

# Измерение рельефа и упругих свойств поверхности методами атомно-силовой микроскопии

**Цель лабораторной работы:** Ознакомление с основными элементами конструкции атомно-силового микроскопа, принципами работы в контактном режиме и полуконтактном колебательном режиме в условиях контроля амплитуды. Освоение приемов калибровки, регистрации изображений, выявления и устранения артефактов сканирования, обработки данных сканирующей зондовой микроскопии.

## Принцип сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ)

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью зондов в виде игл. Рабочая часть таких зондов (острие) имеет размеры порядка десяти нанометров. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0.1 – 10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат различные типы взаимодействия зонда с поверхностью. Так, работа туннельного микроскопа основана на явлении протекания туннельного тока между металлической иглой и проводящим образцом; различные типы силового взаимодействия лежат в основе атомно-силовой, магнито-силовой и электросиловой микроскопии. Рассмотрим общие черты, присущие различным зондовым микроскопам. Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром  $P$  (в контактном методе АСМ это изгиб упругой балки – кантилевера, на конце которого закреплена игла). Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость  $P$  от расстояния зонд – образец  $P = P(z)$ , то данный параметр может быть использован для организации системы **обратной связи (ОС)**, контролирующей расстояние между зондом и образцом (рис. 1).

Система обратной связи поддерживает значение параметра  $P$  постоянным, равным величине  $P_0$  (Set point), 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 обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или 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  $\sim 0.01 \text{ \AA}$ ). При перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия  $P$ , обусловленное рельефом поверхности. Система ОС обрабатывает эти изменения, так что при перемещении зонда в плоскости  $X, Y$  **сигнал на исполнительном элементе** оказывается **пропорциональным рельефу** поверхности  $Z_{\text{surf}}(X, Y)$ .

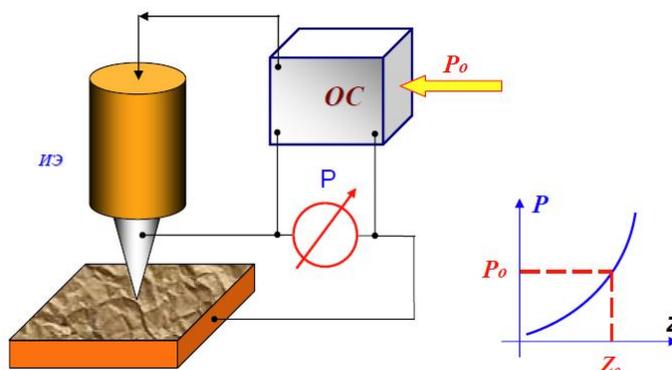


Рис. 1. Схема организации системы обратной связи зондового микроскопа

Для поддержания заданного расстояния между зондом и образцом в СЗМ зачастую используют **пропорционально-интегрально-дифференциальный (ПИД) регулятор** – исполняющее устройство в управляющем контуре с обратной связью. ПИД регулятор формирует управляющий сигнал, являющийся суммой трех слагаемых:

$$u(t) = P + I + D = K_p e(t) + K_I \int_0^t e(\tau) d\tau + K_D \frac{de(t)}{dt}.$$

Первое (P) пропорционально сигналу рассогласования  $e(t) = FBInput(t) - SetPoint$  – разности входного сигнала  $FBInput(t)$  и его заданного значения  $SetPoint$ , второе (I) – интегралу сигнала рассогласования по времени, и третье (D) – производной сигнала рассогласования по времени. Здесь  $K_p, K_I, K_D$  – **коэффициенты усиления (Gain)** пропорциональной, интегральной и дифференциальной составляющих регулятора.

При использовании только пропорциональной составляющей управляющий сигнал уменьшается при приближении к заданной величине, причем регулируемая величина никогда не стабилизируется на заданном значении. Возникает так называемая статическая ошибка, равная такому отклонению регулируемой величины, которое обеспечивает выходной сигнал, стабилизирующий регулируемую величину именно на этом значении. Например, в регуляторе температуры выходной сигнал (мощность нагревателя) постепенно уменьшается при приближении температуры к заданной, и система стабилизируется при мощности, равной тепловым потерям. Температуры не может достигнуть заданного значения, поскольку в этом случае мощность нагревателя станет равной нулю и система начнет остывать.

Чем больше коэффициент пропорциональности между выходным и входным сигналами, тем меньше статическая ошибка, но при слишком большом коэффициенте усиления и при наличии задержек в системе могут начаться **автоколебания**, а при дальнейшем увеличении коэффициента усиления система **может потерять устойчивость**.

Интегральная составляющая позволяет регулятору учесть статическую ошибку. Тем не менее, интегральная составляющая также может приводить к автоколебаниям. Помимо точности поддержания заданной величины и отсутствия автоколебаний немаловажными характеристиками регуляторов являются характеристики переходного процесса (реакция на резкое, «ступенчатое», изменение параметров): запаздывание воздействия регулятора на систему, перехлест и т.п. Точность определения рельефа в СЗМ во многом зависит от настройки ПИД-регулятора, т.е. выбора коэффициентов усиления всех трех звеньев.

В АСМ, в зависимости от режима и методики сканирования, входным параметром системы ОС могут быть деформация, амплитуда или частота колебаний чувствительного элемента (балки - кантилевера), а выходным – управляющее напряжение для перемещения зонда или образца.

Для получения СЗМ изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца – растровое сканирование. 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 СЗМ изображение рельефа поверхности  $Z = f(x, y)$  строится с помощью средств компьютерной графики.

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. При обратном или повторном проходах (**многопроходные методики**) данные о рельефе поверхности уже получены, и могут быть использованы для прохода на заданном расстоянии от поверхности и получении информации о других ее свойствах. Например, о распределении магнитных доменов при измерении магнитных сил. Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и другие.

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). Сканирующие элементы зондовых микроскопов изготавливаются из **пьезоэлектриков**. Пьезоэлектрические материалы изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Так при обратном пьезоэффекте тензор деформаций  $u_{ij}$  можно выразить через компоненты прикладываемого электрического поля  $E_k$ :

$$u_{ij} = d_{ijk} E_k.$$

Здесь  $d_{ijk}$  – компоненты тензора пьезоэлектрических коэффициентов, вид которого определяется типом симметрии кристалла.

В различных технических приложениях широкое распространение получили преобразователи из пьезокерамических материалов. Пьезокерамика представляет собой поляризованный поликристаллический материал, получаемый методами спекания порошков из кристаллических сегнетоэлектриков с последующим медленным охлаждением в сильном (порядка 3 кВ/см) электрическом поле. После остывания пьезокерамика имеет наведенную поляризацию и приобретает способность изменять свои размеры (увеличивать или уменьшать в зависимости от взаимного направления вектора поляризации и вектора внешнего электрического поля).

На рис. 2. представлена схема трубчатого трехкоординатного пьезосканера. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации **P**. Внутренний электрод обычно сплошной, а внешний 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 X,Y. Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси Z.

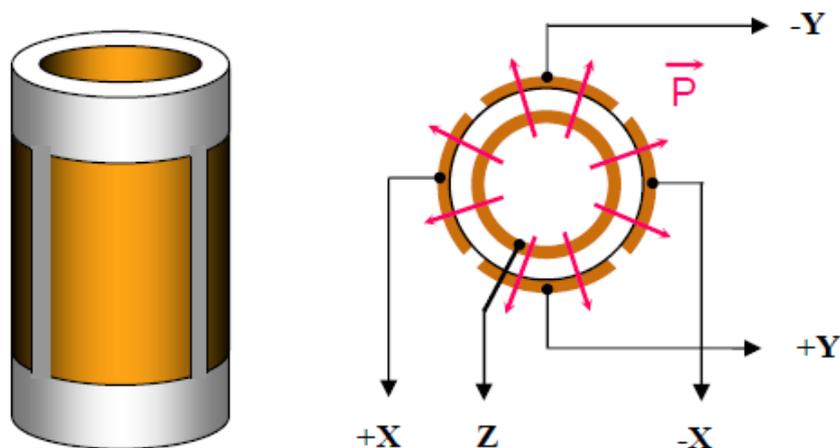


Рис. 2. Трубчатый пьезосканер и схема расположения его электродов.

Приведем основные **факторы, приводящие к заметным искажениям при измерениях расстояний в СЗМ:**

1. **Нелинейность** пьезоэлектрических свойств. В общем случае (особенно при больших управляющих полях) деформация является сложной функцией внешнего электрического поля (или управляющего напряжения).
2. **Ползучесть** (или крип – от англ. creep) пьезокерамики – запаздывание реакции на изменение величины управляющего электрического поля. Крип приводит к тому, что в СЗМ изображениях наблюдаются геометрические искажения. 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.
3. **Гистерезис** пьезокерамики – неоднозначность зависимости удлинения от направления изменения электрического поля. Это приводит к тому, что при одних и тех же управляющих напряжениях пьезокерамика оказывается в различных точках траектории в зависимости от направления движения. Для исключения искажений СЗМ изображений, обусловленных гистерезисом пьезокерамики, регистрацию информации при сканировании образцов производят только на одной из ветвей зависимости  $\Delta Z = f(V)$ .
4. **Термодрейф** – нестабильность положения зонда над поверхностью образца из-за изменения температуры окружающей среды или разогрева элементов конструкции зондового микроскопа во время его работы. Изменение температуры твердого тела приводит к возникновению термоупругих деформаций:  $\Delta L / L_0 = \alpha \cdot \Delta T$ . Типичные значения коэффициентов расширения материалов  $\alpha \sim 10^{-5} - 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ . Таким образом, при нагреве тела длиной 10 см на  $1^\circ\text{C}$  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.
5. **Уширение поперечных размеров** (при значительных размерах зонда в сравнении с масштабом изучаемого рельефа и смены области касания зонда при сканировании разных участков поверхности приходится учитывать форму зонда) и «**занижение высот**» (из-за деформации образца зондом при сканировании и др.).

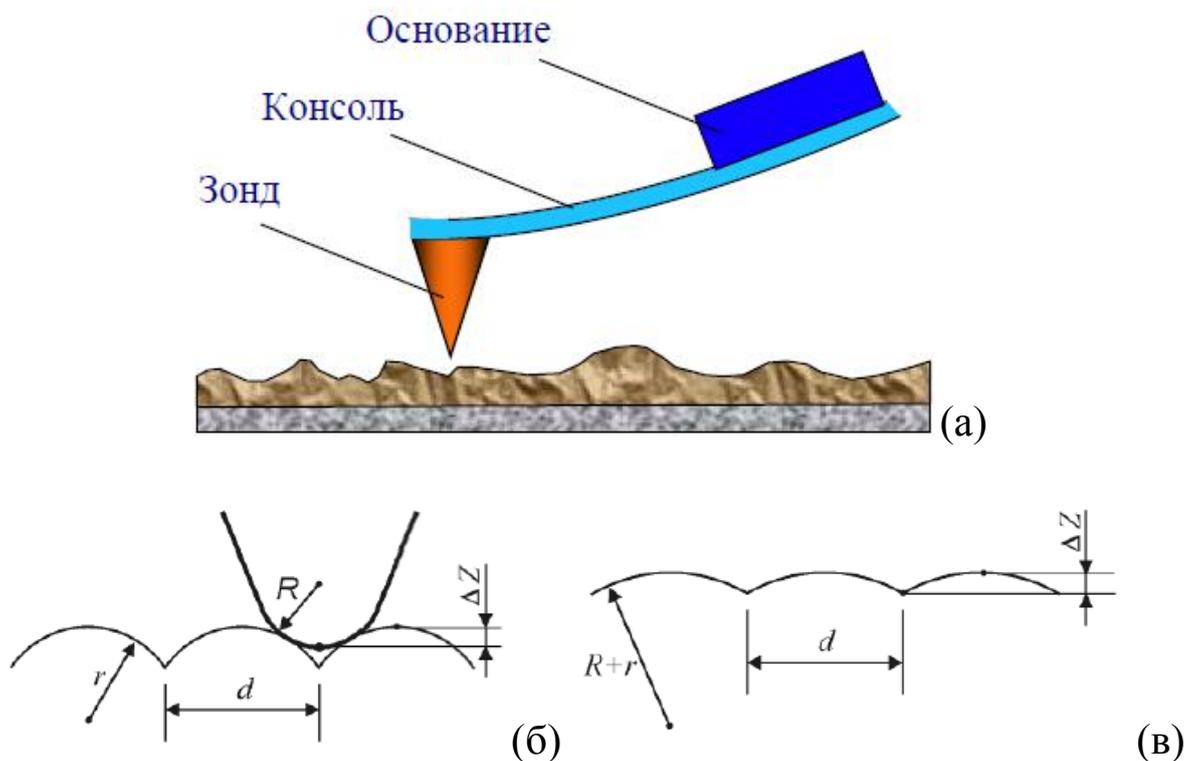


Рис. 3. К определению латеральной разрешающей способности АСМ (б). Ожидаемый результат АСМ сканирования поверхности (в).

### Разрешающая способность микроскопа в контактном режиме

Критерием разрешающей способности по нормали  $\Delta z$  (обычно  $\Delta z \sim 0.01$  нм) принято считать минимальное изменение  $z$  координаты, детектируемое на уровне шумов. Разрешающая способность зависит от параметров сканирования (скорости, параметров пропорционального и интегрального звеньев петли обратной связи, размера кадра) и вязкоупругих свойств образца.

Однозначной процедуры определения разрешающей способности микроскопа в латеральном направлении не существует. В простейшем варианте можно рассмотреть, что сканирование проводится зондирующим острием радиусом кривизны  $R$ . Возможность латерального разрешения поверхностных особенностей радиусом  $r$  (Рис. 3б) будет связана с пределом разрешения по нормали  $\Delta z$ . Критерием разрешения является условие возможности детектирования разницы в значениях вертикальной координаты зонда над объектами и между ними. Геометрический анализ (Рис. 3в) позволяет получить соотношение для минимального расстояния между разрешаемыми поверхностными особенностями, при котором «провал» между ними на АСМ изображении еще может быть детектирован:  $d = \sqrt{8(R+r)\Delta z}$ .

### Принцип атомно-силовой микроскопии

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) изобретён в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйттом и Кристофером Гербером. В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую **консоль** (также балка или **кантилевер** – от англ. cantilever) с острым **зондом** на конце (рис. 3а). Сила, действующая на **зонд** со стороны поверхности, приводит

к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью. В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющие. Основные черты взаимодействия зонда с образцом: зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых.

Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рис. 4). Оптическая система АСМ 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.

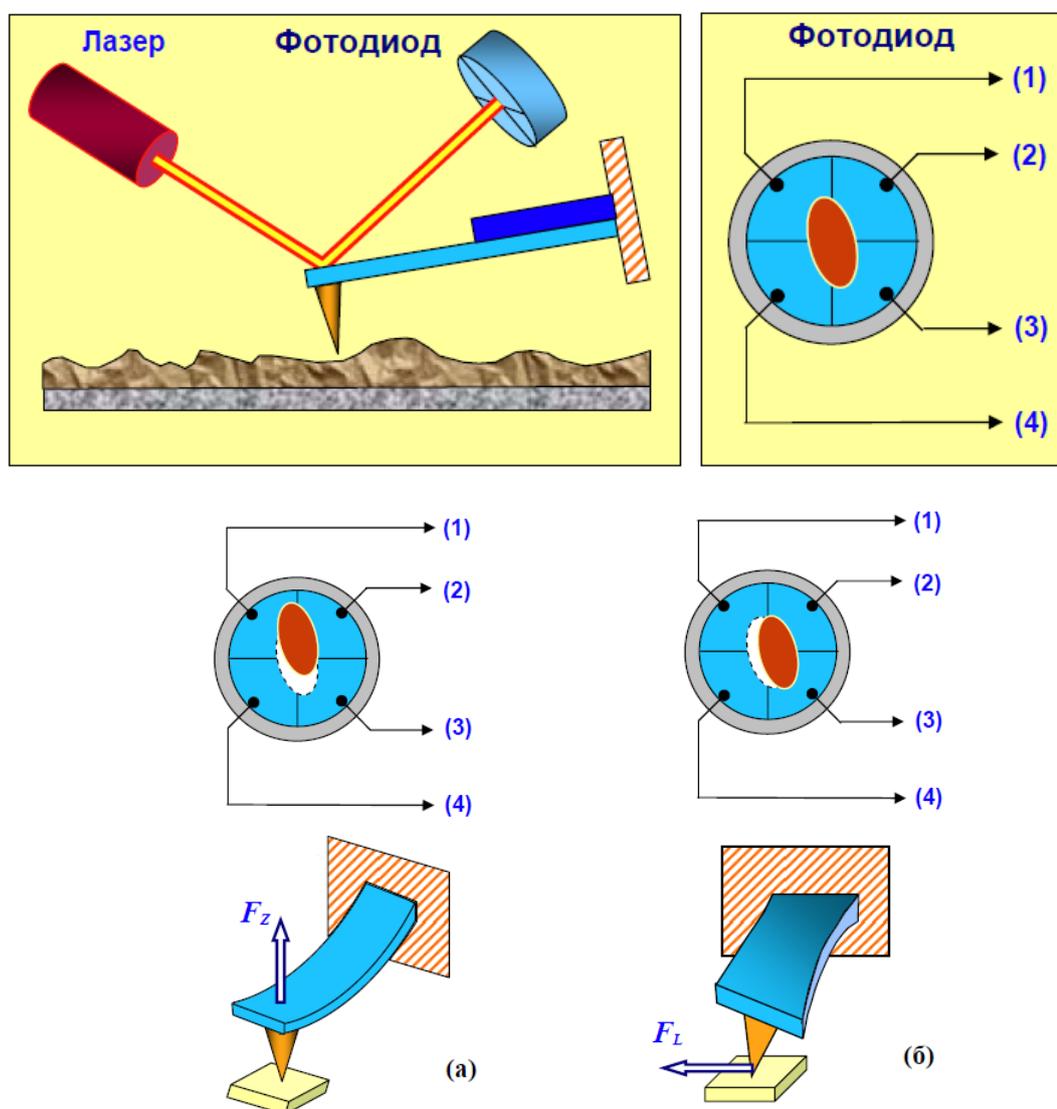


Рис. 4. Схема оптической регистрации изгиба кантилевера зондового датчика АСМ. Соответствие между типом изгибных деформаций кантилевера и изменением положения пятна засветки на четырехсекционном фотодиоде.

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

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

пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца. Сигнал LF, пропорциональный боковому отклонению луча, который позволяет измерять деформацию кручения кантилевера, является разностным сигналом между правой и левой половинами фотодиода:

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

В случае контактных методик сканирования величина DFL используется в качестве входного параметра в петле обратной связи атомно-силового микроскопа. Система обратной связи обеспечивает DFL равным заданной оператором величине Set point с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента, который перемещает образец относительно зонда. Тем самым при сканировании поддерживает постоянным изгиб консоли  $\Delta Z$ .

Зондовые датчики для АСМ (рис. 5) изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются, в основном, из тонких слоев легированного кремния,  $SiO_2$  или  $Si_3N_4$ . Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании - держателе. На другом конце консоли располагается собственно зонд в виде острой иглы. Радиус закругления современных АСМ зондов составляет  $1 \div 50$  нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления. Угол при вершине зонда –  $10 \div 20$  °. Силу взаимодействия зонда с поверхностью F можно оценить следующим образом:

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

где k – жесткость кантилевера;  $\Delta Z$  – величина, характеризующая его изгиб. Коэффициенты жесткости кантилеверов k варьируются в диапазоне  $10^{-3} \div 100$  Н/м в зависимости от используемых при их изготовлении материалов и геометрических размеров. При работе зондовых АСМ датчиков в колебательных режимах важны резонансные свойства кантилеверов, в частности, резонансная частота  $f_0$ . Для прямоугольного кантилевера ее можно оценить, зная его длину  $l$ , толщину  $t$ , а также модуль Юнга  $Y$  и плотность  $\rho$  материала кантилевера:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m^*}} \approx \frac{1.0}{2\pi} \cdot \frac{t}{l^2} \sqrt{\frac{Y}{\rho}}.$$

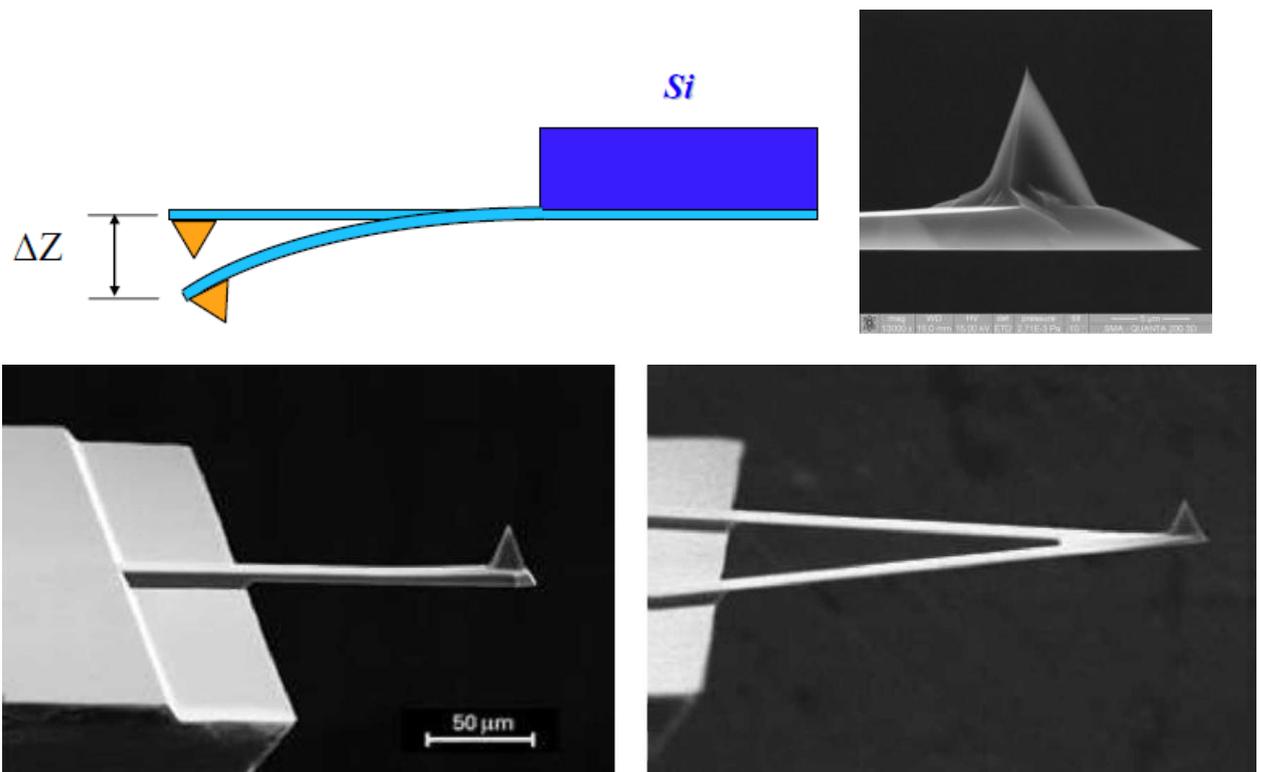


Рис. 5. Схематичное изображение зондового датчика ACM и снимки, полученные с помощью электронного микроскопа: контактного кантилевера CSG01 из монокристаллического кремния Si, допированного сурьмой Sb; I-образного кантилевера; V-образного кантилевера.

## Основные методики атомно-силовой микроскопии

Условно методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ можно разбить на две большие группы – **контактные квазистатические** и **бесконтактные (и полуконтактные) колебательные**.

В **контактных квазистатических методиках** острие зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравниваются силой упругости консоли. При работе АСМ в таких режимах используются кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости, что позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

В квазистатическом режиме АСМ изображение рельефа исследуемой поверхности формируется либо при постоянной силе взаимодействия зонда с поверхностью (сила притяжения или отталкивания), либо при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью образца. При сканировании образца в режиме  $F_z = \text{const}$  система обратной связи **поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера  $DFL = \text{Set Point}$** , а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 6). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z-электрод сканера, будет пропорционально сигналу рассогласования  $\text{Error} = (DFL - \text{Set Point})$  и рельефу поверхности образца (рис. 7).

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 ( $Z = \text{const}$ ). В этом случае зондовый датчик

движется на некоторой средней высоте  $Z_{cp}$  над образцом, при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли  $\Delta Z$ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. АСМ изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

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, обладающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты. На таких объектах часто возникает ситуация, когда игла удерживается силами прилипания настолько сильно, что практически делается невозможным сканирование (игла «залипает»).

Из-за влияния инструмента исследования на объект информация, получаемая в контактом режиме, может неадекватно отображать реальные особенности поверхности и приводить к наблюдению артефактов. Так типичными артефактами АСМ изображений являются «занижение высот» (из-за деформации образца зондом при сканировании) и «уширение профиля» (при значительных размерах зонда в сравнении с масштабом изучаемого рельефа и смены области касания зонда при сканировании разных участков поверхности приходится учитывать форму зонда).

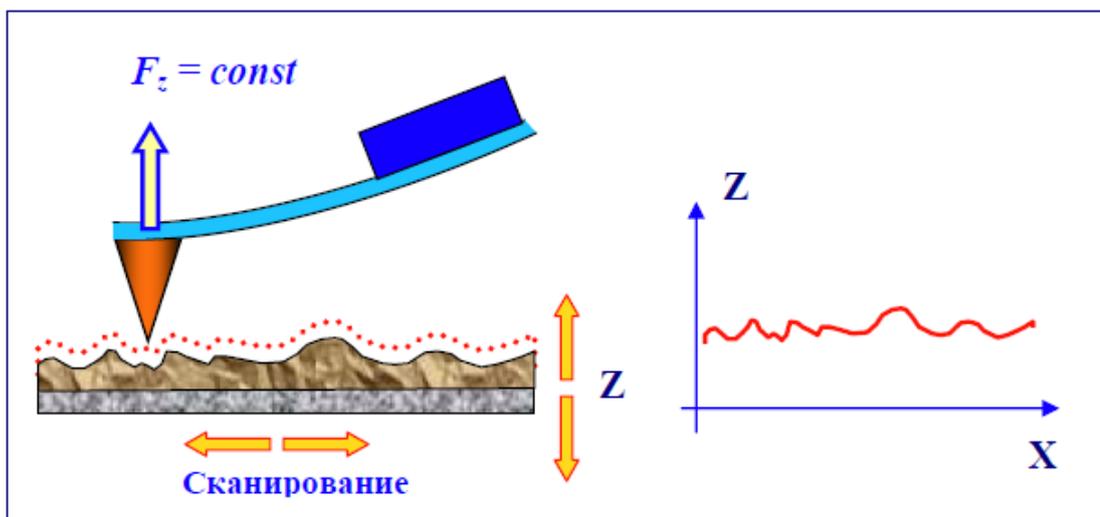


Рис. 6. Формирование АСМ изображения при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом.

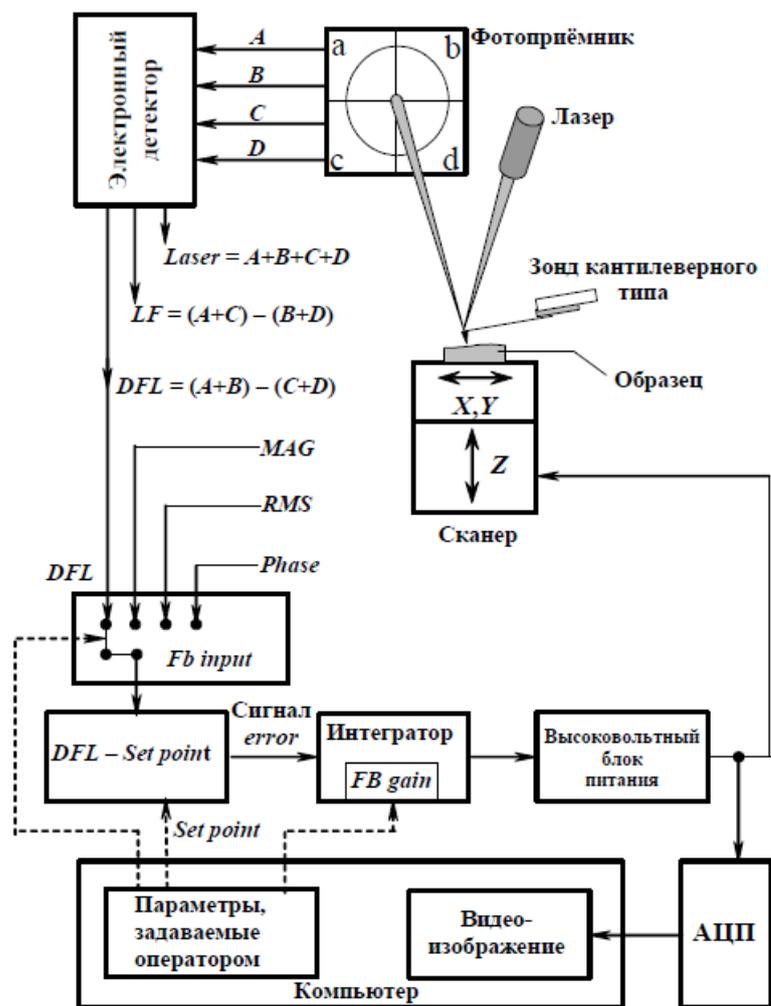


Рис. 7. Схема работы АСМ в контактном режиме.

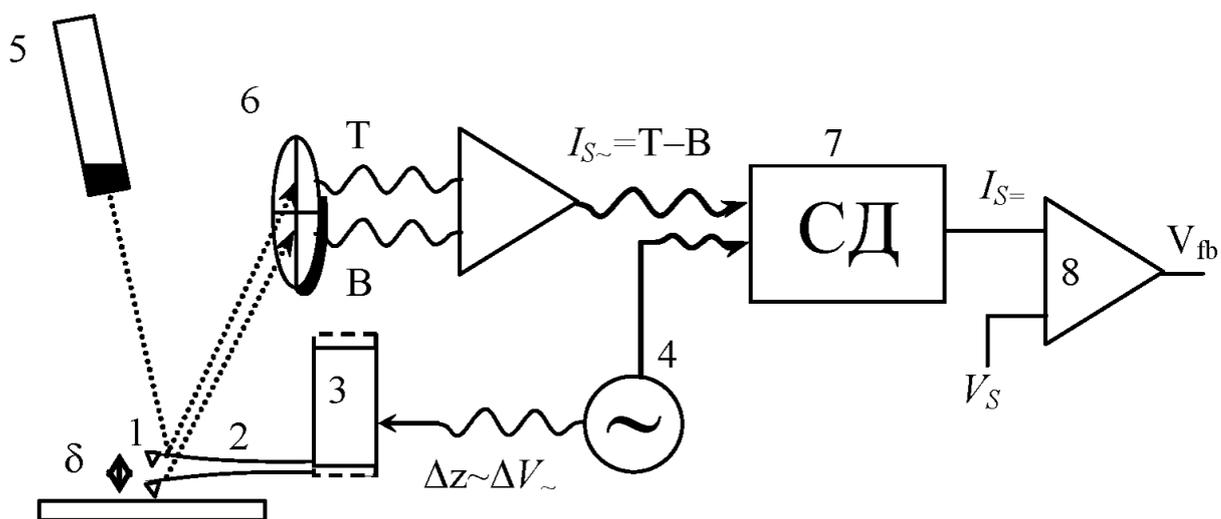


Рис. 8. Схема работы АСМ по колебательной методике. Обозначения: 1 – зонд; 2 – кантилевер; 3 – пьезодрайвер; 4 – генератор переменного напряжения; 5 – лазер; 6 – четырехсекционный фотодетектор; 7 – синхронный детектор; 8 – компаратор, вырабатывающий выходной сигнал цепи обратной связи  $V_{fb}$ , подаваемой на исполнительный элемент (в блок питания пьезосканера).

**В полуконтактном и бесконтактном режимах** силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил, поэтому для их детектирования обычно используется **модуляционная (колебательная) методика**. Для этого с помощью пьезодрайвера возбуждаются колебания кантилевера (рис. 8) с частотой  $\omega$ , близкой к его собственной частоте  $\omega_0$  (обычно порядка 100 кГц). С приближением к поверхности на кантилевер начинают действовать дополнительные силы со стороны поверхности, что приводит к уменьшению собственно частоты его колебаний, т.е. к изменению амплитуды и фазы его колебаний (по сравнению с актюатором). Более подробное рассмотрение представлено в приложении 1.

Лазерный луч регистрирующей системы отражается от колеблющегося в вертикальном направлении кантилевера и вызывает осциллирующее движение лазерного пятна относительно верхней и нижней половины фотодиода. Это приводит к появлению на выходе регистрирующей системы переменного электрического сигнала на частоте  $\omega$ , амплитуда которого пропорциональна амплитуде колебаний острия кантилевера. На выходе из фотодетектора сигнал DFL имеет вид:

$$F(t) = MAG \sin(\omega t + \varphi) + N(t),$$

Где  $\varphi$  – сдвиг фазы колебаний кантилевера относительно раскачивающего сигнала (с точностью до некоторой «аппаратной» константы),  $N(t)$  — составляющая, связанная с наличием различных типов шумов и искажений.

Далее с помощью синхронного детектора выделяется медленно изменяющийся сигнал MAG, соответствующий амплитуде переменной составляющей сигнала DFL на частоте модуляции  $\omega$ . Компаратор сравнивает текущий сигнал MAG в цепи сенсора с изначально заданным Set Point (характеризует уровень, на котором зонд удерживается от поверхности образца) и, при его отклонении, вырабатывает в цепи обратной связи корректирующий сигнал  $V_{fb}$ , подаваемый на исполнительный элемент для перемещения образца относительно зонда. Таким образом, **постоянным поддерживается сигнал  $MAG = Set\ Point$ , связанный с амплитудой колебаний кантилевера.**

Согласно экспериментальному опыту фаза колебаний зонда является более чувствительной, по сравнению с амплитудой, к резким изменениям взаимодействия зонда и поверхности. Получение изображения смещения фазы колебаний кантилевера (сигнал Phase) параллельно с топографическим изображением поверхности позволяют получить дополнительную информацию об изменении различных свойств поверхности образца (в частности, связанных с изменением диссипации энергии колебаний кантилевера от одной точки поверхности к другой). Данная методика получила название **метод фазового контраста**.

Перечислим кратко основные преимущества колебательных методик по сравнению с контактными:

- 1) уменьшение сил взаимодействия, в том числе боковых, зонда с поверхностью, поэтому этот режим более подходит для сканирования с высоким разрешением мягких и "липких" образцов (полимеров) или слишком твердых образцов;
- 2) использование резонансных свойств системы позволяет существенно повысить чувствительность в сравнении со статическими измерениями (пропорционально добротности колебательного контура; аналог см. в задаче 17);
- 3) уменьшение величины шумов с частотной зависимостью  $1/f$  за счет переноса спектра сигнала в область высоких частот  $f$ .

В бесконтактном режиме кантилевер совершает вынужденные колебания с малой амплитудой порядка 1 нм. При приближении зонда к поверхности на кантилевер начинает действовать дополнительная сила со стороны образца. При ван-дер-ваальсовом взаимодействии это соответствует области расстояний между зондом и образцом, где действует сила притяжения.

Регистрация изменения амплитуды колебаний кантилевера и выработка управляющего сигнала в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый **полуконтактный режим** колебаний кантилевера (эта методика также часто называется *tapping mode* от английского слова *to tap* – постукивать). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. При достаточно большой амплитуде колебаний кантилевер разрывает установившуюся связь с образцом на каждом периоде, что исключается влияние сил трения и капиллярного залипания.

Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния). В полуконтактном режиме амплитуда колебаний кантилевера ограничивается расстоянием до поверхности образца и начинает гораздо сильнее спадать с расстоянием, чем вдали от поверхности. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в полуконтактном режиме состоит из слабого притяжения (ван-дер-ваальсово взаимодействие), к которому в момент касания добавляется отталкивающая упругая сила.

### **Взаимодействие зонда АСМ с поверхностью образца**

Диагностика поверхности с помощью АСМ основана на использовании различных видов силового взаимодействия твердотельного зонда АСМ с поверхностью. Характер данного взаимодействия в общем случае сложен, поскольку определяется свойствами зонда, образца и среды, в которой проводится исследование. В случае исследований незаряженных поверхностей в естественной атмосфере (на воздухе) основной вклад в силовое взаимодействие зонда и образца дают силы отталкивания, вызванные механическим контактом зонда и образца, силы Ван-дер-Ваальса, а также капиллярные силы, связанные с наличием пленки адсорбата (воды) на поверхности образца. Все они имеют электромагнитную природу. Степень влияния этих сил существенно зависит от многих параметров, в первую очередь от расстояния  $z$  между кончиком иглы и образцом. Силы можно условно разделить на короткодействующие и далекодействующие.

Под **короткодействующими** подразумеваются силы, возникающие при непосредственном перекрытии электронных оболочек атомов, расположенных на кончике иглы, и атомов, принадлежащих исследуемой поверхности. Величина короткодействующих сил быстро падает с увеличением  $z$  до нескольких ангстрем. Благодаря этим силам игла не проникает вглубь образца, и при условии, что основной вклад во взаимодействие дает ближайший к поверхности атом заостренной иглы, кантилевер будет описывать контур электронной плотности атомов поверхности в виде так называемой атомной гофрировки. Во время контакта при деформации поверхности образца кантилевером преобладает сила упругого отталкивания. Нахождение деформаций при локальном соприкосновении тел под воздействием заданной нагрузки составляет в теории упругости задачу Герца.

**Дальнодействующие силы**, обусловленные ван-дер-ваальсовским, электростатическим или магнитным взаимодействием, характеризуются более слабой зависимостью от  $z$  и проявляются при величине зазора игла–образец от единиц до нескольких тысяч ангстрем, что позволяет исследовать поверхность с помощью АСМ в бесконтактном режиме.

Для изучения локального силового взаимодействия зонда с поверхностью снимаются так называемые кривые подвода зонда к поверхности и кривые отвода (**силовая спектроскопия**). Фактически это зависимости величины изгиба кантилевера  $\Delta Z \sim DFL$  (а следовательно, и силы взаимодействия зонда с поверхностью  $F$ ) от координаты  $z$  при сближении зондового датчика и образца. Аналогичные измерения проводятся при удалении от поверхности. Характерный вид зависимости  $\Delta Z = f(z)$  изображен на рис. 9. При приближении к поверхности образца зонд попадает в область действия сил притяжения. Это вызывает изгиб кантилевера в направлении к поверхности. В этой области может наблюдаться явление скачка зонда к поверхности, обусловленное наличием большого градиента сил притяжения вблизи поверхности образца.

При дальнейшем сближении зондового датчика и образца зонд начинает испытывать отталкивание со стороны поверхности, и кантилевер изгибается в другую сторону. Наклон кривой  $\Delta Z = f(z)$  на этом участке определяется упругими свойствами образца и кантилевера. Если взаимодействие зонда и образца абсолютно упругое, то зависимость изгиба кантилевера от расстояния АСМ датчик - поверхность, регистрируемая на обратном ходе, совпадает с зависимостью, получаемой на прямом ходе (рис.9а слева). Для мягких (пластичных) образцов, например, таких как пленки органических материалов, биологические структуры и др., а также для образцов, на поверхности которых находятся адсорбированные слои различных материалов, кривые  $\Delta Z = f(z)$  имеют более сложный характер. В этом случае на вид зависимости существенное влияние оказывают эффекты адгезии (от лат. *adhaesio* — прилипание), т.е. возникновение связи между поверхностными слоями двух разнородных (твёрдых или жидких) тел, приведённых в соприкосновение.

Следует различать две разновидности адгезии: зонд-жидкая пленка на поверхности и зонд-твёрдый образец. Если первый случай сводится к капиллярному взаимодействию, то причина адгезионных сил между зондом и твёрдым образцом – электростатическое взаимодействие.

В качестве примера, на рис. 9а (в центре) показаны кривые подвода-отвода для образца, содержащего на поверхности слой жидкости. На данных зависимостях наблюдается гистерезис, связанный с эффектами капиллярности. При подводе зондового датчика к образцу происходит смачивание зонда жидкостью, содержащейся на поверхности образца. При этом на границе контакта зонда с жидкостью формируется мениск. На зонд, погруженный в жидкость, действует дополнительная сила поверхностного натяжения. Это приводит к тому, что при отводе зондового датчика точка отрыва кантилевера от поверхности такого образца смещается в область больших  $z$ .

Таким образом, по виду зависимостей  $\Delta Z = f(z)$  можно судить о характере взаимодействия зонда с поверхностью, исследовать локальную жесткость в различных точках образца, изучать распределение сил адгезии на поверхности образцов.

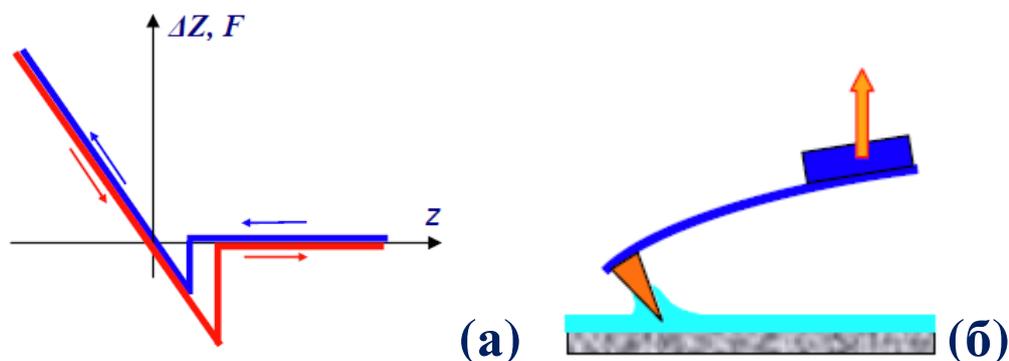


Рис. 9. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера от расстояния  $z$  между зондовым датчиком и образцом, содержащим на поверхности адсорбированный слой жидкости.

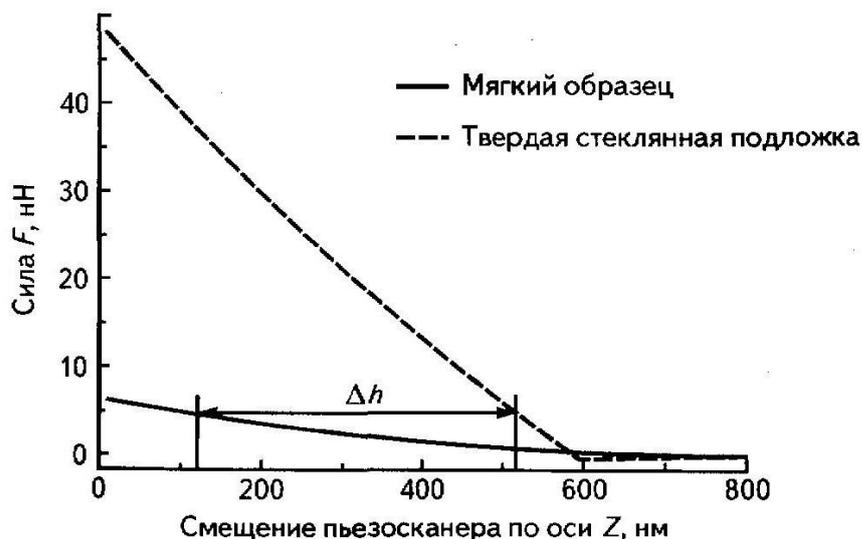


Рис. 10. Различие силовых кривых на мягком и калибровочном твердом образцах позволяют определить величину прогиба мягкого образца  $\Delta h$  под действием зонда.

При известном коэффициенте упругости кантилевера  $k$ , измерив зависимость  $DFL(z)$ , можно пересчитать силу из условных единиц DFL тока фотодетектора в Ньютоны. Сила, с которой образец действует на кантилевер при заданной величине DFL, определяется выражением:

$$F = \frac{k}{\beta} DFL,$$

где  $\beta$  – коэффициент наклона прямой  $DFL(z)$  на участке действия упругих сил.

При опоре на твердую поверхность деформация твердого образца мала и смещение пьезосканера по оси  $z$  совпадает с деформацией (отклонением) кантилевера. Поэтому силовую кривую при опоре на твердый образец можно использовать в качестве калибровочной для пересчета отклонений кантилевера из наноамперов (DFL) в нанометры ( $\Delta z$ ). Различие силовых кривых на мягком и «калибровочном» твердом образцах (рис. 10) позволяют определить величину прогиба мягкого образца  $\Delta h$  под действием зонда. В результате можно получить кривую, отображающую взаимосвязь приложенной силы и деформации поверхности под зондом, и по ней рассчитать модуль Юнга исследуемого образца.

### Метод модуляции силы (дополнительно)

Для изучения локальной жесткости используется Метод модуляции силы. В процессе сканирования на  $Z$ -секцию сканера подается дополнительное модулированное напряжение, совершающее вертикальные периодические колебания сканера. В соответствии с локальной жесткостью поверхности образца изменяются величина продавливания образца и изгиб кантилевера. На жестких участках поверхности величина прогибов поверхности от зонда будет маленькая, а величина изгиба кантилевера большой. На мягких же участках глубина прогибов поверхности увеличится, а величина изгиба кантилевера – уменьшится (Рис. 11).

Отслеживание рельефа поверхности образца проводится с использованием среднего изгиба кантилевера в цепи обратной связи. Метод модуляции силы широко используется при исследованиях полимеров, полупроводников, биообъектов, в особенности при исследованиях композитов.

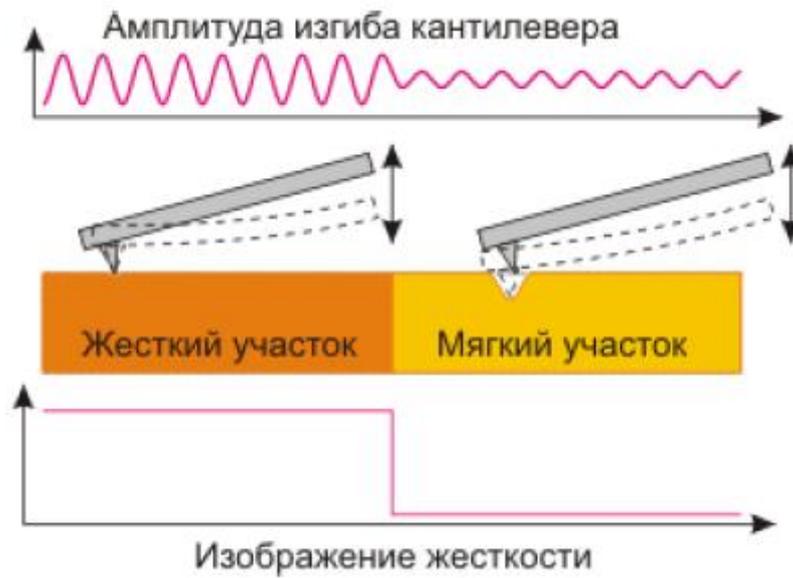


Рис. 11. Изменение амплитуды колебаний кантилевера в зависимости от жесткости образца при модуляции положения сканера относительно образца.

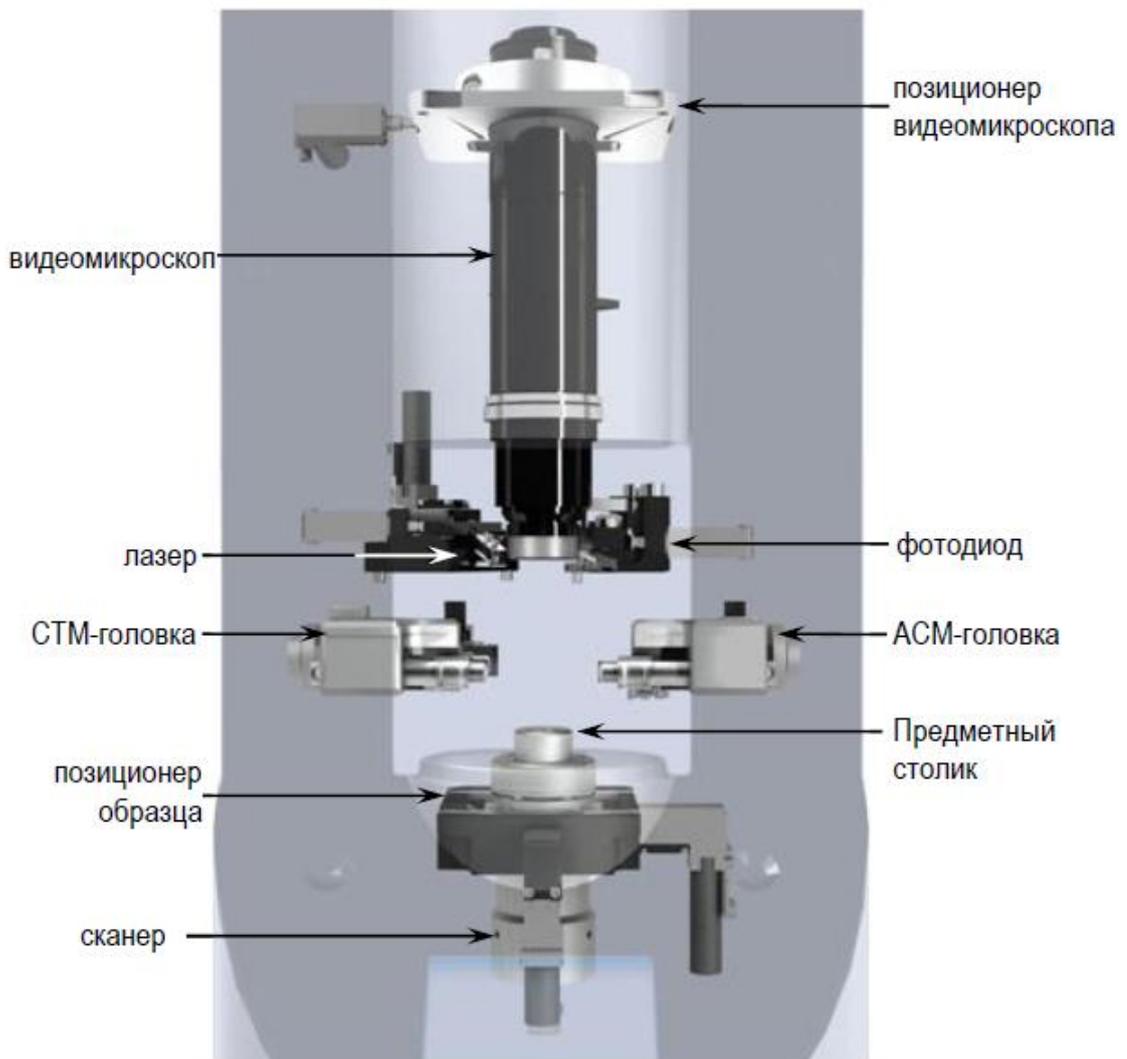


Рис. 12. Схема атомного-силового и сканирующего туннельного (СТМ) микроскопа Solver Next

## Порядок работы с программным обеспечением Nova атомно-силового микроскопа

### Настройка оптической системы АСМ.

- a) Настройка системы регистрации заключается в наведении лазерного луча на кантилевер и установке фотодиода так, чтобы лазерный луч, отражаясь от кантилевера, попадал в центральную часть фотодиода, одинаково освещая все четыре сегмента фотодиода.
- b) Настройка амплитуды сигнала лазера происходит во вкладке *Aiming* управляющей программы Nova, но шаговые двигатели, перемещающие лазерную головку, находятся непосредственно на установке. Лазер настраивается на максимальную мощность (цифра около надписи Laser в программе Nova). Сначала настраивается лазер, а не фотоприемник!
- c) Если настроиться не получается, необходимо навести луч лазера на чип кантилевера. Далее найти сам кантилевер оказывается проще.
- d) После настройки лазера необходимо отрегулировать положение фотоприемника.

### Поиск резонансной частоты колебаний кантилевера и тонкая подстройка амплитуды (для полуконтактного метода).

- a) Эти действия производятся во вкладке *Resonance* управляющей программы АСМ. В самом простом случае необходимо нажать кнопку Run, остальное произойдет автоматически.
- b) Если Вы наблюдаете пик, по форме напоминающий Лоренцеву или Гауссову кривую — Вы правильно настроили луч лазера на кантилевер и, как минимум, его механические характеристики удовлетворительны для работы устройства. Если же Вы наблюдаете любую иную форму кривой — вы «навелись» на чип, повторить пункты а — b.
- c) На коробке с кантилеверами часто указывается их резонансная частота. Обычно она составляет порядка 100 kHz. Сравните — правильный ли пик нашла программа.

### Подводка кантилевера к поверхности исследуемого образца.

Этот процесс производится под наблюдением преподавателя! Находимся во вкладке *Approach*. Включаем обратную связь *On*. Сверху программной панели находится индикатор напряжения обратной связи — полностью заполненная полоска означает, что подается наибольшее напряжение, и образец максимально выдвинут вперед к кантилеверу.

### Процедура сканирования поверхности образца.

Эти действия производятся во вкладке *Scan*.

Необходимо задать параметры сканирования: размеры области, количество строк и точек в строке, направление сканирования, скорость построчной развертки сканирования (в Гц).

### Снятие спектроскопических зависимостей.

Эти действия осуществляются в разделе Curves (Раздел 12 руководства по эксплуатации СЗМ Солвер Некст)

### План выполнения практической работы:

1. Установка образца (разделы **6.3** руководства по эксплуатации СЗМ Солвер Некст) и зондового датчика АСМ (раздел **6.4**). Фокусировка видеомикроскопа в плоскости кантилевера зонда АСМ. В дальнейшем ходе работы рекомендуется фокусировку не изменять, что позволит судить о приближении кантилевера к поверхности образца по четкости изображения с видеомикроскопа.
2. Настройка оптической системы регистрации изгибов кантилевера (раздел **6.7**) с помощью видеомикроскопа.
3. Предварительный подвод образца на расстояние 1÷2 мм от зонда и выбор участка сканирования (разделы 6.5, 6.6).
4. **Работа в полуконтактном колебательном режиме** (Разделы **8.1, 8.3**). Получение амплитудно-частотной и фазо-частотной характеристик колебаний кантилевера, выбор рабочей частоты и амплитуды колебаний MAG. Подвод образца к зонду. Наблюдение явления генерации (самовозбуждения) в цепи обратной связи и установка рабочего уровня коэффициента усиления цепи обратной связи. Установка параметров сканирования (скорость и направление сканирования, размер области сканирования и число точек, в которых проводятся измерения). Сканирование поверхности образца в полуконтактном режиме с регистрацией рельефа и сдвига фазы колебаний кантилевера (Phase contrast). Исследование природы искажений изображения при сканировании с различными скоростями (Rate), коэффициентами усиления обратной связи (Gain) и амплитудами колебаний (Set Point). Определение амплитуды колебаний кантилевера на основе измерения зависимости амплитуды от степени выдвижения z-трубки сканера MAG(z) – раздел **12.2**.
5. **Работа в контактном режиме** (Раздел **7.1**). Установка начального уровня сигнала DFL. Подвод образца к зонду. Установка рабочего уровня коэффициента усиления цепи обратной связи. Установка параметров сканирования. Сканирование поверхности образца в контактном режиме с регистрацией рельефа и латеральных сил (Раздел **7.2**).
6. **Работа по методу модуляции силы** (Раздел **7.6**). Снятие кривых подвода и отвода зонда к/от поверхности образца (**силовая спектроскопия**) для жестких и мягких участков поверхности рекристаллизованного графита. Оценка силы и давления, с которой зонд действует на поверхность образца при сканировании в контактном режиме. Оценка величины капиллярной силы. (Раздел **12.1**).

## Выполнение работы, обработка результатов.

### *В отчете по каждому пункту привести:*

- данные об образце, основные параметры сканирования (размер область сканирования, количество точек, направление строки, скорость сканирования, величины *Set Point* и *Gain*) и параметры обработки изображения (например, «вычитание общего наклона на основе аппроксимации плоскостью»);

- изображения рельефа и/или других сигналов, где видны те или иные артефакты сканирования (в некоторых случаях могут понадобиться также профили вдоль строк или других характерных направлений);

- вывод по приведенным сканам, каковы возможные причины наблюдаемых искажений и почему Вы так считаете (например, «появление мелких периодического структур типа колебаний на изображениях рельефа при некоторых скоростях сканирования может быть связано с возросшими ошибками обработки цепи обратной связи (проявление генерации) при увеличившейся скорости сканирования и неизменном *Gain*, либо с возросшими наводками в электрических цепях»).

### 1. **Работа в полуконтактном режиме ACM, исследование влияния величины *Set Point*, выявление артефактов при сканировании.**

Провести сканирование поверхности одной из калибровочных решеток (привести ее название и основные данные о рельефе в отчете!) в полуконтактном режиме **Phase contrast с регистрацией рельефа (при прямом и обратном проходах) и сигналов амплитуды и смещения фазы колебаний (Mag и Phase)**. Область сканирования около 6 мкм x 6 мкм, количество точек 256 x 256, направление строки вдоль оси X, скорость сканирования Rate 0.5 - 5 Гц.

а) Проведите измерения, изменяя в процессе сканирования частоту прохода строк **Rate** (в Гц) и/или коэффициент усиления обратной связи **Gain**. Объясните причины наблюдаемых при сканировании искажений изображения: различный вид при проходе в прямом и обратном направлении, на подъемах и спусках. Свои выводы подтвердить изображениями рельефа и/или других сигналов, где видны те или иные артефакты сканирования (в некоторых случаях могут понадобиться также профили вдоль строк или других характерных направлений).

б) Провести сопоставление характерных размеров объектов по осям X, Y и Z по данным измерений в полуконтактном режиме с паспортными данными для данной калибровочной решетки. При необходимости введите поправочные коэффициенты, по которым далее можно будет рассчитывать реальные размеры объектов. Оцените погрешность определенных вами поправочных коэффициентов. Сделайте вывод, пригодна ли данная калибровочная решетка для калибровки масштаба смещений по осям X, Y и Z? Если нет, объяснить, почему.

в) Провести многократное сканирование одного и того же участка (либо вдоль одной и той же строки – соответствующую опцию нужно указать в диалоговом окне установки параметров сканирования). Объяснить, чем обусловлены наблюдаемые изменения.

г) При выключенной обратной связи по осям x, y переместить область сканирования на расстояние около 10 мкм, провести сканирование поверхности несколько раз. Объяснить, с чем связаны «деформации» решетки на сканах.

д) Провести **измерения зависимости MAG(z)** амплитуды колебаний кантилевера MAG от расстояния до поверхности z в нескольких точках на поверхности образца.

*Для этого, не отводясь от поверхности, установить SetPoint около 3 нА, «перейти во вкладку» Curves. На появившемся изображении предыдущего скана выбрать точку для проведения измерений. Провести измерения при смещениях от -50 до 300 нм и от -50 до 5000 нм. Если в области нижней границы наблюдается сильное отличие кривых подвода и отвода, попробуйте поднять нижнюю границу диапазона (например, от -50 до -20 нм).*

Кривые подвода-отвода привести в отчете. По результатам измерений (на линейном участке MAG(z) вблизи поверхности) **оценить амплитуду колебаний кантилевера (в нм)** в рабочей точке (MAG = SetPoint) и вдали от поверхности.

е) Провести сканирование участка при различных заданных величинах амплитуды колебаний MAG (Set Point) в диапазоне от 0.2 до 0.8 от максимальной величины амплитуды (на большом удалении от поверхности). Найти пороговую величину MAG, при которой сканирование провести не удастся, и пояснить причину этого явления – сравнить с пунктом д.

ж) Используя измеренные амплитудно-частотную и фазо-частотные характеристики кантилевера (привести в отчете) вдали от поверхности объекта, определите его собственную частоту и добротность. Чем обусловлено использование колебательных методик при работе в полуконтактном режиме АСМ? Почему при работе в полуконтактном режиме АСМ обычно используют более жесткие кантилеверы, чем в контактном?

2. **Работа в контактном режиме АСМ, сопоставление работы в контактном и полуконтактном режимах, определение размеров наночастиц.** Подготовить поверхность высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ) с наночастицами.

а) Провести сканирование поверхности образца ВОПГ в контактном режиме с **регистрацией рельефа (при прямом и обратном проходах), сигнала DFL и латеральных сил LF**. Set Point – приблизительно 0.1 от величины сигнала Laser. Область сканирования 3мкм x 3мкм, количество точек 256 x 256, направление строки вдоль оси X, скорость сканирования 2-5 Гц. Подобрать оптимальную величину Gain (вероятно в диапазоне от 1 до 10), пояснить, почему она оказывается больше по сравнению с полуконтактным режимом.

б) Произвести отвод образца от АСМ зонда, подвод в полуконтактном режиме. Провести сканирование того же участка, что и в пункте (а), расширив размер области сканирования до 6 мкм x 6 мкм, количество точек 256 x 256, направление строки вдоль оси X.

в) По результатам измерений в пунктах (а,б) пояснить отличия в изображении наночастиц на поверхности образца в контактном и полуконтактном режимах; определить кажущийся размер частиц по осям X, Y, Z, пояснить причину из значительного различия. Какую методику можно порекомендовать для исследования наночастиц?

3. **Работа в контактном режиме с модуляцией силы, анализ кривых подвода и силовая спектроскопия.** Провести сканирование поверхности центральной части образца графита, где произошло расплавление и рекристаллизация. Снять ряд кривых подвода – отвода зонда, т.е. зависимость деформации кантилевера DFL от расстояния до поверхности z.

а) Объяснить различие кривых подвода и отвода зонда.

б) Используя график  $DFL(z)$  для жесткой поверхности (*привести в отчете в удобном для анализа масштабе*) и считая, что вся деформация в этом случае обусловлена деформацией кантилевера (поверхность не деформируется), получить коэффициент пересчета величины  $DFL$  в  $\Delta H$  – деформацию кантилевера (в нм).

в) По полученным данным измерений  $DFL(z)$  определите силу  $F_z$ , действующую на зонд в рабочей точке (Set Point, например, при сканировании):

$$F_z = k \cdot \Delta H$$

где  $\Delta H$  – отклонение кантилевера от положения равновесия до положения, задаваемого величиной прижима кантилевера  $DFL$ , а  $k$  – жесткость кантилевера (см. таблицу). У кантилеверов для бесконтактных методик типа NSG01 жесткость составляет  $k \sim 5$  Н/м, а для контактных типа CSG10  $k \sim 0.1$  Н/м.

Чтобы найти давление зонда на поверхность образца оцените площадь взаимодействия зонда и образца  $S = \pi R^2$ , где  $R \approx 10 \div 50$  нм – радиус закругления кончика зонда.

г) *Построить на одном графике зависимости  $DFL(z)$  для жесткой и мягкой поверхностей.* Из их сопоставления оцените величину деформации мягкого образца (нм) в рабочей точке сканирования (Set Point).

4. **Оценка минимально разрешимого масштаба неровностей по Z в контактном режиме АСМ.** Провести сканирование поверхности образца высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ) сразу после удаления верхних слоев скотчем в контактном режиме с регистрацией рельефа и латеральных сил. Область сканирования около 1 мкм x 1 мкм, количество точек 256 x 256, направление строки вдоль оси X, скорость сканирования 2-10 Гц. На основании плоских участков сканов, считая поверхность в таких местах атомарно гладкой, оценить уровень помех и шума прибора по Z координате в режиме сканирования. Оценить минимальный масштаб неровностей (по Z, в нм), которые можно разрешить с помощью этого прибора.

*В отчете по этому пункту привести профиль(профили) вдоль строк или других характерных направлений, на которых проводилась оценка минимального масштаба неровностей (по Z, в нм), которые можно разрешить с помощью этого прибора.*

## Литература

1. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: 2004.
2. Дедкова Е.Г., Чуприк А.А., Бобринецкий И.И., Неволин В.К. Учебное пособие «Приборы и методы зондовой микроскопии». М.: 2011.
3. Израелашвили Дж. Межмолекулярные и поверхностные силы. М.: Научный мир. 2011. (глава 6, 10, 11)

## Данные о параметрах серийных зондов NT-MDT ([www.ntmdt-tips.com](http://www.ntmdt-tips.com)):

Марка зонда	Жесткость $k$ , Н/м	Длина $l$ , мкм	Ширина $w$ , мкм	Толщина $t$ , мкм	Частота $f_0$ , кГц	Радиус зонда $R$ , нм	Высота зонда $h$ , мкм	Угол $\varphi$ , °
CSG01	0.01 – 0.13	350	30	0.7 – 1.3	4 – 17	10	14 – 16	7 – 18
CSG30	0.13 – 2.0	190	30	1.5	26 – 76	10	14 – 16	7 – 18
FMG01	1 – 5	225	32	2.5	40 – 96	10	14 – 16	7 – 18
HA-NC-A	12.0	80	34	1.75	235	10	> 10	40
HA-NC-B	3.5	110	34	1.75	140	10	> 10	40
NSG10	3.1 – 37.6	95	30	2.0	140 – 390	10	14 – 16	7 – 18

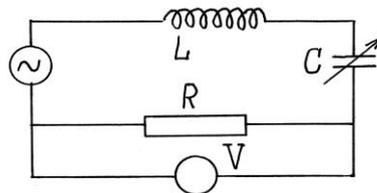
## **Контрольные вопросы (при допуске к работе)**

1. Какие методы включает в себя СЗМ?
2. Опишите общую конструкцию атомно-силового микроскопа.
3. Как устроены зондовые датчики атомно-силовых микроскопов?
4. Как устроена система регистрации малых изгибов упругой консоли зондового датчика АСМ?
5. Пьезоэлектрический эффект и принцип действия пьезоэлектрического двигателя.
6. Опишите принципы сканирования (и определения) рельефа поверхности методами АСМ.
7. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования (**Set Point, Gain, частота сканирования строк, размер области сканирования**). Что отражает величина Gain?
8. Опишите вид зависимости силы взаимодействия от расстояния зонд-образец.
9. **Принцип сканирования поверхности в контактном режиме АСМ. Что отражают сигналы DFL, LF, Laser?**
10. Каковы достоинства и ограничения контактного режима АСМ?
11. **Принцип сканирования поверхности в полуконтактном режиме АСМ. Что отражают сигналы Mag, Phase?**
12. **Как и почему изменяется амплитуда колебаний кантилевера в полуконтактном режиме при приближении к поверхности?**
13. **Чем обусловлено использование колебательных методик при работе в полуконтактном режиме АСМ?**
14. Какие недостатки у полуконтактных АСМ методик?
15. Каковы типичные причины искажения и зашумленности в СЗМ изображениях?
16. Какие величины определяются при работе АСМ по методу модуляции силы?

## **Вопросы для самопроверки (выяснить в процессе выполнения и сдачи работы)**

1. Почему оптические микроскопы не способны обеспечить атомное разрешение?
2. Перечислите уникальные возможности методов СЗМ.
3. Какие свойства поверхности позволяет исследовать метод АСМ?
4. Прокомментируйте возможности методов СЗМ для исследований нанообъектов. В чем состоят их достоинства и недостатки?
5. Как осуществляется перемещение по трем координатам с помощью трубчатого сканера?
6. Как осуществляется обработка СЗМ изображений? Какие фильтры применяются для обработки СЗМ изображений?

7. В чем состоит отличие шума и помех от линейных и нелинейных искажений?
8. Из-за чего появляется наклон в изображениях, полученных с СЗМ? Всегда ли необходимо вычитание наклона?
9. Проявления каких артефактов следует ожидать при высоких и при малых скоростях сканирования?
10. Каковы достоинства и ограничения контактного режима АСМ?
11. Предложите критерии разрешающей способности АСМ в контактном режиме по нормали и в латеральном направлении.
12. Какие факторы ограничивают пространственное разрешение в методе АСМ?
13. Как изменяется амплитудно-частотная характеристика кантилевера с приближением к поверхности образца?
14. Чем обусловлено использование колебательных методик при работе в полуконтактном режиме АСМ? Почему возбуждение колебаний проводится на собственной резонансной частоте кантилевера?
15. Почему при работе в полуконтактном режиме АСМ обычно используют более жесткие кантилеверы, чем в контактном?
16. Что такое синхронное детектирование и синхронный усилитель (Lock-in amplifier)?
17. Емкостный датчик используется для регистрации малых механических смещений. Датчик представляет собой электрический колебательный RLC контур с воздушным конденсатором, одна из пластин которого подвижна. Оценить минимально измеряемое перемещение пластины конденсатора  $\Delta d$ , если контур настроен в резонанс, напряжение источника питания  $U = 100$  В, минимально измеряемое изменение напряжения на сопротивлении  $\Delta V = 10$  мкВ, добротность контура  $Q = 10^3$  и зазор между пластинами  $d = 1$  мм.



18. Что такое добротность кантилевера? На что влияет эта величина?
19. С чем связано наличие гистерезиса в зависимостях  $DfL(z)$  и  $Mag(z)$  при отводе и отводе зонда к поверхности образца?
20. Каковы типичные расстояния, на которых проявляются взаимодействия иглы кантилевера с поверхностью образца? Сравните его с типичным масштабом убывания сил Ван-дер-Ваальса между атомами материала.
21. Атомы водорода электрически нейтральны и не обладают постоянным дипольным моментом. Какова природа их взаимодействия на больших расстояниях, какова зависимость энергии взаимодействия двух атомов от расстояния?

## Приложение 1. Модель колебаний кантилевера АСМ в бесконтактном режиме

Основные закономерности процессов, происходящих при взаимодействии колеблющегося кантилевера и поверхности образца можно понять из простейшей модели, рассматривающей кантилевер как гармонический осциллятор с затуханием под действием внешних сил:

$$m\ddot{x} = -kx - \gamma\dot{x} + F_0 \cos(\omega t).$$

Здесь  $-kx$  – упругая сила изгиба кантилевера,  $-\gamma\dot{x}$  – сила вязкого трения (о воздух или жидкость – в зависимости от того, в какой среде производится сканирование),  $F_0 \cos(\omega t)$  – сила со стороны актюатора («драйвера» колебаний).

Введем некоторые обозначения:

$$\omega_0^2 = \frac{k}{m}, \quad \Phi_0 = \frac{F_0}{m}, \quad \zeta = \frac{\gamma}{2\sqrt{km}}.$$

Получим следующее дифференциальное уравнение:

$$\ddot{x} + 2\zeta\omega_0\dot{x} + \omega_0^2x = \Phi_0 \cos(\omega t).$$

Его решение строится в виде суммы решений однородного и частного решения неоднородного уравнений:

$$x(t) = e^{-\zeta\omega_0 t} [c_1 \cos(\omega_d t) + c_2 \sin(\omega_d t)] + \operatorname{Re} \left[ \Phi_0 \frac{\omega_0^2 - \omega^2 + 2i\zeta\omega_0\omega}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\zeta^2\omega_0^2\omega^2} e^{-i\omega t} \right].$$

Где  $\omega_d = \omega_0\sqrt{1-\zeta^2}$  – собственная частота затухающих колебаний. Константы  $c_1$ ,  $c_2$  определяются из заданных начальных условий. При рассмотрении стационарного процесса, т.е. при  $t \rightarrow \infty$ , решение однородного уравнения будет стремиться к нулю и останется только частное решение:

$$x(t) = \Phi_0 \frac{(\omega_0^2 - \omega^2)\cos \omega t + 2\zeta\omega_0\omega \sin \omega t}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\zeta^2\omega_0^2\omega^2} = \frac{\Phi_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\zeta^2\omega_0^2\omega^2}} \cos(\omega t - \varphi).$$

Таким образом, при  $t \rightarrow \infty$  система «забывает» свое начальное состояние, а характер колебаний определяется вынуждающей силой. Как следует из вида полного решения, характерное время такого процесса «забывания» (релаксации) составляет  $\tau = 1/(\zeta\omega_0)$ . Его можно выразить через добротность  $Q = \omega_0 / 2\gamma = 1/2\zeta$  колебательной системы:

$$\tau = \frac{2Q}{\omega_0}.$$

Из представленного решения можно сделать некоторые полезные выводы:

1. Оценим время, за которое при таком методе регулирования можно получить изображение размером 256 x 256 точек. Пусть резонансная частота кантилевера 100 кГц, а его добротность около 1000, тогда один скан можно получить за время порядка 10 минут:

$$256 \times 256 \times \tau = 256 \times 256 \times \frac{2000}{10^5 \text{ Hz}} \sim 1300 \text{ с.}$$

Если же добротность кантилевера порядка 100 000, как в условиях высокого вакуума, то время измерения оказывается чрезмерно велико и задача выглядит не реализуемой.

2. При резонансе амплитуда установившихся вынужденных колебаний в добротность раз больше амплитуды колебаний актюатора  $A_0 = \Phi_0 / \omega_0^2 = F_0 / m\omega_0^2$ :

$$A = \frac{\Phi_0}{2\zeta \omega_0^2} = Q A_0.$$

3. При возбуждении на частоте  $\omega$  много ниже резонансной  $\omega_0$  амплитуда вынужденных колебаний меньше амплитуды вынуждающих в отношении квадратов частот (это задача об изоляции прибора от внешних паразитных вибраций):

$$A = \left( \frac{\omega}{\omega_0} \right)^2 A_0.$$

С приближением к поверхности образца на зонд начинает дополнительно действовать сила со стороны поверхности. В бесконтактном режиме кантилевер совершает вынужденные колебания небольшой амплитуды (около 1 нм). Для малых колебаний силу со стороны поверхности можно приближенно записать в виде:

$$F = F_{x_0} + F'_{x_0} (x - x_0)$$

Таким образом, в уравнении, описывающем колебания в системе, появится дополнительная упругая сила:

$$m\ddot{x} = (F'_{x_0} - k)x + F_{x_0} - \gamma \dot{x} + F_0 \cos(\omega t).$$

Наличие градиента сил приводит к изменению эффективной жесткости системы, и следовательно, сдвигу амплитудно-частотной характеристики системы. Резонансная частота в присутствии внешней силы и с учетом затухания:

$$\omega_d = \omega_0 \sqrt{1 - \zeta^2 - \frac{F'_{x_0}}{k}}.$$

Изменение частоты можно использовать в качестве управляющего параметра в системе обратной связи. Причем время измерения сдвига частоты не превосходит периода колебаний, т.е. в Q раз меньше времени релаксации амплитуды. Проводя контроль сдвига частоты (вместо амплитуды) колебаний можно увеличить скорость сканирования, что устраняет недостаток колебательных методик, упомянутый выше (пункт 1).