



**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМ. Н.Э. БАУМАНА**

Учебное пособие

С.Д. КАРПУХИН, Ю.А. БЫКОВ

АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Под редакцией Ю.А. Быкова

Рекомендовано редсоветом МГТУ им. Н.Э. Баумана в качестве
учебного пособия по дисциплине
"Современные методы исследования структуры материалов"

Москва

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана

2012

В пособии представлены физические основы атомно-силовой микроскопии, режимы работы и описание отдельных узлов атомно-силового микроскопа. Рассмотрены технические возможности, особенности конструкции и требования к образцам зондовых микроскопов СММ-2000 и НаноСкан.

Предназначено для студентов специальности «Материаловедение в машиностроении» и слушателей Межотраслевого института повышения квалификации кадров по новым направлениям развития техники и технологии МГТУ им. Н.Э. Баумана, а также для студентов, специализирующихся в области разработки нанотехнологий, наноструктурированных материалов и прецизионной оценки состояния поверхности изделий.

ВВЕДЕНИЕ

Атомно-силовая микроскопия – это один из методов получения трёхмерного изображения поверхности материала с высоким разрешением вплоть до атомного, который относится к методам зондовой сканирующей микроскопии (Scanning Probe Microscopy - SPM).

Общим у этих методов является наличие зонда (чаще всего это хорошо заостренная игла (остриё) с радиусом при вершине ~ 10 нм) и сканирующего механизма (сканера), способного перемещать зонд над поверхностью образца в трёх измерениях. Обычно сканер имеет несколько ступеней регулирования положения зонда относительно образца с различной точностью и скоростью. Тонкое сканирование реализуют с точностью в сотые доли нанометра.

Все известные в настоящее время методы SPM можно разбить (весьма условно) на три большие группы:

- сканирующая туннельная микроскопия (Scanning Tunneling Microscopy - STM). В этом методе между электропроводящим зондом и образцом прикладывают небольшое напряжение ($\sim 0,01 \dots 10$ В) и регистрируют возникающий в зазоре туннельный ток, зависящий от свойств и конфигурации атомов на исследуемой поверхности образца. Именно за создание этого прибора, который стал первым в группе зондовых микроскопов, Герду Биннингу (G. Binnig) и Генриху Рореру (H. Rohrer) в 1986 году была присуждена Нобелевская премия;

- атомно-силовая микроскопия (Atomic Force Microscopy - AFM). В этом методе регистрируют силы взаимодействия кончика зонда с исследуемой поверхностью. Зонд расположен на конце консольной балки с известной жесткостью, способной упруго изгибаться под действием небольших молекулярных (Ван-дер-Ваальсовых) сил, возникающих между исследуемой поверхностью и вершиной зонда. Величина упругой деформации консоли зависит от рельефа поверхности образца. Атомно-силовой микроскоп был изобретён в 1986 году Гердом Биннингом, Кэлвином Куэйтом (C. Quate) и Кристофером Гербером (Ch. Gerber);

- ближнепольная оптическая микроскопия (Scanning Nearfield Optic Microscopy - SNOM). Зондом в этом случае является оптический волновод (световолокно), сужающийся на конце, который обращен к образцу, до диаметра меньше длины волны света. В этих условиях световая волна не выходит из волновода на большое расстояние, а лишь слегка «вываливается» из его кончика. На другом конце волновода установлены лазер и фотоприемник отраженного от свободного торца света. При малом расстоянии между исследуемой поверхностью и кончиком зонда амплитуда и фаза отраженной световой волны меняются, что и служит сигналом, используемым при построении рельефа поверхности.

Следует заметить, что все способы зондовой микроскопии строят изображение исследуемой поверхности на мониторе компьютера при поддержке мощных специализированных программ, фильтрующих, обрабатывающих и корректирующих сигнал с зонда в соответствии с поставленными задачами исследования. Поэтому к полученному трехмерному изображению поверхности необходимо относиться как к условному образу, несущему количественную информацию о физических, химических, топологических и других локальных особенностях поверхности.

В лучших модификациях вакуумных зондовых микроскопов достигается атомное разрешение. Зондовыми методами можно исследовать самые разнообразные материалы: проводящие, диэлектрические, биологические и другие без существенного повреждения объекта и трудоемкой подготовки его поверхности. Они могут использоваться для локального определения атомных конфигураций, магнитных, электрических, тепловых, химических и других свойств поверхности. Поэтому сканирующая зондовая микроскопия получила широкое распространение в последние годы.

Несмотря на то, что сканирующая туннельная микроскопия имеет несколько большую историю, чем атомно-силовая микроскопия, последняя явно теснит первую вследствие, прежде всего, возможности исследования поверхности любых материалов, а не только проводящих.

1. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Работа атомно-силового микроскопа (АСМ) основана на использовании сил межатомного взаимодействия, возникающих в процессе сканирования между атомами поверхности исследуемого образца и атомами кантилевера, представляющего собой упругую консоль с основанием служащим для крепления на одном конце и острым зондом на другом (рис. 1).

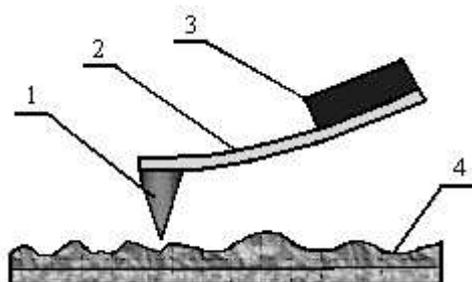


Рис. 1. Схематическое изображение кантилевера: 1 – зонд, 2 – консоль, 3 – основание, 4 – поверхность образца

При сканировании в результате взаимодействия зонда с поверхностью образца консоль кантилевера отклоняется от равновесного положения в ту или иную сторону в зависимости от рельефа, величина этого отклонения регистрируется системой детектирования, которая посылает в систему управления сигнал, пропорциональной величине отклонения. Система управления перемещает образец в вертикальном направлении таким образом, чтобы вернуть систему образец-зонд в равновесное положение. Одновременно перемещения зонда регистрируют и в дальнейшем интерпретируют как рельеф поверхности.

Поскольку измерение рельефа поверхности проводят за счёт силового взаимодействия, то электрическая проводимость образцов никакой роли не играет.

На рис. 2 представлена кривая зависимости силы межатомного взаимодействия F от расстояния между атомами зонда и поверхности образца R .

Правый край кривой характеризует ситуацию, когда атомы зонда и поверхности разделены большим расстоянием. По мере приближения зонда к образцу они сначала слабо, а затем всё сильнее притягиваются друг к другу

благодаря наличию притягивающих сил (сил Ван-дер-Ваальса). Сила притяжения будет возрастать до тех пор, пока атомы зонда и образца не сблизятся настолько, что их электронные оболочки начнут перекрываться, что приведёт к появлению отталкивающей электростатической силы. При дальнейшем уменьшении межатомного расстояния электростатическое отталкивание экспоненциально возрастает и ослабляет силу притяжения. Эти силы уравниваются при расстоянии между атомами около 0,2 нм.

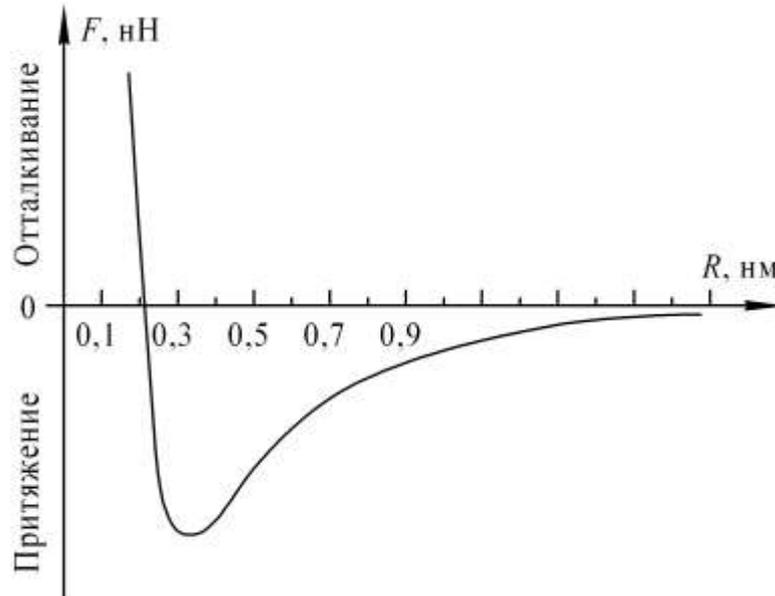


Рис. 2. Зависимость силы взаимодействия между атомами зонда и образца от расстояния

На взаимодействие зонда с поверхностью большое влияние оказывает наличие адсорбционного слоя на поверхности образца. При проведении исследований на воздухе поверхность, в зависимости от свойств материала образца, может покрываться слоем атомов. Этот слой, как правило, состоит из различных компонентов воздуха, в том числе воды, а также из веществ, которые попадают на поверхность образца в процессе изготовления или транспортировки в камеру атомно-силового микроскопа. Толщина слоя может меняться в широких пределах (от нескольких до десятков нм) и значительно влияет на разрешающую способность микроскопа. При подведении зонда к поверхности образца в момент соприкосновения зонда с адсорбционным слоем возникает дополнительная притягивающая составляющая силы вследствие капиллярного притяжения. Эффект капиллярного притяжения также

проявляется при отведении образца. В этих условиях на экспериментальной кривой $F(R)$ может иметь место гистерезис, обусловленный тем, что при одном и том же расстоянии R сила взаимодействия зонда и образца оказывается различной при приближении зонда или его удалении. В таких случаях проведение исследований затрудняется.

Характер взаимодействия зонда и адсорбционного слоя сильно зависит от формы острия зонда. Силы капиллярного взаимодействия сильнее проявляются в случае использования зондов с большим радиусом закругления острия вследствие большей площади контакта с адсорбционным слоем.

Материал образца также оказывает большое влияние на характер сил взаимодействия между зондом и поверхностью. Образцы с малой жёсткостью могут деформироваться в области контакта в процессе движения зонда над поверхностью образца - сканирования. Кроме того, различные материалы имеют разные константы адсорбции и склонность к образованию адсорбционного слоя. Некоторые материалы склонны накапливать статическое электричество, которое также может оказывать значительное влияние на зависимость $F(R)$.

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

Получение изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли кантилевера. В настоящее время существует большое количество методов регистрации изгиба и параметров колебаний зонда. Наиболее распространены оптические методы (рис. 3).

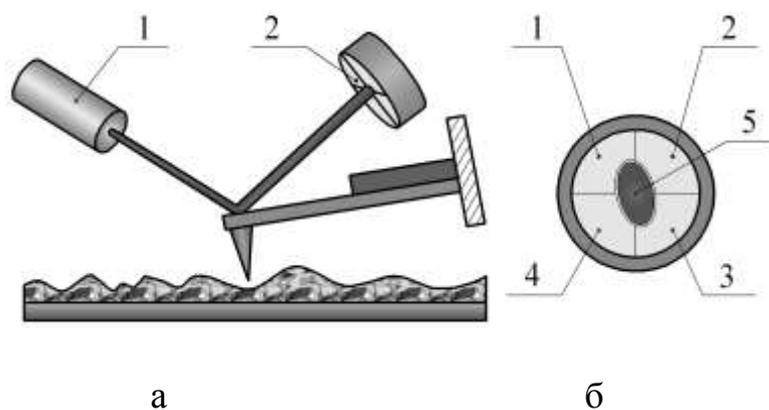


Рис. 3. а - схема оптической регистрации изгиба консоли кантилевера: 1 - лазер, 2 – фотодиод; б – схема фотодиода: 1, 2, 3, 4 – секции фотодиода, 5 – пятно пучка лазера

Оптическую систему АСМ юстируют таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли датчика, а отражённый пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприёмника. В качестве позиционно-чувствительных фотоприёмников применяют четырёх-секционные полупроводниковые фотодиоды. Основные регистрируемые оптической системой параметры – это величина деформации изгиба консоли под действием нормальной составляющей сил притяжения или отталкивания и величина деформации кручения под действием касательных составляющих сил взаимодействия зонда с поверхностью. Отражённый пучок лазера смещается из центра фотодиода и создаёт разность токов ΔI с различных секций фотодиода, которая пропорциональна изгибу консоли. Рассчитав этот изгиб и, зная жёсткость консоли, можно определить силы, действующие между зондом и поверхностью, а также относительную высоту рельефа поверхности (z -координату) в точке контакта.

Для измерения высоты рельефа поверхности в других точках зонд сканирует поверхность. При этом величина ΔI используется в качестве входного параметра в петле обратной связи АСМ (рис. 4). Если система обратной связи должна обеспечивать $\Delta I = \text{const}$, то необходимо за счёт перемещения образца по z -координате поддерживать постоянной величину изгиба консоли $\Delta z = \text{const}$.

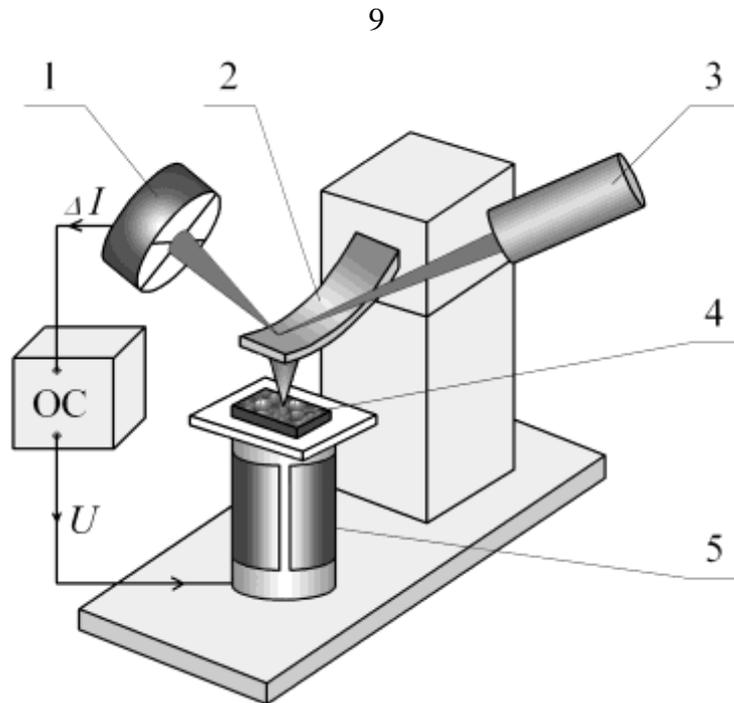


Рис. 4. Схема обратной связи в атомно-силовом микроскопе:

1 - фотодиод, 2 – консоль кантилевера, 3 – лазер, 4 - образец, 5 – сканер, ОС – блок обратной связи, ΔI – входной параметр, который блок обратной связи поддерживает постоянным, разность токов с различных секций фотодиода, U – выходной параметр блока обратной связи, напряжение прикладываемое к пьезодвигателю сканера для перемещения образца по z-координате

При сканировании образца в режиме $\Delta z = \text{const}$ зонд перемещают вдоль поверхности, при этом величину перемещения образца по z-координате записывают в память компьютера в качестве рельефа поверхности $Z = f(X, Y)$. Высокая чувствительность зондов и разрешение регистрирующих устройств позволяет АСМ контролировать силы от 10^{-6} до 10^{-12} Н, что принципиально отличает их от обычных профилометров. В настоящее время реализованы конструкции высоковакуумных АСМ, позволяющие получать атомное разрешение при исследовании поверхности образца.

2. РЕЖИМЫ РАБОТЫ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА

Режимы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ классифицируют по двум критериям: первый - механическое состояние кантилевера; второй - направление действия силы межатомного взаимодействия.

По первому критерию режимы работы АСМ можно разбить на две большие группы: **статические и динамические** (вибрационные, колебательные). Если в консоли кантилевера АСМ возбуждают вынужденные колебания, при которых зонд колеблется в направлении нормали к поверхности образца с некоторой частотой, то такой режим называют динамическим, в противном случае – статическим.

По второму критерию режимы работы АСМ можно разбить на две большие группы: **контактные и бесконтактные**. При контактном режиме АСМ регистрирует отталкивающие силы межатомного взаимодействия, при бесконтактном – притягивающие (рис. 5).

В некоторых источниках информации эти режимы называют модами.

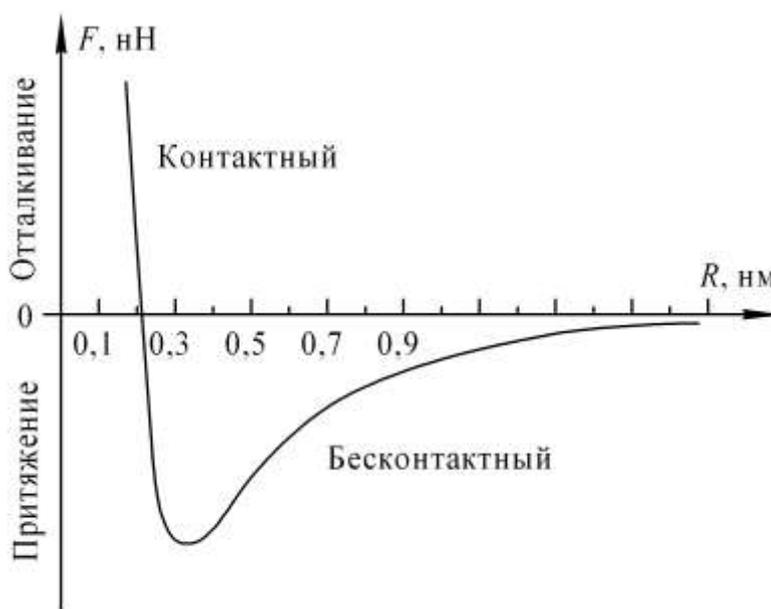


Рис. 5. Режимы работы АСМ на кривой зависимости силы взаимодействия между атомами зонда и образца от расстояния

2.1. Статический режим

В статических режимах силы взаимодействия между атомами зонда и поверхности образца вызывают отклонение консоли кантилевера, упруго изгибая её. В процессе сканирования образца при движении зонда над поверхностью образца АСМ измеряет величину изгиба консоли, формируя набор данных о рельефе поверхности одним из двух способов.

В первом, называемом **методом постоянной высоты**, данные об изменениях положения консоли могут быть непосредственно использованы для формирования рельефа поверхности. Под постоянной высотой здесь понимают неизменность расстояния между основанием кантилевера и поверхностью образца.

Во втором, который называют **методом постоянной силы**, отклонение консоли кантилевера используют в качестве входного параметра для системы обратной связи, которая поддерживает величину этого отклонения постоянной.

Метод постоянной силы

При использовании метода постоянной силы ($F_z = \text{const}$) система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера в процессе сканирования, а, следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом за счёт вертикальных - по оси Z - перемещений сканера с образцом (рис.6). Таким образом, вертикальные смещения сканера отражают рельеф поверхности образца.

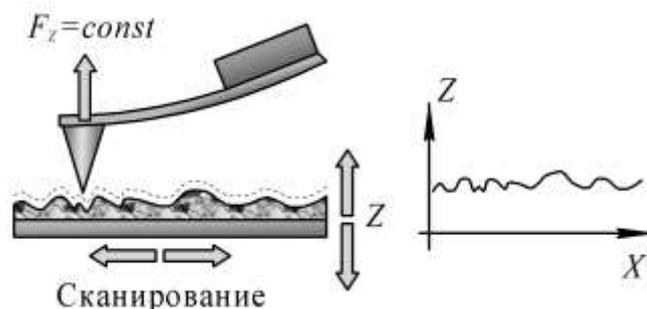


Рис. 6. Схема формирования изображения рельефа поверхности при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

Режим постоянной силы предпочтителен в большинстве случаев. Хотя скорость сканирования при этом ограничена скоростью реакции системы обратной связи, но общее воздействие, оказываемое на образец зондом, хорошо контролируется и, поэтому вероятность ударного взаимодействия зонда с поверхностью образца, по сравнению с методом постоянной высоты, намного меньше.

Метод постоянной высоты

В этом случае основание кантилевера при сканировании поддерживают на некоторой постоянной высоте Z_{cp} над поверхностью образца (рис. 7). При этом в каждой точке регистрируют изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. Таким образом, отклонение зонда с консолью отражает рельеф поверхности образца. В этом режиме сканирование происходит с отключённой обратной связью. Метод постоянной высоты применяют только при исследовании образцов с малыми, менее 1 нм, перепадами высот рельефа, а также для наблюдения в реальном масштабе времени изменений поверхности под действием быстро протекающих процессов, когда необходима высокая скорость сканирования.

Основным достоинством метода постоянной высоты является высокая скорость сканирования, которую ограничивают только резонансные свойства кантилевера.

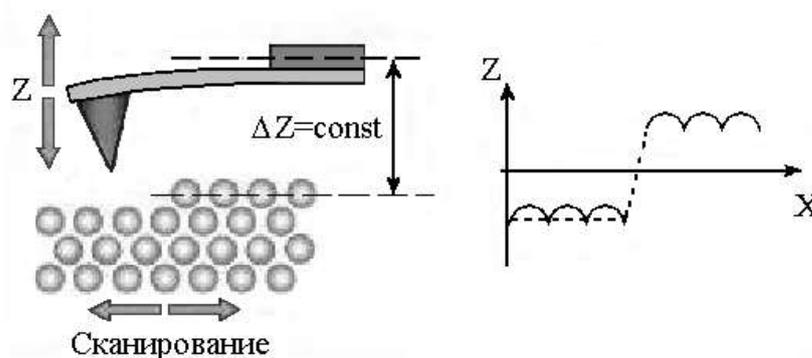


Рис. 7. Схема формирования изображения рельефа поверхности при постоянном расстоянии между основанием кантилевера и поверхностью образца

2.2. Динамический режим

В динамическом режиме специальное устройство АСМ создаёт вертикальные механические колебания консоли кантилевера с частотой близкой к резонансной в пределах 30...300 кГц, с амплитудой несколько нанометров. Величина резонансной частоты зависит от прикладываемой внешней силы, и поэтому в процессе приближения зонда к поверхности образца эта величина изменяется, поскольку при этом изменяется величина Ван-дер-Ваальсовой силы (рис. 2). Когда колеблющийся зонд приближается к поверхности образца, возникающая притягивающая сила увеличивает амплитуду упругих колебаний консоли и уменьшает величину резонансной частоты. При дальнейшем приближении зонда возникает отталкивающая сила, которая изменяет характеристики механических колебаний консоли в обратную сторону.

В процессе сканирования образца в динамическом режиме система обратной связи АСМ передвигает сканер с образцом вверх и вниз, сохраняя постоянной либо амплитуду, либо резонансную частоту консоли, что позволяет поддерживать постоянным среднее расстояние между зондом и поверхностью. Как и при работе в статическом режиме постоянной силы, данные о передвижениях сканера используют для формирования рельефа поверхности.

Для получения изображений рельефа поверхности образца можно использовать не только данные о перемещении сканера, но и данные об изменении в процессе сканирования амплитуды или частоты колебаний консоли. В случае регистрации изменений амплитуды или частоты появляется возможность оценки относительной величины и распределения упругих свойств по поверхности образца.

Из динамических режимов наиболее часто применяют бесконтактный динамический режим и режим обстукивания поверхности, известный также как полуконтактный динамический режим.

2.3. Контактный режим

При контактном режиме, осуществляемом при действии отталкивающих сил межатомного взаимодействия, зонд кантилевера АСМ вступает в мягкий "физический контакт" с поверхностью образца.

Кривая межатомного взаимодействия в области отталкивания круто возрастает (рис. 5). Это означает, что отталкивающая сила способна уравновесить практически любую силу, которая пытается сблизить атомы зонда и образца друг с другом. То есть, если консоль кантилевера прижимает зонд к поверхности, то консоль скорее изогнётся, чем ей удастся приблизить зонд к атомам образца. Даже если изготовить очень жёсткую консоль и приложить к ней огромную силу, межатомное расстояние между зондом и атомами образца уменьшится незначительно. Вероятнее всего при этом произойдёт деформация поверхности образца.

В контактном режиме отталкивающая сила межатомного взаимодействия должна быть уравновешена другими силами: капиллярной или изгибной (консольной).

Капиллярная сила возникает, когда адсорбированная на поверхности влага поднимается вокруг зонда и обволакивает его. Оказывая на зонд сильное притягивающее воздействие (около 10^{-8} Н), она удерживает его в контакте с поверхностью. Поскольку расстояние между зондом и образцом фактически не меняется, и слой влаги на поверхности образца достаточно однороден, то капиллярная сила постоянна.

Величина и знак изгибной силы зависят от отклонения консоли и её жёсткости. Изгибная сила, в отличие от капиллярной, является переменной. Общую нагрузку на поверхность образца составляет сумма капиллярной и изгибной сил. Величина этой суммарной силы варьируется от 10^{-8} Н до более типичного рабочего диапазона в пределах $10^{-7} \dots 10^{-6}$ Н.

Недостаток контактных режимов – непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью, что может привести к поломке зонда или разрушению поверхности мягких объектов. При исследовании мягких

материалов (подобно полимерам, биологическим объектам, цветным металлическим материалам и т.д.) они могут разрушаться (процарапываться), при исследовании материалов, состоящих из нескольких разных по твёрдости фаз, локальный прогиб поверхности образца меняется в процессе сканирования, что приводит к искажениям получаемого рельефа поверхности.

2.4. Бесконтактный режим

В бесконтактном режиме АСМ отслеживает притягивающие Ван-дер-Ваальсовы силы между зондом кантилевера и поверхностью образца. Зазор между зондом и поверхностью обычно составляет 5...10 нм. На таком расстоянии электронные орбитали атомов зонда начинают синхронизироваться с электронными орбиталями атомов образца. В результате чего возникает слабое притяжение атомов зонда и образца. Из рис. 5 видно, что в области бесконтактного режима работы АСМ кривая Ван-дер-Ваальсовых сил более пологая, чем в контактной. Это обеспечивает меньшие отклонения консоли кантилевера при изменении величины зазора между зондом и образцом. В то же время здесь необходимо использовать более жёсткую консоль, чтобы исключить прилипание зонда к поверхности образца в случае приближения к ней на достаточно малое расстояние. Однако жёсткая консоль в ответ на малые силы отклоняется меньше, чем мягкая. Поэтому для бесконтактного АСМ должна быть использована более чувствительная схема детектирования. В бесконтактном режиме работы АСМ суммарная сила, возникающая между зондом и образцом, небольшая, обычно около 10^{-12} Н, что весьма полезно при исследовании мягких и упругих образцов.

Изображения жёстких образцов, полученные в контактном и бесконтактном режимах, могут выглядеть одинаково. Однако если на поверхности жёсткого образца лежат, например, несколько монослоёв конденсированной влаги, то эти изображения могут значительно различаться. Зонд при работе АСМ в контактном режиме будет проникать через слой жидкости, отображая непосредственно рельеф поверхности, тогда как зонд при работе АСМ в бесконтактном режиме будет давать изображение рельефа поверхности влаги.

Обычно бесконтактный режим сочетают с динамическим.

2.5. Бесконтактный динамический режим

В 1995 г. был предложен бесконтактный динамический режим, позволивший достичь истинно атомного разрешения и снизить нагрузку на кончик зонда и исследуемую поверхность. Этот режим реализуют путём измерения параметров собственных колебаний консоли кантилевера (резонансной частоты, сдвига фазы между приложенной возбуждающей силой и смещением консоли), зонд которого находится достаточно далеко от поверхности (единицы - десятки нанометров) и взаимодействует с ней посредством дальнодействующих сил Ван-дер-Ваальса (рис. 5).

При бесконтактном динамическом режиме консоль кантилевера совершает вынужденные колебания по нормали к поверхности образца с малой амплитудой порядка 1 нм. При приближении зонда к поверхности на кантилевер начинает действовать дополнительная притягивающая сила со стороны образца. Наличие силы взаимодействия зонда с поверхностью образца приводит к изменению резонансной частоты колебаний консоли кантилевера и сдвига фазы колебаний. Один из этих параметров - резонансная частота колебаний или сдвиг фазы колебаний - можно использовать в качестве сигнала обратной связи при сканировании поверхности, а изменение другого – в качестве контрольного параметра при приближении колеблющегося зонда к образцу и началу сканирования поверхности в бесконтактном режиме.

Регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний консоли кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи.

2.6. Полуконтактный динамический режим

На практике чаще используют так называемый полуконтактный режим колебаний консоли кантилевера, иногда его называют прерывисто-контактный, а в иностранной литературе – "tapping mode" (мода обстукивания) или "intermittent contact" (прерывистый контакт).

Сущность полуконтактного режима заключается в том, что консоль с зондом раскачивают генератором механических колебаний (пьезокерамическим генератором, расположенном в месте крепления кантилевера, или магнитным полем), при этом основную часть периода колебаний зонд не взаимодействует с поверхностью. При касании зонда поверхности образца амплитуда и фаза колебаний консоли изменяются. Обычно консоль раскачивают на её резонансной частоте с амплитудой порядка 10...100 нм, а обратную связь поддерживают по амплитуде колебаний или по параметру отклонения фазы колебаний кантилевера относительно исходного сигнала.

Кантилевер подводят к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание зондом поверхности образца, что соответствует области отталкивания на графике зависимости силы межатомного взаимодействия от расстояния (рис. 2). Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически касается поверхности, то на изменение амплитуды и фазы колебаний консоли кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жёсткость поверхности.

Формирование изображения рельефа поверхности в режиме колебаний консоли кантилевера происходит следующим образом. Возбуждают колебания консоли на частоте ν близкой к резонансной с амплитудой A_ν . При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне A_0 ($A_0 < A_\nu$). Перемещение сканера с образцом по оси Z записывают в память компьютера в качестве изображения рельефа поверхности.

Одновременно при сканировании поверхности образца в каждой точке регистрируют изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывают в виде распределения фазового контраста, т.е. распределения значения упругости материала образца по площади поверхности сканирования.

Полуконтактный метод чувствителен к различным взаимодействиям зонда с поверхностью, что дает возможность в процессе сканирования измерять ряд характеристик поверхности, например, - распределение вязкости и упругости, электрических и магнитных доменов.

3. ОСОБЕННОСТИ КОНСТРУКЦИИ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА

3.1. Сканирующие элементы

Для работы атомно-силового микроскопа необходимо контролировать рабочее расстояние между зондом и образцом и осуществлять перемещение зонда в плоскости образца с высокой точностью, на уровне сотых долей нанометра. Эту задачу решают с помощью специальных манипуляторов – сканирующих элементов (сканеров). Сканеры изготавливают из пьезоэлектриков – материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезоэлектрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Широкое распространение получили сканеры из пьезокерамических материалов. Пьезокерамика представляет собой поляризованный поликристаллический материал, получаемый методами спекания порошков из кристаллических сегнетоэлектриков. Поляризация керамики производится следующим образом: керамику нагревают выше температуры Кюри (для большинства пьезокерамик это температура менее $300\text{ }^{\circ}\text{C}$), а затем медленно охлаждают в сильном электрическом поле. После остывания пьезокерамика имеет наведённую поляризацию и приобретает способность изменять свои размеры (увеличивать или уменьшать в зависимости от взаимного направления вектора поляризации и вектора внешнего электрического поля).

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьезоэлементы (рис. 8), которые представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов.

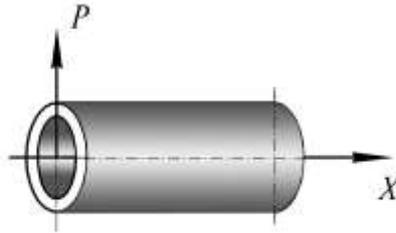


Рис. 8. Трубочатый пьезоэлемент:
 P – направление вектора поляризации материала,
 X – направление изменения размера пьезотрубки

Обычно электроды в виде тонких слоёв металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры. Абсолютное удлинение пьезотрубки равно

$$\Delta X = \kappa \cdot U \cdot l_0 / h, \quad (1)$$

где κ – пьезоэлектрический коэффициент материала, U – разность потенциалов между внутренним и внешним электродами, l_0 – длина пьезотрубки, h – толщина стенки пьезотрубки.

Таким образом, при одном и том же напряжении U удлинение трубки будет тем больше, чем больше её длина и чем меньше толщина её стенки.

На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используют сканеры, позволяющие перемещать объект в трёх координатах, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и схема расположения электродов представлены на рис. 9. Материал трубки имеет радиальное напряжение вектора поляризации.

Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделён 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 изги-

бу трубки в соответствующем направлении. Таким образом, осуществляется сканирование в плоскости XU . Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси Z . Таким образом, можно реализовать трёхкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы имеют часто более сложную конструкцию, однако, принцип их работы остаётся тем же самым.

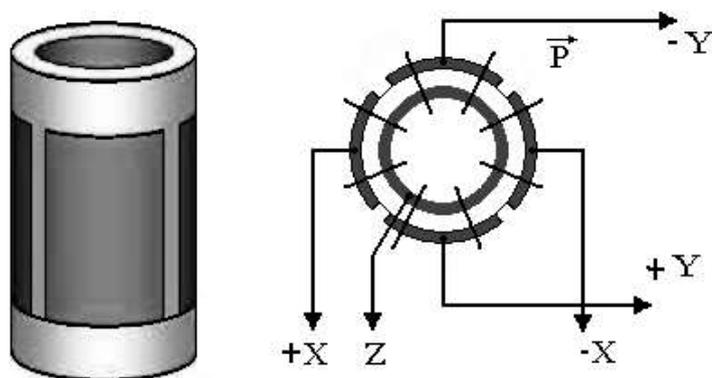


Рис. 9. Трубочатый пьезосканер:

P - направление поляризации материала,

X, Y, Z – оси координат, по которым происходит изменение размеров пьезотрубки при подачи напряжения на соответствующие секции трубки

Пьезокермики обладают некоторыми недостатками, отрицательно влияющими на работу сканера. Одним из главных недостатков является нелинейность пьезоэлектрических свойств, которая сказывается при высоком напряжении электрического поля. Поэтому для корректной работы сканирующих элементов используют управляющие поля в области линейности керамики.

Другим недостатком пьезокерамики является неоднозначность зависимости удлинения от направления изменения электрического поля (гистерезис). Это приводит к тому, что при одних и тех же управляющих напряжениях сканер из пьезокерамики оказывается в различных точках траектории в зависимости от направления движения. Для исключения искажений изображений, обусловленных гистерезисом пьезокерамики, регистрацию информации

при сканировании образцов производят только на одной из ветвей гистерезиса.

Для прецизионного автоматизированного сближения зонда и образца с целью образования рабочего промежутка микроскопа, для перемещения зонда и образца с целью выбора исследуемого участка поверхности, на котором начинает работать сканер, применяют также пьезосканеры или шаговые электродвигатели.

Шаговые электродвигатели 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. На практике применяются шаговые электродвигатели, имеющие от 100 до 400 шагов на один оборот ротора и в паре с механическим редуктором обеспечивающие точность позиционирования объекта порядка 0,25 мкм.

3.2. Кантилеверы

Зондирование поверхности в атомно-силовом микроскопе производится с помощью специальных зондовых датчиков – кантилеверов (cantilever), представляющих собой упругую консоль с острым зондом на конце (рис. 1). Кантилеверы изготавливают методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируют, в основном, из тонких слоёв кремния, оксида кремния (SiO_2) или нитрида кремния (Si_3N_4).

Один конец консоли жёстко закреплён на кремниевом основании – держателе. На другом конце консоли располагается собственно зонд в виде острой иглы. Радиус закругления современных зондов АСМ составляет 1...50 нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления. Угол при вершине зонда – 10...20°.

Важнейшими параметрами консоли кантилевера являются резонансная частота и коэффициент упругости (жёсткость), которые зависят от геометрических размеров и свойств материала, из которого изготовлен кантилевер.

Коэффициент жёсткости консолей k варьируется в диапазоне $10^{-3} \dots 10$ Н/м. Этот параметр определяет чувствительность кантилевера, т.е. соотношение между силой, действующей на зонд F и отклонением консоли кантилевера Z в соответствии с законом Гука:

$$F = -k \cdot Z \quad (2)$$

Обычно коэффициент жесткости консоли ($\sim 0,01 \dots 1$ Н/м) меньше характерных упругих констант исследуемого материала (~ 10 Н/м).

Типичные размеры консоли кантилеверов составляют: по длине $10 \dots 100$ мкм; по ширине $3 \dots 20$ мкм; по толщине $0,1 \dots 1$ мкм. При таких габаритах собственная частота изгибных колебаний консоли имеет величину от 100 кГц до единиц МГц, а чувствительность достигает фемтоньютон (10⁻¹⁵ Н). Ультратонкие монокристаллические кремниевые кантилеверы толщиной всего в 60 нм, изготовленные фирмой IBM, способны измерять силы величиной в несколько аттоньютон (10⁻¹⁸ Н).

В атомно-силовой микроскопии применяются, в основном, кантилеверы двух типов: с консолью в виде балки прямоугольного сечения и с треугольной консолью, образованной двумя балками, электронно-микроскопические изображения которых приведены на рис. 10.

Иногда кантилеверы АСМ имеют несколько консолей различной длины, а, значит, и различной жёсткости, на одном основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа.

Кантилеверы с консолью треугольного сечения имеют при тех же размерах большую жёсткость и, значит, более высокие резонансные частоты. Чаще всего их применяют в колебательных режимах работы АСМ. Изобра-

жение кантилеверов с треугольным сечением консоли представлены на рис. 10.

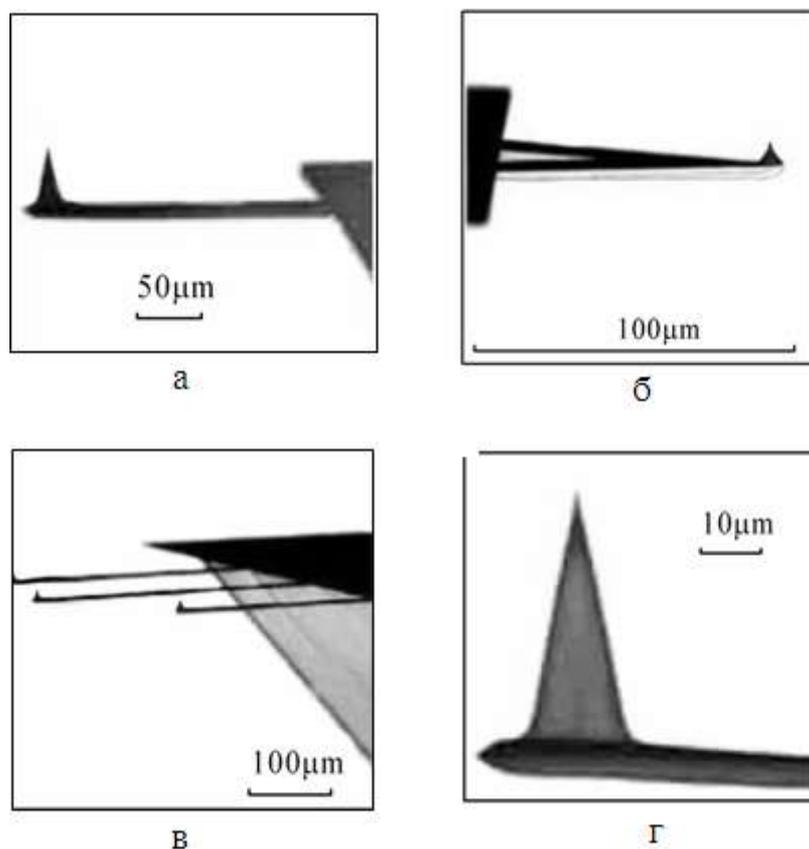


Рис. 10. Электронномикроскопические изображения:
 а) кантилевер с консолью прямоугольного сечения;
 б) кантилевер с консолью треугольного сечения;
 в) кантилевер с несколькими консолями разной длины на одном основании;
 г) зонд кантилевера

Чаще всего для изготовления кантилеверов используют пластины монокристаллического кремния ориентации (110). Изготовление кантилеверов представляет собой достаточно сложный технологический процесс, включающий в себя операции фотолитографии, ионной имплантации, химического и плазменного травления.

В результате данных технологических операций изготавливают целый набор кантилеверов на одной кремниевой пластине. Для улучшения отражательных свойств консоли кантилеверов с обратной стороны (по отношению к зонду) покрывают тонким слоем металла: Al или Au. Для проведения электрических измерений на зонд наносят проводящие покрытия из различных материалов: Au, Pt, Cr, Mo, Ti, W_2C и др. Зонды кантилеверов для исследова-

ния магнитных свойств поверхности материала покрывают тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

3.3. Защита атомно-силового микроскопа от внешних воздействий

Конструкция атомно-силового микроскопа представляет собой колебательную систему, имеющую целый набор собственных резонансных частот ω_1 . Внешние механические воздействия на частотах, совпадающих с ω_1 , вызывают явления резонанса в конструкции измерительных головок, что приводит к колебаниям зонда относительно образца, и воспринимается как паразитный периодический шум, искажающий и размывающий изображения поверхности образцов. С целью уменьшения влияния внешних вибраций измерительные головки изготавливают из массивных металлических деталей, имеющих высокие (около 100 кГц) резонансные частоты. Наименьшими резонансными частотами обладают входящие в измерительную головку сканирующие элементы АСМ. В конструкциях современных микроскопов идут на компромисс между величиной максимального поля обзора сканера (поля сканирования) и его резонансной частотой: чем больше поле сканирования, тем меньше резонансная частота сканера. Типичными для сканера являются частоты в диапазоне 10...100 кГц.

Для защиты приборов от внешних вибраций применяют различные типы виброизолирующих систем. Условно их разделяют на пассивные и активные. Основная идея, заложенная в пассивные системы, заключается в следующем. Амплитуда вынужденных колебаний механической системы быстро спадает при увеличении разницы между частотой возбуждающей силы ω_2 и собственной резонансной частотой системы ω_1 .

Поэтому внешние воздействия с частотами $\omega_2 \ll \omega_1$ практически не оказывают заметного влияния на колебательную систему. Следовательно, если поместить измерительную головку атомно-силового микроскопа на виброизолирующую платформу или упругий подвес, то на корпус микроскопа пройдут лишь внешние колебания с частотами, близкими к резонансной частоте виброизолирующей системы. Поскольку собственные частоты головок

АСМ составляют 10...100 кГц, то, выбирая резонансную частоту виброизолирующей системы достаточно низкой (порядка 5...10 Гц), можно весьма эффективно защитить прибор от внешних вибраций. 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:

$$\omega = \sqrt{\frac{k}{m}}, \quad (3)$$

где k - жёсткость пружины, m - масса виброизолирующей платформы вместе с АСМ головкой. Оценим параметры виброизолирующей системы, обеспечивающей подавление высокочастотных вибраций. Из условия равновесия следует, что

$$mg = k\Delta l, \quad (4)$$

где Δl - удлинение (или сжатие) упругого элемента, g - ускорение свободного падения. Тогда, используя формулу (3), для величины удлинения получаем:

$$\Delta l = \frac{gm}{k} = \frac{g}{\omega^2} = \frac{g}{(2\pi\gamma)^2} \cong \frac{0,25}{\gamma^2}, [\text{ м }] \quad (5)$$

Таким образом, для получения резонансной частоты виброизолирующей системы порядка 1 Гц необходимо, чтобы удлинение (или сжатие) упругого элемента составляло 250 мм. Проще всего такие удлинения можно реализовать с помощью пружинных или резиновых подвесов, что и делали авторы первого зондового (СТМ) микроскопа. Учитывая, что растяжение пружин может достигать 100%, для реализации резонансной частоты подвеса в 1 Гц длина упругого элемента должна составлять также 250 мм, а, следовательно, общий размер виброизолирующей системы составит 500 мм. Если же немного снизить требования к резонансной частоте, то можно добиться существенного уменьшения размеров виброизолирующей системы. Так, для реализации

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

Для защиты АСМ успешно применяют также активные системы подавления внешних вибраций. Такие устройства представляют собой электромеханические системы с отрицательной обратной связью, которая обеспечивает стабильное положение виброизолирующей платформы в пространстве

Ещё одним источником вибраций элементов конструкции АСМ являются акустические шумы различной природы. Особенностью акустических помех является то, что акустические волны непосредственно воздействуют на элементы конструкции головок АСМ и приводят к колебаниям зонда относительно поверхности образца. Для защиты АСМ от акустических шумов применяют различные защитные колпаки, позволяющие существенно снизить уровень акустической помехи в области рабочего пространства микроскопа. Наиболее эффективной защитой от акустических помех является размещение головки микроскопа в вакуумной камере.

Одной из важных проблем АСМ 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. Изменение температуры твёрдого тела приводит к возникновению термоупругих деформаций. Абсолютное удлинение элементов конструкции микроскопа может быть оценено исходя из следующих соотношений:

$$\Delta l = l_0 \cdot \alpha \cdot \Delta T, \quad (6)$$

где ΔT – приращение температуры, α – коэффициента теплового расширения, l_0 – длина элемента конструкции микроскопа.

Типичные значения коэффициентов расширения материалов составляют 10⁻⁵...10⁻⁶ град⁻¹. Таким образом, при нагреве тела длиной 10 см на 10⁰С его длина увеличивается на величину порядка 1 мкм. Такие

деформации весьма существенно влияют на работу микроскопа. Для уменьшения термодрейфа применяют термостатирование измерительных головок АСМ (выдержка после включения прибора, отсутствие близко расположенных внешних источников тепла и т.д.) или вводят в конструкцию головок термокомпенсирующие элементы.

4. СКАНИРУЮЩИЙ МУЛЬТИ-МИКРОСКОП СММ-2000

Изготовитель - ОАО "Завод ПРОТОН-МИЭТ", Россия. Прибор может работать как атомно-силовой микроскоп (АСМ) или как туннельный сканирующий микроскоп (СТМ).

Технические характеристики

Технические характеристики микроскопа СММ-2000:

разрешение - 0,03 нм по вертикали, по оси Z,
 0,3 нм по горизонтали в плоскости XY, в режиме СТМ,
 1 нм по горизонтали в плоскости XY, в режиме АСМ;
 поле сканирования - до 2 мкм по вертикали по оси Z,
 от 1x1 мкм до 15x15 мкм по горизонтали в плоскости XY;
 позиционирование зонда – до 3 мм по вертикали по оси Z,
 до 6x6 мм по горизонтали в плоскости XY;
 размеры головки микроскопа – длина 150 мм, ширина 150 мм, высота 100мм.

Атомно-силовой микроскоп работает в статическом контактном режиме по методу постоянной силы.

Сканирующий мульти-микроскоп СММ-2000 прошёл Государственные испытания и является зарегистрированным средством измерения РФ, и в Реестре Системы сертификации средств измерений имеет № 980080025.

Особенности конструкции

Микроскоп СММ-2000 состоит из тяжёлого (1,2 кг) литого латунного якоря, на котором собрана прецизионная кинематика микроскопа. Из-за высокой теплопроводности латуни на неё приходится небольшой перепад градиента температур, что в совокупности с центральной симметричностью якоря и всей конструкции микроскопа обеспечивает низкий температурный дрейф по осям X и Y (не более 1 нм/⁰С.). Жёсткость отлитого якоря и его небольшие размеры (50 мм по высоте) определяют высокую частоту его основного механического резонанса (8 кГц), что вместе со встроенной вибропод-

веской обеспечивает невосприимчивость микроскопа к внешним вибрациям и звуковым помехам. Частота колебаний якоря при внешних воздействиях на корпус микроскопа или стол, на котором он стоит, составляет всего 2 Гц.

Внутри к якорю прикреплен сканер, представляющий собой пьезотрубку с разделёнными X, Y и Z электродами и верхним фланцем, на котором расположен держатель с образцом. Сканер осуществляет сканирование поверхности образца зондом за счёт перемещения образца в плоскости XY и по вертикали Z. Кантилевер с зондом, находящийся сверху образца, подаёт по вертикали к поверхности образца также системой пьезодвигателей.

Общая потребляемая мощность всей электроники составляет всего 2 Вт, что позволило этому микроскопу быть первым в мире (2006 г.) сканирующим зондовым микроскопом, работающим от ноутбука.

Программное обеспечение

Программное обеспечение «Scan Master» микроскопа СММ 2000, кроме сканирования и двух-трёх – мерного просмотра кадров в редактируемых палитрах, производит практически все возможные виды обработки и анализа кадров и является наиболее полнофункциональным пакетом для зондовой микроскопии.

Описание всех функций обработки кадров (процентильная, медианная, матричная, конволюция, гауссовы и сдвиговые фильтры, междукадровая арифметика, сшивка кадров, спецфункции устранения наклона кадров и сбоев зонда, вычитания N-мерной функции подложки, вычленения мелких деталей и др.), а также всех видов анализа изображений (Фурье, полный морфологический, корреляционный, автокорреляционный, фрактальный, анализ параметров шероховатости, гистограмм высот и др.) – находится во встроенной контекстно-зависимой функции Help.

Кантилеверы

В микроскопе СММ-2000 могут применяться кантилеверы производства разных фирм, предназначенные для статического контактного режима. Лучше выбирать кантилеверы с длинными (более 200 мкм) и мягкими (нит-

рид кремния, жёсткость менее 0,05 Н/м) консолями. Разработчики микроскопа рекомендуют использовать кантилеверы фирмы Veeco, США (разработка фирмы Park Scientific, США) марки MSCT-AUHV (блок из 250 шт.) или MSCT-AUNM (блок из 25 шт.). Кантилеверы имеют пять консолей с одной стороны и одну консоль - с другой (рис. 11). Пять консолей разной длины дают возможность выбора нужной по жёсткости консоли. Чем жёстче консоль, тем зонд сильнее прижимается к образцу и точнее описывает его рельеф, но при этом возрастает возможность поломки кантилевера или царапания поверхности образца.

Характеристики кантилеверов MSCT-AU: высота зонда – 3 мкм, радиус острия зонда – 30...60 нм, толщина консоли – 0,6 мкм, ширина консоли – 20 мкм, длина (l) и жёсткость (k) консолей: А – l=180 мкм, k=0,05 Н/м; В - l=200 мкм, k=0,02 Н/м; С - l=320 мкм, k=0,01 Н/м; D - l=2200 мкм, k=0,03 Н/м; E - l=140 мкм, k=0,1 Н/м; F - l=85 мкм, k=0,5 Н/м.

Разработчики рекомендуют использовать консоли А, С и D , имеющие треугольное сечение и малую жёсткость. Консоль В имеет прямоугольное сечение и может закручиваться вдоль своей оси при попадании зонда на боковые склоны объектов, из-за чего изображение рельефа объектов искажается.

Консоли кантилевера ломаются редко. В основном это происходит по неосторожности оператора при установке кантилевера или при подводе кантилевера к образцу. Если образец имеет глубокие поры диаметром около 20...40 нм с острыми краями, то при сканирования в них может провалиться зонд, застрять и отломаться от консоли.

Основная же причина выхода из строя консоли – это налипание на зонд адсорбированного материала с поверхности образца, из-за чего радиус острия зонда увеличивается в десятки раз: от 30...60 нм до нескольких микрон. Получаемые при этом изображения рельефа поверхности имеют низкое разрешение. Промывка зонда в спирте или ацетоне ухудшает форму острия.

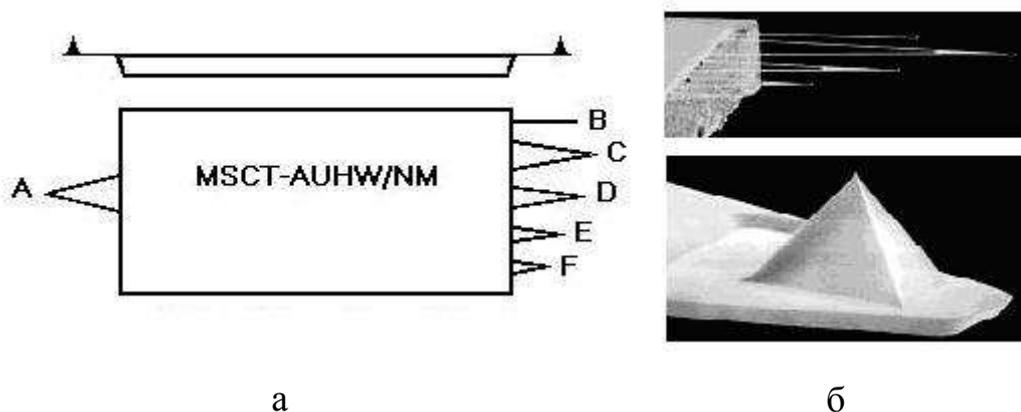


Рис. 11. Кантилевер MSCT-AU:

а – схема расположения консолей, А, С, D, E, А – консоли треугольного сечения, В – консоль прямоугольного сечения;
 б – электронномикроскопические изображения кантилевера

Требования к образцам

Образцы для исследований в АСМ желательно иметь в виде пластинок размерами от 3 x 5 мм до 10 x 10 мм и толщиной до 3 мм.

Большое значение для качественной работы АСМ имеет состояние поверхности образца. Качество изображений рельефа поверхности зависит, прежде всего, от качества формы острия зонда, т.е. определяется возможностью налипания на зонд адсорбата. Налипание адсорбата на зонд происходит, если на поверхности образца имеются плохо закреплённые наночастицы (например, при исследовании порошков) и атомы (например, атомы графита), которые "прыгают" на зонд из-за действия сил поверхностного натяжения на острие зонда. Налипание адсорбата особенно характерно для органических и биоорганических образцов, а также для образцов, промытых в спирте, ацетоне или других растворителях. Образующаяся на поверхности образца плёнка органических загрязнений из растворителей обычно имеет толщину от десятков до сотен нм. Поэтому запылённый образец лучше не промывать растворителем, а постараться сдуть пылинки с поверхности резиновой грушей.

Если на поверхности образца расположены плохо закреплённые атомы, рекомендуют провести магнетронное напыление на поверхность тонкой плёнки из силицида вольфрама. Плёнка силицида вольфрама долго (более

месяца) не окисляется, является жёсткой, начиная с толщины 3...4 нм, имеет хорошую сплошность, начиная с 1 нм, малый средний размер зерна около 0,5 нм и хорошую электропроводимость. Вследствие малой толщины плёнки, гораздо меньшей радиуса закругления зонда кантилевера, и малой зернистости, не увеличивающейся со временем, при напылении не ухудшается разрешение изображения поверхности. Все незакреплённые частицы и атомы, органическая грязь, и сами органические и биоорганические объекты закрываются плёнкой и не загрязняют зонд. Кроме того, из-за придания плёнкой жёсткости мягким органическим и биоорганическим объектам зонд не продавливает их и даёт менее искажённые изображения рельефа поверхности. Если на поверхности образца есть электрические домены (пьезокарамика, кварц), то из-за электростатических сил консоль кантилевера может то отталкиваться с отрывом зонда от образца, то сильно притягиваться к образцу с опасностью слома зонда. Покрытие образцов проводящей плёнкой силицида вольфрама уравнивает электрические потенциалы на поверхности, что улучшает изображения рельефа поверхности.

5. СКАНИРУЮЩИЙ ЗОНДОВЫЙ МИКРОСКОП НАНОСКАН

Изготовитель сканирующего зондового микроскопа–наноиндентора «НаноСкан» - Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов, Россия.

Технические характеристики

Технические характеристики зондового микроскопа НаноСкан:
 разрешение - 1 нм по вертикали, по оси Z,
 10 нм по горизонтали в плоскости XY;
 поле сканирования - до 5 мкм с шагом до 0,1 нм по вертикали по оси Z,
 до 15x15 мкм с шагом до 1 нм по горизонтали в плоскости XY;
 позиционирование зонда – до 10 мм с шагом 0,1 мкм по вертикали оси Z,
 до 20x20 мм с шагом 1...10 мкм по горизонтали в плоскости XY;
 размер образца - длина до 100 мм, ширина до 100 мм, толщина не ограничена;
 масса образца - до 100 г;
 диапазон измеряемых значений твердости - 1...150 ГПа;
 максимальная нагрузка на зонд при измерении твёрдости - 10 г.

Особенности работы микроскопа НаноСкан обусловлены использованием динамического полуконтактного режима сканирования, применением в качестве консоли кантилевера жёсткого пьезорезонатора, а в качестве зонда - алмазных игл и игл из ультратвёрдого фуллерита C₆₀.

Прибор позволяет проводить измерения рельефа и твёрдости поверхности методами индентирования и склерометрии.

Необычайно высокая изгибная жесткость зонда (порядка 10⁴...10⁵ Н/м) позволяет прикладывать беспрецедентно большие нагрузки при индентировании и склерометрии (до 10 г).

Особенности конструкции

Измерительная головка зондового микроскопа НаноСкан (рис. 12) име-

ет цилиндрическую форму и состоит из поддона, крышки (на рисунке не показана) и виброизолированной платформы. В поддоне находится выносная часть управляющей электроники. На виброизолированной платформе расположены система позиционирования (пьезопривод), система визуализации и зонд, закрытые кожухом. Образец помещается внутрь головки непосредственно на опоры XY-сканера или (если не позволяют размеры) в специальный держатель. При этом зонд подводится к исследуемой поверхности снизу. Крышка служит для защиты образца, зонда и систем позиционирования и визуализации от механических, температурных, акустических и др. внешних воздействий.

Измерительная головка обеспечена двухступенчатой системой подавления механических колебаний, что позволяет прибору работать в обычных лабораторных условиях без применения дополнительных мер виброзащиты.

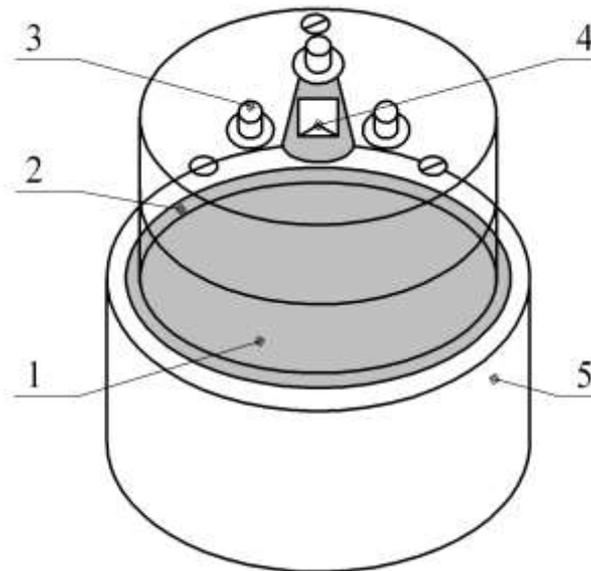


Рис. 12 Измерительная головка микроскопа НаноСкан: 1 – виброизоляционная платформа, 2 – кожух, 3 – опоры XY-сканера, 4 – зонд, 5 – поддон

Система позиционирования представляет собой пьезопривод и состоит из XY-сканера и Z-сканера. XY-сканер обеспечивает горизонтальное перемещение исследуемого объекта, Z-сканер выполняет функцию вертикального перемещения зонда. Пьезопривод может функционировать в двух режимах: пошагового движителя (позиционирования) или сканирования.

В режиме позиционирования XY-сканер позволяет позиционировать образец относительно зонда и при необходимости получать топологически связанные изображения протяженных объектов. Расстояние перемещения исследуемого объекта до 20 мм, величина 1 шага от 0,1 мкм до 10 мкм. Z-сканер в режиме пошагового движителя производит быстрый подвод и отвод зонда при смене исследуемого объекта на расстояние ~10 мм.

Режим сканирования применяется в процессе сканирования образца. В этом режиме XY-сканер имеет следующие характеристики: максимальное окно сканирования 15x15 мкм, с шагом до 1 нм. Отслеживание высоты рельефа (по оси Z) в режиме сканирования осуществляется консолью зонда.

Система визуализации образца позволяет визуально контролировать относительное расположение зонда и поверхности исследуемого объекта. Она состоит из миниатюрной видеокамеры, оптической системы и осветителей. Параметры видеосистемы: окно 2x3 мм, разрешение 300x200 телевизионных линий, глубина резкости 1мм, увеличение 50 раз.

Кантилеверы

Кантилевер представляет собой пьезокерамический биморфный (консоль состоит из двух материалов) камертон, изготовленный в виде консоли и закрепленный на металлическом держателе. Держатель вставляется в гнездо Z-сканера. Зонд в виде алмазной иглы закрепляется на конце верхней консоли камертона (рис. 13).

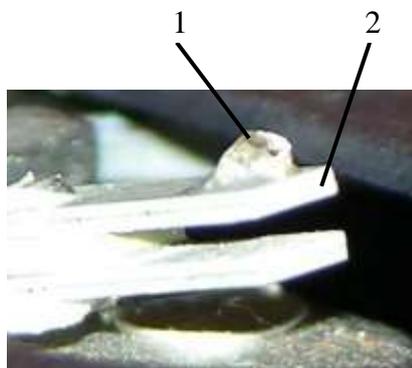


Рис. 13. Кантилевер микроскопа НаноСкан: 1 – зонд в виде алмазной иглы, 2 – консоль в виде биморфного камертона

Камертонная конструкция зонда из двух одинаковых консолей приме-

няется для повышения его чувствительности и помехозащищенности.

Схема устройства кантилевера приведена на рис. 14.

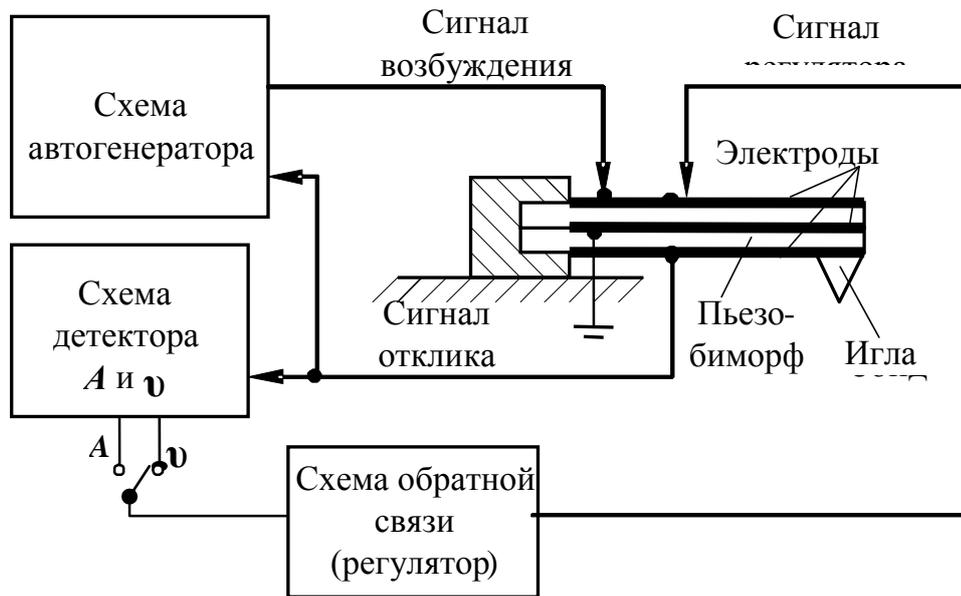


Рис. 14. Схематическое изображение устройства кантилевера микроскопа НаноСкан

Пьезобиморфный кантилевер включен в автогенераторную схему в качестве частотозадающего элемента и составляет с ней единую колебательную систему. При работе микроскопа в консоли кантилевера устанавливаются автоколебания на резонансной частоте с некоторой амплитудой. На свободном конце консоли крепится зонд. При контакте зонда с поверхностью в зависимости от вязких и упругих свойств области контакта меняется как амплитуда A так и частота установившихся колебаний ν . Именно эти параметры измеряют детектором при построении рельефа поверхности и измерении ее механических свойств. Отслеживание рельефа поверхности по оси Z при сканировании в плоскости XY производится путем подачи на биморф изгибающего напряжения регулятором. При этом поддерживается постоянное значение амплитуды A или частоты ν . Другой параметр при этом используется для построения карты механических свойств.

Резонансная частота используемых зондов ν_0 лежит в пределах от 10 до 100 кГц, рабочие амплитуды колебаний 1...100 нм. Амплитуда изгиба под воздействием сигнала регулятора составляет около 5 мкм.

Измерение рельефа поверхности

Осуществляется путем построчного сканирования участка поверхности с записью сигнала обратной связи. Две величины используются в качестве измеряемого сигнала: A - разность между амплитудой свободных колебаний зонда A_0 и амплитудой установившихся колебаний при контакте с поверхностью A_c ; и ν - разность между частотой свободных колебаний зонда ν_0 и частотой установившихся колебаний при контакте с поверхностью ν_c (рис. 15). Обратная связь поддерживает постоянными заданное значение величины A или ν . Сигналом обратной связи служит напряжение подаваемое регулятором для изгиба биморфной консоли. По изменению этого напряжения и рассчитывают рельеф поверхности образца.

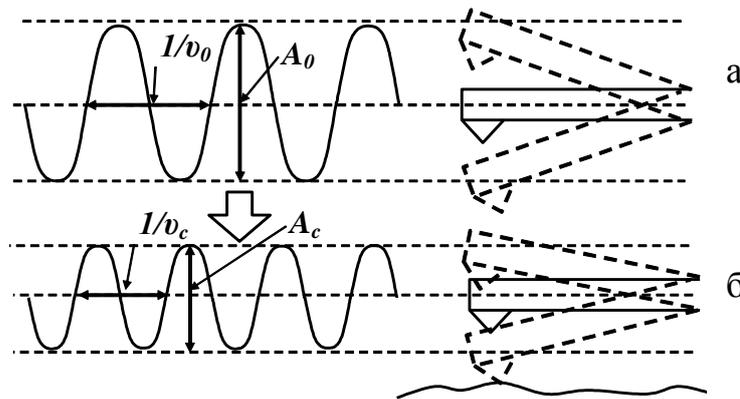


Рис. 15. Изменения резонансной частоты и амплитуды колебаний зонда при контакте с поверхностью:
 а - свободные колебания;
 б - колебания при контакте с поверхностью

При обратной связи по разным опорным значениям A или ν , соответственно получаются разные по смыслу изображения одного и того же участка поверхности (рис. 16).

При обратной связи по A сканируют рельеф вязкой поверхности. При обратной связи по ν сканируют рельеф упругой поверхности. Режим сканирования с обратной связью по ν особенно полезен на сильно загрязненных поверхностях. Увеличение значения A и ν приводит к более сильному контакту острия с поверхностью и уменьшению влияния загрязнения поверхно-

сти на измеряемый рельеф. Уменьшение значение A и ν уменьшает интенсивность воздействия на поверхность и снижает вероятность ее разрушения.

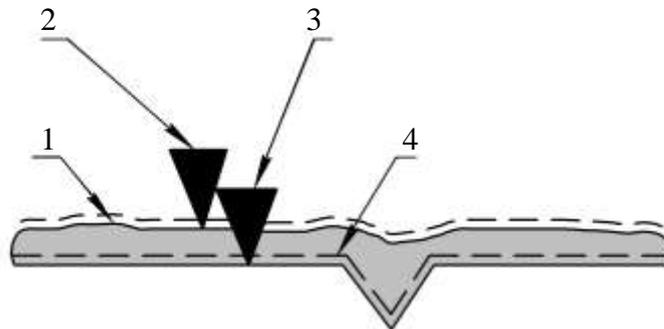


Рис. 16. Сканирование зондом вязкой или упругой поверхности: 1 - профиль вязкой поверхности (сигнал регулятора), 2 - игла в вязком контакте, регулирование по A , 3 - профиль упругой поверхности (сигнал регулятора), 4 - игла в упругом контакте, регулирование по ν

Измерение твердости поверхности индентированием и склерометрией

Благодаря высокой изгибной жёсткости консоли кантилевера и применению зондов из сверхтвердых материалов НаноСкан позволяет проводить индентирование и склерометрию (царапанье) поверхности.

Индентирование проводят путем нагружения зонда в определенной точке поверхности (рис. 17).

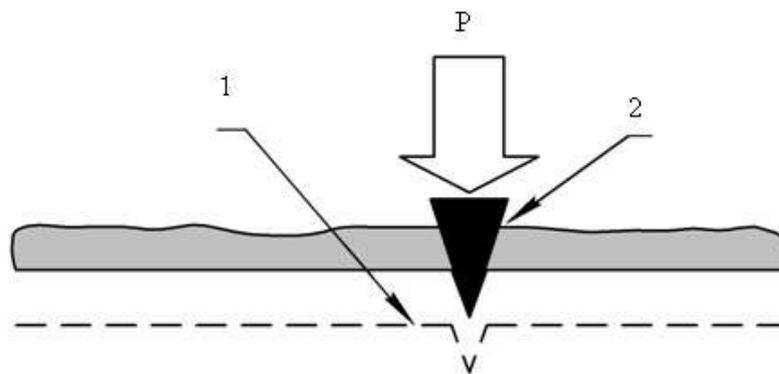
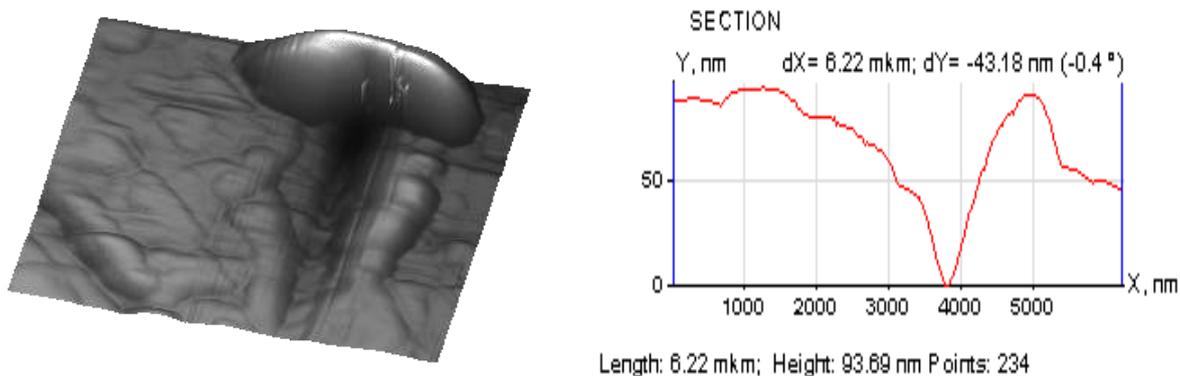


Рис. 17. Индентирование поверхности материала: 1 - профиль поверхности после индентирования, 2 - зонд под нагрузкой, P - нагрузка

Царапание осуществляют путем нагружения, аналогично индентированию, и последующего горизонтального перемещения индентора под нагруз-

кой. Размер отпечатка или царапины определяется путем сканирования рельефа поверхности после индентирования (рис. 18).



а

б

Рис. 18. Изображение рельефа царапины на поверхности образца после склерометрии (а) и профилограмма по сечению царапины (б)

Требования к образцам

Микроскоп предназначен для исследования поверхностей твердых тел. Размер образца не должен превышать 50...60 мм по длинной диагонали и 5 мм по толщине (при работе с закрытой крышкой). Масса образца не должна превышать 100 г. Исследованию подлежат плоские участки поверхности, имеющие перепад высот не более 5 мкм в области сканирования. При больших значениях возможно разрушение поверхности образца или зонда.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. G.Binning, C.F.Quate, Ch.Gerber – Atomic force microscope. // Phys. Rev. Lett., v.56, №9, p.930-933 (1986)/
2. Бахтизин Р.З., Галлямов Р.Р. Физические основы сканирующей зондовой микроскопии: Учебное пособие. – Уфа: РИО БашГУ, 2004.- 84 с.
3. В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии: Учебное пособие.- Нижний Новгород: РАН, Институт физики микроструктур, 2004. – 115 с.
4. В.Н. Неволин. Зондовые нанотехнологии в электронике. Москва: Техносфера, 2005. – 152 с.
5. Битюков В.К. Нанотехнологии. Принципы, методы и реализации: Учеб.пособие/ В.К.Битюков, Б.А. Голоденко; Воронеж.гос.технол.акад. Воронеж, 2003. 192 с.
6. Электронный ресурс: интернет сайт ОАО "ПРОТОН-МИЭТ", микроскоп СММ 2000: <http://www.miet.ru/structure/s/827/> , на 20.06.10
7. Электронный ресурс: интернет сайт ГУ ТИСЧУМ, микроскоп НаноСкан : <http://www.nanoscan.info>, на 20.06.10г.
8. Электронный ресурс: интернет сайт компании "НТ-МДТ": <http://www.ntmdt.ru>, на 20.06.10г.
9. Электронный ресурс: итернет сайт компании "Veeco" (США): <http://www.veecoprobes.com>, на 20.06.10г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	3
1. Физические основы атомно-силовой микроскопии	5
2. Режимы работы атомно-силового микроскопа	10
2.1. Статический режим.....	11
Метод постоянной силы	11
Метод постоянной высоты.....	12
2.2. Динамический режим	13
2.3. Контактный режим.....	14
2.4. Бесконтактный режим	15
2.5. Бесконтактный динамический режим.....	16
2.6. Полуконтактный динамический режим.....	16
3.1. Сканирующие элементы.....	18
3.2. Кантилеверы	21
3.3. Защита атомно-силового микроскопа от внешних воздействий.....	24
4. Сканирующий мульти-микроскоп СММ-2000	28
Технические характеристики.....	28
Особенности конструкции	28
Программное обеспечение	29
Кантилеверы	29
Требования к образцам.....	31
5. Сканирующий Зондовый микроскоп НаноСкан	33
Технические характеристики.....	33
Особенности конструкции	33
Кантилеверы	35
Измерение рельефа поверхности.....	37
Измерение твердости поверхности индентированием и склерометрией	38
Требования к образцам.....	39
Список литературы	40