

1.11. ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СТРУКТУР С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель лекции: изучение принципов сканирующей зондовой микроскопии.

1.11.1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ О МЕТОДАХ МИКРОСКОПИИ

В настоящее время существует целый ряд способов получения информации о структуре вещества в метровом диапазоне размерностей. Среди них сканирующая зондовая и электронная микроскопии, различные виды спектроскопии, рентгеноструктурный анализ, ядерный магнитный резонанс и др. Ограничимся описанием базовых на сегодняшний момент средств и методов сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ)

СЗМ обладает достаточно широким набором методик для исследования поверхностей. Общим для всех методов является наличие заостренного зонда как инструмента работы с поверхностью образцов. Существуют контактные, полуконтактные и бесконтактные режимы работы, а также различные режимы работы, среди которых туннельный режим, атомно-силовой режим, режим спектроскопии², метод зонда Кельвина, режимы: электросиловой, магнитносиловой, ближнепольной оптической, конфокальной микроскопии и др. С помощью этих методик можно измерять не только топологию структуры, но и множество специальных свойств, таких как модули упругости, распределение различных веществ по поверхности, степень шероховатости поверхности, распределение статического заряда, ориентация магнитных доменов и др. (табл. 1.19) [43].

Таблица 1.19

Характеристики основных методов и методик микроскопии

№ п/п	Наименование	Общие характеристики
1	2	3
1. Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)		
1.1	Метод постоянного тока (Constant Current mode)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца проводящим зондом, при этом система обратной связи поддерживает постоянной величину туннельного тока между зондами и поверхностью

² Здесь под спектроскопией имеется в виду измерение зависимости сил от расстояния.

Продолжение табл. 1.19

1	2	3
1.2	Метод постоянной высоты (Constant Height mode)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца проводящим зондом, при этом система обратной связи поддерживает постоянной величину туннельного тока между зондом и поверхностью и z -координата сканера поддерживается постоянной
1.3	Метод отображения работы выхода	Измерение рельефа поверхности получается путем поточечного измерения логарифмических изменений туннельного тока при изменении расстояния зонд – образец
1.4	Метод $I(z)$ -спектроскопии	Измеряет туннельный ток в зависимости от расстояния зонд – образец в каждой точке СТМ-изображения
1.5	Метод $I(V)$ -спектроскопии (or Current Imaging Tunneling Spectroscopy, CITS)	Предполагает одновременное получение обычного изображения рельефа при фиксированных значениях тока I_0 и напряжения смещения V_0
2. Контактная сканирующая атомно-силовая микроскопия (КАСМ)		
2.1	Метод постоянной силы (Constant Force mode)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца зондом, находящимся с ним в непосредственном контакте, при этом система обратной связи поддерживает постоянной силу прижима зонда к поверхности
2.2	Метод постоянной высоты (Constant Height mode)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца зондом, находящимся с ним в непосредственном контакте, при этом система обратной связи разомкнута и z -координата сканера поддерживается постоянной
2.3	Контактный метод рассогласования (Contact Error mode)	Отображение сигнала рассогласования на входе системы обратной связи в процессе реализации метода постоянной силы, обеспечивает подчеркивание мало-размерных деталей рельефа поверхности
2.4	Микроскопия латеральных сил (Lateral Force Microscopy)	Отображение распределения локальной силы трения по поверхности образца
2.5	Метод модуляции силы (Force Modulation mode)	Отображение распределения локальной упругости по поверхности образца
2.6	Отображение силы растекания (Spreading Resistance Imaging)	Отображение распределения локальной проводимости образца
2.7	Контактная электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (Contact EFM)	Отображение распределения электрического потенциала по поверхности образца, характеризуется повышенным разрешением
2.8	Атомно-силовая акустическая микроскопия (АСАМ) (Atomic-force acoustic microscopy, AFAM)	Отображение распределения локальной упругости по поверхности образца

Окончание табл. 1.19

2.9	АСАМ-резонансная спектроскопия (AFAM Resonance Spectroscopy)	Отображение распределения локальной упругости по поверхности образца с возможностью получения количественных данных по распределению приведенного модуля Юнга
3.	Прерывисто-контактная сканирующая силовая микроскопия	
3.1	Прерывисто-контактный метод	Измерение рельефа поверхности с использованием колеблющегося с резонансной частотой зонда. В процессе сканирования острие зонда в нижней точке колебаний слегка касается поверхности образца
3.2	Прерывисто-контактный метод рассогласования (Semicontact Error mode)	Отображение сигнала рассогласования на входе системы обратной связи в процессе реализации прерывисто-контактного метода, обеспечивает подчеркивание малоразмерных деталей рельефа поверхности
3.3	Метод отображения фазы (Phase Imaging mode)	Отображение особенностей рельефа, поверхностной адгезии и вязкоупругости, определяющих фазовую задержку колебаний зонда
4.	Бесконтактная атомно-силовая микроскопия (Noncontact AFM)	
4.1	Бесконтактный метод АСМ (Noncontact mode)	Измерение рельефа поверхности с использованием колеблющегося с резонансной частотой зонда. В процессе сканирования острие зонда не касается поверхности образца, а обратная связь поддерживает постоянную амплитуду колебания зонда
5.	Многопроходные методики (Many-pass techniques)	
5.1	Статическая магнитно-силовая микроскопия (СМСМ) (DC Magnetic Force Microscopy, DC MFM)	Отображает распределение магнитной структуры поверхности, связанной с локальными различиями распределения первой производной магнитного поля
5.2	Динамическая магнитно-силовая микроскопия (ДМСМ) (AC Magnetic Force Microscopy, AC MFM)	Отображение распределения магнитной структуры поверхности, связанной с локальными различиями распределения второй производной магнитного поля
5.3	Электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (Electrostatic Force Microscopy, EFM)	Отображает распределение электрического потенциала по поверхности образца
5.4	Метод зонда Кельвина (Kelvin Probe Microscopy)	Измерение распределения электрического потенциала по поверхности образца
5.5	Сканирующая ёмкостная микроскопия (СЭМ) (Scanning Capacitance Microscopy, SCM)	Отображение распределения локальной поверхностной электрической емкости в системе проводящий образец – проводящее острие
6	Ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ)	
6.1	Ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ)	

Представленные в сводной таблице методы являются базой для реализации на их основе различных спектроскопических и литографических операций. Остановимся на возможностях отдельных СЗМ, совокупности методик и оборудования для исследования и модификации поверхности твердотельных объектов на размерном уровне более подробно.

Основными методами СТМ являются методы постоянного тока и постоянной высоты для получения данных о рельефе, дополняемые методиками спектроскопических измерений для получения распределений «работы выхода» («высоты барьера») и «локальной плотности состояний» (ЛПС), $I(z)$ - и $I(V)$ -кривые отображают химические и электронные свойства поверхности.

СТМ-метод постоянного тока (МПТ) предполагает поддержание в процессе сканирования постоянной величины туннельного тока с помощью системы обратной связи. При этом вертикальное смещение сканера (сигнал обратной связи) отражает рельеф поверхности (рис. 1.88). Скорость сканирования в МПТ ограничивается использованием системы обратной связи. Большие скорости сканирования могут быть достигнуты при использовании метода постоянной высоты (МПВ), однако МПТ позволяет исследовать образцы с развитым рельефом.

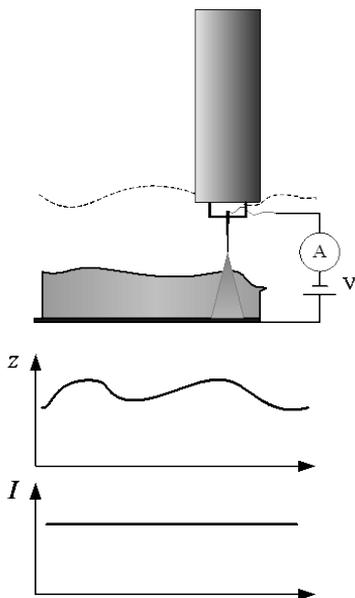


Рис. 1.88. Обобщенная схема метода постоянного тока [43]

При использовании **СТМ-метода постоянной высоты (МПВ)** сканер СТМ перемещает зонд только в плоскости, так что изменения тока между острием зонда и поверхностью образца отражают рельеф поверхности (рис. 1.89). Поскольку по этому методу нет необходимости отслеживать зондом расстояние до поверхности образца, скорости сканирования могут быть более высокими.

МПВ может быть применен, таким образом, к образцам с очень ровной поверхностью, поскольку неоднородности поверхности выше $5\text{--}10 \text{ \AA}$ будут приводить к разрушению кончика зонда.

СТМ-отображение работы выхода получается путем поточечного измерения логарифмических изменений туннельного тока при изменении расстояния зонд – образец, т. е. наклона кривой зависимости $\log I$ от z (рис. 1.90). При проведении измерений локальной высоты барьера расстояние зонд – образец варьируется синусоидально, например путем приложения дополнительного переменного напряжения к сигналу обратной связи, подаваемому на z -секцию пьезосканера. Частота модуляции выбирается много большей полосы пропускания системы обратной связи СТМ.

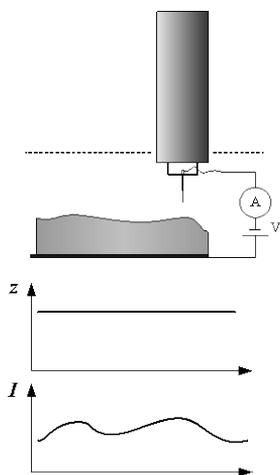


Рис. 1.89. Обобщенная схема метода постоянной высоты [43]

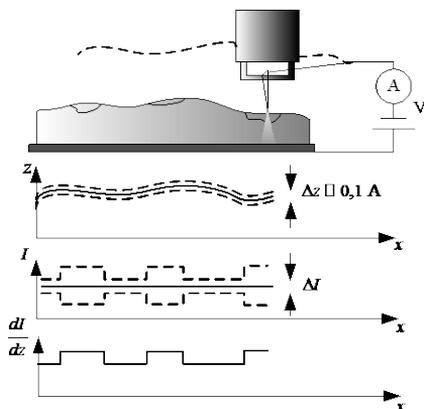


Рис. 1.90. СТМ-отображение работы выхода [43]

СТМ-отображение плотности состояний (рис. 1.91) основывается на том, что измеряемый в СТМ ток определяется процессами туннелирования через зазор зонд – поверхность образца. Его величина зависит не только от высоты барьера, но также и от плотности электронных состояний. Соответственно получаемые в СТМ изображения являются не просто изображениями рельефа поверхности образца, на эти изображения может сильно влиять распределение плотности электронных состояний по поверхности образца. Определение ЛПС может также помочь в различении химической природы поверхностных атомов. Метод основывается на измерении распределения ЛПС и производится одновременно с получением СТМ-изображения. В процессе сканирования напряжение смещения модулируется на величину dU . Частота модуляции выбирается много большей полосы пропускания системы обратной связи СТМ. Результирующая модуляция туннельного тока dI измеряется, делится на dU , и результат представляется в качестве ЛПС-изображения.

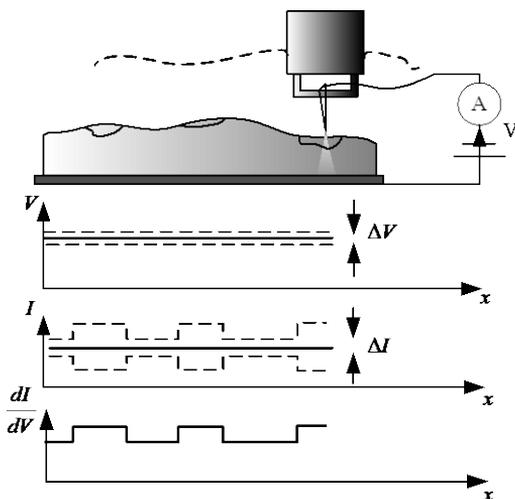


Рис. 1.91. СТМ-отображение плотности состояний [43]

Характерные величины туннельных токов при СТМ, регистрируемых в процессе измерений, являются достаточно малыми – вплоть до 0,03 нА (а со специальными измерительными СТМ-головками – до 0,01 нА), что позволяет также исследовать плохо проводящие поверхности, в частности, биологические объекты. Среди недостатков СТМ можно упомянуть сложность интерпретации результатов измерений некоторых поверхностей, поскольку СТМ-изображение определяется не только рельефом поверхности, но также и плотностью состояний, величиной и знаком напряжения смещения, величиной тока. Например, на поверхности высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ) можно видеть обычно только каждый второй атом. Это связано со спецификой распределения плотности состояний (рис. 1.92).

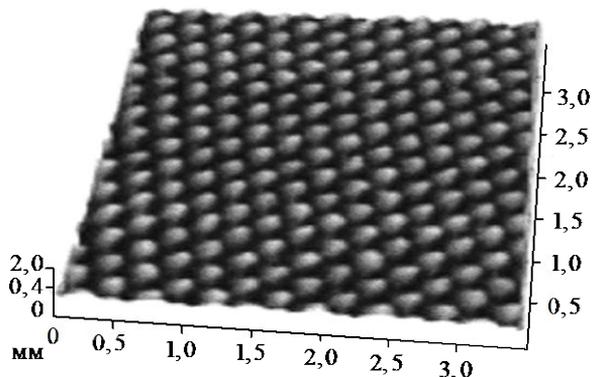


Рис. 1.92. Атомарное разрешение на ВОПГ [43]

СТМ способен формировать изображения отдельных атомов на поверхностях металлов, полупроводников и других проводящих образцов путем сканирования образца острием концевой иглы на высоте порядка нескольких атомных диаметров, так что между острием и образцом протекает туннельный ток.

Преимуществами являются возможность получения сверхвысоких (атомарных) разрешений, недостатками – возможность работы только с проводящими образцами, высокие требования к чистоте поверхности.

Спектроскопические измерения локальной высоты барьера (ЛВБ-спектроскопия) позволяет получать информацию о пространственном распределении микроскопической работы выхода поверхности, как описывается ниже. Туннельный ток I_t в СТМ экспоненциально затухает с расстоянием зонд – образец $I_t \sim e^{(-2kz)}$, где константа затухания k определяется выражением $k = \sqrt{\frac{2mU}{\hbar}}$.

При отображении ЛВБ мы измеряем чувствительность туннельного тока к вариациям расстояния зонд – образец в каждом пикселе СТМ-изображения. Получаемая по этому методу ЛВБ является, так называемой, видимой высотой барьера U , определяемой выражением:

$$U = 0,95 \left(\frac{1}{I_t}\right)^2 \left(\frac{dI_t}{dz}\right)^2.$$

Эта величина обычно сравнивается со средней работой выхода:

$$U_{av} = \frac{(U_p + U_s)}{2},$$

где: U_p и U_s являются работами выхода материала зонда и образца соответственно. Во многих случаях экспериментальная величина U не равна в точности U_{av} , но является меньшей величиной. Тем не менее известно, что величина U близка к локальному поверхностному потенциалу (локальной работе выхода) и является хорошей мерой его.

СТМ– $I(z)$ -спектроскопия (рис. 1.93) измеряет туннельный ток в зависимости от расстояния зонд – образец в каждой точке СТМ-изображения. Для $U_{av} = 1$ эВ имеем $2k = 1,025$ А. Резкая зависимость $I(z)$ помогает определить качество острия зонда. Как установлено эмпирически, если туннельный ток I_t падает в два раза при $Z < 3$ А, то острие рассматривается как очень хорошее, если при $Z < 10$ А, то использование острия возможно для получения атомарного разрешения на ВОПГ. Если же ток спадает в два раза при $Z > 20$ А, то этот зонд не может быть использован и должен быть заменен.

СТМ– $I(V)$ -спектроскопия (or Current Imaging Tunneling Spectroscopy, CITS) предполагает одновременное получение обычного изображения рельефа при фиксированных значениях тока I_0 и напряжения смещения V_0 (рис. 1.94). В каждой точке изображения обратная связь разрывается, и напряжение смещения проходит ряд значений V_i , при этом записываются соответствующие значения тока I_i . Затем напряжение возвращается к V_0 , и обратная связь включается снова.

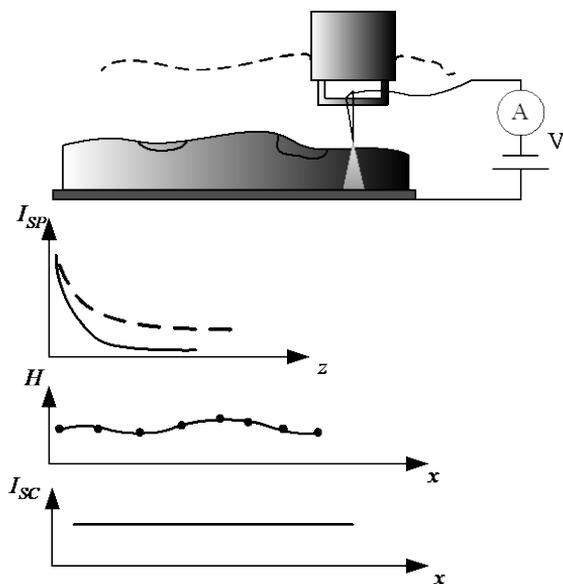


Рис. 1.93. СТМ– $I(z)$ -спектроскопия [43]

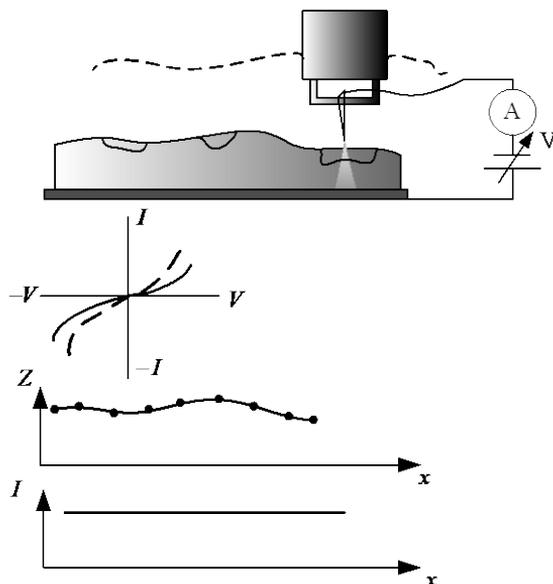


Рис. 1.94. СТМ– $I(V)$ -спектроскопия [43]

Каждая I – V -кривая может быть получена за несколько миллисекунд, так что дрейф положения зонда не оказывает существенного влияния. Эта процедура генерирует полное токовое изображение $I_i(x, y)$ для каждого значения напряжения V_i в дополнение к изображению рельефа $z(x, y)|V_0I_0$. CITS-значения могут быть использованы для расчета токового разностного изображения $dI[V_i, V_j](x, y)$, где V_i и V_j ограничивают частные поверхностные состояния, производя реальное пространственное отображение поверхностных состояний с атомарным разрешением. Эта методика может быть использована, например, в сверхвысоком вакууме для отображения заполненных состояний атомов или ненасыщенных связей для реконструкций кремния.

АСМ – атомная силовая микроскопия. В реальных условиях (в условиях окружающей атмосферы) в воздухе практически всегда присутствует некоторая влажность и на поверхностях образца и иглы присутствуют слои адсорбированной воды. Когда кантилевер достигает поверхности образца, возникают капиллярные силы, которые удерживают иглу кантилевера в контакте с поверхностью и увеличивают минимально достижимую силу взаимодействия. Электростатическое взаимодействие между зондом и образцом может проявляться довольно часто. Оно может быть как притягивающим, так и отталкивающим. Ван-дер-ваальсовы силы притяжения, капиллярные, электростатические и силы отталкивания в точке, где зонд касается образца, в равновесии уравновешиваются силой, действующей на кончик зонда со стороны изогнутого кантилевера. Недостатки туннельного режима были преодолены с изобретением Биннигом *атомно-силового микроскопа*.

При взаимодействии с поверхностью образца макроскопическая гибкая консоль (кантилевер) с острой иглой под действием атомных сил может быть изогнута на достаточно большую величину, чтобы быть измеренной с помощью обычных средств. При работе в контактном методе изгиб кантилевера отражает отталкивающую силу и используется непосредственно, в системе обратной связи или в их комбинации для отображения рельефа поверхности.

Наряду с отображением рельефа в процессе сканирования могут отображаться и другие характеристики исследуемого образца. Если кантилевер с зондом являются проводящими, появляется возможность отображения сопротивления растекания образца. Если сканирование проводится в направлении, перпендикулярном продольной оси кантилевера (в латеральном направлении), силы трения вызывают его скручивание. Измеряя это скручивание с помощью четырехсекционного фотодетектора, можно одновременно с отображением рельефа отображать также и распределение сил трения по поверхности образца.

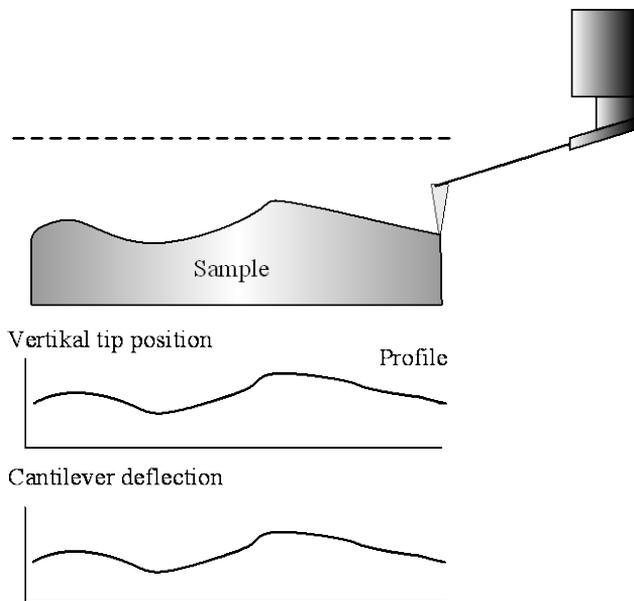


Рис. 1.95. АСМ-метод постоянной высоты [43]

Сила отталкивания F , действующая на зонд, связана с величиной отклонения кантилевера x по закону Гука: $F = -kx$, где k является жесткостью кантилевера. Величина жесткости для различных кантилеверов варьируется от 0,01 до нескольких Н/м. Основным достоинством метода постоянной высоты является высокая скорость сканирования (рис. 1.95). Она ограничивается практически только резонансными свойствами кантилевера.

К недостаткам метода постоянной высоты относится требование достаточной гладкости поверхности образцов. При исследованиях достаточно мягких

образов (подобно полимерам, биологическим объектам, ЛБ-пленкам и т. д.) они могут разрушаться (процарапываться), поскольку зонд находится в непосредственном механическом контакте с поверхностью. При сканировании относительно мягких образцов с развитой поверхностью сила давления зонда на поверхность варьируется, одновременно неравномерно прогибается и поверхность образца. В результате полученный рельеф поверхности может быть искажен. Возможное наличие существенных капиллярных сил, обусловленных наличием слоя воды, также приводит к ухудшению разрешения.

При использовании **АСМ-метода постоянной силы** (рис. 1.96) величина изгиба кантилевера поддерживается в процессе сканирования постоянной при помощи системы обратной связи. Таким образом, вертикальные смещения сканера отражают рельеф поверхности исследуемого образца.

Основным достоинством метода постоянной силы является возможность наряду с измерениями рельефа поверхности проводить измерения и других характеристик – сил трения, сопротивления растекания и др.

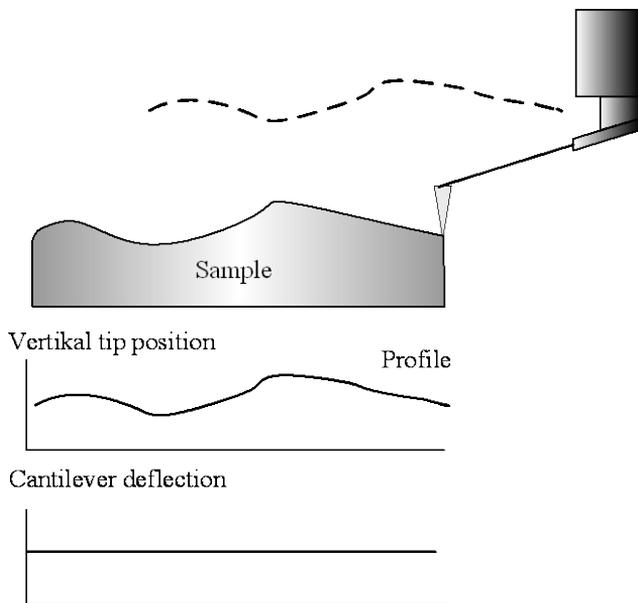


Рис. 1.96. АСМ-метод постоянной силы [43]

АСМ-контактный метод рассогласования (рис. 1.97) может рассматриваться как промежуточный между методом постоянной силы и методом постоянной высоты, если коэффициент усиления системы обратной связи (т. е. скорость обработки сигнала рассогласования) устанавливается таким, чтобы система была способна обрабатывать относительно гладкие особенности рельефа и в то же время быть достаточно медленной, чтобы обрабатывать крутые ступеньки. В результате сигнал рассогласования будет плохо отображать

гладкие особенности рельефа и с высоким контрастом отображать резкие шероховатости. Такой способ отображения может быть полезным для поиска небольших неоднородностей на большом относительно гладком фоне.

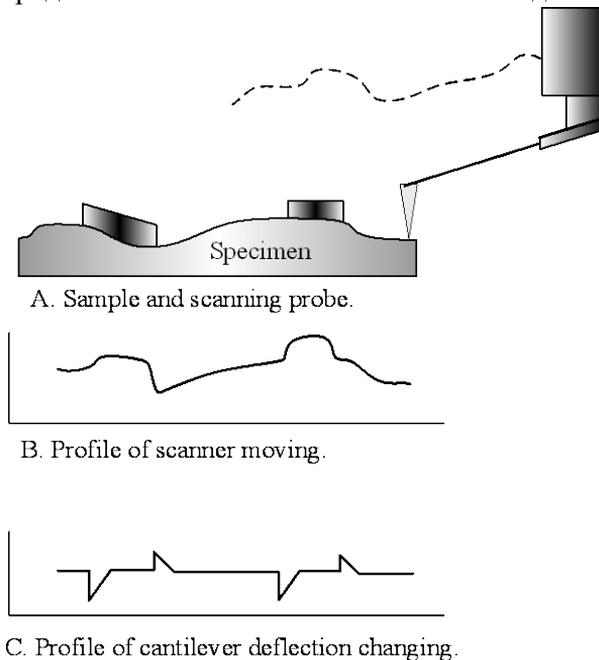


Рис. 1.97. АСМ-контактный метод рассогласования [43]

АСМ-метод латеральных сил (рис. 1.98) позволяет различать области с различными коэффициентами трения, а также подчеркивать особенности рельефа поверхности. Эти возможности могут быть использованы одновременно с получением рельефа поверхности для более полной характеристики исследуемого образца. При сканировании гладкой поверхности с участками с различными коэффициентами трения угол скручивания меняется на каждом участке. Это позволяет проводить измерения локальной силы трения. Если же поверхность не гладкая, то такая интерпретация затруднена. Для того чтобы различить участки с различными коэффициентами трения и неоднородности рельефа, необходимо использовать второй проход в противоположном направлении. Кроме того, измерения латеральных сил позволяют относительно просто достигать атомарного разрешения на слюде и на других слоистых материалах. Метод латеральных сил имеет важное значение при исследованиях полупроводников, полимеров, пленочных покрытий, запоминающих сред, при изучении поверхностных загрязнений, химических особенностей и фрикционных характеристик, а также находит постоянно растущий ряд новых применений. Физические основы метода латеральных сил заключаются в следующем. При сканировании по методу постоянной силы перпендикулярно продольной оси кантилевера по-

мимо изгиба кантилевера в нормальном направлении происходит также и его торсионный изгиб. Он обусловлен моментом силы, действующей на зонд. Для малых отклонений угол закручивания пропорционален поперечной (латеральной) силе. Торсионное закручивание кантилевера измеряется оптической следящей системой микроскопа.

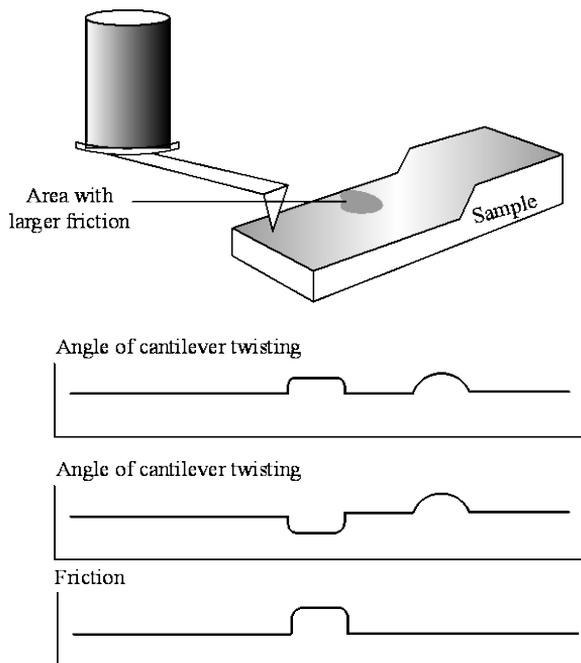


Рис. 1.98. АСМ-метод латеральных сил [43]

АСМ-отображение сопротивления растекания (рис. 1.99) возможно при использовании проводящего зонда АСМ, находящегося в контакте с поверхностью образца. К зонду прикладывается напряжение смещение и проводятся измерения результирующего тока через образец в зависимости от положения зонда одновременно с получением данных о рельефе по методу постоянной силы. При постоянном контактном сопротивлении зонд–поверхность при заданном смещении величина тока пропорциональна локальному сопротивлению исследуемого образца. Отображение сопротивления растекания может быть также использовано и при анализе сложных структур, таких как интегральные схемы.

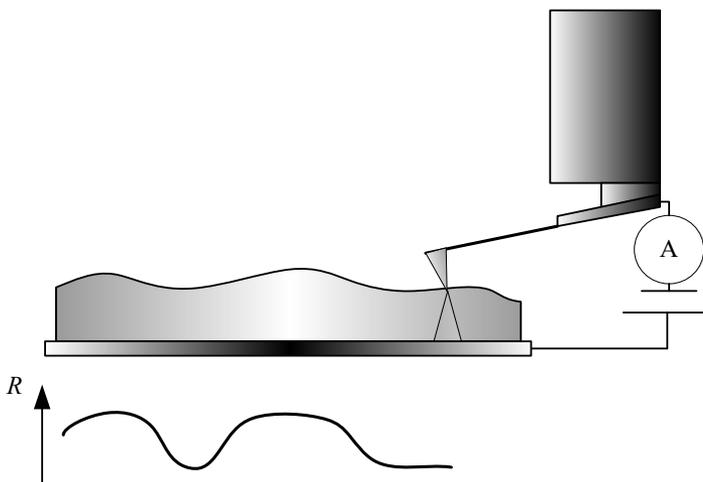


Рис. 1.99. АСМ-отображение сопротивления растекания [43]

АСМ-контактная ёмкостная микроскопия – в процессе проведения контактной ёмкостной микроскопии (КЕМ) определяется изменение реакции зонда над поверхностью образца при приложении различных напряжений (рис. 1.100). В результате строится относительная характеристика изменения поверхностной ёмкости. КЕМ позволяет определять зоны с различной электрической ёмкостью, такие как зоны различной степени легирования в полупроводнике.

АСМ-метод модуляции силы (рис. 1.101). В процессе реализации метода модуляции силы одновременно со сканированием образца в соответствии с методом постоянной силы сканер (или образец) совершает вертикальные периодические колебания. При периодическим движении кантилевер «чувствует» поверхность образца. При этом давление зонда на поверхность образца не остается постоянной величиной, но содержит периодическую (обычно синусоидальную) компоненту. В соответствии с локальной жесткостью образца величина соответствующих вмятин будет изменяться в процессе сканирования. На жестких участках поверхности образца вмятины будут мельче, а на мягких участках – глубже. Отслеживание рельефа поверхности образца проводится с использованием усредненного изгиба кантилевера в системе обратной связи. Если известны величины вертикального смещения сканера D_z , вертикального смещения зонда D и жесткость кантилевера K_c , то можно определить локальную жесткость исследуемого образца K_s :

$$K_s = K_c \left(\frac{D_z}{D} - 1 \right).$$

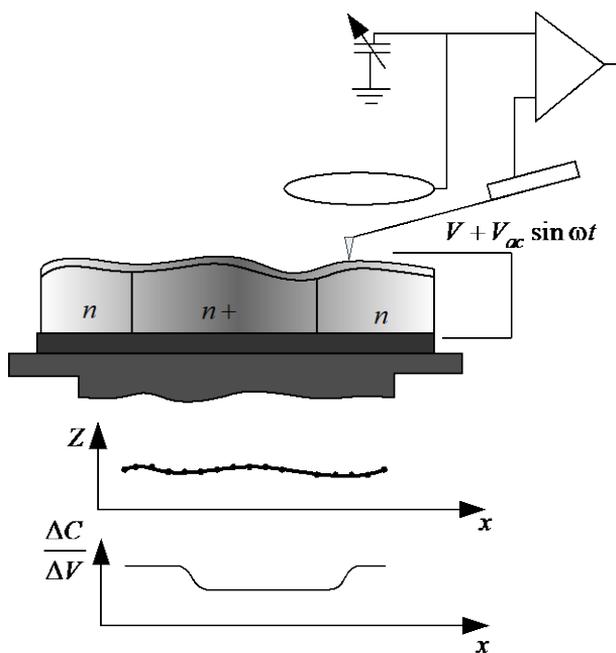


Рис. 1.100. АСМ-контактная ёмкостная микроскопия [43]

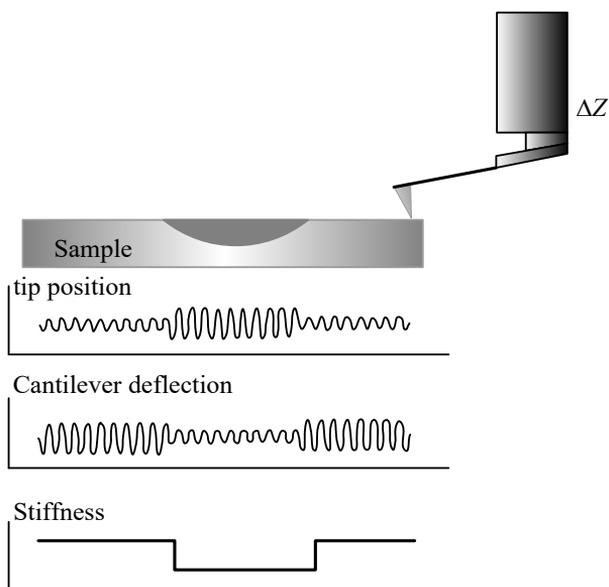


Рис. 1.101. АСМ-метод модуляции силы [43]

В свою очередь, при известной локальной жесткости можно определить модуль упругости образца. Это может быть сделано с использованием калибровочных измерений или с использованием модели Герца. Метод модуляции силы широко используется при исследованиях полимеров, полупроводников, биообъектов, в особенности при исследованиях композитов.

АСМ-полуконтактные методы (рис. 1.102) основаны на использовании колеблющегося кантилевера в сканирующей силовой микроскопии. Впервые метод был предложен Биннигом. Он показал влияние градиентов сил на сдвиг резонансной частоты кантилевера и возможность бесконтактного сканирования поверхности образца. Была найдена возможность сканирования поверхности образца не только в притягивающих, но и в отталкивающих силах. Относительно слабый сдвиг частоты колебаний под влиянием отталкивающих сил означает, что контакт зонда с поверхностью образца в процессе колебаний не является постоянным. Только в течение короткой части периода колебаний зонд «ощущает» контактные отталкивающие силы. Особенно это касается колебаний с большой амплитудой. Сканирование поверхности образца с колеблющимся таким образом кантилевером является не бесконтактным, а скорее прерывисто-контактным. Соответствующий метод сканирующей силовой микроскопии (прерывисто-контактный или полуконтактный метод) довольно часто используется на практике.

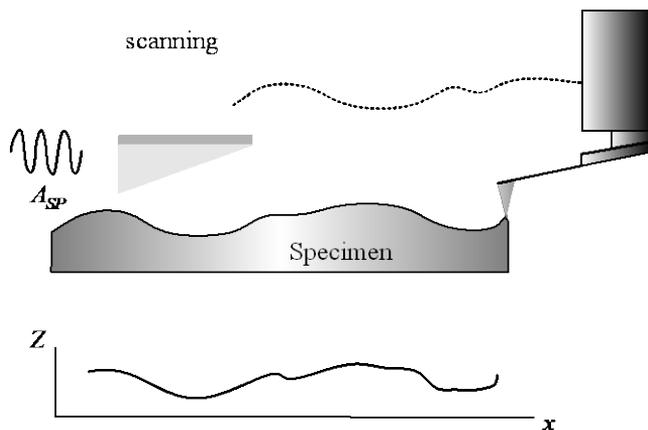


Рис. 1.102. АСМ-полуконтактные методы [43]

Полуконтактный метод обладает определенными преимуществами по сравнению с контактными методами. Прежде всего при использовании этого метода давление кантилевера на поверхность образца существенно меньше, что позволяет работать с более мягкими и легко разрушающимися материалами, такими как полимеры и биоматериалы. Полуконтактный метод также более чувствителен к различным взаимодействиям с поверхностью, что дает возможность по-

лучить ряд характеристик поверхности – распределение вязкости и упругости, электрических и магнитных доменов.

АСМ-метод отображения фазы (рис. 1.103). Когда в процессе колебаний кончик зонда касается поверхности образца, он испытывает не только отталкивающие, но и адгезионные, капиллярные и ряд других сил. В результате взаимодействия зонда с поверхностью образца происходит сдвиг фазы колебаний. Если поверхность образца является неоднородной по своим свойствам, соответствующим будет и фазовый сдвиг. Распределение фазового сдвига по поверхности будет отражать распределение характеристик материала образца. Позволяет получать информацию в широкой области применений: для исследований биологических объектов, образцов с магнитными и электрическими характеристиками и др.

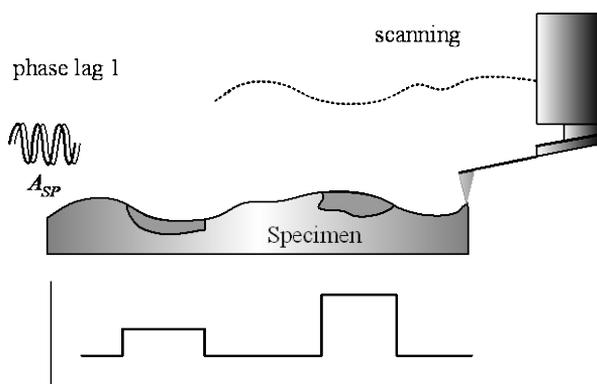


Рис. 1.103. АСМ-метод отображения фазы [43]

Широко используемый **прерывисто-контактный (полуконтактный)** метод обладает определенными недостатками, связанными с использованием системы обратной связи. Скорость сканирования в полуконтактном методе ограничивается временем срабатывания обратной связи. Однако в результате правильного подбора коэффициента усиления обратной связи этот недостаток может быть устранен. Также возможна настройка для оптимального отображения пологих и незначительных изменений рельефа (рис. 1.104).

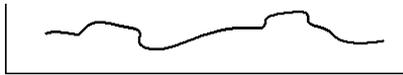


Fig. B. Profile of scanner moving.



Fig. C. Cantilever vibrations during scanning.

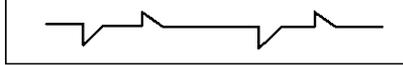


Fig. D. Profile of cantilever vibrations amplitude changing.



Fig. E. Difference of scanner moving and cantilever vibration amplitude changing profiles – profile of sample surface.



Рис. 1.104. АСМ-полуконтактный метод рассогласования [43]

АСМ-бесконтактные методы (рис. 1.105). Бесконтактная ССМ (БК ССМ), предложенная в 1987 г., обладает уникальными возможностями по сравнению с другими методами зондовой микроскопии, такими как контактная ССМ и СТМ. Отсутствие сил отталкивания в БК ССМ позволяет использовать ее в исследованиях «мягких образцов», при этом в БК ССМ, в отличие от СТМ, не требуется наличие проводящих образцов. БК ССМ использует принцип определения «модуляции амплитуды». Соответствующая измерительная схема использует изменения амплитуды колебаний кантилевера (A), обусловленные взаимодействием зонда с образцом. Работа по методу БК ССМ может быть описана в терминах градиентно-силовой модели. В соответствии с этой моделью в пределе малых A при приближении кантилевера к образцу резонансная частота кантилевера f_0 сдвигается на величину df к своему новому значению в соответствии с выражением:

$$f_{eff} = f_0 \left(1 - \frac{F'(z)}{k_0} \right)^{\frac{1}{2}},$$

где: f_{eff} есть новое значение резонансной частоты кантилевера с номинальной величиной жесткости k_0 , а $F'(z)$ – градиент силы взаимодействия кантилевера с образцом. Величина z представляет эффективный зазор зонд–образец, для случая сил притяжения величина $df = f_{eff} - f_0$ отрицательна.

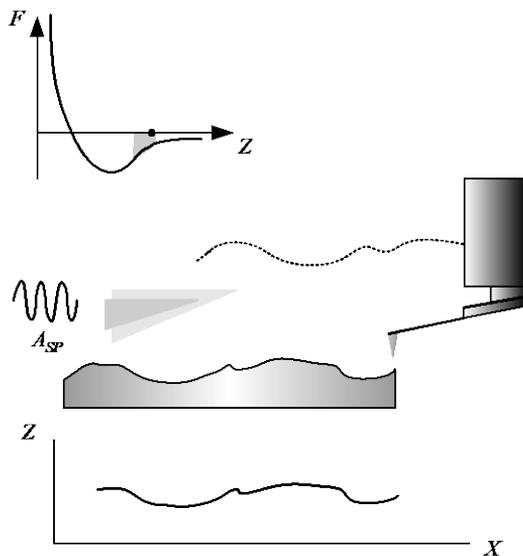


Рис. 1.105. АСМ-бесконтактные методы [43]

Если возбуждающая частота колебаний кантилевера $f_{set} > f_0$, то сдвиг резонансной частоты в сторону меньших значений приводит к уменьшению амплитуды колебаний f_{set} кантилевера с частотой f_{set} при приближении к образцу. Эти изменения амплитуды A используются в качестве входного сигнала в системе обратной связи. Для получения сканированного изображения по методу БК ССМ необходимо, прежде всего, выбрать некую амплитуду A_{set} в качестве уставки, при этом $A_{set} < A(f_{set})$, когда кантилевер находится вдали от поверхности образца. Система обратной связи подводит кантилевер поближе к поверхности, пока его мгновенная амплитуда A не станет равной амплитуде A_{set} при заданной частоте возбуждения колебаний f_{set} . Начиная с этой точки, может начаться сканирование образца в x - y -плоскости с удержанием системой обратной связи $A = A_{set} = \text{const}$ для получения БК ССМ-изображения. Система обратной связи подводит кантилевер ближе к образцу (в среднем), если A_{set} уменьшается в какой-либо точке, и отодвигает кантилевер от образца (в среднем), если A_{set} увеличивается. В целом, как следствие вышеизложенной модели в пределе малых A сканированное изображение может рассматриваться как рельеф постоянного градиента силы взаимодействия зонд-образец. Метод БК ССМ обладает тем преимуществом, что зонд не контактирует с образцом и поэтому не разрушает его и не искажает его изображения. В частности, это может быть важным при исследовании биологических образцов.

Электросиловая микроскопия (ЭСМ) может быть использована в нескольких вариантах, в зависимости от типа исследуемого образца и вида необходимой информации.

Наиболее распространенной является бесконтактная ЭСМ, основанная на двухпроходной методике. На втором проходе кантилевер приводится в колебательное состояние на резонансной частоте, при этом кантилевер заземлен или находится под действием постоянного смещения потенциала V . Ёмкостная сила взаимодействия зонд–образец (или, скорее, ее производная) приводит к сдвигу резонансной частоты. Соответственно амплитуда колебаний кантилевера уменьшается и фаза его колебаний сдвигается. При этом и амплитуда и фаза колебаний могут быть измерены и использованы для отображения распределения электрического потенциала по поверхности образца.

Отображение отклонений амплитуды или фазы определяются ёмкостной зонд–образец силовой производной, т. е. второй производной ёмкости зонд–образец. В результате бесконтактная ЭСМ приводит к более высокому разрешению, поскольку отношение паразитной ёмкости конуса зонда и плоской части кантилевера к полезной ёмкости системы кончик зонда – образец минимизируется.

Магнитно-силовая микроскопия (МСМ) делится на статическую и динамическую. Статическая магнитно-силовая микроскопия (СМСМ) является эффективным средством исследований магнитных структур на субмикронном уровне. Получаемые с помощью МСМ изображения являются пространственным распределением некоторого параметра, характеризующего магнитное взаимодействие зонд–образец, например, силу взаимодействия, амплитуду колебаний магнитного зонда и т. д. МСМ-измерения позволяют проводить исследования магнитных доменных структур с высоким пространственным разрешением, записи и считывания информации в магнитной среде, процессов перемагничивания и т. д. Например, можно четко увидеть доменную структуру поверхности магнитного диска, полученная с применением МСМ.

В СМСМ на втором проходе регистрируется отклонение неколеблющегося кантилевера. Это отклонение обусловлено магнитным взаимодействием зонда с образцом (подобно взаимодействию, регистрируемому в контактном методе). Величина магнитной силы, действующей на зонд, может быть определена путем умножения отклонения кантилевера на величину его жесткости. Вследствие малой величины магнитного зонда его можно рассматривать как точечный магнитный диполь.

В динамической МСМ (ДМСМ) на втором проходе для детектирования магнитного поля используется колеблющийся с резонансной частотой кантилевер (как при использовании бесконтактного или прерывисто-контактного методов). При этом детектируется производная магнитной силы.

Метод зонда Кельвина был предложен для измерения контактной разности потенциалов между зондом и образцом. Применяемый в настоящее время метод зонда Кельвина основывается на двухпроходной методике. В первом проходе определяется рельеф поверхности образца с использованием прерывисто-контактного метода (колебания кантилевера возбуждаются механически). На втором проходе этот рельеф отслеживается при прохождении над образцом на некоторой высоте для определения поверхностного электрического потенциала

$\Phi(x)$. В течение этого второго прохода колебания кантилевера возбуждаются не механически, а электрически путем приложения к зонду напряжения смещения, содержащего статическую и динамическую компоненты. В результате распределение $V_{ac}(x)$ будет отражать распределение поверхностного потенциала по поверхности образца. Если на зонд не подается постоянное смещение, то это распределение представляет распределение контактной разности потенциалов.

Режим спектроскопии может быть использован не только в качестве инструмента для получения рельефа поверхности, но также и для картирования ряда других характеристик и материальных свойств образца, в частности, зарядовой плотности, адгезии и упругости, а также сил разрыва связей лиганд-рецептор. Режим спектроскопии может быть использован также в качестве инструмента силовой спектроскопии – для измерений зависимости сил от расстояния. Для колеблющегося кантилевера сила взаимодействия зонд-поверхность может оказывать влияние также и на некоторые другие характеристики – амплитуду, частоту, фазу, добротность и т. д. Соответствующие зависимости этих характеристик от расстояния могут также рассматриваться как спектроскопические данные.

Ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ). Разрешение классических оптических микроскопов ограничивается дифракционным пределом на уровне примерно половины длины волны. (Дифракционный предел – минимально возможный размер светового пятна электромагнитного излучения (света) заданной длины волны λ в среде с показателем преломления n : $d \frac{\lambda}{2n_{min}}$ Открыт в 1873 г. Эрнстом Аббе.) Однако этот предел может быть преодолен. Изображение со сверхвысоким разрешением может быть получено путем регистрации излучения, проходящего через отверстие с размерами менее длины волны при сканировании объекта. Сканирующая ближнепольная микроскопия, основанная на этом принципе, продемонстрировала возможность применения микроволнового излучения $1/60$ длины волны. В световой области длин волн этот принцип (оптической стетоскопии, ближнепольная оптическая микроскопия, СБОМ) использовали с применением оптического волокна для отображения ряда образцов с различными механизмами получения оптического контраста.

Для того чтобы такая система была практичной и могла быть использована для образцов с самым различным рельефом, необходим механизм, обеспечивающий автоматизированный подвод малоразмерной диафрагмы к исследуемой поверхности на заданное расстояние и поддерживающий это расстояние постоянным в процессе сканирования. Был предложен целый ряд таких механизмов для СБОМ и соответствующих методик, основанных на использовании затухающих волн, включая туннелирование электронов, фотонное туннелирование, измерения емкости, ближнепольное отражение и пр.

В настоящее время наиболее используемый метод поддержания расстояния зонд – образец основывается на измерении поперечно-силового взаимодей-

ствия ближнепольного зонда и образца. Использование основанной на поперечно-силовом взаимодействии системы измерений позволяет проводить определение рельефа поверхности образца. Она же наряду с поперечно-силовой микроскопией позволяет проводить ближнепольные измерения с использованием метода пропускания – для прозрачных образцов, метода отражения – для непрозрачных образцов и люминесцентного метода – для дополнительной характеристики образцов.

Таким образом, сканирующая зондовая микроскопия является одним из наиболее эффективных и информативных средств изучения поверхностей структур, особенно учитывая имеющееся разнообразие подходов и методик, что будет практически исследовано студентами при выполнении заданий данного лабораторного практикума.

1.11.2. КРАТКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ

При изучении курсов в области технологии и основ электроники немаловажное значение имеет решение прикладных задач в рамках упражнений и лабораторных практикумов. Лишь выполнение конкретных исследований, практических упражнений и лабораторных работ способствует более глубокому усвоению основных теоретических положений. В процессе выполнения практических упражнений создаются определенные условия для получения студентами необходимых навыков в пользовании специализированными измерительными приборами, у них накапливается определенный опыт экспериментирования и развивается критический подход к результатам проведенного эксперимента, формируются навыки по его анализу и интерпретации. Данный практикум составлен применительно к специализированным учебным лабораторным комплексам NanoEducator (фирмы NT-MDT), однако он может быть использован и при наличии профессионального СЗМ-оборудования.

В настоящее время СЗМ используется в большом многообразии дисциплин, как в фундаментальных научных исследованиях, так и прикладных высокотехнологичных разработках. Многие научно-исследовательские институты страны оснащаются аппаратурой для зондовой микроскопии. В связи с этим постоянно растет спрос на высококлассных специалистов. Для его удовлетворения фирмой НТ-МДТ (г. Зеленоград, Россия) разработана и создана специализированная учебно-научная лаборатория сканирующей зондовой микроскопии NanoEducator.

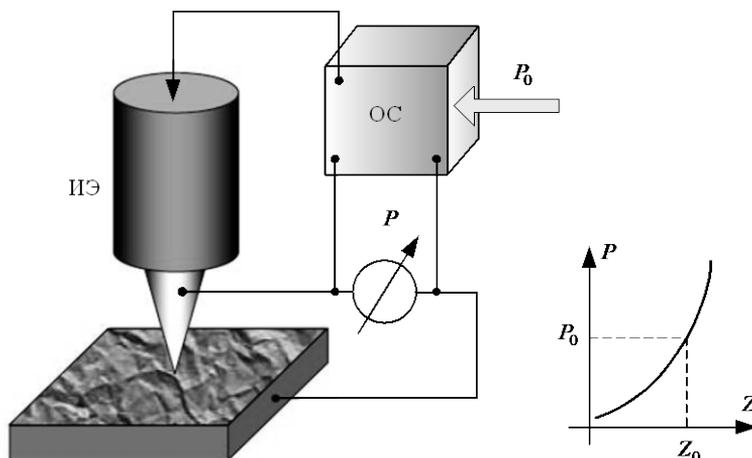


Рис. 1.106. Схема организации обратной связи зондового микроскопа [44]

СЗМ NanoEducator специально разработан для проведения лабораторных работ студентов (рис. 1.106, 1.107, 1.108, 1.109). Линейка приборов СЗМ NanoEducator ориентирована на студенческую аудиторию: они полностью управляются с помощью компьютера, имеют простой и наглядный интерфейс, анимационную поддержку, предполагают поэтапное освоение методик, отсутствие сложных настроек и недорогие расходные материалы.

Принцип работы туннельной микроскопии заключается в следующем (рис. 1.107): при сближении зонда и поверхности объекта на расстояние $L = 0,5$ нм (когда волновые функции электронов ближайших друг к другу атомов зонда и объекта перекроются) и приложении разности потенциалов $U = 0,1 \div 1$ В между зондом и объектом возникает ток, обусловленный туннельным эффектом:

$$I_T \approx e \cdot n \cdot v \cdot D \cdot F,$$

где: $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл – заряд электрона; $n = 1028 \text{ м}^{-3}$ – концентрация электронов проводимости; $v = 106$ м/с – скорость электронов; F – площадь поперечного сечения пучка электронов; D – вероятность прохождения электронов через зазор L .

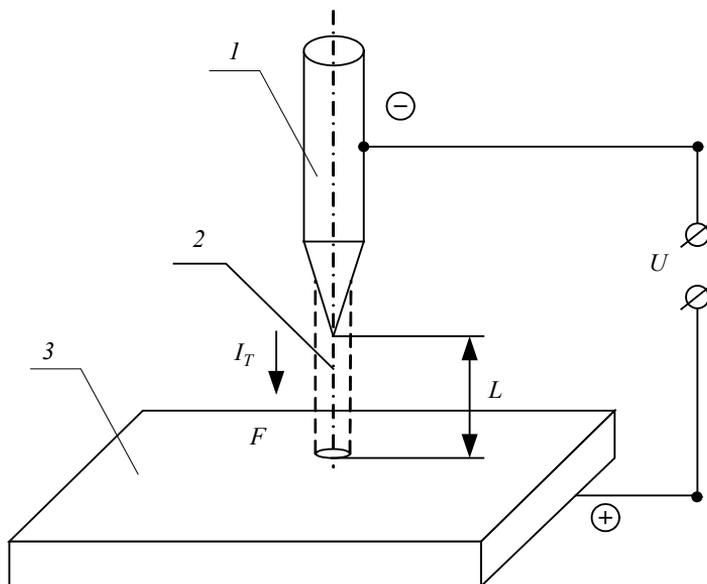


Рис. 1.107. Принцип работы туннельного микроскопа:
 1 – зонд; 2 – пучок электронов; 3 – объект (образец); U – разность потенциалов между зондом и объектом; I_T – туннельный ток;
 L – расстояние между зондом и объектом;
 F – площадь туннельного контакта

Туннельный ток экспоненциально зависит от расстояния между зондом и образцом. При работе СТМ расстояние между объектом и зондом $L = 0,3 \div 1$ нм.

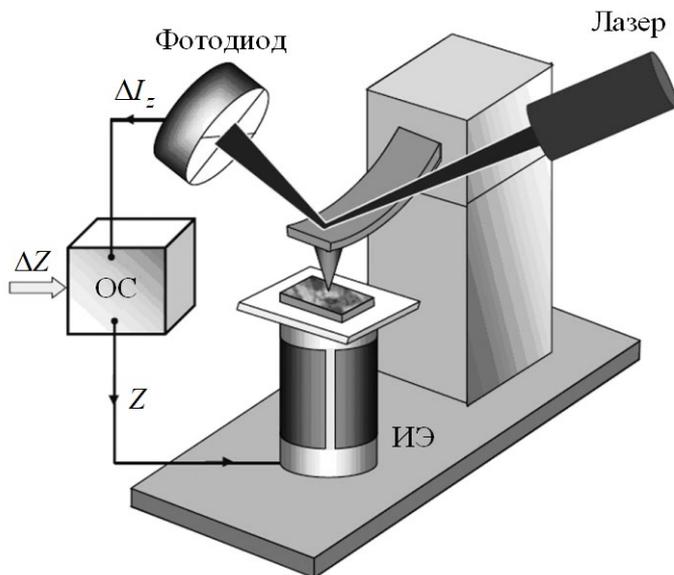


Рис. 1.108. Упрощенная схема обратной связи в АСМ [44]

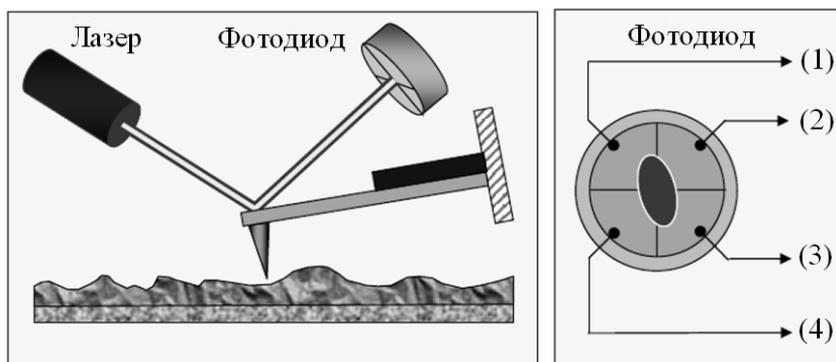


Рис. 1.109. Схема регистрации отклонений кантилевера на основе 4-х секционного фотодиода [44, 43]

Для детального ознакомления с принципами работы имеющегося оборудования студенты должны изучить руководства для пользователей, поставляемые вместе с оборудованием, либо познакомиться с их электронными вариантами, размещенными на сайтах: <http://www.nt-mdt.ru>.

ТЕСТЫ К ЛЕКЦИИ

Вопрос 1	В чем заключается метод постоянного тока?
Ответы:	
1	Система обратной связи поддерживает постоянной величину туннельного тока между зондом и поверхностью
2	Для питания туннельного микроскопа используется стабилизированный постоянный ток
3	Для освещения объекта используется постоянный ток
Вопрос 2	В чем заключается метод постоянной высоты?
Ответы:	
1	Система обратной связи поддерживает постоянной величину z-координата сканера
2	Между зондом и поверхностью поддерживается постоянный зазор
3	Исследуемый объект должен иметь постоянную высоту
Вопрос 3	В чем заключается метод постоянной силы?
Ответы:	
1	Система обратной связи поддерживает постоянной силу прижима зонда к поверхности
2	Исследуемый объект закрепляется на предметном столике с постоянным усилием
3	Зонд закрепляется в измерительной головке с постоянным усилием
Вопрос 4	В чем заключается метод отображения работы выхода?
Ответы:	
1	В поточечном измерении логарифмических изменений туннельного тока при изменении расстояния зонд – образец
2	В измерении контактной разности потенциалов
3	В измерении латерального усилия при перемещении зонда
Вопрос 5	В чем заключается контактный метод рассогласования?
Ответы:	
1	Заключается в отображении сигнала рассогласования на входе системы обратной связи в процессе реализации метода постоянной силы
2	Заключается в измерении контактной разности потенциалов в месте контакта зонда с образцом
3	Заключается в отображении распределения контактной разности потенциалов зонда с образцом

Вопрос 6	В чем заключается микроскопия латеральных сил
Ответы:	
1	В отображении распределения локальной силы трения по поверхности образца
2	В измерении усилия прижима зонда к образцу
3	В измерении усилия отрыва зонда от поверхности образца
Вопрос 7	В чем заключается метод зонда Кельвина
Ответы:	
1	В измерении распределения электрического потенциала по поверхности образца
2	В измерении распределения градиента температуры по поверхности образца в градусах Кельвина
3	В измерении распределения градиента температуры по толщине образца в градусах Кельвина