

Aplicaciones de la Microscopía de Fuerza Atómica al estudio de superficies utilizadas en experimentos de interacción de iones con la materia

E.A. SÁNCHEZ*, G.R. GÓMEZ, J.E. GAYONE*, R.G. PREGLIASCO*, y O. GRIZZI*

CENTRO ATÓMICO BARILOCHE - COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
(8400) S.C. DE BARILOCHE, RÍO NEGRO - ARGENTINA
e-mail: esanchez@cab.cnea.edu.ar

Se utilizó el microscopio de fuerza atómica para estudiar la topografía de superficies conductoras, semiconductoras y aislantes empleadas en experimentos de interacción de iones con la materia. Se comprobó que los ciclos de recocido alternados con bombardeo rasante de Ar^+ a 20 keV producen superficies de GaAs(110) y Al(111) más planas que la técnica convencional de preparación de muestras monocristalinas. Se comparan estos resultados con mediciones de dispersión de iones y de emisión de electrones Convoy por incidencia rasante de protones. Se midió también la rugosidad de láminas delgadas ($\approx 130 \text{ \AA}$) autosoportadas de Au empleadas en experimentos de frenamiento de iones en sólidos. Finalmente se muestran imágenes de daño producido por impacto de Cl^+ a 49 MeV en superficies de mica.

We have used the atomic force microscope to study the topography of conductor, semiconductor and insulator surfaces used in experiments of ion-beam interaction with solids. We state that cycles of grazing 20 keV Ar^+ bombardment and annealing produce GaAs(110) and Al(111) surfaces smoother than those prepared by standard methods. We compare these results with measurements of Ion Scattering Spectrometry and Convoy electron emission induced by grazing proton bombardment. We have also measured the roughness of self-supporting Au samples ($\approx 130 \text{ \AA}$ thickness) used in stopping power experiments. Finally, we show images of ion damage produced by 49 MeV Cl^+ on mica surfaces.

1. Introducción

El microscopio de fuerza atómica AFM (Atomic Force Microscope) desde su invención en 1986 por G. Binnig *et. al.*¹ ha sido utilizado muy intensamente para estudiar la topografía de muestras, tanto conductoras como aislantes, con alta resolución en el rango de los nanómetros. El objetivo de este trabajo es mostrar la capacidad del microscopio en tomar imágenes topográficas de superficies conductoras, semiconductoras y aislantes. Esta información resulta de interés para interpretar diversos resultados en experimentos de interacción de iones con la materia.

2. Funcionamiento del Microscopio

El principio de funcionamiento del microscopio de fuerza atómica consiste en medir la deflexión que experimenta una punta de prueba, provocada por la interacción de Van der Waals con los átomos de la superficie. La punta de prueba se encuentra montada sobre un soporte muy flexible que tiene calibrada su

constante elástica (0.16 N/m ó 0.24 N/m según la punta), de manera que la deflexión indica la fuerza de interacción con la superficie. Esta deflexión se mide mediante un haz de láser que se refleja sobre la misma y se registra con un fotodetector sensible a posición (PSD) como se muestra en la figura 1.



Fig.1: Diagrama del microscopio

La imagen se genera realizando un barrido de la punta sobre una región de la superficie. Ésta se logra manteniendo fija la posición de la punta y desplazando la muestra mediante un piezoeléctrico (scanner X,Y,Z). La medición puede realizarse de dos modos:

* CONICET.

- **Fuerza constante o topográfico:** manteniendo fija la deflexión de la punta se toma como señal la compensación de la altura Z realizada por el piezoeléctrico.
- **Altura constante:** manteniendo fija la distancia entre muestra y el soporte de la punta se toma como señal la deflexión de la misma.

De esta manera la información obtenida es directamente la altura de las estructuras superficiales. Esto hace que el AFM sea el instrumento por excelencia para medir topografía.

A pesar de que los factores que influyen en el proceso de obtención de imágenes siguen en discusión, y que la resolución lateral nominal es de 10-20 Å, los experimentos han demostrado que el AFM puede generar imágenes de estructuras atómicas en algunas superficies planas como grafito HOPG, mica, Au(110) y NaCl. Hemos usado esta última característica para calibrar y verificar el correcto funcionamiento del aparato, midiendo una muestra de mica inmediatamente después de ser exfoliada. En la figura 2 se muestra la imagen con resolución atómica obtenida para esta muestra.

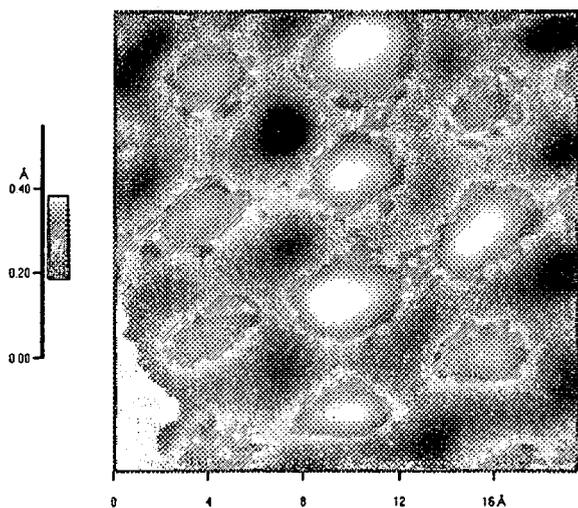


Fig. 2: Imagen de una superficie de mica obtenida con el AFM en modo altura constante. Barrido: 20 Å. Nótese la estructura hexagonal centrada de la celda unidad.

3. Resultados experimentales

3.1. Experimentos de bombardeo rasante de iones sobre superficies monocristalinas.

Preparación de muestras

La técnica convencional de preparación de muestras monocristalinas en ultra-alto-vacío (UHV) consiste en ciclos de bombardeo con Ar^+ de baja energía (500-2000 eV) a grandes ángulos de incidencia ($\sim 45^\circ$) seguidos de calentamiento (típicamente a un 80% de la temperatura de fusión de la muestra). Esta técnica (IBA) tiene la doble finalidad de limpiar y ordenar *in situ*. Recientemente² se ha propuesto una técnica alternativa que consiste también en ciclos de calentamiento y bombardeo con iones de Ar^+ , pero a energías intermedias (~ 25 keV) y ángulos rasantes de incidencia ($\sim 2^\circ$). En este caso (GIBA) se prevee que la interacción ion-superficie produzca una remoción preferencial de los defectos. En la figura 3 se muestran las imágenes obtenidas de una muestra de Al(111) antes y después de ser preparada con esta última técnica donde se observa una disminución notable de la rugosidad superficial.

Emisión de electrones convoy

Al bombardear una superficie con iones livianos (H, He, Li, etc.) en condiciones de incidencia rasante ($\sim 0.5-5^\circ$) la distribución en energía de los electrones emitidos, en la dirección de reflexión especular de los iones, presenta las siguientes características³:

- si la muestra es rugosa, está centrada en la energía $E_{ce} = me V_p^2/2$, donde V_p es la velocidad del ion incidente. Es decir que los electrones emitidos salen con la misma velocidad que el proyectil.
- si la muestra es suficientemente plana, la distribución está centrada en una energía E_m mayor que E_{ce} .

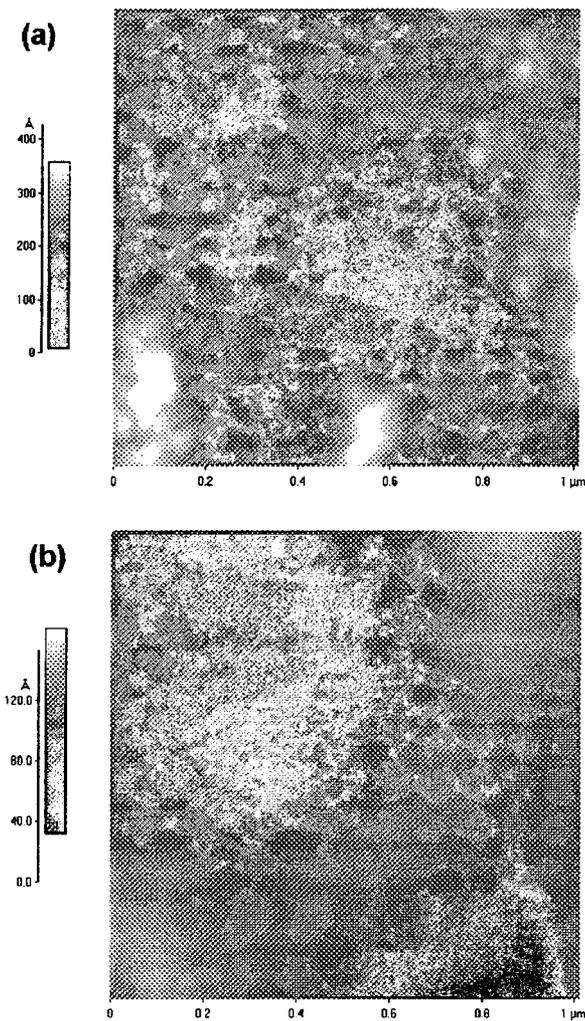


Fig.3: (a) Imagen obtenida con el AFM en modo topográfico de una superficie de Al(111) preparada por pulido mecánico con pasta de alumina de $0.05 \mu\text{m}$. (b) La misma muestra preparada por GIBA.

En las figuras 4(a) y 4(b) presentamos las distribuciones en energías de los electrones emitidos durante la interacción de H^+ a 70 keV, incidiendo a 1° sobre una muestra de Al(111) con sus correspondientes condiciones topográficas. En la figura 4(c) se muestran las distribuciones electrónicas medidas para H^+ a 60 keV para una muestra de GaAs(110) preparada por GIBA.

Nótese cómo el pico centrado en *Em* se define mejor cuanto más plana es la superficie de la muestra (Fig.4(c)).

Espectrometría de iones dispersados

Como se ha comentado en otros trabajos⁴ la técnica de espectrometría de iones dispersados con detección por tiempo de vuelo (TOF-ISS) no sólo nos da información de la estructura

cristalina sino que además resulta indicativa de la cantidad de defectos presentes en la muestra. Para bajos ángulos de incidencia, la señal de iones retrodispersados debería desaparecer si la superficie se encontrara libre de defectos.

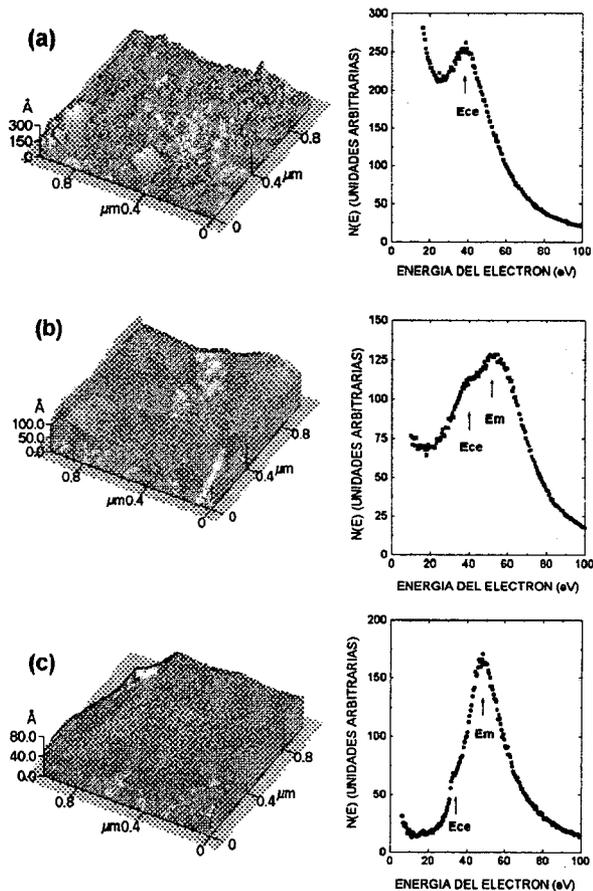


Fig.4: Comparación entre los diferentes espectros de energía producidos por muestras con distintas topografías: (a) Al(111) pulida con alumina de $0.05 \mu\text{m}$, (b) la misma muestra preparada por GIBA y (c) GaAs(110) preparada por GIBA. Mas detalles en el texto.

Para mostrar esta característica y comparar las técnicas de preparación de muestras discutidas en el punto anterior, preparamos una superficie de GaAs(110) por los métodos de IBA y GIBA. En la figura 5 mostramos cómo cambian las curvas TOF-ISS para bajos ángulos de incidencia cuando bombardeamos con Ne^+ de 6 keV una muestra de GaAs(110) preparada por ambos metodos. Nótese que esta técnica resulta sensible a la topografía, y que la superficie obtenida es más suave al prepararla por GIBA.

3.2. Experimentos de daño por radiación

La técnica convencional empleada para estudiar las trazas producidas por bombardeo iónico consiste en atacar químicamente la muestra con el objeto de incrementar el tamaño de las trazas a escalas de micrones. Luego se evapora una película conductora para obtener un negativo (réplica) del daño. Finalmente se observa la réplica en el microscopio electrónico de barrido (SEM). Con el microscopio de fuerza atómica podemos estudiar los perfiles de altura de las trazas en las réplicas. Esta información se obtiene de manera más directa y sencilla que con el SEM.

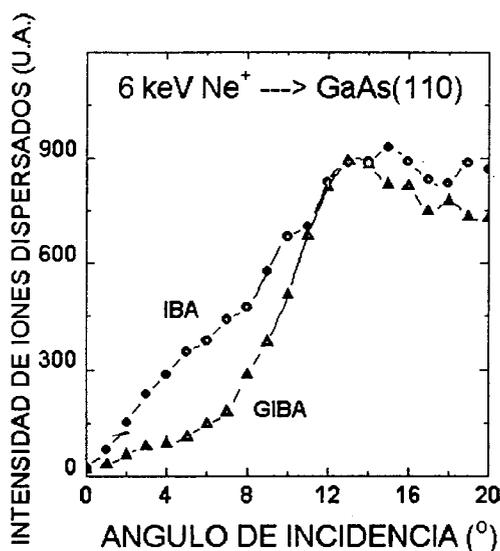


Fig.5: Intensidad de iones retrodispersados vs. ángulo de incidencia obtenida mediante el bombardeo con Ne^+ de 6 keV sobre una muestra de GaAs(110) preparada con los métodos IBA y GIBA.

Como aplicación de esta técnica hemos utilizado muestras de mica irradiadas con Cl^+ a 49 MeV en el laboratorio Tandem por G. Saint Martin y O. Bernaola (dosis: 2×10^8 iones/cm²). En la figura 6 (a) se muestra la imagen obtenida para la réplica donde se pueden observar dos impactos iónicos. En la figura 6(b) se muestra el análisis de línea de una de las trazas de donde puede extraerse información del diámetro, la altura y el perfil de la misma.

3.3. Experimentos de frenamiento de iones en la materia

En esta línea de trabajo se estudia el frenamiento de iones livianos al atravesar láminas autoportadas muy delgadas (~ 100-

200 Å). Es de particular importancia en estos experimentos controlar y evaluar la rugosidad de las láminas. Para esto, H. Eckardt y G. Lanstchner han desarrollado una técnica independiente que da una cota superior a la rugosidad de sus muestras. En la figura 7 se muestra el análisis realizado con el AFM a una lámina autoportada de Au de 130 Å de espesor de donde resulta que su rugosidad es de 7- 8%. El valor obtenido para la cota superior fue 10%, mostrando la consistencia de los resultados obtenidos por ambas técnicas de análisis.

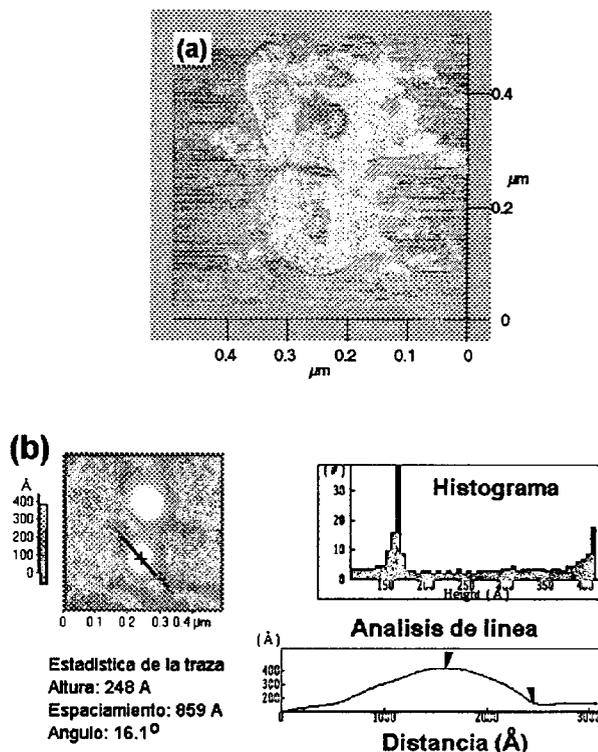


Fig.6: (a) Imagen topográfica de la réplica de una superficie de mica irradiada con Cl^+ de 49 MeV. (b) Análisis de línea de una traza.

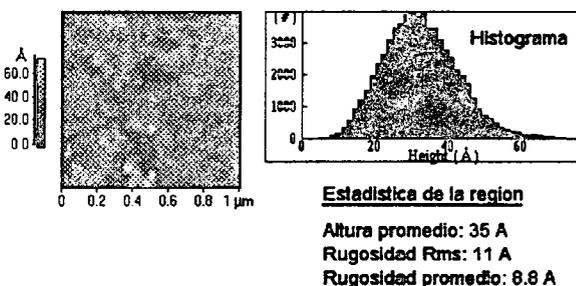


Fig.7 Análisis por región de una lámina autoportada de Au de 130Å de espesor. La imagen fue obtenida en el modo topográfico.

4. Conclusiones

En el presente trabajo hemos mostrado la capacidad del AFM para medir detalles de la topografía en muestras conductoras (Al, Au), semiconductoras (GaAs) y aislantes (mica) empleadas en experimentos de interacción de iones con la materia.

Agradecimientos

Agradecemos a la Fundación Balseiro por financiar la compra del microscopio con Fondos de Superconductividad otorgados por la Presidencia de la Nación.

Referencias

1. G. Binning, C.F. Quate y Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. 12, 930 (1986).
2. H. Winter, Comments At. Mol. Phys. 26, 287 (1991).
3. E.A. Sánchez, O. Grizzi, M.L. Martiarena y V.H. Ponce, Phys. Rev. Lett. 71, 801 (1993).
4. O. Grizzi, M. Shi, H. Bu y J.W. Rabalais, Chemistry and Physics of Solid Surfaces VIII. Ed. by Vanselow & Howe (Springer-Verlag 1990).