

Målinger på nanoskala – sådan ser man græsset gro



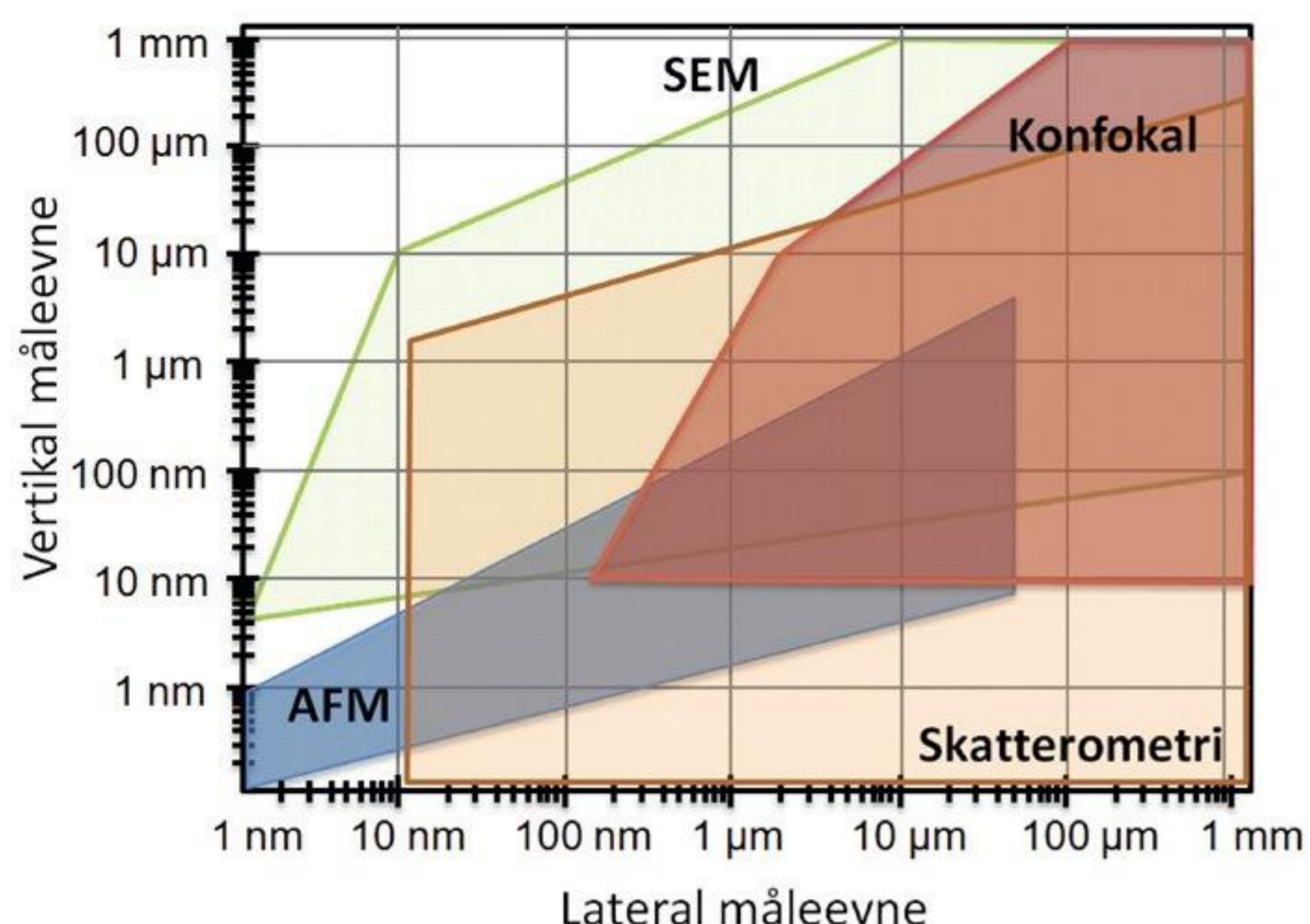
Foto: Tim Horton.

Udviklingen går i mange industrier mod at anvende produkter med mindre strukturer, og man har efterhånden nået området omkring mikro- og nanometer. Disse produkter er dog for små til at kunne måles med gængse måleinstrumenter, og derfor vanskelige at produktudvikle. Her præsenteres en række målemetoder, der kan anvendes i netop dette område.

Af Morten Hannibal Madsen, DFM, Nikolaj Agentoft Feidenhans'1, DFM og DTU Nanotech, Marianne Lund Madsen, Force Technology

Den teknologiske udvikling går generelt mod mindre og mindre strukturer og ved at lave strukturerne helt ned omkring mikro- og nanometer, åbnes op for helt nye egenskaber og muligheder. Problemet er at med det blotte øje, er tykkelsen af et hår cirka det mindste et menneske kan se. Dette svarer til omkring

100.000 nanometer, altså langt fra de størrelser der ønskes. En nanometer er nemlig kun én milliardtedel af en meter, eller omtrent størrelsen af et enkelt atom. Faktisk svarer en nanometer omtrent til den længde en negl vokser på ét sekund. Med et godt lysmikroskop kan strukturer ned til nogle få hundrede nanometer lige akkurat ses. Begrænsningen er lysets bølgelængde, en fundamental fysisk begrænsning, kaldet diffraktionsgrænsen. For at se mindre strukturer kræves andre typer mikroskoper, som beskrives nærmere i denne artikel.



Figur 1. De fire mikroskopimetoder beskrevet i denne artikel. Det ses f.eks., at et AFM er velegnet til at studere strukturer ned til 1 nm, men er udfordret på laterale dimensioner over 100 μm .

Ét punkt ad gangen

Der findes grundlæggende to former for mikroskopi: Skannende og fuldt billede. Et kamera er et eksempel på et fuldt billedsystem. Når der trykkes på udløserknappen, belyses billedsensoren og hele billedet tages på én gang. For at få en højere opløsning benytter mange moderne mikroskoper et princip, hvor der kun måles i ét punkt på overfladen ad gangen, svarende til at hver pixel i kameraet måles en efter en. To af de mest benyttede skannende mikroskoper er AFM og SEM, som er beskrevet nærmere i faktaboksene på side 14.

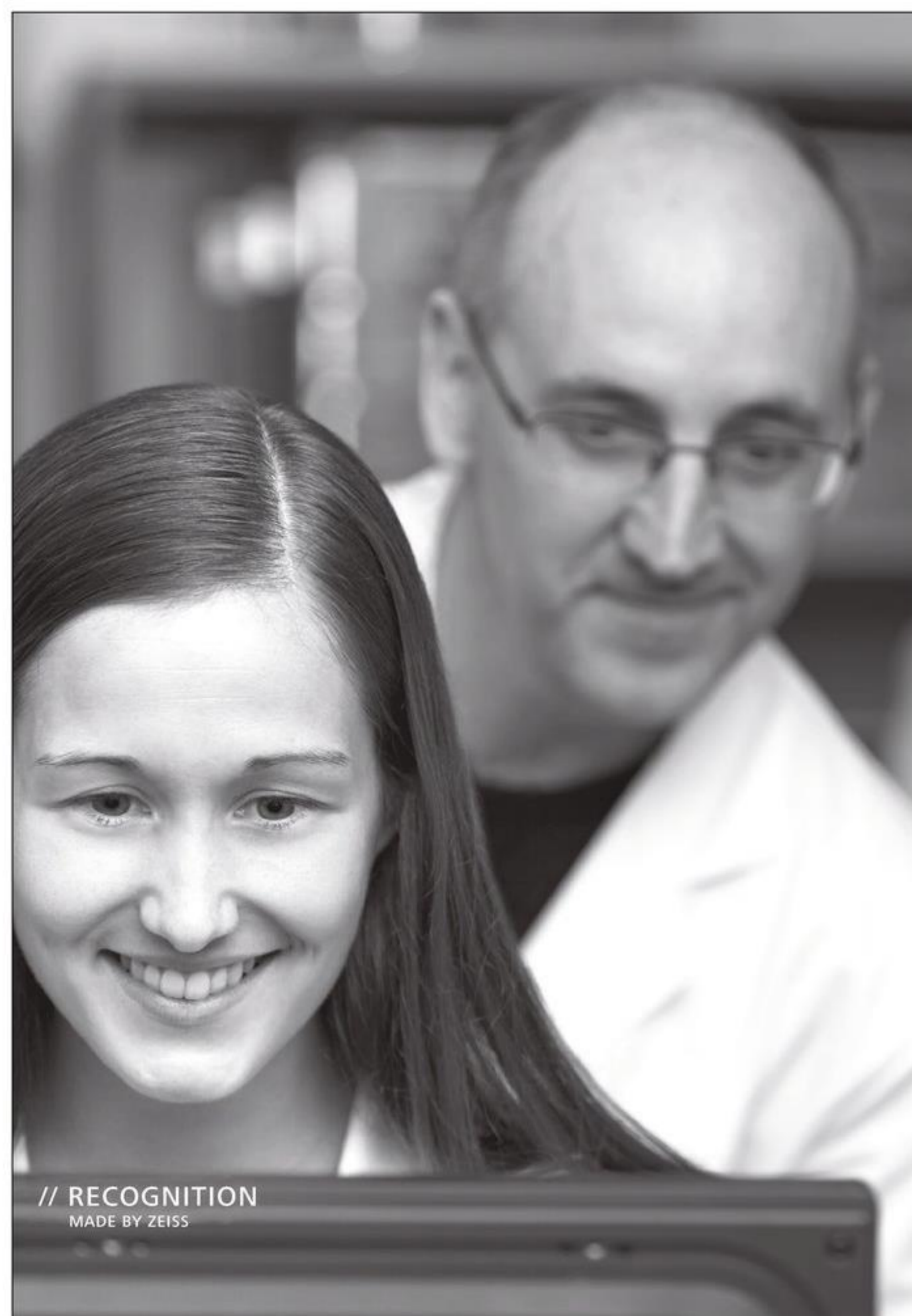
AFM giver detaljer om strukturer helt ned på atomart niveau og kan benyttes på stort set alle typer af overflader. Det er endda muligt at måle inde i væsker. Dette bruges bl.a. til at studere levende celler eller til at undersøge, hvordan dråber ligger på en hydrofob overflade.

Nålen i et AFM kan udskiftes efter behov, f.eks. til en meget hård diamantspids for at studere hårdheden af et materiale helt ned på nanoskala. Ved at presse diamantspiden hårdt ned i overfladen, ét punkt ad gangen, fås både et 3D-billede af overfladen, samt information om materialets mekaniske egenskaber. AFM er en meget alsidig teknologi, og der bliver hele tiden forsket i udviklingen af nye målemetoder.

Information gemt i det spredte lys

På DFM arbejdes der med at udvikle en ny form for mikroskopi, hvor der ikke bruges reflekterende lys, som i normal lysmikroskopi, men i stedet undersøges det diffrakterede lys, der spredes fra prøven. Denne teknik kaldes Optisk Diffraktions Mikroskopi (ODM). Ved små ændringer til et almindeligt optisk mikroskop kan der opnås få nanometers opløsning, altså cirka 100 gange bedre end et almindeligt lysmikroskop. Der er den begrænsning, at der tages en gennemsnitsmåling over et stort område, så strukturerne der måles, skal enten være enkeltstående eller periodiske. Nanoskala-strukturer er som regel periodiske over store områder, så i praksis er der mange strukturer, teknikken kan benyttes på, f.eks. mikrofluidkanaler, periodiske gitre og tynde filmlag, bestående af næsten gennemsigtige materialer.

Metoden er ekstrem stabil, da der måles på et større område ad gangen. Tages målingen inden for samme periodiske



The moment your data change scientific minds.

This is the moment we work for.



As the leading manufacturer of microscope systems we offer complete solutions for biomedical research, the healthcare sector and high-tech industries. Our product line spans a broad spectrum of light, confocal and electron microscopes for your tasks and applications. **NEW!** X-ray microscopes for three-dimensional imaging.

Carl Zeiss A/S
info@zeiss.dk

www.zeiss.dk



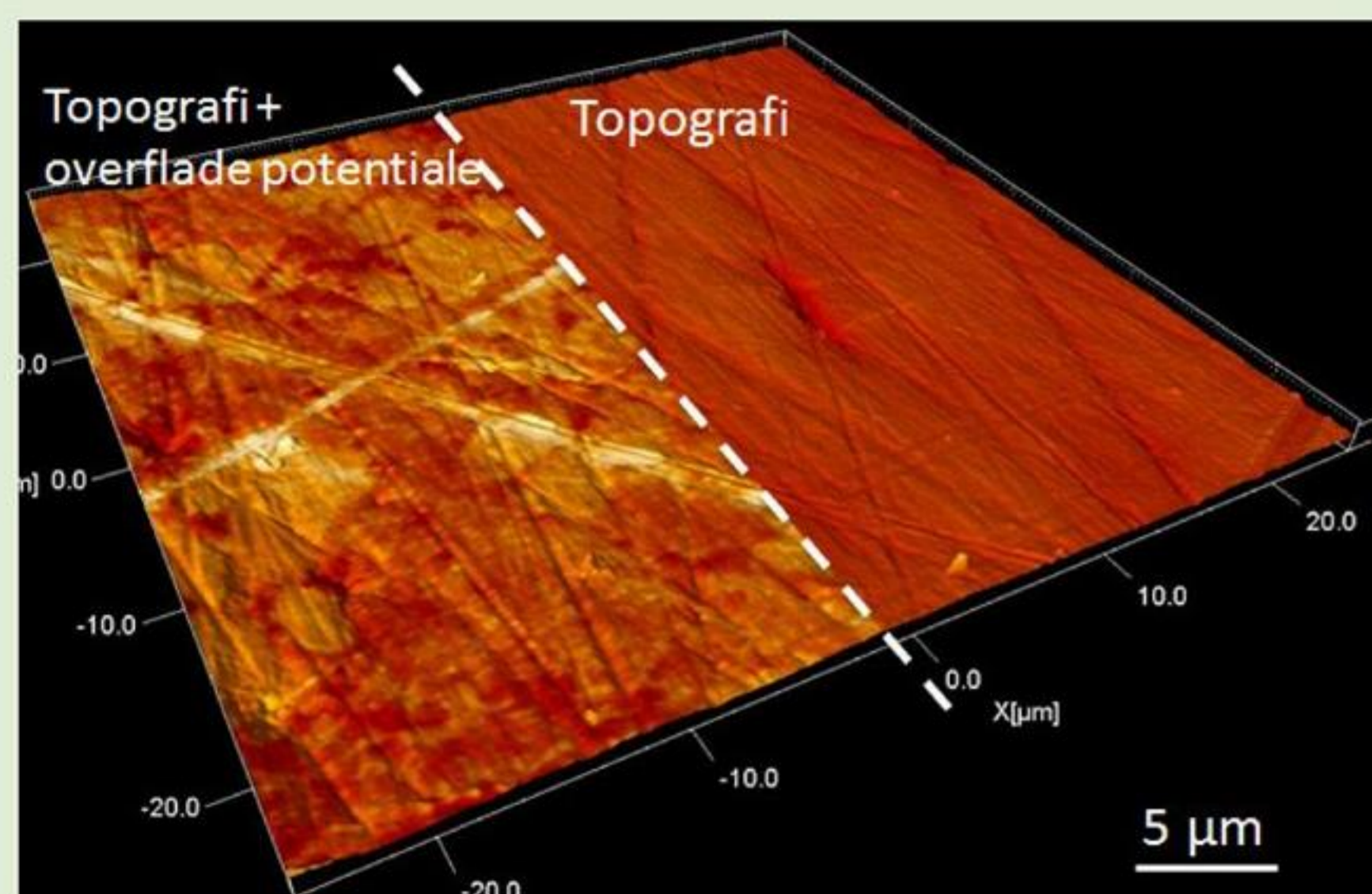
We make it visible.

MIKROSKOPI

Atomart Kraft Mikroskop

En type af skannende mikroskoper er et Atomart Kraft Mikroskop (forkortet AFM, fra engelsk Atomic Force Microscopy). Her trækkes en spids nål henover overfladen i tusindvis af parallelle linjer. Nålen følger overfladens strukturer og ved konstant at måle nålens bevægelse, kan der skabes et nøjagtigt 3D-billede af overfladen.

Der findes mange ekstra muligheder for målinger med et AFM. Et af de nyeste skud på stammen er potentiale målinger på overflader som vist på figur 3. Ved at måle spændingsforskellen mellem nålen og prøven, opnås information på nanoskala om f.eks. korrosion, katalytisk aktivitet og datering af halvledere.



Figur 3. Til højre ses et typisk 3D AFM-billede. Venstre del af billedet viser overfladepotentialet lagt som farvekode oven på 3D-strukturerne.

Fordele:

Meget detaljeret billede af overfladen
Mange ekstra muligheder

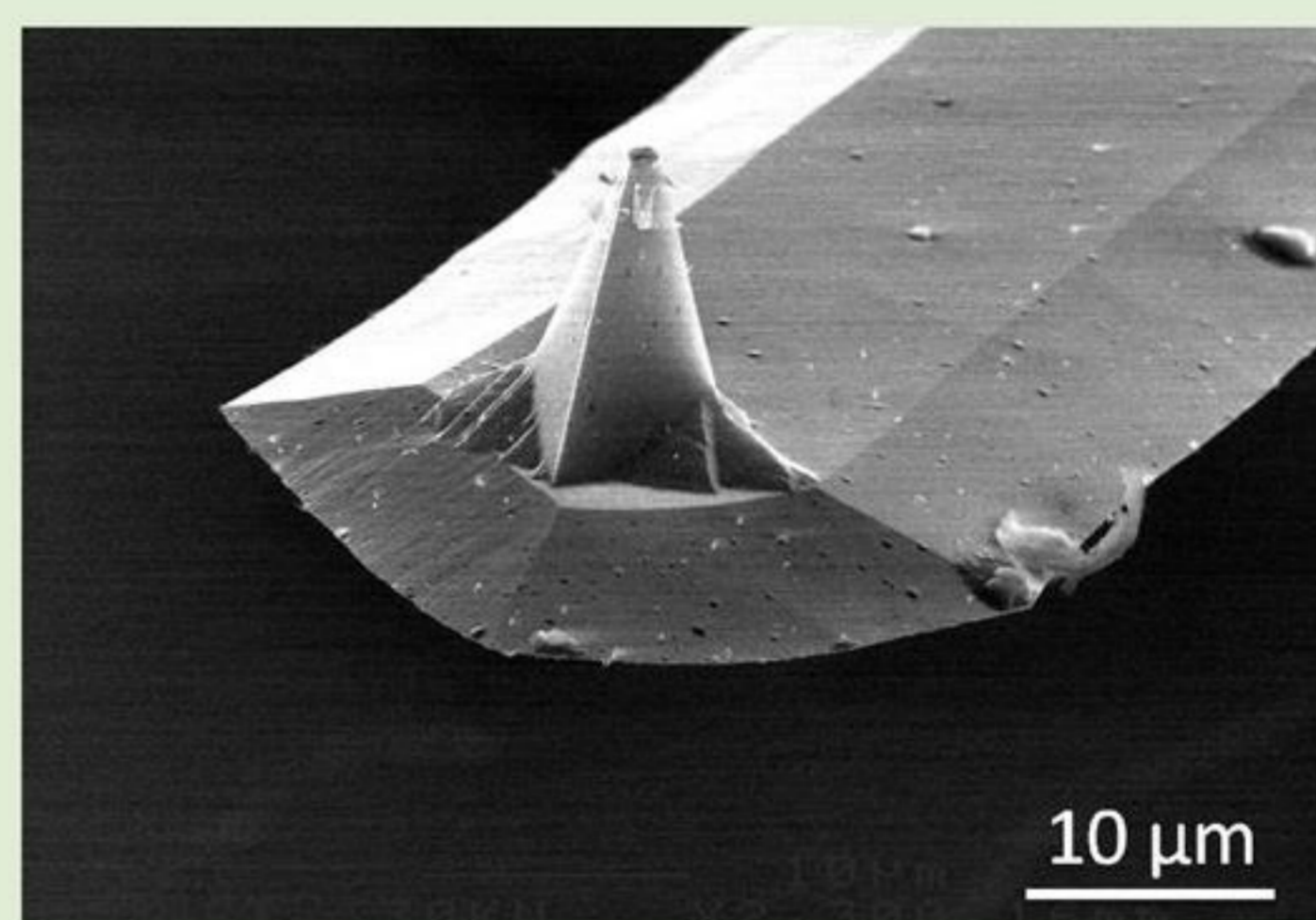
Ulemper:

Tidskrævende
Kun lokale målinger

Skanning elektronmikroskopi

Et skanning elektronmikroskop (forkortet SEM, fra engelsk Scanning Electron Microscope) er et fleksibelt instrument, der kan gå fra lave forstørrelser (f.eks. 25x) til meget høje forstørrelser (>100.000x). Metoden er god til hurtigt at få et overblik over en ukendt prøve.

SEM virker ved at sende elektroner gennem et kraftigt elektrisk felt, hvor de accelereres op til over 100.000 km/t. Med elektromagneter fokuseres elektronstrålen ned på et lille område på samme måde, som glaslinser fokuserer lyset i et lysmikroskop. En vigtig forskel er dog, at elektronstrålen skannes henover prøven, og måler signalet i hvert punkt for sig. Et typisk SEM-billede består af over 1 mio. målepunkter. Det lyder af meget, men tager kun få sekunder med moderne computere.



Figur 4. SEM-billede af spidsen på en brugt AFM-nål.

Fordele:

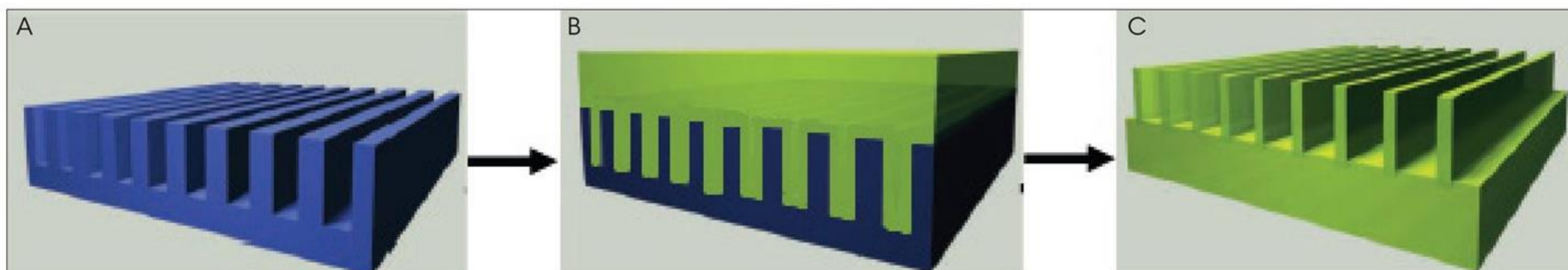
Forstørrelse dækker områder fra nanometer til centimeter
Mulighed for at bestemme materialesammensætning

Ulemper:

Måling er i vakuum
Udfordrende at måle højden af objekter

område, kan prøven og mikroskopet bevæge sig under målingen. Det gør metoden velegnet i et produktionsmiljø, hvor store vibrationer ellers kan umuliggøre anvendelse af andre mikroskoptyper. Prisen for dette er, at der ikke fås et direkte billede af overfladen, men kun af strukturernes dimensioner.

af en møtrik. Her kan i stedet benyttes replikering til at tage en eksakt afstøbning af overfladen, som kan tilpasses i størrelse til mikroskopet. Replikering giver de omvendte strukturer i forhold til prøven, se figur 2, og kan derfor anvendes til at vende fordybninger til forhøjninger, hvilke ofte er lettere at måle med både lysmikroskoper og AFM.



Figur 2. Illustration af replikeringsteknikken. (A) Original prøve. (B) Prøven dækkes med et lag af hurtigt hærdende polymerer. (C) Efter hærdning kan prøven fjernes og man har en kopi af den originale prøve.

Fejlfrie aftryk

En generel udfordring ved mikroskopi er, at prøven skal ind under mikroskopet. Det er ikke altid nemt, f.eks. hvis der skal undersøges mindre områder af en stor maskine eller indersiden

af en møtrik. En anden fordel ved at tage en afstøbning er, at denne kan gemmes til senere brug. Ønskes et emne sammenlignet før og efter brug, kan det være nemmere at sammenligne emnet direkte, end at forholde sig til et par enkelte billeder. Er billedmateria-

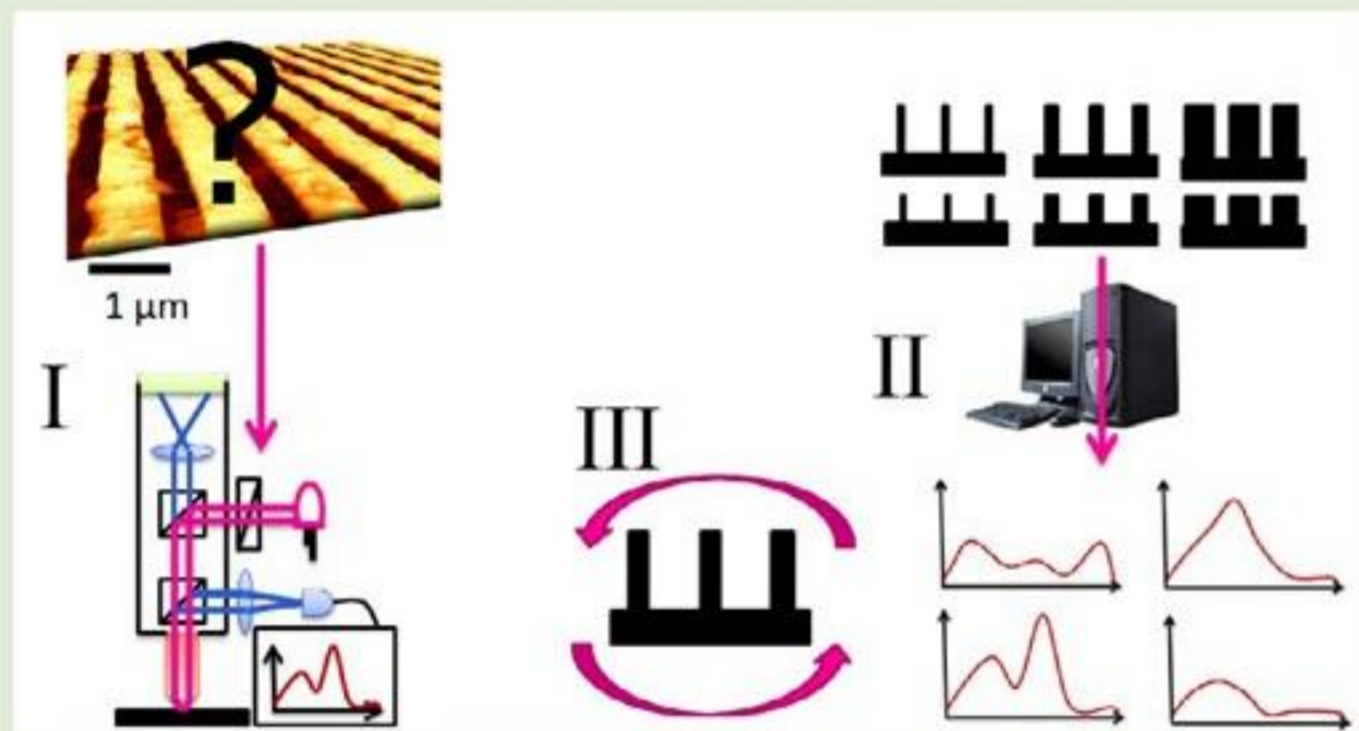
Optisk Diffractions Mikroskopi

Ved at studere det diffrakterede lys fra mikro-/nanostrukturer er det muligt hurtigt og præcist at måle dimensionerne. Metoden bygger på en såkaldt invers modellering, der kan simplificeres til tre trin.

(I) Intensiteten af det reflekterede lys måles for mange bølgelængder med et spektrometer. Dette tager få millisekunder.

(II) Med computersimuleringer genereres en database over spredningsintensiteter for en række mulige strukturer. Dette trin kræver forhåndskendskab til emnet, herunder materialet og typen af strukturer, f.eks. om det er et periodisk gitter eller en enkelt kanal. Simuleringen skal kun udføres én gang, men kan tage op til et par timer.

(III) Målinger og simuleringer sammenlignes. Bedste match giver parametrene for overfladen og sammenligningen tager kun en brøkdel af et sekund at udføre.



Figur 5. Illustration af princippet i optisk diffraktions mikroskopi. Målinger (I) og simuleringer (II) udføres hver for sig og bliver herefter sammenlignet (III).

Fordele

Robust setup
Hurtige målinger, når simuleringer er udført

Ulemper

Kræver forhåndskendskab til emnet
Kan ikke anvendes på alle strukturer

Godkendt Teknologisk Service (GTS)

Dansk Fundamental Metrologi (DFM) og FORCE Technology er blandt de ni Godkendte Teknologiske Service-virksomheder (GTS), som har til formål at understøtte danske virksomheders mulighed for udvikling og innovation, der styrker erhvervslivet konkurrencemæssigt. Dette gøres gennem rådgivende serviceydelser og gennem samarbejde i forsknings-, udviklings- og innovationsprojekter. Mere information kan findes på www.dfm.dk og www.forcetechnology.com.

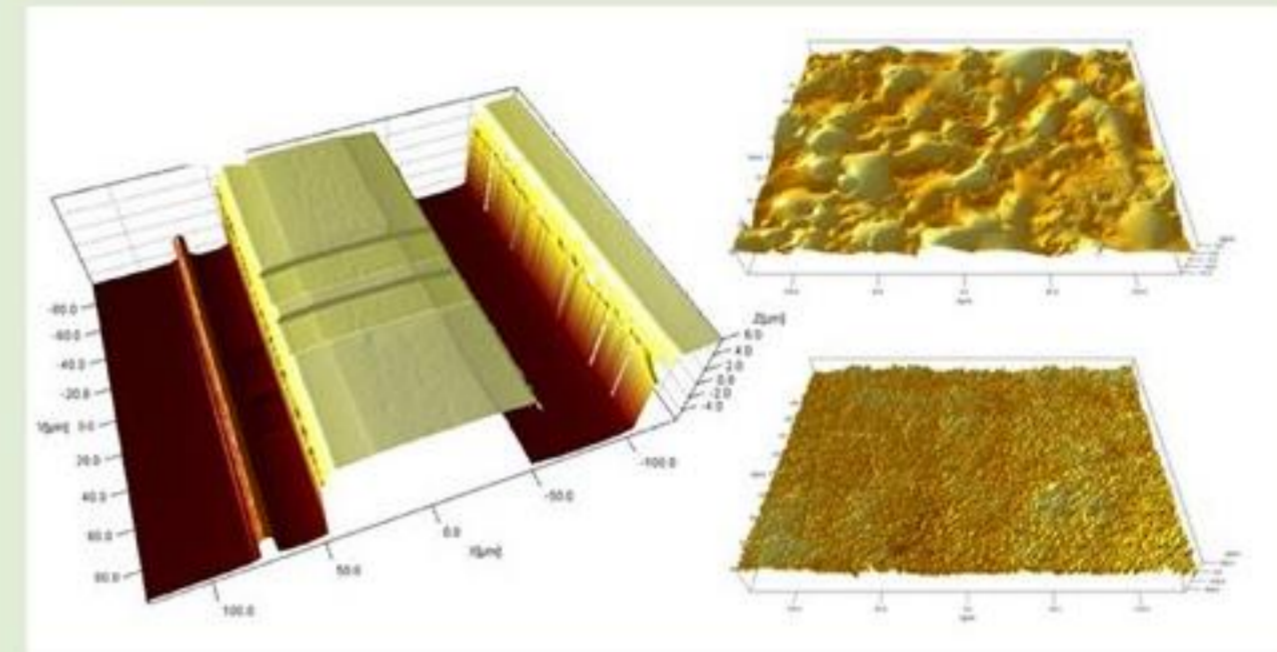
let utilstrækkeligt, er der mulighed for at optage flere billeder senere.

Udfordringen ved replikering af en overflade er at få materialet til at udfylde strukturerne tilstrækkeligt, da afstøbningen ellers ikke giver et korrekt billede af overfladen. Derfor samarbejder DFM med FORCE Technology om udvikling og validering af bl.a. nye replikeringsteknikker gennem projektet "Dokumentation af mikro- og nanostrukturerede produkter". Projektet skal munde ud i en national testfacilitet, hvor der udbydes rådgivning og ydelser i forbindelse med avancerede overfladekarakteriseringer af produkter fra nanometer til centimeter.

Konfokal mikroskopi

Der findes et hav af videreudviklinger på det klassiske lysmikroskop, alle med det formål at øge opløsningen. En af disse er konfokal mikroskopi.

Her belyses prøven på et enkelt punkt ad gangen. Ved at indsætte et pinhole der, hvor lyset opsamles, opsamles kun det lys, der er i fokus. Dette gør, at der kun fås et skarpt billede langs dette plan. Ved at tage billeder af prøven i forskellige højder skabes et 3D-billede af prøven med høj opløsning i den vertikale retning.



Figur 6. 3D-billeder taget med et konfokal mikroskop. (A) Mikrofluid kanalers støbt i plastic. (B) To typer coatings på den samme overflade.

Fordele

Hurtige målinger
Høj vertikal måleevne

Ulemper

Begrænset lateral opløsning
Kun information om topografien



E-mail:
Morten Hannibal Madsen: mhm@dfm.dk

HIGH PERFORMANCE CRUSHING

Retsch
Solutions in Milling & Sieving

RETSCH's new benchtop jaw crusher BB 50 reduces hard, brittle and tough samples with a feed size of up to 40 mm in one single operation to a final fineness of down to 0.5 mm!

Nyhed!

SKANLAB

Kvinderupvej 30 · 3550 Slangerup · Tlf: 4738 1014 · www.retsch.dk