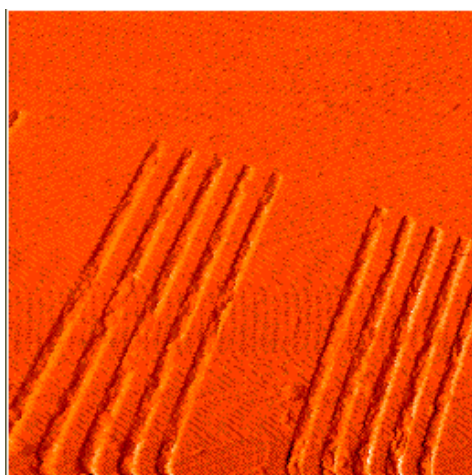
² Próbki, wykonane przez Instytut Informatyki Słowackiej Akademii Nauk w Bratysławie we współpracy z Instytutem Fizyki Technicznej Uniwersytetu w Kassel (Niemcy), przekazane dzięki uprzejmości dr. hab. inż. I.W. Rangelowa.

Widok preparatu wzorcowego obserwowany za pomocą mikroskopu optycznego przedstawiono na rysunku 9.3, a topografię części gwiazdy Siemens, obserwowanej za pomocą statycznego mikroskopu sił atomowych z prostą belką piezorezystywną, pokazano na rysunku 9.4.

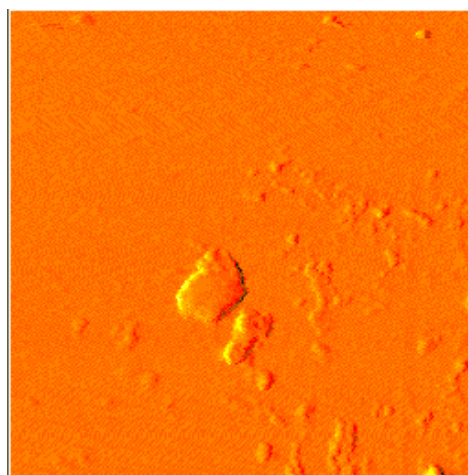


Kształt powierzchni podłoża kwarcowego odsłoniętego po trawieniu warstwy chromu pokazano na rysunku 9.5. Na obrazie widoczne są pozostałości warstwy chromu, które nie zostały całkowicie usunięte z podłoża kwarcowego [279]. Drobną fakturę powierzchni jest najprawdopodobniej związana z przeprowadzonym polerowaniem kwarcowego podłoża.

Rys. 9.3. Struktury wzorcowe do obserwacji sił tarcia – obraz obserwowany za pomocą mikroskopu optycznego (wielkość próbki 5×5 mm) [279]



Rys. 9.4. Topografia linii gwiazdy Siemens, (pole skanowania 10×10 μm, wysokość struktury 150 nm, prędkość skanowania 1 linia/s) [278]



Rys. 9.5. Topografia podłoża kwarcowego (pole skanowania 5×5 μm, wysokość struktury 100 nm, prędkość skanowania 1 linia/s) [278]

Zastosowanie prostych belek piezorezystywnych w statycznej mikroskopii sił atomowych wymaga bardzo starannego sterowania siłą nacisku ostrza na powierzchnię. Dotyczy to zwłaszcza procedury zgrubnego zbliżenia ostrza do powierzchni, która powinna wykluczać możliwość kolizji końcówki z powierzchnią i zapewniać stabilny w czasie pomiar napięcia niezrównoważenia czujnika piezorezystywnego. Wymagania co do precyzji sterowania siłą nacisku są związane zasadniczo ze stosunkowo dużymi stałymi sprężystości typowych prostych belek piezorezystywnych, które sięgają zwy-

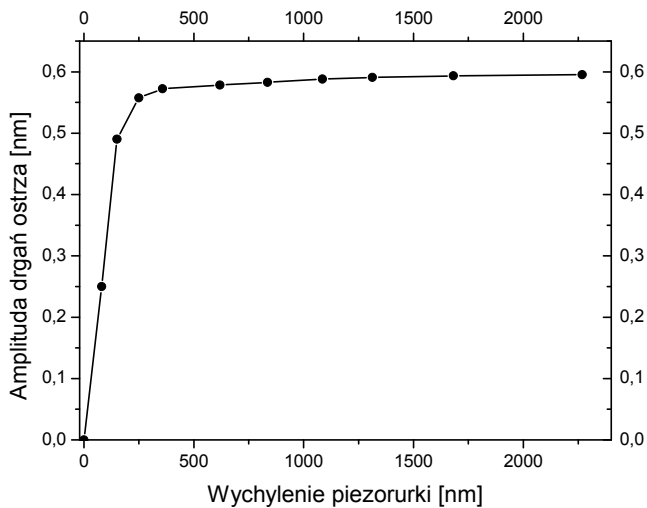
kle kilkudziesięciu niutonów na metr. Konsekwencją tego w czasie skanowania są duże siły skupione na końcówce sondy, które mogą prowadzić do uszkodzenia ostrza lub niepożądanego modyfikacji kształtu badanej powierzchni.

Zastosowania prostych belek piezorezystywnych w statycznej mikroskopii sił atomowych należy zatem wiązać np. z badaniami właściwości mechanicznych cienkich warstw metalicznych, węglowych lub polimerowych [274, 280]. W badaniach takich preparat jest poddawany naciskowi rzędu setek nanoniutonów, wywieranemu przez diamentowe ostrze wglębniaka. Głębokość, na jaką zanurza się ostrze pomiarowe pod wpływem przyłożonej siły, odpowiada w tym przypadku modułowi sprężystości Younga badanej warstwy [281, 282]. W przypadku dźwigni piezorezystywnych, z którymi zintegrowany jest czujnik wychylenia końcówki, pomiary takie są w istotny sposób ułatwione. Dotyczy to zwłaszcza badania adhezji i tarcia w układach MEMS, gdzie siły nacisku działające na poszczególne elementy mikrosystemu są rzędu pojedynczych mikroniutonów [283]. Zastosowanie standardowych dźwigni sprężystych, które współpracują z optycznymi detektorami ugięcia belki i których stałe sprężystości nie przekraczają 1 N/m, jest obciążone w tym przypadku dużym błędem pomiarowym. Przy oddziaływaniu na końcówkę pomiarową siłami rzędu pojedynczych mikroniutonów dochodzi bowiem do przechyłu mikrosondy i badana powierzchnia nie jest poddawana punktowemu naciskowi. Dodatkowo odkształcenie mikrobełki, która naciska na preparat, odpowiada wycinkowi okręgu, co nie odpowiada ściśle założeniom obliczeń [281].

W badaniach prowadzonych w Politechnice Wrocławskiej proste belki piezorezystywne zastosowano również w rezonansowej mikroskopii sił odpychających. Autor pracy jest zdania, że charakterystyka pomiarowa prostych dźwigni piezorezystywnych doskonale odpowiada wymaganiom tej metody pomiarowej. W rezonansowej mikroskopii sił odpychających stosowane są bowiem belki, których częstotliwości rezonansowe i stałe sprężystości³ leżą odpowiednio w zakresie do około 100 kHz i 40 N/m. Zakresy tych parametrów odpowiadają zasadniczo zakresom częstotliwości rezonansowych i stałych sprężystości belek piezorezystywnych wytwarzanych w procesie opisanym w pracach [133, 134]. Należy też zauważyć, że z racji możliwości przeprowadzenia precyzyjnej kalibracji odpowiedzi piezorezystywnego detektora wychylenia ostrza ułatwiony jest dobór warunków skanowania powierzchni. Dotyczy to zwłaszcza ustalenia wartości amplitudy drgań swobodnego ostrza pomiarowego i ostrza obciążonego oddziaływaniem odpychającym. Na rysunku 9.6 przedstawiono zależność amplitudy rezonansowych drgań końcówki belki piezorezystywnej w funkcji wysokości zawieszenia oscylującej belki ponad badaną powierzchnią [58]. Podobnie jak w przypadku dźwigni współpracujących z optycznymi detektorami wychylenia sondy, widoczna jest od wysokości około 150 nm zwiększona dynamika zmian amplitudy drgań ostrza. W badaniach realizowanych w Politechnice Wrocławskiej testowe pomiary

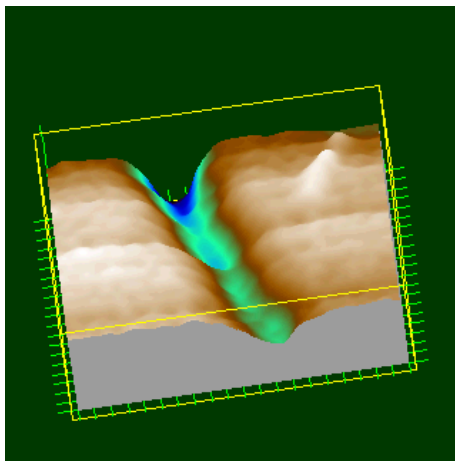
³ Stałe sprężystości dźwigni stosowanych w statycznej mikroskopii sił atomowych są z reguły mniejsze od 1 N/m. W przypadku dźwigni piezorezystywnych oznacza to wytwarzanie belek o grubości mniejszej niż 1 μm , co jest poważnie utrudnione technologicznie.

topografii powierzchni przeprowadzano przy założeniu zmniejszenia amplitudy drgań ostrza o 30% w stosunku do drgań sondy nieobciążonej [58].

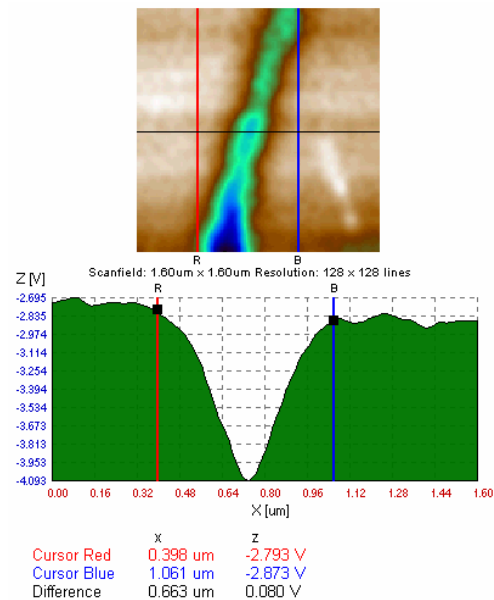


Rys. 9.6. Amplituda rezonansowych drgań ostrza pomiarowego piezorezystynej belki sprężystej w zależności od wysokości zawieszenia sondy ponad powierzchnią [58]

Na rysunku 9.7 zaprezentowano wynik pomiaru kształtu linii chromowej osadzonej na podłożu kwarcowym [284], a na rysunku 9.8 – przekrój zarejestrowanej struktury. Widoczne zaokrąglenia odwzorowują kształt ostrza pomiarowego, za pomocą którego zarejestrowano obraz.

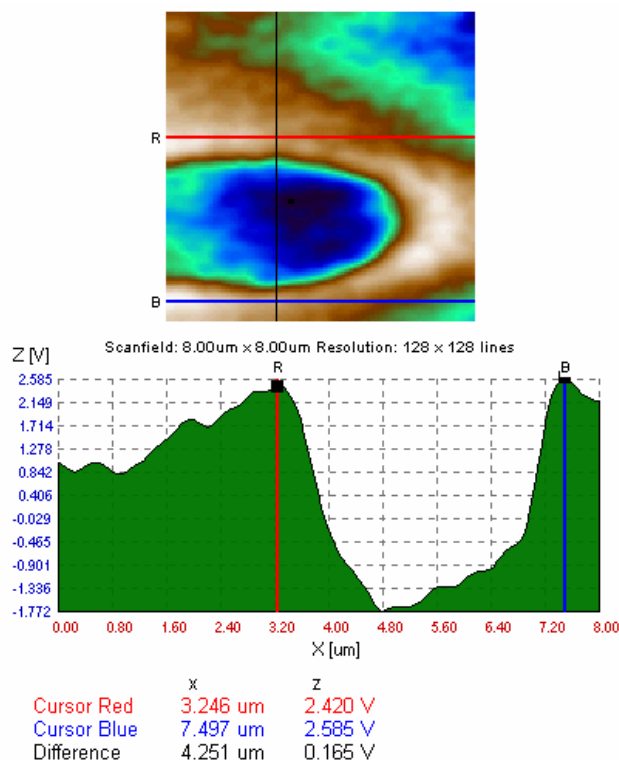


Rys. 9.7. Topografia linii chromowej osadzonej na podłożu kwarcowym (pole skanowania $1,6 \times 1,6 \mu\text{m}$, wysokość struktury 100 nm, prędkość skanowania 1 linia/s)



Rys. 9.8. Topografia linii chromowej osadzonej na podłożu kwarcowym – przekrój przez strukturę

Topografię kolistej struktury chromowej na podłożu kwarcowym o wysokości około $1\ \mu\text{m}$, wytworzonej w procesie elektronolitografii i trawienia plazmowego pokazano na rysunku 9.9. Obserwowane na przekroju niesymetryczne zbocza struktury odpowiadają różnym kątom natarcia ostrza pomiarowego docierającego w czasie skanowania do pionowych ścianek struktury [284].

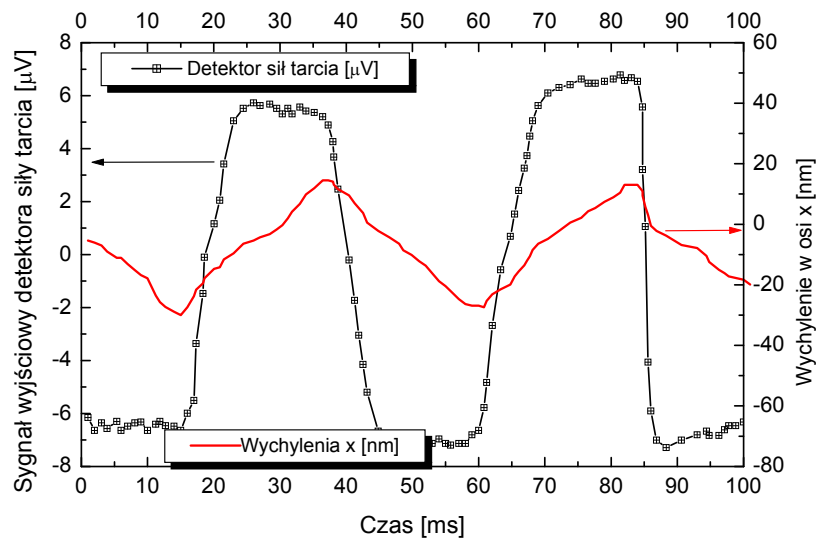


Rys. 9.9. Topografia struktury chromowej osadzonej na podłożu kwarcowym (pole skanowania $8 \times 8\ \mu\text{m}$, prędkość skanowania 1 linia/s)

9.3. Pomiary topografii powierzchni i sił tarcia za pomocą dźwigni piezorezystywnych

Zastosowanie piezorezystywnych dźwigni do pomiaru siły nacisku i tarcia wymagało wstępnej kalibracji pomiaru oddziaływań skupionych na końcówce mikrosondy w czasie statycznego skanowania powierzchni. Na rysunku 9.10 przedstawiono odpowiedź czujnika sił tarcia, w przypadku gdy podłoże kwarcowe, pokryte warstwą chromu o grubości $100\ \text{nm}$, było przesuwane w kierunku prostopadłym do osi podłużnej czujnika z częstotliwością $20\ \text{Hz}$ o $50\ \text{nm}$. Widoczne jest, że przy ruchu próbki

w przeciwnych kierunkach zmianie ulega znak sygnału wyjściowego z detektora sił tarcia. W przeprowadzonych eksperymentach, przy sile nacisku ostrza na powierzchnię równą $1 \mu\text{N}$ nie zaobserwowano przejść między tarcie statycznym i dynamicznym charakterystycznych dla mniejszych obciążeń [171]. Świadczy o tym płaski przebieg sygnału wyjściowego z detektora sił tarcia bez istotnych uskoków typowych dla zmiany charakteru oddziaływań na końcówce pomiarowej.

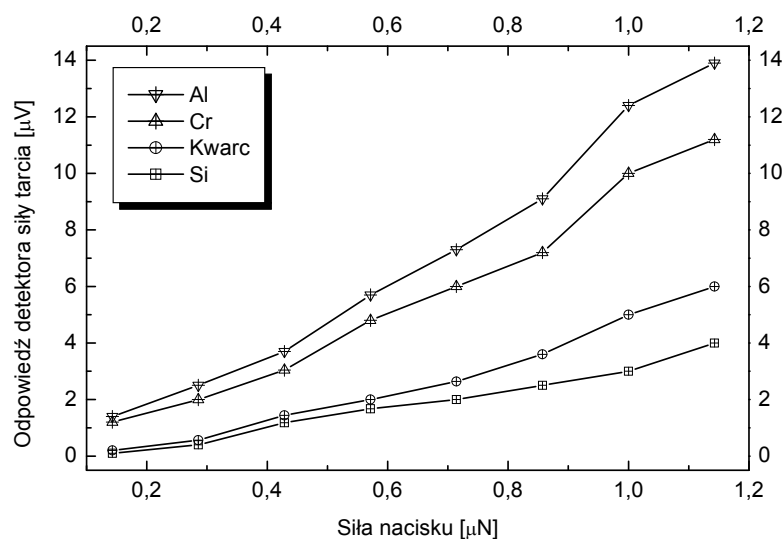


Rys. 9.10. Odpowiedź detektora sił tarcia w przypadku przesuwu podłoża w kierunku prostopadłym do osi podłużnej belki [171]

Odpowiedź detektora sił tarcia zarejestrowano również w funkcji siły nacisku ostrza na powierzchnię dla różnych materiałów stanowiących pokrycia podłoża krzemowych i kwarcowych (rys. 9.11). Widać, że w przypadku materiałów o mniejszych twardościach odpowiedź detektora sił tarcia jest największa [171]. Wiąże się to z penetrowaniem przez mikroostrze objętości cienkiej warstwy pokrycia osadzonego na twardym podłożu krzemowym lub kwarcowym. Należy dodatkowo zaznaczyć, że zagadnienia kalibracji odpowiedzi detektorów sił tarcia działających na mikroostrze w statycznej mikroskopii sił atomowych są nadzwyczaj trudnymi problemami metrologicznymi i nie zostały do tej pory w pełni rozwiązane [285]. Największe trudności dotyczą opisu oddziaływań i zachowań występujących w układzie ostrze pomiarowe–powierzchnia. W przypadku powierzchni, które nie są powierzchniami atomowo płaskimi, modele wyjaśniające oddziaływania między ostrzem a powierzchnią, zakładające poślizg atomowej końcówki mikroostrza wzdłuż atomów podłoża [286], nie odpowiadają rzeczywistym zjawiskom obserwowanym np. w układach mikrosystemowych [287].

Autor niniejszej pracy uważa, że procedury kalibracji piezorezystywnego czujnika sił tarcia na wybranych podłożach wzorcowych są wiarygodnymi i pozwalającymi na ilo-

ściową i porównawczą ocenę oddziaływań skupionych na mikrostrzu pomiarowym. Na rysunku 9.12 przedstawiono wynik pomiaru topografii powierzchni struktur chromowych osadzonych na podłożu kwarcowym [144, 288, 289]. Różna wysokość struktur związana jest z niejednorodnym przebiegiem procesu trawienia powierzchni metalicznej.

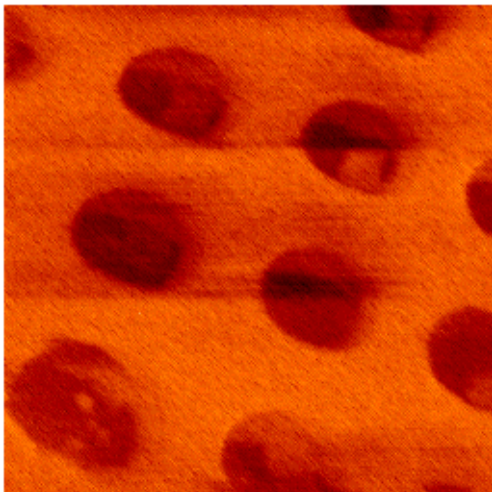


Rys. 9.11. Odpowiedź detektora piezorezystywnego sił tarcia jako funkcji siły nacisku w przypadku obserwacji oddziaływań występujących na różnych podłożach cienkowarstwowych [171]

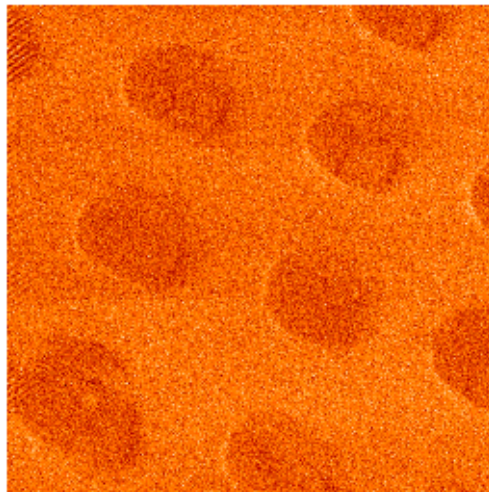
Widoczne na rysunku 9.12 zakrzywienia obrazu topografii struktur kolistych wynikają natomiast z nieliniowości przetwarzania aktuatora piezoceramicznego. Siła nacisku, przy której obserwowano siły tarcia (rys. 9.13), wynosiła w opisywanych eksperymentach $1 \mu\text{N}$. Ciemniejsza barwa na obrazie wskazuje miejsca, gdzie obserwowane jest zwiększone tarcie występujące między krzemowym ostrzem a badaną powierzchnią.

Uzyskane wyniki są zgodne z przewidywaniami i wynikami kalibracji, które opisuje charakterystyka z rysunku 9.11. Symulacje przeprowadzone za pomocą elementów skończonych i dokładna znajomość wzmocnienia układów pomiarowych pozwalają na obliczenie wartości siły tarcia działającej na końcówkę pomiarową. W przypadku pomiarów, których wyniki przedstawiono na rysunku 9.13, różnica między tarcieniem na powierzchni chromu a tarcieniem na powierzchni kwarcu wynosi 100 nN . Na rysunkach 9.14 i 9.15 pokazano natomiast powiększone obrazy topografii i rozkładu sił tarcia zaobserwowane w innym miejscu tej samej próbki wzorcowej, zawierającej struktury chromowe na podłożu kwarcowym [144].

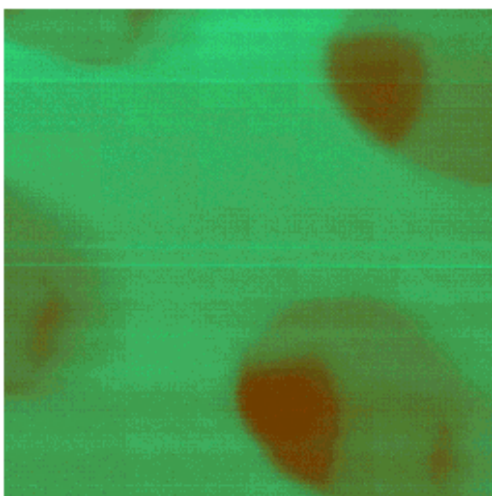
Zarejestrowane na krawędzi wyspy chromu podwyższenie jest pozostałością fotorezystu, który stanowił maskę w trawieniu plazmowym warstwy metalicznej. W obszarze miękkiego fotorezystu zaobserwowano w tym przypadku siły tarcia większe o około 140 nN niż na podłożu kwarcowym.



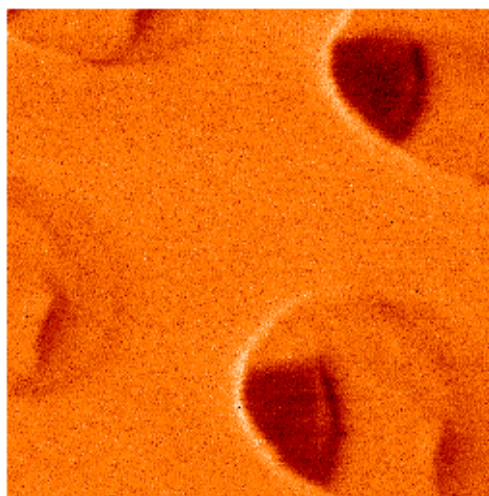
Rys. 9.12. Topografia punktów chromowych na podłożu kwarcowym (pole skanowania $7 \times 7 \mu\text{m}$, wysokość struktury 120 nm, prędkość skanowania 2 linie/s) [144]



Rys. 9.13. Siły tarcia obserwowane na strukturze punktów chromowych na podłożu kwarcowym (pole skanowania $7 \times 7 \mu\text{m}$, wysokość struktury 120 nm, prędkość skanowania 2 linie/s, siła nacisku $1 \mu\text{N}$, kontrast sił tarcia 100 nN) [144]



Rys. 9.14. Topografia punktów chromowych na podłożu kwarcowym (pole skanowania $3,5 \times 3,5 \mu\text{m}$, wysokość struktury 120 nm, prędkość skanowania 2 linie/s) [144]



Rys. 9.15. Siły tarcia obserwowane na strukturach punktów chromowych osadzonych na podłożu kwarcowym (pole skanowania $3,5 \times 3,5 \mu\text{m}$, wysokość struktury 120 nm, prędkość skanowania 2 linie/s, siła nacisku $1 \mu\text{N}$, kontrast sił tarcia 120 nN) [144]

10. Mikroskopia sił ścinających

W mikroskopii sił ścinających o charakterystyce pomiarowej całego systemu decyduje wzajemny układ takich czynników, jak:

♦ **Amplituda drgań ostrza pomiarowego**, która zwykle wynosi kilka nanometrów. Włókno pomiarowe, drgając ponad powierzchnią, uśrednia oddziaływanie dynamiczne działające na ostrze. Większe amplitudy drgań powodują zatem zmniejszenie lokalnej rozdzielczości pomiaru topografii powierzchni, przy jednoczesnym zwiększeniu stosunku sygnał–szum.

♦ **Czułość pomiaru (detekcji) drgań włókna sprężystego**. Czułsze metody obserwacji drgań włókna prowadzą do pomiaru mniejszych oddziaływań skupionych na mikroostrzu. Należy jednak zaznaczyć, że poprawa stosunku sygnał–szum przez przeprowadzanie nadzwyczaj selektywnych pomiarów zwiększa czas skanowania i czyni cały proces pomiarowy bardziej wrażliwym na zakłócenia i dryfy.

♦ **Właściwości mechaniczne włókna pomiarowego**. Włókna o mniejszej stałej sprężystości umożliwiają pomiar słabszych oddziaływań dynamicznych. Jednocześnie jednak włókna takie charakteryzują się mniejszymi częstotliwościami rezonansowymi, co zmniejsza prędkość skanowania ostrza i wydłuża czas obserwacji.

10.1. Interferometryczna detekcja drgań włókna pomiarowego

Do obserwacji drgań włókna pomiarowego stosuje się następujące techniki pomiarowe:

♦ **Rezonatory piezoelektryczne** [25, 236, 290]. W tym przypadku włókno pomiarowe jest umocowane na kwarcowym rezonatorze piezoelektrycznym. Obciążenie ostrza oddziaływaniem dynamicznym powoduje, że zmieniają się warunki drgań rezonatora. W konsekwencji zmianie ulega również odpowiedź układu piezoelektrycznego, która jest rejestrowana przez obwody wejściowe modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań. Opisywane układy pozwalają w warunkach wysokopróżniowych odwzorowywać z rozdzielczością atomową powierzchnię krystalicznego krzemu [291]. Znane są też zastosowania tego typu układów w badaniach właściwości elek-

trycznych i magnetycznych powierzchni [292, 293, 294]. Zaletą detektorów z piezoelektryczną detekcją drgań włókna pomiarowego jest, oprócz dużej czułości pomiarowej, umożliwiającej detekcję oddziaływań z gęstością $0,62 \text{ pN/Hz}^{0,5}$ [295], także prostota konstrukcji głowicy mikroskopu, która pozwala na zastosowanie systemu w kombinacji z mikroskopem optycznym lub elektronowym.

♦ **Układy dyfrakcyjne** [177, 296, 297]. W układzie tym ostrze jest oświetlane wiązką laserową, która jest ogniskowana w niewielkiej odległości przed drgającym w rezonansie włóknem pomiarowym. Powstający na przesłonie (drgającym włóknem) obraz dyfrakcyjny jest następnie rzutowany do fotodetektora, którego sygnał wyjściowy odwzorowuje amplitudę drgań ostrza. Rozdzielczość skonstruowanych urządzeń pozwala na odwzorowywanie struktur nici DNA [298]. Wadą układu jest natomiast konieczność zastosowania złożonych układów optycznych przeznaczonych do oświetlenia włókna i odwzorowania obrazu dyfrakcyjnego [299].

♦ **Układy interferometryczne** [300, 301]. Do obserwacji wychylenia ostrza pomiarowego można również zastosować interferometr światłowodowy, opisany wstępnie w rozdziale 4. W porównaniu z układami piezoelektrycznymi i dyfrakcyjnymi, o walorach interferometrycznego układu do obserwacji wychylenia ostrza pomiarowego w mikroskopie sił ścinających decydują:

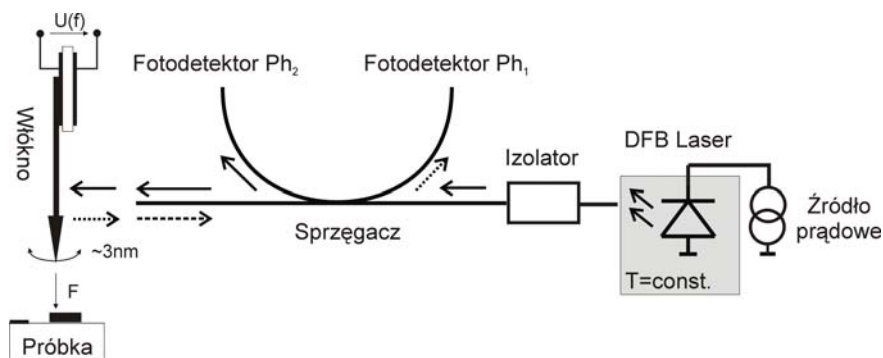
- określenie wartości wychylenia włókna sprężystego drgającego w rezonansie; dzięki temu możliwe są: optymalizacja układu sterowania odległością między ostrzem a powierzchnią i oszacowanie wartości sił ścinających, które są skupione w czasie skanowania na mikroostrzu pomiarowym;
- możliwość skanowania powierzchni ostrzem, którego potencjał elektryczny jest swobodnie ustalany. Mikroskop sił ścinających może być w tym przypadku zastosowany również w nowatorskich technikach badania rozkładu pojemności między ostrzem pomiarowym a powierzchnią, występujących w tym układzie sił elektrostatycznych i do wytwarzania nanostruktur (nanolitografii) [302].

Schemat układu interferometrycznego do obserwacji sił ścinających przedstawiono na rysunku 10.1. Główna idea obserwacji wychylenia włókna nie odbiega od układu opisanego w rozdziale 4. Zastosowanie układu światłowodowego charakteryzuje się w przypadku mikroskopii sił ścinających wieloma zaletami, do których należą: zwartość konstrukcji mechanicznej głowicy, gwarantująca niewielkie dryfy, oraz odporność na zakłócenia i wibracje. Dodatkowo istnieje możliwość nadzwyczaj precyzyjnego sterowania, ekranowania układów zasilania interferometru i detekcji prążków interferencyjnych.

Do skonstruowanego i zastosowanego systemu [303] można odnieść następujące uwagi i obserwacje:

1. Warunkiem obserwacji stabilnych prążków interferencyjnych jest stabilny i jednomodowy charakter promieniowania emitowanego przez laser półprzewodnikowy zasilający interferometr. W opisywanej konstrukcji zastosowano laser półprzewodnikowy z siatką Bragga. W przeciwieństwie do laserów z rezonatorem Fabry–Perota, zintegrowana w strukturze siatka Bragga narzuca jednomodowy charakter promieniowania świetlnego. Stabilny obraz prążków interferencyjnych o dużym kontraście wy-

maga również precyzyjnego zasilania lasera półprzewodnikowego i stabilizowania jego temperatury. W opracowanym rozwiązaniu laser ten był podłączony do źródła prądowego o maksymalnej wydajności prądowej równej 25 mA. Najważniejszym jednak parametrem urządzenia była stabilność prądu zasilającego, która – dzięki zastosowaniu układów o małym dryfie temperaturowym i ograniczonym paśmie częstotliwości – osiągnęła wartość $5 \mu\text{A/h}$. Temperatura źródła promieniowania była sterowana w układzie zamkniętym za pomocą elementu Peltiera na poziomie 17°C , ze stabilnością 10 mK/h . Zmniejszenie temperatury struktury lasera półprzewodnikowego zwiększa moc emitowanej wiązki i zmniejsza wartość szumu intensywności [304]. W praktyce jednak praca źródła poniżej temperatury punktu rosy jest kłopotliwa i związana z możliwością skraplania się pary wodnej w strukturze lasera.



Rys. 10.1. Układ interferometryczny do obserwacji wychyleń włókna sprężystego mikroskopu sił ścinających

2. W opracowanej konstrukcji zastosowano dwustopniowy izolator optyczny o tłumieniu 60 dB, w ten sposób wiązki światłenne, odbite od końcówki pomiarowej interferometru i od innych nieciągłości optycznych w układzie interferometru, nie docierają do rezonatora lasera i nie zakłócają jego pracy.

3. W celu zredukowania mocy optycznej wiązek odbitych od światłowodów podłączonych do fotodetektorów Ph_1 i Ph_2 końcówki tych włókien są szlifowane ukośnie i dodatkowo zanurzone w cieczy imersyjnej. Włókno doprowadzone do detektora Ph_2 jest również nawinięte na cylinder o małej średnicy, dzięki temu obniża się też poziom mocy optycznej, która dociera do fotodetektora i której część może się odbić od końcówki zanurzonej w cieczy imersyjnej.

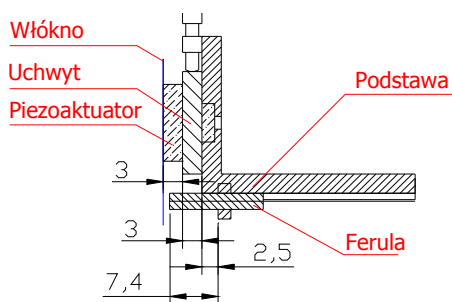
4. O stabilności obserwowanego sygnału interferencyjnego decyduje również odporność głowicy mechanicznej mikroskopu na zmiany temperatury i związaną z nimi rozszerzalność liniową konstrukcji. Poprawę tych właściwości zapewniają dwie metody. Jedna z nich polega na zastosowaniu materiałów o możliwie małym współczynniku rozszerzalności liniowej, druga natomiast na wzajemnym kompensowaniu wydłużeń, tak aby odległość między światłowodem pomiarowym interferometru a włóknem

sprężystym pozostawała niezmieniona. W opracowanej konstrukcji włókno mikroskopu sił ścinających jest zamocowane na piezoaktuatorze, za pomocą którego można zmieniać odległość między ostrzem a końcówką pomiarową interferometru. Włókno wraz z piezoaktuatorem jest połączone z obrotowym uchwytem, którego położenie można tak ustawiać, aby włókno interferometru oświetlało drgające w rezonansie ostrze. Rozszerzalność konstrukcji można oszacować na podstawie równania

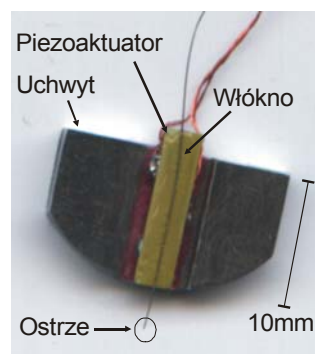
$$\Delta l = (\alpha_{\text{piezo}} l_{\text{piezo}} + \alpha_{\text{uchwyt}} l_{\text{uchwyt}} + \alpha_{\text{pod}} l_{\text{pod}} - \alpha_{\text{fer}} l_{\text{fer}}) \Delta T,$$

w którym: α_{piezo} , α_{uchwyt} , α_{pod} , α_{fer} i l_{piezo} , l_{uchwyt} , l_{pod} , l_{fer} to – odpowiednio – współczynniki rozszerzalności liniowej i długości piezoaktuatora, uchwyty wykonanego ze stali nierdzewnej, podstawy wykonanej z mosiądzu i feruli cyrkonowej mocującej włókno światłowodowe; ΔT jest zmianą temperatury urządzenia.

W przypadku następujących wartości współczynników rozszerzalności liniowej oraz długości poszczególnych elementów układu zamocowania włókna: $\alpha_{\text{piezo}} = 10 \cdot 10^{-6}$, $l_{\text{piezo}} = 4 \text{ mm}$, $\alpha_{\text{uchwyt}} = 50 \cdot 10^{-6}$, $l_{\text{uchwyt}} = 5 \text{ mm}$, $\alpha_{\text{pod}} = 5 \cdot 10^{-6}$, $l_{\text{pod}} = 1 \text{ mm}$, $\alpha_{\text{fer}} = 20 \cdot 10^{-6}$, $l_{\text{fer}} = 10 \cdot 10^{-6}$ wydłużenie Δl dla feruli cyrkonowej wynosi 100 nm/K, a dla feruli stalowej jest równe 60 nm/K.



Rys. 10.2. Mechanizm do justowania pozycji włókna sprężystego mikroskopu sił ścinających względem światłowodu pomiarowego interferometru



Rys. 10.3. Włókno pomiarowe mikroskopu sił ścinających zamocowane na piezoaktuatorze i uchwycie uchylnym

5. Czułość układu [305] interferometrycznego detekcji wychylenia mikroostrza zależy od takich czynników, jak:

- ♦ Moc wiązki laserowej propagowanej we włóknie światłowodowym.

Zwiększeniu mocy promieniowania towarzyszy wzrost kontrastu prążków interferometrycznych (innymi słowy – zwiększa się wysokość prążków interferometrycznych). Większą moc promieniowania można uzyskać przez zasilanie źródła światła większym prądem i obniżenie temperatury lasera. Zwiększenie mocy źródła zasilania połączone ze staranną stabilizacją jego temperatury prowadzi dodatkowo do poprawy właściwości szumowych układu (rozd. 4.).

- ◆ Współczynnik odbicia wiązki światła od włókna sprężystego.

W badaniach przeprowadzanych w Politechnice Wrocławskiej stosowano zwykłe włókna wykonane z drutu wolframowego lub platyno-irydowego (PtIr). Pokrywanie ścian bocznych warstwą np. aluminium jest kłopotliwe i może prowadzić do degradacji właściwości ostrza.

- ◆ Odległość między końcówką światłowodu a włóknem sprężystym.

Mniejsza odległość między belką a włóknem interferometru (czyli krótsza wnęka Fabry–Perota) sprzyja zwiększeniu kontrastu prążków interferometrycznych. Justowanie pozycji włókna, tak aby odległość ta wynosiła mniej niż 20 μm , jest nadzwyczaj kłopotliwe technicznie i często niemożliwe (np. w układach niskotemperaturowych i próżniowych). W przeprowadzonych badaniach długość wnęki Fabry–Perota wynosiła około 50 μm .

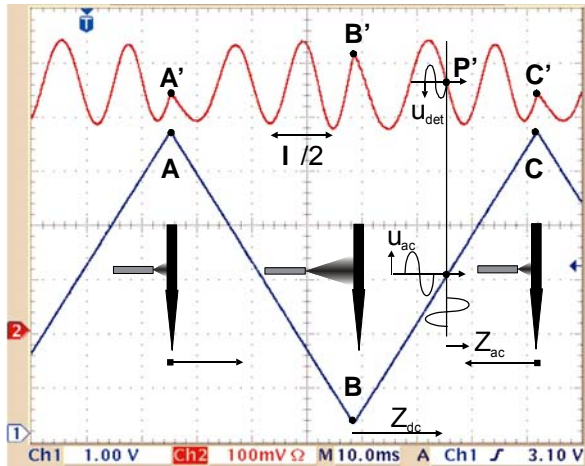
- ◆ Właściwości szumowe lasera.

Dokładniejszą analizę źródeł szumu występujących w układzie źródła światła przedstawiono w rozdziale 6. W praktyce laboratoryjnej istotne jest stabilizowanie warunków zasilania i temperatury źródła światła oraz eksperymentalne znalezienie takich warunków pracy źródła, aby rozkład modów promieniowania generowany przez laser był stabilny.

- ◆ Właściwości szumowe układów elektronicznych odpowiedzialnych za przetwarzanie sygnału optycznego.

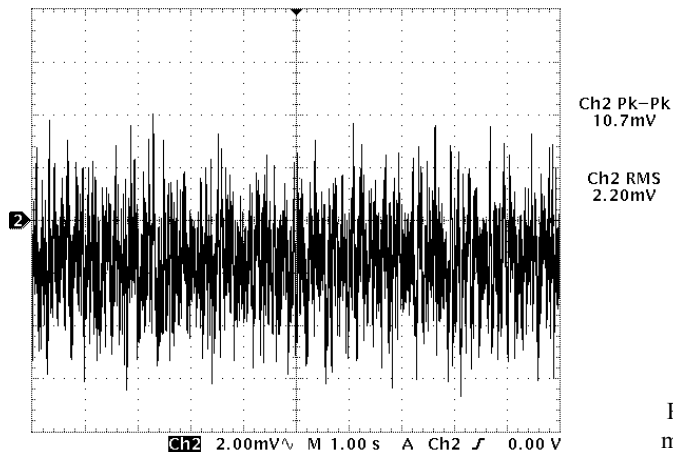
Częścią centralną tych układów jest przetwornik prądu na napięcie, którego właściwości szumowe są optymalizowane w paśmie pomiarowym od 1 do 100 kHz. Obserwacja sygnałów w takim zakresie częstotliwości ułatwia eliminację szumu niskoczęstotliwościowego wzmacniacza operacyjnego, rezystorów sprzężenia zwrotnego i detektora promieniowania. Sprzężenie zmiennoprądowe poszczególnych stopni przetwarzania czyni dodatkowo całą konstrukcję niewrażliwą na dryfy temperaturowe napięcia niezrównoważenia.

Przebieg prążków interferencyjnych, jakie zarejestrowano podczas przesuwania ostrza pomiarowego wokół nieruchomego włókna światłowodowego interferometru, przedstawiono na rysunku 10.4, na którym dolny wykres pokazuje napięcie sterujące piezoaktuatorem, z zamocowanym na nim włóknem pomiarowym mikroskopu. W punkcie *A* ostrze mikroskopu jest maksymalnie zbliżone do włókna pomiarowego interferometru. Na odcinku *AB* włókno to jest odsuwane od nieruchomej końcówki światłowodu i przebywa drogę około $5/4\lambda$, gdzie λ jest długością promieniowania lasera półprzewodnikowego. Na odcinku *BC* dźwignia mikroskopu jest natomiast ponownie zbliżana do końcówki układu interferometrycznego. W czasie pomiarów, przeprowadzanych za pomocą mikroskopu sił ścinających, pozycja sprężystego włókna jest tak justowana, aby obserwacja drgań ostrza o amplitudzie kilku nanometrów była prowadzona na środku zbocza sygnału interferencyjnego (punkt *P'* na rys. 10.4). Przy liniowym przebiegu tej charakterystyki, wokół punktu pracy można wzorcować odpowiedź elektryczną interferometru w funkcji amplitudy drgań ostrza. W przypadku charakterystyk przedstawionych na rysunku 10.4 czułość układu wynosi 500 $\mu\text{V}/\text{nm}$.



Rys. 10.4. Prążki interferencyjne obserwowane podczas przesuwania ostrza pomiarowego wokół nieruchomego włókna światłowodowego

6. Zdolność rozdzielcza. Obliczenia analityczne poszczególnych składników są nadzwyczaj utrudnione, a wyniki takiej analizy stają się niewiarygodne. Ze względu na zastosowanie układu interferometrycznego w mikroskopii sił ścinających użyteczna jest natomiast rejestracja przebiegu sygnału wyjściowego interferometru detekującego drgania ostrza swobodnego (a więc oddalonego od powierzchni). Przeliczenie, na podstawie wyznaczonej czułości, amplitudy lub wartości skutecznej składowej zmiennoprądowej tego sygnału na amplitudę lub wartość skuteczną wychylenia daje obraz możliwości obserwacji najmniejszych wychyleń. Na rysunku 10.5 przedstawiono wynik takiego eksperymentu.



Rys. 10.5. Zdolność rozdzielcza mikroskopu sił ścinających [304]

Wyjście układu przetwornika I/U zostało podłączone do wzmacniacza fazoczułego *Lock-In*, sterowanego sygnałem o częstotliwości rezonansowej włókna. Uwzględniając wzmocnienie wzmacniacza fazoczułego równe 400 V/V, wartość skuteczną zareje-

strowanego szumu odpowiada 0,006 nm, a wartość międzyszczytowa szumu jest równa 0,04 nm (wyniki zarejestrowano w paśmie 20 Hz).

10.2. Przykłady zastosowań mikroskopii sił ścinających z interferometrycznym detektorem wychylenia ostrza pomiarowego

10.2.1. Wysokorozdzielcze pomiary topografii powierzchni

Detekcja sił ścinających *Shear force* jest powszechnie stosowaną techniką, która umożliwia sterowanie i stabilizację wysokości zawieszenia ostrza nad badaną powierzchnią w skaningowej mikroskopii bliskiego pola optycznego. W opisywanym przypadku włóknem sprężystym jest zaostrome włókno światłowodowe. Końcówka światłowodu pełni zatem w mikroskopii bliskiego pola optycznego rolę:

- ♦ sondy optycznej (w zależności od trybu pomiarowego sonda jest odbiornikiem lub źródłem światła o aperturze rzędu dziesiątek nanometrów),
- ♦ ostrza pomiarowego mikroskopu sił atomowych, na którym skupiają się oddziaływania dynamiczne.

Technika ta umożliwia odwzorowanie kształtu molekuł fluorescencyjnych [306] i struktur o wielkości około 5 nm [49, 50]. Znane są również zastosowania detekcji sił ścinających w pomiarach układu plazmonów propagowanych w nanostrukturach wytwarzanych zogniskowaną wiązką jonową [307, 308].

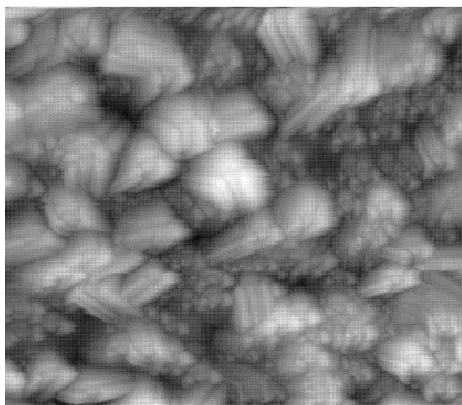
Mikroskopię sił ścinających stosowano też w pomiarach struktur biologicznych, odwzorowujących topografię nici DNA, osadzonych na atomowo płaskim¹ podłożu z miki. Pomiary takie przeprowadzono odpowiednio za pomocą układu detektora dyfrakcyjnego i piezoelektrycznego [298, 309]. Obserwowane struktury charakteryzowały się wysokością około 3 nm, a wyniki eksperymentów pokazują możliwości pomiarowe mikroskopii sił ścinających w badaniach powierzchni wrażliwych na naciski mechaniczne.

Osobną grupę badań stanowią badania topografii powierzchni atomowych przeprowadzane w warunkach ultrawysokiej próżni za pomocą rezonatorów piezoelektrycznych [310, 311]. W eksperymentach tych obserwowano kształt tzw. czystych powierzchni atomowych za pomocą ostrzy łupanych z krystalicznego krzemu. Końcówki takich ostrzy, które powstają na zbiegu ścian kryształu, tworzą sondy zakończone pojedynczymi atomami. Struktura elektronowa tak utworzonego ostrza jest ściśle zdefiniowana i dzięki temu możliwe jest odwzorowanie kształtu pojedynczych orbitali elektronowych atomów tworzących badaną powierzchnię [312].

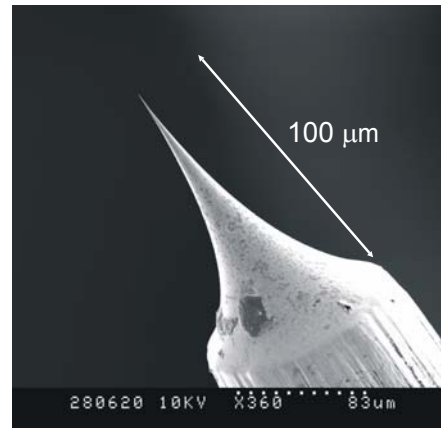
¹ Podłoża z miki powstają przez rozłupanie kryształu wzdłuż określonych ścian krystalograficznych. Górne i dolne ściany takich podłoży charakteryzują się nielicznymi atomowymi uskokami i stanowią doskonały nośnik, na które nanosi się badane nanostruktury.

Przedmiotem eksperymentów opisywanych przez autora rozprawy było zastosowanie mikroskopii sił ścinających z interferometrycznym detektorem wychylenia ostrza zarówno w badaniach topografii powierzchni materiałów oraz struktur stosowanych w mikro- i optoelektronice, jak i w inżynierii materiałowej [300, 301, 302, 303, 304, 305]. Technika ta umożliwia przeprowadzenie wysokorozdzielczych i nieniszczących badań preparatów o dużej chropowatości oraz tzw. struktur głębokich².

Mikroskopia sił ścinających *Shear force* znajduje zastosowanie również w wysokorozdzielczych badaniach powierzchni materiałów izolacyjnych. Powierzchnie te nie muszą być w tym przypadku pokrywane cienką warstwą przewodzącą, jak jest to konieczne w przypadku skaningowej mikroskopii elektronowej. Na rysunku 10.6 przedstawiono topografię powierzchni AlN osadzonej na podłożu szafiryowym. Mimo znacznej chropowatości, maksymalna różnica wysokości struktury wynosi bowiem w tym przypadku 238 nm; możliwe jest odwzorowanie kształtu ścian pojedynczych kryształów. Mikroskopia sił ścinających, w której zastosowanie znajdują trawione elektrochemicznie włókna metalowe, wydaje się predestynowana do takich badań. Stosowane ostrza (rys. 10.7) charakteryzują się bowiem dużą smukłością (wysokość ostrza przedstawionego na rys. 10.7 wynosi ok. 100 μm , przy promieniu końcówki ok. 50 nm) i symetrycznym kształtem, co w istotny sposób ułatwia penetrowanie końcówką sondy głębokich struktur powierzchni.



Rys. 10.6. Topografia powierzchni warstwy AlN – pomiar przeprowadzony za pomocą mikroskopu sił ścinających *Shear force*. Pole skanowania 4,8×4,8 μm ; 256×256 linii



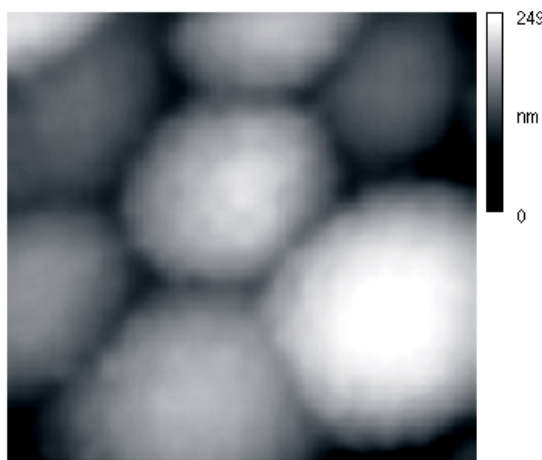
Rys. 10.7. Ostrze wolframowe mikroskopu sił ścinających *Shear force*

Mikroskopia sił ścinających jest techniką rezonansową, w której drgające ostrze jest prowadzone na wysokości kilkudziesięciu nanometrów ponad badaną powierzch-

² Przez strukturę głęboką rozumie się strukturę, której stosunek głębokości do szerokości jest większy niż 5 [313].

nią. Możliwy jest zatem pomiar struktur, dla których nacisk ostrza wywierany w statycznej mikroskopii sił atomowych może prowadzić do niekontrolowanej modyfikacji kształtu powierzchni preparatu.

Na rysunku 10.8 przedstawiono topografię powierzchni podłoża typu zol-żel, które tworzą kulki ceramiczne o średnicy około 600 nm. Kulki te są ze sobą luźno związane, co powoduje, że w czasie pomiaru statycznym mikroskopem sił atomowych, przy sile nacisku pojedynczych nanoniutonów, kulki te mogą ulegać przesunięciom. W badaniach prowadzonych za pomocą mikroskopu sił ścinających, gdzie siła oddziaływanie między sondą a powierzchnią wynosi około 0,01 nN, efektu takiego nie obserwowano, co umożliwiło odwzorowanie powierzchni struktury z zadowalającą rozdzielczością.

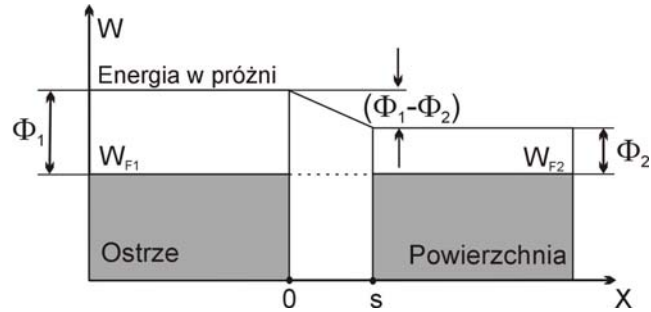


Rys. 10.8. Topografia powierzchni matrycy zol-żel – obraz zarejestrowany za pomocą mikroskopu sił ścinających.

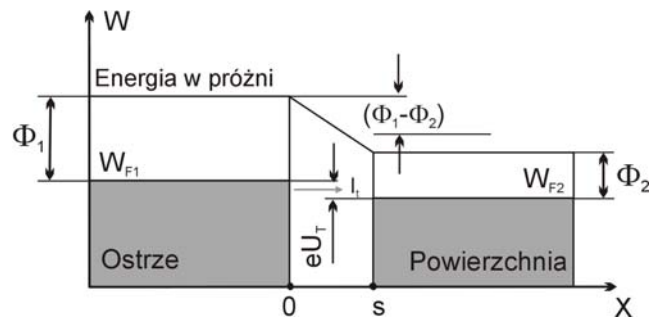
Pole skanowania $1,8 \times 1,8 \mu\text{m}$; 256×256 linii

10.2.2. Wytwarzanie nanostruktur za pomocą modularnego mikroskopu sił ścinających i mikroskopu tunelowego

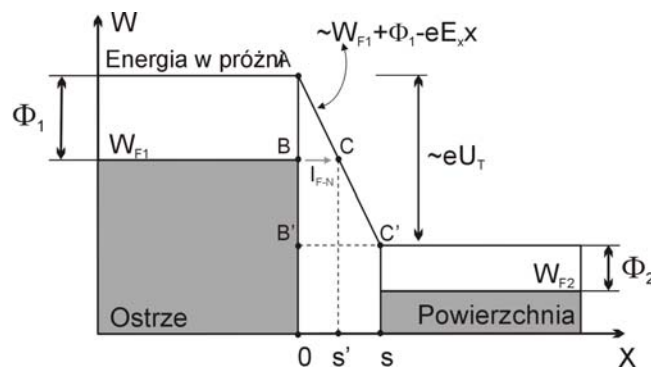
Interferometryczna detekcja sił ścinających umożliwia prowadzenie badań w trybie modularnej mikroskopii tunelowej i sił atomowych. W tym przypadku, podczas skanowania powierzchni w trybie sił ścinających, rejestrowany jest prąd tunelowy przepływający między ostrzem a badaną powierzchnią. Wynikiem tak prowadzonych eksperymentów są odwzorowania topografii powierzchni i obraz takich właściwości elektronowych materiałów tworzących powierzchnię, jak: rodzaj przewodnictwa elektrycznego, konduktancja i szerokość przerwy energetycznej. Modularna mikroskopia tunelowa i sił atomowych odgrywa szczególnie ważną rolę w badaniach powierzchni niejednorodnych, które tworzą kompozycje materiałów przewodzących i izolacyjnych [76]. W badaniach takich, po wskazaniu obszarów przewodzących, możliwe się staje wykonanie spektroskopii tunelowej prąd tunelowy–napięcie tunelowe lub spektroskopii prąd tunelowy–odległość między ostrzem a powierzchnią. Przyjmując oznaczenia: napięcie tunelowe U_T , praca wyjścia z ostrza Φ_1 i z powierzchni Φ_2 , przepływ prądu tunelowego między sondą a preparatem można rozpatrywać w dwóch podstawowych trybach, gdy:



a)



b)



c)

Rys. 10.9. Tunelowanie elektronów między ostrzem a powierzchnią: a) $U_t = 0$, b) $eU_t < \Phi_1 - \Phi_2$, c) tunelowanie Fowlera–Nordheima

♦ $eU_T < (\Phi_1 - \Phi_2)$ – rysunek 10.9b.

W tym przypadku elektrony o energiach zawartych w przedziale $W_{F1} - eU_T$ mogą elastycznie (tzn. bez zmiany energii) tunelować (przechodzić) w nieobsadzone stany energetyczne z przedziału $W_{F2} + eU_T$. Prawdopodobieństwo f obsadzenia stanu energetycznego o energii W w funkcji temperatury T i potencjału chemicznego μ określa tzw. rozkład Fermiego–Diraca

$$f(W) = \left[1 + e^{(W-\mu)/k_B T} \right]^{-1}.$$

W temperaturze powyżej zera bezwzględnej powyższa funkcja ma w okolicy poziomu Fermiego łagodniejszy przebieg, co uzasadnia istnienie obsadzonych stanów energetycznych w obszarze ostrza i nieobsadzonych stanów energetycznych na powierzchni. W praktyce przykładane do ostrza napięcia tunelowe U_T przyjmują wartości od kilkudziesięciu miliwoltów (w badaniach powierzchni metalicznych) do ułamków wolta (w badaniach powierzchni materiałów półprzewodnikowych).

♦ $eU_T \gg (\Phi_1 - \Phi_2)$ – rysunek 10.9c.

Opuszczające ostrze mikroskopu elektrony muszą pokonać barierę potencjału równą Φ_1 . Jeśli do ostrza zostanie przyłożone napięcie U_T , to pole elektryczne powoduje trójkątne obniżenie tej bariery, zgodnie z rysunkiem 10.9c. W tym przypadku elektrony przechodzą bez zmiany energii przez odcinek $0s'$ odstepu między ostrzem a powierzchnią, na odcinku $s's$ tego odstepu ulegają zaś przyspieszeniu w polu elektrycznym, wytwarzanym przez napięcie elektryczne U_T przyłożone do ostrza pomiarowego. Z podobieństwa trójkątów ABC i $AB'C'$ można obliczyć, że: $0s'/0s = \Phi_1/eU_T$. Tunelowanie w tym przypadku jest nazywane tunelowaniem Fowlera–Nordheima; jest ono typowe dla zjawisk emisji polowej.

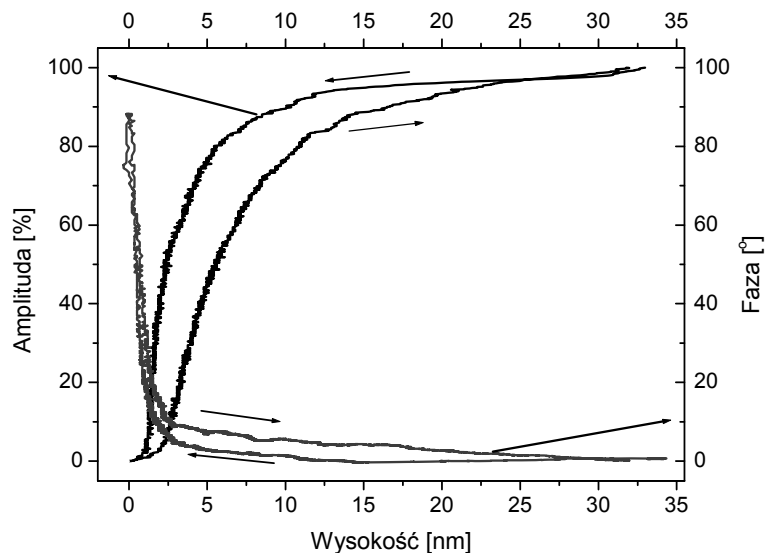
Z przedstawionego opisu wynikają następujące uwagi dodatkowe:

♦ Mikroskop tunelowy pracujący w trybie Fowlera–Nordheima może być zastosowany do odwzorowywania kształtu powierzchni mikrostruktur [314]. Odległość między ostrzem a badanym preparatem wynosi w tym przypadku około 100 nm i układ mechaniczny głowicy jest mniej skomplikowany aniżeli w przypadku mikroskopu tunelowego, w którym elektrony tunelują przez barierę prostokątną (rys. 10.9a).

♦ Silna zależność natężenia prądu tunelowego Fowlera–Nordheima od odległości między ostrzem a powierzchnią może być podstawą działania nowej grupy ultraczułych czujników siły i przyspieszenia [315, 316]. Dodatkowo, ponieważ tunelujące elektrony ulegają na odcinku $s's$ przyspieszeniu w polu elektrycznym o natężeniu $E = U_T/s$, istnieje zatem możliwość zastosowania tak działającego systemu do wytwarzania nanostruktur (tzw. nanolitografia) [317, 318, 319]. Uzyskaną w ten sposób wiązkę elektronową charakteryzuje mała energia – rzędu dziesiątek elektronowoltów. Jednocześnie jednak duża gęstość prądu, połączona z lokalnym charakterem ekspozycji, umożliwia wytwarzanie struktur o minimalnym wymiarze 20 nm [318].

10.2.3. Pomiar charakterystyk zbliżeniowych

W mikroskopii sił ścinających ostrze drga z amplitudą rzędu nanometrów równoległe do powierzchni badanej próbki. W zależności od wysokości zawieszenia, ostrze to znajduje się w obszarze oddziaływań van der Waalsa, oddziaływań kapilarnych lub hydrodynamicznych [320, 321]. Wywołują one zmianę amplitudy drgań sondy i różnicy fazy między pobudzeniem aktuatora oscylacji a odpowiedzią interferometru. Na rysunku 10.10 przedstawiono wynik pomiarów amplitudy drgań i różnicy faz między drganiami sondy a sygnałem sterowania piezoaktuatora w funkcji wysokości zawieszenia ostrza ponad preparatem [301].



Rys. 10.10. Zależność amplitudy i fazy drgań ostrza mikroskopu sił ścinających od wysokości zawieszenia ostrza nad powierzchnią [301]

Wyniki pomiarów wskazują, że zmiany amplitudy drgań i różnicy fazy o dużym gradiencie są rejestrowane na wysokościach mniejszych niż 10 nm nad badaną powierzchnią. Zarejestrowana charakterystyka pozwala na ocenę odległości między preparatem a drgającym włóknem i jest jedną z podstawowych krzywych kalibracyjnych rejestrowanych w mikroskopii sił ścinających. Rejestrowanie amplitudy i fazy drgań oraz jednoczesna obserwacja częstotliwości rezonansowej oscylacji może być w takim układzie podstawą do odseparowania poszczególnych składowych oddziaływań, które są skupione na drgającym mikroostrzu [322].

11. Skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego

Postęp w dziedzinie szeroko rozumianej techniki mikrosystemów i nanotechnologii obejmuje także rozwój nowych metod badania termicznych zachowań układów o obniżonej wymiarowości. Dotyczy to obserwacji rozkładu temperatury w pracujących układach mikro-, nano- i optoelektronicznych, w których gęstość energii cieplnej rozpraszanej w strukturze osiąga wartości zbliżone do gęstości energii rozpraszanej w reaktorach jądrowych. Konsekwencją postępującej miniaturyzacji i wzrastającego stopnia integracji jest również konieczność określenia zasad transportu ciepła w układach cienkich warstw. Przykładami takich układów są np. supersieci, systemy SOI, struktury MOS z ultracienkimi tlenkami bramkowymi o wysokim współczynniku przenikalności dielektrycznej lub struktury połączeń tworzone przez materiały o zmniejszonym współczynniku dielektrycznym.

Należy zwrócić uwagę, że obserwowane w przedstawionych powyżej systemach zjawiska termiczne rządzą się innymi prawami aniżeli zjawiska termiczne występujące w układach makroskopowych, w których stacjonarny przepływ ciepła jest opisywany prawem Fouriera [323]. W mikro- i nanoukładach przepływ ciepła jest determinowany przez propagowanie i rozpraszanie fononów na granicy ziaren i kryształów i często ma charakter silnie anizotropowy [324]. Opis tego typu zjawisk wymaga uwzględnienia oddziaływania fononów z poszczególnymi molekułami struktury i ściśle kwantowej interpretacji obserwowanych zjawisk [325].

Obecnie do najbardziej intensywnie rozwijanych metod badawczych transportu ciepła w nanostrukturach należą [326]:

♦ **Pikosekundowa termoreflektancja** [327, 328]. W metodzie tej impuls laserowy, o czasie trwania kilkudziesięciu pikosekund, oświetla powierzchnię badanej struktury. Promieniowanie to w miejscu padania wiązki podnosi temperaturę układu i wywołuje propagację fali cieplnej (fononów) w preparacie. Fonony, docierając następnie do kolejnych granic ośrodków, ulegają częściowemu odbiciu, które jest rejestrowane i analizowane za pomocą dodatkowego układu optycznego. W przypadku większości materiałów stosowanych w technologii mikro- i nanoelektronicznej ich dyfuzyjność D leży w zakresie od 0,005 do 1 cm²/s. W konsekwencji, dla czasu trwania impulsu rów-

nego 200 ps głębokość wnikania fali cieplnej, wyrażana równaniem $l = \sqrt{Dt}$, mieści się w zakresie od 10 do 140 nm. Oświetlenie powierzchni impulsami o dłuższym czasie trwania powoduje zatem, że nie jest możliwe selektywne odwzorowanie przewodności cieplnej poszczególnych warstw tworzących strukturę i obszarów między nimi [327, 328]. Ograniczeniem zastosowania tej metody badawczej jako powszechnej techniki diagnostyki cienkich warstw są nadzwyczaj duże koszty aparaturowe i złożona struktura systemu. Dodatkowo metoda pikosekundowej termoflektancji nie umożliwia dwuwymiarowego odwzorowywania zjawisk transportu ciepła.

♦ **Spektroskopia ramanowska** [329–331]. W spektroskopii Ramana wykorzystuje się zjawisko nieelastycznego rozpraszania światła. Próbką jest w tym przypadku oświetlana monochromatycznym światłem lasera. Część kwantów promieniowania, oddziałując z cząsteczkami próbki, zmienia energię ich oscylacji i przez to zwiększa lub zmniejsza swoją energię. Widma Ramana, czyli zależności intensywności rozproszonego promieniowania od różnicy energii kwantów promieniowania padającego i rozproszonego, zawierają informacje o drganiach charakterystycznych dla badanych cząsteczek. Mogą być wykorzystywane do identyfikacji i oznaczania zawartości substancji.

Nowoczesne spektrometry Ramana umożliwiają wyznaczenie widma próbki poprzez analizę jej interferogramu, otrzymanego dzięki interferencji promieniowania rozproszonego przez próbkę. Sygnał detektora jest przetwarzany w widmo ramanowskie próbki na drodze komputerowych obliczeń numerycznych (z zastosowaniem tzw. transformaty Fouriera). Źródłem promieniowania jest zwykle laser Nd:YAG, emitujący monochromatyczną wiązkę fotonów o niskiej energii. Do detekcji promieniowania stosuje się na ogół detektor fotoprzewodzący. Intensywność promieniowania rozproszonego jest od czterech do ośmiu rzędów wielkości mniejsza niż intensywność promieniowania wzbudzającego; aby więc uzyskać mierzalny strumień fotonów rozproszenia ramanowskiego, musimy stosować bardzo silne źródła promieniowania do wzbudzania i bardzo czułe układy detekcyjne. Jest to przyczyną wprowadzania do badań laserów, które odznaczają się monochromatycznością i bardzo dużą intensywnością wiązki promieniowania. Istotną wadą spektroskopii Ramana, utrudniającą jej przemysłowe zastosowanie, jest duży koszt stosowanych urządzeń i nadzwyczaj złożona struktura aparatury.

♦ **Mikroskopia promieniowania podczerwonego** [332–335]. W mikroskopii promieniowania podczerwonego dokonuje się obserwacji promieniowania podczerwonego, jakie jest emitowane z badanej powierzchni. Zgodnie z prawem promieniowania Stefana–Boltzmana, intensywność tego promieniowania jest funkcją współczynnika emisyjności powierzchni i temperatury panującej na powierzchni. Utrudnia to w istotny sposób ilościową analizę rozkładu temperatury panującej na powierzchni preparatu, która jest możliwa po przeprowadzeniu złożonej procedury kalibracji systemu dalekiego pola [333, 336]. Mikroskopia promieniowania podczerwonego, nazywana również mikroskopią termiczną dalekiego pola, jest jednak sprawnym i powszechnie stosowanym narzędziem do diagnostyki typowych układów MEMS. Jej ograniczona

zdolność rozdzielcza (rzędu pojedynczych mikrometrów) wyklucza zastosowania mikroskopii termicznej dalekiego pola do badań nanostruktur.

♦ **Mikroskopia bliskiego pola termicznego** [37–42]. Zgodnie z uwagami przedstawionymi w rozdziale 2., mikroskopia bliskiego pola termicznego jest jedną z metod pomiarowych mikroskopii bliskich oddziaływań. Mikroostrze pomiarowe pełni w tym przypadku rolę czujnika temperatury panującej na powierzchni (tryb statyczny mikroskopii termicznej) lub rolę źródła ciepła, które lokalnie ogrzewa strukturę (tryb aktywny mikroskopii termicznej). W odróżnieniu od metod termoreflektancji pikosekundowej i spektroskopii ramanowskiej, mikroskopia bliskiego pola termicznego pozwala na lokalne obserwacje zjawisk termicznych w mikro- i nanostrukturach. Ocenę poprzecznych (tzn. w głębi układu) właściwości termicznych struktury umożliwia natomiast aktywna mikroskopia termiczna. Jak pokazano w podrozdziale 11.4.2, moc konieczna do utrzymania temperatury ostrza na zadanym poziomie odwzorowuje wartość rezystancji cieplnej bezpośrednio pod ostrzem pomiarowym. Zastosowanie w mikroskopii termicznej zmiennoczęstotliwościowej modulacji mocy cieplnej dostarczanej do mikroostrza pozwoli na ocenę przewodności cieplnej poszczególnych warstw tworzących badaną strukturę. Modulacja częstości mocy dostarczanej do mikroostrza umożliwia bowiem ustalenie głębokości penetrowania układu przez falę cieplną, której źródłem jest mikroostrze.

W metodzie tej, która jest też nazywana metodą 3ω , cienkowarstwowy grzejnik jest zasilany prądem o pulsacji ω [337]. Moc cieplna wydzielana w mikrorezystorze moduluje zatem jego temperaturę z pulsacją 2ω . Temperaturę i właściwości termiczne warstw w otoczeniu bezpośrednio pod grzejnikiem można oceniać, obserwując napięcie elektryczne o częstości kołowej 3ω , które odkłada się na oporniku zasilanym prądem grzewczym. Pomiary zmiennoczęstotliwościowe stosowano w diagnostyce dielektrycznych warstw cienkich (o grubości do 300 nm) [338, 339]. Modyfikacja kształtu mikrogrzejnika osadzonego na badanej strukturze umożliwiła również pomiary przewodności cieplnej warstw polimerowych [340], struktur supersieci Si/SiGe i SiGe/SiGe [341] oraz cienkich warstw krzemu w strukturze SOI [342]. Zastosowanie metody 3ω w skaningowej mikroskopii termicznej bliskiego pola wiąże się z koniecznością przeprowadzenia pełnego opisu transportu ciepła od ogrzewanej mikrosondy do badanej struktury. W przypadku badań prowadzonych w powietrzu dotyczy to zwłaszcza znajomości zasad wnikania ciepła przez warstwę cieczy (wody) adsorbowanej na obserwowanej powierzchni. W rozważaniach tych należy także uwzględnić ciepło przenoszone przez dźwignię sprężystą w kierunku nasady czujnika.

Metoda zmiennoczęstotliwościowej modulacji mocy rozpraszanej w mikrostrzu umożliwiła odwzorowanie właściwości termicznych cienkich warstw polipropylenu osadzonego na podłożu szafirowym [343]. Technikę tę zastosowano również do lokalnego pomiaru przewodności cieplnej warstwy diamentu CVD, osadzonej na podłożu krzemowym [45, 344]. Lokalna rozdzielczość pomiarów prowadzonych metodami mikroskopii termicznej bliskiego pola zależy silnie od stanu powierzchni, wilgotności

oraz temperatury, w jakiej są prowadzone eksperymenty. Na rozdzielczość obserwacji wpływają też właściwości ostrza pomiarowego, które powinno się charakteryzować jak najmniejszymi rozmiarami i małą pojemnością cieplną [345]. Czułość czujnika temperatury, który jest zintegrowany z ostrzem, powinna umożliwiać rejestrację zmian temperatury o wartości około 10 mK. Na możliwości pomiarowe rzutują również właściwości belki sprężystej, której konstrukcja musi ograniczać przewodzenie ciepła od ostrza pomiarowego przez dźwignię do nasady czujnika.

11.1. Czujniki pomiarowe stosowane w skaningowej mikroskopii bliskiego pola termicznego

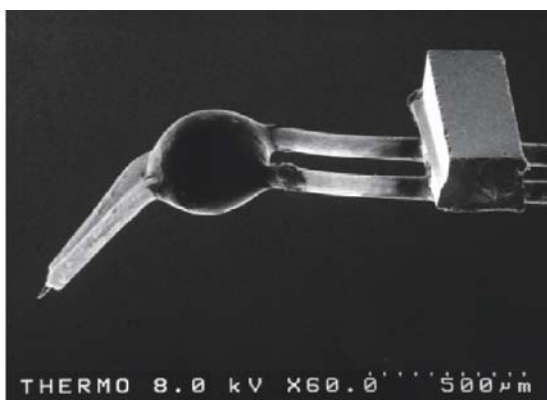
W skaningowej mikroskopii termicznej stosowane są czujniki termiczne zintegrowane z ostrzem pomiarowym, wykonywane w postaci termozłączy lub termorezystorów.

Czujniki wykonywane w postaci termozłączy, pełniące rolę czujników temperatury panującej na powierzchni, mogły być na ogół stosowane jedynie w pasywnej mikroskopii termicznej. Wymuszenie przepływu ciepła od ostrza, wykonanego w postaci termozłącza, do badanej struktury wymaga zastosowania złożonego układu, który oświetla końcówkę włókna sprężystego wiązką promieniowania laserowego [78, 346]. W rozwiązaniu tym temperatura ostrza odwzorowuje rezystancję cieplną, jaka występuje pod skanującym włóknem. Główną wadą opisywanego systemu jest mało precyzyjna stabilizacja temperatury ostrza, co uniemożliwia dodatkowo stabilizację mocy dostarczanej do sondy. Pierwsze czujniki przepływu ciepła między mikroostrzem a powierzchnią były wykonane w postaci termoelementu osadzonego na końcówce standardowego ostrza wolframowego, stosowanego w mikroskopii tunelowej [37, 346]. Wadą takiego rozwiązania była jednak bardzo mała czułość sondy, wynosząca około $3 \mu\text{V/K}$, i kłopotliwe wytwarzanie czujników o powtarzalnych parametrach. Zastosowanie technologii mikroelektronicznych do budowy ostrzowych sensorów przepływu ciepła skaningowego mikroskopu termicznego bliskiego pola pozwoliło skonstruować systemy o zdecydowanie lepszych właściwościach metrologicznych [345, 347]. W opisywanych rozwiązaniach na ostrzu dźwigni sprężystej, stosowanej w statycznych pomiarach mikroskopii sił atomowych, wykonanej z Si_3N_4 , wytworzono strukturę mikrotermozłącza dwóch metali: złota i niklu. Czułość detekcji zmian temperatury była w tym przypadku większa aniżeli w przypadku konstrukcji włóknowych i wynosiła $14 \mu\text{V/K}$ [347]. Pewną wadą tych czujników była niepowtarzalność właściwości termozłącza wytworzonego w obszarze ostrza pomiarowego. Opisywany problem rozwiązano dzięki zastosowaniu elektronolitografii do zdefiniowania położenia i kształtu termoelementu zintegrowanego z ostrzem dźwigni [348]. Cienkowarstwowe metaliczne czujniki umożliwiły pomiar temperatury w strukturze tranzystora FET z rozdzielczością 5 mK [39, 40], a także obserwację zmian temperatury w pracującym laserze VCSEL [41]. Do eksperymentów najbardziej spektakularnie pokazują-

cych możliwości badawcze skaningowej mikroskopii termicznej bliskiego pola z cienkowarstwowymi czujnikami temperatury należą pomiary transportu ciepła przez wielościennie nanorurki węglowe [42, 349, 350]. Wzdłuż pojedynczej nanorurki, o długości 4 μm i grubości 50 nm oraz przy zasilaniu struktury prądem 77 μA , zaobserwowano wzrost temperatury o 20 K [349].

W przypadku czujników wykonywanych w postaci termorezystorów sondą termiczną jest mikropętla oporowa. Sonda taka, stykając się z badaną powierzchnią, może służyć jako czujnik temperatury panującej na powierzchni lub jako mikroźródło ciepła. Znane są dwa rozwiązania termooporowych czujników stosowanych w skaningowej mikroskopii bliskiego pola termicznego: czujniki wykonane z drutu Wolastona [44] i nanopętla platynowa [141, 142].

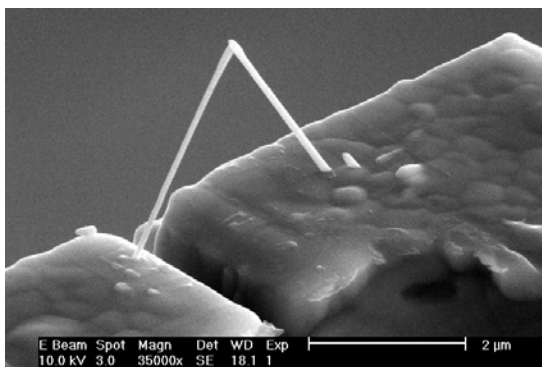
W sondach Wolastona czujnikiem termicznym jest pętla oporowa, wykonana z platynowego włókna o średnicy około 5 μm (rys. 11.1). Włókno to, pokryte dodatkowo otuliną ze srebra, stanowi część sprężystą belki mikroskopu bliskiego pola termicznego. Długość dźwigni sprężystej typowej sondy Wolastona wynosi ≈ 4 mm, stała sprężystości jest równa ≈ 5 N/m, a rezystancja końcówki oporowej wynosi ≈ 3 Ω [351]. W trybie aktywnym sondy Wolastona mogą być rozgrzane do temperatury ≈ 700 K [351].



Rys. 11.1. Skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego – termooporowa sonda Wolastona [279]

Największymi wadami opisywanego rozwiązania są mała wartość częstotliwości rezonansowej dźwigni i duże wymiary końcówki mikrosondy termicznej (promień zakończenia pętli wynosi zwykle ≈ 10 μm). Ogranicza to w istotny sposób możliwości wysokorozdzielczych pomiarów topografii powierzchni i właściwości termicznych nanostruktur o wielkości mniejszej niż 300 nm.

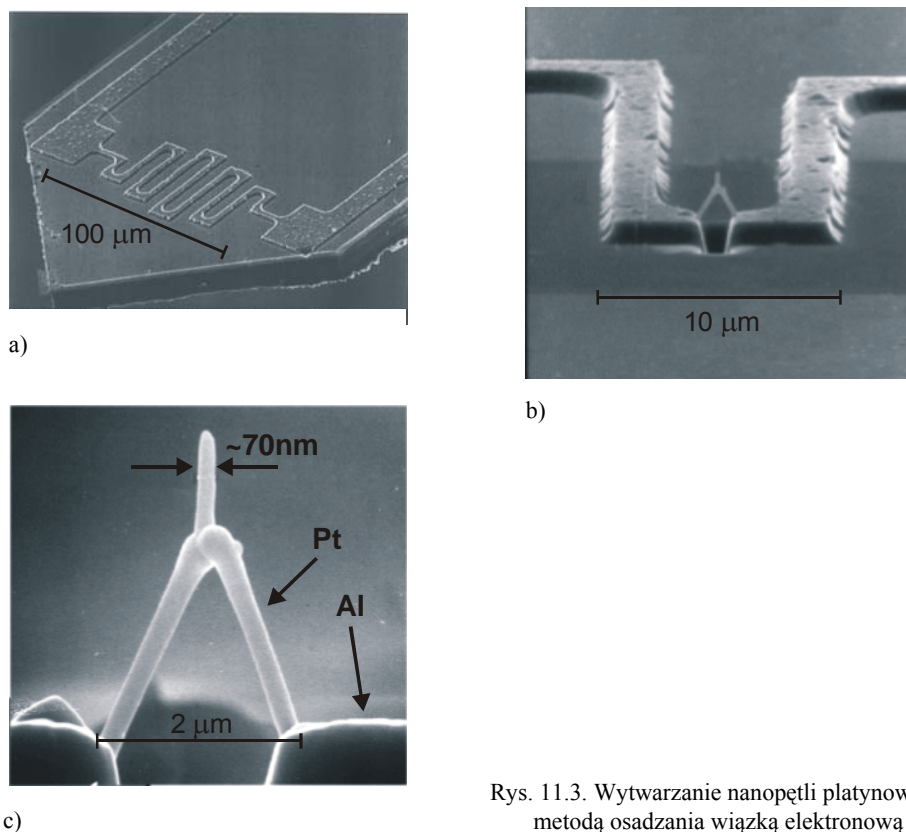
W przypadku nanopętli platynowych mikrosonda termiczna jest wykonana z kompozytu osadzanego za pomocą wiązki elektronowej (ang. *Electron Beam Induced Deposition* – EBID) (rys. 11.2).



Rys. 11.2. Skaningowa mikroskopia bliskiego pola termicznego – termooporowa nanopętla platynowa

W metodzie tej molekuly prekursora, które poruszają się w komorze mikroskopu, rozpadają się na skutek zderzeń z wiązką elektronów. Sterując miejscem ekspozycji i koncentracją prekursora, można wytwarzać w ten sposób struktury trójwymiarowe o nanometrowych rozmiarach, stosowane np. w mikroelektronice próżniowej [352]. Gazem nośnym są zwykle mieszaniny związków metaloorganicznych. Osadzone tą metodą warstwy zawierają wtrącenia krystaliczne wbudowane w węglową macierz amorficzną. Średnica wytworzonego na drodze osadzania wiązką elektronową włókna nanopętli platynowej wynosi ≈ 70 nm, wysokość czujnika równa jest zaś ≈ 3 μm (rys. 11.2).

Technologię nanopętli platynowych przedstawiono na rysunku 11.3 [141]. Czujniki te osadzano na dźwigniach piezorezystywnych z cienkowarstwowym aluminiowym mikrogrzejnikiem (rys. 11.3a). Za pomocą zogniskowanej wiązki jonowej (ang. *Focus Ion Beam* – FIB) przecięto aluminiową ścieżkę mikrogrzejnika na końcówce belki (rys. 11.3b). Następnie w drodze osadzania za pomocą wiązki elektronów wytworzono czujnik oporowy połączony z obydwoma doprowadzeniami aluminiowymi. Doprowadzenia te umożliwiają spolaryzowanie czujnika i jego podłączenie do elektronicznych układów pomiarowych. Widoczne na rysunku 11.3c przedłużenie pętli ułatwia kontakt czujnika z powierzchnią badanej struktury.



Rys. 11.3. Wytwarzanie nanopętli platynowych metodą osadzania wiązką elektronową

11.2. Podstawy skaningowej mikroskopii bliskiego pola termicznego

Przewodność cieplną K ciała stałego najłatwiej jest zdefiniować w warunkach ustalonego przepływu ciepła przez długi pręt, wzdłuż którego jest obserwowany gradient temperatury dT/dx [323]

$$\dot{q} = -K \frac{dT}{dx}, \quad (11.1)$$

gdzie \dot{q} jest strumieniem ciepła przepływającym przez jednostkę powierzchni w jednostce czasu.

Na podstawie równania (11.1) można wskazać, że przewodzenie ciepła jest procesem stochastycznym, który zależy od gradientu temperatury (a nie tylko od różnicy temperatury między końcami próbki). Ponadto energia cieplna nie jest przenoszona wzdłuż jednej tylko osi z jednego krańca próbki na drugi. Nośniki ciepła, dyfundując bowiem przez preparat, ulegają licznym zderzeniom. Na wartość przewodności cieplnej musi mieć zatem również wpływ średnia droga swobodna nośników energii cieplnej. Na podstawie elementarnej teorii kinetycznej gazów można wykazać, że przewodność cieplna K wyraża się zależnością [256]

$$K = \frac{1}{3} C v l, \quad (11.2)$$

gdzie:

C – pojemność cieplna próbki,

v – średnia prędkość cząstki,

l – średnia droga swobodna między zderzeniami.

W tabeli 11.1 zestawiono wartości średnich dróg swobodnych, czasów relaksacji i prędkości propagacji dla fononów i elektronów rozchodzących się w przewodniku i dielektryku [326]. Przedstawione wyniki wskazują, że mikroskopia bliskich oddziaływań należy do tych technik eksperymentalnych, które umożliwiają diagnostykę właściwości termicznych powierzchni z wymaganą rozdzielczością i czułością.

Tabela 11.1. Porównanie wybranych właściwości fotonów i elektronów [326]

| Parametry | Elektrony w metalu | Fonony w dielektrykach i półprzewodniku |
|---------------------------------|-------------------------------|---|
| Długość fali λ , nm | 0,1÷1 | 1÷5 |
| Średnia droga swobodna l , nm | 10 | 10÷100 |
| Czas relaksacji τ , s | $(10\div 100) \cdot 10^{-15}$ | $(1\div 10) \cdot 10^{-12}$ |
| Prędkość propagacji v , m/s | 10^6 | $(3\div 10) \cdot 10^3$ |

Należy jednak zauważyć, że lokalna rozdzielczość skaningowej mikroskopii bliskich oddziaływań zależy od trzech zasadniczych czynników:

- ◆ promienia zakończenia końcówki mikrosondy termicznej,
- ◆ właściwości kontaktu termicznego ostrza z badaną powierzchnią,
- ◆ właściwości termicznych części sondy pomiarowej.

Dla spotykanej w skaningowej mikroskopii termicznej typowej konfiguracji pomiarowej, w której obserwowane są właściwości dwuwarstwowego układu, obowiązują następujące równania:

$$T_{w1} - T_{w2} = \dot{q} \frac{\sigma_1}{K_1} \quad (11.3)$$

oraz

$$T_{w2} - T_{w3} = \dot{q} \frac{\sigma_2}{K_2}, \quad (11.4)$$

w których:

T_{w1}, T_{w2}, T_{w3} – temperatura panująca na poszczególnych przegrodach,

δ_1, δ_2 – grubości warstw,

K_1, K_2 – przewodności cieplne warstw układu.

W aktywnej mikroskopii bliskiego pola termicznego wygodnie jest opisywać ostrze pomiarowe jako punktowe źródło ciepła o średnicy $2b$, którego temperatura wynosi T_p (rys. 11.4). Ciepło z tego źródła jest transportowane do wnętrza próbki przez układ połączonych szeregowo rezystancji cieplnej warstwy kontaktowej między ostrzem a powierzchnią R_{ts} i rezystancji cieplnej, jaką przedstawia sobą badana próbka R_{ss} . Rezystancję R_{ss} można obliczyć, rozważając transport ciepła przez wnętrze preparatu. Dla półsfery o promieniu r transport ten jest określony równaniem

$$\frac{(T_s - T_0)}{R_{ss}} = -2\pi r^2 K_1 \frac{dT}{dr} = P_s, \quad (11.5)$$

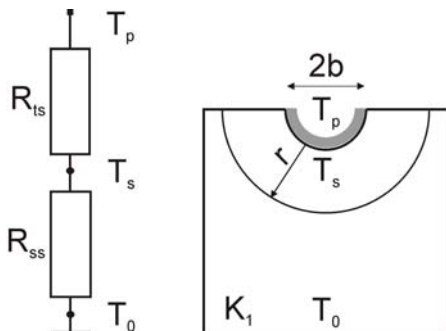
w którym:

K_1 – przewodność cieplna preparatu,

P_s – moc dostarczana do ostrza,

T_0 – temperatura odniesienia próbki,

T_s – temperatura na powierzchni granicznej próbki pod sondą pomiarową.



Rys. 11.4. Aktywna mikroskopia bliskiego pola termicznego – pomiar przewodności cieplnej preparatu

Po rozdzieleniu zmiennych i scałkowaniu

$$K_1 [T]_{T_s}^{T_0} = \frac{P_s}{2\pi} \left[\frac{1}{r} \right]_b^\infty, \quad (11.6)$$

a po przekształceniach

$$P_s = -2\pi K_1 b (T_0 - T_s). \quad (11.7)$$

Po uwzględnieniu równania (11.5) i założeniu, że $T_s \gg T_0$ otrzymuje się zależność

$$P_s = \frac{(T_s - T_0)}{R_{ss}} = 2\pi K_1 b T_s, \quad (11.8)$$

w której

$$R_{ss} = \frac{1}{2\pi K_1 b}. \quad (11.9)$$

Transport ciepła przez warstwę kontaktową między sondą a powierzchnią do wnętrza próbki, przy założeniu, że $T_p \gg T_0$ i po uwzględnieniu równania (11.9), jest zatem określony zależnością

$$P_s = \frac{(T_p - T_0)}{R_{ts} + R_{ss}} = \frac{(T_p - T_0)}{R_{ss} \left(1 + \frac{R_{ts}}{R_{ss}} \right)} \approx \frac{G_{ss} T_p}{\left(1 + \frac{G_{ss}}{G_{ts}} \right)} = \frac{2\pi K_1 b T_p}{1 + \left(\frac{2\pi K_1 b}{G_{ts}} \right)}, \quad (11.10)$$

w której G_{ts} jest konduktancją cieplną warstwy kontaktowej między ostrzem a próbką.

Równanie (11.10) jest podstawowym równaniem aktywnej mikroskopii bliskiego pola termicznego. Analiza równania (11.10) pokazuje, że:

- ♦ moc P_s dostarczana do ostrza jest odwrotnie proporcjonalna do wartości cieplnej, jaka jest widziana pod sondą pomiarową;
- ♦ moc P_s dostarczana do ostrza jest proporcjonalna do wielkości pola kontaktu mikros sondy termicznej z powierzchnią preparatu i przewodności cieplnej próbki K_1 .

Należy jednak zauważyć, że powyższa uwaga jest prawdziwa jedynie wtedy, gdy $2\pi K_1 b / G_{ts} \ll 1$. Oznacza to, że wyznaczanie przewodności cieplnej materiału na podstawie obserwacji stałoprądowego rozprzyszczenia mocy rozpraszanej w ostrzu mikros sondy termicznej jest możliwe jedynie w przypadku próbek o stosunkowo małej przewodności cieplnej. Dla typowych wartości rezystancji cieplnej warstwy przypowierzchniowej ostrze-preparat na poziomie 10^{-6} W/mK i dla promienia kontaktu na poziomie 500 nm oszacowana wartość graniczna przewodności cieplnej preparatu wynosi około 0,3 W/mK.

W przypadku statycznej mikroskopii bliskiego pola termicznego pomiar temperatury za pomocą mikros sondy oporowej może być modelowany układem przedstawionym na rysunku 11.5. Strumień ciepła przenoszony przez układ szeregowo połączonych rezystancji cieplnych kontaktu powierzchni z sondą, ostrza i dźwigni wynosi

$$j_u = \frac{T_s - T_a}{R_{ts} + R_t + R_c}, \quad (11.11)$$

gdzie:

T_s – temperatura powierzchni,

T_p – temperatura sondy,

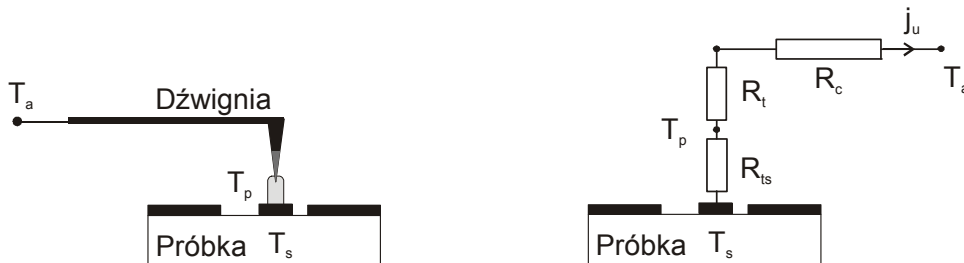
T_a – temperatura uchwytu sondy,

R_t – rezystancja cieplną ostrza pomiarowego,

R_c – rezystancja cieplną belki wspornikowej czujnika.

Temperaturę ostrza T_p można zatem obliczyć na podstawie równania

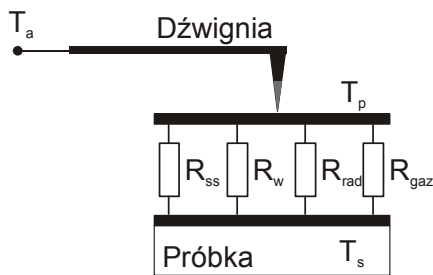
$$T_p = T_s - \frac{R_{ts}}{R_{ts} + R_t + R_c} (T_s - T_a) = T_s - \frac{1}{1 + \frac{R_t}{R_{ts}} + \frac{R_c}{R_{ts}}} (T_s - T_a). \quad (11.12)$$



Rys. 11.5. Statyczna mikroskopia bliskiego pola termicznego

Z zależności (11.12) wynika, że aby temperatura na ostrzu dźwigni T_p odpowiadała temperaturze próbki T_s , powinny być spełnione następujące warunki:

♦ Wartość rezystancji cieplnej kontaktu ostrza z podłożem R_{ts} powinna być możliwie niewielka. Analiza równania (11.12) pokazuje, że istotne jest również, aby stosunek rezystancji R_{ts} do rezystancji całej dźwigni R_c był możliwie duży. Składowymi



Rys. 11.6. Statyczna mikroskopia bliskiego pola termicznego

– transport ciepła między sondą termiczną a badaną powierzchnią

rezystancji cieplnej kontaktu R_{ts} są: rezystancja kontaktu mechanicznego ostrza z powierzchnią R_{ss} , rezystancja warstwy zaadsorbowanej wody w obszarze sondy R_w , rezystancja związana z radiacją ciepła między powierzchnią a sondą R_{rad} i rezystancja cieplna warstwy gazu znajdującego się między ostrzem a powierzchnią R_{gaz} (rys. 11.6). Z analiz przedstawionych w pracy [345] wynika, że decydujący wpływ na transport ciepła w układzie ostrze–powierzchnia ma warstwa wody zaadsorbowanej na powierzchni preparatu (tab. 11.2). Modyfikując skład chemiczny atmosfery, w której są prowadzone po-

miary, można wpływać na wartość tej rezystancji cieplnej i jednocześnie zwiększyć dokładność pomiaru temperatury panującej na powierzchni próbki.

Tabela 11.2. Rezystancje cieplne kontaktu ostrza i powierzchni w mikroskopii termicznej bliskiego pola [345]

| Składowa rezystancji cieplnej między ostrzem a powierzchnią | Rezystancja cieplna K/W |
|---|-------------------------|
| R_{ss} | 10^6 |
| R_w | 10^5 |
| R_{rad} | 10^9 |
| R_{gaz} | 10^7 |

♦ Temperatura zamocowania belki T_a powinna być zbliżona lub – w idealnym przypadku – równa temperaturze T_s panującej na powierzchni. Realizacja tego założenia jest utrudniona, wymaga bowiem integracji z dźwignią mikrogrzejnika, który w układzie regulacji powinien nadążnie zmieniać swoją temperaturę tak, aby minimalizować przepływ ciepła j_u .

♦ Rezystancja cieplna dźwigni R_c powinna być możliwie duża. Realizacja tego założenia wymaga wytrawienia w belce wycięć, które przez zmniejszenie przekroju dźwigni działają jak ekrany cieplne. Innym rozwiązaniem jest wykonanie belki z materiału o możliwie małym przewodnictwie cieplnym. Do materiałów, które są najbardziej predestynowane do tego celu należy azotek krzemu Si_3N_4 , gdyż jego przewodność cieplna jest około dziesięciokrotnie mniejsza od przewodności cieplnej krzemu.

11.3. Układy sterująco-pomiarowe skaningowego mikroskopu bliskiego pola termicznego

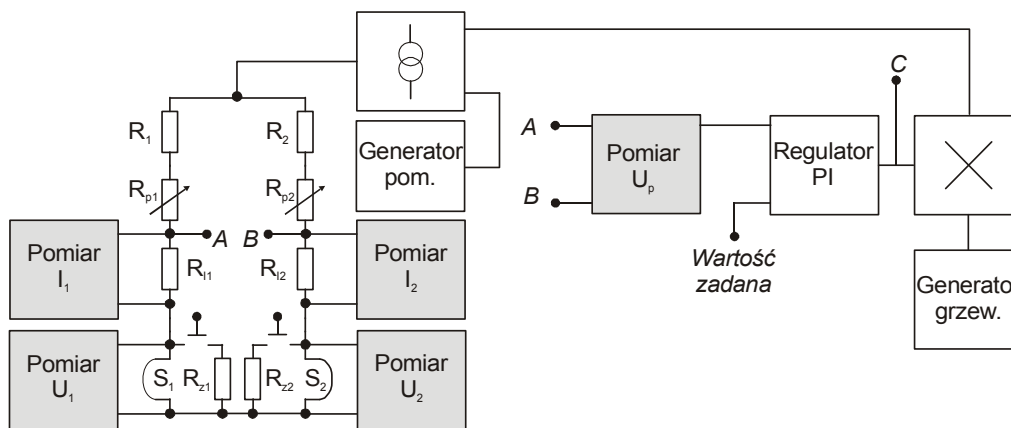
Zastosowanie oporowych sond Wollastona w pasywnej i aktywnej mikroskopii bliskiego pola termicznego wymaga opracowania precyzyjnych elektronicznych układów pomiarowo-sterujących, których zadaniem jest:

- ♦ akwizycja sygnałów, odpowiadających temperaturze końcówki sondy,
- ♦ sterowanie temperaturą ostrza i pomiar mocy elektrycznej dostarczanej do sondy, która jest niezbędna do utrzymania temperatury końcówki na zadanym poziomie.

W opracowanych rozwiązaniach (rys. 11.7) sondy Wollastona S_1 , S_2 są włączone w układ zmiennoprądowego mostka czteroramiennego. Zastosowanie układów zmiennoprądowych eliminuje w tym przypadku wpływ pasożytniczych sił termoelektrycznych w obwodzie i ułatwia eliminację zakłóceń.

W celu uzyskania możliwie dużej czułości pomiarowej mostka niezrównoważonego stosunek sumy rezystancji R_1 i R_{p1} do sumy rezystancji R_{I1} i rezystancji R_{S1} sondy S_1 (odpowiednio sum rezystancji R_2 , R_{p2} do R_{I2} , R_{S2} sondy S_2) powinien być możli-

wie bliski jedności [353]. Spełnienie tego warunku dla typowych sond Wollastona, których rezystancja jest na poziomie $3,5 \Omega$, czyni jednak wstępne równoważenie układu nadzwyczaj kłopotliwym. W przyjętym rozwiązaniu rezystancja rezystorów R_1, R_2 wynosiła 50Ω , rezystancję zaś rezystorów nastawczych R_{p1}, R_{p2} dobierano na poziomie 10Ω . Ponieważ wartości rezystancji gałęzi tworzących mostek są niewielkie, układ zasilano z szerokopasmowego źródła prądowego. Rezystory R_{11}, R_{12} układu pomiarowego są posobnikami do pomiaru prądu przepływającego przez sondy oporowe. Rezystory R_{z1}, R_{z2} służą natomiast jako zastępcze obciążenia stosowane przy wstępnym równoważeniu i kalibracji układu.



Rys. 11.7. Układ sterująco-pomiarowy mikroskopu bliskiego pola termicznego współpracującego z oporowymi sondami Wollastona

Ponieważ w trybie pasywnym mikroskopii termicznej bliskiego pola pomiar napięcia niezrównoważenia był dokonywany w układzie wzmacniacza fazoczułego *Lock-In*, źródło prądowe zasilające mostek było sterowane z precyzyjnego generatora sygnałowego, który charakteryzuje się dużą stabilnością amplitudy i częstotliwości generowanego sygnału. Możliwa jest dzięki temu eliminacja tzw. szumu fazowego, który powstaje, gdy zmienia się różnica faz między sygnałem z przekątnej mostka i ustalonym sygnałem taktującym prostownik wzmacniacza *Lock-In*. W torze pomiarowym wzmacniacza fazoczułego zastosowano również filtry pasmoprzepustowe, których zadaniem jest wstępne odfiltrowanie zakłóceń pomiarowych i ograniczenie szumu. Niestabilność częstotliwości sygnału zasilającego mostek może zatem wpływać na wahania sygnału wyjściowego tych filtrów, szczególnie w przypadku zastosowania układów o dobroci powyżej 5.

W przyjętych rozwiązaniach zastosowano cyfrowe generatory sygnałowe (ang. *Digital Direct Synthesis* – DDS), które zapewniają stabilność generowanych oscylacji na poziomie 20 ppm/K . W przeprowadzanych eksperymentach mostek pomiarowy zasilano prądem o natężeniu $200 \mu\text{A}$. W przypadku takiej wartości prądu zasilającego

nie zaobserwowano samonagrzewania się sondy oporowej. W celu kompensacji wpływu zmian temperatury otoczenia na wynik pomiaru temperatury panującej na powierzchni próbki w obydwie gałęzie mostka pomiarowego włączano sondy Wollastona. Sondę odniesienia mocowano w głowicy pomiarowej możliwie blisko sondy pomiarowej, znajdującej się w kontakcie z preparatem. Na podstawie przedstawionych założeń, po przyjęciu wartości temperaturowego współczynnika zmian rezystancji platyny 0,00392 1/K [354], czułość układu mostkowego (rozumianą jako przyrost wartości skutecznej napięcia na przekątnej mostka przy zmianie temperatury ostrza pomiarowego o 1 K) można oszacować na poziomie 10 $\mu\text{V/K}$. Zdolność rozdzielczą systemu (rozumianą jako zdolność do zaobserwowania najmniejszej zmiany temperatury końcówki oporowej) oblicza się natomiast, odnosząc sumę napięć szumu termicznego rezystorów mostka do oszacowanej powyżej czułości pomiarowej. Szum termiczny rezystorów tworzących mostek oblicza się według zależności

$$u_{R_i} = \sqrt{4k_b T R_i B} \quad (11.13)$$

i

$$u_{S_i} = \sqrt{4k_B T R_{S_i} B}, \quad (11.14)$$

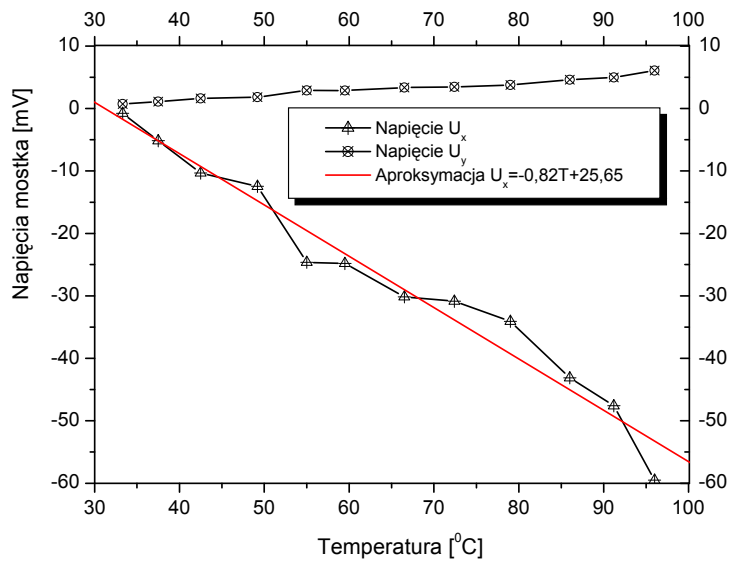
gdzie R_i jest łączną rezystancją oporników włączanych szeregowo z sondami Wollastona o rezystancji R_{S_i} w gałęziach pomiarowych i gałęziach odniesienia mostka pomiarowego.

Występujące w przekątnej pomiarowej mostka napięcie elektryczne, związane z tymi źródłami napięciowymi, wynosi zatem

$$u_{\text{mth}B} = \sqrt{(u_{R_i}^2 + u_{S_i}^2)}. \quad (11.15)$$

Po uwzględnieniu zastosowanych w opracowanym układzie wartości rezystancji jest ono równe w paśmie 10 Hz 5 nV, co odpowiada zmianom temperatury równym 0,5 mK. Należy jednak podkreślić, że powyższe obliczenia mają charakter jedynie przybliżony i służą do wstępnego zdefiniowania wymagań dla elektronicznych układów wejściowych współpracujących z mostkiem. W przypadku praktycznych pomiarów, prowadzonych za pomocą statycznego mikroskopu bliskiego pola termicznego, ogrzewana jest jedynie część sondy oporowej, a nie jej całość, tak jak założono w obliczeniach. Konsekwencją tego zjawiska jest zdecydowanie mniejsza czułość pomiarowa mostka. Wyznacza się ją eksperymentalnie za pomocą mikrostolika, którego temperatura jest jednocześnie precyzyjnie sterowana przez grzejnik grubowarstwowy i mierzona czujnikiem Pt100. Wyniki kalibracji przedstawiono na rysunku 11.8 [355]. Na wykresie zaznaczono napięcia mierzone w układzie prostokątnym na wyjściu układu fazoczułego *Lock-In* po wstępnym wzmocnieniu sygnału z mostka równym 1000 V/V. Napięcie składowe w kierunku osi *Y* zmienia się w zakresie od 0 do 8 mV, przy zmianach napięcia w kierunku osi *X* w zakresie od 0 do 60 mV. Zmiana napięć wyjściowych w kierunku osi *Y* wiąże się głównie ze zmianami impe-

dancji sondy Wollastona (innymi słowy – ze zmianą stosunku reaktancji pętli oporowej do jej rezystancji), które są obserwowane przy ogrzewaniu ostrza za pomocą grzejnika grubowarstwowego. Zmiany te mogą być w istotny sposób zmniejszone wówczas, gdy mostek pomiarowy będzie zasilany sygnałem o mniejszej częstotliwości. Rozwiązanie takie powoduje jednak, że układ będzie rejestrował zmiany temperatury o mniejszej szybkości (innymi słowy – niezbędne będzie w takim przypadku skanowanie powierzchni z mniejszą szybkością).



Rys. 11.8. Kalibracja czułości pomiarowej układu statycznego mikroskopu bliskiego pola termicznego [355]

W opracowanych rozwiązaniach układowych bloku pomiaru temperatury mikros sondy zastosowano małoszumowe zmiennoprądowe wzmacniacze różnicowe o gęstości napięciowego szumu termicznego wejścia na poziomie $5 \text{ nV/Hz}^{0.5}$. Dodatkowo, w celu poprawy stosunku sygnał–szum w torze pomiarowym, zastosowano selektywne filtry aktywne o dobroci 10, dostrojone do częstotliwości nośnej prądu zasilającego mostek. Wyjście filtrów po przeprowadzeniu przez bufor wyjściowe jest łączone z zewnętrznym woltomierzem fazoczułym *Lock-In*.

W przypadku aktywnej mikroskopii bliskiego pola termicznego sonda oporowa, jak już wspomniano, pełni rolę mikrogrzejnika (aktuatora) i czujnika temperatury. Do sondy są zatem doprowadzone dwa sygnały, z których jeden odpowiada za ogrzewanie końcówki, drugi zaś za określenie jej temperatury. Można wskazać dwa sposoby pomiaru i sterowania temperaturą sondy:

♦ **Układy z podziałem czasu.** W tym rozwiązaniu, w jednej fazie cyklu taktowania, dokonywany jest pomiar temperatury sondy, w drugiej zaś fazie taktowania przez

sondę oporową przepuszczany jest prąd grzewczy. W wielu przypadkach moc dostarczana do sondy może być sterowana metodą modulacji szerokości impulsu (ang. *Pulse Width Modulation* – PWM). Istotnym mankamentem tej metody pomiarowej jest jednak konieczność kluczowania prądów o znacznym natężeniu, co może być źródłem wielu zakłóceń, występujących szczególnie w torze (fazie) pomiaru temperatury sondy oporowej.

♦ **Układy z podziałem częstotliwości.** W tej metodzie sonda jest zasilana sumą dwóch sygnałów o różnych częstotliwościach. Jeden z tych sygnałów, o małym poziomie, jest związany z pomiarem temperatury, drugi zaś – o innej częstotliwości – odpowiada za ogrzanie końcówki. Za pomocą układów filtrów selektywnych obydwie sygnały są rozdzielane i poddawane osobnemu przetwarzaniu.

W opracowanym rozwiązaniu użyto układu z podziałem częstotliwości (rys. 11.7). Wyjście bloku do pomiaru temperatury $x(t)$ jest połączone z regulatorem PI. Do drugiego wejścia regulatora podawany jest sygnał wartości zadanej $x^*(t)$, który odpowiada temperaturze, jaka powinna być osiągnięta na końcówce pomiarowej. Różnica tych dwóch sygnałów, nazywana uchybem regulacji $e(t)$, jest poddawana przetwarzaniu proporcjonalno-całkowującemu. W zapisie operatorowym obowiązują zatem następujące równania:

$$E(s) = X(s) - X^*(s) \quad (11.16)$$

oraz

$$U(s) = K_{pT} \left(1 + \frac{1}{T_{iT}s} \right) E(s), \quad (11.17)$$

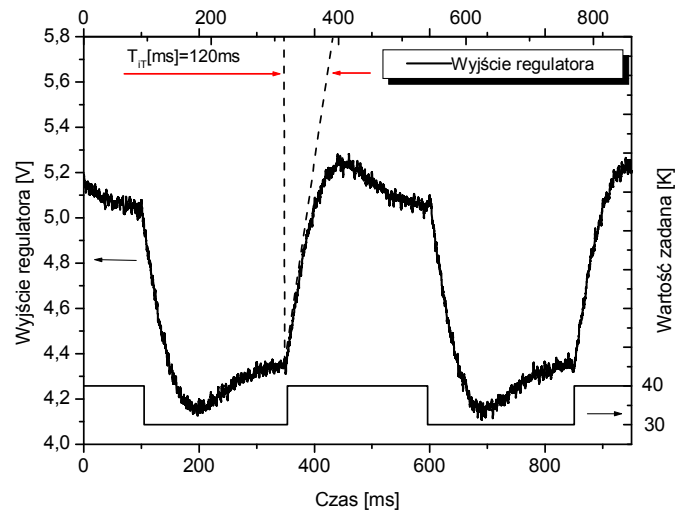
gdzie:

K_{pT} – wzmacnienie proporcjonalne regulatora,

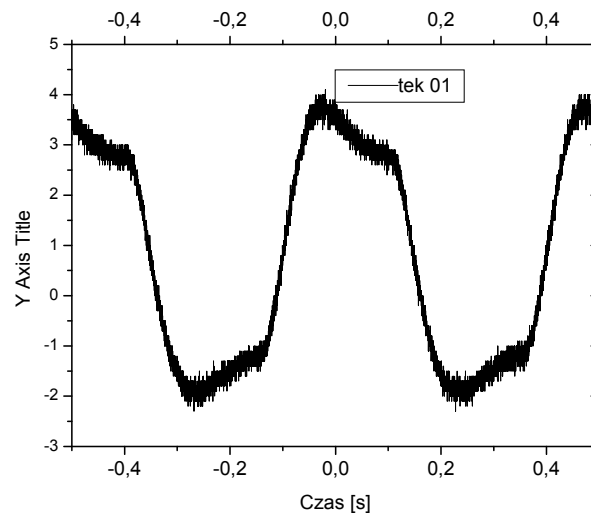
T_{iT} – stała całkowania regulatora.

Wyjście regulatora jest połączone z blokiem mnożnika, którego wejściowe jest zasilane sygnałem z generatora grzewczego. Sygnał wyjściowy mnożnika doprowadzony jest do źródła prądowego, gdzie obydwie sygnały są sumowane w obwodach wejściowych i następnie poddane przetwarzaniu na prąd zasilania układu mostkowego. Sposób działania układu regulacji temperatury sondy pomiarowej mikroskopu bliskiego pola termicznego przedstawiono na rysunku 11.9. W przeprowadzonym eksperymencie ostrze pomiarowe było w kontakcie z powierzchnią litego złota. Temperatura ostrza była mierzona przy zasilaniu mostka prądem o częstotliwości 10 kHz, częstotliwość sygnału grzewczego wynosiła natomiast 1 kHz. Wartość zadaną temperatury sondy modulowano w zakresie od 30 do 40 K powyżej temperatury otoczenia. Sygnał wyjściowy regulatora PI, który zmieniał warunki zasilania mostka z sondą Wollastona w taki sposób, aby odpowiedź bloku pomiaru temperatury końcówki była równa wartości zadanej, przedstawiono w górnej części rysunku 11.9. Na podstawie zarejestrowanego przebiegu można wyznaczyć stałą całkowania regulatora, która jest równa 120 ms. Sygnał wyjściowy regulatora steruje mnożnikiem, który jest z kolei zasilany z generatora sygnału

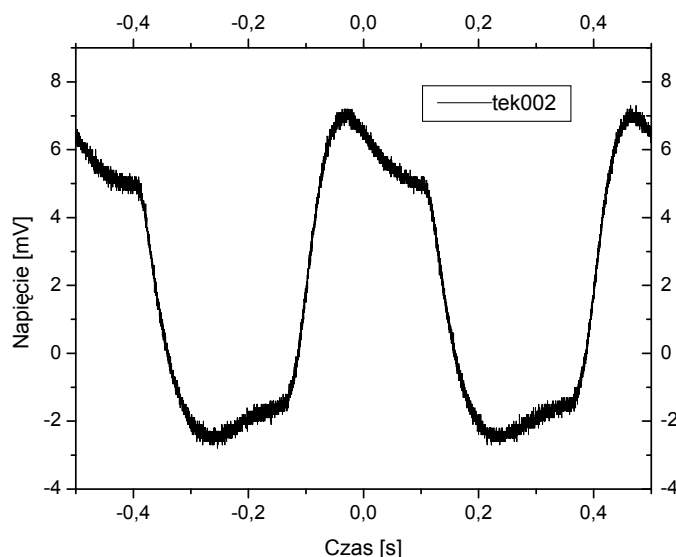
grzewczego (rys. 11.7). Przebieg sygnałów, odpowiadających zmianom prądu zasilania sondy Wollastona i napięcia, które się odkłada na sondzie, przedstawiono na rysunkach 11.10 i 11.11. Sygnały te są mierzone na wyjściu bloków Pomiar I_1 (ewentualnie Pomiar I_2) i Pomiar U_1 (ewentualnie Pomiar U_2).



Rys. 11.9. Sterowanie temperaturą sondy mikroskopu bliskiego pola termicznego



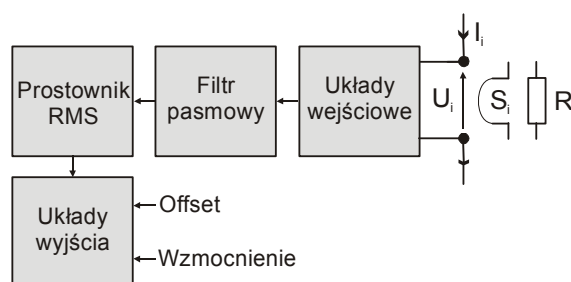
Rys. 11.10. Zmiany prądu zasilającego sondę Wollastona odpowiadające zmianom temperatury o 5 K



Rys. 11.11. Zmiany napięcia odkładanego na sondzie Wollastona odpowiadające zmianom temperatury o 5 K

Rejestracja w czasie skanowania sygnałów odpowiadających prądowi przepływającemu przez sondę i napięciu odkładanemu na pętli Wollastona umożliwia wyznaczenie mocy potrzebnej do utrzymania temperatury czujnika na zadanym poziomie. W przypadku pomiarów próbek o małej przewodności cieplnej i przy założeniu, że warunki skanowania nie zmieniają się w czasie skanowania powierzchni, ze zmian mocy, jaka jest dostarczana do sondy, można wnioskować o zmianach przewodności cieplnej materiałów tę powierzchnię tworzących.

Strukturę układów elektronicznych, które tworzą bloki Pomiar I1, Pomiar I2, Pomiar U1 i Pomiar U2, przedstawiono na rysunku 11.12. Układy te tworzy łańcuch następujących bloków:



Rys. 11.12. Struktura toru pomiaru prądu i napięcia aktywnego mikroskopu bliskiego pola termicznego

- ◆ układy wejściowe pracujące w konfiguracji wzmacniaczy różnicowych sprzęganych zmiennoprądowo z sondą Wollastona S_i lub posobnikiem R_i do pomiaru prądu; układy te konfigurowano w celu zapewnienia możliwie dużej wartości współczynnika tłumienia składowej sumacyjnej (≈ 100 dB) i małego prądu polaryzacji (≈ 10 pA);
- ◆ filtr środkowoprzepustowy dostrojony do częstotliwości sygnału grzewczego o dobroci ustalonej w zakresie od 5 do 10;
- ◆ prostownik sygnału pracujący w paśmie do 2 MHz;
- ◆ układy wyjściowe zawierające filtry dolnoprzepustowe, układy odejmowania składowej stałej i wzmacniacze końcowe o regulowanym wzmocnieniu.

Przyjęta struktura bloku umożliwia prostą adaptację systemu do pomiaru sygnałów o różnych częstotliwościach i zastępuje złożone układy fazoczułe wzmacniaczy *Lock-In*. Zdolność rozdzielcza pomiaru mocy w opisywanym układzie wynosi ≈ 250 pW.

11.4. Wyniki eksperymentalne

11.4.1. Statyczny mikroskop bliskiego pola termicznego

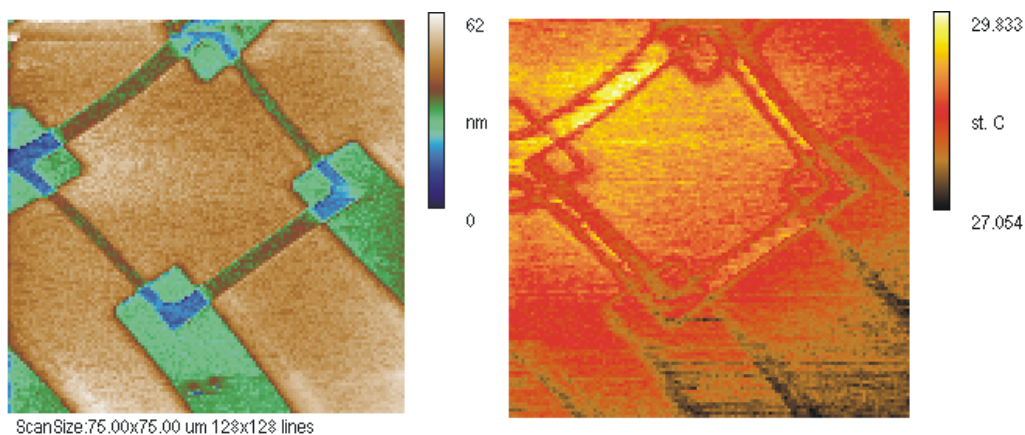
Stacyjny mikroskop bliskiego pola termicznego zastosowano do pomiarów rozkładu temperatury na powierzchni piezorezystywnego detektora ugięcia belki sprężystej [336, 356–358]. Układ mostka był zasilany ze źródła prądowego. Rezystancja piezorezystorów wynosiła 2,7 k Ω .

Wynik pomiaru topografii powierzchni mostka piezorezystywnego zintegrowanego z krzemową belką sprężystą (pole skanowania wynosiło w tym przypadku 75×75 μm) przedstawiono na rysunku 11.13a. Widoczne są piezorezystory i obszary głębokiej dyfuzji, za pomocą których sygnały elektryczne są doprowadzane do struktury mostka piezorezystywnego.

Na rysunku 11.13b przedstawiono wynik pomiaru temperatury w przypadku, gdy mostek był zasilany symetrycznie, tzn. przez każdy z rezystorów mostka przepływał prąd 5 mA (co korespondowało z mocą rozpraszaną w pojedynczym rezystorze na poziomie 67 mW). Zauważalny jest równomierny i występujący w obszarach wszystkich piezorezystorów wzrost temperatury o około 1,8 K.

Na rysunku 11.13c przedstawiono wyniki pomiaru temperatury, w przypadku gdy tylko przez jeden piezorezystor przepływał prąd 5 mA, trzy pozostałe natomiast – połączone szeregowo – były zasilane prądem o natężeniu równym 1,6 mA. Zaobserwowano wzrost temperatury o 1,8 K jedynie w obszarze rezystora zasilanego największym prądem.

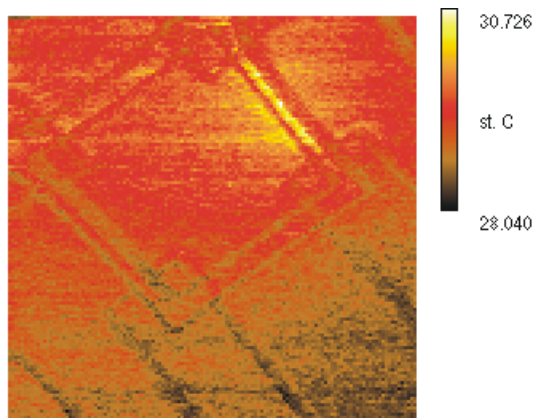
Przeprowadzone eksperymenty wykazały możliwość zastosowania modularnego mikroskopu bliskiego pola termicznego do diagnostyki zachowań termicznych dyskretnych i scalonych elementów mikroelektronicznych.



a)

b)

Rys. 11.13. Pomiar rozkładu temperatury na powierzchni piezorezystywnego detektora ugięcia belki sprężystej:
 a) topografia struktury,
 b) rozkład temperatury, gdy każdy rezystor jest zasilany prądem 5 mA,
 c) rozkład temperatury, gdy tylko jeden piezorezystor jest zasilany prądem 5 mA, przez trzy pozostałe przepływa natomiast prąd 1,6 mA [358]



c)

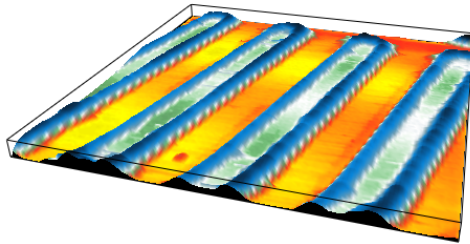
11.4.2. Aktywny mikroskop bliskiego pola termicznego

Na rysunku 11.14 przedstawiono topografię powierzchni struktur platynowych¹, które są osadzone na podłożu krzemowym. Szerokość linii platynowej, zmierzona za pomocą kalibrowanego mikroskopu sił atomowych, wynosi 1 μm , a jej wysokość 80 nm (rys. 11.15). Podwyższenia struktury, widoczne w okolicy jej ścianek bocznych, są związane z technologią *lift off* osadzania warstw metalicznych i są pozostałością platyny po przeprowadzonym procesie elektronolitografii i trawienia. Opisane

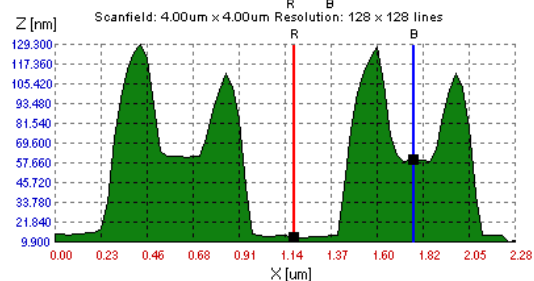
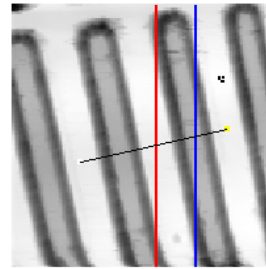
¹ Struktury takie są wykonywane w celu sprawdzania jakości i rozdzielczości przeprowadzanych procesów elektronolitografii. Próbki udostępnione dzięki uprzejmości I. Kosticia z Instytutu Informatyki Słowackiej Akademii Nauk w Bratysławie.

struktury zastosowano do testowania zdolności rozdzielczej skaningowego mikroskopu bliskiego pola termicznego.

Wysokosc : 180.200 nm
 Pole skanowania : 4.000 x 4.000 um
 Liczba linii : 128
 Odleglosc XY punkt od punktu : 31.496 nm

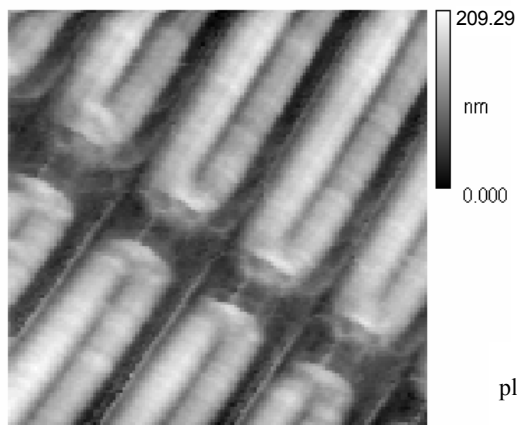


Rys. 11.14. Topografia struktur platynowych osadzonych na powierzchni krzemu (pole skanowania $4 \times 4 \mu\text{m}$)



Rys. 11.15. Wysokość struktur platynowych zmierzona za pomocą skaningowego mikroskopu sił atomowych

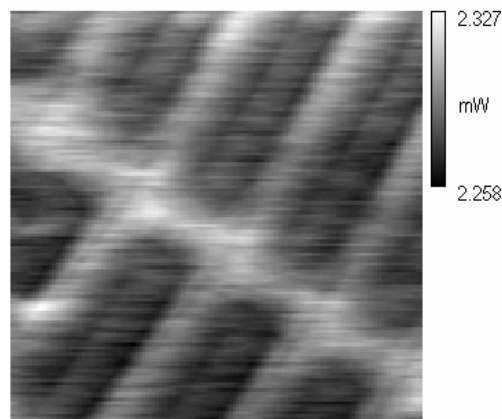
Wynik pomiaru topografii struktur testowych, przeprowadzonego za pomocą mikroskopu termicznego, przedstawiono na rysunku 11.16. Na jakość obrazu topografii powierzchni, uzyskaną za pomocą mikroskopu termicznego wpływa w tym przypadku większy promień końcówki ostrza pomiarowego sondy Wollastona. Ostrze to jest bowiem na tyle duże, że nie jest w stanie wnikać w obszary między liniami i ściankami bocznymi pasków platynowych.



ScanSize:5.25x5.25 um 128x128 lines

Rys. 11.16. Topografia powierzchni struktur platynowych, osadzonych na podłożu krzemowym, zarejestrowana za pomocą skaningowego mikroskopu termicznego bliskiego pola

Na rysunku 11.17 zaprezentowano natomiast wyniki pomiaru obrazu rezystancji termicznych struktur. Temperatura ostrza była stabilizowana na poziomie 335 K (tzn. była podniesiona o 35 °C ponad temperaturę otoczenia). W obszarach linii platynowych zaobserwowano mniejszą rezystancję cieplną aniżeli w polach podłoża krzemowego (różnica mocy koniecznej do utrzymania tej samej temperatury ostrza wynosiła 67 μW).



ScanSize:10.71x10.71 μm 128x128 lines

Rys. 11.17. Obraz rezystancji cieplnych struktur platynowych, osadzonych na podłożu krzemowym, zarejestrowany za pomocą skaningowego mikroskopu termicznego bliskiego pola

Przeprowadzone pomiary wykazały, że termiczna i lokalna zdolność rozdzielcza skonstruowanego mikroskopu pozwala na odwzorowanie właściwości termicznych układu platynowa linia paskowa–podłoże krzemowe w skali submikrometrowej [359].

Przedstawione wyniki pomiarów prowadzonych za pomocą aktywnego mikroskopu bliskiego pola termicznego związane były z pomiarami struktur, w których przewodność cieplna metalizacji była mniejsza od przewodności cieplnej podłoża (przenikalność cieplna platyny wynosi 71 W/mK, a przewodność cieplna krzemu jest równa 140 W/mK [281]).

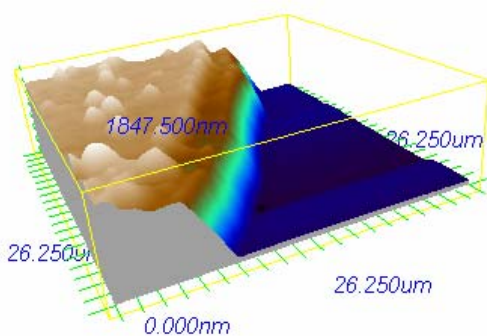
Na rysunkach 11.18 i 11.19 przedstawiono wyniki pomiaru właściwości termicznych struktury MOS, którą tworzy warstwa metalizacji aluminiowej (grubości około 1,5 μm), warstwa dwutlenku krzemu (grubości 60 nm) i podłoże krzemowe. Temperatura ostrza w czasie skanowania wynosiła, podobnie jak w poprzednich eksperymentach, 335 K (tzn. 35 °C powyżej temperatury otoczenia). Analiza obrazu termicznego wskazuje, że na powierzchni aluminium zaobserwowano większą rezystancję cieplną struktury aniżeli na powierzchni cienkiego tlenku podbramkowego.

Zaobserwowany efekt jest związany ze sposobem rozptywu ciepła w warstwie metalizacji aluminiowej i w podłożu krzemowym. Można bowiem rozpatrywać następujące przypadki transportu ciepła w badanej strukturze:

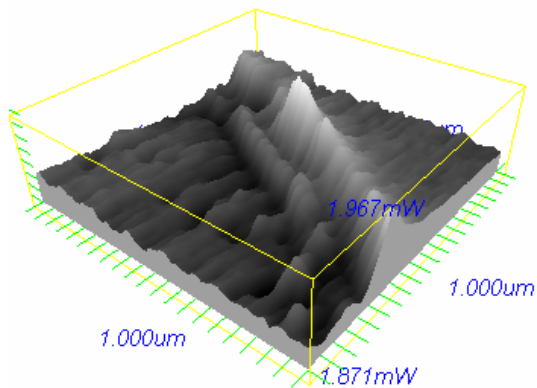
♦ Warstwa aluminium jest osadzona na doskonałym przewodniku ciepła (rys. 11.20a). W tym przypadku można rozważać transport energii na wskroś struktury (ang. *Out-of Plane Heat Transport*)². Załóżmy, że warstwa metalizacji jest stosunko-

² Nie uwzględniono w tym rozumowaniu transportu związanego z radiacją i unoszeniem ciepła.

wo cienka, w porównaniu z założonym promieniem kontaktu cieplnego (500 nm), ale na tyle gruba, aby do obliczeń móc zastosować prawo Fouriera rozptywu ciepła. Konduktancja cieplna takiego kontaktu G'_{ss} , określona równaniem $G'_{ss} = \frac{\pi b^2 K_{Al}}{d}$, wynosi dla $K_{Al} = 234 \text{ W/mK}$ $0,12 \cdot 10^{-3} \text{ K/W}$, a jego rezystancja R'_{ss} jest równa 8160 W/K .



Rys. 11.18. Topografia struktury MOS; pole skanowania $26 \times 26 \mu\text{m}$, 256×256 linii



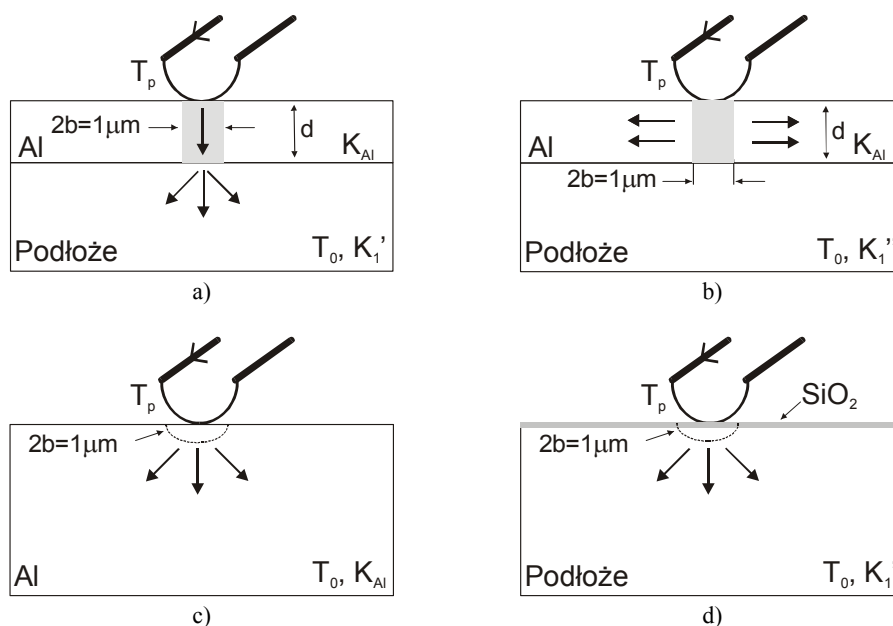
Rys. 11.19. Obraz rezystancji cieplnych struktury MOS obserwowany za pomocą aktywnego mikroskopu bliskiego pola termicznego

♦ Warstwa aluminium jest osadzona na podłożu cieplnie izolującym (rys. 11.20b). W tym przypadku można rozważać transport ciepła w płaszczyźnie metalizacji struktury (ang. *In plane heat transfer*). Wartość konduktancji cieplnej G''_{ss} można oszacować przy założeniu, że ciepło jest transportowane cylindrycznie przez strukturę. Konduktancja ta wyraża się zależnością $G''_{ss} = 2\pi d K_{Al} \frac{1}{\ln \frac{b_2}{b}}$ i przy założeniu, że promień b

jest równy promieniowi struktury $b = 200 \mu\text{m}$, wynosi ona $0,37 \cdot 10^{-3} \text{ K/W}$, a rezystancja cieplna kontaktu R''_{ss} jest równa $2720 \cdot 10^3 \text{ W/K}$.

♦ Ostrze pomiarowe znajduje się w kontakcie z powierzchnią litego podłoża aluminium (rys. 11.20c). Konduktancję cieplną oblicza się, modelując kontakt ciepły ostrza z powierzchnią kontaktem sferycznym $G'''_{ss} = 2\pi K_{Al} b$. W tym przypadku konduktancja ta wynosi $0,74 \cdot 10^{-3} \text{ K/W}$, równoważna zaś jej rezystancja cieplna R'''_{ss} jest równa 1360 K/W .

♦ Ostrze pomiarowe znajduje się w kontakcie z litym podłożem krzemowym (rys. 11.20d). Konduktancja takiego kontaktu, obliczona na podstawie wzoru³ $G_{ss}^{iv} = 2\pi K_{Si}b$, wynosi $0,53 \cdot 10^{-3}$ W/K, jego rezystancja R_{ss}^{iv} jest równa 1872 K/W.



Rys. 11.20. Rozpływ ciepła w układzie cienkowarstwowym

Z przedstawionej analizy wynika, że:

Warstwa metalizacji aluminiowej nie jest podłożem litym dla ciepła transportowanego od mikroostrza do podłoża. Zaobserwowano bowiem, że rezystancja cieplna widziana na podłożu metalicznym jest mniejsza niż zarejestrowana na podłożu z tlenku, podczas gdy wynik obliczeń wskazuje na odwrotną relację.

Transport ciepła w metalizacji aluminiowej badanej struktury MOS może zachodzić nie tylko na wskroś struktury, ale i w jej płaszczyźnie. O wartości rezystancji cieplnej, która jest widziana przez skanujące ostrze, decydują także rezystancje cieplne obszarów przykontaktowych między poszczególnymi warstwami. W opisywanym przypadku zjawiska zachodzące między warstwą aluminium a cienkim tlenkiem mogą być również związane z przyleganiem metalizacji do gładkiego podłoża. Widoczna na rysunku 11.18 duża chropowatość powierzchni aluminium, która zapewne charakteryzuje też warstwę metalizacji od strony tlenku, może w istotny sposób utrudniać odprowadzanie ciepła na wskroś do podłoża krzemowego i stymulować przewodzenie po powierzchni metalicznej.

³ Ponieważ grubość tlenku podbramkowego jest równa 80 nm i ponieważ osadzony on jest na podłożu krzemowym o dobrej przewodności pominięto w obliczeniach jego rezystancję.

12. Mikroskopia sił elektrostatycznych

12.1. Wprowadzenie

Ideą mikroskopii sił elektrostatycznych jest obserwacja oddziaływań elektrostatycznych występujących między przewodzącym ostrzem osadzonym na sprężystej dźwigni a badanym preparatem. Pierwsze eksperymenty, przeprowadzone w 1988 roku, miały na celu lokalną detekcję obecności fotorezystu na powierzchni krzemu i pomiar spadku napięcia wzdłuż złącza pn [33]. Był to początek rozwoju mikroskopii sił elektrostatycznych, która stała się jedną z najważniejszych metod badania zachowań elektrycznych mikro- i nanostruktur. Metoda ta znalazła zastosowanie w obserwacjach:

♦ **Rozkładu ładunków na powierzchni izolatorów.** Prace dotyczyły między innymi osadzania na powierzchni polimeru PMMA za pomocą niklowego mikroostrza ładunku elektrycznego około $2 \cdot 10^{-16}$ C i obserwacji jego przemieszczania [34]. Mikroskop sił elektrostatycznych zastosowano także do obserwacji ładunków na powierzchni warstwy izolatora pokrywającego kanał tranzystora MOS [360]. Badania te prowadzono w celu określenia koncentracji i ruchliwości jonów, które osadzają się w strukturach tranzystorów z tzw. podniesioną bramką (ang. *Suspended Gate MOS*). Obecność tych jonów na powierzchni bramki rzutuje na przewodzenie prądu w kanale tranzystora i wpływa na jego szумы. Zastosowanie mikroskopu sił elektrostatycznych pozwoliło w tym przypadku na określenie powierzchniowej gęstości ładunku na powierzchni bramki o wymiarach $50 \times 50 \mu\text{m}$ rzędu 10^{-9}C/cm^2 [360]. Zmodyfikowany mikroskop sił elektrostatycznych pozwolił również ustalać obecność ładunków w obszarze kontaktowym między domenami ferroelektrycznymi *triglycine sulfate TGS* w polu skanowania $40 \times 40 \mu\text{m}$ [361].

♦ **Rozkładu napięcia na powierzchni układów mikro- i optoelektronicznych.** Przeprowadzenie odpowiedniej detekcji sygnałów związanych z ugięciem belki umożliwia odwzorowanie napięć elektrycznych panujących na badanej powierzchni. Napięcia te mogą odpowiadać:

- Kontaktowej różnicy potencjałów (tzw. napięciu Kelvina), związanej się z różnicą prac wyjścia materiałów tworzących ostrze pomiarowe i preparat, która wynosi $V_{CPD} = (\Phi_2 - \Phi_1)/e$, gdzie Φ_2 i Φ_1 są odpowiednio pracami wyjścia z ostrza i powierzchni, e jest ładunkiem elementarnym.

Eksperymenty przeprowadzone w powietrzu umożliwiły obserwację zmian kontaktowej różnicy potencjałów w układzie warstw złota i palladu w zakresie 0,1 mV z lokalną rozdzielczością 50 nm [362]. Ponieważ wartość kontaktowej różnicy potencjałów zależy od technologii nakładania cienkich warstw, mikroskop sił elektrostatycznych może być w takich przypadkach zastosowany do diagnostyki prowadzonych procesów osadzania. Pomiar kontaktowej różnicy potencjałów mogą także służyć do oceny zjawisk tarcia w układach MEMS [363]. Zmiana pracy wyjścia molekularnej warstwy perfluoroeteru Z-DOL (która pełni rolę molekularnego smaru dla ruchomych części krzemowego mikrosystemu) jest miarą lokalnej jakości pokrycia zmniejszającego tarcie [363]. Badanie takie, w połączeniu z eksperymentami prowadzonymi za pomocą mikroskopu sił tarcia, umożliwiają wszechstronną diagnostykę zachowań trybologicznych w układach mikrosystemowych. Dokładna i ilościowa analiza zarejestrowanych obrazów sił elektrostatycznych wymaga przeprowadzenia pomiaru napięć Kelvina w warunkach ultrawysokiej próżni. W układach takich pomiary są prowadzone na powierzchni czystych kryształów (tzn. niepokrytych warstwą zaadsorbowanej wody i samoistnych tlenków). W układach próżniowych zwiększa się również czułość detekcji oddziaływań skupionych na ostrzu pomiarowym, co umożliwia detekcję napięć Kelvina na poziomie 0,1 mV w skali atomowych defektów na powierzchni GaAs i WSe₂ [364].

- Potencjałom występującym w pracującym układzie mikro- lub optoelektronicznym.

W 1991 roku po raz pierwszy dokonano za pomocą mikroskopu sił elektrostatycznych pomiaru napięć elektrycznych na powierzchni pracującego wzmacniacza operacyjnego [365]. Lokalna rozdzielczość pomiaru wyniosła w przypadku opisywanych eksperymentów około 50 nm, a rozdzielczość detekcji napięć elektrycznych około 1 mV [365]. Mikroskop sił elektrostatycznych został również użyty do pomiaru rozkładu napięć w cienkowarstwowych strukturach InGaAs osadzanych w technologii MOCVD na podłożu InP [366]. Przy zoptymalizowanych warunkach pomiarowych zaobserwowano w tym przypadku zmiany napięć w zakresie do 33 mV w obszarze 1×1 μm [366]. Zastosowanie sond mikromechanicznych o zoptymalizowanych właściwościach metrologicznych i układów detekcji wychylenia ostrza o zwiększonej rozdzielczości pozwoliło na odwzorowanie napięć elektrycznych w strukturze krawędziowego lasera półprzewodnikowego [367]. Laser ten był zbudowany w układzie heterostruktury GaAlSbAs/GaSb, która zawierała pięć studni kwantowych GaInSbAs o szerokości 7 nm, odseparowanych między sobą warstwą GaSb grubości 30 nm. W opisywanym układzie obserwowano spadki napięć między poszczególnymi obszarami heterostruktury z rozdzielczością około 10 mV [367]. Mikroskopia sił elektrostatycznych umożliwiła też pomiary napięć w fotoogniwach CdTe/CdS/SnO₂/szkło i GaInP/GaAs/Ge [368]. Badania te, wykonane przy różnych napięciach polaryzacji struktury, pozwoliły na wskazanie między warstwami CdTe/CdS obszarów zubożenia o szerokości 50 nm [368]. Mikroskopy sił elektrostatycznych o zmodyfikowanej konstrukcji były użyte również do diagnostyki napięć elektrycznych w obwodach mikrofalowych. Badania takie wymagają użycia dźwigni sprężystych, z którymi zintegrowana jest linia kopa-

narna doprowadzająca napięcie elektryczne bardzo wysokiej częstotliwości do mikroostrza pomiarowego [369]. Układy tego typu pozwalają na detekcję napięć w paśmie częstotliwości do 300 GHz z rozdzielczością 1 mV [370]. Systemów pomiaru sił elektrostatycznych w paśmie mikrofalowym użyto też jako wysokorozdzielczych analizatorów transmisji danych cyfrowych przesyłanych z szybkością 500 Mb/s [371]. Czułość systemów mikrofalowych zademonstrowano natomiast podczas badań możliwości detekcji stanów logicznych przesyłanych w układach scalonych pod warstwą pasywacji o grubości 0,5 μm [372].

♦ **Rozkładu pojemności występującej między przewodzącym ostrzem a badanym preparatem.** Z analizy zaprezentowanej w podrozdziale 12.2 widać, że odpowiednia detekcja sygnałów związanych z wychyleniem ostrza umożliwia obserwację zmian pojemności w układzie elektrod, jaki tworzy przewodząca sonda i obserwowana próbka. Na wartość tej pojemności może wpływać:

- Obecność dielektryka pokrywającego przewodzącą powierzchnię.

Do pomiaru rozkładu i grubości fotorezystu na powierzchni krzemowej płytki podłożowej [33] zastosowano mikroskop sił elektrostatycznych. Analogicznego układu użyto też do pomiaru grubości dielektryka osadzonego na powierzchni płytki krzemowej [373].

- Domieszkowanie struktury półprzewodnikowej.

Drugą elektrodę kondensatora ostrze–preparat tworzy chmura ładunku przypowierzchniowego, występującego w objętości półprzewodnika. Pomiar pojemności odwzorowuje zatem lokalny poziom domieszkowania badanej struktury. Przedmiotem pierwszych pomiarów było odwzorowanie obszarów domieszkowania w krzemie n i p o koncentracji domieszki równej – odpowiednio – 10^{20} i 10^{15} cm^{-3} [374]. Zastosowanie dźwigni mikromechanicznych pozwoliło natomiast na obserwacje w skali 100 nm obszarów domieszkowania o poziomie w zakresie od 10^{15} do 10^{20} cm^{-3} [375]. Badania prowadzono również w układach tranzystorów MOS ze słabo domieszkowanym drenem (ang. *Lightly Doped Drain* – LDD) [376]. Długość kanału badanego tranzystora wynosiła w tym przypadku 2 μm , rozdzielczość systemu umożliwiła odwzorowanie obszarów głębokiego domieszkowania w skali około 10 nm.

Należy dodatkowo zaznaczyć, że konsekwencją coraz większego stopnia integracji układów mikro- i nanoelektronicznych jest wytwarzanie elementów półprzewodnikowych z obszarami domieszkowania o głębokości mniejszej niż 1 μm . Dotychczasowe metody badania rozkładu domieszki w układach półprzewodnikowych, takie jak np. spektroskopia masowa jonów wtórnych (ang. *Secondary Ion Mass Spectroscopy* – SIMS), nie pozwalają na diagnostykę struktur o tak małej głębokości. Autor pracy jest zdania, że mikroskopia sił elektrostatycznych i skaningowa mikroskopia pojemnościowa mogą się stać powszechnymi metodami diagnostyki rozkładu domieszkowania w układach ultrawysokiej skali integracji (ang. *Ultra High Scale Integration* – UHSI) i niskowymiarowych strukturach elektronicznych [377, 378]. Metody te pozwalają bowiem na badanie właściwości elektrycznych z lokalną rozdzielczością pojedynczych nanometrów. W przypadku mikroskopii sił elektrostatycznych możliwe stają się

pomiary napięć elektrycznych panujących na badanej powierzchni w mikrofalowym paśmie częstotliwości. Powszechne zastosowanie mikroskopii sił elektrostatycznych w praktyce przemysłowej wymaga jednak:

- ♦ opracowania przewodzących ostrzy pomiarowych o dużej odporności na ścieranie, dobrej przewodności i dużej smukłości,
- ♦ opracowania dźwigni sprężystych o stałej sprężystości mniejszej niż 1 N/m i częstotliwości rezonansowej w zakresie od 70 do 100 kHz,
- ♦ opracowania metod detekcji wychylenia ostrza pomiarowego i warunków skanowania powierzchni, tak aby możliwe było odwzorowanie szczegółów powierzchni w skali około 5 nm [379].

W niniejszym rozdziale omówiono podstawy mikroskopii sił elektrostatycznych i przedstawiono konstrukcje czujników zastosowanych do badań prowadzonych przez autora pracy. Zaprezentowano także wyniki pomiarów sił elektrostatycznych i rozkładu napięć na powierzchni krzemowego piezorezystywnego detektora siły.

12.2. Podstawy teoretyczne

W mikroskopii sił elektrostatycznych pomiar sił elektrostatycznych działających między przewodzącym ostrzem pomiarowym a badaną próbką jest podstawą oceny właściwości elektrycznych preparatu. Ideę mikroskopii sił elektrostatycznych przedstawiono na rysunku 12.1. Osadzone na belce mikroskopu sił elektrostatycznych przewodzące ostrze tworzy wraz z badaną powierzchnią kondensator. Energię takiego kondensatora oblicza się zgodnie z zależnością

$$W_{\text{el}} = \frac{1}{2} C U_c^2,$$

w której:

C – pojemność układu tworzonego przez mikroostrze pomiarowe i badaną powierzchnię,

U_c – napięcie elektryczne między okładkami kondensatora [380].

Siła elektrostatyczna występująca w tym układzie wyraża się zależnością

$$F_{\text{el}} = -\frac{dW_{\text{el}}}{dz} = -\frac{1}{2} U_c^2 \frac{dC}{dz}. \quad (12.1)$$

Wartość siły elektrostatycznej F_{el} zatem można obliczyć, modelując pojemność między mikroostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią układem kondensatora płaskiego lub sferycznego. W przypadku kondensatora płaskiego (rys. 12.1) pojemność między okładkami wynosi

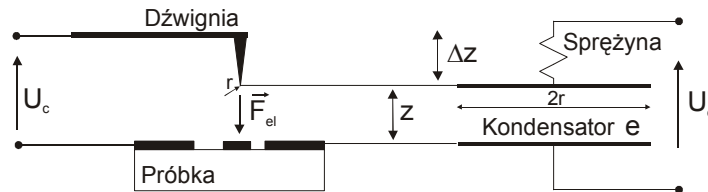
$$C = \frac{\epsilon_0 A}{z}, \quad (12.2)$$

gdzie:

ε_0 – przenikalność dielektryczna próżni,

z – odległość między ostrzem a powierzchnią,

A – powierzchnia okładki kondensatora o promieniu r równa w przyjętych obliczeniach $A = \pi r^2$.

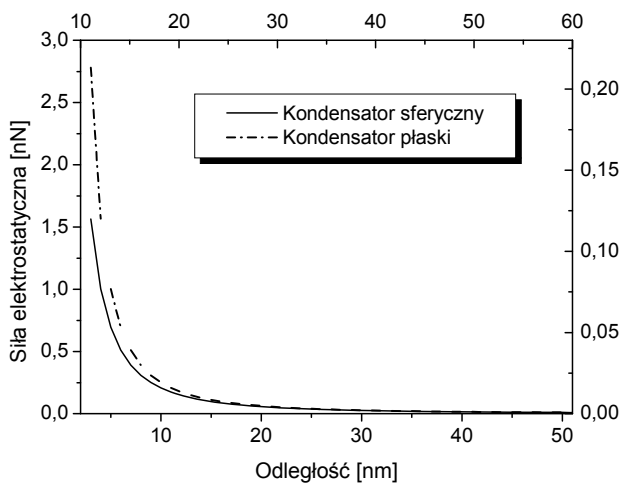


Rys. 12.1. Rozkład sił elektrostatycznych między ostrzem pomiarowym a powierzchnią

Siłę elektrostatyczną można zatem obliczyć według równania

$$F_{el} = \frac{1}{2} \frac{\varepsilon_0 A}{z^2} U_c^2. \quad (12.3)$$

Na rysunku 12.2 przedstawiono wartość siły elektrostatycznej F_{el} obliczonej dla kondensatora tworzonego przez przewodzące ostrze krzemowe o promieniu końcówki r równym 10 nm i napięciu U_c o wartości 1 V.



Rys. 12.2. Siły elektrostatyczne między ostrzem a powierzchnią w układzie kondensatora płaskiego i sferycznego

Analogiczne obliczenia można przeprowadzić, zakładając sferyczny model kondensatora ostrze pomiarowe–badana powierzchnia. W tym przypadku pojemność C oblicza się na podstawie równania [380]

$$C = 4\pi \varepsilon_0 r \sinh(\alpha) \sum_{n=1}^{\infty} [\sinh(n\alpha)]^{-1}, \quad (12.4)$$

w którym współczynnik α wyraża się zależnością

$$\alpha = \cosh^{-1}\left(1 + \frac{z}{r}\right) \ln \left[1 + \frac{z}{r} + \sqrt{\left[\frac{z^2}{r^2} + 2\frac{z}{r}\right]} \right]. \quad (12.5)$$

Prowadzenie obliczeń według równań (12.4) i (12.5) jest utrudnione i dlatego modelowanie układu pojemności między sferycznym ostrzem a powierzchnią jest dokonywane wtedy, gdy odległość między ostrzem a powierzchnią z jest dużo większa od promienia końcówki mikroostrza pomiarowego r , tzn. $z \gg r$. W tym przypadku pojemność między mikrosondą a powierzchnią oblicza się zgodnie z zależnością

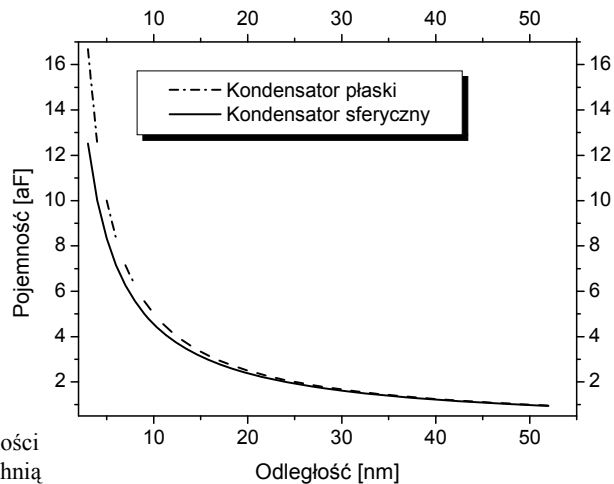
$$C \approx 2\pi\epsilon_0 \frac{r^2}{z}, \quad (12.6)$$

siłę elektrostatyczną F_{el} natomiast z zależności

$$F_{el} \approx \pi\epsilon_0 \frac{r^2}{z^2} U_c^2. \quad (12.7)$$

Należy zaznaczyć, że gdy wysokość zawieszenia ostrza nad powierzchnią jest mniejsza niż 5 nm, oddziaływania kapilarne związane z obecnością wody zaadsorbowanej na badanej powierzchni są zdecydowanie większe od występujących w tym układzie sił elektrostatycznych. Jednocześnie pole elektryczne występujące między ostrzem a preparatem już przy napięciach około 1 V może przekraczać napięcie przebicia powietrza. W praktyce laboratoryjnej zatem wszystkie obliczenia obserwowanych pojemności i sił elektrostatycznych należy rozważać wtedy, gdy odległości między końcówką pomiarową i próbką są większe niż 5 nm.

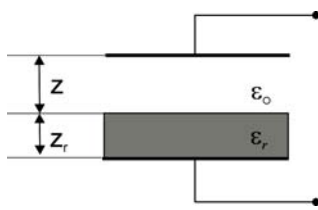
Obliczone dla płaskiego i sferycznego modelu kondensatora wartości pojemności występującej między ostrzem a powierzchnią przedstawiono na rysunku 12.3.



Rys. 12.3. Rozkład pojemności między ostrzem a powierzchnią

Obliczenia wykonano przy założeniu, że napięcie między ostrzem a powierzchnią U jest równe 1 V, a promień końcówki ostrza pomiarowego r ma 10 nm. Wartości te są mniejsze niż 10^{-19} F, a więc są niemierzalne metodami elektrycznymi. W praktyce laboratoryjnej i w obliczeniach technicznych modelowanie pojemności między ostrzem a powierzchnią za pomocą kondensatora płaskiego jest stosowane częściej. Umożliwia ono bowiem prostą i intuicyjnie naturalną ocenę pojemności i sił obserwowanych w mikroskopii sił elektrostatycznych.

Analiza wzoru (12.1) pokazuje, że siła elektrostatyczna F_{el} zależy od:



Rys. 12.4. Rozkład pojemności w układzie z pokryciem powierzchni preparatu warstwą dielektryczną pasywowującą

♦ **Wartości pojemności** występującej między mikrosondą a badaną powierzchnią, która zależy nie tylko od odległości między ostrzem a próbką, ale również od wartości przenikalności dielektrycznej warstwy pokrywającej powierzchnię. Na rysunku 12.4 pokazano układ powietrznego kondensatora płaskiego wypełnionego częściowo dielektrykiem o przenikalności dielektrycznej ϵ_r i grubości z_r . Pojemność takiego układu wynosi

$$C = \frac{\epsilon_0 A}{z + \frac{z_r}{\epsilon_r}}. \quad (12.8)$$

Siłę elektrostatyczną można zatem obliczyć na podstawie wzoru

$$F_{el} = -\frac{1}{2} \frac{\epsilon_0}{\left(z + \frac{z_r}{\epsilon_r}\right)^2} U_c^2. \quad (12.9)$$

Obecność dielektryka między okładkami kondensatora zmniejsza siłę elektrostatyczną działającą na mikroostrze pomiarowe [372]. Zakładając stałą wysokość zawieszenia z mikroostrza nad badaną powierzchnią, stosunek wartości siły elektrostatycznej występującej między okładkami kondensatora w układzie z przekładką i bez przekładki dielektrycznej oblicza się według wzoru

$$\beta = \frac{F_{el\,di}}{F_{el\,o}} = \left[\frac{z}{z + \frac{z_r}{\epsilon_r}} \right]^2,$$

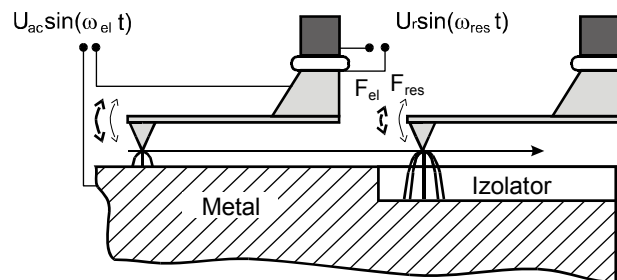
w którym:

$F_{el\,di}$ – siła elektrostatyczna występująca między okładkami kondensatora z przekładką dielektryczną,

$F_{el\,o}$ – oddziaływanie elektrostatyczne w kondensatorze bez warstwy dielektrycznej.

W przypadku badań mikroelektronicznych układów scalonych grubość izolującej warstwy dielektrycznej jest zdecydowanie większa od wysokości, na jakiej jest zawieszono ostrze, co prowadzi do istotnego zmniejszenia siły elektrostatycznej działającej na ostrze. Jeśli wysokość zawieszenia z sondy ponad powierzchnią jest równa 10 nm, grubość tlenku izolującego z_r wynosi 1 μm , a przenikalność elektrycznej warstwy ϵ_r przyjmuje wartość 4,2, to współczynnik β wynosi 0,04.

♦ **Wartości napięcia** między okładkami kondensatora, które jest sumą potencjałów przykładanych do ostrza pomiarowego i potencjałów panujących na badanej powierzchni. Zastosowana metoda pomiarowa powinna zatem umożliwiać selektywną obserwację napięcia panującego między ostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią i jednocześnie pojemności w tym układzie występującej. Pomiary te powinny być prowadzone w stałej odległości między sondą a preparatem. W mikroskopii sił elektrostatycznych stabilizacja wysokości zawieszenia ostrza odbywa się tak, jak w rezonansowej mikroskopii sił odpychających. W tym przypadku belka z przewodzącym ostrzem jest wprowadzana w mechaniczne drgania rezonansowe. Wartość amplitudy tych drgań odpowiada wartości oddziaływań przyciągających (np. oddziaływań van der Waalsa) występujących między ostrzem a powierzchnią. Sterowanie wysokością zawieszenia czujnika ponad skanowaną powierzchnią, tak aby wartość tych oddziaływań pozostawała na zadanym poziomie, odpowiada stabilizacji odległości między okładkami kondensatora tworzonymi przez mikroostrze pomiarowe i powierzchnię badanego preparatu (rys. 12.5).



Rys. 12.5. Idea mikroskopii sił elektrostatycznych; przewodzące ostrze pomiarowe drga z częstotliwością rezonansową nad badaną powierzchnią

W mikroskopii sił elektrostatycznych przewodzące ostrze pomiarowe jest polaryzowane dodatkowo napięciem elektrycznym $U_{el} = U_{ac} \sin \omega_{el} t$. Po uwzględnieniu, że napięcie między mikroostrzem a powierzchnią jest sumą napięcia przyłożonego do sondy i potencjału powierzchniowego $U_c = U_{el} + U_{dc}$, siłę elektrostatyczną działającą między ostrzem a powierzchnią oblicza się zgodnie ze wzorem

$$F_{el} = \frac{1}{2} \frac{dC}{dz} \left[\left(U_{dc}^2 + \frac{1}{2} U_{ac}^2 \right) + 2U_{dc} U_{ac} \sin(\omega_{el} t) - \frac{1}{2} U_{ac}^2 \cos(2\omega_{el} t) \right] \quad (12.10)$$

$$= [F_{dc} + F(\omega_{el}) + F(2\omega_{el})].$$

Po uwzględnieniu liniowej zależności między siłą działającą na mikroostrze a ugięciem dźwigni wychylenie ostrza oblicza się według wzoru

$$z_{el} = \frac{1}{2k} \frac{dC}{dz} \left[\left(U_{dc}^2 + \frac{1}{2} U_{ac}^2 \right) + 2U_{dc}U_{ac} \sin(\omega_{el} t) - \frac{1}{2} U_{ac}^2 \cos(2\omega_{el} t) \right] \quad (12.11)$$

$$= [z_{dc} + z(\omega_{el}) + z(2\omega_{el})],$$

w którym k jest stałą sprężystości stosowanej dźwigni.

W widmie sygnału pomiarowego odpowiadającego oddziaływaniu elektrostatycznemu między dźwignią a powierzchnią występują zatem następujące składowe:

- ♦ Składowa o pulsacji ω_{el} , której amplituda wynosi

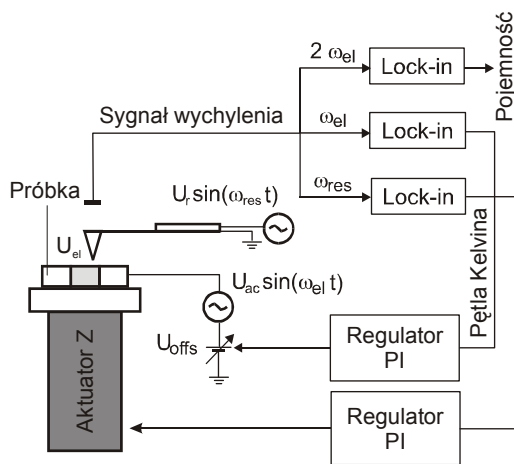
$$z_{\omega_{el}} = \frac{1}{k} \frac{dC}{dz} U_{dc} U_{ac}. \quad (12.12)$$

Pomiar tego sygnału umożliwia określenie wartości potencjału elektrycznego U_{dc} panującego na powierzchni badanego preparatu. W pomiarach tych do próbki przykłada się dodatkowe napięcie pomocnicze, którego wartość jest ustalana w pętli sprzężenia zwrotnego. Napięcie to jest tak sterowane, aby sygnał wychylenia mikrosondy o pulsacji ω_{el} był w pełni kompensowany. Opisana pętla sprzężenia zwrotnego nazywana jest również *pętlą Kelvina*.

- ♦ Składowa o pulsacji $2\omega_{el}$, której amplituda wynosi

$$z_{2\omega_{el}} = \frac{1}{k} \frac{dC}{dz} \frac{U_{ac}^2}{4}. \quad (12.13)$$

Pomiar tego sygnału umożliwia określenie rozkładu pojemności między mikroostrzem pomiarowym a badaną powierzchnią.



Rys. 12.6. Układ pomiarowy mikroskopu sił elektrostatycznych

Schemat układu pomiarowego mikroskopu sił elektrostatycznych przedstawiono na rysunku 12.6. Zaznaczono trzy główne obwody:

- ♦ Obwód detekcji sił odpychających, którego zadaniem jest utrzymanie stałej wysokości zawieszenia ostrza pomiarowego nad badaną powierzchnią. Układ jest połączony z aktuatorem zmieniającym odległość między sondą a powierzchnią.

- ♦ Obwód detekcji składowej o pulsacji ω_{el} . Wejściowy wzmacniacz fazoczuły jest połączony z regulatorem PI, którego napięcie wyjściowe U_{offs} jest

sumowane z napięciem zasilania ostrza pomiarowego $U_{el} = U_{ac} \sin(\omega_{el}t)$. Napięcie U_{offs} jest natomiast tak ustalane przez regulator PI, aby kompensować składową sygnału o pulsacji ω_{el} . W ten sposób napięcie wyjściowe regulatora „śledzi” potencjał panujący na powierzchni preparatu. Opisywany obwód nazywany jest również obwodem Kelvina.

♦ Obwód detekcji sygnału o pulsacji $2\omega_{el}$. Detekcja tego sygnału odwzorowuje wartość pojemności występującej między mikrosondą pomiarową a badanym preparatem.

12.3. Czujniki pomiarowe stosowane w mikroskopii sił elektrostatycznych

12.3.1. Czujnik piezorezystywny

z przewodzącym ostrzem pomiarowym (struktura SOI)

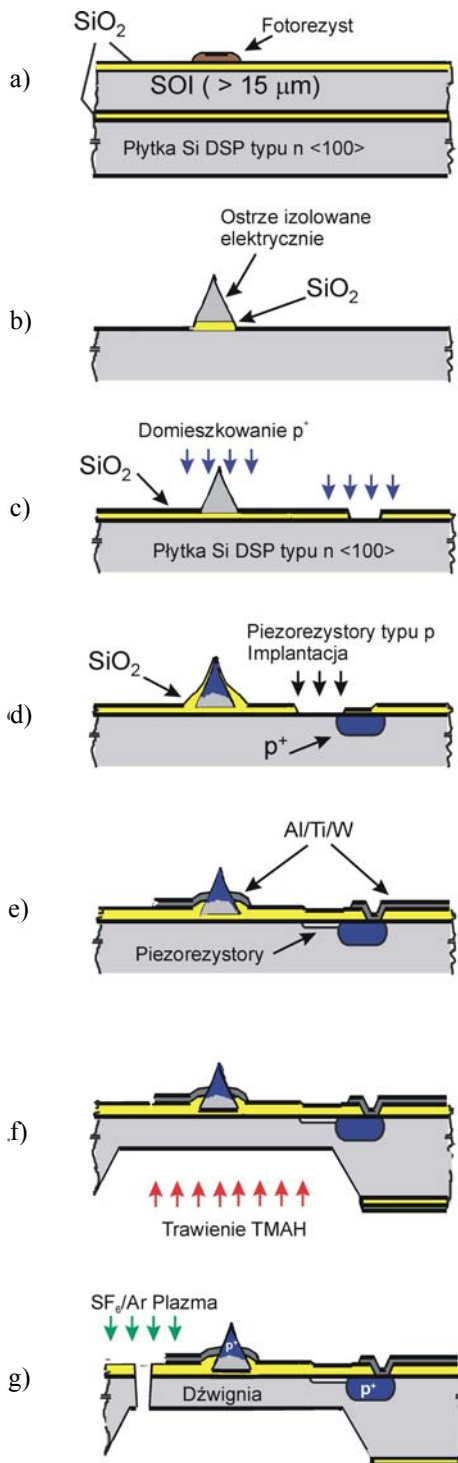
Proste dźwignie piezorezystywne są z powodzeniem stosowane w statycznej i rezonansowej mikroskopii sił atomowych oraz w mikroskopii sił tarcia. Cechą charakterystyczną procesu wytwarzania prostej dźwigni piezorezystywnej jest trawienie ostrza pomiarowego z tego samego materiału, z jakiego jest wykonana dźwignia. W przypadku tych czujników nie jest zatem możliwa polaryzacja mikros sondy pomiarowej napięciem elektrycznym. Wyklucza to zastosowanie opisywanych sensorów w mikroskopii sił elektrostatycznych, skaningowej mikroskopii pojemnościowej i mikroskopii rezystancji rozplwywu. Główne procesy wytwarzania prostej dźwigni piezorezystywnej obejmują następujące kroki technologiczne [381, 382, 383, 384]:

♦ **Formowanie ostrza pomiarowego** w procesie anizotropowego trawienia krzemu. Ostrze to, które tworzą ściany krystalograficzne [338], ma wysokość około $10 \mu\text{m}$, określoną przez wymiar obszaru maskowanego w procesie trawienia i charakteryzuje się promieniem końcówki około 30 nm [383, 139].

♦ **Wytwarzanie układu piezorezystywnego detektora** wychylenia końcówki pomiarowej. Procesy te obejmują implantację piezorezystorów, głębokie dyfuzje doprowadzeń, metalizację pól i ścieżek kontaktowych. Opisywanym procesom towarzyszą procesy litografii połączone z utlenianiem i otwieraniem okien kontaktowych.

♦ **Wytworzenie membrany mikromechanicznej** w procesie anizotropowego trawienia krzemu. W procesie tym definiuje się grubość piezorezystywnej belki sprężystej. Jest on wykonywany w roztworach KOH lub TMAH od tylnej strony płytki podłożowej (na przedniej stronie płytki wytworzono strukturę mostka piezorezystywnego). Trawienie membrany mikromechanicznej jest jednym z najbardziej krytycznych procesów wytwarzania dźwigni piezorezystywnej. Proces ten jest przeprowadzany w uchwycie, który musi zapewnić ochronę przedniej strony płytki, wysoka szczelność w kąpielach i jednocześnie nie powinien wprowadzać naprężeń mechanicznych w trawionej płytce.

♦ **Formowanie kształtu dźwigni piezorezystywnej** w procesie trawienia plazmowego. Z utworzonej w poprzednim kroku technologicznym membrany na jej



przedniej stronie (tzn. po stronie detektora piezorezystywnego) wycinana jest belka piezorezystywna. Procesowi temu towarzyszy [fotolitografia](#) definiująca zarys belki. Ostatnim krokiem technologicznym jest usunięcie w procesie trawienia plazmowego warstwy fotorezystu chroniącego mikroostrze pomiarowe.

W celu utworzenia mikroostrza izolowanego od dźwigni opisywany powyżej proces został zmodyfikowany [138, 139]. Punktem wyjścia było zastosowanie płytek podłożowych typu SOI. Płytki takie składają się z [monokrystalicznej krzemowej płytki podłożowej pokrytej warstwą dwutlenku krzemu, na którym wytworzona jest warstwa monokrystalicznego krzemu o grubości od ułamka do kilkudziesięciu mikrometrów \(zależnie od zastosowania\)](#). Ideą procesu wytwarzania piezorezystywnych dźwigni do mikroskopii sił elektrostatycznych jest:

- ♦ formowanie przewodzącego ostrza z górnej, cieńszej warstwy płytki,

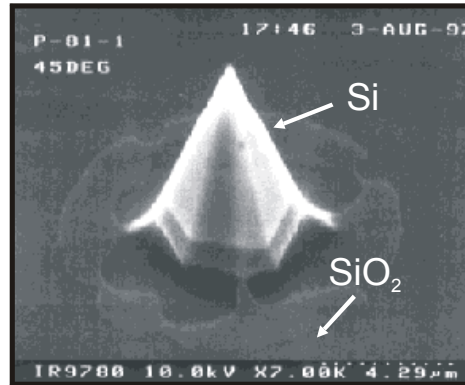
- ♦ wytwarzanie dźwigni sprężystej wraz z detektorem ugięcia ostrza z warstwy dolnej.

Oto szczegółowy opis procesu wytwarzania belki piezorezystywnego dla mikroskopii sił elektrostatycznych [139]:

W procesach 1a i 1b (rys. 12.7) trawione jest ostrze pomiarowe piezorezystywnego dźwigni sprężystej. Utworzone ostrze jest osadzone na warstwie izolatora płytki SOI. Ostrze to nie jest zatem połączone elektrycznie z dźwignią sprężystą. Na rysunku 12.8 przedstawiono kształt krzemowego ostrza pomiarowego piezorezystywnego dźwigni do mikroskopii sił elektrostatycznej osadzonej na podłożu dielektrycznym.

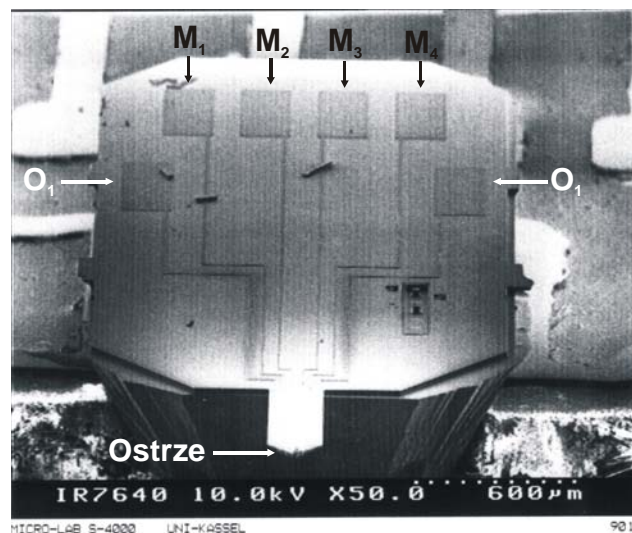
Rys. 12.7. Proces wytwarzania piezorezystywnego dźwigni do mikroskopii sił elektrostatycznych [139]

W procesach 1c i 1d (rys. 12.7) wytwarzane są doprowadzenia (głęboka dyfuzja) do detektora piezorezystywnego. Przeprowadzany proces wykonywany jest również w obrębie ostrza, co czyni je przewodzącym. Po wykonaniu dodatkowych procesów litograficznych i trawieniu tlenku proszony jest proces implantacji boru w celu wytworzenia piezorezystorów mostka Wheatstone'a. Następnie proces metalizacji (krok 1e) ma za zadanie połączenie detektora piezorezystywnego z polami kontaktowymi czujnika. W procesie tym wykonywane jest również doprowadzenie w postaci metalizacji do ostrza pomiarowego.



Rys. 12.8. Krzemowe ostrze pomiarowe osadzone na warstwie izolatora płytki SOI [139]

W procesach 1f i 1g (rys. 12.7) przeprowadzane są procesy technologiczne kształtujące piezorezystywną belkę pomiarową mikroskopu sił elektrostatycznych. Na drodze trawienia anizotropowego wykonywana jest membrana mikromechaniczna, z której następnie utworzona zostanie belka sprężysta. Po zabezpieczeniu ostrza pomiarowego i układu detektora piezorezystywnego warstwą fotorezystu dźwignia pomiarowa jest następnie formowana metodą trawienia plazmowego.



Rys. 12.9. Dźwignia piezorezystywna z przewodzącym ostrzem pomiarowym [139]

Piezorezystywną dźwignię mikroskopu sił elektrostatycznych przedstawiono na rysunku 12.9. Widoczne są cztery wyprowadzenia metalizacji detektora piezorezy-

stycznego i dwa do przewodzącego ostrza osadzonego na końcówce belki. Wymiary dźwigni wynoszą odpowiednio: długość 600 μm , szerokość 200 μm , grubość – w zależności od położenia na płytce – waha się od 6 do 20 μm . Stałe sprężystości skonstruowanych dźwigni mieszczą się zatem w zakresie od 8,5 do 314,8 N/m, a ich częstotliwości rezonansowe leżą w przedziale od 23 do 76 kHz.

12.3.2. Czujniki z metalowym ostrzem pomiarowym

W mikroskopii bliskich oddziaływań do badania właściwości elektrycznych powierzchni stosowane są w praktyce laboratoryjnej dźwignie sprężyste z ostrzami pomiarowymi pokrywanymi cienką warstwą PtIr, NiCr. Belki te współpracują zwykle z natężeniowymi lub interferometrycznymi detektorami ruchu ostrza pomiarowego. Dźwignie tych czujników charakteryzują się z reguły bardzo dobrymi parametrami mechanicznymi, umożliwiającymi pomiary w rezonansowym trybie mikroskopii sił atomowych. Możliwości zastosowań opisywanych czujników w badaniach właściwości elektrycznych są jednak ograniczone przez nierównomierne pokrycie warstwą metaliczną końcówki ostrza. Pokrycia te charakteryzują się również małą odpornością mechaniczną na ścieranie, co powoduje degradację ich właściwości metrologicznych w czasie skanowania powierzchni. Zużycie tych warstw jest szczególnie widoczne w skaningowej mikroskopii pojemnościowej, gdzie ostrze znajduje się w kontakcie z podłożem, a siła nacisku mieści się w zakresie do 1 μN . Dodatkowo warstwy przewodzące są nakładane od strony mikroostrza i ścieżka metaliczna doprowadzająca sygnał elektryczny do końcówki sondy silnie zaburza rozkład pojemności występującej między ostrzem a powierzchnią [387]. W badaniach rezystancji rozplywu i skaningowej mikroskopii pojemnościowej zastosowanie znalazły również czujniki z ostrzami pokrytymi warstwą diamentową [73]. Duże wartości stałych sprężystości belki i niskie częstotliwości rezonansowe dźwigni uniemożliwiają ich zastosowanie w rezonansowych technikach mikroskopii bliskich oddziaływań. Pokrycia diamentowe ostrzy czynią ich zbocza nieregularnymi, co utrudnia wysokorozdzielcze pomiary topografii.

Mając na uwadze przedstawioną powyżej charakterystykę, w ramach badań prowadzonych wspólnie z Instytutem Technologii Elektronowej w Warszawie i Uniwersytetem w Kassel (Niemcy), skonstruowano i zastosowano eksperymentalnie krzemowe dźwignie sprężyste o metalowym ostrzu pomiarowym [140]. Dodatkowo cechą, która wyróżnia omawiany czujnik na tle innych opracowań, jest doprowadzenie sygnału elektrycznego po górnej stronie mikro-dźwigni. Przyjęte rozwiązanie powoduje, iż metalizacja doprowadzenia nie zaburza pola elektrycznego wokół ostrza pomiarowego. Procesy wytwarzania sondy pomiarowej obejmują następujące główne kroki technologiczne [140]:

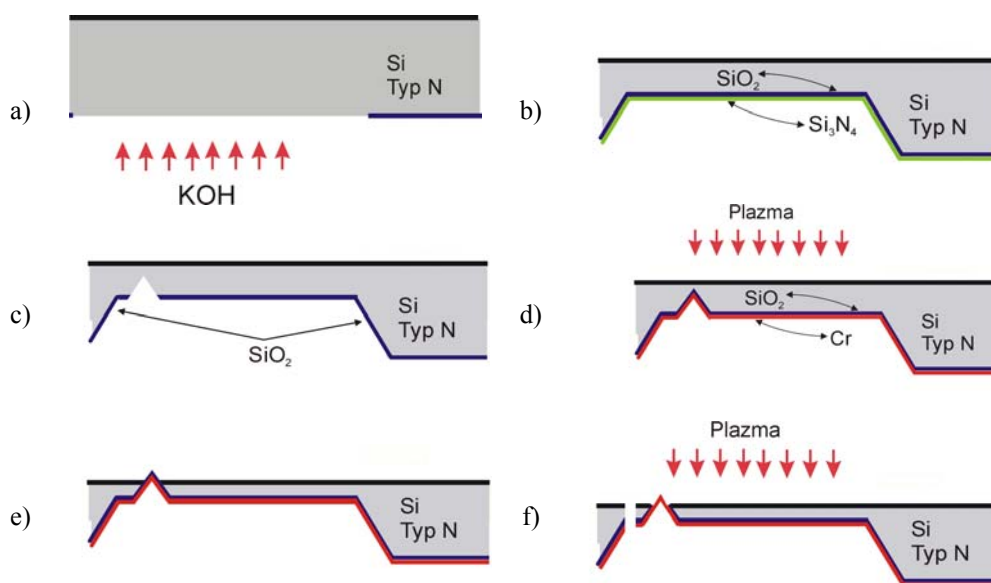
1. Trawienie w roztworze KOH membrany krzemowej, w której wykonywana będzie następnie mikro-dźwignia wraz z ostrzem pomiarowym (rys. 12.10a). **Grubość membrany musi być przy tym większa niż suma grubości przyszłej belki i wysokości**

ostrza. Po przeprowadzonym procesie trawienia membrana ta jest utleniana i pokrywana warstwą azotku krzemu (rys. 12.10b).

2. Litografia i trawienie anizotropowe repliki ostrza pomiarowego (rys. 12.10c). Proces ten jest wykonywany na tylnej ścianie membrany po przeprowadzeniu litografii i otwarciu okna definiującego kształt ostrza w warstwach tlenku i azotku. Po zakończonym procesie trawienia sondy usuwana jest warstwa azotku i całość struktury jest ponownie utleniana. Zadaniem tej warstwy jest odizolowanie przyszłego metalowego ostrza pomiarowego od krzemowej dźwigni sprężystej. Na wytworzonej warstwie tlenku osadzany jest następnie chrom, który tworzy również strukturę przyszłego ostrza.

3. Trawienie plazmowe przeprowadzane od przedniej strony membrany (rys. 12.10d). Zadaniem tego procesu jest zdefiniowanie grubości belki i odsłonięcie pokrytego tlenkiem ostrza pomiarowego (rys. 12.10e).

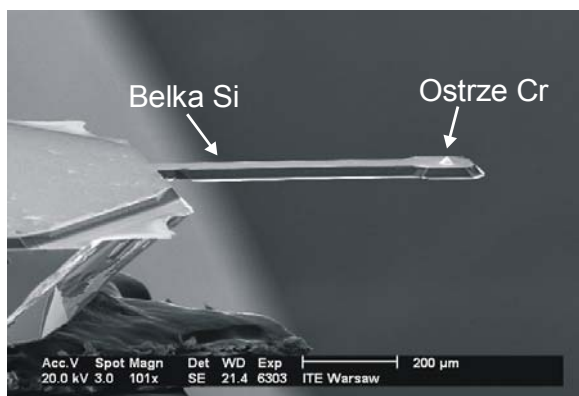
4. Trawienie przeprowadzane od przedniej strony membrany, którego zadaniem jest wycięcie z membrany belki mikromechanicznej (rys. 12.10f). Proces ten poprzedza litografia – warstwa rezystu definiuje kształt dźwigni sprężystej i zabezpiecza ostrze warstwą fotorezystu, tak aby nie uległo ono uszkodzeniu w czasie trawienia plazmowego. Następnie w procesie trawienia plazmowego usunięty jest również tlenek pokrywający metalowe ostrze pomiarowe.



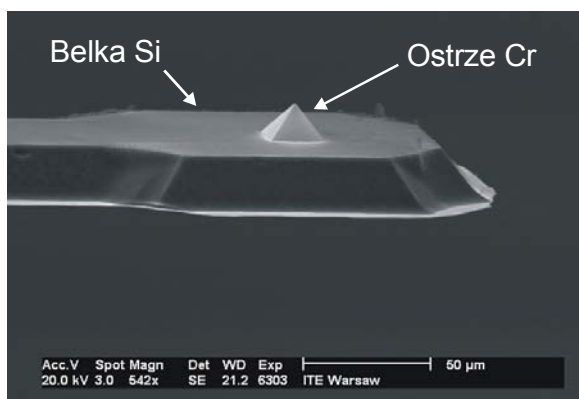
Rys. 12.10. Proces wytwarzania belki pomiarowej z przewodzącym ostrzem pomiarowym [140]

Ten krótki opis prezentuje jedną z kilku możliwych sekwencji. W praktyce opracowywano różne warianty, tak aby rozwiązać dwa podstawowe problemy technologiczne, w tym przede wszystkim ochronę bardzo delikatnego ostrza podczas obróbki. Dźwignię pokazano na rysunku 12.11, a jej końcówkę z ostrzem pomiarowym na ry-

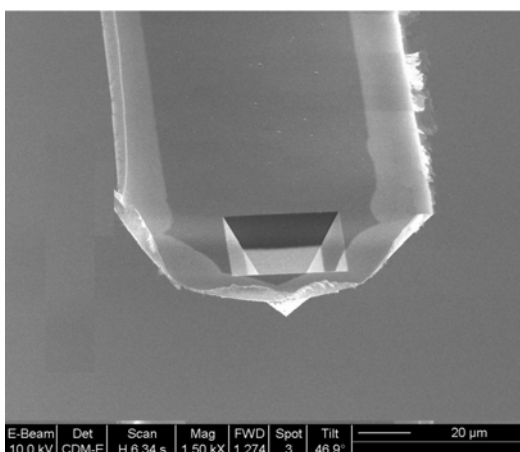
sunkach 12.12 i 12.13. Wymiary dźwigni wynoszą: długość 600 μm , szerokość 140 μm , grubość 10 μm , co odpowiada stałej sprężystości belki na poziomie 45 N/m i częstotliwości rezonansowej wynoszącej 50 kHz.



Rys. 12.11. Belka mikroskopu sił elektrostatycznych z przewodzącym ostrzem pomiarowym [140]



Rys. 12.12. Ostrze belki mikroskopu sił elektrostatycznych z przewodzącym ostrzem pomiarowym – widok z boku [140]



Rys. 12.13. Belka mikroskopu sił elektrostatycznych z przewodzącym ostrzem pomiarowym – widok z góry

12.4. Zdolność rozdzielcza pomiaru napięcia i pojemności między ostrzem a powierzchnią za pomocą mikroskopu sił elektrostatycznych

Zdolność rozdzielczą pomiaru potencjału elektrycznego za pomocą mikroskopu sił elektrostatycznych oblicza się, przyrównując wartość najmniejszej siły obserwowanej w paśmie pomiarowym B , za pomocą dźwigni, z oddziaływaniem elektrostatycznym, występującym w układzie pojemności tworzonej przez ostrze pomiarowe i przewodzącą powierzchnię. Gdy w badaniach zastosuje się dźwignię piezorezystywną i dodatkowo częstotliwość modulacji oddziaływania elektrostatycznego będzie dużo mniejsza od częstotliwości rezonansowej, wtedy o zdolności rozdzielczej będzie decydować szum termiczny detektora

$$F_{\text{th}S} = F_{\text{el}}. \quad (12.14)$$

Modelując układ ostrze–badana powierzchnia kondensatorem płaskim, najmniejsze napięcie obserwowane za pomocą mikroskopu sił elektrostatycznych można obliczyć zgodnie z formułą

$$U_{c\text{min}B} = z \sqrt{\frac{2F_{\text{th}S}}{\varepsilon_0 A}}, \quad (12.15)$$

gdzie z jest wysokością zawieszenia ostrza pomiarowego nad badaną powierzchnią.

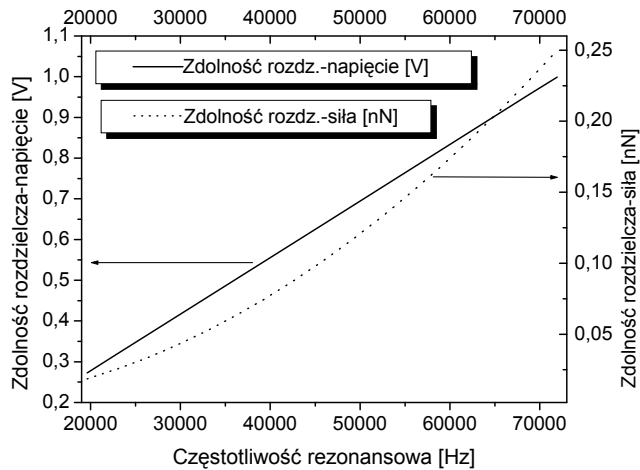
Wyniki obliczeń najmniejszego napięcia $U_{c\text{min}B}$, obserwowanego za pomocą dźwigni piezorezystywnej, której częstotliwość rezonansowa mieści się w zakresie od 20 do 70 kHz (a więc o stałej sprężystości k z przedziału od 30 do 350 N/m), zakładając promień ostrza pomiarowego $r = 30$ nm, symetryczne napięcie zasilania mostka $U = \pm 1$ V, wysokość zawieszenia końcówki nad powierzchnią z równą 10 nm, przedstawiono na rysunku 12.14. Z obliczeń wynika, że dźwignie o częstotliwości rezonansowej 20 kHz umożliwiają pomiary potencjałów elektrycznych na poziomie około 250 mV.

Pomiar mniejszych napięć stanie się możliwy, gdy częstotliwość napięcia modulującego oddziaływanie elektrostatyczne będzie odpowiadać częstotliwości rezonansowej belki piezorezystywnej. W tym przypadku, zgodnie z analizą przeprowadzoną w rozdziale 6., źródłem o największym poziomie szumów są drgania termiczne belki. Obowiązuje w tym przypadku zależność

$$F_{T\text{min}i} = F_{\text{el}}, \quad (12.16)$$

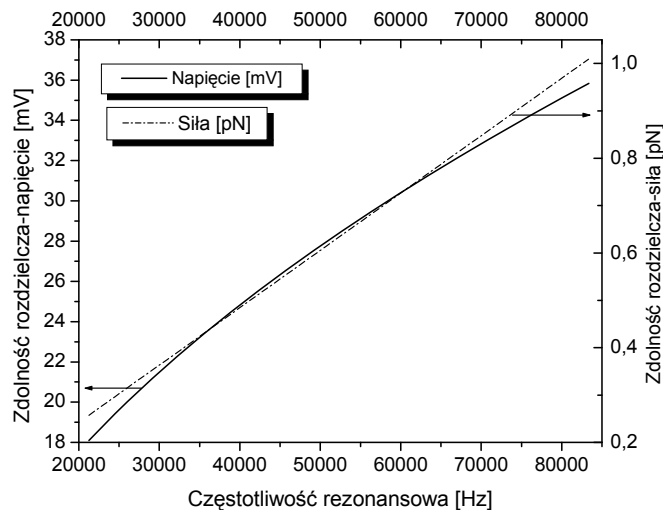
i po uwzględnieniu wzorów (6.14) i (12.3)

$$\frac{1}{2} \frac{\varepsilon_0 A}{z^2} U_c^2 = k \sqrt{\frac{4k_B T B}{2\pi k f_r Q}}. \quad (12.17)$$



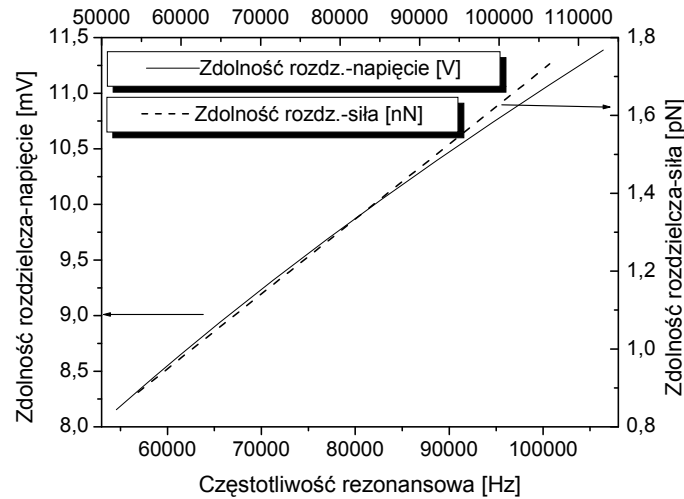
Rys. 12.14. Zdolność rozdzielcza pomiaru napięcia elektrycznego za pomocą dźwigni piezorezystywnej o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej dźwigni (częstotliwość modulacji napięcia przykładanego do ostrza mniejsza od częstotliwości rezonansowej belki)

W celu odwzorowania topografii powierzchni belka powinna być również wzbudzana do drgań rezonansowych w drugim modzie. Zmiana częstotliwości lub amplitudy tych drgań koresponduje z kształtem badanej powierzchni. Teoretyczna zdolność rozdzielcza pomiaru napięcia wynosi 19 mV w przypadku dźwigni o częstotliwości rezonansowej równej 20 kHz. Należy jednocześnie zauważyć, że – zgodnie z analizą przeprowadzoną w rozdziale 6. – konsekwencją wprowadzenia dźwigni w drgania rezonansowe wyższych modów jest obserwacja powierzchni z mniejszą rozdzielczością.



Rys. 12.15. Zdolność rozdzielcza pomiaru napięcia elektrycznego za pomocą dźwigni piezorezystywnej o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej dźwigni (częstotliwość modulacji napięcia przykładanego do ostrza równa częstotliwości rezonansowej belki)

W mikroskopii sił elektrostatycznych stosuje się również – współpracujące z optycznymi detektorami wychylenia – przewodzące belki sprężyste o wymiarach: długość 225 μm , szerokość 28 μm , średnia grubość 3 μm ¹. Stałe sprężystości tego typu dźwigni i ich częstotliwości rezonansowe mieszczą się odpowiednio w zakresach od 1,2 do 5,5 N/m i od 60 do 100 kHz. Zastosowanie tych dźwigni w pomiarach napięć elektrycznych wymaga starannej izolacji od zakłóceń i wibracji otoczenia. Dźwignie takie umożliwiają jednak pomiary napięć elektrycznych w zakresie od 8 do 11 mV (rys. 12.16). Ponieważ utrudniona jest detekcja optyczna drgań wyższych rzędów, analiza zdolności rozdzielczej pomiaru napięcia ogranicza się do przypadku, gdy częstotliwość modulacji oddziaływania elektrostatycznego jest mniejsza od częstotliwości rezonansowej belki.



Rys. 12.16. Zdolność rozdzielcza pomiaru napięcia elektrycznego za pomocą dźwigni o wymiarach: długość 225 μm , szerokość 28 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej dźwigni

Zgodnie z rozważaniami prowadzonymi w podrozdziale 12.2 siłę elektrostatyczną między ostrzem a powierzchnią wyraża zależność

$$F_{\text{el}} = -\frac{1}{2}U_c^2 \frac{dC}{dz}.$$

Najmniejszej sile obserwowanej w paśmie pomiarowym B odpowiada zatem gradient pojemności $\left(\frac{dC}{dz}\right)_{\text{min}}$, który można obliczyć z wzoru

¹ Dane podane przez producenta – firmę Nanosensors GmbH & Co. KG, Im Amtmann 6, D-35578 Wetzlar, Niemcy.

$$\left(\frac{dC}{dz}\right)_{\min} = \frac{2|F_{el}|}{U_c^2} = \frac{2F_{th.S}}{U_c^2}. \quad (12.18)$$

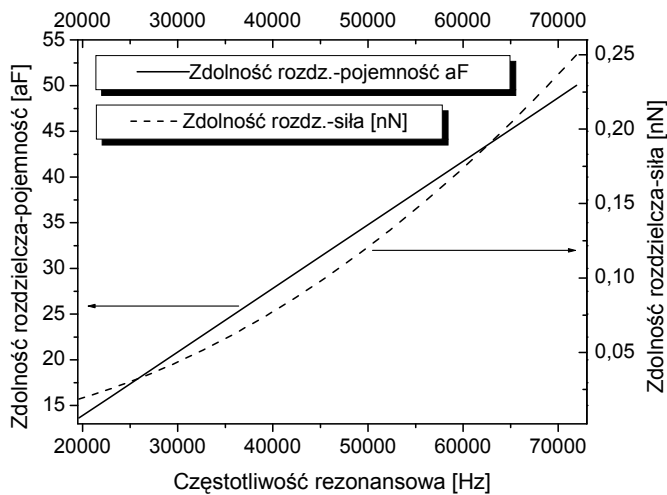
Modelując pojemność między ostrzem a powierzchnią za pomocą kondensatora płaskiego, można założyć, że

$$\frac{dC}{dz} = \frac{C^2}{\epsilon_0 A}. \quad (12.19)$$

Po podstawieniu wzoru (12.19) do (12.18) i przekształceniu równania otrzymuje się

$$C_{\min} = \sqrt{\frac{2F_{th.S}\epsilon_0 A}{U_c^2}}. \quad (12.20)$$

Wartości pojemności obserwowanej za pomocą mikroskopu sił elektrostatycznych z zastosowaniem dźwigni piezorezystywnych o wymiarach: długość 650 μm i szerokość 200 μm , przedstawiono na rysunku 12.17.

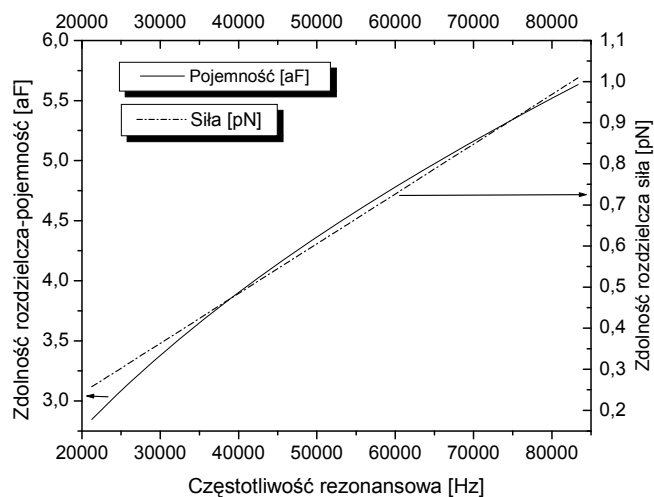


Rys. 12.17. Zdolność rozdzielcza pomiaru pojemności za pomocą dźwigni piezorezystywnych o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej dźwigni (podwójna częstotliwość modulacji napięcia przykładanego do ostrza mniejsza od częstotliwości rezonansowej belki)

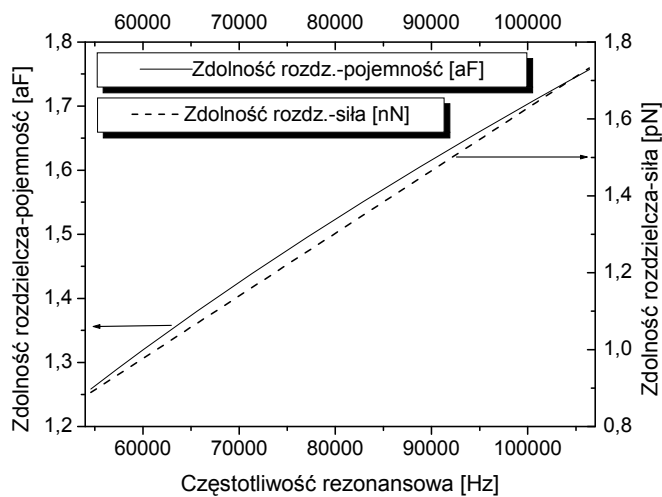
W obliczeniach uwzględniono szum termiczny piezorezystorów mostka Wheatstone'a. W zależności od częstotliwości rezonansowej dźwigni piezorezystywnej możliwy jest pomiar pojemności występującej między ostrzem a powierzchnią w zakresie od 15 do 55 aF. Gdy podwójna częstotliwość modulacji oddziaływania elektrostatycznego odpowiada pierwszej częstotliwości rezonansowej belki, szum termiczny drgań belki decyduje o zdolności rozdzielczej pomiaru pojemności (rys. 12.18).

Analogiczne analizy wykonano dla dźwigni krzemowych o wymiarach: długość 225 μm , szerokość 28 μm , które współpracowały z natężeniowymi detektorami optycznymi (rys. 12.19). W obliczeniach uwzględniono szum drgań termicznych bel-

ki. Wspomniane dźwignie umożliwiają pomiar pojemności w zakresie od 0,8 do 1,8 aF. Należy jednocześnie jednak zwrócić uwagę, że dźwignie współpracujące z optycznymi detektorami wychylenia ostrza nie mogą być stosowane w badaniach rezonansowych, w których dźwignia jest wzbudzana do drgań w wyższych modach.



Rys. 12.18. Zdolność rozdzielcza pomiaru pojemności za pomocą dźwigni piezorezystywnych o wymiarach: długość 650 μm , szerokość 200 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej dźwigni (podwójna częstotliwość modulacji napięcia przykładanego do ostrza równa częstotliwości rezonansowej belki)

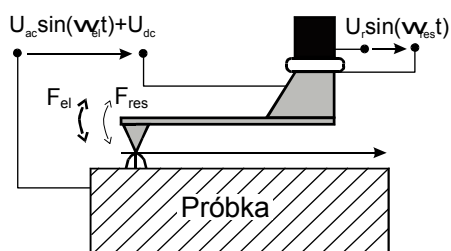


Rys. 12.19. Zdolność rozdzielcza pomiaru pojemności za pomocą dźwigni o wymiarach: długość 225 μm , szerokość 28 μm w funkcji częstotliwości rezonansowej belki

12.5. Pomiary sił elektrostatycznych za pomocą dźwigni z metalowymi ostrzami

W pomiarach sił elektrostatycznych zastosowano również krzemowe dźwignie sprężyste z metalowymi ostrzami, które współpracowały z natężeniowymi detektorami wychylenia końcówki pomiarowej. W badaniach zastosowano dźwignię o długości $450\ \mu\text{m}$, szerokości $135\ \mu\text{m}$ i o częstotliwości rezonansowej równej $50\ \text{kHz}$, której stała sprężystości obliczona według procedury opisanej w rozdziale 3. wynosiła $45\ \text{N/m}$. Najmniejsza siła elektrostatyczna, która była możliwa do zarejestrowania w prezentowanym układzie, obliczona zgodnie z procedurą przedstawioną w poprzednim rozdziale, wynosi $0,05\ \text{nN}$. Siła ta odpowiada rozdzielczości pomiaru napięcia równej $5\ \text{mV}$ i rozdzielczości pomiaru pojemności $5\ \text{aF}$. W opisywanych eksperymentach przeprowadzono:

1. Rezonansowy pomiar oddziaływania elektrostatycznego. W badaniach tych

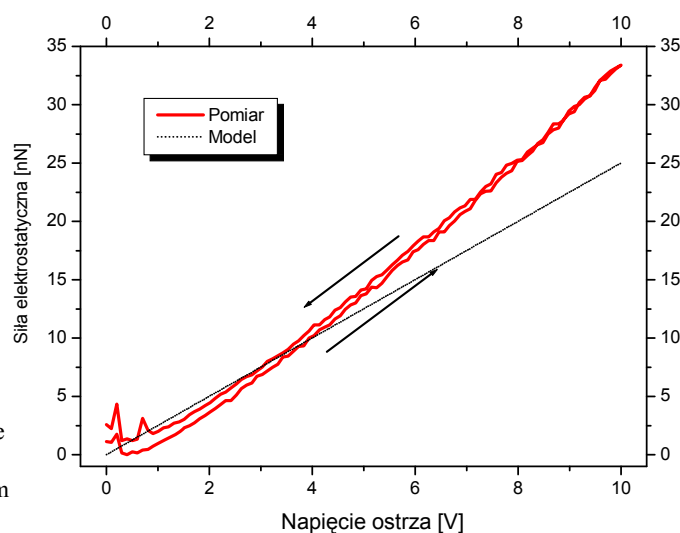


Rys. 12.20. Rezonansowy pomiar oddziaływań elektrostatycznych

drżące w rezonansie ostrze było zawieszona około $20\ \text{nm}$ ponad przewodzącą powierzchnią. Do końcówki mikros sondy przyłożono napięcie zmienne o częstotliwości $f_{el} = 5\ \text{kHz}$ i amplitudzie $U_{ac} = 5\ \text{V}$. Pomiar oddziaływania elektrostatycznego polegał na jednoczesnej polaryzacji ostrza również napięciem stałym U_{dc} , zmienianym w zakresie od 0 do $10\ \text{V}$, i jednoczesnej rejestracji amplitudy sygnału fotodetektora o częstotliwości napięcia modulującego (rys. 12.20).

Na podstawie przeprowadzonej uprzednio kalibracji detektora czterosekcyjnego odpowiedź elektryczna czujnika mogła być przeliczona na ugięcie belki i następnie na wartość oddziaływania skupionego na mikroostrzu. W przeprowadzonych pomiarach zaobserwowano siły w zakresie od 0 do $35\ \text{nN}$ dla napięć z przedziału od 0 do $10\ \text{V}$. Na charakterystyce z rysunku 12.21 przedstawiono przebieg siły elektrostatycznej, występującej w kondensatorze płaskim, jaki tworzy ostrze pomiarowe i przewodząca powierzchnia. W obliczeniach przyjęto promień końcówki ostrza równy $60\ \text{nm}$, który odpowiada powierzchni okładki równej $0,03\ \mu\text{m}^2$. Przy wyższych wartościach napięcia przykładanego do ostrza zaobserwowano rozbieżność między siłami, które zarejestrowano, a wartościami zamodelowanymi. Odchyłka ta wskazuje, że model kondensatora płaskiego, za pomocą którego symulowano oddziaływania elektrostatyczne między ostrzem a powierzchnią, nie w pełni opisuje zjawiska występujące między ostrzem metalowym dźwigni a powierzchnią znajdującą się w odległości $20\ \text{nm}$. Pod wpływem napięcia stałego przykładanego do powierzchni drżająca w rezonansie belka sprężysta ulega dodatkowemu stałoprądowemu ugięciu. Metalowe ostrze mikros sondy, które jest repliką struktury o kącie rozwarcia 108° , wytrawionej w krzemie, zbliża się

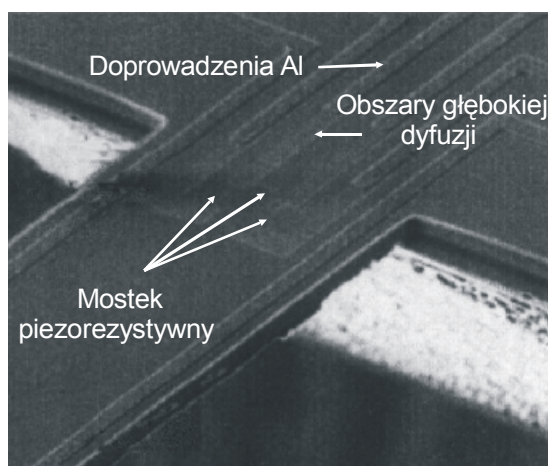
zatem do badanej powierzchni. Fragmenty ścian bocznych mikrosondy znajdujące się wokół samej końcówki pomiarowej powiększają w ten sposób powierzchnię górnej okładki kondensatora ostrze–powierzchnia, co w konsekwencji prowadzi do zwiększenia oddziaływania elektrostatycznego obserwowanego za pomocą woltomierza fazoczułego.



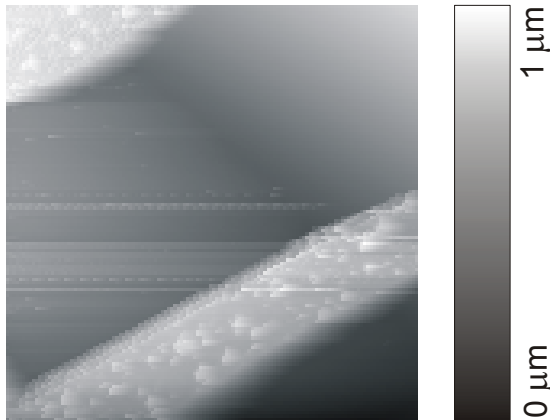
Rys. 12.21. Siły elektrostatyczne obserwowane za pomocą belki krzemowej z metalowym ostrzem [140]

2. Pomiary potencjałów elektrycznych występujących w układzie piezorezystywnego czujnika siły. Dźwignie z metalowym ostrzem zastosowano do obserwacji napięć elektrycznych występujących w układzie mikroelektronicznym, jaki tworzył piezorezystywny czujnik siły. Na rysunku 12.22 przedstawiono obraz struktury i zaznaczono obszary, w których przeprowadzano obserwacje. Topografię powierzchni rejestrowano w układzie rezonansowym, wprowadzając ostrze w drgania rezonansowe o częstotliwości 50 kHz.

Amplituda napięcia przykładanego do ostrza była równa 1 V, a jego częstotliwość wynosiła 30 kHz. Topografię powierzchni ścieżek metalizacji osadzonych na powierzchni struktury MEMS przedstawiono na rysunku 12.23, wysokość linii metalizacji wynosiła około 1 μm .

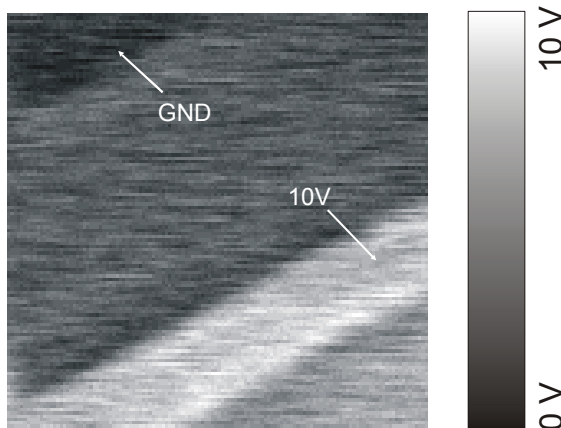


Rys. 12.22. Piezorezystywny czujnik siły – obszary obserwacji napięć elektrycznych



Rys. 12.23. Topografia powierzchni metalizacji aluminiowej osadzonej na powierzchni piezorezystywnego czujnika siły (pole skanowania $75 \times 75 \mu\text{m}$, 256×256 linii) [140]

Na rysunku 12.24 przedstawiono natomiast kontrast sił elektrostatycznych, jakie zarejestrowano na powierzchni badanej struktury, gdy między ścieżki przyłożono napięcie równe 10 V. Jaśniejszy rejon na obrazie odpowiada napięciu równemu 10 V, ciemniejszy obszar odpowiada natomiast potencjałowi masy.

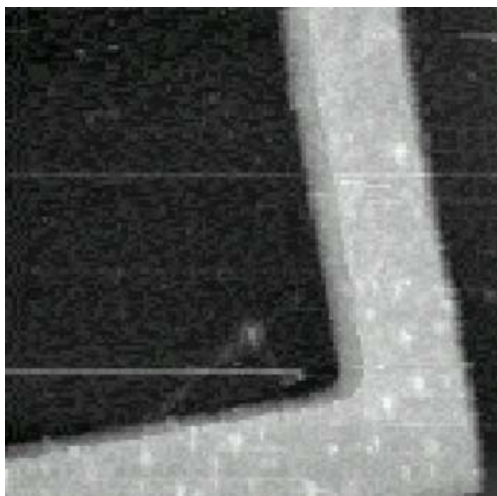


Rys. 12.24. Obraz sił elektrostatycznych obserwowanych na powierzchni metalizacji osadzonej na powierzchni piezorezystywnego czujnika sił (pole skanowania $75 \times 75 \mu\text{m}$, 256×256 linii)[140]

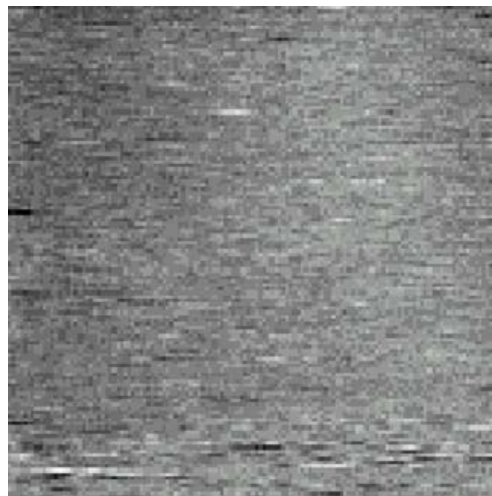
Opisywany eksperyment pokazuje możliwość zastosowania dźwigni z metalowym ostrzem pomiarowym w obrazowaniu stanów logicznych występujących w mikroelektronicznych układach scalonych. Należy dodatkowo zwrócić uwagę, że obserwacja sił elektrostatycznych na powierzchni linii metalizacji osadzonych na podłożu izolacyjnym umożliwia kalibrację zarejestrowanych oddziaływań. Linie te nie są bowiem pokryte warstwą dielektryka, którego

obecność w istotny sposób zmniejsza wartość sił działających na ostrze. Topografię powierzchni innego rejonu metalizacji piezorezystywnego czujnika siły przedstawiono na rysunku 12.25.

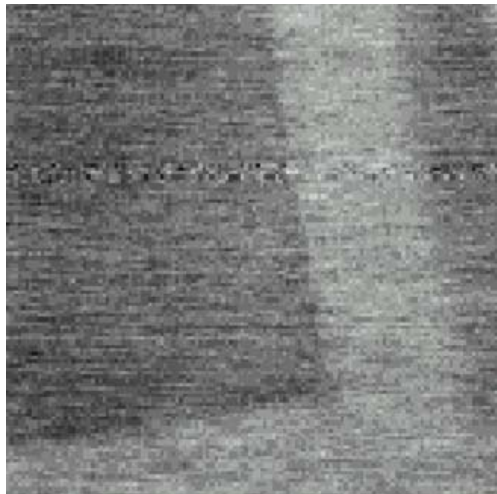
Na rysunkach 12.26, 12.27 i 12.28 zaprezentowano wyniki obserwacji sił elektrostatycznych, rejestrowanych odpowiednio przy polaryzacji ścieżek aluminiowych napięciami 2,5, 5 i 10 V. Dźwignię z metalowym ostrzem zastosowano także w pomiarach oddziaływań elektrostatycznych występujących ponad piezorezystywnym detektorem siły zintegrowanym z belką sprężystą. Układ piezorezystorów jest w tym przypadku pokryty warstwą dwutlenku krzemu o grubości około $1 \mu\text{m}$ [383].



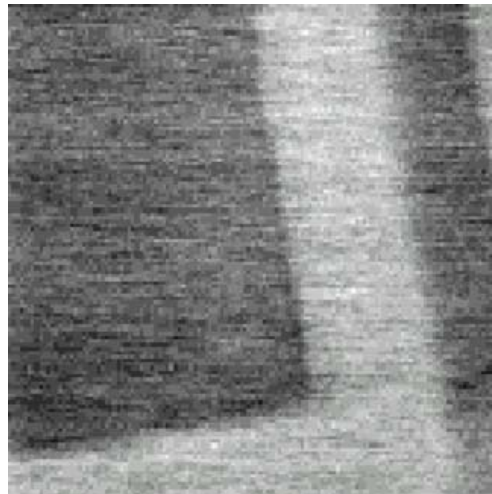
Rys. 12.25. Topografia powierzchni metalizacji osadzonej na powierzchni piezorezystywnego czujnika siły (pole skanowania $35 \times 35 \mu\text{m}$, 256×256 linii)



Rys. 12.26. Obraz sił elektrostatycznych obserwowanych na powierzchni metalizacji osadzonej na powierzchni piezorezystywnego czujnika siły (pole skanowania $35 \times 35 \mu\text{m}$, 256×256 linii) – potencjał przyłożony do metalizacji 2,5 V

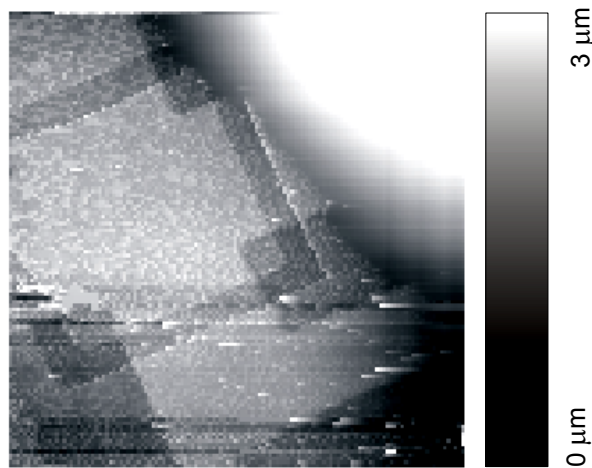


Rys. 12.27. Obraz sił elektrostatycznych obserwowanych na powierzchni metalizacji osadzonej na powierzchni piezorezystywnego czujnika siły (pole skanowania $35 \times 35 \mu\text{m}$, 256×256 linii) – potencjał przyłożony do metalizacji 5 V

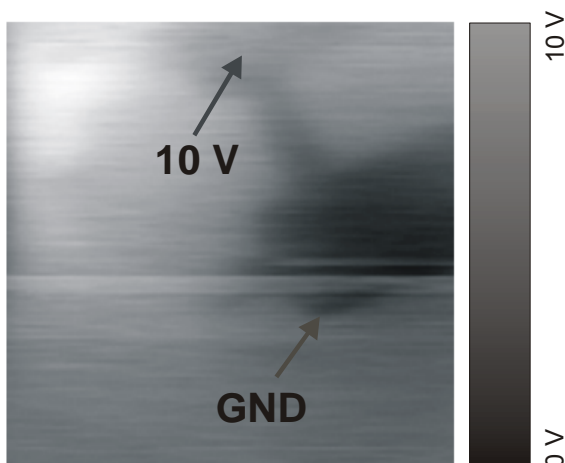


Rys. 12.28. Obraz sił elektrostatycznych obserwowanych na powierzchni metalizacji osadzonej na powierzchni piezorezystywnego czujnika siły (pole skanowania $35 \times 35 \mu\text{m}$, 256×256 linii) – potencjał przyłożony do metalizacji 10 V

W następstwie tego pokrycia, zgodnie z uwagami zawartymi w podrozdziale 12.3, stosunek sił elektrostatycznych obserwowanych ponad izolatorem do sił obserwowanych, gdy ostrze drga bezpośrednio ponad piezorezystorem, wynosi 0,04. Na rysunku 12.29 przedstawiono topografię powierzchni wokół detektora, zarejestrowaną na podstawie amplitudy drgań rezonansowych dźwigni. Jasne podwyższenie na obrazie topografii odpowiada kształtowi kropli żywicy epoksydowej osadzonej na powierzchni struktury [140]. Obraz sił elektrostatycznych, który odpowiada zarejestrowanej topografii, przedstawiono na rysunku 12.30. W omawianym przypadku tylko jeden z piezorezystorów mostka Wheatstone'a był zasilany napięciem równym 10 V. Widoczny na obrazie cień odpowiada spadkowi napięcia na zasilanym rezystorze.



Rys. 12.29. Topografia powierzchni piezorezystywnego detektora siły (pole skanowania $25 \times 25 \mu\text{m}$, 256×256 linii) [140]

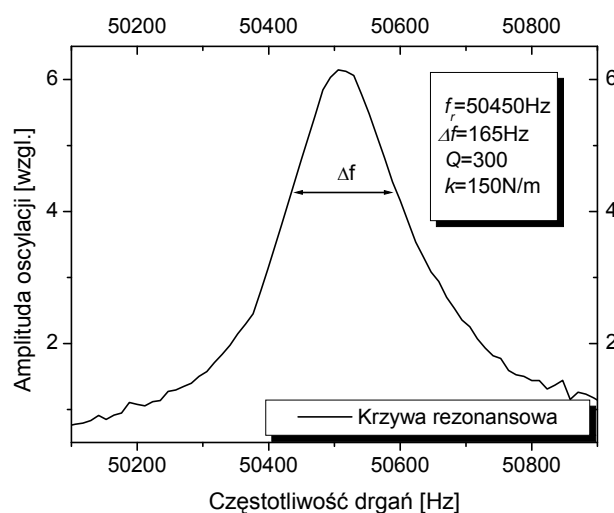


Rys. 12.30. Obraz sił elektrostatycznych obserwowanych na powierzchni piezorezystywnego detektora siły (pole skanowania $25 \times 25 \mu\text{m}$, 256×256 linii) [140]

12.6. Pomiary sił elektrostatycznych za pomocą dźwigni piezorezystywnych

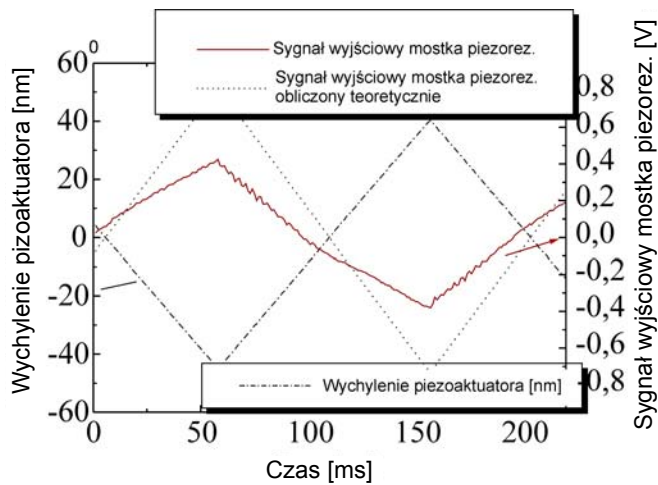
W ramach badań przeprowadzono wstępne eksperymenty związane z zastosowaniem dźwigni piezorezystywnych do obserwacji oddziaływań elektrostatycznych. Badania te dotyczyły dźwigni o długości 650 μm , szerokości 200 μm i obejmowały:

♦ **Określenie stałej sprężystości** dźwigni piezorezystywnej. Na rysunku 12.31 przedstawiono krzywą rezonansową dźwigni piezorezystywnej stosowanej w relacjonowanych pomiarach. Na podstawie wyznaczonej częstotliwości rezonansowej dźwigni i zależności opisanych w rozdziale 7. ustalono, że stała sprężystości belki wynosi 150 N/m [386].



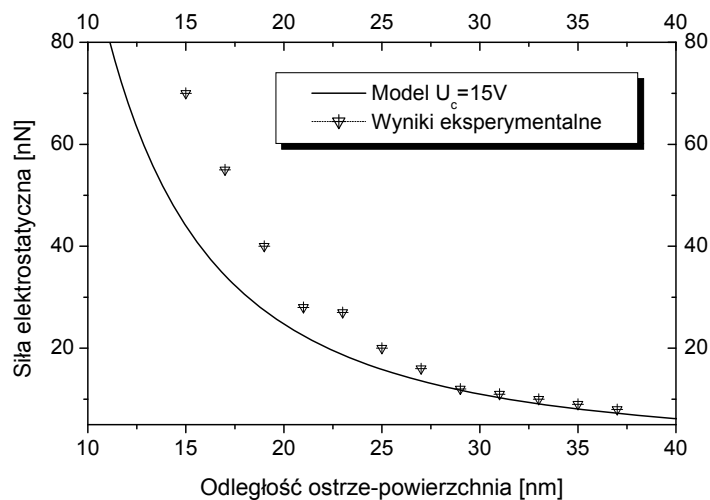
Rys. 12.31. Krzywa rezonansowa belki piezorezystywnej z przewodzącym mikroostrzem [386]

♦ **Wyznaczenie czułości odkształceniowej** piezorezystywnego czujnika wychylenia mikroostrza pomiarowego [138]. Na podstawie wyznaczonej stałej sprężystości belki piezorezystywnej, według zależności podanych w podrozdziale 3.4, obliczono czułość wychyleniową detektora, dla napięcia zasilania mostka równego ± 1 V na poziomie 0,25 $\mu\text{V}/\text{nm}$. W pomiarze czułości detektora piezorezystywnego końcówkę belki wychylano za pomocą piezoaktuatora o 40 nm. Synchronicznie z przebiegiem pobudzającym piezoceramikę (rys. 12.32) rejestrowano wzmocniony sygnał z mostkowego detektora ugięcia dźwigni. Analiza obydwu przebiegów pozwala obliczyć czułość wychyleniową belki, która wynosi (przy napięciu zasilania mostka ± 1 V) 0,12 $\mu\text{V}/\text{nm}$.



Rys. 12.32. Wyznaczanie czułości odkształceniowej dźwigni piezorezystywnej [138]

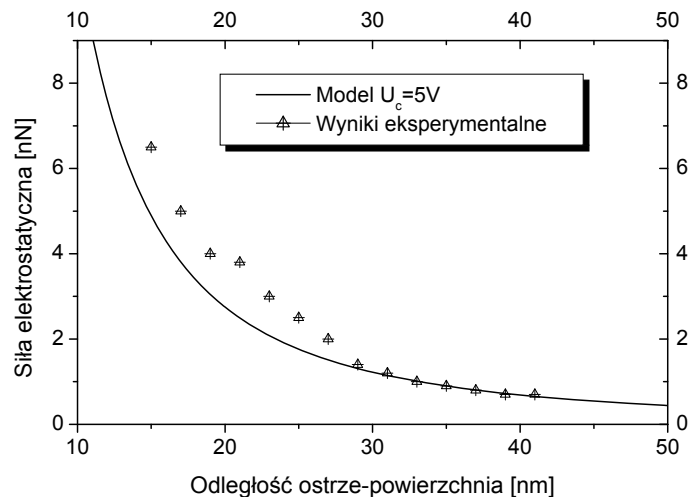
♦ **Stałoprądowy pomiar sił elektrostatycznych** działających na przewodzące ostrze pomiarowe [139]. Dźwignię piezorezystywną, której właściwości mechaniczne (częstotliwość rezonansowa i stała sprężystości) oraz czułość odkształceniowa zostały ustalone w wyżej opisanych eksperymentach, zastosowano następnie do pomiaru sił działających na mikroostrze pomiarowe. W tym celu do ostrza pomiarowego przyłożono napięcie o wartości 15 V i – zmieniając wysokość zawieszenia ostrza ponad powierzchnią – rejestrowano sygnał wyjściowy z piezorezystywnego czujnika wychylenia końcówki dźwigni. Wysokość zawieszenia ostrza nad powierzchnią była ustalana w stosunku do punktu, w którym za pomocą mikrosondy dotknięto powierzchni złota pokrywającej krzemową płytkę podłożową. Wyniki pomiaru przedstawiono na rysunku 12.33.



Rys. 12.33. Stałoprądowy pomiar sił elektrostatycznych za pomocą dźwigni piezorezystywnej [139]

Na rysunku tym zaznaczono również wartości sił elektrostatycznych, które zostały obliczone dzięki modelowaniu pojemności ostrze–powierzchnia za pomocą kondensatora płaskiego. Na wysokości około 10 nm ponad powierzchnią obserwowano niestabilne oddziaływania dynamiczne, co mogło się wiązać z mikrowyładowaniem elektrycznym między ostrzem a preparatem. Należy też zwrócić uwagę, że na wynik stałoprądowego pomiaru oddziaływań elektrostatycznych skupionych na mikroostrzu czujnika pasożytniczy wpływ ma szum niskoczęstotliwościowy detektora piezorezystywnego. Dodatkowo opisywane pomiary wykonywano w stosunkowo szerokim paśmie częstotliwości, co znacznie ograniczało zdolność rozdzielczą pomiaru sił elektrostatycznych.

♦ **Zmiennoprądowe pomiary sił elektrostatycznych** działających na mikroostrze pomiarowe [139]. W pomiarach zmiennoprądowych ostrze drga w rezonansie ponad powierzchnią. Odległość między ostrzem a powierzchnią jest utrzymywana na podstawie obserwacji sił van der Waalsa. Blok sterowania wysokością zawieszenia ostrza nad powierzchnią tak steruje długością piezoaktuatora, aby amplituda drgań mikroostrza była stała na zadanym poziomie. W przypadku pomiarów zmiennoprądowych do mikroostrza jest przykładane napięcie o częstotliwości równej 5 kHz (jest to częstotliwość zdecydowanie mniejsza od częstotliwości rezonansowej belki sprężystej, która wynosi ok. 50 kHz). Sygnał pomiarowy z mostka piezorezystywnego jest rejestrowany za pomocą wzmacniacza fazoczułego *Lock-In* w paśmie 3 Hz. Przyjęty sposób pomiaru sił elektrostatycznych jest niewrażliwy na zakłócenia szumem niskoczęstotliwościowym i umożliwia precyzyjną stabilizację zawieszenia dźwigni pomiarowej nad badaną powierzchnią. Zarejestrowane w proponowanym układzie siły elektrostatyczne leżą w zakresie od 2 do 10 nN i są dużo mniejsze od oddziaływań mierzonych w trybie stałoprądowym (rys. 12.34).



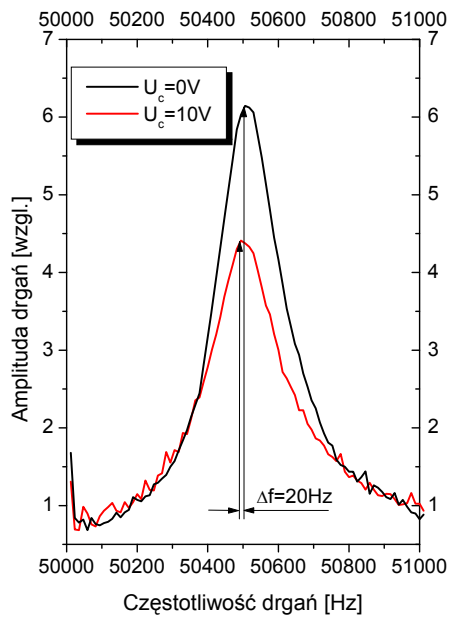
Rys. 12.34. Zmiennoprądowy pomiar sił elektrostatycznych za pomocą dźwigni piezorezystywnej [139]

Rozbieżność między wynikami pomiaru oddziaływań elektrostatycznych a wynikami obliczeń sił działających między ostrzem a powierzchnią wskazuje, że model kon-

densatora płaskiego nie odwzorowuje dokładnie zjawisk występujących między ostrzem a powierzchnią. Podobnie jak w przypadku dźwigni z metalowym ostrzem, przewodzące zbocza sondy pomiarowej zwiększają powierzchnię okładek kondensatora i w konsekwencji dochodzi do wzrostu obserwowanych oddziaływań elektrostatycznych.

♦ **Pomiary oddziaływań elektrostatycznych** w trybie rezonansowym [138, 139].

W ramach badań prowadzono również obserwacje wpływu oddziaływań elektrostatycznych



na kształt krzywej rezonansowej dźwigni piezorezystywnej z przewodzącym ostrzem pomiarowym. Badania wykonano w dwóch krokach. W pierwszym etapie zarejestrowano krzywą rezonansową dźwigni nieobciążonej oddziaływaniem elektrostatycznym. Ostrze belki zawieszono na wysokości 20 nm ponad powierzchnią próbki. Następnie do mikroostrza przyłożono napięcie 10 V i krzywą rezonansową zarejestrowano ponownie. Zaobserwowano, że wysokość krzywej rezonansowej się zmniejszyła i dodatkowo jej częstotliwość środkowa przesunęła się w kierunku mniejszych częstotliwości.

Rys. 12.35. Rezonansowe pomiary oddziaływań elektrostatycznych za pomocą dźwigni piezorezystywnej [138, 139]

Wynik ten jest zgodny z oczekiwaniami – przyciągające oddziaływania elektrostatyczne wiążą drgania mikroostrza i zmniejszają jego częstotliwość rezonansową. Modelując pojemność między ostrzem a powierzchnią układem kondensatora płaskiego, można wykazać, że przesunięcie częstotliwości rezonansowej dźwigni mikromechanicznej pod wpływem napięcia elektrycznego U wynosi

$$\Delta f = f_r \frac{\epsilon_0 A U^2}{2kz^3}, \quad (12.21)$$

gdzie:

A – powierzchnia kondensatora płaskiego,

k – stała sprężystości dźwigni,

z – wysokość zawieszenia ostrza nad próbką.

Po uwzględnieniu w powyższym równaniu następujących danych: $A = 0,1 \mu\text{m}^2$, $z = 20 \text{ nm}$, $U = 10 \text{ V}$, $k = 50 \text{ N/m}$ przesunięcie częstotliwości rezonansowej f_r wynosi 15 Hz. Analiza zarejestrowanych charakterystyk pokazuje natomiast, że zarejestrowane przesunięcie środkowych częstotliwości rezonansowych dźwigni wolnej i obciążonej oddziaływaniem elektrostatycznym wynosi 20 Hz.

PODSUMOWANIE

Według oceny autora pracy mikroskopia bliskich oddziaływań jest jedną z najszybciej rozwijających się metod badawczych umożliwiających badanie i modyfikację właściwości powierzchni mikro- i nanostruktur. Jest to również jedna z podstawowych metod nanotechnologii z klasy tzw. metod *bottom-up*. Charakterystyczną cechą tej grupy stanowi możliwość wytwarzania struktur na drodze manipulowania poszczególnymi molekułami układu¹. W przypadku mikroskopii bliskich oddziaływań ostrze pomiarowe może pełnić rolę nanomanipulatora, którego odpowiednie bloki funkcjonalne można przenosić, zmieniać ich orientacje lub nadawać zadane funkcje.

Mikroskopia bliskich oddziaływań będzie także pełnić coraz ważniejszą rolę w tzw. nanomiernictwie, czyli grupie metod badawczych umożliwiających poznanie właściwości struktur w skali pojedynczych molekuł, tworzących te struktury. Ostrze pomiarowe, które jest zbliżone do badanej powierzchni na odległość pojedynczych nanometrów umożliwia bowiem nadzwyczaj precyzyjne zlokalizowanie eksperymentu. Należy też zwrócić uwagę, że mikroskopia bliskich oddziaływań należy do metod badawczych, które – z racji stosunkowo niewielkich kosztów aparaturowych – mogą znaleźć powszechne zastosowanie, szczególnie w laboratoriach uniwersyteckich.

Obecne zastosowania mikroskopii bliskich oddziaływań, które rozwinęły się od momentu skonstruowania pierwszego mikroskopu tunelowego w 1986 roku, obejmują następujące badania:

- ◆ powierzchni krysztalów w warunkach ultrawysokiej próżni i niskiej temperatury,
- ◆ powierzchni materiałów technologicznych stosowanych w przemyśle metalowym, mikroelektrotechnicznym i chemicznym,
- ◆ zaawansowanych materiałów samoorganizujących się i molekularnych,
- ◆ struktur biologicznych w warunkach fizjologicznych,
- ◆ pracujących układów mikroelektronicznych i mikrosystemowych.

Odpowiednią metodą pomiarową mikroskopii bliskich oddziaływań można odwzorować strukturę atomową powierzchni i obserwować właściwości fizyczne powierzchni z rozdzielczością kilkudziesięciu nanometrów. Ponadto czułość i zdolność

¹ Grupy metod *bottom-up* są przeciwstawiane metodom *top-down*, które polegają na wytwarzaniu nanostruktur na drodze miniaturyzacji układu makroskopowego.

rozdzielcza większości stosowanych metod pomiarowych umożliwia badanie zachowań mikro- i nanoświata na poziomie występujących w nim efektów kwantowych.

W przedstawianej analizie należy także wskazać na ograniczenia zastosowań i możliwości badawczych mikroskopii bliskich oddziaływań. Są one związane przede wszystkim z:

- ♦ Utrudnioną ilościową analizą oddziaływań obserwowanych między mikroostrzem a badanym preparatem.

Uniemożliwia to w niektórych przypadkach pomiar parametrów mikro- i nanostruktur i pozwala jedynie na jakościową ocenę właściwości badanego preparatu. Dodatkowo, ze względu na atomowe lub molekularne rozmiary obserwowanych struktur, analiza uzyskanych wyników wymaga nowej interpretacji zarejestrowanych zjawisk, z uwzględnieniem reguł mechaniki kwantowej.

- ♦ Niedoskonałościami układów przesuwników piezoelektrycznych ostrza lub próbki.

Dotyczy to przede wszystkim nieliniowości i histerezy przetwarzania aktuatorów, co jest źródłem licznych błędów towarzyszących pomiarom wymiarów geometrycznych mikro- i nanostruktur. Przesuwniki piezoelektryczne umożliwiają przesuw próbki lub ostrza (innymi słowy – skanowanie powierzchni) jedynie ze stosunkowo niewielką prędkością. Konsekwencją tego jest istotne wydłużenie czasu wysokorozdzielczych pomiarów i uczynienie całego procesu pomiarowego bardziej podatnym na zakłócenia. Utrudnia to zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań w diagnostyce przemysłowej (np. w przemyśle mikroelektronicznym), gdzie wysokorozdzielczy pomiar właściwości mikro- i nanostruktur może się okazać zbyt czasochłonny.

- ♦ Możliwością skanowania powierzchni o stosunkowo niewielkich wymiarach i ciężarze.

Niezbędne jest w tym przypadku opracowanie i zastosowanie specjalnych systemów pomiarowych, które charakteryzować się będą konstrukcją zapewniającą kompensację dryfów termicznych i będą odporne na różnego rodzaju zakłócenia pomiarowe.

Celem prac prowadzonych przez autora było zastosowanie systemów mikroskopii bliskich oddziaływań do ilościowej analizy właściwości mikro- i nanostruktur. Realizacja tak zdefiniowanego celu wymaga w pierwszej kolejności opisu właściwości metrologicznych stosowanych narzędzi. W przypadku badań prowadzonych metodami modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań, które w praktyce laboratoryjnej są często uznawane za badania niestandardowe, niezbędne było również opracowanie nowych metod i technik pomiarowych skojarzonych z odpowiednimi mikrosystemowymi czujnikami bliskiego pola. Konieczna więc była analiza czułości i zdolności rozdzielczej wykonywanych badań, jak również opracowanie układów pomiarowych z tymi układami współpracującymi. Przeprowadzenie takiego programu badawczego wymaga opracowania, zastosowania i integracji w jednym systemie eksperymentalnym:

- ♦ elektronicznych układów analogowych i cyfrowych, przeznaczonych do akwizycji danych pomiarowych i sterowania pracą poszczególnych zespołów mikroskopu,

- ◆ układów techniki mikrosystemów, obejmujących czujniki bliskiego pola i akulatory przesunięcia mikrosondy lub powierzchni,
- ◆ oprogramowania sterowania i przetwarzania danych oraz obrazów,
- ◆ układów mechanicznych, których zadaniem jest zamocowanie sondy pomiarowej, a także mechanizmów zgrubnego zbliżania, przesuwników piezoelektrycznych i elementów tłumienia drgań,
- ◆ zespołów optycznych, umożliwiających obserwację ugięcia mikrosondy, pomiar wychylenia aktuatorów piezoceramicznych i obserwację pola skanowania.

Wymienione prace badawcze wymagały realizacji projektów przez większy zespół badawczy. Odzwierciedla to większość publikacji, które powstały w ramach współpracy szerokiej grupy badawczej. Jednym z osiągnięć autora pracy jest w tym przypadku zorganizowanie i kierowanie takim zespołem przy realizacji konkretnych projektów badawczych, których celem było zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań w badaniu właściwości mikro- i nanostruktur.

Do najważniejszych osiągnięć autora (w niektórych przypadkach nie można pominąć wsparcia ze strony innych członków zespołu), przedstawionych w poszczególnych rozdziałach monografii, należy zaliczyć:

- ◆ Opracowanie metody pomiaru sił tarcia za pomocą dźwigni piezorezystywnych. Badania autora pracy dotyczyły określenia właściwości metrologicznych belek piezorezystywnych przeznaczonych do pomiaru siły nacisku i tarcia oraz ich zastosowania w obserwacji struktur chromowych osadzonych na podłożu kwarcowym.

- ◆ Opracowanie metody kalibracji właściwości metrologicznych prostych belek piezorezystywnych.

Prace autora były związane z opracowaniem metody wyznaczenia stałej sprężystości czujnika, czułości obserwacji wychylenia i siły skupionej na mikroostrzu pomiarowym. Zaprezentowano również analizę zdolności rozdzielczej pomiaru oddziaływań skupionych na sondzie oraz wskazano na metody poprawy właściwości pomiarowych prostych belek piezorezystywnych.

- ◆ Analizę termicznej aktuacji wychylenia dźwigni sprężystej mikroskopu bliskich oddziaływań.

Prowadzone badania dotyczyły opisu aktuacji cieplnej wychylenia belki i pomiarów wytwarzanych w ten sposób drgań rezonansowych. Wyniki pomiarów krzywych rezonansowych belki, które przeprowadzono za pomocą interferometru światłowodowego, porównano z krzywymi rezonansowymi wyznaczonymi na podstawie rejestracji sygnału z detektora piezorezystywnego ugięcia dźwigni. Omówiono też zależność wychylenia biwarstwowych dźwigni sprężystych od geometrii czujnika oraz wskazano metody optymalizacji właściwości użytkowych skonstruowanych sensorów.

- ◆ Opracowanie konstrukcji i uruchomienie modularnego systemu mikroskopu bliskich oddziaływań.

Prace autora monografii dotyczyły budowy elektronicznych układów sterująco-pomiarowych systemu i mechanizmów głowicy oraz kierowania (obejmującego rów-

niez definiowanie podstawowych algorytmów i funkcji programowych) zespołem opracowującym oprogramowanie stosowanych urządzeń.

- ◆ Zastosowanie natężeniowych czujników światłowodowych do pomiaru mikro- i nanowychyleń.

Badania autora pracy dotyczyły optymalizacji czułości i zdolności rozdzielczej sensora, tak aby możliwa była obserwacja wychylenia piezoakuatorów mniejszego niż 10 nm.

- ◆ Opracowanie metody pomiarowej zastosowania piezorezystywnych dźwigni sprężystych z przewodzącymi ostrzami pomiarowymi w mikroskopii sił elektrostatycznych.

Na podstawie przeprowadzonej przez autora pracy analizy możliwości zastosowań dźwigni piezorezystywnych z przewodzącymi ostrzami w mikroskopii sił elektrostatycznych określono zdolność rozdzielczą obserwacji napięć panujących na powierzchni i pojemności występującej między ostrzem a powierzchnią. W ramach eksperymentów wykonano również statyczne, zmiennoprądowe i rezonansowe pomiary sił elektrostatycznych. Prace te były nowatorskimi badaniami z zakresu zastosowań dźwigni piezorezystywnych w modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań.

- ◆ Opracowanie metody pomiarowej zastosowania krzemowych belek z przewodzącym ostrzem pomiarowym w mikroskopii sił elektrostatycznej.

Analizowano właściwości metrologiczne dźwigni sprężystych ze zintegrowanymi chromowymi ostrzami pomiarowymi. Cechą wyróżniającą tę konstrukcję było osadzenie ostrza po stronie przeciwnej do strony oświetlanej przez laser detektora ugięcia ostrza. W realizowanych pracach dokonano pomiaru sił elektrostatycznych występujących na powierzchni zasilanego (pracującego) piezorezystywnego czujnika siły.

- ◆ Zastosowanie mikroskopii sił ścinających z interferometrycznym detektorem wychylenia włókna w badaniu właściwości mikro- i nanostruktur.

Prowadzone badania dotyczyły opracowania konstrukcji światłowodowego interferometru umożliwiającego obserwację drgającego w rezonansie włókna pomiarowego i zastosowania tego układu w modularnym systemie mikroskopii bliskich oddziaływań. Optyczna obserwacja drgań włókna umożliwia w tym przypadku użycie przewodzących metalowych ostrzy do badania właściwości elektrycznych powierzchni i do modyfikacji jej właściwości na drodze lokalnego utleniania struktury ewentualnie nanoanodyzacji powierzchni metalicznych.

- ◆ Zastosowanie skaningowej mikroskopii termicznej bliskiego pola w badaniu właściwości termicznych mikro- i nanosystemów.

Opracowano układ sterująco-pomiarowy współpracujący z oporowymi czujnikami ostrzowymi (tzw. sondami Wollastona). Czujniki te zastosowano w aktywnym i pasywnym trybie skaningowej mikroskopii termicznej bliskiego pola. Zaproponowano metodę kalibracji układów pomiarowych i przedstawiono analizę czułości i zdolności rozdzielczej opracowanego systemu.

Według oceny autora monografii do najważniejszych projektów badawczych, realizowanych w najbliższej przyszłości w laboratoriach mikroskopii bliskich pól, będą należeć prace związane z:

- ◆ Opracowaniem metod modyfikacji właściwości powierzchni ciała stałego prowadzących do wytwarzania układów elektroniki kwantowej.

Prace te będą prowadzone pod kątem modyfikowania powierzchni emulsji elektronicznych wiązką elektronową i nanoanodyzacji powierzchni metalicznych i półprzewodnikowych. Autor prezentowanej pracy jest zdania, że metody związane z zastosowaniem mikroskopii bliskich oddziaływań do wytwarzania mikro- i nanostruktur będą szczególnie predestynowane do badań prowadzonych w warunkach uniwersyteckich.

- ◆ Zastosowania jedno- i dwuwymiarowych matryc dźwigni sprężystych do wysokorozdzielczych pomiarów powierzchni preparatów o dużym formacie (takich jak np. mikroelektroniczne układy scalone lub maski stosowane w procesach litografii).

Do najważniejszych zagadnień, które będą musiały być rozwiązane w tym przypadku, należy akwizycja i kompresja danych pomiarowych otrzymywanych z wielu detektorów bliskich oddziaływań. Zasadniczym zadaniem takiego przetwarzania sygnałów i danych pomiarowych jest między innymi bezstratne odtworzenie właściwości powierzchni, połączone z ograniczeniem objętości analizowanych zbiorów.

- ◆ Zastosowaniem dźwigni umożliwiających obserwacje oddziaływań dynamicznych między pojedynczymi molekułami (ang. *Single molecule detection*).

Realizacja tak zdefiniowanych zadań wymaga opracowania technologii wytwarzania i zastosowania dźwigni o grubości poniżej 100 nm. Zdolność rozdzielcza detekcji sił w przypadku takich układów umożliwia obserwację oddziaływań na poziomie 10^{-18} N. Odpowiada to siłom występującym między molekułami tworzącymi układy DNA ewentualnie siłom występującym między białkiem a wybranym przeciwciałem. Zastosowanie ultracienkich dźwigni sprężystych otworzy w tym zakresie nowe możliwości badania właściwości obiektów biologicznych, szczególnie w zanurzeniu w płynach fizjologicznych.

- ◆ Funkcjonalizowaniem ostrzy pomiarowych, które ma za zadanie umożliwienie lokalnej obserwacji wybranych oddziaływań między ostrzem a badaną próbką.

Badania takie mają szczególne znaczenie w przypadku eksperymentów biologicznych, np. w lokalnych pomiarach sił występujących między określonym białkiem naniesionym na mikroostrze i wybranym przeciwciałem, znajdującym się na powierzchni ściany komórkowej. Postęp w tej dziedzinie może oznaczać opracowanie nowej generacji metod i technik diagnostyki biomedycznej, ułatwiających ocenę przebiegu infekcji wirusowych i bakteryjnych, jak również rozpoznanie zachodzących w badanych obiektach procesów nowotworowych.

Literatura

- [1] www.sematec.com
- [2] Binnig G., Rohrer H., Weibel E., *Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy*, Phys. Rev. Lett., 49, 1982.
- [3] Binnig G., Gerber C., Quate C.F., *Atomic force microscope*, Phys. Rev. Lett., 56, 9, 1986, 930.
- [4] *Międzynarodowy słownik podstawowych i ogólnych terminów metrologii*, Główny Urząd Miar, 1996.
- [5] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Grabiec P., Dumania P., Radojewski J., *Mikroskopia sił atomowych w badaniach powierzchni materiałów mikroelektronicznych*, materiały VI konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE '97, t. 1, 1997, 501.
- [6] **Gotszalk T.**, Radojewski J., Szeloch R., Marendziak A., Sikora A., Hasek T., Kolanek K., Grabiec P., Rangelow I.W., *Diagnostyka materiałów i układów mikro- i nanoelektronicznych metodami modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań*, III Krajowa Konferencja Elektroniki, t. 1, Kołobrzeg 16–18 czerwca 2004, 73.
- [7] **Gotszalk T.**, Szeloch R., Marendziak A., Kolanek K., Grabiec P., Rangelow I.W., *Mikroskopia bliskich oddziaływań w pomiarach fizycznych właściwości mikro- i nanostruktur*, Krajowy Kongres Metrologii 2004, Politechnika Wroclawska 6–9.09.2004, 47.
- [8] Güntherodt H.-J., Wiesendanger R. (Eds.), *Scanning tunneling microscopy I–III*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg 1991.
- [9] Israelachvili J.N., *Intermolecular and Surface Forces*, Academic Press, New York, 1985.
- [10] Binnig G., Gerber Ch., Stoll E., Albrecht T.R., Quate C.F., *Atomic resolution with the atomic force microscope*, Europhys. Lett., 3, 1987, 1281.
- [11] Albrecht T.R., Quate C.F., *Atomic resolution imaging of a nonconductor by atomic force microscopy*, J. Appl. Phys., 62, 1988, 2599.
- [12] Marti O., Drake B., Hansma P.K., *Atomic force microscopy of liquid-covered surfaces: Atomic resolution images*, Appl. Phys. Lett., 51, 1987, 484.
- [13] Ferrante J., Smith J.R., *Theory of metallic adhesion*, Phys. Rev. B, 19, 8, 1979, 3911.
- [14] Martin Y., Williams C.C., Wickramasinghe H.K., *Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale*, Appl. Phys. Lett. 5, 1987, 4723.
- [15] Ohnesorge F., Binnig G., *True Atomic Resolution by Atomic Force microscopy through repulsive and attractive forces*, Science, 260, 1993, 1451.
- [16] Martin Y., Wickramasinghe H.K., *Magnetic imaging by “force microscopy” with 1000 Å resolution*, Appl. Phys. Lett., 50, 20, 1987, 1445.

-
- [17] Rugar D., Mamin H.J., Guethner P., Lambert S.B., Stern J.E., McFayden I., Yogi T., *Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media*, J. Appl. Phys., 68, 3, 1990, 1169.
- [18] Erlandsson R., Olsson L., Martensson P., *In equivalent atoms and imaging mechanisms in ac-mode atomic-force microscopy of Si(111)7×7*, Phys. Rev. B, 54, 12, R8309, 1996.
- [19] Albrecht T.R., Grütter P., Horne D., Rugar D., *Frequency modulation detection using high Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*, J. Appl. Phys., 69, 1991, 668.
- [20] Giessibl F.J., *Atomic Force Microscopy in Ultrahigh Vacuum*, Jpn. J. Appl. Phys., 33, 1994, 3726.
- [21] Giessibl F.J., Trafas B.M., *Piezoresistive cantilevers utilized for scanning tunneling and scanning force microscopy in ultrahigh vacuum*, Rev. Sci. Instrum. 65, 1994, 1923–1929.
- [22] Giessibl F.J., *Atomic resolution of the silicon (111)–(7×7) surface by atomic force microscopy*, Science, 267, 1995, 68–71.
- [23] Zhong Q., Innis D., Kjoller K., Elings V.B., *Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy*, Surf. Sci. Lett., 290, L688, 1993.
- [24] Hansma P.K., Cleveland J.P., Radmacher M., Walters D.A., Hillner P.E., Bezantilla M., Fritz M., Vie D., Hansma H.G., Prater C.B., Massie J., Fukunaga L., Gurley J., Elings V., *Tapping mode atomic force microscopy in liquids*, Appl. Phys. Lett., 64, 13, 1994, 1738.
- [25] Karrai K., Grober R.D., *Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes*, Appl. Phys. Lett., 66, 1995, 1842.
- [26] Okajima T., Hirotsu S., *Study of Shear force between glass microprobe and mica surface under controlled humidity*, Appl. Phys. Lett., 71, 4, 1997, 545.
- [27] Seo Y., Jhe W., *High-speed near-field scanning optical microscopy with a quartz crystal resonator*, Rev. Sci. Instrum., 73, 5, 2002, 2057.
- [28] Mate C.M., McClelland G., Erlandsson R., Chiang S., *Atomical-scale friction of a tungsten tip on a graphite surface*, Phys. Rev. Lett., 59, 17, 1987, 1942.
- [29] Erlandsson R., Hadziioannou G., Mate C.M., McClelland G.M., Chiang S., *Atomic scale friction between the muscovite mica cleavage plane and a tungsten tip*, J. Chem. Phys., 89, 1988, 5190.
- [30] Maivald P., Butt H.J., Gould S.A.C., Pratter C.B., Drake B., Gurley J.A., Ellings V.B., Hansma P.K., *Using force modulation to image surface elasticities with the atomic force microscope*, Nanotechnology, 2, 1991, 103.
- [31] Oulevey F., Gremaud G., Semorez A., Kulik A.J., Burnham N.A., Dupas E., Gourdon D., *Local mechanical spectroscopy with nanometer-scale lateral resolution*, Rev. Sci. Instrum., 69, 5, 1998, 2085.
- [32] Weisenhorn A., Hansma P.K., Albrecht T.R., Quate C.F., *Forces in atomic force microscopy in air and water*, Appl. Phys. Lett., 54, 1989, 2651.
- [33] Martin Y., Abraham D.W., Wickramasinghe H.K., *High resolution capacitance and potentiometry by force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 53, 1988, 2717.
- [34] Stern J.E., Terris B.D., Mamin H.J., Rugar D., *Deposition of localized charge on insulator surfaces using a force microscope*, Appl. Phys. Lett., 53, 26, 1988, 2717.
- [35] Göddenhenrich T., Lemke H., Hartmann U., Heiden C., *Force microscope with capacitive displacement detection*, J. Vac. Sci. Technol., A8, 1990, 383.

- [36] Mamin H.J., Rugar D., Lambert S.E., Franco L.P., Sanders I.L., Yogi T., Beaulieu T., *Magnetic force microscopy of recording media*, J. Appl. Phys., 67, 1990, 5953.
- [37] Williams C.C., Wickramasinghe H.K., *Scanning thermal profiler*, Appl. Phys. Lett., 49, 23, 1986, 1587.
- [38] Fiege G.B., Feige V., Phang J.C.H., Maywald M., Goerlich S., Balk L.J., *Failure Analysis of Integrated Devices by Scanning Thermal Microscopy (SThM)*, Microelectron. Reliab., 38, 6, 1998, 957.
- [39] Majumdar A., Lai J., Chandachood M., Nakabeppu O., Wu Y., Shi J., *Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes*, Rev. Sci. Instrum. 66, 1995, 3584.
- [40] Lai J., Chandrachood M., Majumdar A., Carrejo J.P., *Thermal detection of device failure by atomic force microscopy*, IEEE Electron Devive Lett. 16, 1995, 312.
- [41] Luo K., Herrick W., Majumdar A., Petroff P., *Scanning thermal microscopy of a vertical cavity surface emitting laser*, Appl. Phys. Lett., 71, 1997, 1604.
- [42] Kim P., Shi L., Majumdar A., McEuen P., *Mesoscopic thermal transport and energy dissipation in carbon nanotube*, Physica B, 323, 2002, 67.
- [43] Pyllki R.J., Moyer P., West P.E., *Scanning near-field optical microscopy and scanning thermal microscopy*, Jpn. J. Appl. Phys., 33, 1994, 3785.
- [44] Ruiz F., Sun W., Pollak F., Venkatramm C., *Determination of thermal conductivity of diamond-like nanocomposite films using a scanning thermal microscope*, Appl. Phys. Lett., 73, 1998, 1802.
- [45] Altes A., Heiderhoff R., Balk L.J., *Complementary surface investigation of diamond by scanning thermal microscopy and scanning near-field cathodoluminescence*, International Jour. Of Modern Physics B, 16, 6, 2002, 895.
- [46] Hammiche A., Pollock H.M., Song M., Hourston D.J., *Sub-surface by scanning thermal microscopy*, Meas. Sci. Technology, 7, 142, 1996.
- [47] Hammiche A., Hourston D.J., Pollock H.M., Reading M., Song M., *Scanning thermal microscopy: Sub-surface imaging, thermal mapping of polymer blends and localized calorimetry*, J. Vac. Sci. Technol., B 14, 1996, 1486.
- [48] Hammiche A., Reading M., Pollock H.M., Song M., Hourston D.J., *Localized thermal analysis using a miniaturized resistive probe*, Rev. Sci. Instrum., 67, 1996, 4268.
- [49] Pohl D.W., Denk W., Lanz M., *Optical stethoscopy: Image recording with resolution $\lambda/20$* , Appl. Phys. Lett., 44, 1984, 651.
- [50] Pohl D.W., Fischer U.Ch., Dürig U., *Scanning near-field optical microscopy (SNOM): Basic principles and some recent developments in Scanning Microscopy Technologies and Applications*, ed. by E. Clayton Teague, Proc. SPIE 897, Washington 1988, 84.
- [51] Reddick R.C., Warmack R.J., Ferrell T.L., *New form of scanning optical microscopy*, Phys. Rev. B, 39, 1989, 767.
- [52] Radojewski J., **Gotszalk T.**, *Optical signal detection problems in photon scanning tunneling microscope*, in Proc. of 20th Conference of the ISHM, Poland Chapter, Jurata, 15–18 Sept. 1996, 255.
- [53] Radojewski J., **Gotszalk T.**, *New reconstruction method of photon scanning tunneling microscope images*, in Proc. of 20th Conference of the ISHM, Poland Chapter, Jurata, 15–18 Sept. 1996, 251.

- [54] Radojewski J., **Gotszalk T.**, *Badanie funkcji zaniku pola optycznego w optycznym skaningowym mikroskopie tunelowym*, materiały VI konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE '97, t. 2, 1997, 162.
- [55] Radojewski J., **Gotszalk T.**, Denysiuk M., *Optyczny system kontroli sonda-próbka w skaningowym mikroskopie optycznym bliskiego pola (SNOM/PSTM)*, materiały VII konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE 2000, 1255.
- [56] Radojewski J., **Gotszalk T.**, *Zastosowanie światłowodów w optycznym skaningowym mikroskopie tunelowym (PSTM)*, materiały IV konferencji naukowej „Technologia i zastosowania światłowodów”, t. 2, Krasnobród 1996, 77.
- [57] Mihalcea C., Scholz W., Werner S., Münster S., Oesterschulze E., Kassing R., *Multi-purpose sensor tips for scanning near-field microscopy*, Appl. Phys. Lett., 68, 1996, 3531.
- [58] Grabiec P., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Edinger K., Abedinov N., Rangelow I.W., *SNOM/AFM microprobe integrated with piezoresistive cantilever beam for multifunctional surface analysis*, Microelectronic Engineering, 61–62, 2002, 981.
- [59] Davis R.C., Williams C.C., Neuzil P., *Micromachined submicrometer photodiode for scanning probe microscopy*, Appl. Phys. Lett., 66, 1995, 2309.
- [60] Radojewski J., **Gotszalk T.**, *Charakteryzowanie światłowodów paskowych w optycznym skaningowym mikroskopie tunelowym*, materiały VI konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE '97, t. 2, 166.
- [61] Hecht B., Sick B., Wild U., Deckert V., Zenobi R., Martin O.J. F., Pohl D.W., *Scanning near-field optical microscopy with aperture probes: Fundamentals and applications*, J. Chem. Physics, 112, 18, 2000, 7761.
- [62] Betzig E., Chichester R.J., *Single molecules observed by near field optical microscopy*, Science, 262, 1993, 1422.
- [63] Eckert R., Freyland J.M., Gersen H., Heinzelmann H., Schuermann G., Noell W., Staufer U., Rooij N.F., *Near-field fluorescence imaging with 32 nm resolution based on microfabricated cantilevers*, Appl. Phys. Lett., 77, 23, 2000, 3695.
- [64] Naber A., Dziomba T., Fischer U.C., Maas H.J., Fuchs H., *Photopatterning of a monomolecular dye film by means of scanning near-field optical microscopy*, Appl. Phys. A 70, 2000, 227–230.
- [65] Hecht B., Bielefeldt H., Pohl D.W., Novotny L., Heinzelmann H., *Influence of detection conditions on near-field optical imaging*, J. Appl. Physics, 84, 11, 1998, 5873.
- [66] Bozhevolnyi S.I., Pudonin F., *Two-Dimensional Micro-Optics of Surface Plasmons*, Phys. Rev. Lett., 78, 14, 1997, 2823.
- [67] Bozhevolnyi S.I., Smolyaninov I., Zayats A., *Nearfield microscopy of surface plasmon polaritons: Localization and internal interface imaging*, Phys. Rev. B, 51, 54, 1995.
- [68] Bozhevolnyi S.I., *Nearfield optical microscopy of localized excitations on rough surfaces: influence of a probe*, Journal of Microscopy, 194, 1999, 561.
- [69] Huang Y., Williams C.C., *Capacitance-voltage measurement and modeling on a nanometer scale by scanning C-V microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B12, 1, 1994, 369.
- [70] Barrett M., Dennis M., Tiffin D., Li Y., Shih C.K., *Two-dimensional dopant profiling of very large scale integrated devices using selective etching and atomic force microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B 14, 1, 1996, 447.

- [71] Dreyer M., Wiesendanger R., *Scanning capacitance microscopy and spectroscopy applied to local charge modifications and characterization of nitride-oxide-silicon heterostructures*, Appl. Phys. A, 61, 1995, 357.
- [72] Lanyi S., Török J., Reherek P., *A novel capacitance microscopy*, Rev. Sci. Instrum., 65, 7, 1994, 2258.
- [73] Trenkler T., Hantschel T., Stephenson R., De Wolf P., Vandervorst W., Hellemans L., Malave A., Büchel D., Oesterschulze E., Kulisch W., Niedermann P., Sulzbach T., Ohlsson O., *Evaluating probes for "electrical" atomic force microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B 18 (1), 2000, 418.
- [74] Sturm H., Stark W., Bovtoun V.P., Schulz E., *Methods for simultaneous measurements of topography and electrical surface properties using scanning force microscopy*, Conf. Proc. 9th Intern. Symp. Electrets (ISE9), Eds. Z. Xia and H. Zhang, Shanghai 25–30.9.1996.
- [75] Bovtoun V.P., Sturm H., Pashkov V.M., *Investigation of local electrical properties and topography of homo- and heterogeneous TiO₂ containing ceramics by scanning force microscopy (SFM)*, Conf. Proc. Electroceramics V, 2–4 Sept. 1996, Aveiro, Portugal, 2, 117–120.
- [76] Bar-Sadeh E., Goldstein Y., Volovelsky M., Porath D., Zhang C., Deng H., Abeles B., Millo O., *Low temperatures scanning tunneling microscopy studies of granular metal films*, J. Vac. Sci. Technol., B13, 3, 1995, 108.
- [77] Morita S., Sugawara Y., Fukano Y., *Atomic Force Microscope combined with Scanning Tunneling Microscope [AFM/STM]*, Jpn. Appl. Phys., 32, 1993, 2983.
- [78] Stopka M., Hadjiiski L., Oesterschulze E., Kassing R., *Surface investigations by scanning thermal microscopy*, J. Vac. Sci. Technol. B 13, 1995, 2153.
- [79] Wolter O., Bayer T., Greschner J., *Micromachined silicon sensors for scanning force microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B9 (2), 1991, 1353.
- [80] Albrecht T.R., Akamine S., Carver T., Quate C.F., *Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope*, J. Vac. Sci. Technol., A8, 1990, 3386.
- [81] Viani M.B., Schäffer T.E., Chand A., Rief M., Gaub H.E., Hansma P.K., *Small cantilevers for force spectroscopy of single molecules*, J. Appl. Phys., 86, 4, 1999, 2259.
- [82] Yasumura K., Stowe T.D., Chow E.M., Pfafman T., Kenny T.W., Stipe B., Rugar D., *Quality factor in mirror- and submicron-thick cantilevers*, Journ. of Micromech. Syst., 9, 1, 2000, 117.
- [83] Zawadzki J., Siuta W., *Mechanika ogólna*, PWN, Warszawa 1970.
- [84] Zakrzewski M., Zawadzki J., *Wytrzymałość materiałów*, PWN, Warszawa 1983.
- [85] Stark R.W., Drobek T., Heckl W.M., *Tapping-mode atomic force microscopy and phase-imaging in higher eigenmodes*, Appl. Phys. Lett., 74, 22, 1999, 3296.
- [86] Drobek T., Stark R.W., Gräber M., Heckl W.M., *Overtone atomic force microscopy studies of decagonal quasi-crystal surfaces*, New Journal of Physics, 1, 1.1, 1999.
- [87] Salapaka M.V., Bergh H.S., Lai J., Majumdar A., McFarland E., *Multi-mode noise analysis of cantilevers for scanning probe microscopy*, J. Appl. Phys., 81, 6, 1997, 2480.
- [88] Rast S., Wattinger C., Gysin U., Meyer E., *The noise of cantilevers*, Nanotechnology, 11, 2000, 169.
- [89] Minne S.C., Adams J.D., Yaralioglu G., Manalis S.R., Atalar A., Quate C.F., *Centimeter scale atomic force microscope imaging and lithography*, Appl. Phys. Lett., 73, 1998, 1742.

- [90] Akiyama T., Stauffer U., De Rooij N.F., *Fast driving technique for integrated thermal bimorph actuator toward high-throughput atomic-force microscopy*, Rev. Sci. Instrum., 73 (8), 2002, 2643.
- [91] Akiyama T., Stauffer U., De Rooij N.F., Lange D., Hagleitner G., Brand O., Baltes H., Tonin A., Hidber H.R., *Integrated atomic force microscopy array probe with metal-oxide-semiconductor field effect transistor stress sensor, thermal bimorph actuator, and on chip complementary metal-oxide-semiconductor electronics*, J. Vac. Sci. Technol., B 18, 2000, 2669.
- [92] Schitter G., Menold P., Knapp H.F., Allgöwert F., Stemmer A., *High performance feedback for fast scanning atomic force microscopes*, Rev. Sci. Instrum., 72, 8, 2001, 3320.
- [93] Humphris A.D.L, Hobbs J.K., Miles M.J., *Ultra-high-speed scanning near-field optical microscopy capable of over 100 frames per second*, Appl. Phys. Lett., 83, 7, 6, 2003.
- [94] Viani M.B., Schäffer T.E., Paloczi G.T., Pietrasanta L.I., Smith B.L., Thompson J.B., Richter M., Rief M., Gaub H.E., Plaxco K.W., Cleland A.N., Hansma H.G., Hansma P.K., *Fast imaging and fast force spectroscopy of single biopolymers with a new atomic force microscope designed for small cantilevers*, Rev. Sci. Instrum., 70 (11), 1999, 4300.
- [95] Kawakatsu H., Kawai S., Saya D., Nagashio M., Kobayashi D., Toshiyoshi H., Fujita H., *Towards atomic force microscopy up to 100 MHz*, Rev. Sci. Instrum., 73, 6, 2002, 2317.
- [96] Brugger J., Jaecklin V.P., Linder C., Blanc N., Indermuehle P.F., De Rooij N.F., *Micro-fabricated tools for nanoscience*, J. Micromech. Microeng. 3, 1993, 161.
- [97] Itoh T., Suga T., *Development of a force sensor for atomic force microscopy using piezoelectric thin films*, Nanotechnology, 4, 1993, 218.
- [98] Manalis S.R., Minne S.C., Quate C.F., *Atomic force microscopy for high speed imaging using cantilevers with an integrated actuator and sensor*, Appl. Phys. Lett., 68, 1996, 871.
- [99] Manalis S.R., Minne S.C., Atalar A., Quate C.F., *High-speed atomic force microscopy using an integrated actuator and optical lever detection*, Rev. Sci. Instrum., 67, 1996, 3294.
- [100] Burrer Chr., Esteve J., *Thermally driven micromechanical bridge resonators*, Sensors and Actuators A, 41–42, 1994, 680.
- [101] Lee J.-Y., Kang S.-W., *A characterization of the thermal parameters of thermally driven polysilicon microbridge actuators using electrical impedance analysis*, Sensors and Actuators A, 75, 86, 1999.
- [102] Bihler J., Funk J., Paul O., Steiner F.-P., Baltes H., *Thermally actuated CMOS micromirrors*, Sensors and Actuators A, 46, 572, 1995.
- [103] Zou Q., Sridhar U., Lin R., *A study on micromachined bimetallic actuation*, Sensors and Actuators A, 78, 1999, 212.
- [104] Ivanow Tz., **Gotszalk T.**, Grabiec P., Tomerov E., Rangelow I.W., *Thermally driven micromechanical beam with piezoresistive deflection readout*, Microelectronic Engineering, 67–68, 2002, 550.
- [105] **Gotszalk T.**, Sikora A., Janus P., Grabiec P., Rangelow I.W., *Piezorezystywna dźwignia sprężysta z termiczną akcją wychylenia*, VIII konferencja naukowa „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne”, Wrocław 27–30 czerwca 2004, 346.

- [106] Abedinov N., Grabiec P., **Gotszalk T.**, Ivanov Tz., Voigt J., Rangelow I.W., *Micromachined piezoresistive cantilever array with integrated resistive microheater for calorimetry and mass detection*, Jour. Vac. Sci. and Technol., A 19, 6, 200, 1890.
- [107] Grabiec P., Abedinov N., Shi F., Barth W., Dębski T., **Gotszalk T.**, Hudek P., Rangelow I.W., *Piezorezystywna matryca femtokalorymetrów ze zintegrowanym mikrogrzejnikiem*, materiały VII Konferencji Naukowej ELTE 2000, 1259.
- [108] Pedrak R., Ivanov Tz., Ivanova K., **Gotszalk T.**, Abedinov N., Rangelow I.W., Edinger K., Tomerov E., Schenkel T., Hudek P., *Micromachined atomic force microscopy sensor with integrated piezoresistive sensor and thermal bimorph actuator for high-speed tapping-mode atomic force microscopy phase-imaging in higher eigenmodes*, J. Vac. Sci. Technol., B 21, 2003, 3102.
- [109] Rugar D., Mamin H.J., Guethner P., *Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 55, 25, 1989, 2588.
- [110] Moser A., Hug H.J., Jung T., Schwarz U., Güntherodt H., *A miniature fibre optic force microscope scan head*, Meas. Sci. Technol., 4, 1993, 769.
- [111] Oral A., Grimble R.A., Özer H.Ö., Pethica J.B., *High-sensitivity noncontact atomic force microscope/scanning tunnelling microscope nc AFM/STM operating at subangstrom oscillation amplitudes for atomic resolution imaging and force spectroscopy*, Rev. Sci. Instrum., 74, 8, 2003, 3656.
- [112] Stowe T.D., Yasumura K., Kenny T.W., Botkin D., Wago K., Rugar D., *Attonewton force detection using ultrathin silicon cantilevers*, Appl. Phys. Lett., 71, 2, 1997, 288.
- [113] Stowe T.D., Kenny T.W., Thomson D.J., Rugar D., *Silicon dopant imaging by dissipation force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 75, 18, 1999, 2785.
- [114] Meyer G., Amer N., *Novel optical approach to atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 53, 24, 1988, 2400.
- [115] Meyer G., Amer N., *Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical beam deflection atomic force microscope*, Appl. Phys. Lett., 57, 20, 1990, 2089.
- [116] Sarid D., *Scanning Force Microscopy*, Oxford University Press, New York 1991.
- [117] Mendez-Vilas A., Gonzalez-Martin M.L., Nuevo M.J., *Optical interference artifacts in contact atomic force microscopy images*, Ultramicroscopy, 92, 2, 2002, 243.
- [118] Viani M.B., Schäffer T.E., Palocz G.T., Pietrasanta L.I., Smith B.L., Thompson J.B., Richter M., Rief M., Gaub H.E., Plaxco K.W., Cleland A.N., Hansma H.G., Hansma P.K., *Fast imaging and fast force spectroscopy of single biopolymers with a new atomic force microscope designed for small cantilevers*, Rev. Sci. Instrum., 70, 11, 1999, 4300.
- [119] Schaffer T.E., Hansma P.K., *Characterization and optimization of the detection sensitivity of an atomic force microscope for small cantilevers*, J. Appl. Phys., 84, 9, 1998, 4661.
- [120] Rabe U., Janser K., Arnold W., *Vibrations of free and surface-coupled atomic force microscope cantilevers: Theory and experiment*, Rev. Sci. Instrum., 67, 9, 1996, 3281.
- [121] Chu J., Itoh T., Lee Ch., Suga T., Watanabe K., *Novel high vacuum scanning force microscope using a piezoelectric cantilever and phase detection method*, J. Vac. Sci. Technol. B 15, 4, 1997, 1551.
- [122] Indermuhle P.F., Schurmann G., Racine G.A., De Rooij N.F., *Fabrication and Characterization of cantilevers with Integrated Sharp Tips and Piezoelectric elements for Ac-*

- tuation and Detection for Parallel AFM Applications*, Sensors and Actuators A, 60, 1997, 186.
- [123] Tortonese M., Yamada H., Barrett R.C., Quate C.F., *Atomic force microscopy using a piezoresistive cantilever*, Transducers 97. 1997 International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, 1991, 448–451.
- [124] Tortonese M., *Force Sensors for Scanning Probe Microscopy*, praca doktorska, Uniwersytet Stanford USA, 1993.
- [125] Tortonese M., Barrett R.C., Quate C.F., *Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection*, Appl. Phys. Lett., 62, 1993, 834.
- [126] Giessibl F.J., Träfas B.M., *Piezoresistive cantilevers utilized for scanning tunnelling and scanning force microscope in ultrahigh vacuum*, Rev. Sci. Inst., 65, 6, 1994, 1923.
- [127] Volodin A., Van Haesendonck C., *Low temperature force microscopy based on piezoresistive cantilevers operating at a higher flexural mode*, Appl. Phys. A, 66, 1998, 305.
- [128] Stahl U., Yuan C.W., Lozanne A.D. de, Tortonese M., *Atomic force microscope using piezoresistive cantilevers and combined with a scanning electron microscope*, Appl. Phys. Lett., 65, 22, 1994, 2878.
- [129] Oden P.I., Thundat T., Wachter E.A., Warmack R.J., Datskos P.G., Hunter S.R., *Remote infrared radiation detection using piezoresistive microcantilevers*, Appl. Phys. Lett., 69, 20, 1996.
- [130] Chui B.W., Stowe T.D., Kenny T.W., Mamin H.J., Terris B.D., Rugar D., *Low-stiffness silicon cantilevers for thermal writing and piezoresistive readback with the atomic force microscope*, Appl. Phys. Lett., 69, 18, 1996, 2767.
- [131] Mamin H.J., *Thermal writing using a heated atomic force microscope tip*, Appl. Phys. Lett., 69, 3, 1996, 433.
- [132] Brugger J., Despont M., Rossel C., Rothuizen H., Vettiger P., Willemin M., *Microfabricated Ultrasensitive Piezoresistive Cantilevers for Torque Magnetometry*, Sensors and Actuators, A, 73, 1999, 235.
- [133] **Gotszalk T.**, Grabiec P., Rangelow I.W., *Piezoresistive sensors for scanning probe microscopy*, Ultramicroscopy, 82, 2000, 39.
- [134] Rangelow I.W., Grabiec P., **Gotszalk T.**, Edinger K., *Piezoresistive SXM Sensors*, Surface and Interface Analysis, 33, 2002, 234.
- [135] Dumania P., Grabiec P., **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., *Silicon Integrated AFM Piezoresistive Probes*, Workshop Microtechnology and Thermal Problems in Electronics, September 21–27 1998, 50.
- [136] **Gotszalk T.**, Linnemann R., Rangelow I.W., Dumania P., Grabiec P., *AFM with piezoresistive Wheatstone bridge cantilever - noise performances and applications in contact and noncontact mode*. In Metal/Nonmetal Microsystems: Physics, Technology, and Applications, Benedykt W. Licznarski, Andrzej Dziedzic, Proc. SPIE 2780, 376, 1996.
- [137] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Grabiec P., Dumania P., Radojewski J., *Dźwignia piezorezystywna w modularnej mikroskopii bliskich oddziaływań*, materiały konferencji „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne” COE '96, t. II, 1996, 373.
- [138] **Gotszalk T.**, Shi F., Grabiec P., Dumania P., Rangelow I.W., *Fabrication of multifunction AFM/SCM/SEP Microprobe with integrated piezoresistive deflection sensor and isolated conductive tip*, Microelectronic Engineering, 41/42, 1998, 477.

- [139] **Gotszalk T.**, Shi F., Grabiec P., Dumania P., Hudek P., Rangelow I.W., *Fabrication of the Multipurpose Piezoresistive Wheatstone Bridge Cantilever with Conductive Microtip for Electrostatic Force Microscopy and Scanning Capacitance Microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B 16, (6), 1998, 3948.
- [140] **Gotszalk T.**, Czarnecki P., Grabiec P., Domanski K., Zaborowski M., Rangelow I.W., *Microfabricated cantilever with metallic tip for electrostatic and capacitance microscopy and its application to investigation of semiconductor devices*, J. Vac. Sci. Technol., B 22, 2004, 506.
- [141] Rangelow I.W., **Gotszalk T.**, Abedinov N., Grabiec P., Edinger K., *Thermal nano-probe*, Microelectronic Engineering, 57–58, 2001, 737–748.
- [142] Edinger K., **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., *Novel high resolution scanning thermal probe*, J. Vac. Sci. Technol., B 19 (6), 2001, 2856.
- [143] Radojewski J., **Gotszalk T.**, Grabiec P., *Mikroskop skanujący SNOM/AFM*, materiały VII Konferencji Naukowej ELTE 2000, 1239.
- [144] Grabiec P., Sunyk R., Shi F., Popovic G., **Gotszalk T.**, Hudek P., Dumania P., Rangelow I.W., *A Design and Fabrication of a 3D Force Sensitive Microprobe for Surface Characterization*, Microelectronic Engineering, 46, 1–4, 1999, 405.
- [145] Grabiec P., Sunyk R., Shi F., Budzyński T., Studzińska K., Barth W., Dębski T., **Gotszalk T.**, Hudek P., Rangelow I.W., *Trójwymiarowe struktury mikromechaniczne dla mikroskopii sił atomowych i lateralnych AFM/LFM*, materiały VII Konferencji Naukowej ELTE 2000, 1301.
- [146] Zaborowski M., Grabiec P., **Gotszalk T.**, Romanowska E., Wrzesińska H., Domański K., *Zagadnienia konstrukcji i technologii mikrosondy do pomiaru temperatury komórek roślinnych*, materiały VII Konferencji Naukowej ELTE 2000, 1325.
- [147] Zaborowski M., Grabiec P., **Gotszalk T.**, Romanowska E., Rangelow I.W., *A temperature microsensor for biological investigations*, Microelectronic Engineering, 57–58, 2001, 787–792.
- [148] Barth W., Dębski T., Abedinov N., Ivanov Tz., Heerlein H., Volland B., **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Tokar K., Fritzenwallner K., Grabiec P., Studzińska K., Kostic I., Hudek P., *Evaluation and fabrication of AFM array for ESA-Midas/Rosetta space mission*, Microelectronic Engineering, 57–58, 2001, 825.
- [149] Givargizov E., Stepanova A., Mashkova E., Molchanov V., Shi F., Hudek P., Rangelow I.W., *Ultrasharp diamond-coated silicon tips for scanning-probe devices*, Microelectronic Engineering, 41–42, 1998, 499.
- [150] Givargizov E., Stepanova A., Obolenskaya L., Mashkova E., Molchanov V., Givargizov M., Rangelow I.W., *Whisker probes*, Ultramicroscopy, 82, 1–4, 2000, 57.
- [151] Smith C.S., *Piezoresistance effect in germanium and silicon*, Phys. Rev., 94, 1, 1954, 42.
- [152] Kanda Y., *A graphical representation of the piezoresistance coefficients in silicon*, IEEE Trans Electron Devices, 29, 1, 1982, 64.
- [153] Linnemann R., **Gotszalk T.**, Hadjiiski L., Rangelow I.W., *Characterization of a cantilever with an integrated deflection sensor*, Thin Solid Films, 264, 1995, 159.
- [154] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Dumania P., Grabiec P., *Cantilever with integrated Wheatstone bridge piezoresistive deflection sensor – analysis of vertical/lateral force and displacement sensitivity*. In Micromachining and Microfabrication Process Technology II, Michael Postek, Craig Friedrich, Proc. SPIE 2880, 264, 1996.

- [155] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Grabiec P., Dumania P., Radojewski J., *Czułość obserwacji nanosił i układy pomiarowe belki piezorezystywnej mikroskopu sił atomowych*, materiały VI konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE '97, t. 2, 653.
- [156] Linnemann R., **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Dumania P., Oesterschulze E., *AFM and LFM using piezoresistive Cantilever*, J. Vac. Sci. Techn., B, 14, 2, 1996, 856.
- [157] Bashir R., Gupta A., Neudeck G.W., McElfresh M., Gomez R., *On the design of piezoresistive silicon cantilevers with stress concentration regions for scanning probe microscopy applications*, Journ. of Microm. and Microeng., 10, 12, 2000, 483.
- [158] Ivanov Tz., **Gotszalk T.**, Sulzbach T., Rangelow I.W., *Quantum size aspects of the piezoresistive effect in ultra thin piezoresistors*, Ultramicroscopy, 97, 2003, 377.
- [159] Ivanov T., **Gotszalk T.**, Sulzbach T., Chakarov I., Rangelow I.W., *AFM cantilever with ultra-thin transistor-channel piezoresistor: quantum confinement*, Microelectronic Engineering, 67–68, 2003, 534.
- [160] Harley J.A., Kenny T.W., *High-sensitivity piezoresistive cantilevers under 1000 Å thick*, Appl. Phys. Lett., 75, 2, 1999, 289.
- [161] Yu X., Thaysen J., Hansen O., Boisen A., *Optimization of sensitivity and noise in piezoresistive cantilevers*, Journ. Appl. Phys., 92, 10, 2002, 6296.
- [162] Ried R.P., Mamin H.J., Terris B.D., Fan L.S., Rugar D., In TheProceedings of Transducers '97 IEEE, Piscataway, NJ, 1997, 447.
- [163] Minne S.C., Manalis S.R., Quate C.F., *Parallel atomic force microscopy using cantilevers with integrated piezoresistive sensors and integrated piezoelectric actuators*, Appl. Phys. Lett., 67, 26, 3918.
- [164] Chow E.M., Soh H.T., Lee H.C., Adams J.D., Minne S.C., Yaralioglu G., Atalar A., Quate C.F., Kenny T.W., *Integration of through-wafer interconnects with a two-dimensional cantilever array*, Sens. Actuators A, 83, 2000, 118.
- [165] Chow E.M., Yaralioglu G.G., Quate C.F., Kenny T.W., *Characterization of a two-dimensional cantilever array with through-wafer electrical interconnects*, Appl. Phys. Lett., 80, 4, 2001, 664.
- [166] Giessibl F.J., Bielefeldt H., Hembacher S., Mannhart J., *Calculation of the optimal imaging parameters for frequency modulation atomic force microscopy*, Appl. Surf. Sci., 140, 1999, 352.
- [167] Giessibl F.J., Bielefeldt H., *Physical interpretation of frequency-modulation atomic force microscopy*, Phys. Rev. B, 61, 2000, 9968.
- [168] Harley J.A., Kenny T.W., *A High-Stiffness Axial Resonant Probe for Atomic Force Microscopy*, Journ. of Micromech. Syst., 10, 3, 2001, 434.
- [169] Lu C.J., Jiang Z., Bogy D.B., *Development of a new tip assembly for lateral force microscopy and its application to thin film magnetic media*, Transaction of the the ASME, 117, 4, 1995, 244.
- [170] Burger J., Berenschot E., Burger G., Visscher H., Elwenspoek M., *Piezoresistive friction force sensor for tribological research*, Journ. of Micromech. and Microeng., 8, 1998, 138.
- [171] **Gotszalk T.**, Grabiec P., Rangelow I.W., *A novel piezoresistive cantilever for Atomic Force and lateral microscopy*, Eurosensors 2004, International Conference (zostanie opublikowane w Sensors and Actuators A).

- [172] Zambov L., Popov C., Abedinov N., Plass M., Kulisch W., **Gotszalk T.**, Grabiec P., Rangelow I.W., Kassing R., *Gas-Sensitive Properties of Nitrogen-Rich Carbon Nitride Films*, *Advanced Materials*, 9, 2000, 2.
- [173] Domański K., Grabiec P., **Gotszalk T.**, Beck R.B., Dębski T., Rangelow I.W., *Mikromechaniczny czujnik gazu*, materiały VII Konferencji Naukowej ELTE 2000, 1235.
- [174] Domański K., Grabiec P., Marczewski J., **Gotszalk T.**, Ivanow Tz., Abedinov N., Rangelow I.W., *Fabrication and properties of piezoresistive beams with porous silicon element*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 21, 1, 2003, 45.
- [175] Abedinov N., Popov C., Yordanov Zh., Ivanov Tz., **Gotszalk T.**, Grabiec P., Kulisch W., Rangelow I.W., Filenko D., Shirshov Yu., *Chemical recognition based on micromachined silicon cantilever array*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 21, 2003, 2931.
- [176] Putman C.A., van der Werf K.O., Bart G., van Hulst N.F., Segerink F.B., Greve J., *Atomic force microscope with integrated optical microscope for biological applications*, *Rev. Sci. Instrum.*, 63, 1992, 1914.
- [177] **Gotszalk T.**, Sankowska A., Radojewski J., Rangelow I.W., *Laserowe czujniki siły i wychylenia*, materiały VI konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE ’97, t. 2, 657–660.
- [178] Sikora A., **Gotszalk T.**, Szeloch R., Radojewski J., Sankowska A., *Modularny mikroskop tunelowy i sił atomowych do badań własności elektrycznych nanostruktur*, materiały II Krajowej Konferencji Elektroniki, KKE 2003, Kołobrzeg, 9–12 czerwca 2003, t. 1–2, Wydział Elektroniki Polit. Koszal., Koszalin 2003, 79.
- [179] Kolanek K., Marendziak A., **Gotszalk T.**, Szeloch R., Kaczmarek M., Suchecki P., *Układ optoelektroniczny głowicy modularnego mikroskopu bliskich oddziaływań*, materiały III Krajowej Konferencji Elektroniki, t. 2, Kołobrzeg 16–18 czerwca 2004, 521.
- [180] Baselt D. R., Baldeschwieler J., *Scanned-cantilever atomic force microscope*, *Rev. Sci. Instrum.*, 64, 4, 908, 1993.
- [181] Hansma P.K., Drake B., Grigg D., Prater C.B., Yashar F., Gurley G., Elings V., Feinstein S., Lal R., *A new, optical-lever based atomic force microscope*, *J. Appl. Phys.*, 76, 1994, 796.
- [182] Kwong J., Hong J., Kim Y., Lee D., Lee K., Lee S., Park S., *Atomic force microscope with improved scan accuracy, scan speed, and optical vision*, *Rev. Sci. Instrum.*, 74, 10, 2003, 4378.
- [183] Szeloch R.F., **Gotszalk T.P.**, Radojewski J., Janus P., Orawski W., Pędrak R., *Sterowanie i przetwarzanie sygnałów termograficznym systemie bliskiego i dalekiego pola*, materiały VI krajowej konferencji „Komputerowe wspomaganie badań naukowych”, 345.
- [184] Baselt D., Clark S., Youngquist M., Spence Ch., Baldeschwieler J., *Digital signal processor control of scanned probe microscopes*, *Rev. Sci. Instrum.*, 64, 7, 1993, 1874.
- [185] Humphry M.J., Chettle R., Moriarty P.J., Upward M.D., Beton P.H., *Digital scanning probe microscope controller for molecular manipulation applications*, *Rev. Sci. Instrum.*, 71, 4, 2000, 1698.

- [186] Marendziak A., Czarnecki P., Janus P., Sikora A., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Szeloch R., Rangelow I.W., *Zastosowanie systemu DSP ADWinPro w skaningowej mikroskopii bliskich oddziaływań*, materiały krajowej konferencji: „Komputerowe wspomaganie badań naukowych” – X KK KOWBAN ‘2003, Wrocław–Polanica Zdrój, 22–24 października 2003, 233.
- [187] Jabłoński A., *Automatyka przemysłowa*, Wydawnictwo Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1982.
- [188] Pełczewski W., *Teoria sterowania. Ciągłe stacjonarne układy liniowe*, WNT, Warszawa 1980.
- [189] Mertz J., Marti O., Mlynek J., *Regulation of a microcantilever response by force feedback*, Appl. Phys. Lett., 62, 19, 1993, 2344.
- [190] Hammiche A., Wie Y., Wilson I.H., Webb R., *The Surrey STM: Construction, development, and evaluation of a scanning tunneling microscope*, Rev. Sci. Instrum., 62, 12, 1991, 3010.
- [191] Janus P., Pędrak R., **Gotszalk T.**, Radojewski J., *Zaawansowane procedury wizualizacji danych pomiarowych w mikroskopii skanującej*, materiały VII konferencji naukowej ELTE 2000, 1321.
- [192] Marendziak A., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Kolanek K., Szeloch R., *Matematyczne przetwarzanie obrazu w skaningowej mikroskopii bliskich oddziaływań*, materiały III Krajowej Konferencji Elektroniki, t. 2, Kołobrzeg 16–18 czerwca 2004, 647.
- [193] Yaralioglu G.G., Atalar A., Manalis S.R., Quate C.F., *Analysis and design of an interdigital cantilever as a displacement sensor*, Journ. of Appl. Physics, 83, 12, 1998, 7405.
- [194] Smoliński A., *Optoelektronika światłowodowa*, WNT, Warszawa, 1985.
- [195] www.ti.com
- [196] Mancini R., *Op Amps For evryrone* – Design reference, Texas Instruments, Advanced Analog Products SLOD 006A, September 2001.
- [197] Midwinter A., *Optoelektronika i technika światłowodowa*, WNT, Warszawa 1987.
- [198] www.hitachi.com
- [199] Ho F., Yamamoto Y., *Analysis and optimization of force sensitivity in atomic force microscopy using optical and electrical detection*, J. Vac. Sci. Technol., B 16, 1, 1998, 43.
- [200] Rugar D., Stipe B.C., Mamin H. J., Yannoni C.S., Stowe T. D., Yasumura K.Y., Kenny T.W., *Adventures in attoneton force detection*, Appl. Phys. A, 72, S3, 2001.
- [201] Sidles J.A., Garbini J.L., Drobny G.P., *The theory of oscillator-coupled magnetic resonance with potential applications to molecular imaging*, Rev. Sci. Instrum., 63, 1992, 3881.
- [202] Hannay J.D., Chantrell R.W., Rugar D., *Thermal field fluctuations in a magnetic tip implications for magnetic resonance force microscopy*, J. Appl. Phys., 87, 2000, 6827.
- [203] Hooge F.N., *1/f noise is no surface effect*, Phys. Lett. A, 29, 1969, 139.
- [204] Harley J., Kenny T.W., *1/f noise considerations for the design and process optimization of piezoresistive cantilevers*, Jour. of Micromechanical Systems, 9, 2, 2000, 226.
- [205] Vandamme L.K.J., Oosterhoff S., *Annealing of ion-implanted resistors reduces the 1/f noise*, J. Appl. Phys., 59, 9, 1986, 3169.
- [206] Su Y., Evans A.G.R., Brunnschweiler A., Ensell G., Koch M., *Fabrication of Improved Piezoresistive Silicon Cantilevers Probes for the Atomic Force Microscope*, Sensors and Actuators A, 60, 1997, 163.

- [207] Hansen O., Boisen A., *Noise in piezoresistive atomic force microscopy*, Nanotechnology, 10, 1999, 51.
- [208] **Gotszalk T.**, Kolanek K., Hasek T., Sikora A., Szeloch R., Grabiec P., Domański K., Janus P., *Elektroniczne układy pomiarowe współpracujące z mikrosystemowymi piezorezystywnymi czujnikami siły*, materiały III Krajowej Konferencji Elektroniki, t. 1, Kołobrzeg 16–18 czerwca 2004, 253.
- [209] www.analog.com
- [210] Walther L.E., Vidal E., Russell N.E., Israeloff H.A., Gomariz, *Atomic force measurement of low-frequency dielectric noise*, Appl. Phys. Lett., 72, 24, 1998, 3223.
- [211] Yasumura Y., Stowe T., Chow E., Pfafman T., Kenny T.W., Stipe B., Rugar D., *Quality factors in micron- and submicron- thick cantilevers*, Jour. of micromechanical systems, 9, 1, 2000, 117.
- [212] Cleveland J.P., Manne S., Bocek D., Hansma P.K., *A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy*, Rev. Sci. Instrum., 64, 1993, 403.
- [213] Sader J.E., Chon J.W., Mulvaney P., *Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers*, Rev. Sci. Instrum., 70, 1999, 3967.
- [214] Sader J.E., *Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope*, J. Appl. Phys., 84, 1998, 64.
- [215] Sader J.E., Larson I., Mulvaney P., White L.R., *Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers*, Rev. Sci. Instrum., 66, 1995, 3789.
- [216] Chon J.W., Mulvaney P., Sader J.E., *Experimental validation of theoretical models for the frequency response of atomic force microscope cantilever beams immersed in fluids*, J. Appl. Phys., 87, 2000, 3978.
- [217] Hutter J.L., Bechhoefer J., *Calibration of atomic-force microscope tips*, Rev. Sci. Instrum., 64, 1993, 1868.
- [218] Levy R., Maaloum M., *Measuring the spring constant of atomic force microscope cantilevers: thermal fluctuations and other methods*, Nanotechnology, 13, 2002, 37.
- [219] Butt H. J., Siedle P., Seifert K., Fendler K., Seeger T., Bamberg E., Weisenhorn A.L., Goldie K., Engle A., *Scan speed limit in atomic force microscopy*, J. Microsc., 169, 1993, 75.
- [220] Holbery J.D., Eden V.L., Sarikaya M., Fisher R.M., *Experimental determination of scanning probe microscope cantilever spring constants utilizing a nanoindentation apparatus*, Rev. Sci. Instrum., 71, 2000, 3769.
- [221] Tortonese M., Kirk M., *Characterization of application specific probes for SPMs*, SPIE 3009, 1997, 53.
- [222] Fuchs H., Schimmel T., Lux-Steiner M., Bucher E., *Investigation atomic-scale structures with the STM*, Ultramicroscopy, 42–44, 1991, 1295.
- [223] Zhang Z., Lieber Ch., *Nanotube structure and electronic properties probed by scanning tunneling microscopy*, Appl. Phys. Lett., 62, 1993, 2792.
- [224] Larsen T., Molonia K., Flack F., Eriksson M., Lagally M., *Comparison of wear characteristics of etched-silicon and carbon nanotube atomic-force microscopy probes*, Appl. Phys. Lett., 80, 2002, 1996.
- [225] Ohmi T., Aoyama S., *Calibration of height in atomic force microscope images with subnanometer scale silicon dioxide steps*, Appl. Phys. Lett., 61, 20, 1992, 2479.

- [226] Feng G., Peng G., Koenders L., *Calibration of transfer standards for SPM*, Microelectronic Engineering, 41–42, 1998, 615.
- [227] **Gotszalk T.**, Grabiec P., Rangelow I.W., *Calibration and examination of piezoresistive Wheatstone bridge cantilevers for scanning probe microscopy*, Ultramicroscopy 97, 2003, 385.
- [228] **Gotszalk T.**, Grabiec P., Rangelow I.W., *Calibration of piezoresistive Wheatstone bridge cantilevers for scanning probe microscopy*, Proceedings of the 5th Seminar on Quantitative Microscopy and 1st Seminar on Nanoscale Calibration Standards and Methods Nanoscale 2001, 183.
- [229] Bosworth T., Fouere J.-C., Smith N., *Critical dimension and overlay metrology*, Solid State Technol., 9, 1995, 119.
- [230] Haessler-Grohne W., Bosse H., *An electron optical metrology system for pattern placement measurements*, Meas. Sci. Technol., 9, 1998, 1120.
- [231] Hatsuzawa T., Tanimura Y., Toyoda K., Nara M., Toyonaga S., Hara S., Iwasaki H., Kondou K., *A compact laser interferometer with a piezodriven scanner for metrological measurements in regular SEM*, Rev. Sci. Instrum., 65, 1994, 2510.
- [232] Wilder K., Quate C.F., Singh B., Alvis R., Arnold W., *Atomic force microscopy for cross section inspection and metrology*, J. Vac. Sci. Technol., B 14, 6, 1996, 4004.
- [233] Takada K., Chida K., Noda J., Nakajima S., *Development of a trench depth measurement system for VLSI dynamic random access memory vertical capacitor cells using an interferometric technique with a Michelson interferometer*, Applied Optics, 28, 15, 1989, 3373.
- [234] Bienias M., Gao S., Hasche K., Seeman R., Thiele K., *A metrological scanning force microscope used for coating thickness and other topographical measurements*, Applied Physics A, A 66, 1998, 837.
- [235] Meli F., Thalman R., *Long range AFM profiler used for accurate pitch measurements*, Meas. Sci. Technol., 9, 1998, 1087.
- [236] Giessibl F., *High speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork*, Appl. Phys. Lett., 73, 26, 1998, 3956.
- [237] Giessibl F., *Progress in Atomic Force Microscopy*, Habilitationsschrift, Universitaet Augsburg, 2000.
- [238] Millner R., *Ultraschalltechnik-Grundlagen und Anwendungen*, Physik-Verlag 1987.
- [239] Soluch W., *Wstęp do piezoelektroniki*, WNT, Warszawa 1980.
- [240] Chen C., *In situ testing and calibration of tube piezoelectric scanners*, Ultramicroscopy, 42–44, 1992, 1653.
- [241] Vandervoort K.G., Zasadzinski R.K., Galicia G.G., Crabtree G.W., *Full temperature calibration from 4 to 300K of the voltage response of piezoelectric tube scanner PZT-5A for use in scanning tunneling microscopes*, Rev. Sci. Instrum., 64, 1993, 896.
- [242] Ricks T., Atherton P., *The NanoPositioning Book*, Quensgate Instruments Ltd. 1997.
- [243] Fujii T., Suzuki M., Yamaguchi M., Kawaguchi R., Yamada H., Nakayama K., *Three-dimensional displacement measurement of a tube scanner for a scanning tunneling microscope by optical interferometer*, Nanotechnology, 6, 1995, 121.
- [244] Marendziak A., Czarniecki P., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Szeloch R., Grabiec P., Rangelow I.W., *Kalibracja sondy pomiarowej stosowanej w skaningowej mikroskopii sil*

- atomowych*, materiały VIII konferencji naukowej „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne”, Wrocław 27–30 czerwca 2004, 224.
- [245] Grabiec P., Zaborowski M., Domański K., **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., *Nano-width lines using lateral pattern definition technique for nanoimprint template fabrication*, *Microelectronic Engineering*, 73–74, 2004, 699.
- [246] L. Hadjiiski, Linnemann R., Stopka M., Oesterschulze E., Rangelow I.W., Kassing R., *Application of neural networks to a scanning probe microscopy system*, *Thin Solid Films*, 264, 2, 1995, 295.
- [247] Jäger G., Manske E., Welter M., *A new tool for the calibration of scanning probe microscopes*, *Proceedings of the 5th Seminar on Quantitative Microscopy and 1st Seminar on Nanoscale Calibration Standards and methods NanoScale 2001*, PTB Berichte PTB-F-44.
- [248] Griffith J.E., Miller G.L., Green C.A., Grigg D.A., Russell P.E., *A scanning tunneling microscope with a capacitance-based position monitor*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 8, 6, 1990, 2023.
- [249] Jusko O., Zhao X., Wolff H., Wilkening G., *Design and three dimensional calibration of a scanning tunneling microscope for metrological applications*, *Rev. Sci. Instrum.*, 65, 8, 1994, 2514.
- [250] Desogus S., Lanyi S., Nerino R., Picotto G.B., *Capacitive sensors coupled to a scanning tunneling microscope piezoscanner for accurate measurements of the tip displacements*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 12, 3, 1994, 1665.
- [251] Scheir J., McWaid T.H., Alexander J., Wiffley B.P., *Design of an atomic force microscope with interferometric position control*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 12, 6, 1994, 3561.
- [252] Thiele K., Hasche K., Herrmann K., Seemann R., *Determination of microhardness indenters using a calibrated scanning force microscope*, *Proceedings of the 3rd Seminar on Quantitative Microscopy Geometrical measurements in the micro- and nanometre range with far and near field methods*, PTB-Bericht F-34, 115.
- [253] Griffith J.E., Grigg D.A., *Dimensional metrology with scanning probe microscopes*, *J. Appl. Phys.*, 74 (9), 1993, 93.
- [254] Baily-Salins R., *Plastic optical fiber displacement sensor for study of the dynamic response of a solid exposed to an intense pulsed electron beam*, *Rev. Sci. Instrum.*, 46, 1975, 879.
- [255] Shimamoto A., Tanataka K., *Development of a differential optical-fiber displacement sensor*, *Appl. Opt.*, 5, 1996, 6767.
- [256] Cook R.O., Hamm C.W., *Fiber optic lever displacement transducer*, *Appl. Opt.*, 18, 1979, 3230.
- [257] Johnson M., Goodamn G., *One – and two dimensional, differential, reflective fiber displacement sensors*, *Appl. Opt.*, 24, 15, 1985, 2369.
- [258] Spooner R.C., Butler C., Jones B.E., *Optical fiber displacement sensors for process and manufacturing applications*, *Opt. Eng.*, 31, 8, 1992, 1632.
- [259] Sagrario D., Mead P., *Axial and angular displacement fiber-optic sensor*, *Appl. Opt.*, 37, 28, 1998, 6749.
- [260] Bergognoux L., Misguich-Ripault J., Firpo J., *Characterization of an optical fiber bundle sensor*, *Rev. Sci. Instrum.*, 69, 5, 1985, 1998.

- [261] Angelidis D., Parsons P., *Optical micromachined pressure sensor for aerospace applications*, Opt. Eng., 31, 8, 1992, 1638.
- [262] Wu C., *Fiber optic angular displacement sensor*, Rev. Sci. Instrum., 66, 6, 1995, 3672.
- [263] Degen A., Abedinov N., **Gotszalk T.**, Sossna E., Kratzenberg M., Rangelow I.W., *Stress analysis in Si membranes for open stencil masks and mini-reticles using double bulging and resonance methods*, Microelectronic Engineering, 57–58, 2001, 425.
- [264] Marendziak A., **Gotszalk T.**, Sankowska M., Radojewski J., Szeloch R., *Zastosowanie mikroskopii bliskich oddziaływań w pomiarach geometrii nanostruktur*, Elektronizacja, 7–8, 2002, 51–53.
- [265] Sankowska A., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Grabiec P., Rangelow I.W., *Zastosowanie światłowodowego czujnika przemieszczeń w pomiarach właściwości mechanicznych mikrosystemów*, materiały VII Konferencji Naukowej ELTE 2000, 1333.
- [266] Volland B., Herlein H., Rangelow I.W., *Electrostatically driven microgripper*, Microelectr. Engineering, 61, 2002, 1015.
- [267] **Gotszalk T.**, Sankowska A., Hasek T., Kolanek K., Kaczmarek M., Suhecki P., *Zastosowanie czujników światłowodowych do pomiaru nanowychyleń aktuatorów piezoelektrycznych mikroskopu bliskich oddziaływań*, materiały IX konferencji „Światłowody i ich zastosowania”, t. 2, Krasnobród, 9–11 października 2003, Lublin, 528–533.
- [268] Hasek T., *Precyzyjne pomiary nanowychyleń za pomocą czujników światłowodowych*, praca dyplomowa, Wydział Elektroniki Politechniki Wrocławskiej, 2003.
- [269] Singer I.L., *Friction and energy dissipation at the atomic scale*, Jour. Vac. Sci. Techn., A 12, 5, 1994, 2605.
- [270] Grunze M., Kreuzer H.J., *Adhesion and Friction*, Springer Verlag, 1990.
- [271] Hölscher H., Schwarz U.D., Zwörner O., Wiesendanger R., *Consequences of the stick-slip movement for the scanning force microscopy imaging of graphite*, Phys. Rev. B, 57, 4, 1998, 2477.
- [272] Hölscher H., Raberg W., Schwarz U., Hasbach A., Wandelt K., Wiesendanger R., *Imaging of sun-unit-cell structures in the contact mode of the scanning force microscope*, Phys. Rev. B, 59, 3, 1999, 1661.
- [273] Bushan B., Koinkar V., *Microscale mechanical and tribological characterization of hard amorphous carbon coatings as thin as 5nm for magnetic disks*, Surface and Coatings Technology, 76–77, 1995, 655.
- [274] Miyake S., Miyamoto T., Kaneko R., Miyazaki T., *Macro- and micro- tribological properties of polished CVD diamond films and trial processing of diamond*, IEICE Trans. Electron., E 78, 2, 1995, 180.
- [275] Bushan B., Koinkar V., *Macro- and microtribological studies of CrO₂ video tapes*, Wear, 1800, 9, 1995.
- [276] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Dumania P., Grabiec P., *Lateral Force Microscopy using cantilevers with integrated Wheatstone bridge piezoresistive deflection sensor*, Micromachining and Microfabrication Process Technology II, Michael Postek, Craig Friedrich, Proc. SPIE 2880, 1996, 256.
- [277] Göddenhenrich T., Müller S., Heiden C., *A lateral modulation technique for simultaneous friction and topography measurements with the atomic force microscope*, Journ. Vac. Sci. Techn., 65, 9, 1994, 2870.

- [278] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Grabiec P., Dumania P., Orawski W., Radojewski J., *Mikroskopia sił atomowych z kalibrowanymi dźwigniami piezorezystywnymi*, materiały V konferencji naukowej „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne” COE '98, 621.
- [279] **Gotszalk T.**, Grabiec P., Dumania P., Shi F., Kassing R., Hudek P., Orawski W., Rangelow I.W., *Scanning Probe Microscopy Using Piezoresistive Bridge Cantilever*, Nexus Research News, 2, 1999, 15.
- [280] DeVecchio D., Bushan B., *Localized surface elasticity measurements using an atomic force microscope*, Rev. Sci. Instrum., 68, 12, 1997, 4498.
- [281] Heuberger M., Dietler G., Schlapbach L., *Mapping the local Young's modulus by analysis of the elastic deformations occurring in atomic force microscopy*, Nanotechnology, 5, 1994, 12.
- [282] Weisenhorn A., Khorsandi M., Kasas S., Gotzos V., Bütt H., *Deformation and height anomaly of soft surfaces studied with an AFM*, Nanotechnology, 4, 1993, 106.
- [283] Liu H., Bushan B., *Adhesion and friction studies of microelectromechanical systems/nanoelectromechanical systems materials using a novel microtriboapparatus*, J. Vac. Sci. Technol., A 21, 4, 2003, 1528.
- [284] Wasielewski R., *Zastosowanie pakietu MATLAB w analizie obrazów uzyskiwanych za pomocą mikroskopu bliskich oddziaływań*, praca dyplomowa, Politechnika Wrocławska, 2001.
- [285] Ascoli C., Dinelli F., Frediani C., Petracchi D., Salerno M., Labardi M., Allegrini M., Fuso F., *Normal and lateral forces in scanning force microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B 12, 3, 1994, 1643.
- [286] Schwarz U., Köster P., Wiesendanger R., *Quantitative analysis of lateral force microscopy experiments*, Rev. Sci. Instrum., 67, 7, 1996, 2560.
- [287] Baker S.P., *Between nanoindentation and scanning force microscopy: measuring mechanical properties in the nanometer regime*, Thin Solid Films, 308–309, 289, 1997.
- [288] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Grabiec P., Dumania P., Orawski W., Radojewski J., *Mikroskopia sił atomowych z kalibrowanymi dźwigniami piezorezystywnymi*, materiały V konferencji naukowej „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne”, COE '98, 621.
- [289] **Gotszalk T.**, Grabiec P., Dębski T., Rangelow I.W., *Badanie własności mikrotrybologicznych powierzchni za pomocą mikroskopu sił atomowych*, materiały VII konferencji naukowej ELTE 2000, 1185.
- [290] **Gotszalk T.**, Woszczyzna M., Waszczuk K., Woźniak K., Włodarczyk J., Radojewski J., *Zastosowanie rezonatorów piezoelektrycznych jako czujnika sił w mikroskopii sił atomowych*, materiały VIII konferencji naukowej „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne”, Wrocław 27–30 czerwca 2004, 29.
- [291] Giessibl F., *Atomic resolution on Si (111) 7×7 by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork*, Appl. Phys. Lett., 76, 11, 2000, 1470.
- [292] Seo Y., Jhe W., Hwang C., *Electrostatic force microscopy using a quartz tuning fork*, Appl. Phys. Lett., 80, 23, 2002, 4324.
- [293] Stadermann M., Grube H., Boland J., Papadakis S.J., Falvo M.R., Superfine R., Washburn S., *Simultaneous atomic force microscopy measurement of topography and contact resistance of metal films and carbon nanotubes*, Rev. Sci. Instrum., 74, 8, 2003, 3653.

- [294] Todorovic M., Schultz S., *Miniature high-sensitivity quartz tuning fork alternating gradient magnetometry*, J. Appl. Phys., 83, 1998, 6229.
- [295] Grober R., Acimovic J., Schuck J., Hessman D., Kindlemann P., Hespanha J., Morse A. S., Karrai K., Tiemann I., Manus S., *Fundamental limits to force detection using quartz tuning forks*, Rev. Sci. Instrum., 71,7, 2000, 2776.
- [296] Fröhlich F., Milster T., *Minimum detectable displacement in near-field scanning optical microscopy*, Appl. Phys. Lett., 65, 1994, 2254.
- [297] Fröhlich F., Milster T., *Detection of probe dither motion in near-field scanning optical microscopy*, Appl. Opt., 34, 1995, 7273.
- [298] Antognozzi M., Szczelkun M., Round A., Miles M., *Comparison Between Shear Force and Tapping Mode AFM – High Resolution Imaging of DNA*, Single Molecule, 3, 2–3, 2002, 105.
- [299] Antognozzi M., Haschke H., Miles J., *A new method to measure the oscillation of a cylindrical cantilever “The laser reflection detection system”*, Rev. Sci. Instrum., 71, 4, 2000, 1689.
- [300] **Gotszalk T.**, Sankowska A., Orawski W., Wasielewski R., Radojewski J., *Zastosowanie interferometru światłowodowego do detekcji przesunięcia ostrza pomiarowego mikroskopu sił atomowych*, materiały V konferencji naukowej „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne”, COE’98, 209.
- [301] Sikora A., Sankowska A., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Szloch R., *Mikroskopia sił atomowych „Shear force” z interferencyjną detekcją ostrza skanującego*, Elektronizacja, 9, 2002, 11.
- [302] Sikora A., Sankowska A., **Gotszalk T.**, *Pomiary i modyfikacja właściwości powierzchni za pomocą mikroskopu „Shear force” z interferometryczną detekcją drgań ostrza skanującego*, materiały IX konferencji „Światłowody i ich zastosowania”, t. 2, Krasnobród 9–11 października 2003, Lublin, 752.
- [303] **Gotszalk T.**, Pędrak R., Sankowska A., Orawski W., Janus P., *Interferometr światłowodowy do detekcji ruchu włókna pomiarowego w mikroskopie sił atomowych „Shear force”*, materiały IX konferencji „Światłowody i ich zastosowania”, t. 2, Krasnobród 1999, 432.
- [304] **Gotszalk T.**, Pędrak R., Sankowska A., Radojewski J., Grabiec P., *Modularna mikroskopia pojemnościowa i sił atomowych „Shear Force”*, materiały VII konferencji naukowej ELTE 2000, 1247.
- [305] Sikora A., *Nanomodyfikacja właściwości powierzchni za pomocą modularnego mikroskopu tunelowego i sił Shear force*, praca doktorska, Politechnika Wrocławska (w przygotowaniu).
- [306] Moerner W. E., Plakhotnik T., Ingartinger T., Wild U., Pohl D., Hecht B., *Near-Field Optical Spectroscopy of Individual Molecules in Solids*, Phys. Rev. Lett., 73, 1994, 2764.
- [307] Bolzhevolyi S., Wolkov V., Leosson K., Boltasseva A., *Bend loss in surface plasmon polariton band-gap structures*, Appl. Phys. Lett., 79, 8, 200, 1076.
- [308] Bolzhevolyi S., *Near-field mapping of surface polariton fields*, Journal of Microscopy, 202, 2000, 313.
- [309] Ruiter A., Veerman J., van der Werf K., van Hulst N., *Dynamic behavior of tuning fork shear-force feedback*, Appl. Phys. Lett., 71, 1, 1997, 28.

- [310] Hembacher S., Giessibl F., Mannhardt J., *Evaluation of a force sensor based on a quartz tuning fork for operation at low temperatures and ultrahighvacuum*, Appl. Surf. Sci., 188, 2002, 445.
- [311] Giessibl F.J., Hembacher S., Bielefeldt H., Mannhardt J., *Imaging silicon by atomic force microscopy with crystallographically oriented tips*, Appl. Phys. A 72 [Suppl.], S15–S17, 2001.
- [312] Giessibl F.J., Hembacher S., Bielefeldt H., Mannhardt J., *Subatomic features on the silicon (111)–(7×7) surface observed by atomic force microscopy*, Science, 289, 2000, 422–425.
- [313] Rangelow I.W., *Deep silicon Etching*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1998.
- [314] Young R., Ward J., Scire F., *The Topografiner: An Instrument for measuring surface microtopography*, Rev. Sci. Instrum., 43, 1972, 999.
- [315] Waltman S.B., Kaiser W.J., *An electron tunneling sensor*, Sens. and Actuators A, 19, 1989, 201.
- [316] Liu C., Barzilai A., Reynolds J., Partridge A., Kenny T.W., Grade J., Rockstad H., *Characterization of a high-sensitivity micromachined tunneling accelerometer with micro-g resolution*, Journ. of Micromechanical Syst., 7, 2, 1998, 235.
- [317] Dagata J.A., Schneir J., Hararry H., Bennett J., Tseng W., *Pattern generation on semiconductor surfaces by a scanning tunneling microscope operating in air*, J. Vac. Sci. Technol., B 9, 2, 1991, 1384.
- [318] Majumdar A., Oden P.I., Carrejo J.P., Nagahara L.A., Graham J.J., Alexander J., *Nanometer-scale lithography using the atomic force microscope*, Appl. Phys. Lett., 61, 19, 1992, 2293.
- [319] Garcia R., Calleja M., Perez-Murano F., *Local oxidation of silicon surfaces by dynamic force microscopy: Nanofabrication and water bridge formation*, Appl. Phys. Lett., 72, 18, 1998, 2295.
- [320] Davy S., Spajer M., Courjon D., *Influence of the water layer on the shear force damping in near-field microscopy*, Appl. Phys. Lett., 73, 18, 1998, 2594.
- [321] Brunner R., Marti O., Hollricher O., *Influence of environmental conditions on shear-force distance control in near-field optical microscopy*, J. Appl. Phys., 86, 12, 1999, 7100.
- [322] Leuschner M., Schüttler M., Giessen H., *Separating different contributions to the Shear force in near-field microscopy*, Jour. of Microscopy, 202, 2001, 176.
- [323] Kittel Ch., *Wstęp do fizyki ciała stałego*, PWN, Warszawa 1999.
- [324] Cahill D., Ford W., Goodson K., Mahan G., Maris H., Merlin R., Phillpot S., *Nanoscale thermal transport*, J. Appl. Phys., 93, 2, 2003, 793.
- [325] Joshi A., Majumdar A., *Transient ballistic and diffusive phonon heat transport in thin films*, J. Appl. Phys., 74, 1, 1993, 31.
- [326] Cahill D., Goodson K., Majumdar A., *Thermometry and thermal transport in micro/nanoscale solid-state devices and structures*, J. of Heat Transfer, 124, 2002, 223.
- [327] Paddock C., Eesley G., *Transient termorefectance from thin metal films*, J. Appl. Phys., 60, 1986, 285.
- [328] Clemens B., Eesley G., Paddock C., *Time-resolved thermal transport in compositionally modulated metal films*, Phys. Rev. B, 37, 1988, 1085.

- [329] Brugger H., Epperlein P., *Mapping of local temperatures on mirrors of GaAs/AlGaAs laser diodes*, Appl. Phys. Lett., 56, 1990, 1049.
- [330] Ostermeier R., Brunner K., Abstreiter G., Weber W., *Temperature distribution in Si-MOSFET's studied by micro Raman spectroscopy*, IEEE Trans. Electron Devices, 39, 1992, 858.
- [331] Iwata K., Hamaguchi H., *Microscopic mechanism of Solute solvent energy dissipation probed by picosecond time resolved Raman spectroscopy*, J. Phys. Chem., 101, 4, 1997, 632.
- [332] Szeloch R., **Gotszalk T.**, Radojewski J., *Pomiary temperatury w bliskim i dalekim polu, materiały I Seminarium Termik '96 „Zagadnienia termiczne w elektronice”*, 136.
- [333] Szeloch R.F., **Gotszalk T.**, Gumienny Z., *Far-Field Thermographic System with the Mirror Optical Set*, Workshop Microtechnology and Thermal Problems in Electronics, September 21–27 1998, 45.
- [334] Szeloch R.F., **Gotszalk T.P.**, Radojewski J., Janus P., Orawski W., Pędrak R., *Thermographic experiments in far – and – near – fields*, materiały VII konferencji naukowej ELTE 2000, 1198.
- [335] Szeloch R.F., **Gotszalk T.**, Radojewski J., Janus P., Orawski W., Pędrak R., *System termograficzny do badań mikroskopów*, materiały VII konferencji naukowej ELTE 2000, 1279.
- [336] Janus P., *Zastosowanie mikroskopii termicznej bliskiego i dalekiego pola w badaniu zachowań termicznych mikrosystemów*, praca doktorska, Politechnika Wrocławska, 2003.
- [337] Cahill D., *Thermal conductivity measurement from 30 K to 750 K: The 3ω method*, Rev. Sci. Instrum., 61, 1994, 802.
- [338] Cahill D., Allen T., *Thermal conductivity of sputtered and evaporated SiO₂ and TiO₂ optical coatings*, Appl. Phys. Lett., 65, 3, 1994, 309.
- [339] Lee S.M., Cahill D., *Heat transport in thin dielectric films*, J. Appl. Phys., 81, 6, 1997, 2590.
- [340] Kurabayashi Y., Goodson K., *Thermal characterization of anisotropic thin dielectric films using harmonic Joule heating*, Thin Solid Films, 339, 1999, 160.
- [341] Huxtable S., Abramson A., Tien Ch., Majumdar A., LaBounty Ch., Fan X., Zeng G., Bowers J., Shakouri A., Croke E., *Thermal conductivity of Si/SiGe and SiGe/SiGe superlattices*, Appl. Phys. Lett., 80, 10, 2002, 1737.
- [342] Ju Y., Goodson K., *Phonon scattering in silicon films of thickness below 100 nm*, Appl. Phys. Lett., 74, 20, 1999, 3005.
- [343] Moon K., Jeong Y., Kwun S., *The 3 technique for measuring dynamic specific heat and thermal conductivity of a liquid or solid*, Rev. Sci. Instrum., 67, 1996, 29.
- [344] Fiege G., Altes A., Heiderhoff R., Balk L.J., *Quantitative thermal conductivity measurement with nanometer resolution*, J. Phys. D: Appl. Phys., 32, L13, 1999.
- [345] Luo K., Z. Shi, Varesi J., Majumdar A., *Sensor nanofabrication performance and conduction mechanism in scanning thermal microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B 15, 1997, 349.
- [346] Oesterschulze E., Stopka M., Ackermann L., Scholz W., Werner S., *Thermal imaging of thin films by scanning thermal microscope*, J. Vac. Sci. Technol., B 14, 1996, 832.
- [347] Luo K., Shi Z., Lai J., Majumdar A., *Nanofabrication of sensors on cantilever probe tips for scanning multiprobe microscopy*, Appl. Phys. Lett., 68, 1996, 325.

- [348] Mills G., Zhou H., Midhs A., Donaldson L., Weaver J., *Scanning thermal microscopy using batch fabricated thermocouple probe*, Appl. Phys. Lett., 72, 1998, 2900.
- [349] Shi L., Plyasunov S., Bachtold A., McEuen P., Majumdar A., *Scanning thermal microscopy of carbon nanotubes using batch fabricated probes*, Appl. Phys. Lett., 77, 2000, 4295.
- [350] Shi L., Kwon O., Miner A., Majumdar A., *Design and batch process for sub-100 nm scanning thermal microscopy*, J. of Micromech. Systems, 10, 3, 2001, 370.
- [351] www.thermomicroscopes.com
- [352] Kooops H.W., Schloesser C., Kaya A., *Conductive dots wires, and supertips for field electron emitters produced by electron-beam induced deposition on samples having increased temperature*, J. Vac. Sci. Technol., B 14, 6, 1996, 4105.
- [353] Gotszalk R., *Miernictwo wielkości elektrycznych*, Wydawnictwo Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1984.
- [354] www.goodfellow.com
- [355] Hasek T., *Badanie mikro- i nanostruktur metodami skaningowej mikroskopii bliskiego pola termicznego*, praca doktorska, Politechnika Wrocławska (w przygotowaniu).
- [356] Szeloch R.F., **Gotszalk T.P.**, Janus P., *Scanning Thermal Microscopy in Microsystem Reliability Analysis*, Microelectronics Reliability, 42, 2002, 1719.
- [357] Janus P., Szeloch R., **Gotszalk T.**, *Obserwacja zachowań termicznych struktur mikroelektrycznych za pomocą mikroskopu termicznego bliskiego pola*. krajowa konferencja „Termografia i termometria w podczzerwieni” – TTP 2002, Ustroń, 15–16 listopada 2002, Łódź: CMYK, cop. 2002, 81.
- [358] Szeloch R., **Gotszalk T.**, Janus P., *Thermal characterization of micro-devices with far and near field microscopy*, Opt. Appl., 33, 4, 2003, 669.
- [359] Kaminska E., Golaszewska K., Piotrowska A., Kuchuk A., Kruszka R., Papis E., Szeloch R., Janus P., **Gotszalk T.**, Barcz A., *Study of long-term stability of ohmic contacts to GaN*, Physica Status Solidi (c), 1, 2, 2004, 219.
- [360] Domansky K., Leng Y., Williams C.C., Janata J., Petelenz D., *Mapping of mobile charges on insulator surfaces with the electrostatic force microcope*, Appl. Phys. Lett., 63, 11, 1993, 1513.
- [361] Hong J., Park S., Khim Z., *Measurement of hardness, surface potential, and charge distribution with dynamic contact mode electrostatic force microscope*, Rev. Sci. Instrum., 70, 3, 1999, 1735.
- [362] Nonnenmacher M., O’Boyle M., Wickramasinha H., *Kelvin probe force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 58, 25, 1991, 2921.
- [363] Bushan B., Goldade A., *Measurement and analysis of surface potential change during wear of single-crystal silicon (100) at ultralow loads using Kelvin probe microscopy*, Appl. Surf. Science, 157, 373, 2000.
- [364] Sommerhalter Ch., Matthes Th.W., Glatzel Th., Jaeger-Waldau A., Lux-Steiner M., *High-sensitivity quantitative Kelvin probe microscopy by noncontact ultra-high-vacuum atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 75, 2, 1999, 286.
- [365] Weaver J., Abraham D., *High resolution atomic force microscopy potentiometry*, J. Vac. Sci. Technol., B, 9, 1991, 1559.
- [366] Vatel O., Tanimoto M., *Kelvin probe microscopy for potential distribution measurement of semiconductor devices*, J. Appl. Phys., 77, 6, 1995, 2358.

- [367] Leveque G., Girard P., Skouri E., Yarekhs D., *Measurement of electric potential in a laser diode by Kelvin probe force microscopy*, Appl. Surf. Sci., 157, 2000, 251.
- [368] Ballif C., Moutinho H. R., Al-Jassim M. M., *Cross-sectional electrostatic force microscopy of thin-film solar cells*, J. Appl. Phys., 89, 2, 2001, 1418.
- [369] Boehm C., Saurenbach F., Taschner P., Roths C., Kubalek E., *Voltage contrast in integrated circuits with 100 nm spatial resolution by scanning force microscopy*, J. Phys D: Appl. Phys., 26, 1993, 1801.
- [370] Boehm C., Sprengel J., Otterbeck M., Kubalek E., *Voltage contrast in submicron integrated circuits by scanning force microscopy*, J. Vac. Sci. Technol., B14, 2, 1996, 842.
- [371] Said R., Cheung S., Bridges G., *High resolution sampling electrostatic force microscopy using pulse width modulation technique*, J. Vac. Sci. Technol., B18, 2, 2000, 626.
- [372] Hong J., Kim Z., Hou A., Park S., *Noninvasive probing of high frequency signal in integrated circuits using electrostatic force microscope*, Rev. Sci. Instrum., 68, 12, 1997, 4506.
- [373] Nonnenmacher M., Wolter O., Greschner J., Kassing R., *Scanning force microscopy with micromachined silicon sensors*, J. Vac. Sci. Technol., B9, 1991, 1358.
- [374] Abraham D., Williams C., Slinkman J., Wickramasinghe H., *Lateral dopant profiling in semiconductors by force microscopy using capacitive detection*, J. Vac. Sci. Technol., B9, 2, 1991, 703.
- [375] Henning A., Hochwitz T., Slinkman J., Never J., Hoffman S., Kaszuba P., Daghljan C., *Two-dimensional surface dopant profiling in silicon using scanning Kelvin probe microscopy*, J. Appl. Phys., 77, 5, 1995, 1888.
- [376] Hochwitz T., Henning A., Levey C., Daghljan C., Slinkman J., Never J., Kaszuba P., Gluck R., Wells R., Peakrik J., Finch R., *Imaging integrated circuit dopant profiles with the force-based scanning Kelvin probe microscope*, J. Vac. Sci. Technol., B14, 1, 1996, 440.
- [377] Henning A., Hochwitz T., Slinkman J., Never J., Hoffman S., Kaszuba P., *Two-dimensional surface dopant profiling in silicon using scanning Kelvin probe microscopy*, J. Appl. Phys., 77, 5, 1995, 1888.
- [378] Jeffery S., Oral A., Pethica J., *Quantitative electrostatic force measurement in AFM*, Applied Surface Science, 157, 2000, 280.
- [379] Girard P., *Electrostatic force microscopy: principles and some applications for semiconductors*, Nanotechnology, 12, 2001, 485.
- [380] Matusiak R., *Elektrotechnika teoretyczna – teoria pola elektromagnetycznego*, t. 2, WNT, Warszawa 1982.
- [381] Hudek P., Rangelow I.W., Kostic I., Stangl G., Borkowicz Z., Hadjiiski L., **Gotszalk T.**, *Submicro- and nanometer structure fabrication using direct electron beam writing & reactive ion etching*, Electron Technology, 28, 4, 1995, 251.
- [382] Rangelow I.W., Shi F., Hudek P., **Gotszalk T.**, Dumania P., Grabiec P., *Fabrication of piezoresistive sensed AFM cantilever probe with integrated tip*. In Micromachining and Microfabrication Process Technology II, Stella Pang, Proc. SPIE 2879, 1996, 56.
- [383] Grabiec P., **Gotszalk T.**, Shi F., Hudek P., Dumania P., Rangelow I.W., *The Integration of CMOS Technology with Plasma Enhanced Micromachining*, Surface and Coating Technology, 97, 1997, 475.

-
- [384] Grabiec P., Budzyński T., Dumania P., Studzińska K., Zaborowski M., **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., *Problemy integracji mikroobróbki krzemu z technologią CMOS na przykładzie mikrosond dla mikroskopii sił atomowych*, materiały VI konferencji naukowej „Technologia elektronowa” ELTE '97, t. 2, 581.
- [385] Grabiec P., Feng S., Hudek P., **Gotszalk T.**, Zaborowski M., Dumania P., Rangelow I.W., *Scanning probe sharp tip formation for IC integration using mesa technique*, *Microelectronic Engineering*, 35, 1, 1997, 29.
- [386] **Gotszalk T.**, Rangelow I.W., Grabiec P., Dumania P., Orawski W., Radojewski J., *Zastosowanie piezorezystywnych dźwigni pomiarowych w elektrostatycznej mikroskopii sił atomowych*, materiały V konferencji naukowej „Czujniki optoelektroniczne i elektroniczne” – COE'98, 617.
- [387] Yamamoto T., Suzuki Y., Miyashita M., Sugimura H., Nakagiri N., *Development of a metal patterned cantilever for scanning capacitance microscopy and its application to the observation of semiconductor devices*, *J. Vac. Sci. Technol.*, B 15, 4, 1997, 1547.