

### III. CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH MÀNG

Phương pháp khảo sát hình thái bề mặt màng:  
kính hiển vi lực nguyên tử (AFM)

Phương pháp phân tích cấu trúc, thành phần, trạng thái liên kết hóa học của màng

Phổ điện tử Auger (AES)

Phổ quang – điện tử tia X (XPS)

Hoàn chỉnh khí

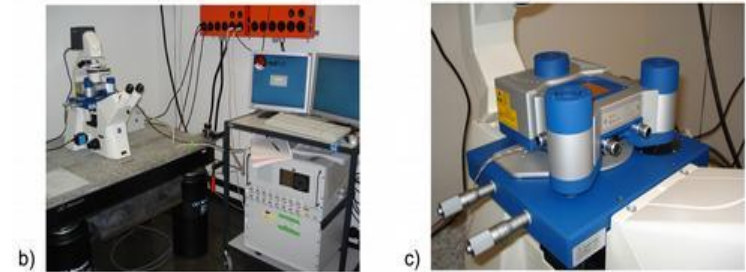
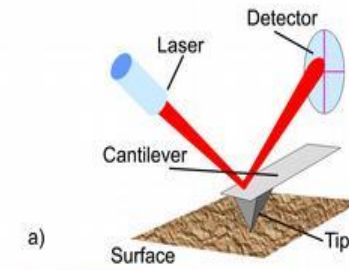
[www.mientay.vn.com](http://www.mientay.vn.com)

# KH O SÁT HÌNH THÁI B M T MÀNG

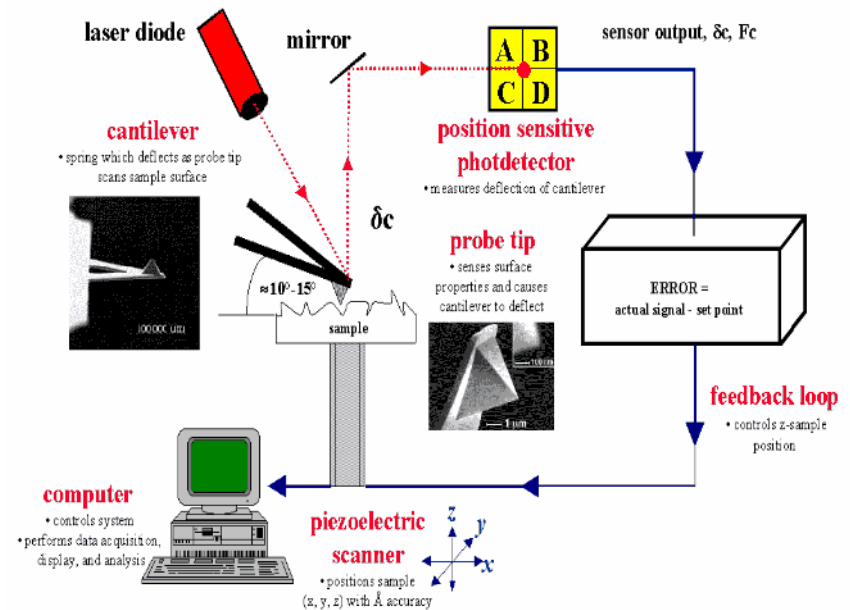
## **KÍNH HI N VI L C NGUYÊN T (AFM- Atomic Force Microscope)**

**Ch c n ng:** kh o sát c u trúc vi mô b m t c a v tr n d a trên nguyên t c xác nh l c t ng tác nguyên t gi a l u m i dò nh n v i b m t m u, có th quan sát phân gi i nm.

**C u t o:** g m 6 b ph n chính:  
 1 m i nh n g n v i c n quét  
 Ngu n laser  
 Ph n x g ng  
 Hai n a t m pin quang i n  
 (photodiode)  
 B quét áp i n



*Atomic Force Microscopy (AFM) :  
General Components and Their Functions*



# KÍNH HIỂN VI LẠC NGUYÊN TỬ (AFM- Atomic Force Microscope) (tt)

## Nguyên lý hoạt động:

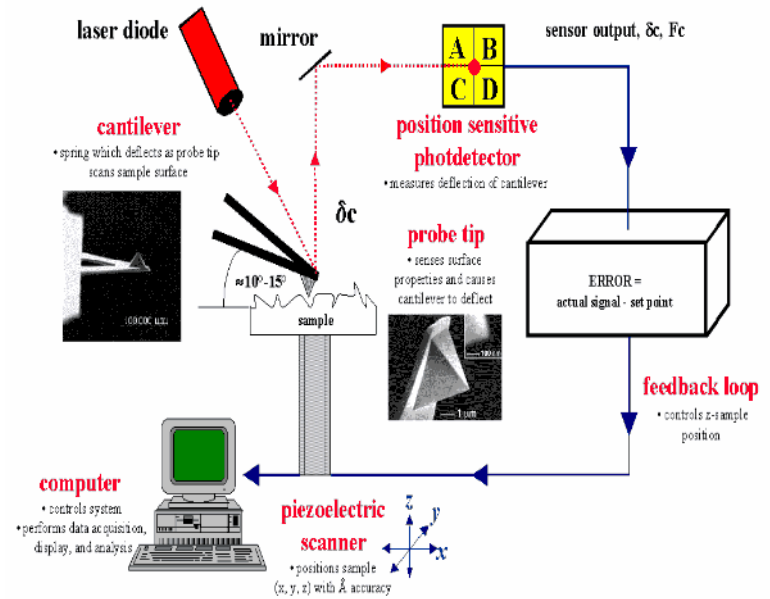
+ Khi làm việc quét gần bề mặt mẫu sử dụng lực tương tác Van der Waals giữa các nguyên tử làm thanh rung.

+ Dao động này của ghi lại hình ảnh tia laser chiếu vào bề mặt phản xạ của thanh rung.

+ Dao động này làm thay đổi góc lệch của tia laser và của detector thu lại.

+ Vị trí ghi lại của tia laser tác động trong quá trình thanh rung quét trên bề mặt sẽ cho hình ảnh cấu trúc bề mặt của mẫu vật

*Atomic Force Microscopy (AFM) :  
General Components and Their Functions*



g gh c a b m t

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y| dx$$

# KÍNH HIỂN VI LẠC NGUYÊN TỬ (AFM- Atomic Force Microscope) (tt)

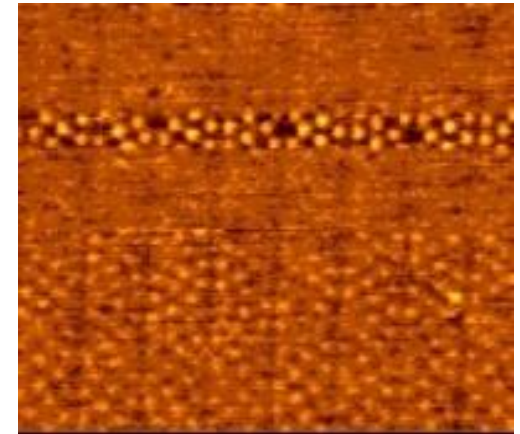
## Phân tích phổ :

Vì AFM hoạt động dựa trên vi cấu trúc tác động nên nó có một chế độ phân tích phổ, gọi là phổ lực AFM (*force spectroscopy*), là phổ phân bố lực theo không gian.

Các phổ này có thể cung cấp nhiều thông tin về cấu trúc nguyên tử của bề mặt cũng như các liên kết hóa học.

## Ưu điểm:

- Có thể quét vật liệu dẫn điện và không dẫn điện
- Có thể quét trong môi trường chân không, không đòi hỏi môi trường chân không cao
- Mẫu chuẩn bị đơn giản, cho thông tin về hình ảnh kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM)
- Cho hình ảnh khá rõ ràng về hình dạng bề mặt mẫu (không cần lắp bao phủ mẫu)



## Nhược điểm:

- Quét nhanh trên một diện tích hẹp (thường là  $150\mu\text{m}$ )
- Tốc độ ghi nhận chậm
- Đòi hỏi bề mặt mẫu sạch, và chằng rỗng.

# PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN HÓA HỌC, CẤU TRÚC, TRÌNH ĐỘ THÁI LIÊN KẾT HÓA HỌC CỦA MÀNG

## PHƯƠNG KỸ THUẬT AUGER (AES)

### Hiệu ứng Auger

Chiùm tia chùm điện tử (3-10 keV) bắn vào mẫu e- đi sâu bên trong nguyên tử (1) bắn ra.

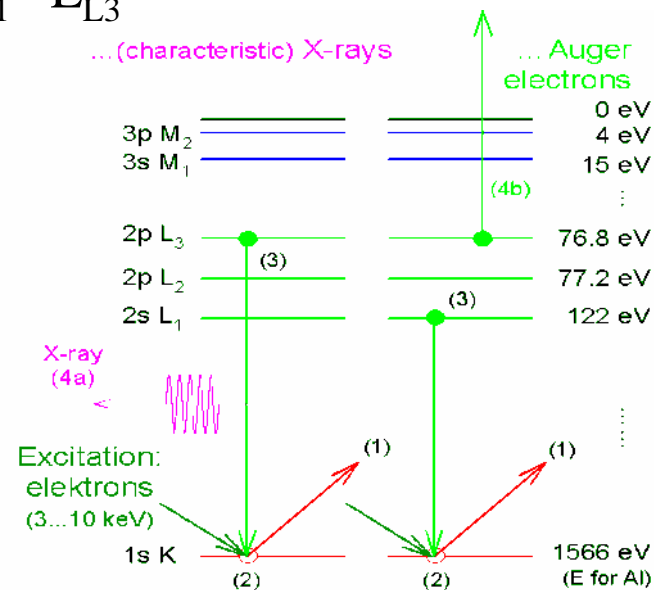
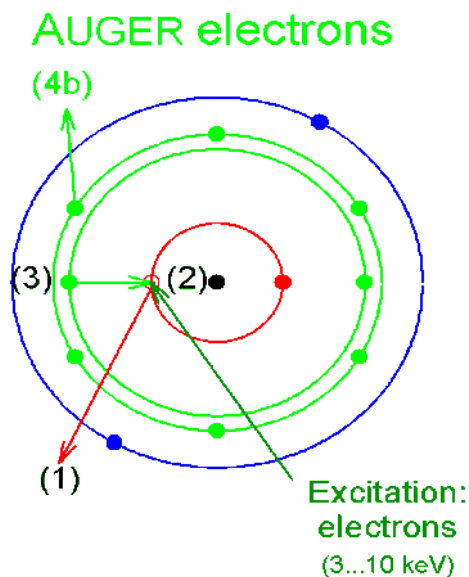
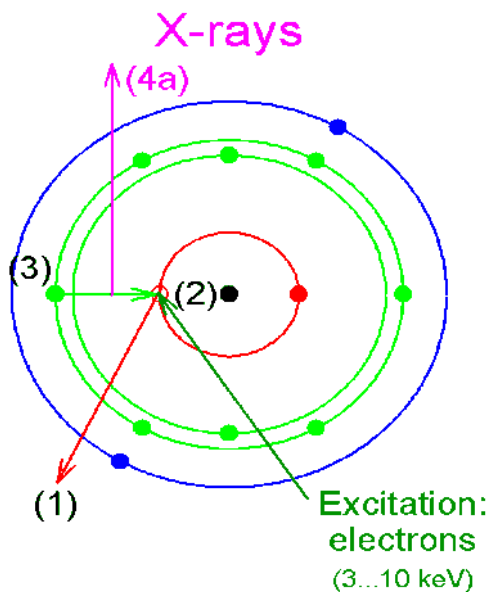
Lưu ý (2) số lượng các electron ngoài (3).

Điện tử đi chuyển nơi có năng lượng cao thì có năng lượng thặng dư:

+ phát ra bức xạ tia X (4a)

+ năng lượng thặng dư cho e- cùng phân lớp, năng lượng này thì e- này sẽ bắn ra khỏi nguyên tử gọi là Auger (4b)

$$E_{\text{Auger}} = E_K - E_{L1} - E_{L3}$$

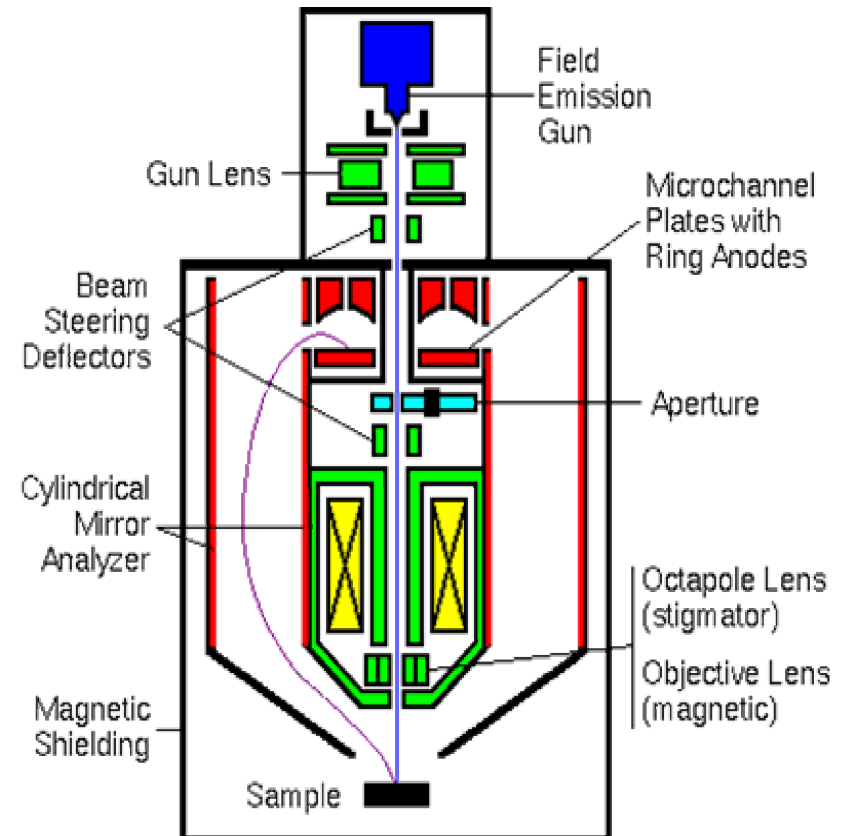


# PH K I N T AUGER (AES) (tt)



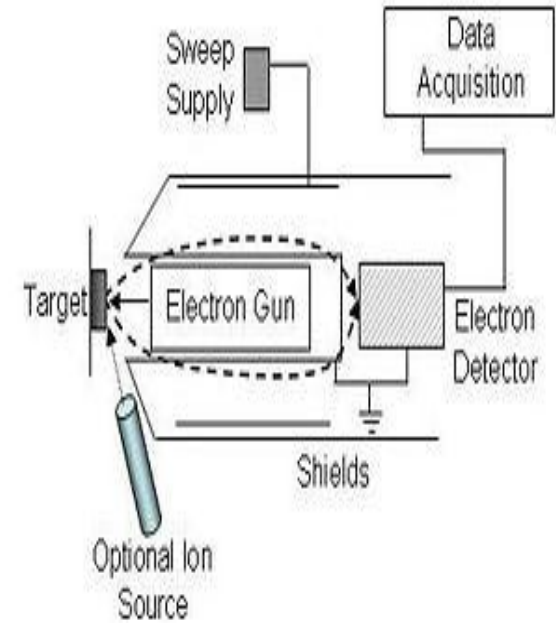
## C u t o

- \_ Bu ñg chân không cao UHV
- \_ Súng phóng i n t
- \_ Máy phân tích n ñng l ñng i n t : (CMA)
- \_ Detector i n t
- \_ B ã ph ñ thu nh ñn và phân tích đ ñ li u

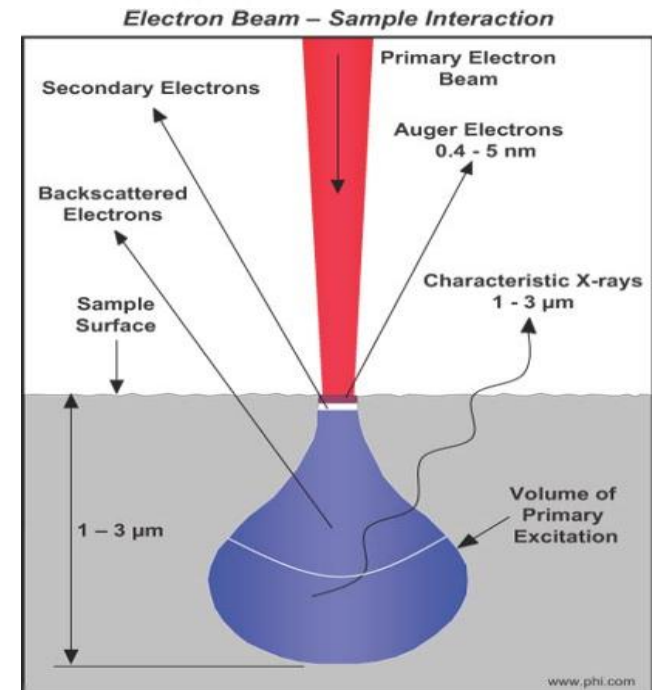
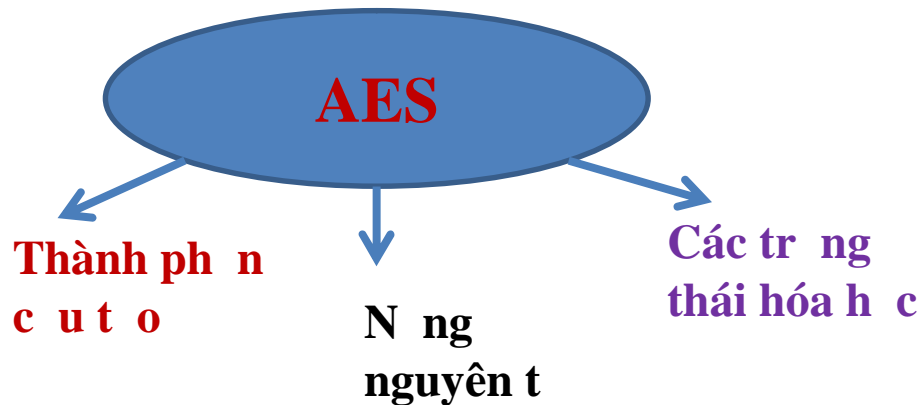


## Nguyên lý hoạt động:

Chùm electron (năng lượng 3-10 keV) kích thích các nguyên tử Auger và các nguyên tử Auger bề mặt kim loại mỏng (các nguyên tử mỏng kim loại khoảng 0.4-5nm). Các nguyên tử này sẽ phát xạ quang phổ xung quanh vùng năng lượng phía sau CMA. Sau đó thu nhận bằng detector electron, qua bộ phận khuếch đại tín hiệu, bộ phận xử lý tín hiệu in ra, cho kết quả là hàm năng lượng.



## Thông tin thu được từ AES





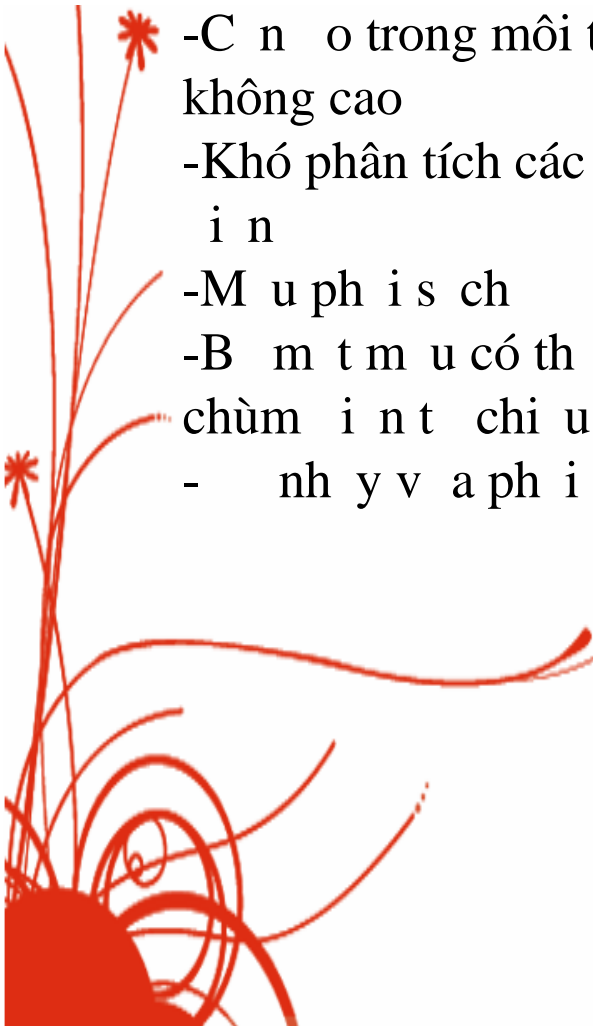
## PH K I N T AUGER (AES) (tt)

### Nh c i m:

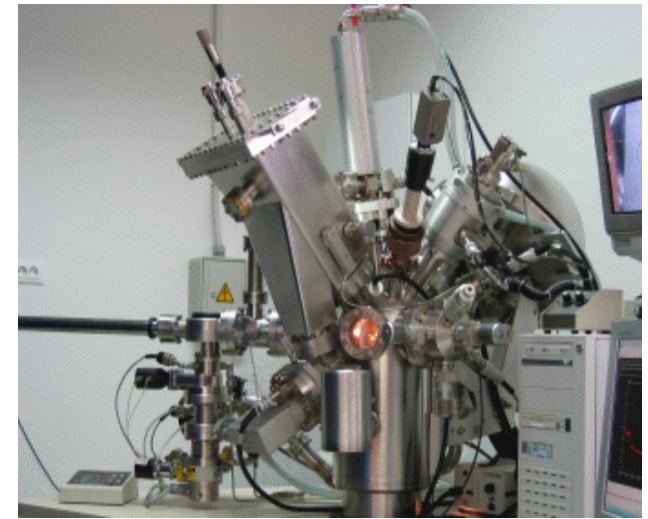
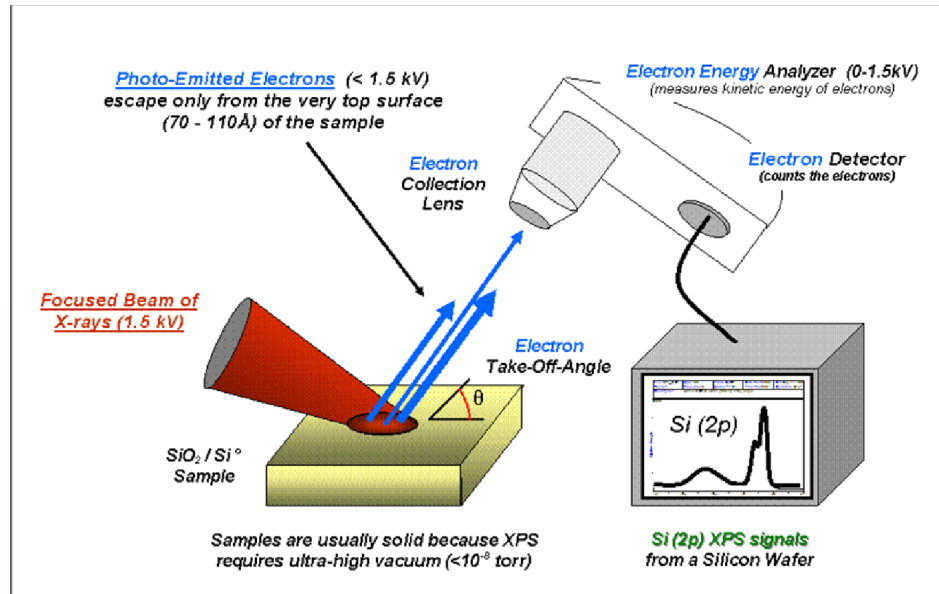
- C n o trong môi tr ng chân không cao
- Khó phân tích các v t li u cách i n
- M u ph i s ch
- B m t m u có th b h ng do chùm i n t chi u t i.
- nh y v a ph i

### u i m:

- \_ phân gi i không gian cao
- \_ Phân tích t ng i nhanh
- \_ Có th phân tích b m t và l p d i b m t c a m u
- \_ Nh y v i các nguyên t nh (Z 3)
- \_ Phân tích nh l ng t t
- \_ Cho các thông tin hóa h c giá tr ( s n mòn, oxi hóa..)



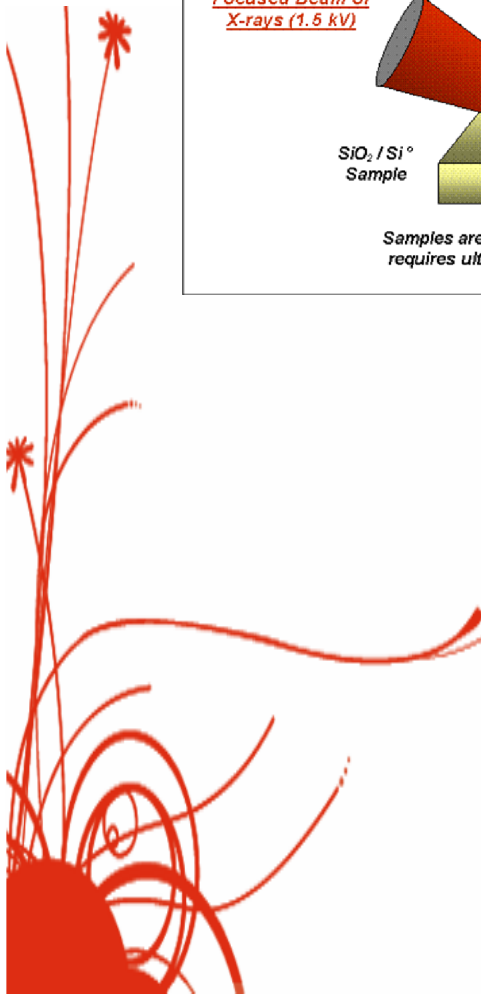
# PH K QUANG I NT TIA X (XPS)



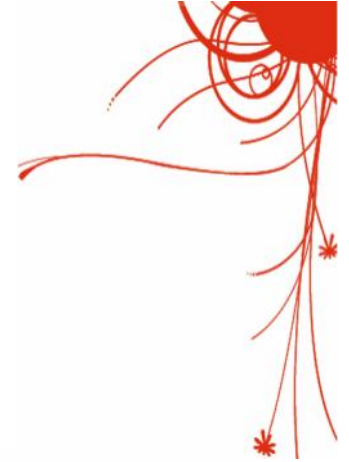
## Nguyên lý hoạt động:

Chùm tia X có năng lượng cỡ 1keV bắn lên màng mỏng các nguyên tố (trung bình độ dày khoảng  $30 \text{ \AA}$ ) kích thích thoát ra khỏi bề mặt màng.

Động năng của các nguyên tử thoát ra bằng năng lượng chúng nhận được liên kết của nguyên tử



# PHÂN TÍCH QUANG ĐIỆN TỬ TIA X (XPS) (tt)



**Phân tích ph** : □nh n c các nh (n i x y ra s thoát i n t )  
trong d i quét n ng l ng tia X.

Tr c hoành là n ng l ng liên k t (n ng l ng tia X c quét).

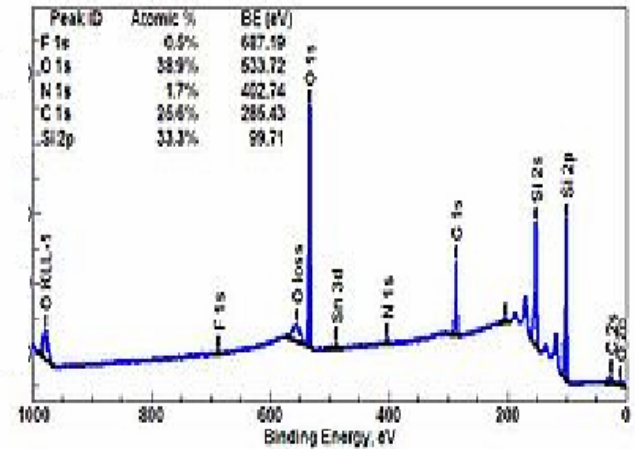
Tr c tung là c ng

## **Thông tin thu c:**

Phân tích c c u trúc i n t trong liên k t

□ thành ph n nguyên t

□ thông tin v các tr ng thái hóa h c



## **Yêu c u c a ph ng pháp:**

-Phân tích t t c các m u r n (tr ch t có áp su th h i t ng i cao)

- òi h i kh t khe v s ch b m t

- òi h i ti n hành trong chân không cao ho c chân không siêu cao (kho ng d i  $10^{-9}$  torr)

-Tr ng h p màng quá m ng : s d ng ph ng pháp gá m u nghiêng v i góc l n.

## H O NH Y KHÍ

**Cách nh y khí:** i v i màng nh y khí, c ch ho t ng d a vào s thay i i n tr c a màng. S thay i này ph thu c nhi u y u t nh : nhi t , s h p th oxi, khí d ò, s gi i h p...

### Quá trình dò khí c mô t nh sau:

-S h p th và khu ch tán nh ng ph n t khí trên b m t oxi bán d n, i u này ph thu c nhi t c a môi tr ng.

- Ph n ng c a các phân t khí d ò và các ph n t b h p th hóa h c trên b m t c m bi n.



## H O NH Y KHÍ (tt)

**nh y:** là t l c a i n tr c a màng o trong không khí v i i n tr trong môi tr ãng có khí dồ.

\_ i v i khí kh :  $R_a > R_g$  ( $R_a$  : i n tr c a màng khi ch a có khí dồ;  $R_g$  : i n tr khi có khí dồ), nên nh y khí c tính nh sau

$$S = \frac{R_a - R_g}{R_a}$$

\_ i v i khí oxi hóa:  $R_a < R_g$  nên nh y khí c tính nh sau

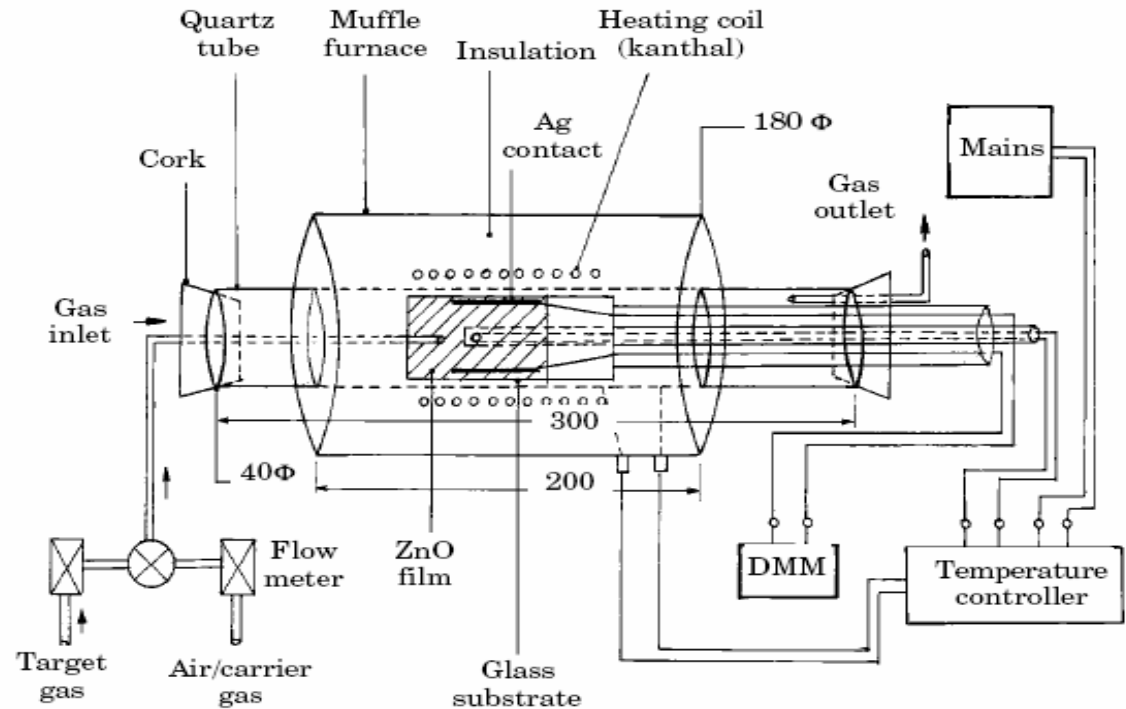
$$S = \frac{R_g - R_a}{R_a}$$



# H O NH Y KHÍ (tt)

## C u t o h o:

- B u n g o
- L u l n g k
- n g h o t r
- B i u c h n h và h i n t h
- n h i t c a m u
- B h i n t h n h i t c a
- t m I n o x
- P i p e t m i r c o
- B i n h c h a k h í c n d o
- C a b u n g
- Q u t h ú t



## C u t o b ê n t r o n g h o:

T m I n o x c n â n g n h i t

C p m i d o l y t i n h i u r a n g o à i

B p n â n g n h i t

u d o n h i t c a t â m b u n g

u d o n h i t c a t m I n o x



## H O NH Y KHÍ (tt)

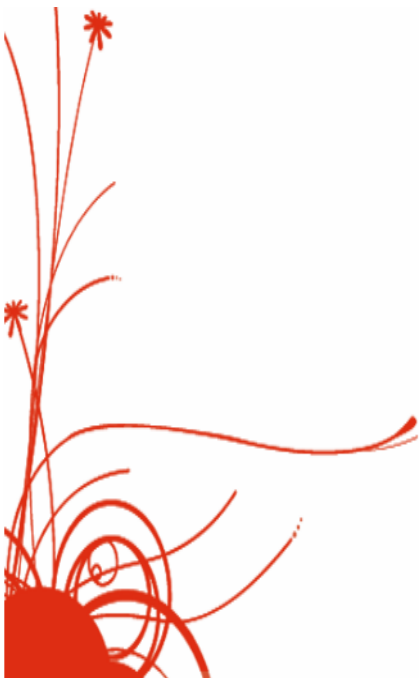
### Cách o:

- t m u ã ph i n c c lên b p sao cho m i dò ti p xúc t t v i các i n c c a m u . Ch n nhi t o thích h p. o i n tr trong không khí (ch a có khí dò) □ l y giá tr ban u R
- o i n tr khi có khí dò ( $R_x$ ), có th ch n theo l u l ng khí. L n l t l y các giá tr i n tr theo n ng là  $R_x$  (x:v n t c phun khí qua flow metter., r i tính nh y:

$$S = \frac{R_0 - R_x}{R_0}$$

Th tích khí dò tiêm vào ( $V_i$ ) c tính:

$$V_i (\mu l) = \frac{c(ppm) \cdot M \left( \frac{g}{mol} \right) \cdot 10^{-3}}{V_{k2} \left( \frac{l}{mol} \right) \cdot D \left( \frac{g}{cm^3} \right)}$$



## Phân tích ph :

Sensor characteristics to 1 vol% CH<sub>4</sub> in air

Operating Temperature	Sensitivity (S%)	Recovery Time (Minutes)
100°C	63.5	Incomplete in 30 minutes
150°C	70.1	Incomplete in 30 minutes
200°C	84.3	10 min (approx.)
250°C	72.2	3 min (approx.)
300°C	55.3	Less than 1 min

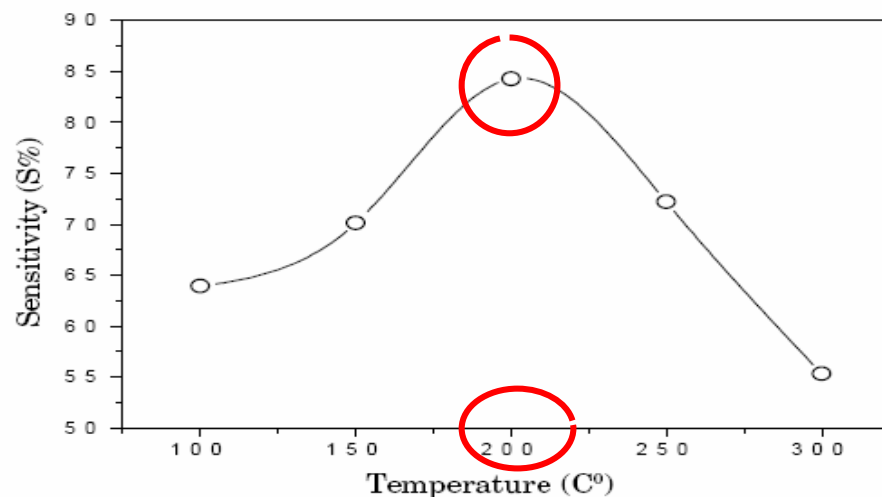


Fig. 3. Variation of sensitivity with temperature

Sensitivity variation as a function of ethanol concentration for ZnO:Al thin film as operated at 250°C.

