

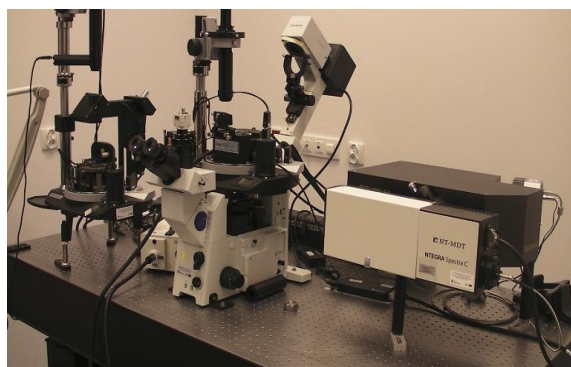
## WYKORZYSTANIE MIKROSKOPII AFM DO WIZUALIZACJI EFEKTÓW PRAC NAD OTRZYMANIEM TLENKÓW CYNY SNO<sub>2</sub>

### Streszczenie

W artykule przedstawiono charakterystyki cienkich warstw SnO<sub>2</sub> na czystym szkle. Warstwy SnO<sub>2</sub> nanoszone były metodą magnetronowego sputteringu (nanoszenie) na podłoże szklane w różnych temperaturach. Wykorzystano do tego urządzenie Magnetron Line 440. Do badania składu i morfologii warstwy użyto mikroskopii skaningowej i atomowej (STM/AFM). Na podstawie badań stwierdzono, że powłoki wykazują dobre połączenie z materiałem podłoża, charakteryzując się zróżnicowaną chropowatością i są jednorodnie chemiczne.

### WSTĘP

Mikroskopia sił atomowych (AFM-Atomic Force Microscopy) znajduje obecnie szerokie zastosowanie w dziedzinie charakteryzacji materiałów elektronicznych. Oprócz precyzyjnego pomiaru topografii powierzchni z rozdzielczością umożliwiającą obserwowanie warstw atomowych, współczesne urządzenia tego typu oferują wiele dodatkowych możliwości, obejmujących badanie właściwości elektrycznych, magnetycznych jak i temperaturowych. Jednym z zastosowań może być analiza własności struktur otrzymanych drogą nanoszenia z wykorzystaniem sputteringu magnetronowego. AFM w powiązaniu z innymi technikami pomiarowymi umożliwia odniesienie obserwowanej struktury naniesionej warstwy do jej obserwowanych w skali makro własności elektro-optycznych. Szczególnie interesujące [3-7] stają się struktury przewodzące prąd, przezroczyste oraz takie, które absorbują jak najwięcej energii z padającego promieniowania. Autor w niniejszej pracy wykonał badania metodą mikroskopii sił atomowych (AFM NT-MDT Ntegra Spectra C) struktur i cienkich warstw SnO<sub>2</sub> (Rys. 1.). Analizowaną warstwę transparentnego tlenku otrzymano drogą napyłania magnetronowego. Badano zależności pomiędzy wyglądem struktur atomowych a temperaturą procesu napyłania, ilością gazów biorących udział w procesie oraz równoległe własnościami elektrycznymi. Postawiono odszukać zależności umożliwiające charakteryzowanie parametrów elektro-optycznych warstw SnO<sub>2</sub> w oparciu o obrazy pozyskane techniką AFM. Badania struktur z wykorzystaniem AFM pozwolą również na dobór procesów napyłania celem uzyskania oczekiwanych własności elektrycznych i optycznych – w szczególności w sytuacji poszukiwania struktur o modyfikowanej topografii, uzyskiwanej w celu zwiększenia np. absorpcji promieniowania. W metodzie badawczej podjętej przez autora, analizie podjęto próbki otrzymane w wyniku rozpylania magnetronowego. W metodzie tej pole magnetyczne jest wykorzystywane do otrzymania zjonizowanego gazu (plazmy) i realizacji procesu rozpylania materiału. Szybkość osadzania jest rzędu 1  $\mu\text{m}/\text{min}$ , co pozwala stosować tą technikę na skalę przemysłową. Co więcej ta technika daje możliwość szybkiej zmiany rozpylanych materiałów, w wyniku czego można osadzać na podłożu powłoki wielowarstwowe.

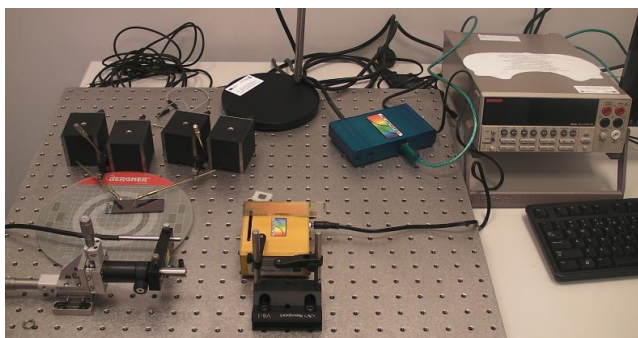


Rys. 1. Mikroskop sił atomowych NT-MDT Ntegra Spectra C.

### 1. EKSPERYMENT

Proces nanoszenia warstw SnO<sub>2</sub> prowadzono z wykorzystaniem Magnetronu Line 440 Alliance Concept (Centrum Badań nad Innowacjami przy Państwowej Szkole Wyższej w Białej Podlaskiej) wyposażonym w target Sn. Warstwy były nanoszone na podłoża szklane (szkiełka Microscope slides LABGLASS). Jako gaz roboczy w procesie napyłania magnetronowego zastosowano Argon z dodatkiem Tlenu jako czynnika modyfikującego nanoszoną warstwę. Modyfikując skład jednego z gazów roboczych (O<sub>2</sub> od 5 do 20 sccm; Ar 50 sccm – wartość stała) oraz temperaturę (od 150°C do 450°C), starano się uzyskać tlenek cyny o jak najlepszych parametrach (zgodnie z oczekiwaniami były to: jak najszersze spektrum transmisji światła, jak i najmniejsza rezystancja). Pozostającym jeszcze do modyfikacji czynnikiem był czas trwania procesu napyłania. W przypadku Line 440 czas był określany ilością przejść (przesunięć) próbki pod targetem w trakcie procesu napyłania i wynosił on od 4 do 5 minut. Czas napyłania dobrano eksperymentalnie w poprzedzających badaniach i utrzymywano go w stałych wartościach. Napyłone SnO<sub>2</sub> próbki poddawano procesowi pomiaru rezystancji (KEIHLEY 2000) oraz transmisji spektralnej (spektrofotometr StellarNet Inc Blue Wave Vis-25). Dokładniejszy opis pomiarów rezystancji i transmisji zawarto w oddzielnym artykule (Rys. 2.).

Ze względu na równoległe prace nad modyfikacją topografii napyłanych warstw (zwiększenie pola powierzchni absorbującej promieniowanie) postanowiono zbadać zależność pomiędzy tworzonymi warstwami a ich strukturą widoczną z wykorzystaniem mikroskopii AFM.



**Rys. 2.** Układ do pomiaru rezystancji omierz (KEIHLEY 2000 Multimetr) i transmisji z wykorzystaniem spektrofotometru (Stellar-Net Inc Blue Wave Vis-25).

Pomiary AFM wykonano metodą kontaktową (ang. contact mode), przy użyciu tipów (CSG10 krzemowych, grubość: 0,3mm) do pomiaru w tym trybie. Podczas pracy w trybie kontaktowym, pomiędzy ostrzem a próbką dominują siły odpychające. Siła oddziaływania igły z podłożem, związana głównie z występowaniem sił van der Waalsa, zależy silnie od odległości. Ostrze (o niskiej stałej sprężystości) znajduje się w kontakcie z powierzchnią próbki. Siły kontaktowe (rzędu nanoniutonów) powodują wygięcie dźwigni proporcjonalnie do zmian topografii badanej próbki.

Informacja jest przetwarzana na sygnał elektryczny dzięki zmianom oświetlenia fotodiody. Skaner piezoelektryczny umożliwia bardzo precyzyjne kontrolowanie wzajemnego położenia igły i próbki z dokładnością przewyższającą rozdzielczość atomową. W tym przypadku utrzymywane jest stałe ugięcie ramienia co powoduje, że mikroskop w każdym punkcie naciska z tą samą siłą nie niszcząc próbki. Obraz powierzchni jest uzyskiwany w różny sposób w zależności od trybu pracy mikroskopu. W trybie kontaktowym zmiany siły odpychającej pomiędzy igłą sondy a podłożem w trakcie skanowania stanowią podstawę obrazowania topografii powierzchni. Sygnałem używanym do tego obrazowania jest sygnał podawany do skanera w kierunku prostopadłym do powierzchni przy utrzymywaniu prawie stałej siły pomiędzy ostrzem a podłożem, w pętli sprzężenia zwrotnego.

W niniejszej pracy obrazy uzyskano za pomocą oprogramowania NOVA 1.1.0.1824 wersja do rejestracji i analizy obrazu do przetwarzania otrzymanych wyników.

## 2. WYNIKI BADAŃ

Obrazy AFM warstwy SnO<sub>2</sub>, wytworzonej na podłożu szklanym metodą magnetronowego rozpylania w różnych temperaturach przedstawiono w tabeli 1. Na ich podstawie można stwierdzić dużą gładkość oraz jednorodność powierzchni warstw.

**Tab. 1** Obrazy AFM 2D/3D 2µm x 2µm warstwy SnO<sub>2</sub> wytworzonej metodą rozpylania magnetronowego oraz odpowiadające im parametry procesu i rezystancja.

2D	3D	T[°C]	O[sccm]	Ar[sccm]	R [Ω]
		250	20	50	0,4 MΩ
		250	5	50	0,005Ω
		450	20	50	60 kΩ
		450	5	50	150Ω
		150	20	50	85MΩ

**PODSUMOWANIE**

Badania morfologii powierzchni metodą mikroskopii AFM wykazały, że:

1. chropowatość powierzchni zależy od temperatury zastosowanej w procesie sputteringu;
2. potwierdzono, że cienkie warstwy SnO<sub>2</sub> mają strukturę krystaliczną;
3. powierzchnia cienkich warstw SnO<sub>2</sub> uzyskanych metodą magnetronowego rozpylenia katodowego charakteryzuje się gładkością i jednorodnością topografii;
4. rezystancja zależy od temperatury oraz składu gazów roboczych i daje się ją powiązać z chropowatością obserwowaną techniką AFM.
5. najlepszymi parametrami elektro-optycznymi charakteryzował się tlenek cyny otrzymany w temp: 150°C i gaz O<sub>2</sub> 20 sccm i Ar 50 sccm.

**BIBLIOGRAFIA**

1. Bosseboeuf A., Dupeux M., Boutry M., Bourouina T., Bouchier D., Débarre D.: Characterization on W Films on Si and SiO<sub>2</sub>/Si Substrates by X-Ray Diffraction, AFM and Blister Test Adhesion Measurements, *Microsc. Microanal. Microstruct.* 8 (1997).
2. Batzill M., Diebold U.: The surface and materials science of thin oxide, *Progress in Surface Science* 79 (2005).
3. Posadowski W. M., Pulsed magnetron sputtering of reactive compounds, *Thin Solid Films*, vol. 343–344 (1999).
4. Musil J., Baroch P., Vlcek J., Nam K. H., Han J. G.: Reactive magnetron sputtering of thin films: present and trends, *Thin Solid Films*, vol. 475 (2005).
5. Kaczmarek D.: Modyfikacja wybranych właściwości cienkich warstw TiO<sub>2</sub>, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2008.
6. Gurlo A.: Interplay between O<sub>2</sub> and SnO<sub>2</sub>: Oxygen ionosorption and Spectroscopic Evidence for Adsorbed Oxygen. *ChemPhysChem*, 7 (2006).
7. Izydorczyk W., Adamowicz B., Miczek M., Waczyński K.: Computer analysis of an influence of oxygen vacancies on the electronic properties of the SnO<sub>2</sub> surface and near-surface region. *Physica Status Solidi (a)*, 203 (2006).
8. Luhin V., Zarapin V., Zharski I., Zhukowski P.: Sensorowe właściwości cienkich warstw SnO<sub>2</sub> wytwarzanych rozpyleniem magnetronowym, *Elektronika. Konstrukcje, Technologie, Zastosowania* 11/2011.

**THE SnO<sub>2</sub> FORMATION PROCES OBSERVATION AND VISUALISATION USING AFM****Abstract**

*Atomic force microscopy is one of the most popular method used in surface imaging. This method allows to measure the surface topography and determine the dimensions of the structures in the subatomic resolution [1]. Due to its properties, it can be applied to the measurement of conductors and semiconductor surfaces prepared in various processes. The experiment is focused on SnO<sub>2</sub> and ITO thin layers which can be used as transparent electrodes [2]. The authors are trying to illustrate the correlation between process parameters - creation of semiconductor in magnetron sputtering by different process conditions (temperature and cooling process, gas pressure and composition), surface of the sample and its other electro-optical parameters.*

Autorzy:

mgr inż. **Zofia Lubańska** – Państwowa Szkoła Wyższa im. Papieża Jana Pawła II w Białej Podlaskiej, Wydział Nauk Ekonomicznych i Technicznych, Katedra Nauk Technicznych, Zakład Informatyki, z.lubanska@dydaktyka.pswbp.pl

dr inż. **Tomasz Grudniewski** – Państwowa Szkoła Wyższa im. Papieża Jana Pawła II w Białej Podlaskiej, Wydział Nauk Ekonomicznych i Technicznych, Katedra Nauk Technicznych, Zakład Informatyki, knt@pswbp.pl.

dr inż. **Marta Chodyka** - Państwowa Szkoła Wyższa im. Papieża Jana Pawła II w Białej Podlaskiej, Wydział Nauk Ekonomicznych i Technicznych, Katedra Nauk Technicznych, Zakład Informatyki, m.chodyka@dydaktyka.pswbp.pl