

**Jadwiga JANOWSKA\*, Zenobia RŻANEK-BOROCH\*,  
Magdalena EKWIŃSKA\***

**ZASTOSOWANIE MIKROSKOPU SIŁ ATOMOWYCH  
DO BADANIA WŁASNOŚCI TARCIOWYCH  
ULTRACIENKICH POWŁOK**

**APPLICATION OF ATOMIC FORCE MICROSCOPE TO  
STUDY FRICTIONAL PROPERTIES OF ULTRATHIN FILMS**

**Słowa kluczowe**

Mikroskop sił atomowych, topografia powierzchni, powłoki wytwarzane techniką elektroplazmową

**Keywords**

Atomic force microscope, topography, films deposited by electroplasma technique

**Streszczenie**

W referacie przedstawiono zastosowanie mikroskopu sił atomowych do zbadania własności tarciowych ultracienkich powłok wytworzonych tech-

---

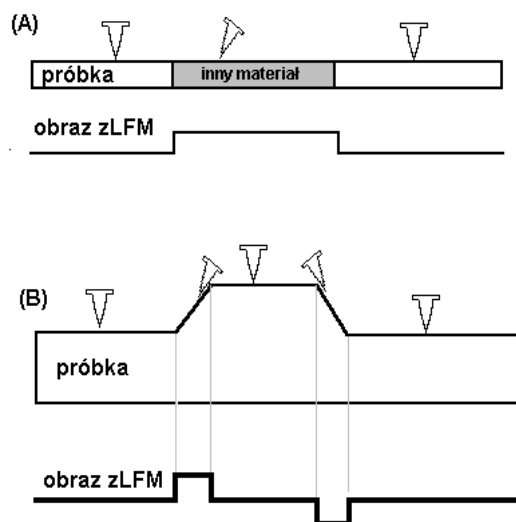
\* Warsaw University of Technology, Institute of Micromechanics and Photonics, ul. Św. Andrzeja Boboli 8, 02-525 Warszawa, Poland Tel. +48(22) 660-8287, Fax 660-86-01

niką elektroplazmową oraz wpływu prowadzenia procesu osadzania warstw (zmiana temperatury podłoża) na własności uzyskanych powłok.

## WSTĘP

Mikroskopy sił atomowych AFM stosowane są do badania własności powierzchni materiałów w skali nanometrycznej [L. 1]. Używane są głównie do obrazowania topografii badanej powierzchni. Mikroskop sił atomowych z opcją pomiaru siły poprzecznej, znajdujący się w Laboratorium Mikrotribologii Instytutu Mikromechaniki i Fotoniki Politechniki Warszawskiej, pozwala nie tylko na tworzenie trójwymiarowych obrazów topografii badanej próbki, poprzez pomiar siły normalnej, ale również na wyznaczenie siły tarcia, którą w mikroskali wyraża składowa siły poprzecznej.

Na skutek siły poprzecznej (siły tarcia), powstałej między igłą mikroskopu sił atomowych a badaną warstwą podczas ruchu ostrza nad próbką w trakcie skanowania powierzchni, następuje skrzywienie cantilevera. Skrzywienie belki pomiarowej może być wywołane zmianą nachylenia zbocza tarasu mikronierówności powierzchni próbki lub/i niejednorodnością właściwości tarciovych badanego materiału (Rys. 1).



**Rys. 1. LFM (Lateral Force Microscope) skrzywienie cantilevera wywołane: (A) zmianą siły tarcia na skutek zmian własności materiału; (B) wystąpieniem tarasów**  
 Fig. 1. LFM (Lateral Force Microscope) – torsion of the cantilever caused by:  
 A. Variations of friction force caused by changes of material properties  
 B. Variations of surface topography

Aby rozdzielić te dwa efekty należy prowadzić jednocześnie pomiar odkształcenia beleczki pomiarowej zarówno w płaszczyźnie pionowej (obraz topograficzny AFM) jak i poziomej.

Siły styczne nie są zależne od kierunku skanowania a kontrast pomiędzy uzyskiwanymi obrazami rozkładu sił poprzecznych odzwierciedla pochylenie mikronierówności wzdłuż osi ox.

W niniejszym referacie przedstawiono zastosowanie mikroskopu sił atomowych do zbadania własności tarciovych ultracienkich powłok wytworzonych techniką elektroplazmową [L. 2, 3] oraz wpływu prowadzenia procesu osadzania warstw (zmiana temperatury podłoża) na własności uzyskanych powłok.

### **ULTRACIENKIE POWŁOKI WYTWARZANE TECHNIKĄ ELEKTROPLAZMOWĄ**

Procesy chemiczne zachodzące pod działaniem plazmy nierównowagowej są szeroko stosowane do powierzchniowej obróbki metali i tworzyw organicznych, w procesach wytwarzania obwodów scalonych, ogniw słonecznych, powłok uszczelniających folię z polimerów oraz warstw przeciwo-blaskowych na elementach optyki [L. 4].

W ostatnich latach zaobserwowano wzrost zainteresowania powłokami krzemooorganicznymi otrzymywanymi metodą PE-CVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Na Wydziale Chemii PW prowadzono prace nad procesem osadzania cienkich powłok z heksametylodisiloksanu. Powłoki wytwarzano w wyładowaniu barierowym, pod ciśnieniem atmosferycznym, w reaktorze z zewnętrzną elektrodą wysokonapięciową. Otrzymano, między innymi, cienkie warstwy związków krzemu z heksametylodisiloksanu (HMDSO) stosując mieszaninę HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> (40%). Warstwy nanoszono na monokryształ krzemu (100). W procesie wytwarzania powłok zmieniano temperaturę podłoża.

### **BADANIE NANOTARCIA ULTRACIENKICH POWŁOK WYTWORZONYCH TECHNIKĄ ELEKTROPLAZMOWĄ**

#### **Badane próbki**

Zbadano własności tarciove dwóch ultracienkich powłok wytworzonych techniką elektroplazmową [L. 2, 3]. Próbki, oznaczone symbolami 047 i 046, wykonano na Wydziale Chemii PW. Analizę chemiczną otrzyma-

nych powłok przeprowadzono za pomocą spektrometru UDS Braga z mikrosondą elektronową firmy Cameca. W **Tabeli 1** przedstawiono warunki prowadzenia procesu osadzania badanych powłok i ich właściwości.

**Tabela 1. Powłoki osadzane z HMDSO + Ar + NH<sub>3</sub> (40%) – warunki prowadzenia procesu osadzania powłok, właściwości powłok**

Table 1. The films deposited from the mixture of HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> (40%) – experimental conditions of process of deposition and films properties

Oznaczenie próbki	047	046
Mieszanina gazowa:		
HMDSO [ppm]	2640	2640
Amoniak [%]	40	40
Argon [%]	Reszta	Reszta
Temperatura [°C]	150	300
Czas osadzania [min]	15	15
Napięcie międzyszczytowe [kV]	15,7	13,5
Grubość [nm]	40	63
Szybkość osadzania powłoki [nm/min]	2.7	4.2
Współczynnik refrakcji	1,26	1,44
Widmo FTIR (pasma absorpcji)	Si-O-Si Si-CH <sub>3</sub>	Si-O-Si Si-CH <sub>3</sub>

### **PRÓBKA 047**

Powłoka naniesiona techniką elektropłazmową na podłoże krzemu monokrystalicznego (100). Osadzona z mieszaniny HMDSO+NH<sub>3</sub>+Ar (heksametylodisiloksan + amoniak + argon) przy temperaturze podłoża 150°C. Całkowita grubość naniesionej powłoki, zmierzona elipsometrem, wyniosła 40 nm.

### **PRÓBKA 046**

Powłoka naniesiona techniką elektropłazmową na podłoże krzemu monokrystalicznego (100). Osadzona z mieszaniny HMDSO+NH<sub>3</sub>+Ar (heksametylodisiloksan + amoniak + argon) przy temperaturze podłoża 300°C. Całkowita grubość naniesionej powłoki, zmierzona elipsometrem, wyniosła 63 nm.

### **Warunki prowadzenia badań**

Obrazowanie topografii i rozkładu siły poprzecznej przeprowadzono przy wykorzystaniu kontaktowego modu pracy (Topography/FI) mikroskopu sił atomowych z opcją pomiaru siły poprzecznej (Laboratorium Mikrotribo-

logii Instytutu Mikromechaniki i Fotoniki PW) [L. 5]. Do badań zastosowano cantilevery oznaczone symbolami MS-06AU typ B (firmy Park Scientific Instruments – USA) oraz SCS12 typ F (firmy NT-MDT Co – Rosja).

Doświadczenia przeprowadzono w warunkach laboratoryjnych w atmosferze powietrza, przy ciśnieniu atmosferycznym, temperaturze pokojowej  $22^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ , przy wilgotności  $50\% \pm 5\%$ .

### **Forma przedstawienia wyników badań**

W wyniku przeprowadzonych pomiarów otrzymano rozkład topografii oraz siły poprzecznej na badanej powierzchni.

Wyniki badań przedstawiono w postaci płaskiego (2D) i przestrzennego (3D) obrazu topografii próbki oraz dwuwymiarowego (2D) obrazu rozkładu siły poprzecznej. Przedstawiono także przekroje poprzeczne profilu topograficznego i odpowiadające im wykresy siły poprzecznej oraz histogram obrazu topografii i rozkładu siły tarcia (siły poprzecznej).

Z obrazów 2D i 3D usunięto szumy (zastosowano filtr median).

### **Dyskusja i wnioski**

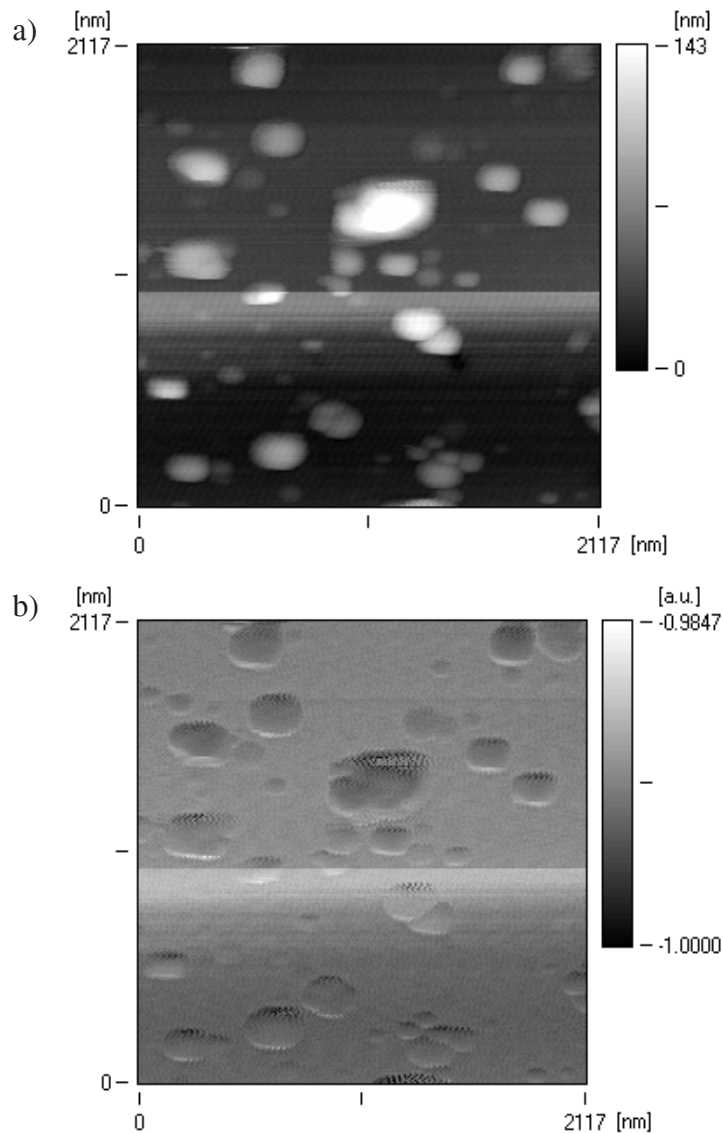
Ultracienkie powłoki osadzone z mieszaniny gazów HMDSO+ Ar + NH<sub>3</sub> (40%) w temperaturach 150°C i 300°C (próbki 047 i 046) okazały się trudne w badaniach ze względu na bogatą strukturę (bardzo duże utkanie tarasów i ich wpływ na wyznaczone siły poprzeczne) oraz ze względu na prawdopodobieństwo zależności własności tarciovych od miejsca badań (inne we wgłębieniach inne na wypiętrzeniu tarasów mikronierówności).

Na wykresie siły poprzecznej, dla powierzchni o jednolitych, homogenicznych właściwościach tarciovych i tarasowej strukturze mikronierówności, wystąpią skokowe zmiany wartości siły poprzecznej na progach tarasów. Po przejściu progu tarasu wartość siły poprzecznej wróci do poprzedniej wartości, takiej samej jak na innych homogenicznych częściach próbki. W przypadku próbki niehomogenicznej zmiana siły poprzecznej będzie niezależna od zmian topografii powierzchni próbki i będzie opisywać własności tarciove materiału.

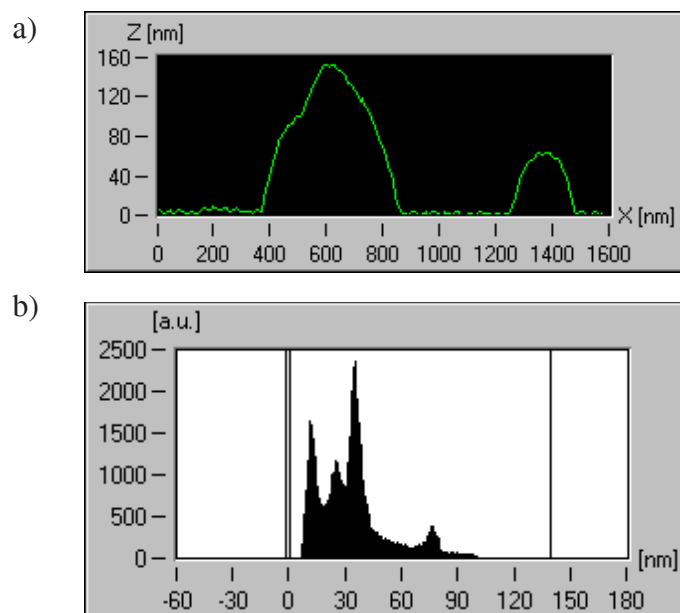
Badania ultracienkich powłok wytworzonych techniką elektropłazmową przeprowadzone były kilkakrotnie (w kilku różnych miejscach próbki) z wykorzystaniem wielu obszarów skanowania (od 16000 nm × 16000 nm do 510 nm × 510 nm). Najmniejszy obszar skanowania wynikał nie z ograniczenia sprzętowego lecz z własności badanej powłoki.

Badania zostały wykonane przy skanie w kierunku  $+x$  i  $-x$ . Kierunek skanowania nie miał wpływu na otrzymane wyniki badań.

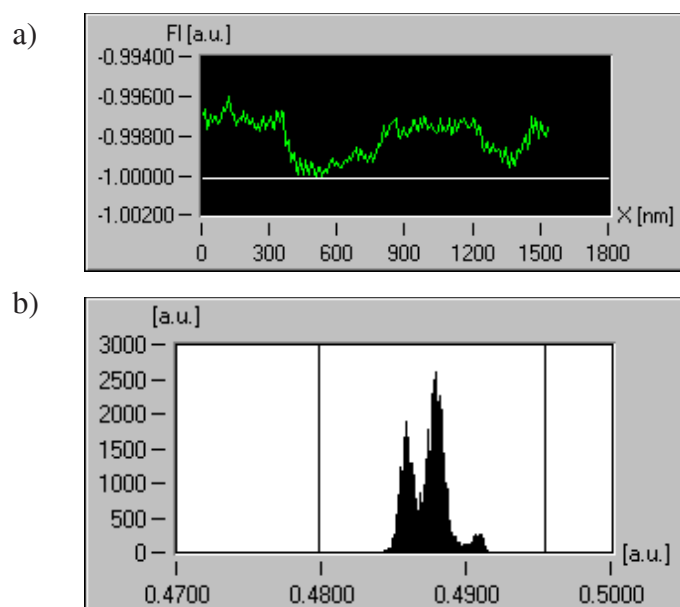
Na **Rysunkach 2+6** przedstawiono topografie badanej powłoki 047, przykładowe rozkłady siły poprzecznej na skanowanej powierzchni, przykładowe przekroje poprzeczne topografii powierzchni i odpowiadające im zmiany wartości siły poprzecznej.



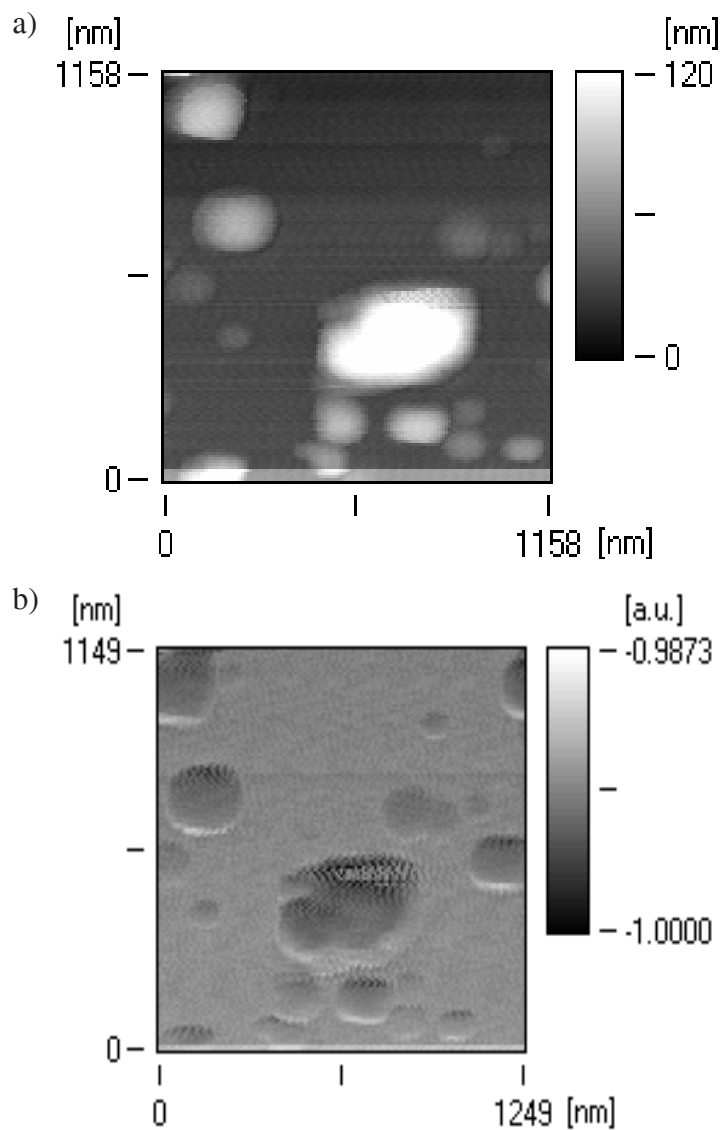
**Rys. 2. Próbka 047: a) topografia powierzchni powłoki (2D), b) rozkład siły poprzecznej**  
Fig. 2. Sample 047 a. Surface topography of film (2D); b. Distribution of lateral force



**Rys. 3. Próbkę 047 – Topografia powierzchni powłoki: a) przekrój, b) histogram**  
Fig. 3. Sample 047 – Surface topography of film a. cross-section; b. histogram



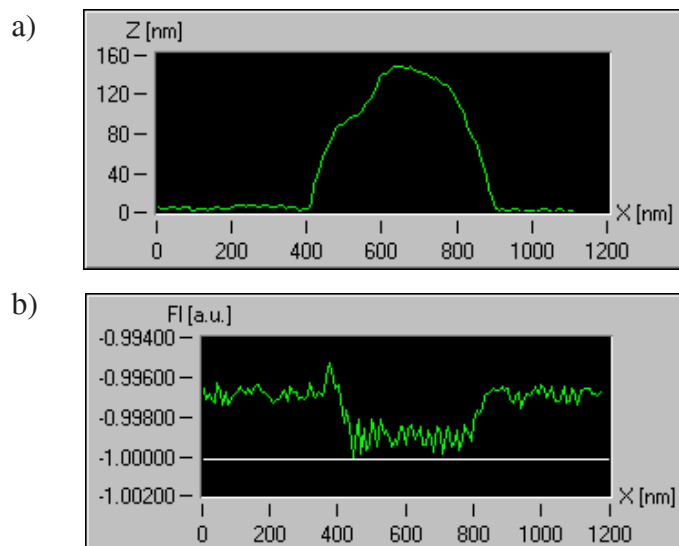
**Rys. 4. Próbkę 047 – Rozkład siły poprzecznej: a) przekrój, b) histogram**  
Fig. 4. Sample 047 – Distribution of lateral force a. cross-section; b. histogram



**Rys. 5. Próbka 04:** a) topografia powierzchni powłoki (2D), b) rozkład siły poprzecznej  
Fig. 5. Sample 047. a. Surface topography of film (2D); b. Distribution of lateral force

Po porównaniu przekroju poprzecznego topografii badanej powierzchni z odpowiadającym mu przekrojem rozkładu siły poprzecznej i analizie histogramu rozkładu siły poprzecznej można stwierdzić, że zmiany wartości siły poprzecznej  $F_l$  (**Rys. 4a** i **Rys. 6b**) są związane ze zmianą własności tarcowych na powierzchni próbki 047.





**Rys. 6. Próbka 047: a) topografia powierzchni – przekrój, b) rozkład siły poprzecznej – przekrój**

Fig. 6. Sample 047. a. Surface topography of film – cross-section; b. Distribution of lateral force – cross-section

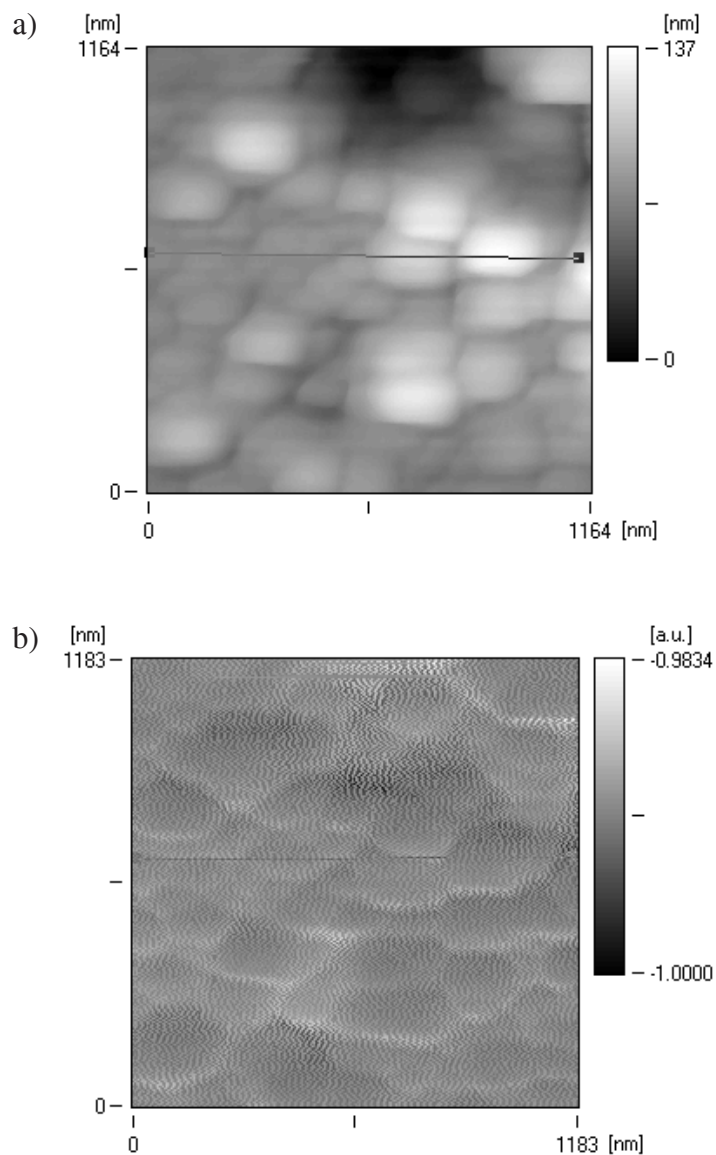
Powłoka, wytwarzana techniką elektropłazmową, osadzana z mieszaniny HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> (40%) przy temperaturze podłoża 150°C (próbka 047) ma inne własności tarciovne na wzniesieniach i inne we wgłębieniach tarasów mikronierówności powierzchni.

Niejednorodność własności tarciovych powierzchni próbki 047 związana jest z procesem osadzania powłoki – powłoka zawiera substancje organiczne.

Mniej jednoznaczne wyniki otrzymano w przypadku badania własności tarciovych powłoki osadzonej z mieszaniny HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> przy temperaturze podłoża 300°C (próbka 046).

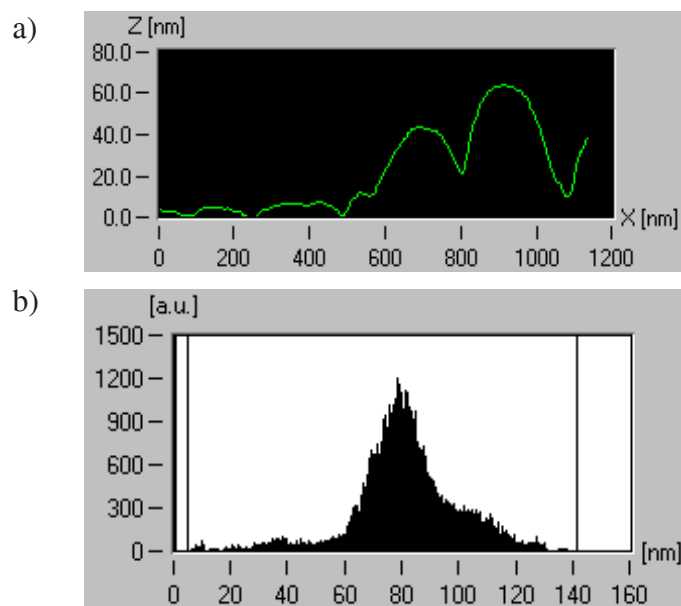
Na **Rysunkach 7+9** przedstawiono topografię badanej powłoki 046, rozkład siły poprzecznej na skanowanej powierzchni, przykładowy przekrój poprzeczny topografii powierzchni i odpowiadające mu zmiany wartości siły poprzecznej.

Otrzymane przekroje poprzeczne topografii badanej powierzchni i odpowiadające im zmiany wartości siły poprzecznej oraz histogramy rozkładu siły poprzecznej świadczą, że na powierzchni powłoki osadzonej z mieszaniny HMDSO+NH<sub>3</sub>+Ar przy temperaturze podłoża 300°C (próbka 046) dominują struktury o jednorodnych własnościach tarciovych. Zmia-

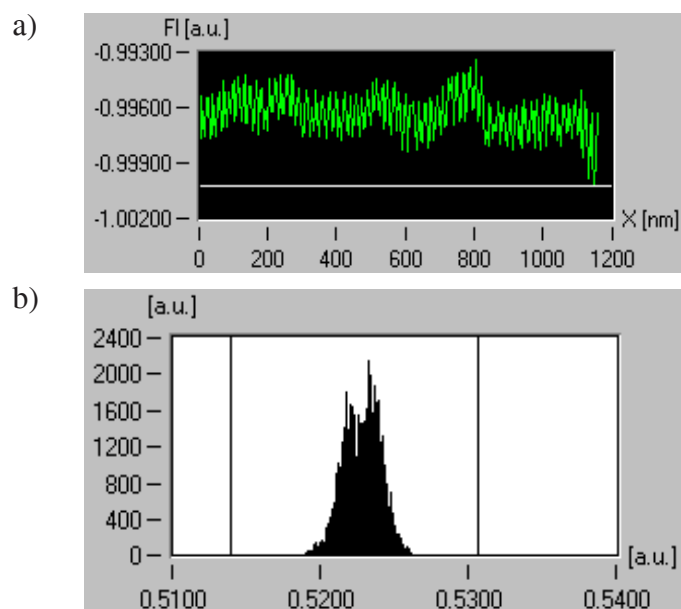


**Rys. 7. Próbka 046: a) topografia powierzchni powłoki (2D), b) rozkład siły poprzecznej**

Fig. 7. Sample 046. a. Surface topography of film (2D); b. Distribution of lateral force



**Rys. 8. Próbka 046 – Topografia powierzchni powłoki: a) przekrój, b) histogram**  
Fig. 8. Sample 046 – Surface topography of film. a. cross-section; b. histogram

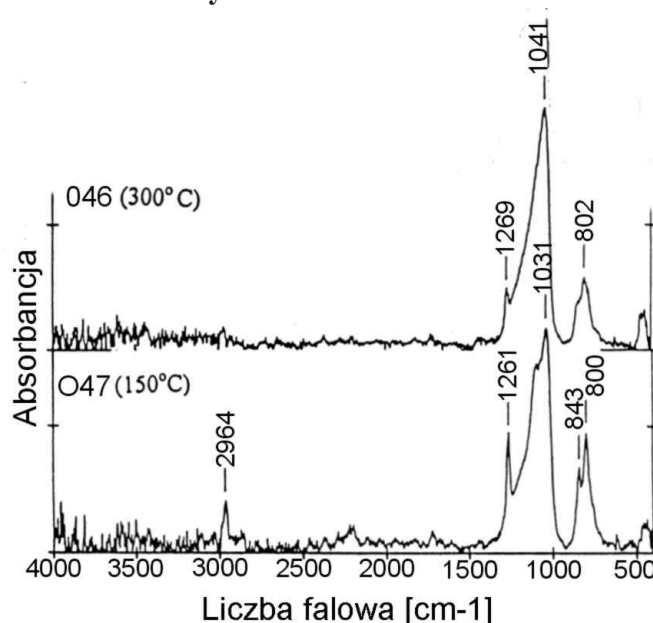


**Rys. 9. Próbka 046 – Rozkład siły poprzecznej: a) przekrój, b) histogram**  
Fig. 9. Sample 046 - Distribution of lateral force. a. cross-section; b. histogram

ny wartości siły poprzecznej  $F_l$  (**Rys. 9a**) zależą od zmian profilu topograficznego powierzchni próbki 046.

Otrzymane, przy pomocy mikroskopu sił atomowych, wyniki badań własności tarciovych ultracienkich powłok wytwarzanych techniką elektroplazmową (próbka 047 i 046) potwierdza analiza chemiczna przeprowadzona za pomocą spektrometru UDS Braga z mikrosondą elektronową firmy Cameca.

Widma FTIR powłok osadzonych z mieszaniny HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> (40%) przedstawiono na **Rys. 10**.



**Rys.10. Widmo FTIR powłok osadzanych z mieszaniny HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> (40%) w temperaturze 150°C (próbka 047) i 300°C (próbka 047)**

Fig. 10. FTIR spectrum of films deposited from mixture of HMDSO + Ar + NH<sub>3</sub> (40%) at temperature of 150 °C (sample 047) and of 300°C (sample 046)

Powłoki otrzymane przy temperaturze podłoża 150°C (próbka 047) zawierają nieznaczne ilości domieszek organicznych odpowiadających pasmom Si-CH<sub>3</sub> – 2964 cm<sup>-1</sup>, 1261 cm<sup>-1</sup> i 843 cm<sup>-1</sup> (**Rys. 10**). Intensywność tych pasm maleje wraz ze wzrostem temperatury osadzania powłoki. Powłoka 046, osadzana przy wyższej temperaturze (300°C), zawiera mniej substancji organicznych – o czym świadczy brak pasma o liczbie falowej 2964 cm<sup>-1</sup> oraz słabsze pasmo 1269 cm<sup>-1</sup> w widmie FTIR.

## PODSUMOWANIE

Temperatura osadzania powłok z mieszaniny HMDSO+Ar+NH<sub>3</sub> (40%) wpływa na zawartość substancji organicznych w powłoce, tym samym na uzyskiwane topografie badanych powierzchni i ich własności tarciove.

Powłoka osadzana przy temperaturze podłoża 150°C (próbka 047) zawiera substancje organiczne, które powodują niejednorodny rozkład własności tarciowych na badanej powierzchni. Powłoka osadzana przy temperaturze podłoża 300°C (próbka 046) zawiera bardzo mało substancji organicznych, charakteryzuje się jednorodnym rozkładem własności tarciowych na całej powierzchni.

## LITERATURA

1. Bushan B.: Handbook of Micro/Nanotribology, 2<sup>nd</sup> ed., CRC Press, Boca Raton 1998.
2. Misiak M., Rymuza Z., Rżanek-Boroch Z., Schmidt-Szałowski K., Janowska J.: The Effects of Deposition and Test Conditions on Nanomechanical Behaviour of Ultrathin Films Produced by PECVD Process at Atmospheric Pressure. 3<sup>rd</sup> International Colloquium Micro-Tribology'2001, Jastarnia 2001.
3. Rżanek-Boroch Z., Janowska J., Dudziński K., Schmidt-Szałowski K.: Thin Films of Silicon Compounds Deposited by Filamentary Barrier-Discharge. 15<sup>th</sup> International Symposium on Plasma Chemistry, vol. V, s. 1817–1822, Orleans, France 2001.
4. Schmidt-Szałowski K., Fabianowski W., Sentek J., Rżanek Boroch Z.: Powłoki nieorganiczne wytwarzane techniką elektropłazmową. Przemysł chemiczny 77/7, s. 253–257.
5. Janowska J.: Raport tematu – Badanie nanotarcia ultracienkich powłok, IMiF PW, Warszawa 2001.

**Recenzent:**  
**Ryszard MARCZAK**

## Summary

**Atomic Force Microscopes (AFM) are used mainly to study surface topography. AFM with the possibility to measure lateral force in the Laboratory of Microtribology of the Institute of Micromechanics and**

**Photonics of the Warsaw University of Technology enables during scanning the measurement of the lateral force between the tip of the cantilever and the tested surface. The lateral force is representative of the micro-scale friction.**

**The paper presents the results of the application of this microscope to study frictional properties of the ultrathin films deposited on silicon by electroplasma technique.**

**The films were deposited under various substrate's temperatures (sample 046 – 300°C, sample 047 – 150°C) to study the effect of temperature on the frictional properties of the films.**