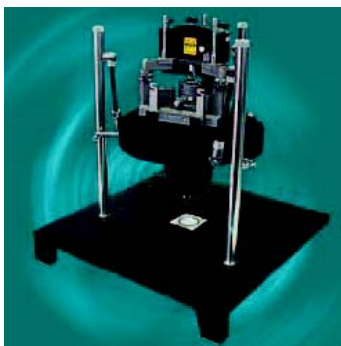


Д.А. Усанов, Р.К. Яфаров

Исследование поверхности материалов методом сканирующей атомно - силовой микроскопии.

Учебное пособие

для студентов факультета нано- и биомедицинских технологий



Издательство Саратовского университета
2007

Усанов Д.А., Яфаров Р.К.

Исследование поверхности материалов методом сканирующей атомно - силовой микроскопии.

Учеб. пособие для студ. фак. нано- и биомедицинских технологий. – Изд-во Сарат. ун-та, 2006.- 23 с.: ил.

Учебное пособие представляет собой руководство к практическим занятиям по курсу «Физика полупроводников». Содержит расширенное описание материала, знание которого необходимо при выполнении лабораторной работы по исследованию автоэлектронной эмиссии из металлов и нанокуглеродных материалов.

Для студентов, обучающихся по направлению «Электроника и микроэлектроника», специальностям «Физика твердого тела», «Физика», «Медицинская физика», «Материалы и компоненты твердотельной электроники», «Микроэлектроника и полупроводниковые приборы», «Микроэлектроника и твердотельная электроника», «Нанотехнологии в электронике».

Рекомендуют к печати

Кафедра физики твердого тела факультета нано- и биомедицинских технологий
Саратовского государственного университета

УДК 621.921.34

Введение

В настоящее время практически ни одно исследование в области физики поверхности и тонкопленочных технологий не обходится без применения методов сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ).

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) – первый из семейства зондовых микроскопов - был изобретен в 1981 году швейцарскими учеными Гердом Биннигом и Генрихом Рорером. Это достаточно простой и весьма эффективный способ исследования поверхности с пространственным разрешением вплоть до атомарного. Настоящее признание данная методика получила после визуализации атомарной структуры поверхности ряда материалов и, в частности, реконструированной поверхности кремния. Вслед за туннельным микроскопом были созданы атомно-силовой микроскоп (АСМ), магнитно-силовой микроскоп (МСМ), электросиловой микроскоп (ЭСМ), ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) и многие другие приборы, имеющие сходные принципы работы и называемые сканирующими зондовыми микроскопами. В настоящее время зондовая микроскопия - это бурно развивающаяся область техники и прикладных научных исследований.

Цель работы: изучение принципа работы атомно-силового микроскопа и освоение методик исследования поверхности материалов.

1. Потенциал Леннарда-Джонса.

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был изобретён в 1986 году. В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики (рис. 1). Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.



Рис. 1. Схематическое изображение зондового датчика АСМ

Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса. Наиболее часто энергию ван-дер-ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии r друг от друга, аппроксимируют степенной функцией – потенциалом Леннарда-Джонса (рис.2):

$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 + \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}$$

Первое слагаемое в этом выражении описывает дальнедействующее притяжение, обусловленное, в основном, диполь - дипольным взаимодействием атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях. Параметр r_0 – равновесное расстояние между атомами, U_0 - значение энергии в минимуме.

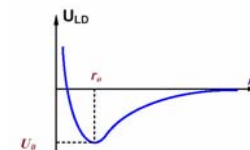


Рис. 2. Качественный вид потенциала Леннарда – Джонса

Потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом. Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца. Тогда для энергии взаимодействия получаем:

$$W_{PS} = \iint_{V_P V_S} U_{LD}(r-r') n_P(r') n_S(r) dV dV'$$

где $n_S(r)$ и $n_P(r')$ - плотности атомов в материале образца и зонда. Соответственно сила, действующая на зонд со стороны поверхности, может быть вычислена следующим образом:

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

Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, но в любом случае зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых. Регистрация малых изгибов упругой консоли зондового датчика проводится на базе оптических методов (рис. 3).

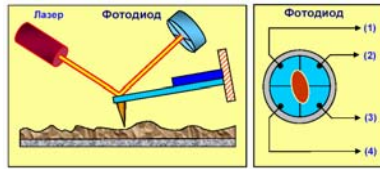


Рис.3. Схема оптической регистрации изгиба консоли зондового датчика АСМ.

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.

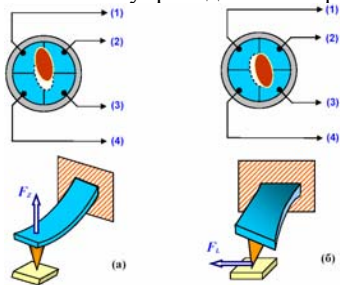


Рис. 4. Соответствие между типом изгибных деформаций консоли зондового датчика и изменением положения пятна засветки на фотодиоде: а) – изгиб; б) - кручение.

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.

При сканировании в режиме $\Delta Z = const$, где ΔZ – расстояние между зондом и поверхностью материала, зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на Z-электроре сканера записывается в память компьютера в качестве рельефа поверхности $Z = f(x,y)$.

2. Зондовые датчики атомно-силовых микроскопов.

Зондирование поверхности в атомно-силовом микроскопе производится с помощью специальных зондовых датчиков, представляющих собой упругую консоль – кантилевер (cantilever) с острым выступом на конце (рис. 5). Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются, в основном, из тонких слоев легированного кремния, SiO_2 или Si_3N_4 .



Рис. 5. Схематичное изображение зондового датчика АСМ.

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 - $10 \div 20^\circ$. Силу взаимодействия зонда с поверхностью F можно оценить следующим образом:

$$F = k \Delta Z,$$

где k – жесткость кантилевера; ΔZ – величина, характеризующая его изгиб. Коэффициенты жесткости k варьируются в диапазоне $10^3 \div 10$ Н/м в зависимости от материала и геометрических размеров кантилевера.

При работе зондовых АСМ датчиков в колебательных режимах важны резонансные свойства кантилеверов. Собственные частоты изгибных колебаний консоли прямоугольного сечения определяются формулой:

$$\omega_n = \frac{\lambda_n}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}}, \quad (1)$$

где l – длина консоли; E – модуль Юнга; J – момент инерции сечения консоли; ρ - плотность материала; S - площадь поперечного сечения; λ_n –

численный коэффициент (в диапазоне $1 \div 100$), зависящий от моды изгибных колебаний.

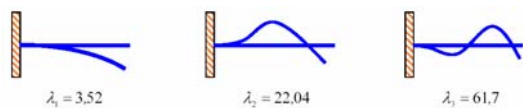


Рис. 6. Основные моды изгибных колебаний консоли

Согласно выражению (1) резонансная частота кантилевера определяется его геометрическими размерами и свойствами материала. Частоты основных мод лежат в диапазоне $10 \div 1000$ кГц. Добротность кантилеверов, в основном, зависит от той среды, в которой они работают. Типичные значения добротности при работе в вакууме составляют $10^3 - 10^4$. На воздухе добротность снижается до $300 - 500$, а в жидкости падает до $10 - 100$.

В АСМ применяются, в основном, зондовые датчики двух типов – с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения и с треугольным кантилевером, образованным двумя балками. На рис. 7 показаны электронно-микроскопические изображения выпускаемых серийно зондовых датчиков для АСМ.

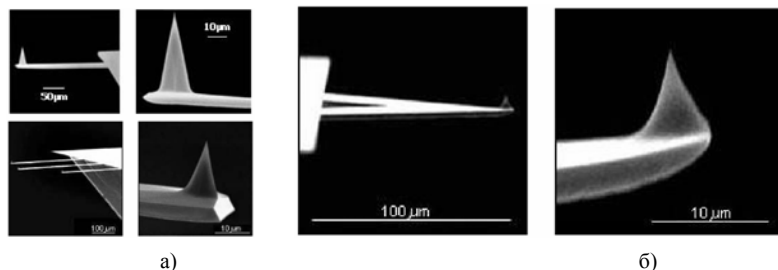


Рис. 7. Электронно-микроскопическое изображение АСМ зонда, расположенного на прямоугольной консоли (а) и треугольном кантилевере (б).

Зондовые датчики с треугольным кантилевером имеют при тех же размерах большую жесткость и, следовательно, более высокие резонансные частоты. Чаще всего они применяются в колебательных АСМ методиках.

Для изготовления зондовых датчиков используются пластины кристаллического кремния ориентации (110). На поверхность пластины наносится слой фоторезиста (рис. 8, этап 2). Затем фоторезист экспонируется через фотошаблон, и часть фоторезиста удаляется посредством химического травления. Далее проводится имплантация ионов бора на глубину порядка 10 мкм в область кремния, не защищенную фоторезистом (этап 3). После этого

фоторезист смывается в специальном травителе, и затем проводится термический отжиг пластины, в результате которого атомы бора встраиваются в кристаллическую решетку кремния. Кремний, легированный бором, образует так называемый стоп-слой, который останавливает процесс травления для некоторых селективных травителей. Затем на обратной стороне пластины вновь проводится фотолитография, в результате которой формируется слой фоторезиста точно над областью, имплантированной бором. После этого пластина покрывается тонким слоем Si_3N_4 (этап 4). Затем проводится селективное травление фоторезиста, причем в процессе растворения фоторезист набухает и удаляет расположенную над ним тонкую пленку Si_3N_4 (этап 5). Пластина кремния протравливается насквозь до стоп-слоя с помощью селективного травителя, который не взаимодействует с легированным кремнием и слоем Si_3N_4 , (этап 6). После этого Si_3N_4 смывается, и на обратной стороне пластины в легированной области методом фотолитографии формируются островки из фоторезиста (этап 7,8). Затем проводится травление кремния, в результате которого получают столбики кремния под островками фоторезиста (этап 9). Далее с помощью плазменного травления из столбиков кремния формируются иглы (этап 10,11). Для улучшения отражательных свойств кантилеверы с обратной стороны покрываются тонким слоем металла (Al, Au).

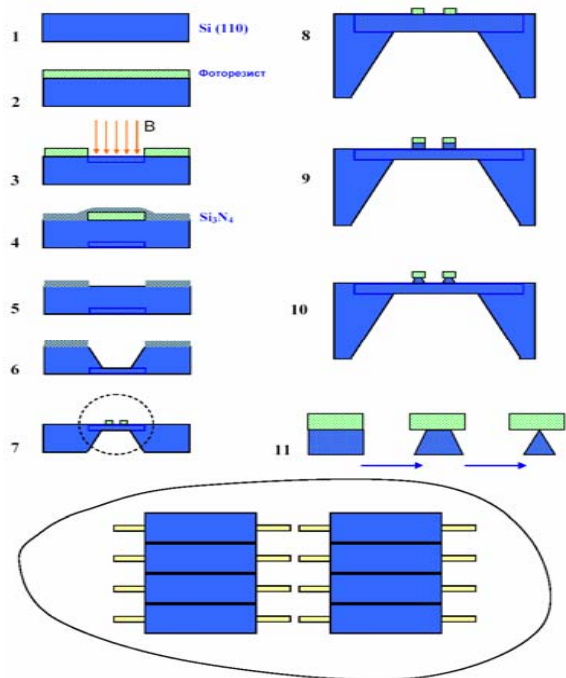


Рис. 8. Основные этапы процесса изготовления зондовых датчиков

В результате данных технологических операций изготавливается целый набор зондовых датчиков на одной кремниевой пластине. Для проведения электрических измерений на зонд наносятся проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti, W₂C и др.). В магнитных АСМ датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

3. Контактная атомно-силовая микроскопия

Условно методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ можно разбить на две большие группы – контактные квазистатические и бесконтактные колебательные. В контактных квазистатических методиках острие зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравновешиваются силой упругости консоли. При работе АСМ в таких режимах используются

кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости. Это позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

В квазистатическом режиме АСМ изображение рельефа 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 $F_z = const$ система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 9). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

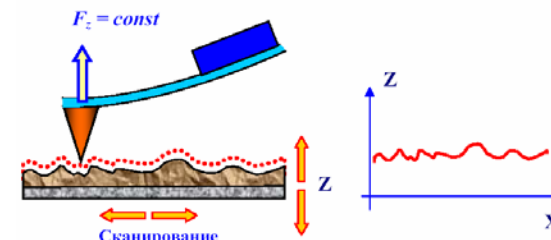


Рис. 9. Формирование АСМ изображения при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью ($Z = const$). В этом случае датчик движется на некоторой средней высоте Z_{cp} над образцом (рис. 10), при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. АСМ изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

Недостаток контактных 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.

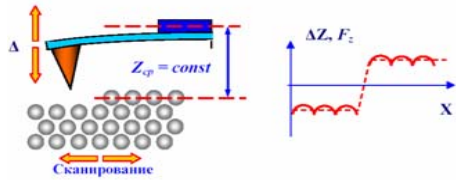


Рис. 10. Формирование АСМ изображения при постоянном расстоянии между зондовым датчиком и образцом.

4. Колебательные методики АСМ

Для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью применяются колебательные АСМ методики, основанные на регистрации параметров взаимодействия колеблющегося кантилевера с поверхностью.

Точное описание колебаний кантилевера зондового датчика представляет собой сложную математическую задачу. Однако основные черты процессов, происходящих при взаимодействии колеблющегося кантилевера с поверхностью, можно понять на основе модели сосредоточенной массы. В этой модели кантилевер представляется в виде упругой консоли (с жесткостью k) с сосредоточенной массой m на одном конце и закрепленным другим концом на пьезовибраторе ПВ (рис. 11).



Рис. 11. Модель зондового датчика в виде упругой консоли с массой на конце.

Согласно этой модели наличие в системе диссипации сводится, в основном, к уменьшению амплитуды колебаний и уширению амплитудно-частотной (АЧХ) и фазо-частотной (ФЧХ) характеристик системы (рис. 12).

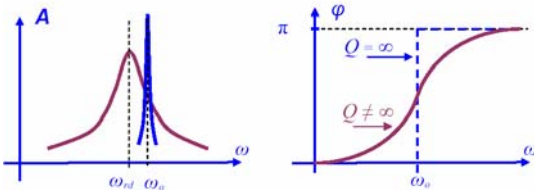


Рис. 12. Изменение АЧХ и ФЧХ в системе с диссипацией (ω_{rd} – резонансная частота диссипативной системы, ω_0 – собственная резонансная частоты колебаний кантилевера, Q – добротность системы).

5. Бесконтактный и "полуконтактный" режим колебаний кантилевера.

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 F_{PS} . Для малых колебаний показано, что наличие градиента силы взаимодействия зонда с поверхностью образца приводит к изменению эффективной жесткости системы и дополнительному сдвигу, по сравнению с диссипативной системой, АЧХ и ФЧХ системы (рис. 13). Это используется для получения фазового контраста в АСМ исследованиях поверхности.

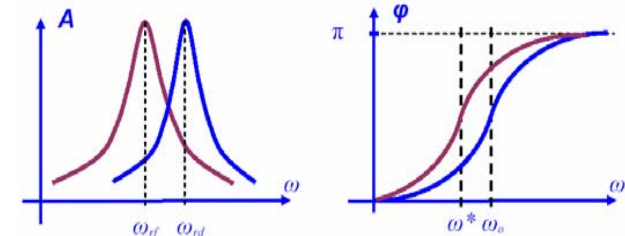


Рис. 13. Изменение АЧХ и ФЧХ кантилевера под действием градиента силы (ω_{rf} – резонансная частота в присутствии внешней силы).

Регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый "полуконтактный" режим колебаний кантилевера (иногда его называют прерывисто-контактный). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. При сканировании регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера.

Теория "полуконтактного" режима значительно сложнее теории бесконтактного режима, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Однако характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима - амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

6. Формирование и обработка СЗМ изображений

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

Полученная информация хранится в виде СЗМ кадра - двумерного массива целых чисел a_{ij} (матрицы). Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов ij соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер 2^n (в основном 256×256 и 512×512 элементов). Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При 3D визуализации изображение поверхности $Z = f(x,y)$, соответствующей СЗМ данным, строится в аксонометрической перспективе. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (рис. 14). Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D СЗМ изображений. При 2D визуализации каждой точке поверхности $Z = f(x,y)$ ставится в соответствие цвет. Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности.

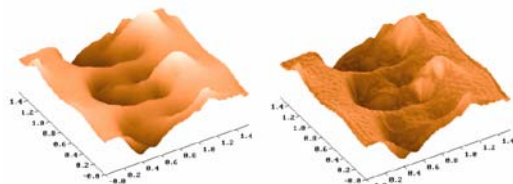


Рис. 14. 3D визуализация рельефа поверхности с подсветкой по высоте (а) и с боковой подсветкой (б).

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На рис. 15 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

Искажения, обусловленные неидеальностью аппаратуры (постоянную составляющую, постоянный наклон, неидеальность свойств пьезосканера) удаляются из СЗМ кадра программными способами. Шумы аппаратуры (в основном, это шумы высокочувствительных входных усилителей), нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений могут быть удалены программными средствами (См. «Руководство пользователя. Ч.1. СЗМ *P4-SPM-MDT*»).



Рис. 15. Возможные искажения в СЗМ изображениях

9. Восстановление поверхности по ее СЗМ изображению

Одним из недостатков, присущих всем методам СЗМ, является конечный размер рабочей части используемых зондов. Это приводит к ухудшению пространственного разрешения микроскопов и значительным искажениям в СЗМ изображениях при сканировании поверхностей с неровностями рельефа, сравнимыми с характерными размерами рабочей части зонда. Фактически получаемое в СЗМ изображение является "сверткой" зонда и исследуемой поверхности. Процесс "свертки" формы зонда с рельефом поверхности проиллюстрирован в одномерном случае на рис. 16.

Частично данную проблему позволяют решить методы восстановления СЗМ изображений, основанные на компьютерной обработке СЗМ данных с учетом конкретной формы зондов. Наиболее эффективным методом восстановления поверхности является метод численной деконволюции,

используя форму зонда, получаемую экспериментально при сканировании тестовых структур.

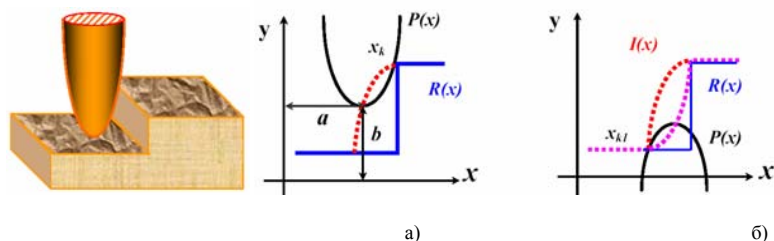


Рис.16. Схема процесса получения изображения в СЗМ (а) и процесса частичного восстановления рельефа с учетом конечных размеров и формы зонда (б).

Следует отметить, что полное восстановление поверхности образца возможно лишь при соблюдении двух условий: зонд в процессе сканирования коснулся всех точек поверхности, и в каждый момент зонд касался только одной точки поверхности. Если же зонд в процессе сканирования не может достигнуть некоторых участков поверхности (например, если образец имеет нависающие участки рельефа), то происходит лишь частичное восстановление рельефа.

Для калибровки и определения формы рабочей части зондов используются специальные тестовые структуры с известными параметрами рельефа поверхности. Виды наиболее распространенных тестовых структур и их характерные изображения, полученные с помощью атомно-силового микроскопа представлены на рис. 17 и 18.

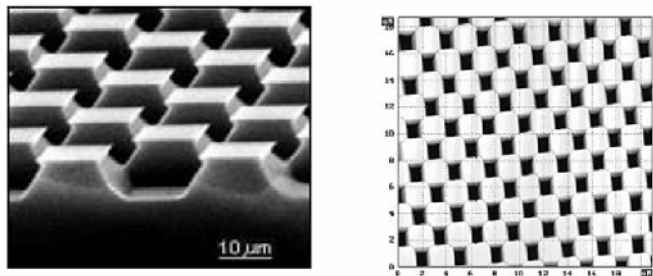


Рис. 17. Прямоугольная калибровочная решетка и ее АСМ изображение

Калибровочная решетка в виде острых шипов позволяет прописывать кончик зонда, в то время как прямоугольная решетка помогает восстановить форму боковой поверхности. Комбинируя результаты сканирования данных решеток, можно полностью восстанавливать форму рабочей части зондов.

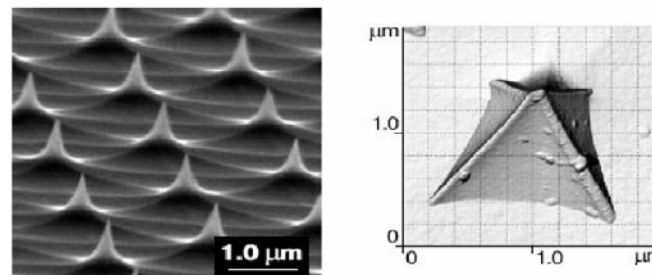


Рис.18. Калибровочная решетка в виде острых шипов и ее АСМ изображение с помощью зонда пирамидальной формы

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА.

1. Описание СЗМ типа P4-SPM-MDT.

СЗМ состоит из основания с виброзащитной подвеской, подвесной платформы с установленным на ней шаговым двигателем для перемещения пьезосканера. На пьезосканере имеется крепление для исследуемых образцов. Его вертикальное перемещение по оси Z контролируется обратной связью, а перемещение в плоскости задает площадь сканирования. Двигатель с системой грубого подвода обеспечивают подведение образца к зонду в зону рабочего диапазона сканера. В основании микроскопа размещена электронная плата - процессор, управляющая работой микроскопа (рис. 19). На платформу устанавливается головка СЗМ, которая может работать как в режиме СТМ, так и ССМ в зависимости от того, какой на нее поставлен юстировочный столик - с иглой СТМ или с кантилевером ССМ.

Считываемая в процессе сканирования информация передается на рабочую станцию -IBM PC совместимый компьютер, посредством которого осуществляется управление микроскопом.

При использовании СЗМ типа P4-SPM-MDT в режиме АСМ используется сверхострый гибкий зонд (кантилевер) с радиусом кривизны от 10 до 50 нм с целью максимально уменьшить площадь взаимодействия зонда и образца. Сила взаимодействия определяется по отклонению кантилевера при контакте его иглы с поверхностью образца или по величине напряжения обратной связи необходимой для поддержания некой заданной постоянной силы взаимодействия.

В АСМ корпорации МДТ использована оптическая схема регистрации (рис. 20), которая позволяет регистрировать суб-ангстремные отклонения

кантилевера. Источником является полупроводниковый лазер $\lambda = 650 \text{ нм}$, $P = 0.7 - 4 \text{ мВт}$, луч которого фокусируется на зеркальной поверхности кантилевера в районе острия. Отраженный от кантилевера свет попадает на четырехсекционный фотодиод, усиленный разностный сигнал от которого позволяет определять угловое отклонение кантилевера с точностью до $0,1''$, что обеспечивает разрешение 0.1 нм .

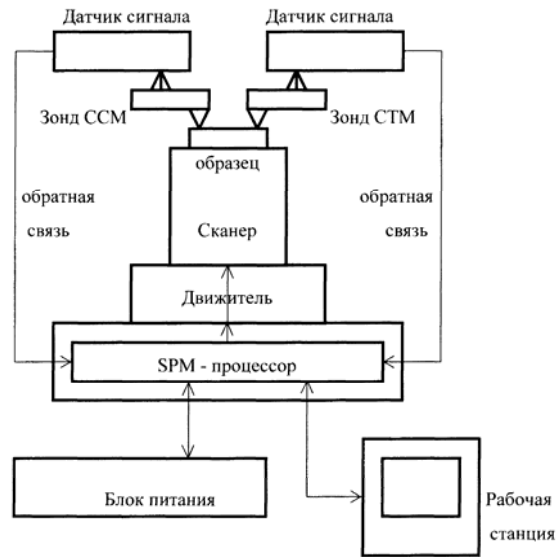


Рис. 19. Схема взаимодействия компонентов СЗМ

Юстировочный столик АСМ (рис. 21) служит для установки чипа с кантилеверами, а также для последующей юстировки одного из кантилеверов относительно лазера. В P4-SPM-MDT чип с кантилеверами, предварительно вставленный в пружинный зажим держателя, вставляется в пружинный зажим юстировочного столика, конструкция которого обеспечивает 20° угол наклона кантилевера к плоскости образца. Таким образом обеспечивается контакт острия кантилевера с образцом. Вторым важным моментом, требующим внимания пользователя, служит установка рабочей плоскости чипа с кантилеверами параллельно плоскости образца. Это достигается юстировкой угла наклона головки СЗМ. При этом вращением юстировочного винта добиваются параллельности линии крепления кантилеверов и плоскости образца.

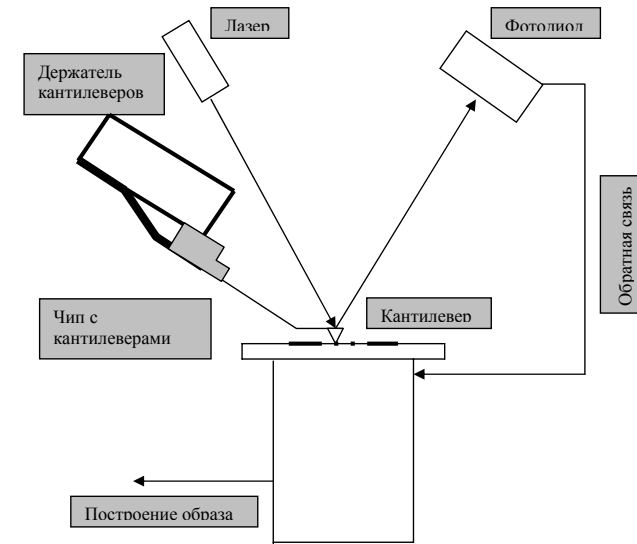


Рис. 20. Схема регистрации отклонений кантилевера

В модели P4-SPM-MDT выбор области сканирования на образце осуществляется перемещением ножек головки микроскопа по поликоровым площадкам, позволяющим вручную, наблюдая через оптическую систему, выбрать начальную зону сканирования на образце.

Система грубого подвода: после выбора начальной области сканирования следует подвести образец как можно ближе к зонду. Наблюдая в оптический микроскоп и вращая винт шагового двигателя пьезосканера по часовой стрелке следует приблизить образец к зонду на расстояние $0.5-1 \text{ мм}$, после чего включить режим автоматического подвода.

Система автоматического подвода образца: Для автоматического подвода следует дать команду "Landing" из управляющей программы, после чего подвод осуществляется автоматически до достижения заданной силы взаимодействия кантилевера с образцом, о чем свидетельствует сообщение программы "Landing Ok!".

В P4-SPM-MDT для изменения положения зонда относительно образца с суб-ангстремной точностью по трем взаимно перпендикулярным осям используется пьезосканер. Управление пьезосканером осуществляется программно заданием электрических потенциалов посредством цифро-

аналогового процессора через высоковольтные усилители на контактах пьезосканера. На пьезосканере имеется зажим для установки подложки с исследуемым образцом. Наибольшие возможные размеры образцов: диаметр 60 мм и толщина 13 мм.

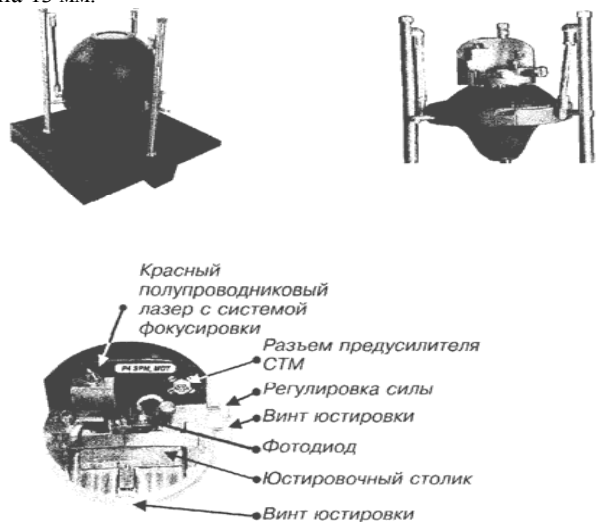


Рис. 21. Внешний вид СЗМ типа P4-SPM-MDT

2. Управление АСМ при работе в контактном и "полуконтактном" режимах.

Схема системы управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме приведена на рис. 22. Система управления состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой в виде отдельного блока. Цифровая часть содержит цифро-аналоговые (ЦАП) и аналого-цифровые (АЦП) преобразователи. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП-Х и ЦАП-У служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи состоит из фотодиода (ФД), предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке АСМ, схемы сравнения (СС), высоковольтного усилителя У2 и пьезопреобразователя, регулирующего величину изгиба кантилевера. В исходном состоянии электронный ключ К1 замкнут, а К2 разомкнут.

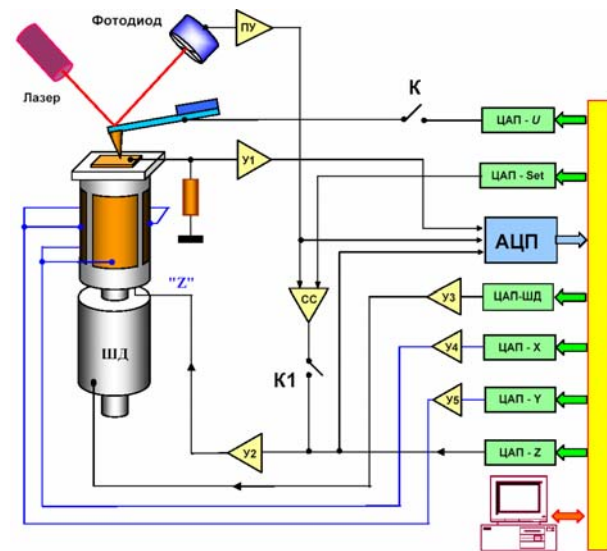


Рис. 22. Схема системы управления атомно-силового микроскопа при работе кантилевера в контактном режиме.

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

Сканирование образца осуществляется при подаче напряжений пилообразной формы на внешние электроды трубчатого сканера с помощью двухканальных ЦАП – X и ЦАП – Y и двухканальных высоковольтных усилителей У4, У5. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянным выбранное оператором значение разностного тока фотодиода, соответствующее определенной величине изгиба кантилевера. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ напряжение на Z-электроде сканера пропорционально рельефу поверхности. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение напряжения U , пропорциональное разностному току ФД, сравнивается в СС с величиной U_0 , задаваемой оператором. Разностный сигнал $(U-U_0)$ усиливается (усилитель У2) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Сканер обрабатывает данный сигнал до тех пор, пока разность $(U-U_0)$ не станет равной нулю. Таким образом, при сканировании напряжение на Z-электроде сканера оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Сигнал с выхода схемы сравнения записывается с помощью АЦП как информация о рельефе поверхности.

В выбранной точке образца можно снять зависимость величины изгиба кантилевера от расстояния между зондовым датчиком и поверхностью: $\Delta Z = f(z)$. Для этого обратная связь разрывается с помощью электронного ключа К1 и на Z-электрод сканера подается напряжение пилообразной формы с ЦАП-Z. Синхронно с изменением напряжения АЦП записывает напряжение на выходе предварительного усилителя ПУ, которое пропорционально отклонению кантилевера, а следовательно, силе взаимодействия зонда с поверхностью. Полученные данные преобразуются в зависимость $\Delta Z = f(z)$, которая затем строится с помощью средств компьютерной графики.

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

Формирование АСМ изображения поверхности в режиме колебаний кантилевера происходит следующим образом. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω (близкой к резонансной частоте кантилевера) с амплитудой A_ω . При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне A_0 , задаваемом оператором ($A_0 < A_\omega$). Напряжение в петле обратной

связи (на z-электроде сканера) записывается в память компьютера в качестве АСМ изображения рельефа поверхности. Одновременно при сканировании образца в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывается в виде распределения фазового контраста.

На рис. 23 приведены АСМ изображения участка пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" режиме (амплитудный и фазовый контраст).

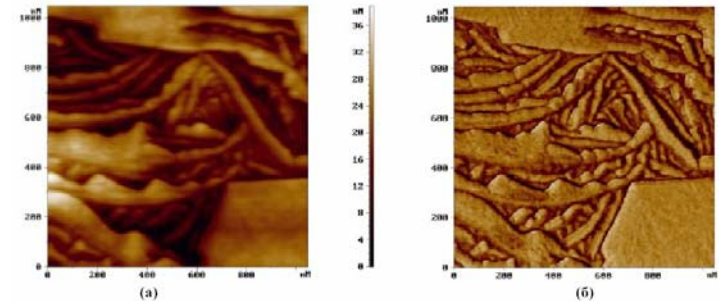


Рис.23. АСМ изображения участка поверхности пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" режиме: (а) - рельеф поверхности, полученный в режиме постоянной амплитуды; (б) - соответствующее распределение фазового контраста.

3. Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с «Руководством пользователя СЗМ **P4-SPM-MDT**» и «Инструкцией по порядку проведения зондовых измерений на СЗМ **P4-SPM-MDT**».
2. Произвести проверку готовности работы СЗМ в режиме АСМ (юстировка лазера и фотодиода, выбор начальной области сканирования, ручной подвод зонда к образцу).
3. Получить АСМ - изображение микро топографии графитовой (кремниевой) пленки в режиме с постоянной силой взаимодействия зонд-подложка.
4. Получить АСМ – изображение поверхности графитовой (кремниевой) пленки в режиме постоянного зазора между датчиком и поверхностью образца: $z=const$.
5. Произвести обработку полученных АСМ изображений с использованием программных средств СЗМ **P4-SPM-MDT**.

Вопросы для самопроверки

1. Какие существуют типы сканирующих зондовых микроскопов для исследования поверхности твердых тел с атомарным разрешением?

2. Как определяется потенциал Леннарда-Джонса и какое отношение он имеет к принципу работы атомно –силового микроскопа?
3. Как устроена система регистрации малых изгибов упругой консоли зондового датчика АСМ?
4. Как устроены зондовые датчики атомно-силовых микроскопов?
5. Какие существуют методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ?
6. Какие недостатки у контактных АСМ методик?
7. Как осуществляется формирование и обработка СЗМ изображений?
8. Какие возможны причины искажения в СЗМ изображениях?
9. Как осуществляется восстановление поверхности по ее СЗМ изображению?
10. Можно ли с помощью АСМ производить электрические и магнитные измерения на поверхности?

Список литературы

1. G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber. Atomic force microscope. // Phys. Rev. Lett., v. 56, № 9, p. 930 – 933 (1986).
2. Ю.С. Бараш. Силы Ван-дер-Ваальса, М: "Наука", 1988, 344 с.
3. M. Saint Jean, S. Hudlet, C. Guthmann, J. Berger. Van der Waals and capacitive forces in atomic force microscopies. // J. Appl. Phys., v. 86 (9), p. 5245 – 5248 (1999).
4. D. Sarid. Exploring scanning probe microscopy with "Mathematica", John Wiley& Sons, Inc., New York, 1997, 262 p.
5. Интернет-сайт компании "НТ-МДТ": <http://www.ntmdt.ru/>
6. P.M. Williams, K.M. Shakesheff et al. Blind reconstruction of scanning probe image data. // J. Vac. Sci. Technol. В 14 (2) p. 1557-1562 (1996).
7. А.А. Бухараев, Н.В. Бердунов, Д.В. Овчинников, К.М. Салихов. ССМ метрология микро- и наноструктур. // Микроэлектроника, т. 26, № 3, с. 163 - 175 (1997).