ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Конспект лекций

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	3
ГЛАВА 1. ТЕХНИКА СКАНИРУЮЩЕЙ	ЗОНДОВОЙ
МИКРОСКОПИИ (СЗМ)	4
1.1. Принципы работы сканирующих зондовых микрос	копов4
1.2. Сканирующие элементы зондовых микроскопов	5
1.3. Устройства для перемещений зонда и образца	
1.4. Защита зондовых микроскопов от внешних воздейс	ствий 15
ГЛАВА 2. ФОРМИРОВАНИЕ И ОБРАБОТ	ГКА СЗМ
ИЗОБРАЖЕНИИ	
2.1. Формирование изображения. Устранение искаже	ений в СЗМ
изображении	
2.2. Фильтрация СЗМ изображений	
2.3. Методы восстановления поверхности по ее СЗМ и	зображению
І ЛАВА 3. АТОМІНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ	
3.1. Оощие принципы раооты атомно-силового микрос	копа 27
5.2. Зондовые датчики атомно-силовых микроскопов	
1 ехнология изготовления зондовых датчиков АСМ	
3.4 Course and a course of the second seco	
3.5 Система изпорнения АСМ чим реботе изи	41
5.5. Система управления АСМ при работе кан	пилевера в
контактном режиме	
3.7. Апгозия в АСМ	
3.8 Проблемы с которыми сталкивается АСМ	
БИБПИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	

ВВЕДЕНИЕ

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) - один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. За последние 10 лет сканирующая зондовая микроскопия превратилась из экзотической методики, доступной лишь ограниченному числу исследовательских групп, в широко распространенный и успешно применяемый инструмент для исследования свойств поверхности. В настоящее время практически ни одно исследование в области физики поверхности и тонкопленочных технологий не обходится без применения методов СЗМ. Развитие сканирующей зондовой микроскопии послужило также основой для развития новых методов в нанотехнологии – технологии создания структур с нанометровыми масштабами.

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) – первый из семейства зондовых микроскопов - был изобретен в 1981 году швейцарскими учеными Гердом Биннигом и Генрихом Рорером. В своих работах они показали, что это достаточно простой и весьма эффективный способ исследования поверхности с пространственным разрешением вплоть до атомарного. Настоящее признание данная методика получила после визуализации атомарной структуры поверхности ряда материалов и, в частности, реконструированной поверхности кремния. В 1986 году за создание туннельного микроскопа Г. Биннигу и Г. Рореру была присуждена Нобелевская премия по физике.

Вслед за туннельным микроскопом в течение короткого времени были созданы атомно-силовой микроскоп (ACM), магнитно-силовой микроскоп (MCM), электросиловой микроскоп (ЭСМ), ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) и многие другие приборы, имеющие сходные принципы работы и называемые сканирующими зондовыми микроскопами. В настоящее время зондовая микроскопия - это бурно развивающаяся область техники и прикладных научных исследований.

ГЛАВА 1. ТЕХНИКА СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРО-СКОПИИ (СЗМ)

1.1. Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов

Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром P. Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость параметра P от расстояния зонд – образец P = P(z), то данный параметр может быть использован для организации системы обратной связи (OC), контролирующей расстояние между зондом и образцом. На рис. 1.1 схематично показан общий принцип организации обратной связи сканирующего зондового микроскопа.

Система обратной связи поддерживает значение параметра P постоянным, равным величине P_0 , задаваемой оператором. Если расстояние зонд – поверхность изменяется (например, увеличивается), то происходит изменение (увеличение) параметра P. В системе ОС формируется разностный сигнал, пропорциональный величине $\Delta P = P - P_0$, который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент ИЭ. Исполнительный элемент отрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или



Рис. 1.1

отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Таким образом можно поддерживать расстояние зонд-образец с высокой точностью. В существующих зондовых микроскопах точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины ~ 0.01 Å. При перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия P, обусловленное рельефом поверхности. Система ОС отрабатывает эти изменения, так что при перемещении зонда в

плоскости X,Y сигнал на исполнительном элементе оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Для получения C3M изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца. При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе, пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка), и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, и затем C3M изображение рельефа поверхности Z = f(x, y) строится с помощью средств компьютерной графики. Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и многие другие.

1.2. Сканирующие элементы зондовых микроскопов

В различных технических приложениях широкое распространение получили преобразователи из пьезокерамических материалов. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов изготавливаются из пьезоэлектриков – материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезокерамика представляет собой поляризованный поликристаллический материал, получаемый методами спекания порошков из кристаллических сегнетоэлектриков.

Для работы зондовых микроскопов необходимо контролировать рабочее расстояние зонд-образец и осуществлять перемещения зонда в плоскости образца с высокой точностью (на уровне долей ангстрема). Эта задача решается с помощью специальных манипуляторов - сканирующих элементов (сканеров). Пьезоэлектрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Уравнение обратного пьезоэффекта для кристаллов записывается в виде:

$$u_{ii} = d_{iik} E_k,$$

где u_{ij} – тензор деформаций, E_k – компоненты электрического поля, d_{ijk} – компоненты тензора пьезоэлектрических коэффициентов. Вид тензора пьезо-



Рис. 1.2

электрических коэффициентов определяется типом симметрии кристаллов.

Для пьезокерамик – отличными от нуля являются три коэффициента d_{33} , d_{31} , d_{15} , характеризующие продольные, поперечные (по отношению к вектору поляризации) и сдвиговые деформации.

Рассмотрим плоскую пластину из пьзокерамики (рис. 1.2) во внешнем поле. Пусть вектор поляризации P и вектор электрического поля E направлены вдоль оси X. Получим, что деформации пьезокерамики в направлении, параллельном полю, равна $u_{xx} = d_{\parallel} E_x$, а в перпендикулярном полю направлении $u_{rr} =$

$d \, {}_{\perp} E_{\mathrm{x}}$.

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьзоэлементы (рис. 1.3). Они позволяют получать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостен-



ные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между

Рис. 1.3

внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры. В этом случае продольная деформация под действием радиального электрического поля может быть записана в виде:

$$u_{xx} = \frac{\Delta x}{l_0} = d_\perp E_r,$$

где l_0 - длина трубки в недеформированном состоянии. Абсолютное удлинение пьезотрубки равно

$$\Delta x = d_{\perp} \frac{l_0}{h} V \,,$$

где h – толщина стенки пьезотрубки, V - разность потенциалов между внутренним и внешним электродами. Таким образом, при одном и том же напряжении V удлинение трубки будет тем больше, чем больше ее длина и чем меньше толщина ее стенки.

Соединение трех трубок в один узел (рис. 1.4) позволяет организовать прецизионные перемещения зонда микроскопа в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Такой сканирующий элемент называется триподом. Недостатками такого сканера являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции. На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии



Рис. 1.4

Рис. 1.5

наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и схема расположения электродов представлены на рис. 1.5. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации. Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом осуществляется сканирование в плоскости Х,Ү. Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси Z. Таким образом, можно реализовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы имеют часто более сложную конструкцию, однако принципы их работы остаются теми же самыми.

Широкое распространение получили также сканеры на основе биморфных пьзоэлементов. Биморф представляет собой две пластины пьезоэлектрика, склеенные между собой таким образом, что вектора поляризации в каждой из них направлены в противоположные стороны (рис. 1.6). Если подать напряжение на электроды биморфа, как показано на рис. 1.6, то одна из пластин будет



расширяться, а другая сжиматься, что приведет к изгибу всего элемента. В реальных конструкциях биморфных элементов создается разность потенциалов между внутренним общим и внешними электродами так, чтобы в одном элементе поле

Рис. 1.6

совпадало с направлением вектора поляризации, а в другом было направлено противоположно.

Изгиб биморфа под действием электрических полей положен в основу работы биморфных пьезосканеров. Объединяя три биморфных элемента в одной конструкции, можно реализовать трипод на биморфных элементах. Если внешние электроды биморфного элемента разделить на четыре сектора, то можно организовать движение зонда по оси Z и в плоскости X,Y на одном биморфном элементе (рис. 1.7).

Действительно, подавая противофазные напряжения на противоположные пары секций внешних электродов, можно изгибать биморф так, что зонд будет



Рис. 1.7

двигаться в плоскости Х, Y (рис. 1.7 (а, б)). А изменяя потенциал внутреннего электрода относительно всех секций внешних электродов, можно прогибать биморф, перемещая зонд в направлении Z (рис. 1.7 (в, г)).

Несмотря на ряд технологических преимуществ перед кристаллами, пьезокерамики обладают некоторыми недостатками, отрицательно влияющими на работу сканирующих элементов. Одним из таких недостатков является нелинейность пьезоэлектрических свойств. На

рис. 1.8 в качестве примера приведена зависимость величины смещения пьезотрубки в направлении Z от величины приложенного поля. В общем случае (особенно при больших управляющих полях) пьезокерамики характеризуются нелинейной зависимостью деформации от поля (или от управляющего напряжения).



Рис. 1.8

Таким образом, деформация пьезокерамики является сложной функцией внешнего электрического поля:

 $u_{ij} = u_{ij}(\vec{E}).$

Для малых управляющих полей данная зависимость может быть представлена в следующем виде:

$$u_{ij} = d_{ijk}E_k + \alpha_{ijkl}E_kE_l + \dots,$$

где d_{ijk} и α_{ijkl} - линейные и квадратичные модули пьезоэлектрического эффекта.

Типичные значения полей E^* , при которых начинают сказываться нелинейные эффекты, составляют порядка 100 В/мм. Поэтому для корректной работы сканирующих элементов обычно используются управляющие поля в области линейности керамики ($E < E^*$).

Другим недостатком пьезокерамики является так называемый крип (сгеер - ползучесть) – запаздывание реакции на изменение величины управляющего электрического поля. На рис. 1.9 схематично показаны временные диаграммы изменения управляющих полей и соответствующих смещений сканера по оси Z и в плоскости X,Y.

Крип приводит к тому, что в C3M изображениях наблюдаются геометрические искажения, связанные с этим эффектом. Особенно сильно крип сказывается при выводе сканера в заданную точку для проведения локальных измерений и на начальных этапах процесса сканирования.

Для уменьшения влияния крипа керамики применяются временные задержки в указанных процессах, позволяющие частично скомпенсировать запаздывание сканера.



Рис. 1.9

Еще одним недостатком пьезокерамик является неоднозначность зависимости удлинения от направления изменения электрического поля (гистерезис).

Это приводит к тому, что при одних и тех же управляющих напряжениях пьезокерамика оказывается в различных точках траектории в зависимости от направления движения (рис. 1.10). Для исключения искажений СЗМ изображений, обусловленных гистерезисом пьезокерамики, регистрацию информации

при сканировании образцов производят только на одной из ветвей зависимости $\Delta Z = f(V)$.



Рис. 1.10

1.3. Устройства для перемещений зонда и образца

Одной из важных технических проблем в сканирующей зондовой микроскопии является необходимость прецизионного перемещения зонда и образца с целью образования рабочего промежутка микроскопа и выбора исследуемого участка поверхности. Для решения этой проблемы применяются различные типы устройств, осуществляющих перемещения объектов с высокой точностью. Широкое распространение получили различные механические редукторы, в которых грубому перемещению исходного движителя соответствует тонкое перемещение смещаемого объекта. Способы редукции перемещений могут быть различными. Широко применяются рычажные устройства, в которых редукция величины перемещения осуществляется за счет разницы длины плеч рычагов. Схема рычажного редуктора приведена на рис. 1.11.

Механический рычаг позволяет получать редукцию перемещения с коэффициентом

$$R = \frac{\Delta L}{\Delta l} = \frac{L}{l}$$

Таким образом, чем больше отношение плеча L к плечу l, тем более точно можно контролировать процесс сближения зонда и образца.

Также в конструкциях микроскопов широко используются механические редукторы, в которых редукция перемещений достигается за счет разницы коэффициентов жесткости двух последовательно соединенных упругих элементов (рис. 1.12). Конструкция состоит из жесткого основания, пружины и упругой балки. Жесткости пружины *k* и упругой балки *K* подбирают таким образом, чтобы выполнялось условие: *k* < *K*.







Из условия равновесия следует, что

$$F_{ynp} = k \cdot \Delta l = K \cdot \Delta L$$

где Δl и ΔL - смещения пружины и упругой балки. В этом случае коэффициент редукции равен отношению коэффициентов жесткости упругих элементов:

$$R = \frac{\Delta l}{\Delta L} = \frac{K}{k}$$

Таким образом, чем больше отношение жесткости балки к жесткости пружины, тем точнее можно контролировать смещение рабочего элемента микроскопа.

При подводе по оси Z, используются устройства автоматизированного подвода зонда к образцу (захват обратной связи). Диапазон перемещений сканера по оси Z составляет обычно несколько мкм, поэтому перед началом сканирования необходимо приблизить зонд к образцу на данное расстояние. Для этого, например, можно использовать механизм подвода, изображенный на рис. 1.13. При подаче электрических импульсов на шаговый двигатель 1 вращается винт 2 и перемещается планка 3 на которой расположен зондовый датчик

4. При этом зондовый датчик движется относительно поверхности образца 5, который установлен на сканирующем элементе 6. После каждого шага механизм подвода останавливается и включается система обратной связи, после чего сканер плавно поднимает образец и одновременно анализируется взаимодействие зонда с образцом. При отсутствии взаимодействия делается следующий шаг и т.д. Если во время вытягивания сканера вверх возникнет ненулевой сигнал, система обратной связи остановит движение сканера и зафиксирует на заданном уровне величину взаимодействия.



Рис. 1.13

Шаговые электродвигатели

Шаговые электродвигатели (ШЭД) представляют собой электромеханические устройства, которые преобразуют электрические импульсы в дискретные механические перемещения (дискретное вращение ротора). Важным преимуществом шаговых электродвигателей является то, что они обеспечивают однозначную зависимость положения ротора от входных импульсов тока, так что угол поворота ротора определяется числом управляющих импульсов. В ШЭД вращающий момент создается магнитными потоками, создаваемыми полюсами статора и ротора, которые соответствующим образом ориентированы друг относительно друга. Статор изготавливается из материала с высокой магнитной проницаемостью и имеет несколько полюсов. Для уменьшения потерь на вихревые токи магнитопроводы собраны из отдельных пластин, подобно сердечнику трансформатора. Вращающий момент пропорционален величине магнитного поля, которая определяется током в обмотках и количеством витков. Если одна из обмоток шагового электродвигателя запитана, то ротор принимает определенное положение. Выключая ток в данной обмотке и включая ток в другой, можно перевести ротор в следующее положение и т.д. Таким образом, управляя током обмоток, можно осуществлять вращение ротора ШЭД в шаговом режиме. Он будет находиться в этом положении до тех пор, пока внешний приложенный момент не превысит некоторого значения, называемого моментом удержания. После этого ротор повернется и будет стараться принять одно из следующих положений равновесия.

Наиболее простую конструкцию имеют двигатели с постоянными магнитами. Они состоят из статора, который имеет обмотки, и ротора, содержащего постоянные магниты. На рис. 1.14 представлена упрощенная конструкция шагового электродвигателя. Чередующиеся полюса ротора имеют прямолинейную форму и расположены параллельно оси двигателя. Показанный на рисунке двигатель имеет 3 пары полюсов ротора и 2 пары полюсов статора. Двигатель имеет 2 независимые обмотки, каждая из которых намотана на два противоположные полюса статора.



Рис. 1.14

Показанный на рис. 1.14 двигатель имеет величину шага 30 град. При включении тока в одной из обмоток ротор стремится занять такое положение, при котором разноименные полюса ротора и статора находятся друг напротив друга. Для осуществления непрерывного вращения нужно включать обмотки попеременно.

На практике применяются шаговые электродвигатели, имеющие более сложную конструкцию и обеспечивающие от 100 до 400 шагов на один оборот ротора (угол шага 3.6 – 0.9 град.). Если такой двигатель работает в паре с резьбовым соединением, то при шаге резьбы порядка 0.1 мм обеспечивается точность позиционирования объекта порядка 0.25 - 1 мкм. Для увеличения точности применяются дополнительные механические редукторы. Возможность электрического управления позволяет эффективно использовать ШЭД в автоматизированных системах сближения зонда и образца сканирующих зондовых микроскопов.

Шаговые пьезодвигатели

Требования хорошей изоляции приборов от внешних вибраций и необходимость работы зондовых микроскопов в условиях вакуума накладывают серьезные ограничения на применение чисто механических устройств для перемещений зонда и образца. В связи с этим широкое распространение в зондовых микроскопах получили устройства на основе пьезоэлектрических преобразователей, позволяющих осуществлять дистанционное управление перемещением объектов.

Одна из конструкций шагового инерционного пьезодвигателя приведена на рис. 1.15. Данное устройство содержит основание (1), на котором закреплена



Рис. 1.15



Рис. 1.16

пьезоэлектрическая трубка (2). Трубка имеет электроды (3) на внешней и внутренней поверхностях. На конце трубки укреплена разрезная пружина (4), представляющая собой цилиндр с отдельными пружинящими лепестками. В пружине установлен держатель объекта (5) - достаточно массивный цилиндр с полированной поверхностью. Перемещаемый объект может крепиться к держателю с помощью пружины или накидной гайки, что позволяет устройству работать при любой ориентации в пространстве.

Устройство работает следующим образом. Для перемещения держателя объекта в направлении оси Z к электродам пьезотрубки прикладывается импульсное напряжение пилообразной формы. Характерная форма импульса управляющего напряжения приведена на рис. 1.16.

На пологом фронте пилообразного напряжения трубка плавно удлиняется или сжимается в зависимости от полярности напряжения, и ее конец вместе с пружиной и

держателем объекта смещается на расстояние

$$\Delta l = d_{31} \frac{l}{h} U \,.$$

В момент сброса пилообразного напряжения трубка возвращается в исходное положение с ускорением *a*, имеющим вначале максимальную величину:

$$a = \Delta l \omega^2$$
,

14

где ω - резонансная частота продольных колебаний трубки. Держатель объекта, в силу своей инерционности, проскальзывает относительно разрезной пружины при выполнении условия

$$F_{mp} < ma_{,}$$

где m - масса держателя объекта, F_{mp} - сила трения между держателем объекта и разрезной пружиной. В результате держатель объекта перемещается на некоторый шаг $K \Delta l$ относительно исходного положения. Коэффициент K определяется соотношением масс деталей конструкции и жесткостью разрезной пружины. При смене полярности импульсов управляющего напряжения происходит изменение направления движения объекта. Таким образом, подавая пилообразные напряжения различной полярности на электроды пьезотрубки, можно перемещать объект в пространстве и производить сближение зонда и образца в сканирующем зондовом микроскопе.

1.4. Защита зондовых микроскопов от внешних воздействий

Любая конструкция сканирующего зондового микроскопа представляет собой колебательную систему, имеющую целый набор собственных резонансных частот ω_k . Внешние механические воздействия на частотах, совпадающих с ω_k , вызывают явления резонанса в конструкции измерительных головок, что приводит к колебаниям зонда относительно образца и воспринимается как паразитный периодический шум, искажающий и размывающий СЗМ изображения поверхности образцов. С целью уменьшения влияния внешних вибраций измерительные головки изготавливают из массивных металлических деталей, имеющих высокие (более 100 кГц) частоты. Наименьшими резонансными частотами обладают сканирующие элементы зондовых микроскопов.

Для защиты приборов от внешних вибраций применяются различные типы виброизолирующих систем. Условно виброизолирующие системы можно разделить на пассивные и активные. Основная идея, заложенная в пассивные виброизолирующие системы, заключается в следующем. Амплитуда вынужденных колебаний механической системы быстро спадает при увеличении разницы между частотой возбуждающей силы и собственной резонансной частотой системы (типичная амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) колебательной системы приведена на рис. 1.17).

Поэтому внешние воздействия с частотами $\omega_B >> \omega_0$ практически не оказывают заметного влияния на колебательную систему. Следовательно, если поместить измерительную головку зондового микроскопа на виброизолирующую платформу или на упругий подвес, то на корпус микроскопа пройдут лишь внешние колебания с частотами, близкими к резонансной частоте виброизолирующей системы. Поскольку собственные частоты головок СЗМ составляют 10 - 100 кГц, то, выбирая резонансную частоту виброизолирующей системы достаточно низкой (порядка 5 - 10 Гц), можно весьма эффективно защитить прибор от внешних вибраций.

С целью гашения колебаний на собственных резонансных частотах в виб-



роизолирующие системы вводят диссипативные элементы с вязким трением.

Таким образом, для обеспечения эффективной защиты необходимо, чтобы резонансная частота виброизолирующей системы была как можно меньше. Однако на практике реализовать очень низкие частоты трудно. Для пружинных

платформ и упругих подвесов резонансная частота равна

$$\omega_{0}=\sqrt{\frac{k}{m}}\,,$$

где k – жесткость пружины (или упругого подвеса), m - масса виброизолирующей платформы вместе с СЗМ головкой. Оценим параметры виброизолирующей системы, обеспечивающей подавление высокочастотных вибраций. Из условия равновесия следует, что

$$mg = k\Delta l$$
,

где Δl - удлинение (или сжатие) упругого элемента, *g* - ускорение свободного падения. Тогда для величины удлинения получаем:

$$\Delta l = \frac{gm}{k} = \frac{g}{\omega_p^2} = \frac{g}{(2\pi\nu)^2} \cong 0.25 \cdot \frac{M(\Gamma \mu)^2}{\nu^2}.$$

Таким образом, для реализации частоты 10 Гц сжатие упругого элемента должно составлять всего 2,5 мм. Такое сжатие достаточно легко осуществляется на практике с помощью стопки металлических пластин с резиновыми прокладками, что значительно снижает габариты виброизолирующей системы.

Для защиты головок C3M успешно применяются также активные системы подавления внешних вибраций. Такие устройства представляют собой электромеханические системы с отрицательной обратной связью, которая обеспечивает стабильное положение виброизолирующей платформы в пространстве (рис. 1.18).



Рис. 1.18

Принцип работы активных систем можно рассмотреть на следующем простом примере. На платформе располагается датчик вибраций (акселерометр) – устройство, реагирующее на ускорение, испытываемое платформой. Сигнал с датчика поступает в систему обратной связи (СОС), где он усиливается и в противофазе подается на пьезоэлектрические опоры, которые, смещаясь в противоположную сторону, гасят ускорение, испытываемое платформой. Это так называемое пропорциональное регулирование. Действительно, пусть под действием внешней силы платформа колеблется на частоте ω , так что ее смещение

$$u = u_0 Sin(\omega t)$$

Тогда ускорение, испытываемое платформой, будет равно

$$\ddot{u} = -\omega^2 u_0 Sin(\omega t).$$

Система обратной связи в этом случае подает на опоры противофазный сигнал, в результате чего смещение платформы будет представлять собой суперпозицию двух смещений:

$$u = u_0 Sin(\omega t) - aSin(\omega t) = (u_0 - a)Sin(\omega t).$$

При этом система обратной связи будет увеличивать амплитуду сигнала *а* до тех пор, пока не станет равным нулю ускорение платформы:

$$\ddot{u} = -\omega^2 (u_0 - a) Sin(\omega t).$$

В случае негармонических вибраций u = u(t) сигнал с акселерометра два раза интегрируется аппаратными средствами и в противофазе подается на пьезоэлектрические опоры, так что амплитуда колебаний платформы стремится к нулю:

$$u = u(t) - \alpha \iint \ddot{u}(t) dt \implies 0.$$

Особенностью акустических шумов является то, что акустические волны непосредственно воздействуют на элементы конструкции головок СЗМ, что приводит к колебаниям зонда относительно поверхности исследуемого образца. Для защиты СЗМ от акустических шумов применяются различные защитные колпаки, позволяющие существенно снизить уровень акустической помехи в области рабочего промежутка микроскопа. Наиболее эффективной защитой от акустических шумов является размещение измерительной головки зондового микроскопа в вакуумной камере.

Одной из важных проблем C3M является задача стабилизации положения зонда над поверхностью исследуемого образца. Главным источником нестабильности положения зонда является изменение температуры окружающей среды или разогрев элементов конструкции зондового микроскопа во время его работы.

Абсолютное удлинение элементов конструкции микроскопа может быть оценено исходя из следующих соотношений:

$$u = \frac{\Delta l}{l_0} = \alpha \cdot \Delta T,$$
$$\Delta l = l_0 \alpha \cdot \Delta T.$$

Типичные значения коэффициентов расширения материалов составляют $10^{-5} - 10^{-6}$ град⁻¹. Таким образом, при нагреве тела длиной 10 см на 1°С его длина увеличивается на величину порядка 1 мкм. Такие деформации весьма существенно влияют на работу зондовых микроскопов. Для уменьшения термодрейфа применяют термостатирование измерительных головок СЗМ или вводят в конструкцию головок термокомпенсирующие элементы. Идея термокомпенсации заключается в следующем. Любую конструкцию СЗМ можно представить в виде набора элементов с различными коэффициентами теплового расширения.

Для компенсации термодрейфа в конструкцию измерительных головок СЗМ вводят компенсирующие элементы, имеющие различные коэффициенты расширения, так, чтобы выполнялось условие равенства нулю суммы температурных расширений в различных плечах конструкции:

$$\Delta L = \sum_{i} \Delta l_{i} = \Delta T \sum_{i} \alpha_{i} l_{i} \Longrightarrow 0 .$$

Наиболее простым способом уменьшения термодрейфа положения зонда по оси Z является введение в конструкцию C3M компенсирующих элементов из того же материала и с теми же характерными размерами, что и основные элементы конструкции. При изменении температуры такой конструкции смещение зонда в направлении Z будет минимальным. Для стабилизации положения зонда в плоскости X, Y измерительные головки микроскопов изготавливаются в виде аксиально-симметричных конструкций.

ГЛАВА 2. ФОРМИРОВАНИЕ И ОБРАБОТКА СЗМ ИЗОБРАЖЕ-НИЙ

2.1. Формирование изображения. Устранение искажений в СЗМ изображении

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), затем переходит на следующую строку (кадровая развертка). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра - двумерного массива целых чисел a_{ij} (матрицы). Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов *ij* соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилась запись информации:

$$x_i = x_0 \cdot i \qquad y_j = y_0 \cdot j$$

Здесь x_0 и y_0 – расстояния между соседними точками вдоль оси X и Y, в которых производилась запись информации. Как правило, C3M кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер 2ⁿ (256х256 или 512х512 элементов). Визуализация C3M кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При 3D визуализации изображение поверхности Z = f(x,y), соответствующей C3M данным, строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности.

Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью. При этом удается подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D C3M изображений. При 2D визуализации каждой точке поверхности Z = f(x,y) ставится в соответствие цвет. Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности. Локальные C3M измерения, как правило, сопряжены с регистрацией зависимостей исследуемых величин от различных параметров. Например, это зависимости величины электрического тока через контакт зонд-поверхность от приложенного напряжения, зависимости различных параметров силового взаимодействия зонда и поверхно-

сти от расстояния зонд-образец и др. Данная информация хранится в виде векторных массивов или в виде матриц размерностью 2xN. Для их визуализации в программном обеспечении микроскопов предусматривается набор стандартных средств изображения графиков функций.

C3M изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности.

Вычитание постоянной составляющей СЗМ изображения, как правило, содержат постоянную составляющую, которая не несет полезной информации о рельефе поверхности, а отражает точность подвода образца в середину динамического диапазона перемещений сканера по оси Z. Постоянная составляющая удаляется из СЗМ кадра программным способом, так что новые значения высот рельефа в кадре равны.

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \overline{Z}$$
, где $\overline{Z} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij}$

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено несколькими причинами. Во-первых, наклон может появляться вследствие неточной установки образца относительно зонда; во-вторых, он может быть связан с температурным дрейфом, который приводит к смещению зонда относительно образца; в-третьих, он может быть обусловлен нелинейностью перемещений пьезосканера. На отображение наклона тратится большой объем полезного пространства в СЗМ кадре, так что становятся не видны мелкие детали изображения. Для устранения данного недостатка производят операцию вычитания постоянного наклона. Для этого на первом этапе методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая плоскость $P^{(1)}(x,y)$, имеющая минимальные отклонения от рельефа поверхности Z = f(x,y). Затем производится вычитание данной плоскости из СЗМ изображения. Вычитание целесообразно выполнять различными способами в зависимости от природы наклона. Если наклон в СЗМ изображении обусловлен наклоном образца относительно оси зонда, то целесообразно произвести поворот плоскости на угол, соответствующий углу между нормалью к плоскости *n* и осью Z; при этом координаты поверхности Z = f(x, y)преобразуются в соответствии с преобразованиями пространственного поворота. Однако при данном преобразовании возможно получение изображения поверхности в виде многозначной функции Z = f(x, y). Если наклон обусловлен термодрейфом, то процедура вычитания наклона сводится к вычитанию Z - координат плоскости из Z - координат СЗМ изображения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P_{ij}^{(1)}$$

Это позволяет сохранить правильные геометрические соотношения в плоскости *X*, *Y* между объектами в СЗМ изображении.

В результате получается массив с меньшим диапазоном значений, и мелкие детали изображения будут отображаться большим количеством цветов, становясь более заметными.

Неидеальность свойств пьезосканера приводит к тому, что СЗМ изображение содержит ряд специфических искажений. Частично неидеальности сканера, такие как неравноправность прямого и обратного хода сканера (гистерезис), крип и нелинейность пьезокерамики компенсируются аппаратными средствами и выбором оптимальных режимов сканирования. Однако, несмотря на это, СЗМ изображения содержат искажения, которые трудно устранить на аппаратном уровне. В частности, поскольку движение сканера в плоскости образца влияет на положение зонда над поверхностью (по оси *Z*), СЗМ изображения представляют собой суперпозицию реального рельефа и некоторой поверхности второго (а часто и более высокого) порядка.

Для устранения искажений, связанных с неидеальностью сканера, методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая поверхность второго порядка $P^{(2)}(x,y)$, имеющая минимальные отклонения от исходной функции Z = f(x,y), и затем данная поверхность вычитается из исходного C3M изображения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P_{ij}^{(2)}.$$

Еще один тип искажений связан с нелинейностью и неортогональностью перемещений сканера в плоскости *X*, *Y*. Это приводит к искажению геометрических пропорций в различных частях СЗМ изображения поверхности. Для устранения таких искажений производят процедуру коррекции СЗМ изображений с помощью файла коэффициентов коррекции, который создается при сканировании конкретным сканером тестовых структур с хорошо известным рельефом.

2.2. Фильтрация СЗМ изображений

Шумы аппаратуры (в основном, это шумы высокочувствительных входных усилителей), нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений могут быть удалены программными средствами.

Хорошие результаты при удалении высокочастотных случайных помех в C3M кадрах дает медианная фильтрация. Это нелинейный метод обработки изображений, суть которого можно пояснить следующим образом. Выбирается рабочее окно фильтра, состоящее из nxn точек (для определенности возьмем окно 3x3, т.е. содержащее 9 точек (рис. 2.1)).

В процессе фильтрации это окно перемещается по кадру от точки к точке, и производится следующая процедура. Значения амплитуды СЗМ изображения в точках данного окна выстраиваются по возрастанию, и значение, стоящее в центре отсортированного ряда, заносится в центральную точку окна. Затем окно сдвигается в следующую точку, и процедура сортировки повторяется. Таким образом, мощные случайные выбросы и провалы при такой сортировке всегда оказываются на краю сортируемого массива и не войдут в итоговое (отфильтрованное) изображение. Заметим, что при такой обработке по краям кадра остаются нефильтрованные области, которые отбрасываются в конечном изображении.



Рис. 2.1

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе происходит таким образом, что частота регистрации информации в строке сильно (по крайней мере, в 100 раз) отличается от частоты регистрации строк. Это приводит к тому, что высокочастотные шумы содержатся, в основном, в строках СЗМ изображения, а низкочастотные шумы изменяют положение строк относительно друг друга.

Кроме того, часто во время сканирования изменяется расстояние зондобразец вследствие микродвижений в элементах конструкции измерительной головки микроскопа или вследствие изменения состояния рабочей части зонда (например, захвата кончиком зонда микрочастицы с поверхности и др.). Это приводит к тому, что на СЗМ изображении появляются ступеньки, параллельные направлению сканирования, связанные со смещением одной части СЗМ кадра относительно другой.

Избавиться от таких дефектов C3M изображений можно с помощью процедуры усреднения по строкам. В каждой строке сканирования находится среднее значение рельефа:

$$\overline{Z}_{j} = \frac{1}{N} \sum_{i} Z_{ij}$$

А затем из значений в каждой строке кадра вычитаются соответствующие средние значения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \overline{Z}_j,$$

так что в новом кадре в каждой строке среднее будет равно нулю. Это приводит к тому, что ступеньки, связанные с резкими изменениями среднего значения в строках, будут удалены из кадра.

Одним из мощных методов коррекции СЗМ изображений является спектральная фильтрация на основе преобразований Фурье (Фурье-фильтрация). Как известно, любая функция может быть представлена в виде интеграла Фурье. В случае СЗМ кадра преобразование Фурье производится над дискретными величинами. Фурье - образ поверхности можно получить по следующим формулам (через v обозначена мнимая единица):

$$F_{\alpha\beta} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij} \exp\left[2\pi \nu \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N}\right)\right].$$

Соответственно обратное преобразование Фурье:

$$Z_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \exp\left[-2\pi\nu(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N})\right].$$

При Фурье-фильтрации производятся преобразования над пространственным спектром поверхности. Преобразованный Фурье-образ поверхности можно записать в виде:

$$F_{\alpha\beta}^{'}=F_{\alpha\beta}\cdot H_{\alpha\beta}$$

где $H_{\alpha\beta}$ представляет собой спектральную функцию применяемого фильтра. Тогда отфильтрованное изображение получается в результате обратного преобразования Фурье для обработанного спектра поверхности:

$$Z'_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta} \exp\left[-2\pi\nu\left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N}\right)\right]$$

Для фильтров низких частот спектральные функции фильтров определяются в виде

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 1 \quad \text{для} \quad \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 0 \quad \text{для} \quad \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases} \qquad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 1 \quad \text{для} \quad |\alpha| \leq A; \quad |\beta| \leq A \\ 0 \quad \text{для} \quad |\alpha| > A; \quad |\beta| > A \end{cases}$$

где величины R и A представляют собой соответственно радиус кругового и размер квадратного окна функции фильтра. По аналогии для фильтра высоких частот имеем:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 0 \quad \text{для} \quad \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 1 \quad \text{для} \quad \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases} \qquad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 0 \quad \text{для} \quad |\alpha| \leq A; \quad |\beta| \leq A \\ 1 \quad \text{для} \quad |\alpha| > A; \quad |\beta| > A \end{cases}$$

На основе Фурье-образа можно рассчитать ряд полезных характеристик поверхности. В частности, спектральная плотность мощности представляется в виде

$$S_{\alpha\beta} = \left| F_{\alpha\beta} \right|^2 = F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^*$$

2.3. Методы восстановления поверхности по ее СЗМ изображению

Одним из недостатков, присущих всем методам сканирующей зондовой микроскопии, является конечный размер рабочей части используемых зондов. Это приводит к существенному ухудшению пространственного разрешения

микроскопов и значительным искажениям в СЗМ изображениях при сканировании поверхностей с неровностями рельефа, сравнимыми с характерными размерами рабочей части зонда.

Фактически получаемое в СЗМ изображение является "сверткой" зонда и исследуемой поверхности. Процесс "свертки" формы зонда с рельефом поверхности проиллюстрирован в одномерном случае на рис. 2.2.



Рис. 2.2

Наиболее эффективным методом восстановления поверхности является метод численной деконволюции, использующий форму зонда, получаемую экспериментально при сканировании тестовых (с хорошо известным рельефом поверхности) структур. Рассмотрим данный метод в одномерном случае. Если форма зонда описывается функцией P(x), а форма истинного рельефа поверхности описывается функцией R(x), то C3M изображение поверхности получается в виде:

$$I(a) = R(x_k) - P(x_k - a)$$

при условии dR/dx=dP/dx в точках касания x_k , где a – смещение зонда в системе координат, связанной с поверхностью. Восстановление исходного рельефа поверхности в данном методе производится путем обратного преобразования. Суть этого метода состоит в том, что СЗМ изображение поверхности повторно (но уже численно) сканируется инвертированным зондом. Тогда изображение восстановленного рельефа поверхности получится в виде

 $R'(x) = I(x_{k1}) - P(x - x_{k1})$, при условии dI/dx = dP/dx в точках касания x_{k1} .

Здесь *x*_{*k*1} - абсцисса точки касания функции СЗМ изображения и функции зонда, инвертированной по оси *y* и по оси *x*.

Полное восстановление поверхности образца возможно лишь при соблюдении двух условий: зонд в процессе сканирования коснулся всех точек поверхности, и в каждый момент зонд касался только одной точки поверхности. Если же зонд в процессе сканирования не может достигнуть некоторых участков поверхности (например, если образец имеет нависающие участки рельефа), то происходит лишь частичное восстановление рельефа. Причем, чем большего числа точек поверхности касался зонд при сканировании, тем достовернее можно реконструировать поверхность. На практике СЗМ изображение и экспериментально определенная форма зонда представляют собой двумерные массивы дискретных значений, для которых производная является плохо определенной величиной. Поэтому вместо вычисления производной дискретных функций на практике при численной деконволюции СЗМ изображений используется условие минимальности расстояния между зондом и поверхностью при сканировании с постоянной средней высотой:

Min
$$\{I(x_{k1}) - P(x-x_{k1})\}$$
.

В этом случае за высоту рельефа поверхности в данной точке можно принять минимальное расстояние между точкой зонда и соответствующей точкой поверхности для данного положения зонда относительно поверхности. По своему физическому смыслу данное условие эквивалентно условию равенства производных, однако оно позволяет проводить поиск точек касания зонда с поверхностью более адекватным методом, что существенно сокращает время реконструирования рельефа.

ГЛАВА З. АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

3.1. Общие принципы работы атомно-силового микроскопа

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был сконструирован Гердом Биннигом и его сотрудниками в 1986 году. В основе работы АСМ лежит силовое вза-



имодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль (кантилевер) с острием зонда на конце (рис. 3.1). В АСМ регистрируются изменения силы притяжения зонда к поверхности. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Колебания чувствительной к деформациям консоли определяются ее резонансной частотой и межатомными силами. Отклонения консоли детектируется с помощью лазерного луча, отражающегося от ее поверхности на детектор света (фотодиод). По изменению показаний фотодиода можно судить о рельефе исследуемого объекта. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.

Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса. На малых расстояниях (приблизительно 1Å) между атомами двух тел действуют силы отталкивания, а на несколько больших – силы притяжения. В сканирующем АСМ такими телами служат исследуемая поверхность и скользящее над ней острие зонда. Наиболее часто энергию ван-дер-ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии г друг от друга, аппроксимируют степенной функцией – потенциалом Леннарда-Джонса:

$$U_{LD}(r) = U_{0} \left\{ -2\left(\frac{r_{0}}{r}\right)^{6} + \left(\frac{r_{0}}{r}\right)^{12} \right\}$$

Качественный вид потенциала Леннарда-Джонса представлен на рис. 3.2. Первое слагаемое в данном выражении описывает дальнодействующее притяжение, обусловленное, в основном, диполь - дипольным взаимодействием атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях. Параметр r_0 – равновесное расстояние между атомами, U_0 – значение энергии в минимуме.

Потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 3.3). Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов образца и зонда. Тогда энергия взаимодействия может быть вычислена следующим образом:

$$W_{PS} = \iint_{V_{P}V_{S}} U_{LD}(r - r') n_{P}(r') n_{S}(r) dV dV'$$

где $n_S(r)$ и $n_P(r')$ - плотности атомов в материале образца и зонда (рис. 3.3).



Рис. 3.2

Рис. 3.3

Соответственно сила, действующая на зонд со стороны поверхности, может быть вычислена:

$$\vec{F}_{PS} = -grad(W_{PS})$$

В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющие. Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, однако основные черты данного взаимодействия сохраняются - зонд ACM испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых.

3.2. Зондовые датчики атомно-силовых микроскопов

Зондирование поверхности в атомно-силовом микроскопе производится с помощью специальных зондовых датчиков, представляющих собой упругую консоль – кантилевер (cantilever) с острием на конце. Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются, в основном, из тонких слоев легированного кремния, SiO₂ или Si₃N₄. Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании – держателе. На другом конце консоли располагается собственно острие.

Для исследований, проводимых посредством ACM, используются различные зонды (иглы и кантиливеры). Радиус закругления современных ACM зондов составляет $1 \div 50$ нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления. Угол при вершине зонда – $10 \div 20^{\circ}$. Силу взаимодействия зонда с поверхностью *F* можно оценить следующим образом:

$$F = k \cdot \Delta Z$$
,

где k – жесткость кантилевера; ΔZ – величина, характеризующая его изгиб. Коэффициенты жесткости кантилеверов k варьируются в диапазоне $10^{-3} \div$ 10 H/м. В колебательных режимах важны резонансные свойства кантилеверов. Собственные частоты изгибных колебаний консоли прямоугольного сечения определяются следующей формулой:

$$\omega_{ri} = \frac{\lambda_i}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}},$$

где l – длина консоли; E – модуль Юнга; J – момент инерции сечения консоли; ρ – плотность материала; S – площадь поперечного сечения; λ_i – численный коэффициент (в диапазоне 1 ÷ 100), зависящий от моды изгибных колебаний.

Таким образом, резонансная частота кантилевера определяется его геометрическими размерами и свойствами материала. Частоты основных мод лежат в диапазоне 10 ÷ 1000 кГц. Добротность кантилеверов, в основном, зависит от той среды, в которой они работают.

Игла и кантилевер, используемые в АСМ, должны удовлетворять следующим критериям: низкий коэффициент нормальной упругости; высокая резонансная частота; высокий коэффициент латеральной упругости; высокая добротность кантилевера; острый конец иглы; малая длина кантилевера; наличие дополнительных компонентов для определения изгиба кантилевера. Для того, чтобы регистрировать измерение изгибов кантилевера, вызванных малыми силами, кантилевер должен быть гибким при относительно низкой силе (порядка нескольких нН) с вертикальным коэффициентом жесткости от 10⁻² до 102 Н/м для атомарного разрешения в контактном режиме. Точность данных о частоте АСМ изображения ограничена механической резонансной частотой кантилевера. Кантилевер АСМ должен иметь резонансную частоту свыше 10 кГц (предпочтительно 30-100 кГц), что делает кантилевер наименее чувствительным к шумам частиью системы. Высокий латеральный коэффициент жесткости кантилевера желателен для снижения действия на АСМ латеральных сил, поскольку силы трения могут вызывать ощутимые изгибы кантилевера. Для измерения силы трения предпочтительно использовать кантилевер с пониженной латеральной жесткостью. При возрастании добротности возрастает чувствительность измерений. Для обеспечения точности измерений радиус закругления иглы зонда должен быть меньше радиусов рельефа поверхности образца. Латеральный коэффициент жесткости зависит главным образом от длины зонда. Для определения изгиба кантилевера используется зеркало.

Кантилеверы, использующиеся в АСМ, изготавливаются из различных материалов. Наиболее распространенны зонды из нитрида кремния, монокристаллического кремния и алмазов. Кантилеверы из нитрида кремния обладают высокой жесткостью и хорошо подходят для получения изображения практически в любых условиях. Наиболее часто используются кантилеверы треугольного типа из нитрида кремния с квадратным пирамидальным зондом, изготовленным путем химического осаждения из паровой фазы с плазменным стимулированием. Наиболее часто используемые кантилеверы (вертикальная константа упругости = 0,58 H/м) имеют 115 мкм в длину. Кантилеверы с малыми коэффициентами упругости используются для более мягких образцов. Пирамидальные зонды обладают очень высокой симметрией, а радиус закругления конца составляет 20-50 нм (рис. 3.4). Боковые стенки зонда имеют наклон в 35°, а длины сторон основания зонда кантилевера составляет около 4 мкм.

В атомно-силовой микроскопии применяются, в основном, зондовые дат-



Рис. 3.4

чики двух типов – с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения и с треугольным кантилевером, образованным двумя балками. Общий вид зондового датчика с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения представлен на рис. 3.5. На рис. 3.6 показаны электронно-микроскопические изображения выпускаемых серийно зондовых датчиков NSG11 с консолью прямоугольного сечения (компания "HT-MДТ"). Иногда зондовые датчики ACM имеют несколько кантилеверов различной длины (а значит, и различной жесткости) на одном

основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа.



Рис. 3.5





Зондовые датчики с треугольным кантилевером имеют при тех же размерах большую жесткость и, следовательно, более высокие резонансные частоты. Чаще всего они применяются в колебательных АСМ методиках. Общий вид и габариты зондовых датчиков с треугольной консолью представлены на рис. 3.7 и 3.8.

Изображение рельефа сужается или расширяется в зависимости от размера зонда, т.е. расширение приблизительно равно ширине зонда. Это означает, что разрешение серийного ACM составляет порядка от 5 до 10 нм. Рассмотрим два выступа, расположенных на расстоянии d от точечного образца, изображаемого ACM (рис. 3.9). Предположим, что зонд имеет параболическую форму с радиусом острия R.



Рис. 3.7

Рис. 3.8

Изображение этих выступов, просканированное зондом, появится в виде перевернутой параболы. Между изображениями будет образовываться небольшая впадина глубиной ΔZ . Два выступа считаются разрешенными, если ΔZ больше величины инструментального шума в направлении Z. Определенное таким образом разрешение d, минимальное расстояние, на котором выступы разрешимы, выражается в виде:

$$d = 2\sqrt{2R(\Delta Z)},$$

где необходимо ввести минимальное обнаруживаемое значение глубины впадины (ΔZ) для определения разрешения. Например, для зонда радиусом 5 нм и минимальным обнаруживаемым значением ΔZ , равным 0,05 нм, разрешение составляет около 4,5 нм.



Рис. 3.9

Технология изготовления зондовых датчиков АСМ

Изготовление зондовых датчиков для АСМ представляет собой достаточно сложный технологический процесс, включающий в себя операции фотолитографии, ионной имплантации, химического и плазменного травления. Основные этапы одной из возможных технологий изготовления зондовых датчиков представлены на рис. 3.10. Для изготовления зондовых датчиков используются пластины кристаллического кремния (этап 1). На поверхность пластины осаждается тонкий слой фоторезиста (этап 2). Затем фоторезист экспонируется через фотошаблон, и часть фоторезиста удаляется посредством химического травления. Далее проводится имплантация ионов бора, так что ионы проникают на глубину порядка 10 мкм в область кремния, не защищенную фоторезистом (этап 3).

После этого фоторезист смывается в специальном травителе, и затем проводится термический отжиг пластины, в результате которого атомы бора встраиваются в кристаллическую решетку кремния. Кремний, легированный бором, образует так называемый стоп-слой, который останавливает процесс травления для некоторых селективных травителей. Затем на обратной стороне пластины вновь проводится фотолитография, в результате которой формируется слой фоторезиста точно над областью, имплантированной бором. После этого пластина покрывается тонким слоем Si₃N₄ (этап 4).

Затем проводится селективное травление фоторезиста, причем в процессе растворения фоторезист набухает и срывает расположенную непосредственно над ним тонкую пленку Si₃N₄ (этап 5).

Пластина кремния протравливается насквозь до стоп-слоя с помощью селективного травителя, который взаимодействует с кремнием и не взаимодействует с легированным кремнием и слоем Si3N4, (этап 6).

После этого Si3N4 смывается, и на обратной стороне пластины в легированной области методом фотолитографии формируются островки из фоторезиста (этап 7,8).

Затем проводится травление кремния, в результате которого получаются столбики кремния под островками фоторезиста (этап 9). Далее с помощью плазменного травления из столбиков кремния формируются иглы (этап 10,11).

Для улучшения отражательных свойств кантилеверы с обратной стороны (по отношению к острию) покрываются тонким слоем металла (Al, Au) методом вакуумного осаждения. В результате данных технологических операций изготавливается целый набор зондовых датчиков на одной кремниевой пластине. Для проведения электрических измерений на зонд наносятся проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti, и др.). В магнитных АСМ датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.





Рис. 3.10

Зонды, как из кремния, так и из нитрида кремния можно изготовить путем заострения зонда с помощью оксида. Если пирамидальный или конический кремниевый зонд подвергнуть температурной обработке с образованием диоксида кремния при низкой температуре (менее 1050°), то при образовании Si-SiO₂ сокращается скорость окисления в областях с большим радиусом закругленности. В результате при вершине зонда получается более острый кремниевый конус с высоким аспектным соотношением и с большим радиусом закругленности внутри внешнего пирамидального слоя диоксида кремния. Метод заострения оксидом можно также применить к зондам из нитрида кремния путем окисления вытравленных ям, которые используются в качестве шаблонов. Что касается изготовления зондов, заострение оксидом не очень эффективно для нитрида кремния.

Изображения глубоких впадин формируются посредством изображения зондом наклонных боковых стенок, при этом дно впадины не изображается. Чтобы изобразить такие образцы наиболее праодопадобно, необходимо изготовить зонды с высоким аспектным отношением методом ионно-лучевого травления (ИЛТ) кремниевого зонда. В результате чего получиться острый выступ на вершине зонда. У серийных ИЛТ зондов половинный конический угол составляет мене 3° при длине зонда в несколько микрон, обеспечивая аспектное отношение равное приблизительно 10:1. Радиус закругленности на конце зонда остается почти таким же, как и до ИЛТ.

Зонды из углеродных нанотрубок

Углеродные нанотрубки представляют собой микроскопические цилиндры из графита, составляющие всего несколько нанометров в диаметре и несколько микрон в длину. Однослойные углеродные нанотрубки состоят из одного слоя sp² гибридизованных атомов углерода, закрученных в простую трубку диаметром от 0,7 до 3 нм. Структуры большего размера (многослойные нанотрубки) состоят из плотно вложенных друг в друга однослойных нанотрубок, диаметр которых варьируется от 3 до 5 нм. Малый диаметр предполагает их применение для получения АСМ зондов с высоким разрешением. Углеродные нанотрубки обладают исключительными механическими свойствами. Приблизительное значение их латеральной жесткости можно получить из уравнения для твердотельного упругого стержня:

$$k_{lat} = \frac{3\pi Y r^4}{4l^3},$$

где коэффициент упругости k_{lat} выражает силу, возвращающую в обратное положение, на каждую единицу латерального смещения, r – радиус, l – длина, Y – модуль Юнга материала. Температурные вибрации острия зонда при комнатной температуре становятся достаточными, чтобы снизить разрешение изображения. Приближенное значение этих вибраций можно получить из выражения для тепловой энергии, приравняв ее к энергии колеблющейся нанотрубки:

$$\frac{1}{2}k_BT = \frac{1}{2}k_{lat}a^2,$$

где k_B – постоянная Больцмана, T – температура, a – амплитуда вибрации. Заменяя k_{alt} , получаем:

$$a = \sqrt{\frac{4k_B T l^3}{3\pi Y r^4}}.$$
(3.1)

Сильная зависимость от радиуса и длины показывает, что при каждом масштабе нужно тщательно контролировать геометрические параметры зонда. Уравнение (3.1) подразумевает, что чем больше жесткость материала, т.е. чем больше модуль Юнга, тем меньше температурные вибрации и тем длиннее и тоньше может быть полученный зонд.

3.3. Аппаратура АСМ и анализ

Получение ACM изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. Данные системы часто строятся на различных интерферометрических системах, а также на оптическом рычаге. Рассмотрим некоторые системы, встречающиеся наиболее часто.

Оптоволоконный интерферометр – один из самых простейших интерферометров как по конструкции, так и по использованию. Принцип его работы представлен на рис 3.11.

Свет от лазера проводится оптическим волокном. Лазерные диоды со встроенными отрезками оптоволокна в монтажной пленке являются удобным



Рис. 3.11

источником света. Свет расщепляется посредством оптоволоконного разделителя на 2 волокна. Торец одного волокна покрывается маслом с необходимым коэффициентом преломления, чтобы избежать отражения света снова в волокно. Конец другого волокна поставлен близко к кантилеверу АСМ. Свет частично отражается кантилевером

обратно в волокно. Однако большая часть света теряется. Это не очень серьезная проблема, поскольку на границе стекло – воздух только 4 % отражается назад. Две отраженных световых волны интерферируют друг с другом. Полученный в результате луч направляется обратно на разветвитель лучей и снова расщепляется на части. Одна половина анализируется фотодиодом, другая половина направляется обратно в лазер. Лазерные диоды для волоконной связи достаточно сильно противостоят системе ОС, вследствие чего вполне подходят для использования в таких условиях. Однако они имеют малую длину когерентности, которая в данном случае не имеет значения, поскольку оптическая разность хода в любом случае не превышает 5 мкм. Конец волокна должен быть на пьезоэлектрическом двигателе, что установить расстояние между нитью и кантилевером на $\lambda(n+1/4)$.

Наиболее часто используемая система обнаружения изгиба кантилевера представляет собой оптический рычаг. Будучи дистанционной системой обнаружения, она имеет дополнительное преимущество. Этот метод изображен на рис. 3.12 и имеет такую же технику, как гальванометр с отклонением светового луча.

В гальванометре хорошо коллимированный пучок света отражается от зеркала и проецируется на принимающую мишень. Любое изменение углового

положения зеркала изменит позицию, в котором луч света попадает на мишень. В гальванометрах используются оптические плечи длиной в несколько метров; и изображения, спроецированные на стенки мишени, используются также для отслеживания изменений положения. При использовании данного метода фотодиод, разделенный на два (или четыре) близко расположенных сектора, регистрирует положение конца кантилевера.



Рис. 3.12

Оптическая система ACM юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. В качестве позиционно - чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды.

Основные регистрируемые оптической системой параметры – это деформации изгиба консоли под действием Z-компонент сил притяжения или отталкивания (F_Z) и деформации кручения консоли под действием латеральных компонент сил (F_L) взаимодействия зонда с поверхностью. Если обозначить исходные значения фототока в секциях фотодиода через I_{01} , I_{02} , I_{03} , I_{04} , а через I_1 , I_2 , I_3 , I_4 - значения токов после изменения положения консоли, то разностные токи с различных секций фотодиода $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$ будут однозначно характеризовать величину и направление изгиба консоли зондового датчика АСМ. Действительно, разность токов вида

$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4)$$

пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца (рис. 3.13 (а)).

Комбинация разностных токов вида

$$\Delta I_{L} = (\Delta I_{1} + \Delta I_{4}) - (\Delta I_{2} + \Delta I_{3})$$

характеризует изгиб консоли под действием латеральных сил (рис. 3.13 (б)).



Рис. 3.13

Величина ΔI_Z используется в качестве входного параметра в петле обратной связи атомно-силового микроскопа (рис. 3.14). Система обратной связи (OC) обеспечивает $\Delta I_Z = const$ с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента, который поддерживает изгиб консоли ΔZ равным величине ΔZ_0 , задаваемой оператором.



Рис. 3.14

При сканировании образца в режиме $\Delta Z = const$ зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на Z-электроде сканера записывается в память компьютера в качестве рельефа поверхности Z = f(x,y). Пространственное разрешение ACM определяется радиусом закругления зонда и чувствительностью системы, регистрирующей отклонения консоли. В настоящее время реализованы конструкции ACM, позволяющие получать атомарное разрешение при исследовании поверхности образцов.

Предполагая распределение интенсивности света в луче по Гауссу, выходной сигнал, как функция угла смещения, можно рассматривать как дисперсию. Чувствительность можно повысить через увеличение интенсивности светового луча I_{tot} , т.е. через понижение расхождения лазерного луча. Верхняя граница интенсивности светового луча I_{tot} ограничена эффектом насыщения на фотодиоде. Если мы уменьшаем расхождение лазерного луча, то возрастает сечение луча. Если сечение луча становится больше, чем ширина кантилевера *b*, мы сталкиваемся с дифракцией. Дифракция устанавливает более низкую границу угла расхождения. Таким образом, можно вычислить оптимальную величину фокусировки луча w_{opt} и оптимальную величину расхождения Θ_{opt}

$$w_{opt} \approx 0.36b \ \Theta_{opt} \approx 0.89 \ \lambda/b$$

Можно показать, что оптимальная чувствительность оптического рычага, таким образом, принимает следующий вид

$$\beta = 1,8 b / \lambda I_{tot}$$
.

Пьезорезистивный кантилевер представляет собой альтернативную систему обнаружения, которая используется не так широко, как оптическая схема обнаружения. Принцип действия основывается на том, что резистивные свойства некоторых материалов, в частности кремния, изменяются под действием механического напряжения. Рис. 3.15 показывает стандартную структуру пьезорезистивного кантилевера. Четыре сопротивления формируют мост Уитстона. Например, когда переменное напряжение подается между контактами *a* и *c*, можно измерить расстройку моста контактами *б* и *г*. Выходной сигнал изменяется только под действием изгиба, но не под воздействием изменения температуры воздуха.

Измерение сопротивления вычисляется как

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \Pi \frac{6L}{bh^2} F_z \,,$$

где П=67,7·10⁻¹¹ м²/Н – средний пьезорезистивный коэффициент. Подставляя типичные значения для измерений (рис.22.24) (L=100 мкм, b=10 мкм, h=1мкм) получаем

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{4 \times 10^{-5}}{\mathrm{HH}} F_z \, .$$



Рис. 3.15

Чувствительность можно изменить, оптимизируя параметры кантилевера.

3.4. Контактная атомно-силовая микроскопия

Условно методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью ACM можно разбить на две большие группы – контактные квазистатические и бесконтактные колебательные. В контактных квазистатических методиках остриё зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравновешиваются силой упругости консоли. При работе ACM в таких режимах используются кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости, что позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

При сканировании образца в режиме $F_z = const$ система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и си-

лу взаимодействия зонда с образцом (рис.3.16). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на *Z*-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа часто применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью (Z = const). В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте Z_{cp} над образцом, при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности (рис. 3.17). АСМ изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.







Рис. 3.17

Недостаток контактных АСМ методик – непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов в процессе сканирования. Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обла-

дающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты.

С помощью атомно-силового микроскопа можно изучать особенности локального силового взаимодействия зонда с поверхностью и на основании результатов данных исследований судить о свойствах поверхности различных образцов.

При сближении острия зонда с поверхностью между ними возникает притяжение. Это вызывает изгиб кантилевера в направлении к поверхности (рис. 3.18, вставка (а)). При этом сила притяжения возрастает с уменьшением расстояния. В этой области может наблюдаться явление скачка зонда к поверх-



Рис. 3.18

ности, обусловленное наличием большого градиента сил притяжения вблизи поверхности образца. Для потенциала типа Леннарда-Джонса область больших градиентов силы притяжения составляет Z* ~ 1 нм. На рис. 3.19 схематически показаны зависимости силы Леннарда-Джонса и ее производной от расстояния между зондом и поверхностью.

Для наблюдения эффекта скачка зонда к поверхности необходимо, чтобы жесткость выбранно-

го кантилевера была меньше, чем максимум производной силы по координате *z*. Поясним данный эффект на примере модели малых колебаний консоли.



Рис. 3.19

Действительно, уравнение движения упругого кантилевера вблизи поверхности выглядит следующим образом:

$$m\ddot{z}_1 = -kz_1 + F(d+z_1)$$

где z_1 – смещение кантилевера из состояния равновесия, k – жесткость кантилевера, m - его масса, F - сила взаимодействия зонда с поверхностью, d – расстояние между положением равновесия кантилевера и поверхностью. Линеаризуя данное уравнение, получаем:

$$F = F(d) + F'_{z}(d) \cdot z_{1}$$
$$m\ddot{z}_{1} + (k - F'_{z}(d))z_{1} = F(d),$$

При переходе к новым переменным,

$$z_{2} = z_{1} - \frac{F(d)}{k - F'_{z}(d)},$$

уравнение движения приобретает следующий вид:

$$\ddot{z}_{2} + \omega_{0}^{2} z_{2} = 0, \qquad \omega_{0}^{2} = \frac{k - F'_{z}(d)}{m}.$$

Это уравнение осциллятора с частотой, зависящей от расстояния d между кантилевером и образцом. Если на каком-то расстоянии градиент силы превосходит по величине жесткость кантилевера, то $\omega_0^2 < 0$. Это условие соответствует неустойчивому маятнику (маятник в верхнем положении). Любые небольшие возмущения приводят к потере устойчивости, и кантилевер движется к поверхности.

При сближении острия и поверхности электронные облака атомов начинают перекрываться на некотором расстоянии, сила электростатического отталкивания облаков нарастает экпоненциально. Это приводит к тому, что на расстоянии $z_0 \sim 0.2 - 0.4$ нм описанные силы уравниваются. Когда суммарная сила становится положительной, т.е. отталкивающей, это означает, что атомы вступили в контакт.

При дальнейшем сближении сила отталкивания будет нарастать так быстро, что будет уравновешивать практически любую силу, направленную на сближение. Если прижимать зонд к образцу упругой силой кантилевера, то он будет изгибаться в другую сторону (рис. 3.18, вставка (б)). При увеличении усилия будет деформироваться поверхность образца, но расстояние между зондом и поверхностью изменяться не будет. Такое расстояние можно назвать контактным. Оно равно примерно z_0 .

В контактном режиме используются силы отталкивания. В равновесии сила отталкивания компенсируется двумя силами, прижимающими зонд к поверхности. Во-первых, это упругая сила кантилевера. Во-вторых, в атмосферных условиях между зондом и поверхностью образуется водяной мениск и появляется капиллярная сила, которая является силой притяжения. Это приводит к тому, что при отводе зондового датчика точка отрыва кантилевера от поверхности такого образца смещается в область больших Z.

Суммарная величина этих сил составляет 10⁻⁷–10⁻⁹ Н. как показывает опыт, такая сила вызывает деформацию, поддающуюся измерению. Например, для пружины с жесткостью 1 Н/м удлинение бы составило 1–100 нм соответственно.

3.5. Система управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме

Упрощенная схема системы управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме представлена на рис. 3.20. Система управления состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Цифровая часть содержит, в основном, цифро-аналоговые (ЦАП) и аналого-цифровые (АЦП) преобразователи. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП-Х и ЦАП-У служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи состоит из фотодиода (ФД), предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке АСМ, схемы сравнения (СС), высоковольтного усилителя У2 и пьезопреобразователя, регулирующего величину изгиба кантилевера, а следовательно, силу взаимодействия зонда с поверхностью. В исходном состоянии электронный ключ К1 замкнут, а К2 разомкнут.



Рис. 3.20

Перед началом работы оператор юстирует оптическую схему системы регистрации отклонения кантилевера таким образом, чтобы ток с различных секторов фотодиода был равным, а его величина максимальной. Затем с помощью ЦАП–Set устанавливается напряжение, пропорциональное рабочему значению отклонения кантилевера ΔZ , которое будет поддерживаться постоянным системой обратной связи. После этого включается система сближения зонда и образца. При этом управляющее напряжение с ЦАП-ШД подается на шаговый двигатель (ШД). В начальном состоянии напряжение в петле обратной связи (пропорциональное разности токов между вертикальными секторами фотодиода) меньше, чем значение, установленное оператором с помощью ЦАП-Set, и сканер максимально вытянут в направлении зонда. При подходе образца к зонду кантилевер изгибается, появляется разностный ток с фотодиода, и система сближения переходит к процедуре точной установки образца. В этом режиме происходит дальнейшее движение образца к зонду с помощью двигателя и одновременное отодвигание его с помощью сканера (ОС поддерживает постоянным изгиб кантилевера) до тех пор, пока плоскость поверхности образца не достигнет положения, соответствующего середине динамического диапазона перемещений сканера. После этого микроскоп готов к работе.

Сканирование образца осуществляется при подаче напряжений пилообразной формы на внешние электроды трубчатого сканера с помощью двухканальных ЦАП – Х и ЦАП – У и двухканальных высоковольтных усилителей У4, У5. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянным выбранное оператором значение разностного тока фотодиода, соответствующее определенной величине изгиба кантилевера. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ напряжение на Z-электроде сканера пропорционально рельефу поверхности. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение напряжения U, пропорциональное разностному току ФД, сравнивается в схеме сравнения (CC) с величиной U_0 , задаваемой оператором. Разностный сигнал $(U-U_0)$ усиливается (усилитель У2) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Сканер отрабатывает данный сигнал до тех пор, пока разность $(U-U_0)$ не станет равной нулю. Таким образом, при сканировании напряжение на Zэлектроде сканера оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Сигнал с выхода схемы сравнения записывается с помощью АЦП как информация о рельефе поверхности. В выбранной точке образца можно снять зависимость величины изгиба кантилевера от расстояния между зондовым датчиком и поверхностью: $\Delta Z = f(z)$. Для этого обратная связь разрывается с помощью электронного ключа К1, и на Z-электрод сканера подается напряжение пилообразной формы с ЦАП – Z. Синхронно с изменением напряжения АЦП записывает напряжение на выходе предварительного усилителя ПУ, которое пропорционально отклонению кантилевера, а следовательно, силе взаимодействия зонда с поверхностью. Полученные данные преобразуются в зависимость $\Delta Z = f(z)$, которая затем строится с помощью средств компьютерной графики.

Получение ACM изображения при постоянном среднем расстоянии между зондовым датчиком и образцом $Z_{cp}=const$ происходит следующим образом. Вначале снимается зависимость $\Delta Z = f(z)$ и определяется точное положение зонда над поверхностью. Затем обратная связь разрывается, и с помощью ЦАП – Z выставляется выбранное оператором значение расстояния зондповерхность. После этого производится сканирование образца, и величина напряжения с выхода предварительного усилителя, пропорциональная отклонению кантилевера, записывается в виде файла распределения силы вдоль поверхности образца F(x,y).

При использовании кантилеверов с проводящим покрытием возможна регистрация вольт-амперных характеристик контакта зонд-образец в выбранной точке поверхности. Для получения ВАХ ключ К2 замыкается, и напряжение пилообразной формы подается с ЦАП – U на кантилевер. Синхронно с этим напряжение, пропорциональное току через контакт, усиливается (усилитель У1), записывается с помощью АЦП в память компьютера и визуализируется средствами компьютерной графики.

3.8. Колебательные методики АСМ

Недостатком контактных ACM методик является непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов.

Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью (структуры на основе ряда органических материалов и многие биологические объекты). Для исследования таких образцов применяются колебательные ACM методики, основанные на регистрации параметров взаимодействия колеблющегося кантилевера с поверхностью. Данные методики позволят существенно уменьшить механическое воздействие зонда на поверхность в процессе сканирования. Кроме того, развитие колебательных методик существенно расширило арсенал возможностей ACM по измерению различных свойств поверхности образцов.

Динамический режим работы подразумевает вынужденное колебание кантилевера. Одним из основных методов является метод амплитудной модуляции (AM). В AM-ACM приводной механизм кантилевера движется с определенной амплитудой и частотой. Когда зонд приближается к образцу, упругие и неупругие взаимодействия вызывают изменения как в амплитуде, так и в фазе (относительно сигнала, поступающего на привод) кантилевера. Эти изменения используются в качестве сигнала обратной связи. Хотя режим AM изначально использовался как бесконтактный, позже расстояние между зондом и образцом начало сокращаться. Появилась возможность использовать режим AM как полуконтактный.

Вынужденные колебания кантилевера

Точное описание колебаний кантилевера зондового датчика ACM представляет собой сложную математическую задачу. Однако основные черты процессов, происходящих при взаимодействии колеблющегося кантилевера с поверхностью, можно понять на основе простейших моделей, в частности, с помощью модели сосредоточенной массы.

Представим кантилевер в виде упругой консоли (с жесткостью k) с сосредоточенной массой m на одном конце. Другой конец консоли закреплен на пьезовибраторе ПВ (рис. 3.21).

48



Пусть пьезовибратор совершает гармонические колебания с частотой ω :

$$u = u_{o} Cos(\omega t)$$
.

Тогда уравнение движения такой колебательной системы запишется в ви-

$$m\ddot{z} = -k(z-u) - \gamma \dot{z} + F_0, \qquad (3.2)$$

где член, пропорциональный первой производной $\gamma^{\dot{z}}$, учитывает силы вязкого трения со стороны воздуха, а посредством F_0 обозначена сила тяжести и другие возможные постоянные силы. Как известно, постоянная сила лишь смещает положение равновесия системы и не влияет на частоту, амплитуду и фазу колебаний. Делая замену переменных (т.е. рассматривая колебания относительно нового состояния равновесия):

$$z = z + F_0 / k,$$

можно привести уравнение движения кантилевера к виду:

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + kz = ku_0 Cos(\omega t).$$
(3.3)

Разделив уравнение на *т* и введя параметр добротности системы

$$Q = \omega_0 m / \gamma$$
,

получаем:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 z = \omega_0^2 u_0 Cos(\omega t).$$
(3.4)

Наиболее просто решение данного уравнения ищется на комплексной плоскости. Для комплексной величины η имеем:

$$\ddot{\eta} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{\eta} + \omega_0^2 \eta = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t}.$$
(3.5)

Общее решение данного уравнения представляет собой суперпозицию затухающих с декрементом $\delta = \omega_0/2Q$ и незатухающих вынужденных колебаний на частоте ω . Найдем установившиеся колебания в такой системе. Ищем решение в виде

$$\eta = a \cdot e^{-i\omega t} . \tag{3.6}$$

Подставляя (3.6) в уравнение (3.5), получаем для комплексной амплитуды *а*:

$$a = \frac{\omega_0^2 u_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i \frac{\omega \omega_0}{Q}}.$$
(3.7)

Модуль данного выражения равен амплитуде вынужденных колебаний *A*(ω):

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}.$$
(3.8)

Фаза комплексной амплитуды *а* совпадает с фазой колебаний нашей системы $\varphi(\omega)$:

$$\varphi(\omega) = \operatorname{arctg}\left[\frac{\omega\omega_{0}}{Q(\omega_{0}^{2} - \omega^{2})}\right].$$
(3.9)

Из выражения (3.8) следует, что амплитуда колебаний зонда на частоте ω_0 определяется добротностью системы и равна Qu_0 . Кроме того, наличие в системе диссипации приводит к сдвигу резонансной частоты колебаний кантилевера.

Действительно, производя дифференцирование подкоренного выражения по величине ω^2 в выражении (3.8) и приравнивая производную нулю, получаем для резонансной частоты диссипативной системы ω_{rd} :

$$\omega_{rd}^2 = \omega_0^2 \left(1 - \frac{1}{2Q^2}\right)$$

Тогда сдвиг резонансной частоты для диссипативной системы получается равным

$$\Delta \omega = \omega_0 - \omega_{rd} = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \right)$$

Это приводит к тому, что амплитудно-частотная характеристика системы смещается в область низких частот (рис. 3.22).

Однако, как показывают оценки, для типичных значений добротности кантилеверов в воздушной среде величина сдвига резонансной частоты вследствие диссипации мала. Влияние диссипации сводится, в основном, к существенному уменьшению амплитуды колебаний и уширению амплитудночастотной (АЧХ) и фазо-частотной (ФЧХ) характеристик системы (рис 3.22).



Рис. 3.22

Бесконтактный режим АСМ

В бесконтактном режиме используются межатомные силы притяжения. Расстояние от поверхности образца до острия составляет $\sim 5 - 10$ нм. В этом режиме при изменении расстояния между образцом и острием кантилевер отклоняется значительно меньше, чем в контактном режиме, что снижает чувствительность метода. Поэтому используется более чувствительный способ детектирования расстояния между зондом и поверхностью. Применяется дополнительный пьезоэлемент, вызывающий колебания кантилевера, обычно с частотой 0,2 - 0,3 МГц, близкой к резонансной (собственной), с амплитудой в несколько нанометров. Величина резонансной частоты зависит от наличия внешней силы. Поэтому при сканировании с изменением расстояния *z* происходит изменение резонансной частоты. Резонансная частота поддерживается постоянной с помощью системы обратной, поднимая или опуская консоль. При этом среднее расстояние между острием и поверхностью сохраняется неизменным. Для формирования изображения используются данные о вертикальных перемещениях сканирующего устройства.

При приближении зонда к поверхности на кантилевер начинает действовать дополнительная сила со стороны образца F_{PS} . При ван-дер-ваальсовом взаимодействии это соответствует области расстояний между зондом и образцом, где действует сила притяжения. Если зонд ACM находится на расстоянии z_0 от поверхности, то для малых колебаний можно записать:

$$F_{PS} = F_{PS0} + \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \cdot z(t).$$

Это приводит к тому, что в правой части уравнения, описывающего колебания в такой системе, появляются дополнительные слагаемые:

$$m\ddot{z} = -k(z-u) - \gamma \dot{z} + F_0 + F_{PS0} + F_{z} \dot{z} .$$

Вводя новые переменные: $z = z + (F_0 + F_{PS0})/k$, приходим к уравнению:

$$m\ddot{z} + \gamma \dot{z} + (k - F_{z}') \cdot z = ku_{0}Cos(\omega t).$$

Т.е. наличие градиента сил приводит к изменению эффективной жесткости системы:

$$k_{s\phi\phi} = k - F_{z}' \; .$$

После стандартных преобразований уравнение записывается в следующем виде:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{z} + \left(\omega_0^2 - \frac{F_z'}{m}\right)\cdot z = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t).$$

Производя вычисления, аналогичные вычислениям, проведенным для свободного кантилевера, получаем амплитудно-частотную характеристику системы:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F_z'}{m})^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}.$$
(3.10)

И, соответственно, ФЧХ:

$$\varphi(\omega) = \operatorname{arctg}\left[\frac{\omega\omega_{0}}{Q\left(\omega_{0}^{2} - \omega^{2} - \frac{F_{z}}{m}\right)}\right].$$
(3.11)

.

Таким образом, наличие градиента силы взаимодействия зонда с поверхностью образца приводит к дополнительному сдвигу АЧХ и ФЧХ системы (рис. 3.23).

Резонансная частота в присутствии внешней силы ω_{rf} может быть представлена в виде

$$\omega_{rf}^{2} = \omega_{0}^{2} \left(1 - \frac{1}{2Q^{2}} - \frac{F_{z}'}{k} \right) = \omega_{rd}^{2} - \frac{E_{z}'}{m}$$

Следовательно, дополнительный сдвиг АЧХ равен

$$\Delta \omega = \omega_{rd} - \omega_{rf} = \omega_{rd} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{m\omega_{rd}}} \right).$$



Рис. 3.23

Из выражения (3.11) также следует, что наличие градиента силы приводит к сдвигу ФЧХ, так что точка ее перегиба ω* находится на частоте

$$\omega^* = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{F_z'}{k}} \quad \text{if } \Delta \omega = \omega_0 - \omega^* = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F_z'}{k}}\right)$$

Пусть кантилевер вдали от поверхности совершает вынужденные колебания на частоте ω_0 , тогда сдвиг фазы его колебаний составляет $\pi/2$. При сближении с поверхностью фаза колебаний (считаем Fz' < k) станет равной

$$\varphi(\omega_0) = \operatorname{arctg}\left[\frac{k}{QF_z'}\right] \approx \frac{\pi}{2} - \frac{QF_z'}{k}.$$

Следовательно, дополнительный сдвиг фазы при наличии градиента силы будет равен:

$$\Delta \varphi = \frac{\pi}{2} - \varphi(\omega_0) \cong \frac{QF_z}{k} .$$

Он определяется производной *z*-компоненты силы по координате z. Данное обстоятельство используется для получения фазового контраста в ACM исследованиях поверхности.

Преимущества бесконтактного режима – возможность работы с эластичными и мягкими материалами и с материалами свойства, которых могут меняться при касании острия (например, полупроводниковыми структурами). Кроме того следует учитывать, что если на поверхности имеется несколько монослоев воды, то в контактном режиме ACM даст изображение поверхности, а в бесконтактном – изображение слоя воды. Таким образом, изображения в этих двух режимах могут различаться.

Полуконтактный режим колебаний кантилевера АСМ

В бесконтактном режиме для регистрации изменения фазы колебаний и амплитуды кантилевера требуется высокая чувствительность и устойчивость работы обратной связи. На практике чаще используется полуконтактный режим колебаний кантилевера, который иногда называют прерывисто-контактным. Полуконтактный режим очень похож на бесконтактный. В данном режиме кантилевер совершает колебания так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание зондом поверхности образца.

При работе в полуконтактном режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. В этом режиме при сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в "полуконтактном" режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности.

Если обозначить через z_0 расстояние между положением равновесия колеблющегося кантилевера и поверхностью, а через $F_{PS}(z(t))$ - комбинированную силу, то уравнение движения кантилевера можно записать в следующем виде:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 (z(t) - z_0 - u_0 \cos(\omega t)) = \frac{\omega_0^2}{k} F_{PS} (z(t)),$$

где координата *z* отсчитывается от поверхности. Заметим, что "полуконтактный" режим реализуется только тогда, когда расстояние *z*₀ меньше амплитуды колебаний кантилевера:

$$z_{0} < Q u_{0}$$

Теория "полуконтактного" режима значительно сложнее теории бесконтактного режима, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Сила $F_{PS}(z(t))$ теперь не может быть разложена в ряд по малым *z*. Однако характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима - амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

Сдвиг по фазе между колебаниями возбуждающего пьезоэлектрического вибратора и установившимися колебаниями кантилевера можно оценить, если рассмотреть процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Энергия, поступающая в систему от пьезовибратора за период колебаний:

$$E_{EX} = \int_{t}^{t+\frac{2\pi}{\omega}} k u_0 Cos(\omega t) \cdot \frac{dz}{dt} dt.$$

Она расходуется на восполнение потерь при взаимодействии кантилевера с атмосферой и образцом. Энергию E_{PA} , рассеиваемую в атмосферу за период, можно вычислить следующим образом:

$$E_{PA} = \int_{t}^{t+\frac{2\pi}{\omega}} \frac{m\omega_0}{Q} \left(\frac{dz}{dt}\right)^2 dt .$$

Энергия *E*_{PS}, идущая на восполнение потерь при диссипативном взаимодействии зонда с образцом, равна:

$$E_{PS} = \int_{t}^{t+\frac{2\pi}{\omega}} F_{PS}(z) \frac{dz}{dt} dt.$$

Из условия баланса следует:

$$E_{_{EX}} = E_{_{PA}} + E_{_{PS}}$$

Предполагая, что установившиеся колебания кантилевера имеют вид

$$z = A \cdot Cos(\omega t + \varphi),$$
 получаем:

$$E_{PS} = \frac{\pi k u_0 A}{Q} Sin(\varphi) - \frac{\pi k \omega A^2}{\omega_0 Q}$$

Отсюда для фазового сдвига получается следующее выражение:

$$Sin \varphi = \frac{\omega A}{\omega_0 u_0} + \frac{QE_{PS}}{\pi k u_0 A}.$$

Таким образом, фазовый сдвиг колебаний кантилевера в "полуконтактном" режиме определяется энергией диссипативного взаимодействия зонда с поверхностью образца.

С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω (близкой к резонансной частоте кантилевера) с большой амплитудой A_{ω} (от нескольких десятков до 100 нм). При сближении зонда и образца происходит изменение резонансной частоты и увеличивается их демпфирование за счет ударов о поверхность. Это приводит к уменьшению амплитуды колебаний. При сканировании система обратной связи поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне A_0 (поднимая или опуская кантилевер), задаваемом оператором ($A_0 < A_{\omega}$).

Изображение формируется по данным вертикального перемещения кантилевера. Напряжение в петле обратной связи (на *z*-электроде сканера) записывается в память компьютера в качестве ACM изображения рельефа поверхности. Одновременно при сканировании образца в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывается в виде распределения фазового контраста.

3.7. Адгезия в АСМ

В то время как адгезия численно выражается в терминах измеряемой силы, в реальности существует характеристика сила – перемещение, ассоциируемая с адгезионным взаимодействием. Работа сил адгезии есть механическая работа на единицу площади, необходимая для полного отделения зоны контакта при выходе ее в состояние изначально равновесного зазора. Таким образом, работа сил адгезии есть интегральная величина на кривой межповерхностная сила – перемещение, нормализованная при равновесии на единицу межповерхност-

ной контактной площади. Необходимо проводить четкое различие между двумя кривыми: сила между зондом ACM и образцом – перемещение и кривой: межповерхностная сила – перемещение, потому что первая относится к зонду на плоской поверхности, а второе к двум плоским поверхностям. Если радиус зонда известен, путем измерения силы оттягивания в ACM можно получить работу сил адгезии. Кривая «сила – перемещение» отображает вертикальное отклонение кантилевера в зависимости от перемещения кантилевер – образец (рис. 3.25). Перемещение измеряется между образцом и закрепленным концом канилевера.



Рис. 3.25

Наиболее простой метод измерения адгезии с помощью ACM – так называемый метод построения графика сила – перемещение (другое название кривые сила – расстояние). График сила – перемещение вполне понятен, исходя из кривой «сила между зондом ACM и образцом – перемещение» он отображает нормальное отклонение кантилевера в зависимости от перемещения кантилевер – образец. Это отклонение может быть откалибровано для определения силы F_{lever} . Если рассматривать только вертикальные силы, действующие на зонд: силу взаимодействия «зонд – образец» F_{ts} и силу кантилевера, то по закону равновесия сил $F_{\text{lever}} = -F_{\text{ts}}$; эти две силы равны по величине. Следовательно, откалиброванный сигнал фотодиода в действительности отображает силу, с которой образец действует на зонд.

Перемещение кантилевер – образец измеряется между образцом и жестко закрепленным концом кантилевера (в противоположность переднему концу с наконечником, прогибающемуся в результате реакции на силы взаимодействия). Это перемещение изменяется на обратное посредством варьирования

вертикального положения пьезотрубки, которая, в зависимости от устройства АСМ, смещает либо зонд, либо образец в нормальном направлении к нему.

Следует отметить (рис. 3.25), что существуют следующие этапы получения данных для кривых отвода – подвода зонда АСМ:

a) В точке *а* кантилевер и образец изначально находятся далеко друг от друга, и между ними нет никакого взаимодействия.

б) В точке *b* кантилевер подводится ближе к образцу, наконечник испытывает силы притяжения, которые заставляют конец с наконечником изгибаться вниз, сигнализируя, таким образом, об отрицательной силе (силе притяжения). Эти силы могут быть электростатическими, силами Ван-дер-Ваальса или иной природы.

в) Градиент силы притяжения (силы взаимодействия наконечник – образец) превышает нормальную составляющую константы упругости *k* кантилевера в точке *c*, что приводит к нестабильности.

г) В результате наконечник резко входит в контакт с образцом (схлопывание) в точке *d*.

д) Перемещение кантилевер – образец может продолжаться и дальше, и график в конечном итоге пересекает ось силы, что соответствует нулевым величинам прикладываемых извне сил. По мере того, как наконечник входит в отталкивающий контакт с образцом, передний конец кантилевера сильнее отталкивается вверх, и действующая со стороны образца сила равна приложенной извне нагрузке.

е) Направление перемещения кантилевер – образец меняется на противоположное в выбранной пользователем точке (*f*). По мере изменения расстояния кантилевер – образец сила становится отрицательной.

Адгезия способствует поддержанию контакта между наконечником и образцом, хотя теперь действует отрицательная (растягивающая) нагрузка. В конечном итоге наконечник проходит через точку максимальной адгезии (g).

В этом положении сила притяжения между наконечником и образцом начинает уменьшаться, и, в принципе, происходит уменьшение и отклонение кантилевера. Однако вблизи этой точки возникает точка нестабильности (h), где адгезионная связь нарушается. В случае слабого адгезионного взаимодействия и благодаря исключительно Ван-дер-ваальскому взаимодействию в жидкости, этот момент наступит, когда жесткость кантилевера превысит градиент силы взаимодействия наконечника – образец, и наконечник резко выйдет из контакта с образцом, как показано на диаграмме (g)-(h).

Однако для более сильного адгезионного контакта: твердое тело-твердое тело, ситуация отличается от представленной от представленной выше. Под нестабильностью может подразумевается образование трещин. Разлом возникает вследствие существования на краю контактной зоны высоких растягивающих напряжений, превышающих прочность связей. Следовательно, оттягивание произойдет в точке (g). Различие в зазоре между наконечником и образцом между точками (g) и (h), как показано на графике, чисто схематичное, и на практике флуктуации вследствие вибраций приводят к появлению нестабильности на этапе оттягивания перед тем, как удается обнаружить снижение силы. Результирующее изменение релаксации силы обычно называется сила взаимодействия. Заметим, что силы и расстояния не описываются в одном масштабе; в частности, притягивающее взаимодействие более сильное по сравнению с тем, которое часто появляется в случае инертных, нейтральных поверхностей.

Соотношение сила, воздействующая на кантилевер, – перемещение может быть измерение при любом расположении кантилевера относительно образца или при серии измерений в исследуемой области поверхности. Это методика позволяет производить с пространственным разрешением измерение адгезии, коррелирующее с другими свойствами образца, такими как трение, химическое покрытие, другие виды гетерогенности материала.

Чтобы, используя ACM, получить объективную информацию об адгезионой силе между парой зонд – образец, важно понимать природу механической неустойчивости при схлопывании (скачкообразном защелкивании) и оттягивании поверхности и зонда. Фундаментально важным для понимания этого процесса является то, что сила, возникающая при оттягивании, не является силой адгезионных связей. Другими словами, она не является прямой мерой реальных адгезионных сил, действующих между зондом и образцом в отсутствии приложения нагрузки.

Когда для работы используется податливая (т.е. гибкая) пружина или консоль в ACM, метод исследования в общем случае называется методом «с контролируемой нагрузкой», поскольку нагрузка может заранее выбрана, но реальное перемещение зонда по отношению к образцу не может быть предварительно определено (иллюстрируется скачком при перемещении во время защелкивания-схлопывания или оттягивания).

В противоположность этому, методики «с контролируемым перемещением» позволяют избежать такую нестабильность посредством эффективного устранения податливости пружины. Как следствие, непосредственно измеряется взаимодействие наконечник – образец. Такой подход при исследовании адгезионного эффекта методом механического тестирования использовался десятилетиями, причем сканирующие датчики с контролируемым перемещением за последние десять лет были существенно улучшены. Это улучшение достигнуто посредством перемещения наконечника с помощью прямого приложения силы непосредственно к нему. Так например, возможно использовать магнитное покрытие на наконечнике и внешние катушки для приложения к нему контролируемых усилий. Такой прибор получил название «микроскоп с контролируемой силой». Можно электростатически контролировать усилие и такой инструмент называется «микроскопом межповерхностных сил» (МПС).

МПС позволяет измерять и строить кривую кривую полной силы взаимодействия без появления нестабильностей. Таким образом, обеспечивается прямое измерение минимальной силы взаимодействия (также как и сил при всех остальных зазорах между наконечником и образцом), что по сравнению с аналогами является более надежным средством измерения адгезии. Недостаток этой техники заключается в первую очередь в ее неудобствах: при изготовлении зондов требуется дополнительные этапы и процезионная управляющая электроника. Однако, учитывая важность для науки и технологии адгезии на наноуровне, получаемая информация делает оправданным приложение дополнительных усилий при отработке этих методик.

Неустойчивость при оттягивании может появиться даже в экспериментах с контролируемым перемещением. В этом случае неустойчивость является «внутренней», в соответствии с чем градиент силы адгезии противодействует собственной жесткости контакта. Такое поведение, как правило, могут демонстрировать адгезионные материалы с низкой жесткостью, например, полимеры.

Другой путь, позволяющий избежать подобную неустойчивость при техническом использовании устройств и фактически улучшить чувствительность определения силы, - использование динамических режимов технологий ACM. В этом случае инерция кантилевера, приведенного в состояние резонанса или близкое к нему, предотвращает возникновение состояний неустойчивости. Изменение резонансной частоты консоли измеряется с высокой точностью и может быть соотнесено с интегралом силы, которая действует на наконечник во время колебательного цикла. Таким образом, кривая сила – перемещение строится с помощью интерполяции данных. Неопределенность может быть представлена интерполяционной схемой, поскольку значительное притяжение ощущается лишь в самой нижней точке цикла колебаний наконечника. Комбинирование малых колебаний и высокой чувствительности определения силы позволяет избежать эту проблему.

В итоге сила, возникающая при оттягивании, может продемонстрировать временную зависимость, которая возникает из-за кинетических эффектов, возникающих вследствие адсорбции или реакции взаимодействия материалов. Эти режимы относительно не исследованы, но с уверенностью можно сказать, что для сравнения результатов измерений адгезии в различных лабораториях необходимо представлять в публикуемых статьях данные о скорости сближения и удаления наконечника от образца, также как и времени контакта. Таким образом, количественные и надежные результаты исследования адгезии требуют внимательного подхода и понимания механизма контакта и параметров кантилевера. Для экспериментов с ACM, где появляются состояния неустойчивости, можно сделать заключения о том, что возникающая при оттягивании сила является хорошей мерой адгезии только в том случае, когда материалы полностью упругие, со слабым или полностью отсутствующим вязкоупругим эффектом, поверхность взаимодействия химически стабильна, жесткость консоли достаточно низка по сравнению с градиентом силы адгезии, контактная жесткость значительно выше по сравнению с градиентом силы адгезии. В противном случае требуется более тщательное исследование.

3.8. Проблемы с которыми сталкивается АСМ

Некоторые неотъемлемые проблемы при работе с ACM очевидны при анализе силы взаимодействия между зондом и образцом (рис. 3.26). Сила взаимодействия между зондом и образцом имеет компоненты дальне- и близкодействия и не является монотонной.

Если зонд установлен на мягком кантилевере, то начальная сила притяжения между зондом и образцом могут вызвать внезапный контакт при сближении зонда к образцу. Это так называемый переход на контакт. Такая нестабильность возникает в квазистатическом режиме при условии:

$$k < \max\left(\frac{\partial^2 V_{ts}}{\partial z^2}\right) = k_{ts}^{max} \,.$$

где k – коэффициент упругости кантилевера, V_{ts} – потенциальная энергия между зондом и поверхностью.



Можно избежать перехода на контакт, используя режим генерации при достаточно большой амплитуде *A*:

$$kA > max (-F_{ts})$$

Если возникает гистерезис в зависимости проекции силы взаимодействия между зондом и образцом на ось $z - F_{ts}(z)$, энергия E_{ts} должна поступать к кантилеверу во время каждого периода колебаний. Если потери этой энергии велики по сравнению с потерями собственной энергии кантилевера, то контроль амлитуды может усложниться. В таком случае дополнительным условием для k и A будет:

$$\frac{kA^2}{2} \ge \frac{E_{ts}Q}{2\pi}.$$

где *Q* – добротность кантилевера.

Сила, возникающая между зондом и образцом, реально состоит из разных сил: электростатических, магнитных, сил Ван-дер-Ваальса и химических сил. Все эти силы, за исключением химических сил, содержат компоненты сил большого радиуса действия, которые маскируют компоненты атомной силы. Для того чтобы ACM мог работать с атомным разрешением, желательно избавиться от влияния сил большого радиуса действия и измерять только те компоненты силы, которые изменяются на уровне атомов. При работе со статическим ACM различать силы большого и малого радиуса действия невозможно, но возможно усиливать влияние сил короткого диапазона действия при работе с динамическим ACM, выбрав подходящую амплитуду колебаний кантилевера *А*.

Измерение отклонений кантилевера подвержено шуму, особенно на низких частотах ($1/\omega$ шум). Эта проблема особенно часто встречается при работе со статическим ACM. При работе с динамическим ACM можно легко устранить низкочастотный шум в сигнале изображения при помощи полосового фильтра со средней частотой, примерно равной собственной частоте кантилевера ω_0 .

Сила, возникающая между зондом и образцом, не является монотонной. В общих чертах, она представляет собой силу притяжения для больших расстояний, при уменьшении расстояния между зондом и образцом она переходит в силу отталкивания (рис. 3.26). Стабильная обратная связь возможна только для монотонной части кривой силы.

Изменение амплитуды в режиме AM не происходит одновременно с изменением взаимодействия зонда с образцом, а за время $\tau_{AM} \approx 2Q/\omega_0$. Вследствие чего работа в режиме AM происходит медленно для кантилевера с высокой добротностью. Однако использование высокого коэффициента добротности сокращает шум. Альбрехт и его коллеги нашли способ совмещения преимуществ высокого коэффициента добротности и высокой скорости, придумав режим частотной модуляции (ЧМ), при котором изменение собственной частоты происходит за время $\tau_{FM} \approx 1/\omega_0$. В ЧМ-АСМ кантилевер с собственной частотой ω_0 и коэффициентом упругости *k* контролируется обратной связью так, что он колеблется с постоянной амплитудой.

Режим ЧМ помогает частично справится с проблемами ACM. Благодаря использованию режима ЧМ значительно улучшилось разрешение, и, в итоге, работая в условиях вакуума и сократив расстояние между зондом и образцом, было достигнуто атомное разрешение. Однако немонотонный сигнал изображения ACM остается сложностью для ЧМ-ACM.

Показатели уровня шума и скорости визуализации были улучшены по сравнению с технологией амплитудной модуляции. Получение атомного разрешения для поверхности кремния типа Si (111)-7x7 стало очень важным шагом в развитии C3M, в 1994 г.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учеб. пособие / В.Л. Миронов. - М.: Техносфера, 2009. – 144 с.

2. Справочник Шпрингера по нанотехнологиям : в 3-х т. / под ред. Б. Бхушана ; пер. с англ. под общ. ред. А. Н. Саурова. – М. : Техносфера, 2010. -Т. 2. - 1040 с.

3. Ковшов, А.Н. Основы нанотехнологии в технике : учеб. пособие для

ВУЗов / А.Н. Ковшов, Ю.Ф. Назаров, И.М. Ибрагимов. - М.: Академия, 2009. - 240 с.

4. Лозовский, С.В. Нанотехнология в электронике. Введение в специальность : учеб. пособие для вузов по специальности 210601 "Нанотехнология в электронике" / В. Н. Лозовский, Г. С. Константинова, С. В. Лозовский. - 2-е изд., испр. - СПб.: Лань, 2008. - 327 с.

5. Старостин, В.В. Материалы и методы нанотехнологий : учеб. пособие / В. В. Старостин ; под ред. Л. Н. Патрикеева. - 2-е изд. - М.: БИНОМ. Лаб. знаний, 2008. - 431 с.