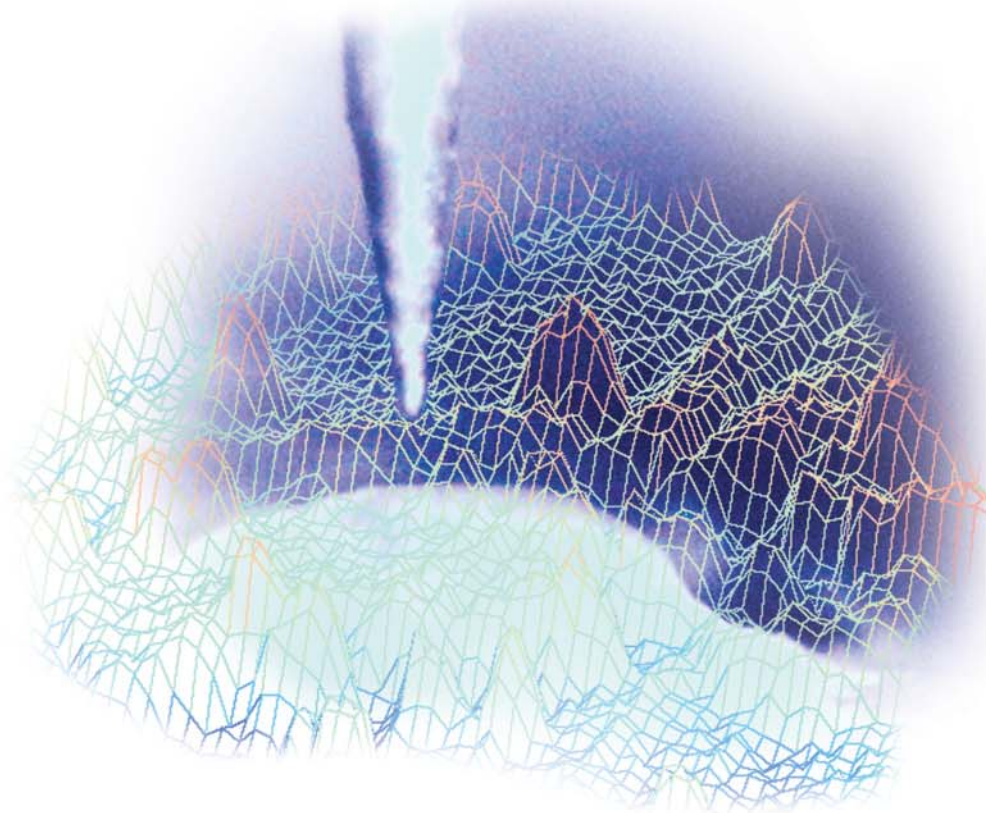


В.Л. Миронов

**Учебное пособие для студентов
старших курсов высших
учебных заведений**

ОСНОВЫ

**сканирующей зондовой
микроскопии**



**РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР
г. Нижний Новгород
2004 г.**

В. Л. Миронов

**Учебное пособие
для студентов старших курсов
высших учебных заведений**

ОСНОВЫ сканирующей зондовой микроскопии

**РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР
г. Нижний Новгород**

2004 г.

В. Л. Миронов
Основы сканирующей зондовой микроскопии

**Учебное пособие для студентов старших курсов
высших учебных заведений**

**Российская академия наук,
Институт физики микроструктур**

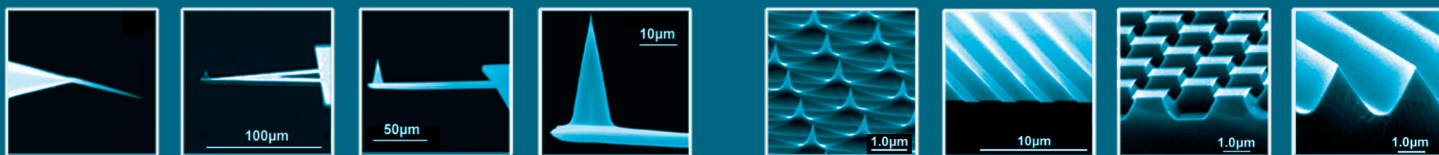
г. Нижний Новгород, 2004 г. - 110 с.

Книга представляет собой учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений, посвященное одному из самых современных методов исследования поверхности твердого тела – сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). В книге рассматриваются основные виды СЗМ, нашедшие наиболее широкое применение в научных исследованиях: сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), атомно-силовая микроскопия (АСМ), электросиловая микроскопия (ЭСМ), магнитно-силовая микроскопия (МСМ), ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ).

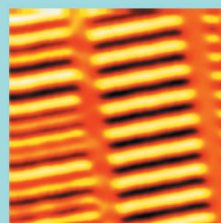
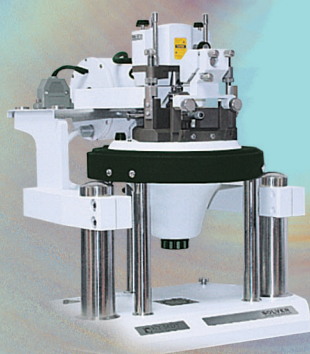
ПРИБОРОСТРОЕНИЕ ДЛЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Широкий спектр сканирующих зондовых микроскопов для научных исследований

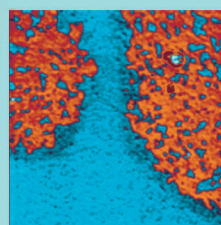
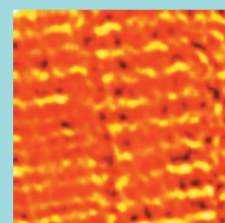
Учебно-научные лаборатории для ВУЗов и школ



New



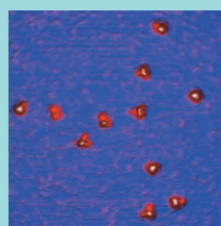
Размагничивание жесткого диска во внешнем поле 0,1250 гаусс
Размер скана: 30x30 мкм



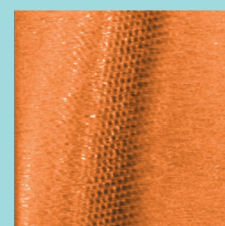
Сложный белок
Размер скана: 3x3 мкм



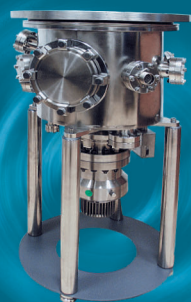
Нанолитография
Размер скана: 2,5x2,5 мкм



Моноклональные антитела
Размер скана: 270x270x3 нм



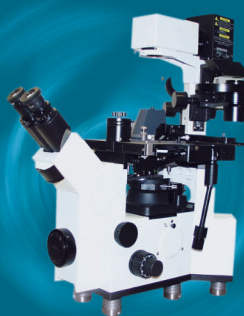
STM изображение углеродной нанотрубки
Размер скана: 20x20 нм



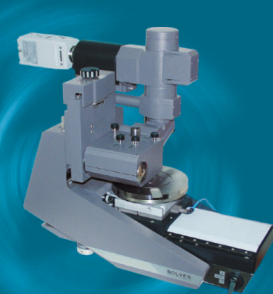
Solver HV



Solver P47H



Solver SNOM



Solver LS

Содержание

Предисловие автора	6
Введение	7
1. Техника сканирующей зондовой микроскопии	8
1.1. Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов	8
1.2. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов	9
1.3. Устройства для прецизионных перемещений зонда и образца ...	16
1.4. Защита зондовых микроскопов от внешних воздействий	22
1.5. Формирование и обработка СЗМ изображений	27
2. Методы сканирующей зондовой микроскопии.....	44
2.1. Сканирующая туннельная микроскопия	44
2.2. Атомно-силовая микроскопия	62
2.3. Электросиловая микроскопия	87
2.4. Магнитно-силовая микроскопия	91
2.5. Ближнепольная оптическая микроскопия.....	101
Заключение	108
Основные этапы развития СЗМ.....	109
Литература.....	111

Предисловие автора

Данное учебное пособие написано на основе курса лекций, прочитанного автором в 2002 – 2003 г. студентам старших курсов радиофизического факультета и факультета "Высшая школа общей и прикладной физики" Нижегородского государственного университета. Одной из причин для его написания послужило практически полное отсутствие учебной литературы по методам сканирующей зондовой микроскопии на русском языке. При большом количестве учебной литературы на английском языке (здесь, прежде всего, хочется упомянуть прекрасную книгу Д.Сарида [1], которая частично была использована при составлении данного пособия) на сегодняшний день известно лишь несколько отечественных работ обзорного характера [2-8], которые могут быть использованы в целях обучения студентов. Наиболее близко учебным целям отвечают пособие, изданное в БашГУ [11], и материалы на интернет-сайтах [12,13].

Пособие было написано в короткие сроки (фактически за два месяца) по заказу компании "НТ-МДТ" (г. Зеленоград), производящей сканирующие зондовые микроскопы для научных исследований и специальные СЗМ комплексы для обучения студентов методам зондовой микроскопии. Возможно, в силу столь малого срока, отведенного для написания, данная книга содержит недостатки. Буду признателен каждому, кто сообщит о замеченных ошибках, неточностях и других возможных недостатках.

Написание данного пособия, во многом, было стимулировано директором Института физики микроструктур РАН, членом-корреспондентом РАН С. В. Гапоновым. Пользуясь случаем, выражаю благодарность сотрудникам ИФМ РАН Д. Г. Волгунову, С. А. Трескову и О. Г. Удалову за многочисленные плодотворные обсуждения; В. Н. Рябokonю ("НТ-МДТ") за критическое и конструктивное рецензирование данной работы; Г.В.Мироновой за тщательную корректуру рукописи. Выражаю также свою искреннюю благодарность компании "НТ-МДТ" (г. Зеленоград), особенно В. А. Быкову и А. В. Быкову, за идейную и материальную поддержку издательского проекта.

Введение

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

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) – первый из семейства зондовых микроскопов - был изобретен в 1981 году швейцарскими учеными Гердом Биннигом и Генрихом Рорером [14,15]. В своих работах они показали, что это достаточно простой и весьма эффективный способ исследования поверхности с пространственным разрешением вплоть до атомарного. Настоящее признание данная методика получила после визуализации атомарной структуры поверхности ряда материалов и, в частности, реконструированной поверхности кремния. В 1986 году за создание туннельного микроскопа Г. Биннигу и Г. Рореру была присуждена Нобелевская премия по физике.

Вслед за туннельным микроскопом в течение короткого времени были созданы атомно-силовой микроскоп (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.

1. Техника сканирующей зондовой микроскопии

1.1. Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью специальным образом подготовленных 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 работы атомно-силового, магнитно-силового и электросилового микроскопов. Рассмотрим общие черты, присущие различным зондовым микроскопам. Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром P . Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость параметра P от расстояния зонд – образец $P = P(z)$, то данный параметр может быть использован для организации системы обратной связи (ОС), контролирующей расстояние между зондом и образцом. На рис. 1 схематично показан общий принцип организации обратной связи сканирующего зондового микроскопа.

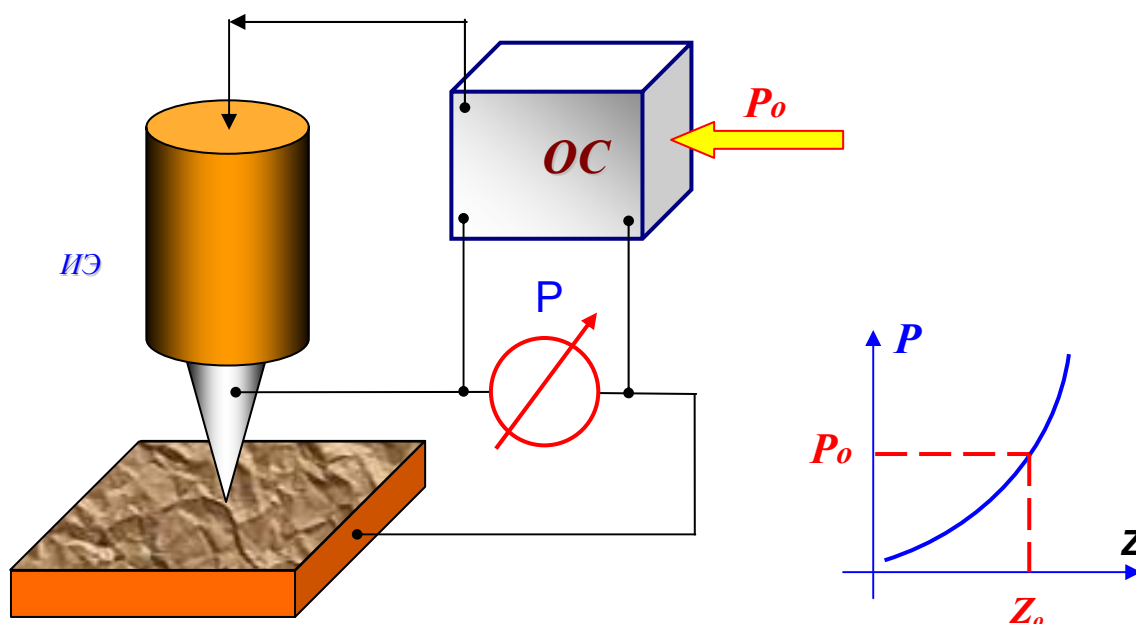


Рис. 1. Схема организации системы обратной связи зондового микроскопа

Система обратной связи поддерживает значение параметра P постоянным, равным величине P_o , задаваемой оператором. Если расстояние зонд – поверхность изменяется (например, увеличивается), то происходит изменение (увеличение) параметра P . В системе ОС формируется разностный сигнал, пропорциональный величине $\Delta P = P - P_o$, 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 точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины $\sim 0.01 \text{ \AA}$. 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. Для получения СЗМ изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца. При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе, пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка), и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, и затем СЗМ изображение рельефа поверхности $Z = f(x, y)$ строится с помощью средств компьютерной графики. Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и многие другие.

1.2. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов

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 – материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезоэлектрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Уравнение обратного пьезоэффекта для кристаллов записывается в виде:

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

где u_{ij} - тензор деформаций, E_k - компоненты электрического поля, d_{ijk} - компоненты тензора пьезоэлектрических коэффициентов. Вид тензора пьезоэлектрических коэффициентов определяется типом симметрии кристаллов.

В различных технических приложениях широкое распространение получили преобразователи из пьезокерамических материалов. Пьезокерамика представляет собой поляризованный поликристаллический материал, получаемый методами спекания порошков из кристаллических сегнетоэлектриков. Поляризация керамики производится следующим образом. Керамику нагревают выше температуры Кюри (для большинства пьезокерамик эта температура менее 300°C), а затем медленно охлаждают 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). Основные характеристики используемых в технике керамических материалов можно найти в книге [16]. Пьезокерамики представляют собой пьезоэлектрические текстуры. Вид тензора пьезоэлектрических констант для пьезокерамик существенно упрощается - отличными от нуля являются только три коэффициента d_{33} , d_{31} , d_{15} , характеризующие продольные, поперечные (по отношению к вектору поляризации) и сдвиговые деформации. Рассмотрим плоскую пластину из пьезокерамики (рис. 2) во внешнем поле. Пусть вектор поляризации \vec{P} и вектор электрического поля \vec{E} направлены вдоль оси X. Тогда, обозначая $d_{\parallel} = d_{33}$ и $d_{\perp} = d_{31}$, получаем, что деформации пьезокерамики в направлении, параллельном полю, равна $u_{xx} = d_{\parallel} E_x$, а в перпендикулярном полю направлении $u_{rr} = d_{\perp} E_x$.

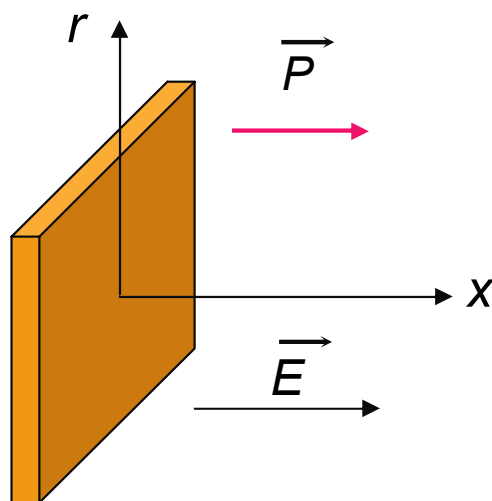


Рис. 2. Пластина из пьезокерамики во внешнем электрическом поле

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьезоэлементы (рис. 3). Они позволяют получать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких

слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми.



Рис. 3. Трубочатый пьезоэлемент

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

$$u_{xx} = \frac{\Delta x}{l_0} = d_{\perp} E_r, \text{ где } l_0 - \text{длина трубки в недеформированном состоянии.}$$

Абсолютное удлинение пьезотрубки равно

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

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

Соединение трех трубок в один узел (рис. 4) позволяет организовать прецизионные перемещения зонда микроскопа в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Такой сканирующий элемент называется триподом.

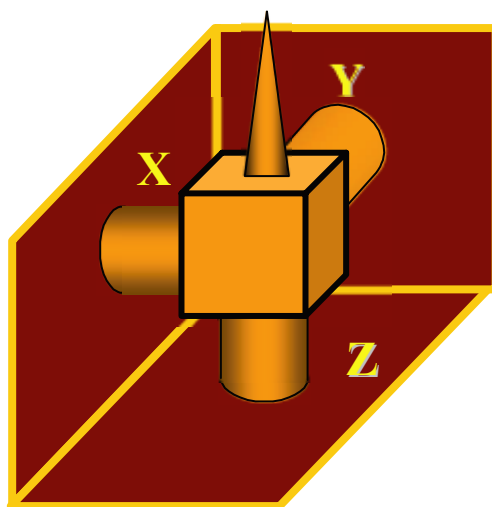


Рис. 4. Сканирующий элемент в виде трипода, собранный на трубчатых пьезоэлементах

Недостатками такого сканера являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции. На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и схема расположения электродов представлены на рис. 5. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации.

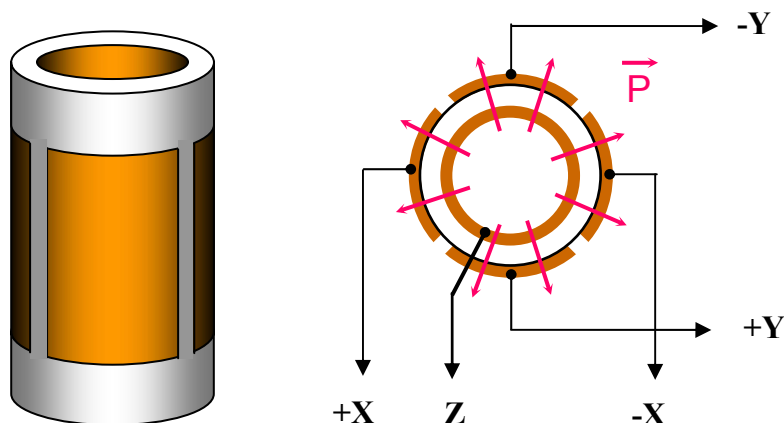


Рис. 5. Трубчатый пьезосканер

Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом осуществляется сканирование в плоскости X, Y . Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси Z . Таким образом, можно реализовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы имеют часто более сложную конструкцию, однако принципы их работы остаются теми же самыми.

Широкое распространение получили также сканеры на основе биморфных пьзоэлементов. Биморф представляет собой две пластины пьезоэлектрика, склеенные между собой таким образом, что вектора поляризации в каждой из них направлены в противоположные стороны (рис. 6). Если подать напряжение на электроды биморфа, как показано на рис. 6, то одна из пластин будет расширяться, а другая сжиматься, что приведет к изгибу всего элемента. В реальных конструкциях биморфных элементов создается разность потенциалов между внутренним общим и внешними электродами так, чтобы в одном элементе поле совпадало с направлением вектора поляризации, а в другом было направлено противоположно.

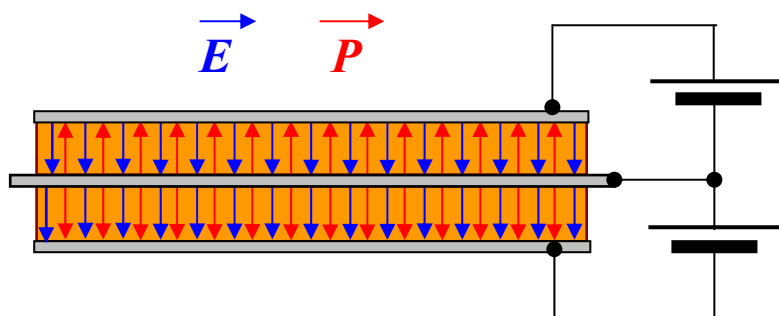


Рис. 6. Устройство биморфного пьезоэлемента

Изгиб биморфа под действием электрических полей положен в основу работы биморфных пьезосканеров. Объединяя три биморфных элемента в одной конструкции, можно реализовать трипод на биморфных элементах (рис. 7).

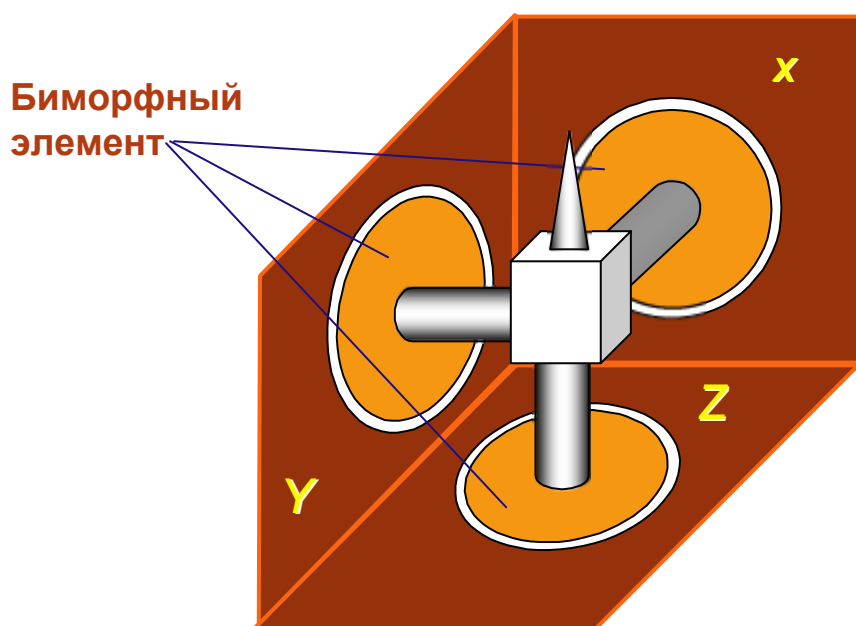


Рис. 7. Трёхкоординатный сканер на трех биморфных элементах

Если внешние электроды биморфного элемента разделить на четыре сектора, то можно организовать движение зонда по оси Z и в плоскости X, Y на одном биморфном элементе (рис. 8).

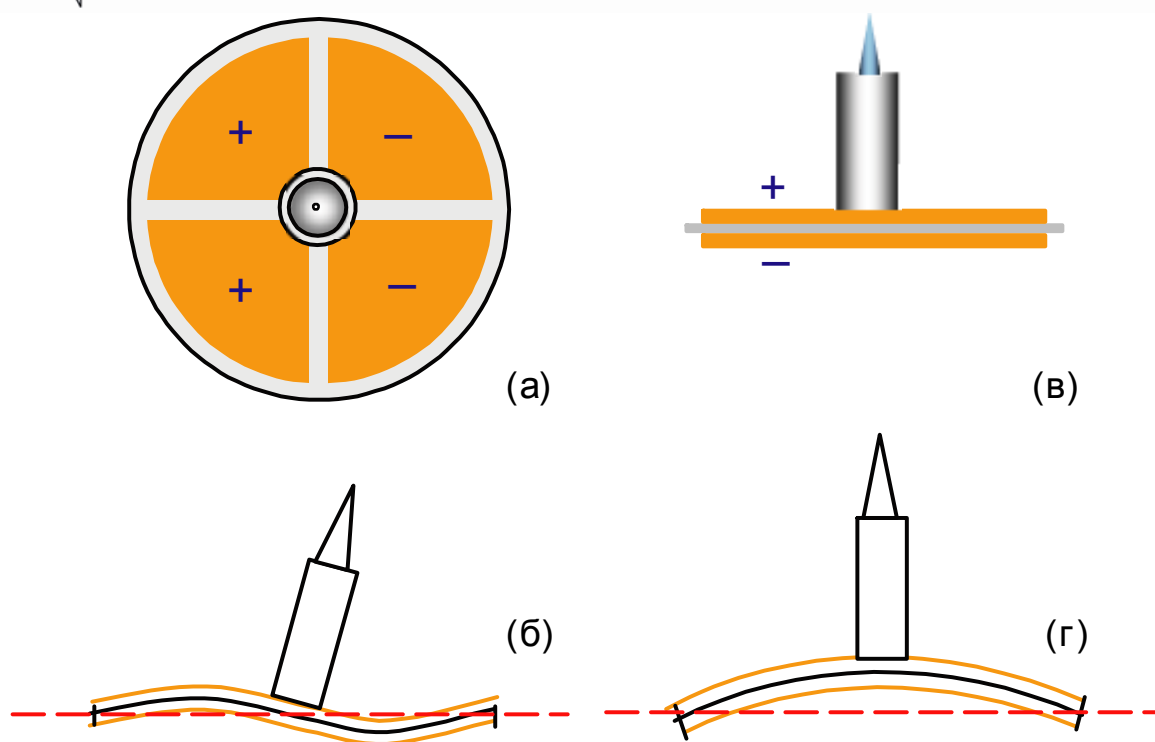


Рис. 8. Схематическое изображение работы биморфного пьезосканера

Действительно, подавая противофазные напряжения на противоположные пары секций внешних электродов, можно изгибать биморф так, что зонд будет двигаться в плоскости X, Y (рис. 8 (а, б)). А изменяя потенциал внутреннего электрода относительно всех секций внешних электродов, можно прогибать биморф, перемещая зонд в направлении Z (рис. 8 (в, г)).

Нелинейность пьезокерамики

Несмотря на ряд технологических преимуществ перед кристаллами, пьезокерамики обладают некоторыми недостатками, отрицательно влияющими на работу сканирующих элементов. Одним из таких недостатков является нелинейность пьезоэлектрических свойств. На рис. 9 в качестве примера приведена зависимость величины смещения пьезотрубки в направлении Z от величины приложенного поля. В общем случае (особенно при больших управляющих полях) пьезокерамики характеризуются нелинейной зависимостью деформации от поля (или от управляющего напряжения). Таким образом, деформация пьезокерамики является сложной функцией внешнего электрического поля :

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

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

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

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

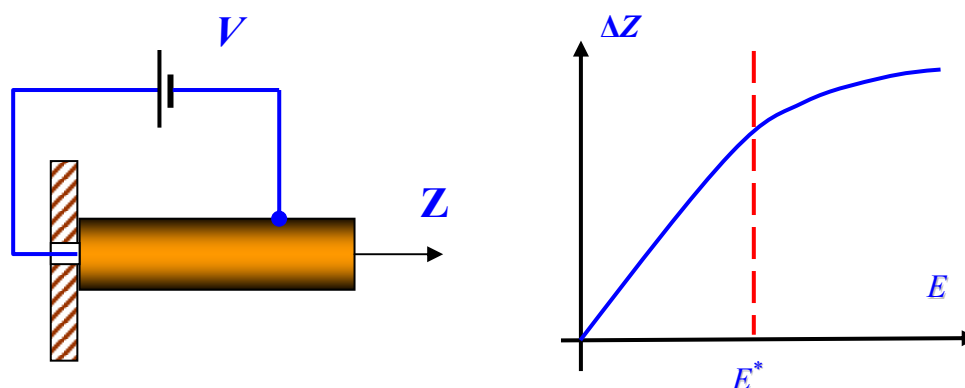


Рис. 9. Схематичное изображение зависимости смещения керамики от величины приложенного электрического поля

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

Крип пьезокерамики

Другим недостатком пьезокерамики является так называемый крип (*creep* - ползучесть) – запаздывание реакции на изменение величины управляющего электрического поля. На рис. 10 схематично показаны временные диаграммы изменения управляющих полей и соответствующих смещений сканера по оси Z и в плоскости X,Y.

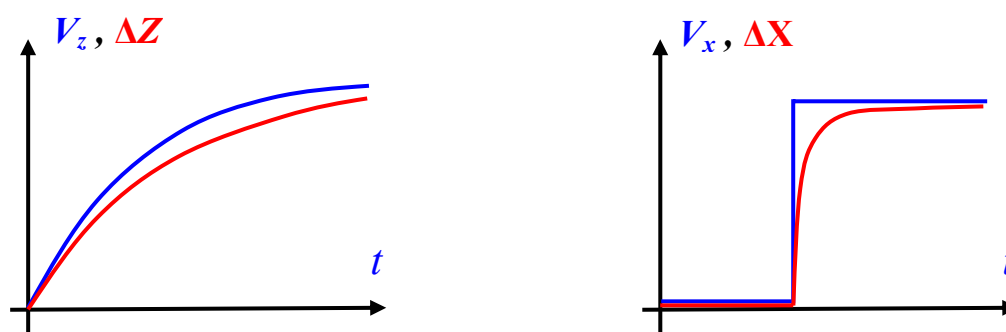


Рис. 10. Схематические временные диаграммы изменения управляющего поля на Z-электроде в цепи обратной связи и на X-электроде в процессе сканирования (показаны синим цветом). Красным цветом схематично показаны зависимости, соответствующие реакции сканера на изменение управляющих напряжений

Крип приводит к тому, что в СЗМ изображениях наблюдаются геометрические искажения, связанные с этим эффектом. Особенно сильно крип сказывается при выводе сканера в заданную точку для проведения локальных измерений и на начальных этапах процесса сканирования. Для уменьшения влияния крипа керамики применяются временные задержки в указанных процессах, позволяющие частично скомпенсировать запаздывание сканера.

Гистерезис пьезокерамики

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

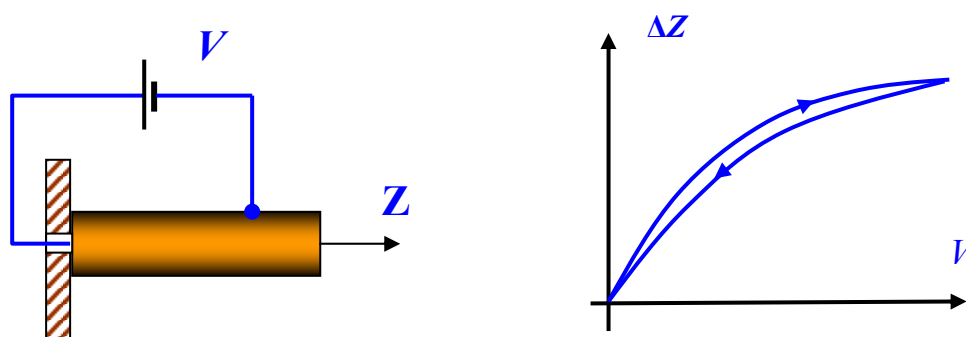


Рис. 11. Зависимость величины смещения пьезотрубки от величины и направления приложенного напряжения

Это приводит к тому, что при одних и тех же управляющих напряжениях пьезокерамика оказывается в различных точках траектории в зависимости от направления движения (рис. 11). Для исключения искажений СЗМ изображений, обусловленных гистерезисом пьезокерамики, регистрацию информации при сканировании образцов производят только на одной из ветвей зависимости $\Delta Z = f(V)$.

1.3. Устройства для прецизионных перемещений зонда и образца

Одной из важных технических проблем в сканирующей зондовой микроскопии является необходимость прецизионного перемещения зонда и образца с целью образования рабочего промежутка микроскопа и выбора исследуемого участка поверхности. Для решения этой проблемы применяются различные типы устройств,

осуществляющих перемещения объектов с высокой точностью. Широкое распространение получили различные механические редукторы, в которых грубому перемещению исходного движителя соответствует тонкое перемещение смещаемого объекта. Способы редукции перемещений могут быть различными. Широко применяются рычажные устройства, в которых редукция величины перемещения осуществляется за счет разницы длины плеч рычагов. Схема рычажного редуктора приведена на рис. 12.

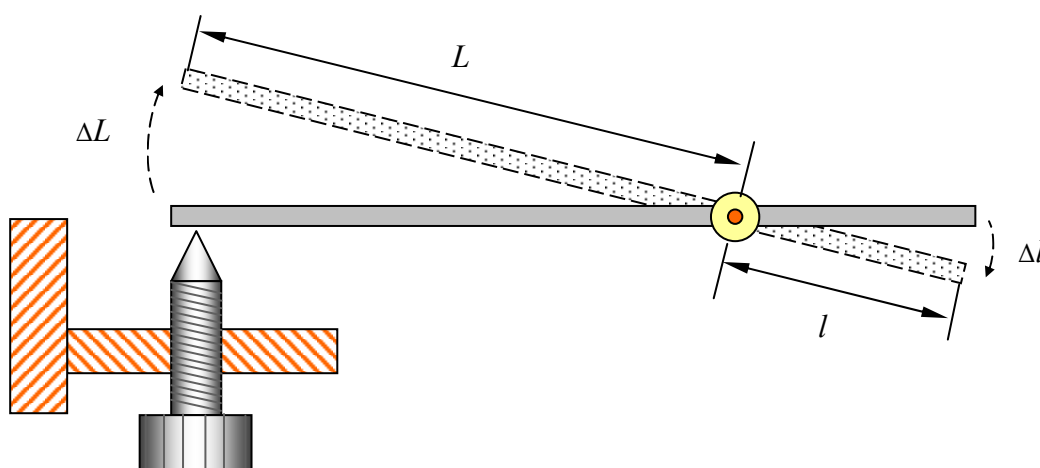


Рис. 12. Схема рычажного редуктора перемещений

Механический рычаг позволяет получать редукцию перемещения с коэффициентом

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

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

Также в конструкциях микроскопов широко используются механические редукторы, в которых редукция перемещений достигается за счет разницы коэффициентов жесткости двух последовательно соединенных упругих элементов (рис. 13). Конструкция состоит из жесткого основания, пружины и упругой балки. Жесткости пружины k и упругой балки K подбирают таким образом, чтобы выполнялось условие: $k < K$.

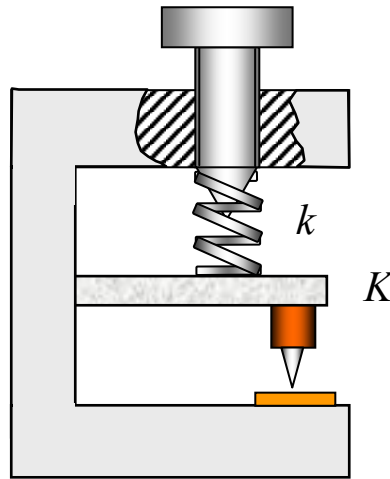


Рис. 13. Схема пружинного редуктора перемещений

Из условия равновесия следует, что

$$F_{\text{упр}} = k \cdot \Delta l = K \cdot \Delta L,$$

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

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

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

Шаговые электродвигатели

Шаговые электродвигатели (ШЭД) представляют собой электромеханические устройства, которые преобразуют электрические импульсы в дискретные механические перемещения (дискретное вращение ротора). Важным преимуществом шаговых электродвигателей является то, что они обеспечивают однозначную зависимость положения ротора от входных импульсов тока, так что угол поворота ротора определяется числом управляющих импульсов. В ШЭД вращающий момент создается магнитными потоками, создаваемыми полюсами статора и ротора, которые соответствующим образом ориентированы друг относительно друга. Статор изготавливается из материала с высокой магнитной проницаемостью и имеет несколько полюсов. Для уменьшения потерь на вихревые токи магнитопроводы собраны из отдельных пластин, подобно сердечнику трансформатора. Вращающий момент пропорционален величине магнитного поля, которая определяется током в обмотках и количеством витков. Если одна из обмоток шагового электродвигателя запитана, то

ротор принимает определенное положение. Выключая ток в данной обмотке и включая ток в другой, можно перевести ротор в следующее положение и т.д. Таким образом, управляя током обмоток, можно осуществлять вращение ротора ШЭД в шаговом режиме. Он будет находиться в этом положении до тех пор, пока внешний приложенный момент не превысит некоторого значения, называемого моментом удержания. После этого ротор повернется и будет стараться принять одно из следующих положений равновесия.

Наиболее простую конструкцию имеют двигатели с постоянными магнитами. Они состоят из статора, который имеет обмотки, и ротора, содержащего постоянные магниты. На рис. 14 представлена упрощенная конструкция шагового электродвигателя. Чередующиеся полюса ротора имеют прямолинейную форму и расположены параллельно оси двигателя. Показанный на рисунке двигатель имеет 3 пары полюсов ротора и 2 пары полюсов статора. Двигатель имеет 2 независимые обмотки, каждая из которых намотана на два противоположные полюса статора. Показанный на рис. 14 двигатель имеет величину шага 30 град. При включении тока в одной из обмоток ротор стремится занять такое положение, при котором разноименные полюса ротора и статора находятся друг напротив друга. Для осуществления непрерывного вращения нужно включать обмотки попеременно.

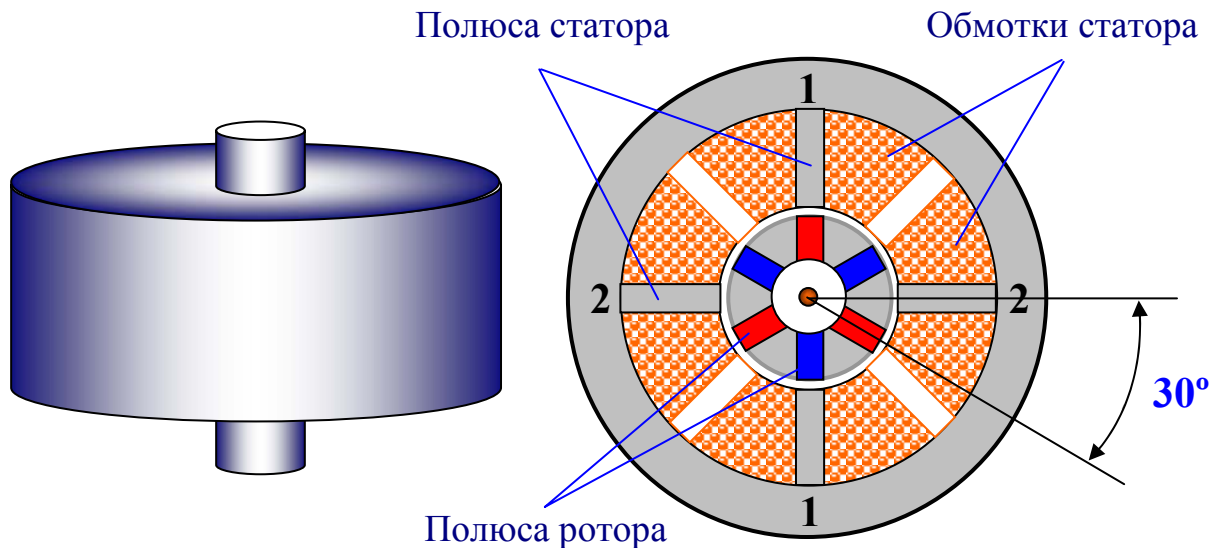


Рис. 14. Шаговый электродвигатель с постоянными магнитами

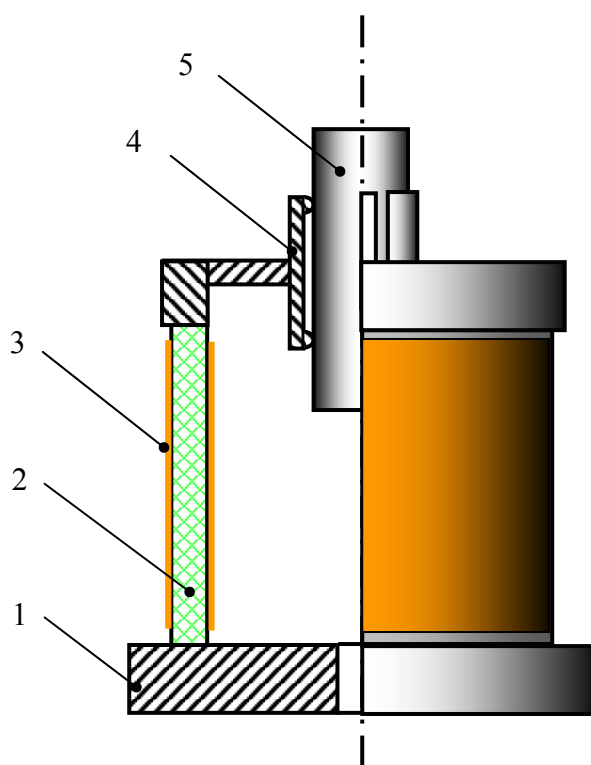
На практике применяются шаговые электродвигатели, имеющие более сложную конструкцию и обеспечивающие от 100 до 400 шагов на один оборот ротора (угол шага 3.6 – 0.9 град.). Если такой двигатель работает в паре с резьбовым соединением, то при шаге резьбы порядка 0.1 мм обеспечивается точность позиционирования объекта порядка 0.25 - 1 мкм. Для увеличения точности применяются дополнительные

механические редукторы. Возможность электрического управления позволяет эффективно использовать ШЭД в автоматизированных системах сближения зонда и образца сканирующих зондовых микроскопов.

Шаговые пьезодвигатели

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

Одна из конструкций шагового инерционного пьезодвигателя приведена на рис. 15. Данное устройство содержит основание (1), на котором закреплена пьезоэлектрическая трубка (2). Трубка имеет электроды (3) на внешней и внутренней поверхностях. На конце трубки укреплен разрезная пружина (4), представляющая собой цилиндр с отдельными пружинящими лепестками. В пружине установлен держатель объекта (5) - достаточно массивный цилиндр с полированной поверхностью. Перемещаемый объект может крепиться к держателю с помощью пружины или накидной гайки, что позволяет устройству работать при любой ориентации в пространстве.



На рисунке обозначены:

- 1 – основание;
- 2 – пьезоэлектрическая трубка;
- 3 – электроды;
- 4 – разрезная пружина;
- 5 – цилиндрический держатель объекта.

Рис. 15. Шаговый пьезодвигатель

Устройство работает следующим образом. Для перемещения держателя объекта в направлении оси Z к электродам пьезотрубки прикладывается импульсное напряжение пилообразной формы. Характерная форма импульса управляющего напряжения приведена на рис. 16.

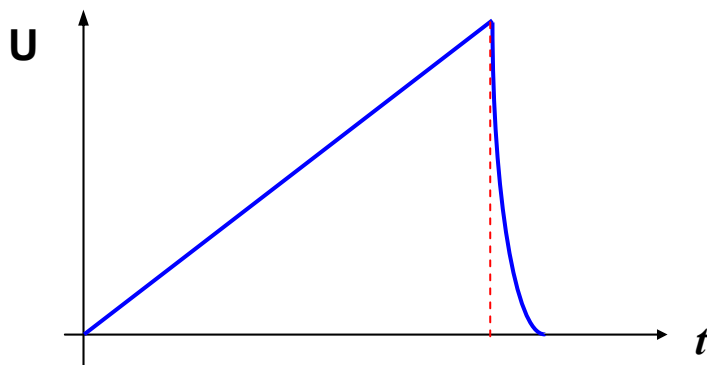


Рис. 16. Форма импульса управляющего напряжения шагового инерционного пьезодвигателя

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

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

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

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

где ω - резонансная частота продольных колебаний трубки. При выполнении условия

$$F_{тр} < ma$$

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

1.4. Защита зондовых микроскопов от внешних воздействий

Защита от вибраций

Любая конструкция сканирующего зондового микроскопа представляет собой колебательную систему, имеющую целый набор собственных резонансных частот ω_k . Внешние механические воздействия на частотах, совпадающих с ω_k , вызывают явления резонанса в конструкции измерительных головок, что приводит к колебаниям зонда относительно образца и воспринимается как паразитный периодический шум, искажающий и размывающий СЗМ изображения поверхности образцов. С целью уменьшения влияния внешних вибраций измерительные головки изготавливают из массивных металлических деталей, имеющих высокие (более 100 кГц) частоты. Наименьшими резонансными частотами обладают сканирующие элементы зондовых микроскопов. В конструкциях современных микроскопов приходится идти на компромисс между величиной максимального поля обзора сканирующего элемента и его резонансной частотой. Типичными для сканеров являются резонансные частоты в диапазоне 10 - 100 кГц.

Для защиты приборов от внешних вибраций применяются различные типы виброизолирующих систем. Условно виброизолирующие системы можно разделить на пассивные и активные. Основная идея, заложенная в пассивные виброизолирующие системы, заключается в следующем. Амплитуда вынужденных колебаний механической системы быстро падает при увеличении разницы между частотой возбуждающей силы и собственной резонансной частотой системы (типичная амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) колебательной системы приведена на рис. 17).

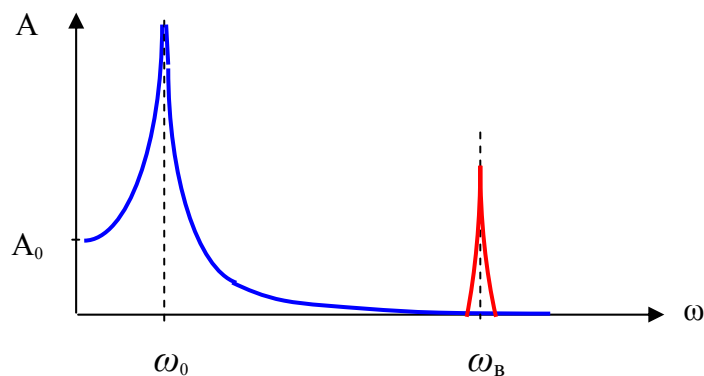


Рис. 17. Схематическое изображение АЧХ колебательной системы.
Красным цветом показан спектр внешних вибраций

Поэтому внешние воздействия с частотами $\omega_B \gg \omega_0$ практически не оказывают заметного влияния на колебательную систему. Следовательно, если поместить измерительную головку зондового микроскопа на виброизолирующую

платформу или на упругий подвес (рис. 18), то на корпус микроскопа пройдут лишь внешние колебания с частотами, близкими к резонансной частоте виброизолирующей системы. Поскольку собственные частоты головок СЗМ составляют 10 - 100 кГц, то, выбирая резонансную частоту виброизолирующей системы достаточно низкой (порядка 5 - 10 Гц), можно весьма эффективно защитить прибор от внешних вибраций. С целью гашения колебаний на собственных резонансных частотах в виброизолирующие системы вводят диссипативные элементы с вязким трением.

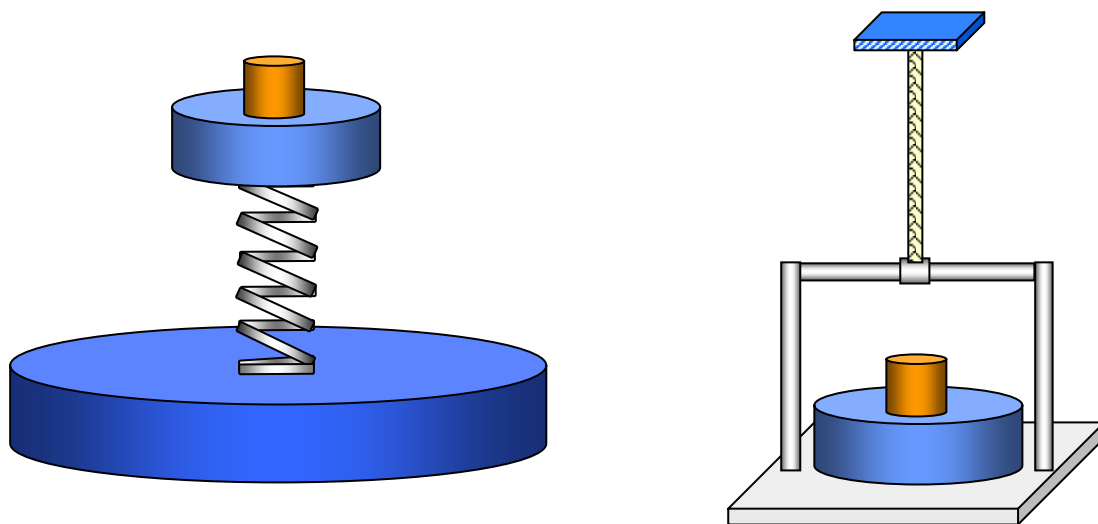


Рис. 18. Пассивные виброизолирующие системы

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

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}},$$

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

$$mg = k\Delta l,$$

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

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

Таким образом, для получения резонансной частоты виброизолирующей системы порядка 1 Гц необходимо, чтобы удлинение (или сжатие) упругого элемента составляло 25 см. Проще всего такие удлинения можно реализовать с помощью пружинных или резиновых подвесов. Учитывая, что растяжение пружин может достигать 100%, для реализации резонансной частоты подвеса в 1 Гц длина упругого элемента должна составлять также 25 см, а, следовательно, общий размер виброизолирующей системы составит 50 см. Если же немного снизить требования к резонансной частоте, то можно добиться существенного уменьшения размеров виброизолирующей системы. Так, для реализации частоты 10 Гц сжатие упругого элемента должно составлять всего 2,5 мм. Такое сжатие достаточно легко осуществляется на практике с помощью стопки металлических пластин с резиновыми прокладками, что значительно снижает габариты виброизолирующей системы.

Для защиты головок СЗМ успешно применяются также активные системы подавления внешних вибраций. Такие устройства представляют собой электромеханические системы с отрицательной обратной связью, которая обеспечивает стабильное положение виброизолирующей платформы в пространстве (рис. 19).

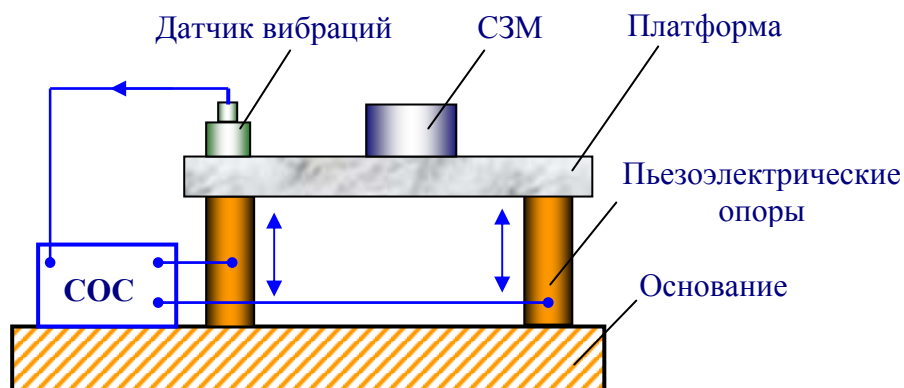


Рис. 19. Схема активной виброизолирующей системы

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

$$u = u_0 \sin(\omega t).$$

Тогда ускорение, испытываемое платформой, будет равно

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

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

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

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

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

Полоса рабочих частот активных систем определяется полосой частот устойчивой работы электромеханической системы обратной связи. В случае негармонических вибраций $u = u(t)$ сигнал с акселерометра два раза интегрируется аппаратными средствами и в противофазе подается на пьезоэлектрические опоры, так что амплитуда колебаний платформы стремится к нулю:

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

На практике применяются многоступенчатые конструкции виброизолирующих систем различного типа, позволяющие существенно повысить степень защиты приборов от внешних вибраций.

Защита от акустических шумов

Еще одним источником вибраций элементов конструкции зондовых микроскопов являются акустические шумы различной природы.

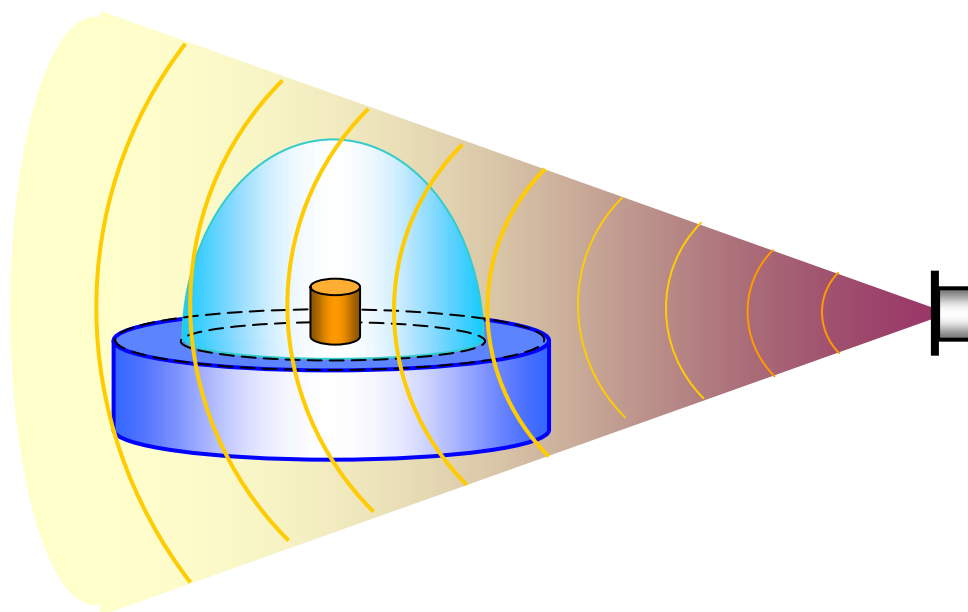


Рис. 20. Защита СЗМ от акустических шумов

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

Стабилизация термодрейфа положения зонда над поверхностью

Одной из важных проблем СЗМ является задача стабилизации положения зонда над поверхностью исследуемого образца. Главным источником нестабильности положения зонда является изменение температуры окружающей среды или разогрев элементов конструкции зондового микроскопа во время его работы. Изменение температуры твердого тела приводит к возникновению термоупругих деформаций:

$$u_{ik} = \alpha_{ik} \Delta T,$$

где u_{ik} - тензор деформаций, α_{ik} - тензор коэффициентов теплового расширения материала, ΔT - приращение температуры. Для изотропных материалов коэффициент теплового расширения - величина скалярная, так что

$$\alpha_{ik} = \alpha \cdot \delta_{ik},$$

где δ_{ik} - единичный тензор Кронекера, α - абсолютная величина коэффициента теплового расширения. Абсолютное удлинение элементов конструкции микроскопа может быть оценено исходя из следующих соотношений:

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

$$\Delta l = l_0 \alpha \cdot \Delta T.$$

Типичные значения коэффициентов расширения материалов составляют $10^{-5} - 10^{-6}$ град⁻¹. Таким образом, при нагреве тела длиной 10 см на 1°С его длина увеличивается на величину порядка 1 мкм. Такие деформации весьма существенно влияют на работу зондовых микроскопов. Для уменьшения термодрейфа применяют термостатирование измерительных головок СЗМ или вводят в конструкцию головок термокомпенсирующие элементы. Идея термокомпенсации заключается в следующем. Любую конструкцию СЗМ можно представить в виде набора элементов с различными коэффициентами теплового расширения (рис. 21 (а)).

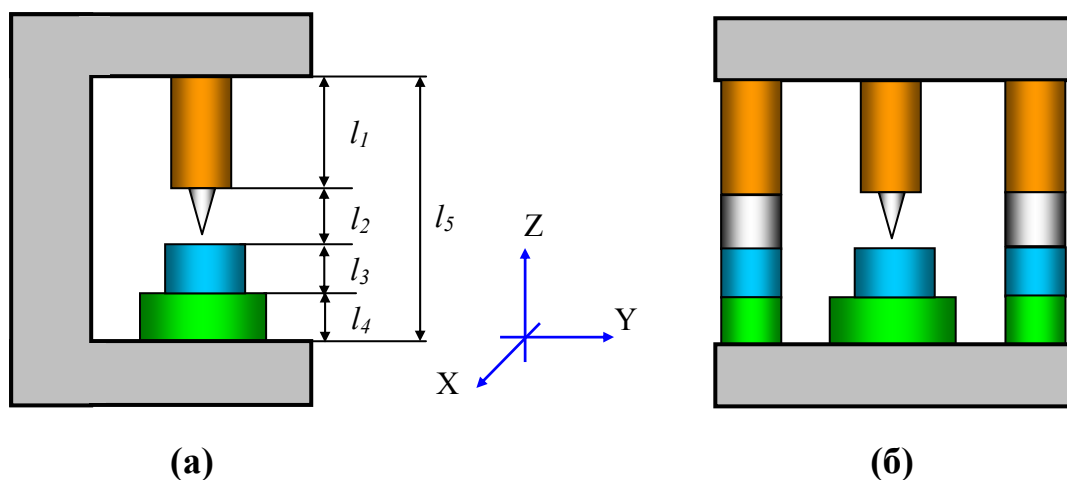


Рис. 21. Компенсация тепловых расширений конструкции СЗМ

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

$$\Delta L = \sum_i \Delta l_i = \Delta T \sum_i \alpha_i l_i \Rightarrow 0.$$

Наиболее простым способом уменьшения термодрейфа положения зонда по оси Z является введение в конструкцию СЗМ компенсирующих элементов из того же материала и с теми же характерными размерами, что и основные элементы конструкции (рис. 21 (б)). При изменении температуры такой конструкции смещение зонда в направлении Z будет минимальным. Для стабилизации положения зонда в плоскости X, Y измерительные головки микроскопов изготавливаются в виде аксиально-симметричных конструкций.

1.5. Формирование и обработка СЗМ изображений

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

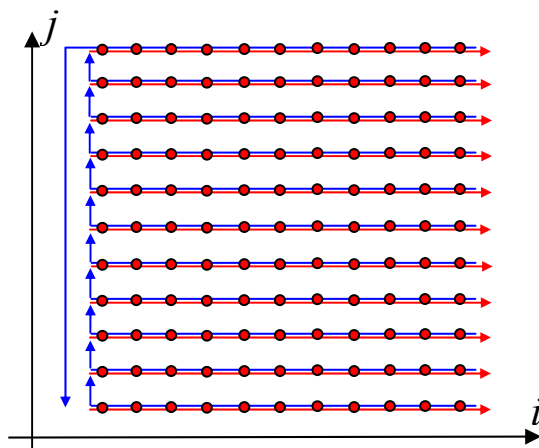


Рис. 23. Схематическое изображение процесса сканирования.

Направление прямого хода сканера обозначено стрелками красного цвета,
Обратный ход сканера обозначен стрелками синего цвета.

Регистрация информации производится в точках на прямом проходе

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

$$x_i = x_0 \cdot i, \quad y_j = y_0 \cdot j.$$

Здесь x_0 и y_0 – расстояния между соседними точками вдоль оси X и Y, в которых производилась запись информации. Как правило, 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 с помощью пикселей или линий. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (рис. 24). При этом удастся подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. 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. На рис. 25 для примера приведено 2D изображение участка поверхности.

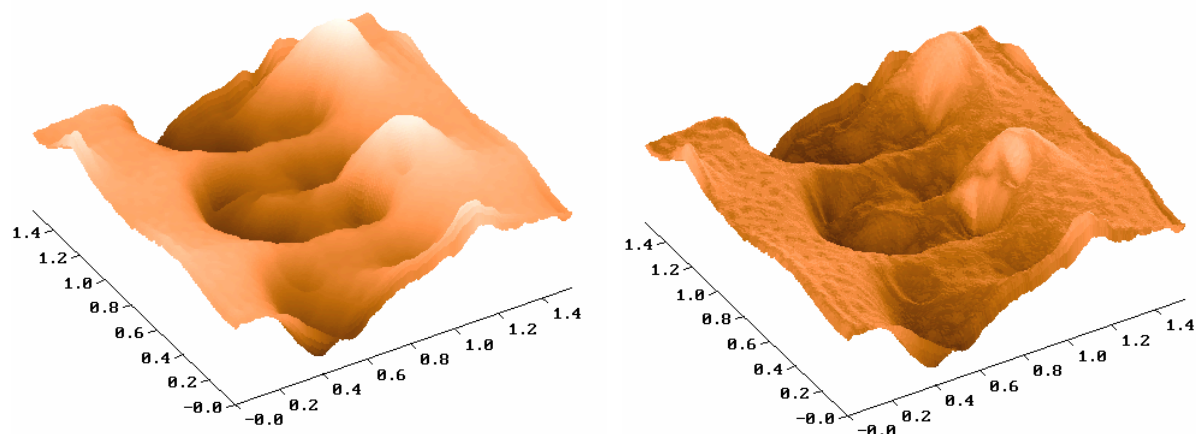


Рис. 24. 3D визуализация рельефа поверхности с подсветкой по высоте (а) и с боковой подсветкой (б)

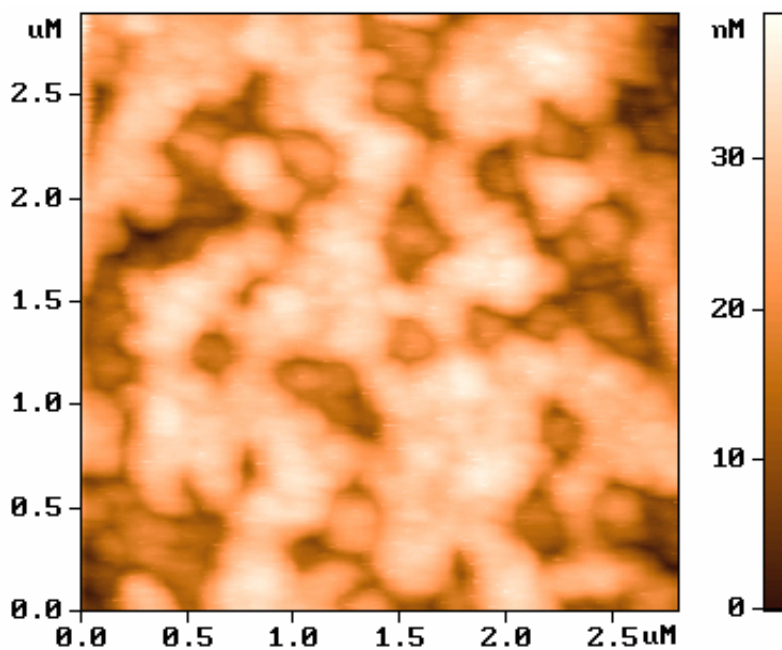


Рис. 25. Яркостное 2D изображение поверхности

Локальные СЗМ измерения, как правило, сопряжены с регистрацией зависимостей исследуемых величин от различных параметров. Например, это зависимости величины электрического тока через контакт зонд-поверхность от приложенного напряжения, зависимости различных параметров силового взаимодействия зонда и поверхности от расстояния зонд-образец и др. Данная информация хранится в виде векторных массивов или в виде матриц размерностью $2 \times N$. Для их визуализации в программном обеспечении микроскопов предусматривается набор стандартных средств изображения графиков функций.

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На рис. 26 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

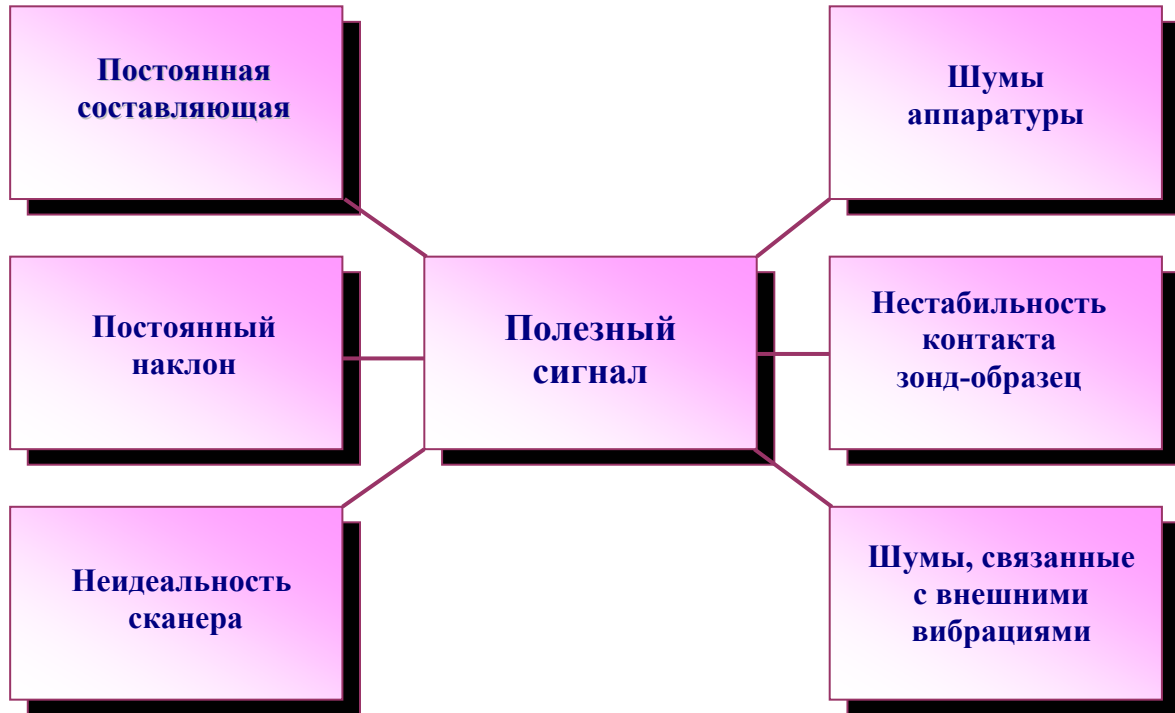


Рис. 26. Возможные искажения в СЗМ изображениях

Вычитание постоянной составляющей

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

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}, \quad \text{где } \bar{Z} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij}.$$

Вычитание постоянного наклона

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено несколькими причинами. Во-первых, наклон может появляться вследствие неточной установки образца относительно зонда; во-вторых, он может быть связан с температурным дрейфом,

который приводит к смещению зонда относительно образца; в-третьих, он может быть обусловлен нелинейностью перемещений пьезосканера. На отображение наклона тратится большой объем полезного пространства в СЗМ кадре, так что становятся не видны мелкие детали изображения. Для устранения данного недостатка производят операцию вычитания постоянного наклона. Для этого на первом этапе методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая плоскость $P^{(1)}(x, y)$, имеющая минимальные отклонения от рельефа поверхности $Z = f(x, y)$ (рис. 27). Затем производится вычитание данной плоскости из СЗМ изображения. Вычитание целесообразно выполнять различными способами в зависимости от природы наклона. Если наклон в СЗМ изображении обусловлен наклоном образца относительно оси зонда, то целесообразно произвести поворот плоскости на угол, соответствующий углу между нормалью к плоскости \vec{n} и осью Z ; при этом координаты поверхности $Z = f(x, y)$ преобразуются в соответствии с преобразованиями пространственного поворота. Однако при данном преобразовании возможно получение изображения поверхности в виде многозначной функции $Z = f(x, y)$. Если наклон обусловлен термодрейфом, то процедура вычитания наклона сводится к вычитанию Z - координат плоскости из Z - координат СЗМ изображения:

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

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

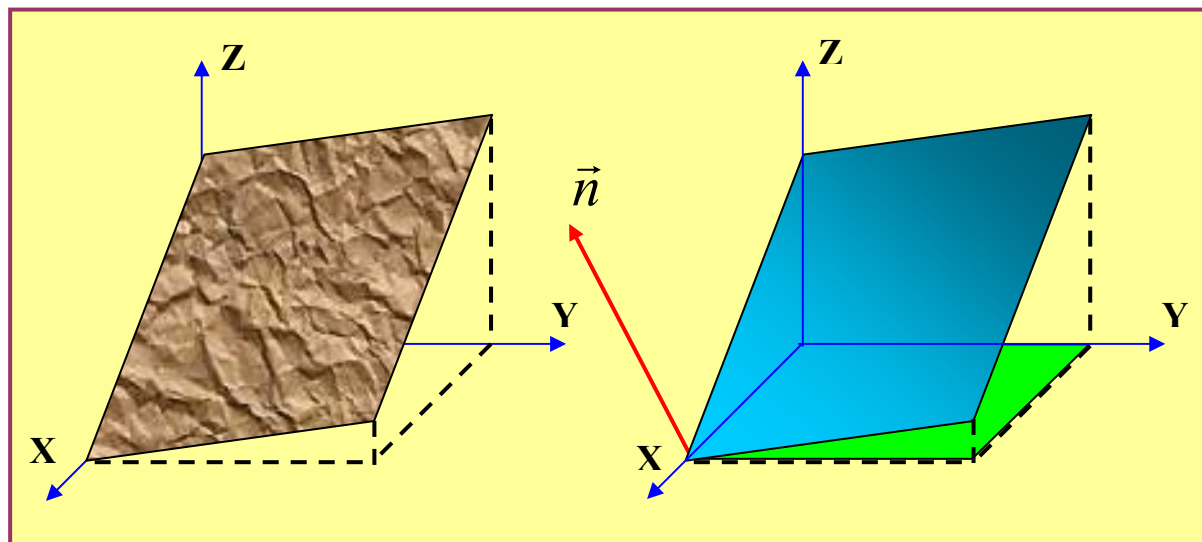


Рис. 27. Вычитание постоянного наклона из СЗМ изображения поверхности

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

На рис. 28 представлен результат вычитания плоскости из реального АСМ изображения поверхности.

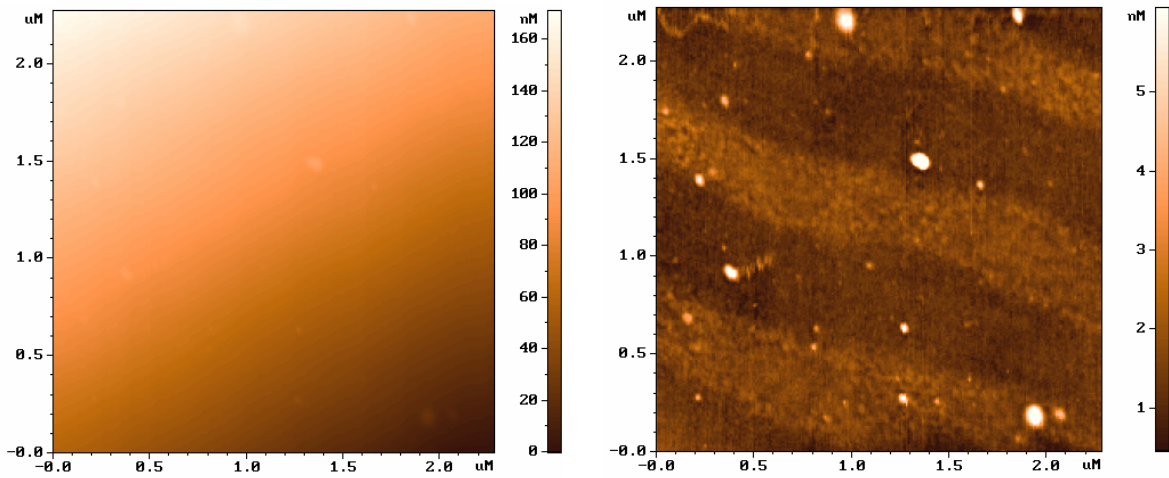


Рис. 28. Вычитание наклонной плоскости из АСМ изображения поверхности

Устранение искажений, связанных с неидеальностью сканера

Неидеальность свойств пьезосканера приводит к тому, что СЗМ изображение содержит ряд специфических искажений. Частично неидеальности сканера, такие как неравноправность прямого и обратного хода сканера (гистерезис), крип и нелинейность пьезокерамики компенсируются аппаратными средствами и выбором оптимальных режимов сканирования. Однако, несмотря на это, СЗМ изображения содержат искажения, которые трудно устранить на аппаратном уровне. В частности, поскольку движение сканера в плоскости образца влияет на положение зонда над поверхностью (по оси Z), СЗМ изображения представляют собой суперпозицию реального рельефа и некоторой поверхности второго (а часто и более высокого) порядка (рис. 29).

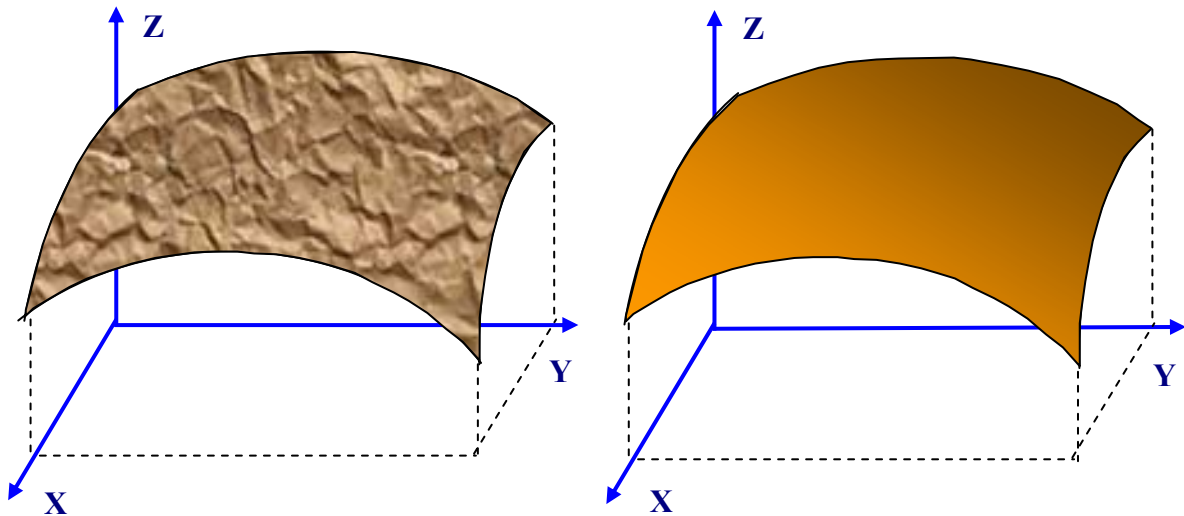


Рис. 29. Вычитание поверхности второго порядка из СЗМ изображения поверхности

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

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

На рис. 30 представлен результат вычитания поверхности второго порядка из реального АСМ изображения поверхности.

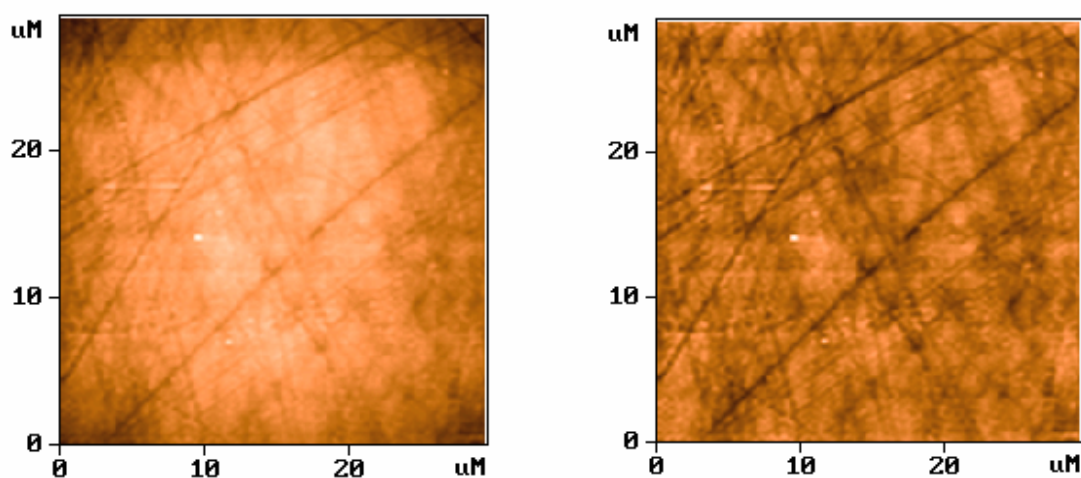


Рис. 30. Вычитание поверхности 2-го порядка из АСМ изображения поверхности

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

Фильтрация СЗМ изображений

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

Медианная фильтрация

Хорошие результаты при удалении высокочастотных случайных помех в СЗМ кадрах дает медианная фильтрация. Это нелинейный метод обработки изображений, суть которого можно пояснить следующим образом. Выбирается рабочее окно фильтра, состоящее из $n \times n$ точек (для определенности возьмем окно 3×3 , т.е. содержащее 9 точек (рис. 31)).

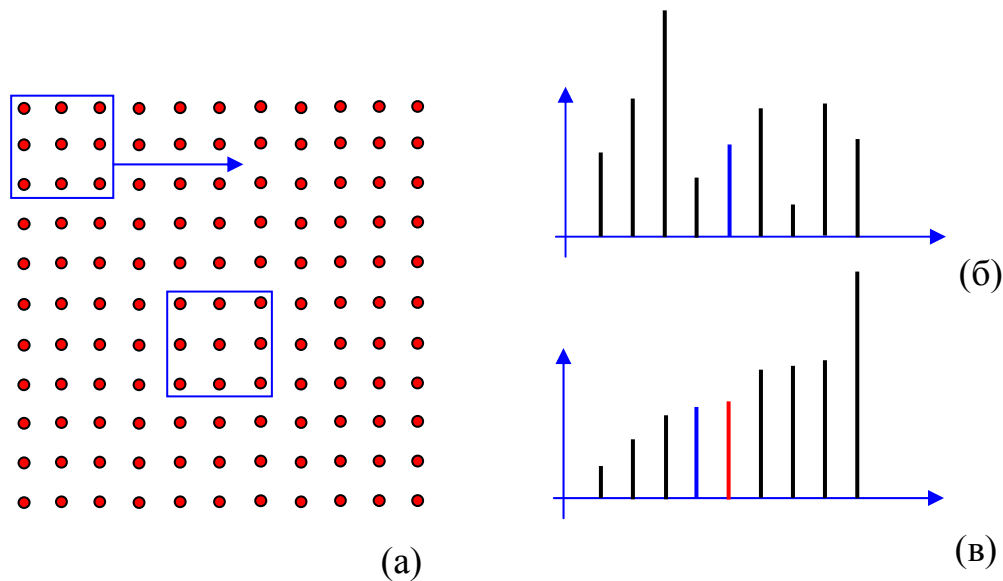


Рис. 31. Принцип работы медианного фильтра с окном 3×3 .

- (а) – смещение окна в процессе фильтрации массива;
- (б) – расположение элементов в несортированном массиве (синим цветом помечен центральный элемент);
- (в) – расположение элементов в отсортированном массиве (новый центральный элемент помечен красным цветом)

В процессе фильтрации это окно перемещается по кадру от точки к точке, и производится следующая процедура. Значения амплитуды СЗМ изображения в точках данного окна выстраиваются по возрастанию, и значение, стоящее в центре отсортированного ряда, заносится в центральную точку окна. Затем окно сдвигается в следующую точку, и процедура сортировки повторяется. Таким образом, мощные случайные выбросы и провалы при такой сортировке всегда оказываются на краю сортируемого массива и не войдут в итоговое (отфильтрованное) изображение. Заметим, что при такой обработке по краям кадра остаются нефильтрованные области, которые отбрасываются в конечном изображении. На рис. 32 представлен результат медианной фильтрации реального АСМ изображения поверхности.

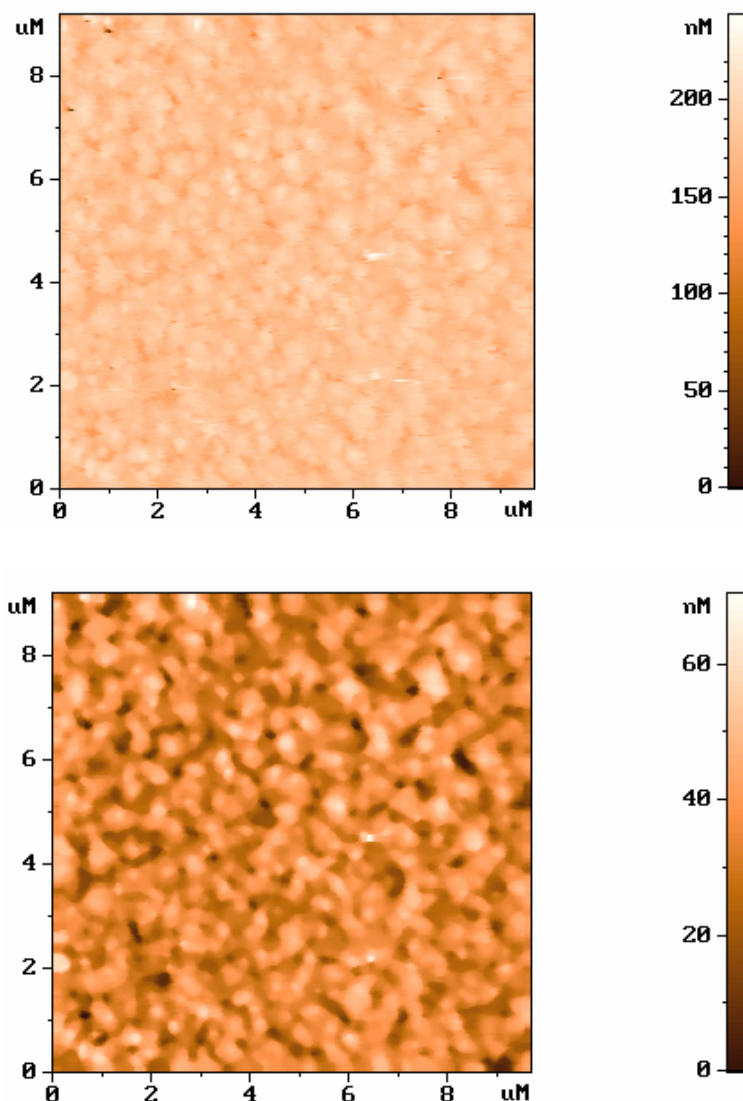


Рис. 32. Результаты медианной фильтрации с окном 5×5 АСМ изображения поверхности

Усреднение по строкам

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе происходит таким образом, что частота регистрации информации в строке сильно (по крайней мере, в 100 раз) отличается от частоты регистрации строк. Это приводит к тому, что высокочастотные шумы содержатся, в основном, в строках СЗМ изображения, а низкочастотные шумы изменяют положение строк относительно друг друга. Кроме того, часто во время сканирования изменяется расстояние зонд-образец вследствие микродвижений в элементах конструкции измерительной головки микроскопа или вследствие изменения состояния рабочей части зонда (например, захвата кончиком зонда микрочастицы с поверхности и др.). Это приводит к тому, что на СЗМ изображении появляются ступеньки, параллельные направлению сканирования, связанные со смещением одной части СЗМ кадра относительно другой (рис. 33 (а)). Избавиться от таких дефектов СЗМ изображений можно с помощью

процедуры выравнивания кадра по строкам. В каждой строке сканирования находится среднее значение рельефа:

$$\bar{Z}_j = \frac{1}{N} \sum_i Z_{ij}.$$

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

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

так что в новом кадре в каждой строке среднее будет равно нулю. Это приводит к тому, что ступеньки, связанные с резкими изменениями среднего значения в строках, будут удалены из кадра. На рис. 33 представлен результат выравнивания по строкам реального АСМ изображения поверхности.

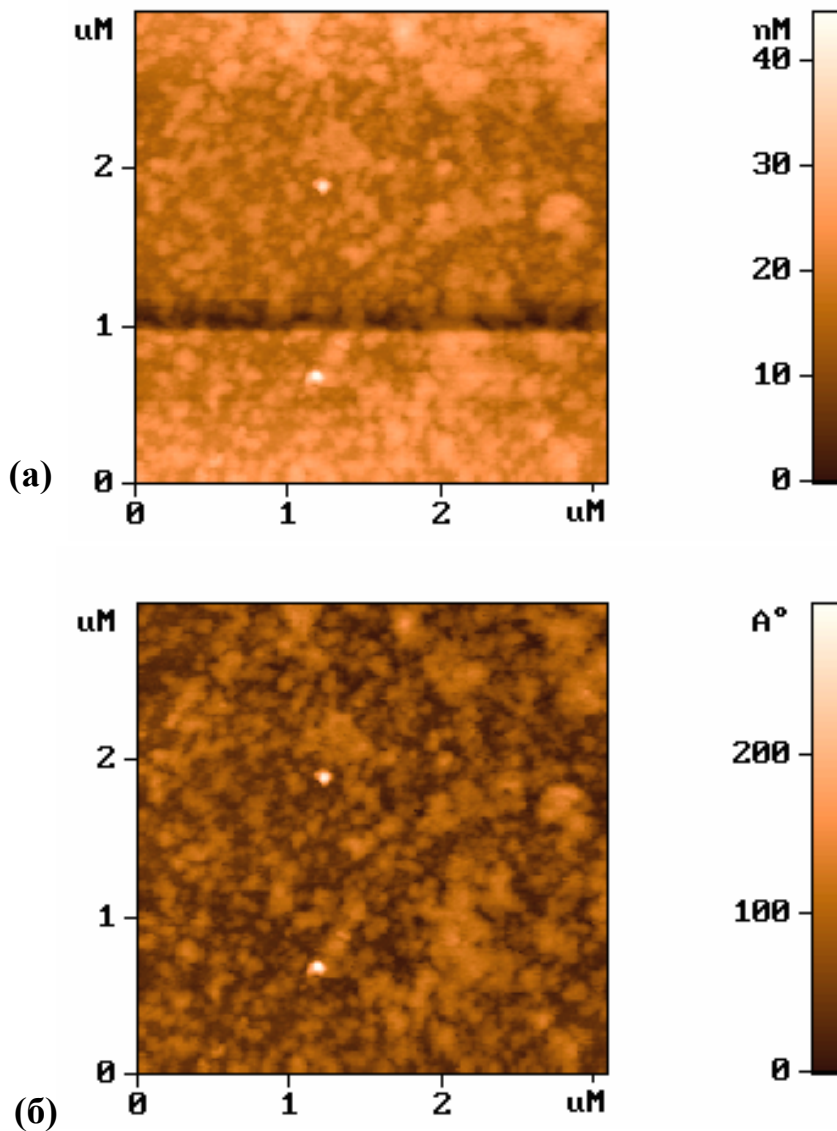


Рис. 33. АСМ изображения поверхности образца
(а) — до усреднения по строкам; (б) — после усреднения

Фурье - фильтрация СЗМ изображений.

Одним из мощных методов коррекции СЗМ изображений является спектральная фильтрация на основе преобразований Фурье. Как известно, любая функция может быть представлена в виде интеграла Фурье. В случае СЗМ кадра преобразование Фурье производится над дискретными величинами. Фурье - образ поверхности можно получить по следующим формулам (через ν обозначена мнимая единица $\sqrt{-1}$):

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

Соответственно обратное преобразование Фурье:

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

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

$$F'_{\alpha\beta} = F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta},$$

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

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

Наиболее распространенными являются фильтры низких и высоких частот с круговыми и квадратными окнами. Для фильтров низких частот спектральные функции фильтров определяются в виде

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

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

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

На рис. 34 показаны результаты Фурье - фильтрации одного из АСМ изображений реальной поверхности.

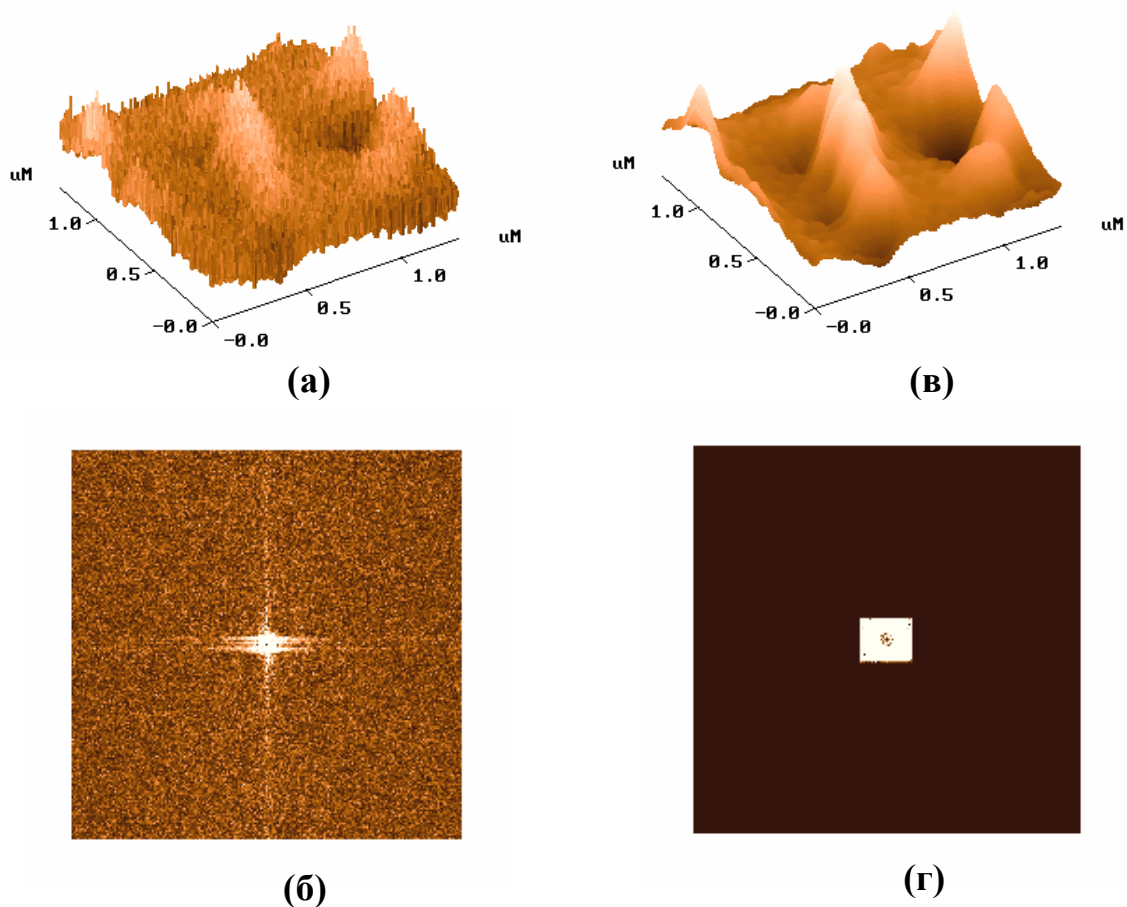


Рис. 34. Пример применения Фурье-фильтрации к АСМ изображению поверхности
 (а) – исходное АСМ изображение, (в) – отфильтрованное изображение,
 (б) – спектр исходного изображения, (г) – обработка спектра фильтром низких частот

Для устранения нежелательных эффектов, связанных с резким изменением спектральной функции на краю фильтра и на границах кадра, применяют фильтры с более сложной спектральной функцией. На основе Фурье-образа можно рассчитать ряд полезных характеристик поверхности. В частности, спектральная плотность мощности определяется в виде

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

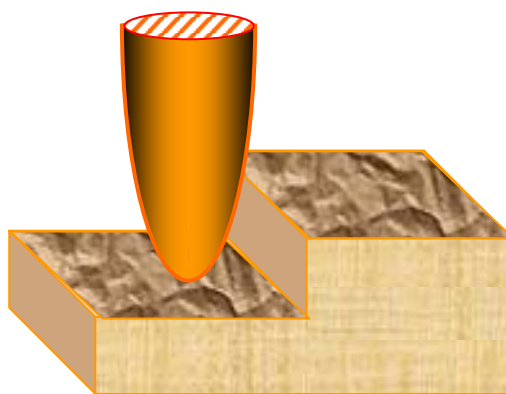
Полезно также указать формулы для расчета автокорреляционной функции поверхности:

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

Таким образом, стандартное программное обеспечение зондовых микроскопов включает в себя достаточно широкий набор средств по визуализации и обработке СЗМ данных. Кроме того, изображения, полученные на сканирующем зондовом микроскопе, могут быть сохранены в одном из графических форматов, что позволяет использовать дополнительные возможности, предоставляемые современными пакетами компьютерных программ по обработке и коррекции изображений.

Методы восстановления поверхности по ее СЗМ изображению

Одним из недостатков, присущих всем методам сканирующей зондовой микроскопии, является конечный размер рабочей части используемых зондов. Это приводит к существенному ухудшению пространственного разрешения микроскопов и значительным искажениям в СЗМ изображениях при сканировании поверхностей с неровностями рельефа, сравнимыми с характерными размерами рабочей части зонда.



Фактически получаемое в СЗМ изображение является "сверткой" зонда и исследуемой поверхности. Процесс "свертки" формы зонда с рельефом поверхности проиллюстрирован в одномерном случае на рис. 35.

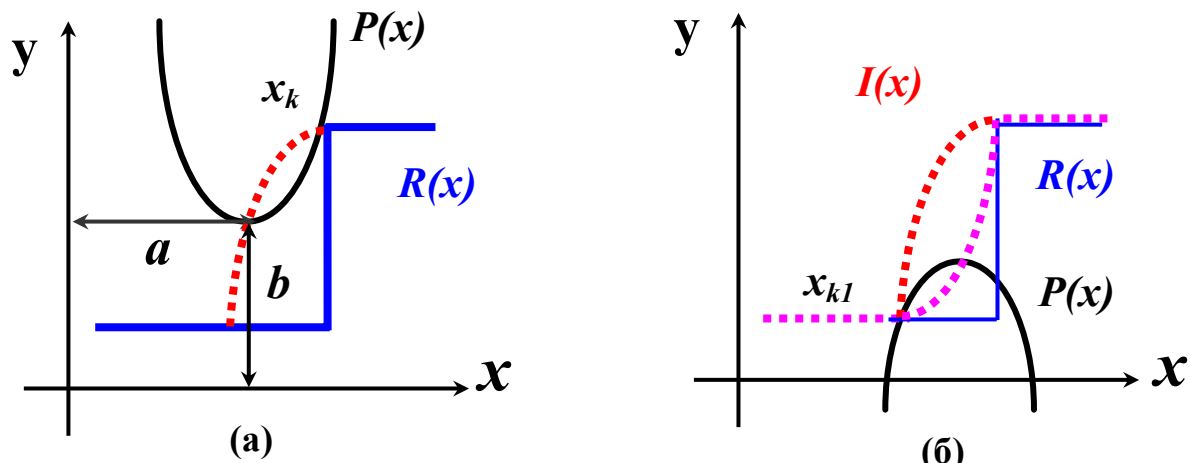


Рис. 35. Схематическое изображение процесса получения изображения в СЗМ (а) и процесса частичного восстановления рельефа с учетом конечных размеров и формы зонда (б).

Частично данную проблему позволяют решить развитые в последнее время методы восстановления СЗМ изображений, основанные на компьютерной обработке СЗМ данных с учетом конкретной формы зондов [17,18]. Наиболее эффективным методом восстановления поверхности является метод численной деконволюции [18], использующий форму зонда, получаемую экспериментально при сканировании тестовых (с хорошо известным рельефом поверхности) структур. Рассмотрим данный метод в одномерном случае. Если форма зонда описывается функцией $P(x)$, а форма истинного рельефа поверхности описывается функцией $R(x)$, то СЗМ изображение поверхности получается в виде:

$$I(a) = R(x_k) - P(x_k - a), \quad \text{при условии } dR/dx = dP/dx \text{ в точках касания } x_k,$$

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

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

Здесь x_{k1} – абсцисса точки касания функции СЗМ изображения и функции зонда, инвертированной по оси y и по оси x .

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. Причем, чем большего числа точек поверхности касался зонд при сканировании, тем достовернее можно реконструировать поверхность.

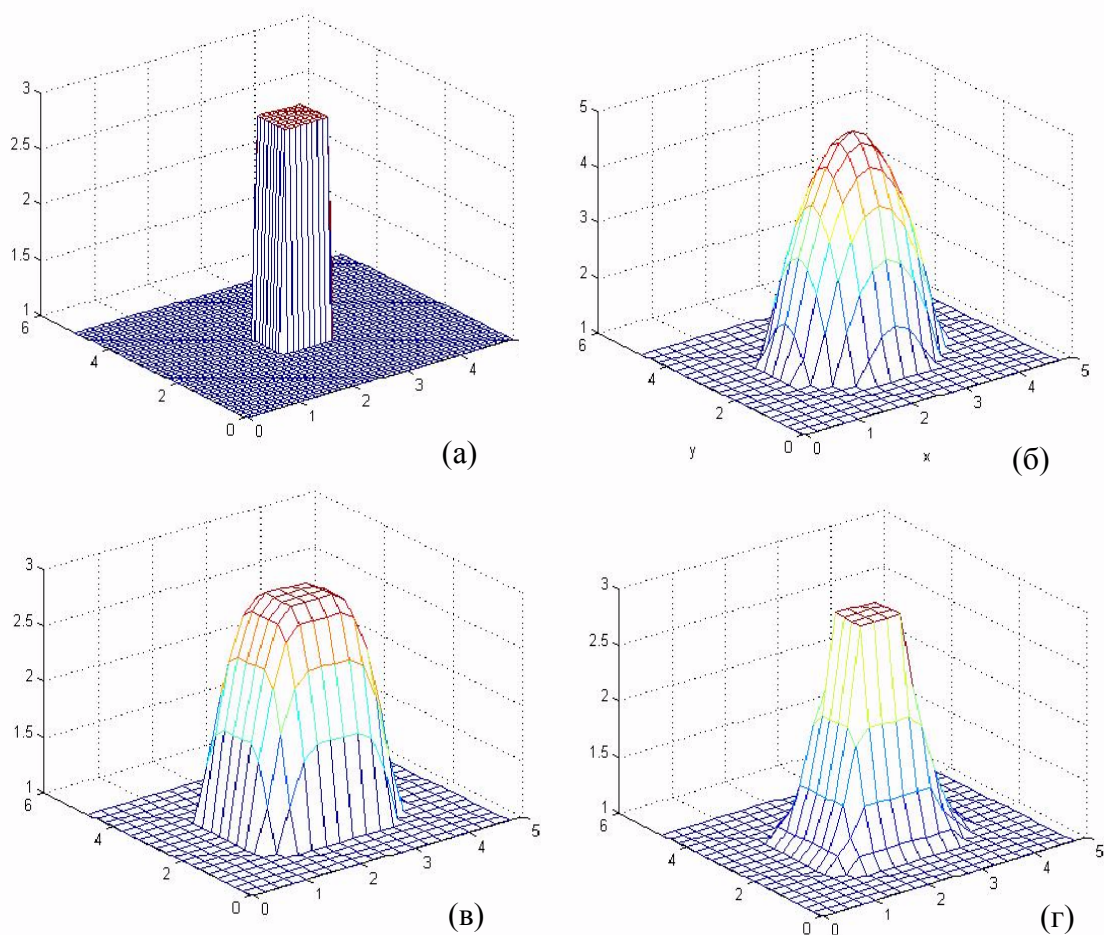


Рис. 36. Моделирование процесса восстановления рельефа поверхности
 (а) – Исходная поверхность с включением в виде прямоугольного параллелепипеда;
 (б) – модельная форма зонда в виде параболоида вращения;
 (в) – результат свертки зонда и исходной поверхности;
 (г) – восстановленное изображение поверхности.
 (Размеры изображений по осям X, Y, Z указаны в относительных единицах)

На практике СЗМ изображение и экспериментально определенная форма зонда представляют собой двумерные массивы дискретных значений, для которых производная является плохо определенной величиной. Поэтому вместо вычисления производной дискретных функций на практике при численной деконволюции СЗМ изображений используется условие минимальности расстояния между зондом и поверхностью при сканировании с постоянной средней высотой [17]:

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

В этом случае за высоту рельефа поверхности в данной точке можно принять минимальное расстояние между точкой зонда и соответствующей точкой поверхности для данного положения зонда относительно поверхности. По своему физическому смыслу данное условие эквивалентно условию равенства производных, однако оно

позволяет проводить поиск точек касания зонда с поверхностью более адекватным методом, что существенно сокращает время реконструирования рельефа.

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. 37 и 38.

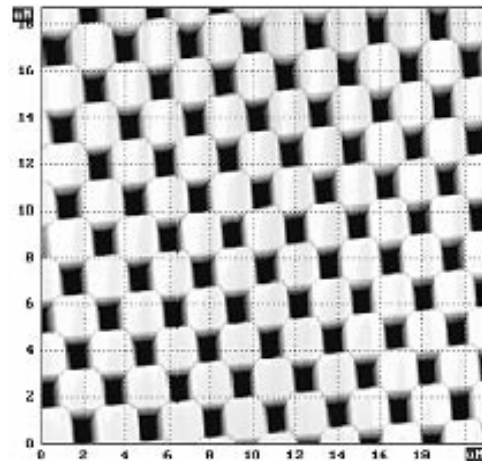
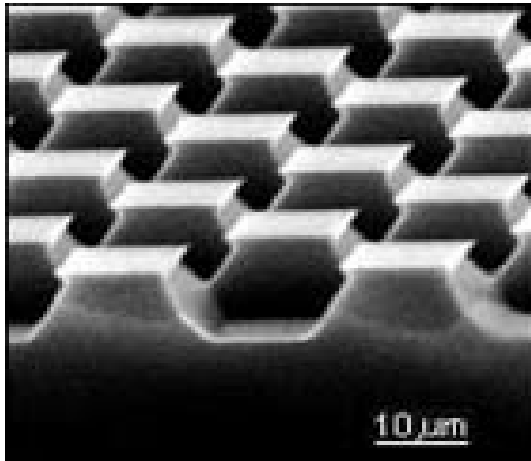


Рис. 37. Прямоугольная калибровочная решетка и ее АСМ изображение

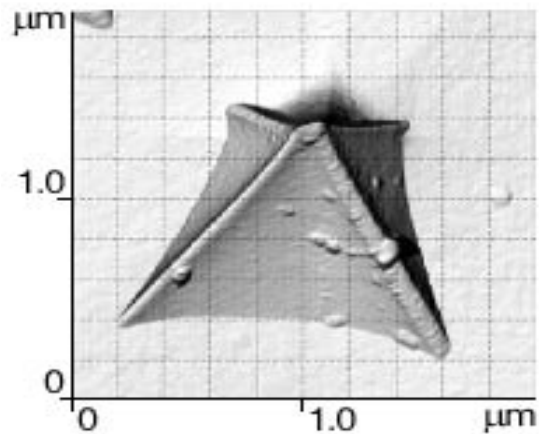
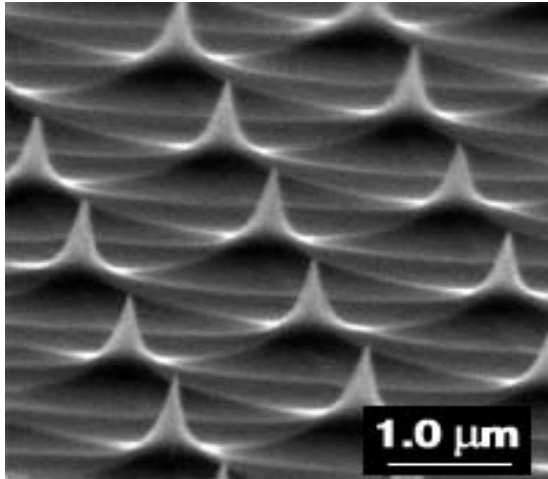


Рис. 38. Калибровочная решетка в виде острых шипов и ее АСМ изображение с помощью зонда пирамидальной формы

Калибровочная решетка в виде острых шипов позволяет хорошо 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.

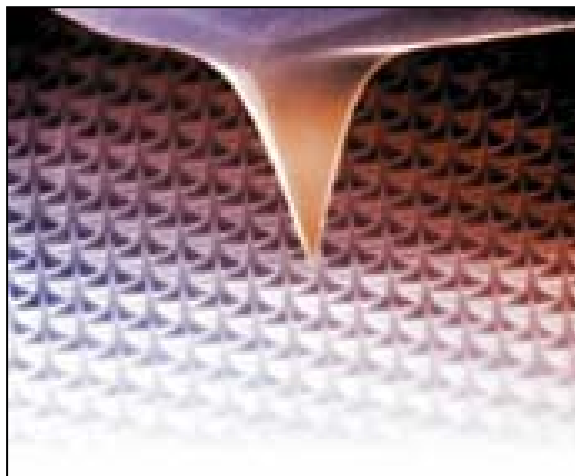


Рис. 39. Электронно-микроскопическое изображение зонда атомно-силового микроскопа в процессе сканирования тестовой структуры

2. Методы сканирующей зондовой микроскопии

2.1. Сканирующая туннельная микроскопия

Исторически первым в семействе зондовых микроскопов появился сканирующий туннельный микроскоп. Принцип работы СТМ основан на явлении туннелирования электронов через узкий потенциальный барьер между металлическим зондом и проводящим образцом во внешнем электрическом поле.

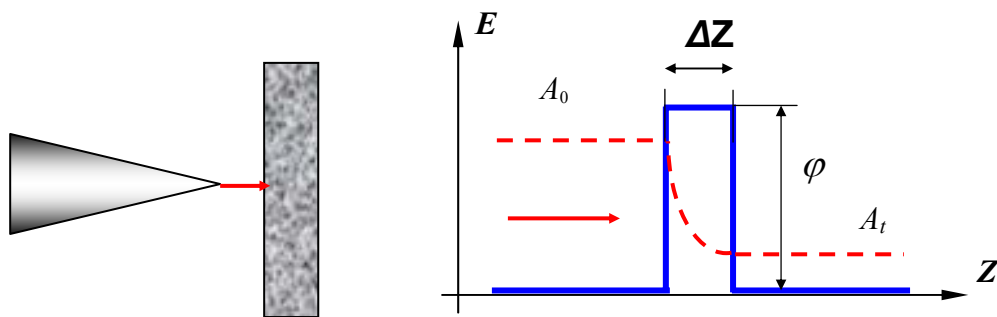


Рис. 40. Схема туннелирования электронов через потенциальный барьер в туннельном микроскопе

В СТМ зонд подводится к поверхности образца на расстояния в несколько ангстрем. При этом образуется туннельно-прозрачный потенциальный барьер, величина которого определяется, в основном, значениями работы выхода электронов из материала зонда φ_p и образца φ_s . При качественном рассмотрении барьер можно считать прямоугольным с эффективной высотой, равной средней работе выхода материалов:

$$\varphi^* = \frac{1}{2}(\varphi_p + \varphi_s)$$

Как известно из квантовой механики [19,20], вероятность туннелирования электрона (коэффициент прохождения) через одномерный барьер прямоугольной формы равна

$$W = \frac{|A_t|^2}{|A_0|^2} \cong e^{-k\Delta Z}$$

где A_0 - амплитуда волновой функции электрона, движущегося к барьеру; A_t - амплитуда волновой функции электрона, прошедшего сквозь барьер; k - константа

затухания волновой функции в области, соответствующей потенциальному барьеру; ΔZ - ширина барьера. Для туннельного контакта двух металлов константу затухания можно представить в виде

$$k = \frac{4\pi\sqrt{2m\varphi^*}}{h},$$

где m - масса электрона, φ^* - средняя работа выхода электрона, h – постоянная Планка. При приложении к туннельному контакту разности потенциалов V между зондом и образцом появляется туннельный ток.

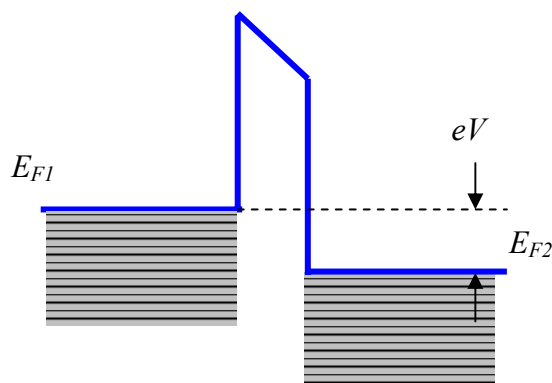


Рис. 41. Энергетическая диаграмма туннельного контакта двух металлов.

В процессе туннелирования участвуют, в основном, электроны с энергией в окрестности уровня Ферми E_F . В случае контакта двух металлов выражение для плотности туннельного тока (в одномерном приближении) было получено в работах [21,22]:

$$j_t = j_0(\varphi^* \exp(-A\sqrt{\varphi^* \Delta Z}) - (\varphi^* + eV) \exp(-A\sqrt{\varphi^* + eV \Delta Z})) \quad (1)$$

где параметры j_0 и A задаются следующими выражениями:

$$j_0 = \frac{e}{2\pi h (\Delta Z)^2}, \quad A = \frac{4\pi}{h} \sqrt{2m}$$

При условии малости напряжения смещения ($eV < \varphi$), выражение для плотности тока можно представить в более простом виде. Линеаризуя вторую экспоненту в выражении (1) по параметру eV , получаем

$$j_t = j_0 \exp(-A\sqrt{\varphi^* \Delta Z}) \cdot \left(\varphi^* - (\varphi^* + eV) \cdot \left(1 - \frac{AeV\Delta Z}{2\sqrt{\varphi^*}} \right) \right)$$

Наконец, пренебрегая членом eV по сравнению с φ^* , выражение для плотности тока можно записать следующим образом:

$$j_t = j_0 \frac{A\sqrt{\varphi^*} eV\Delta Z}{2} \exp(-A\sqrt{\varphi^*} \Delta Z) = \frac{e^2 \sqrt{2m\varphi^*}}{h^2} \cdot \frac{V}{\Delta Z} \exp\left(-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\varphi^*} \Delta Z\right)$$

Поскольку экспоненциальная зависимость очень сильная, то для оценок и качественных рассуждений часто пользуются упрощенной формулой

$$j_t = j_0(V) e^{-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\varphi^*} \Delta Z}, \quad (2)$$

в которой величина $j_0(V)$ считается не зависящей от изменения расстояния зонд-образец. Для типичных значений работы выхода ($\varphi \sim 4$ эВ) значение константы затухания $k = 2 \text{ \AA}^{-1}$, так что при изменении ΔZ на $\sim 1 \text{ \AA}$ величина тока меняется на порядок. Реальный туннельный контакт в СТМ не является одномерным и имеет более сложную геометрию, однако основные черты туннелирования, а именно экспоненциальная зависимость тока от расстояния зонд-образец, сохраняются также и в более сложных моделях, что подтверждается экспериментально.

Для больших напряжений смещения ($eV > \varphi^*$) из выражения (1) получается хорошо известная формула Фаулера-Нордгейма для полевой эмиссии электронов в вакуум:

$$J = \frac{e^3 V^2}{8\pi h \varphi^* (\Delta Z)^2} \exp\left[-\frac{8\pi \sqrt{2m} (\varphi^*)^{\frac{3}{2}} \Delta Z}{3ehV}\right].$$

Экспоненциальная зависимость туннельного тока от расстояния (2) позволяет осуществлять регулирование расстояния между зондом и образцом в туннельном микроскопе с высокой точностью. СТМ представляет собой электромеханическую систему с отрицательной обратной связью. Система обратной связи поддерживает величину туннельного тока между зондом и образцом на заданном уровне (I_0), выбираемом оператором. Контроль величины туннельного тока, а следовательно, и расстояния зонд-поверхность осуществляется посредством перемещения зонда вдоль оси Z с помощью пьезоэлектрического элемента (рис. 42).

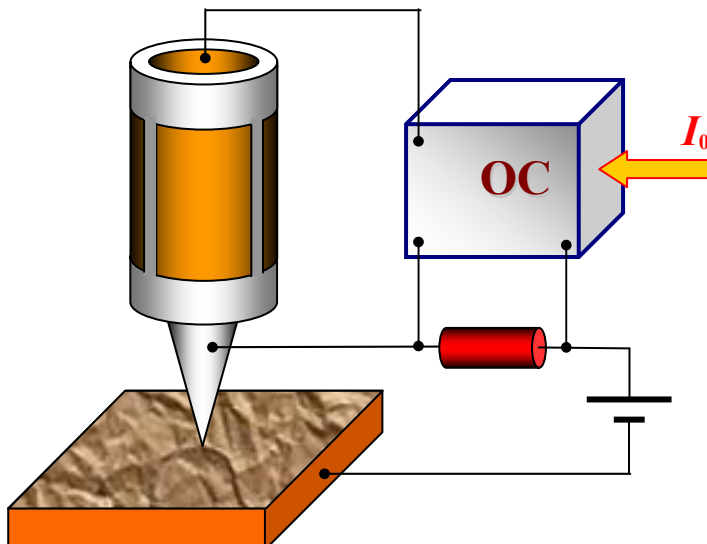


Рис. 42 Упрощенная схема организации обратной связи по туннельному току

Изображение рельефа поверхности в СТМ формируется двумя методами. По методу постоянного туннельного тока (рис. 43 (а)) зонд перемещается вдоль поверхности, осуществляя растровое сканирование; при этом изменение напряжения на Z -электроде пьезоэлемента в цепи обратной связи (с большой точностью повторяющее рельеф поверхности образца) записывается в память компьютера в виде функции $Z = f(x, y)$, а затем воспроизводится средствами компьютерной графики.

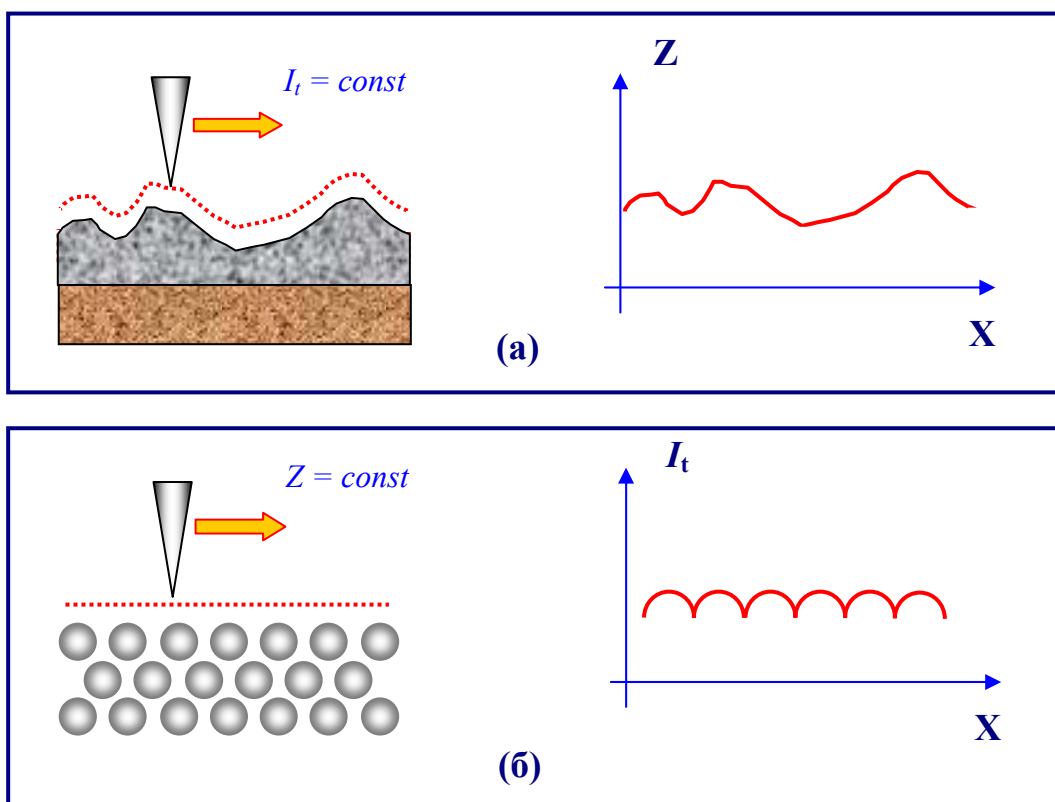


Рис. 43. Формирование СТМ изображений поверхности по методу постоянного туннельного тока (а) и постоянного среднего расстояния (б)

При исследовании атомарно гладких поверхностей часто более эффективным оказывается получение СТМ изображения поверхности по методу постоянной высоты $Z = const$. В этом случае зонд перемещается над поверхностью на расстоянии нескольких ангстрем, при этом изменения туннельного тока регистрируются в качестве СТМ изображения поверхности (рис. 43 (б)). Сканирование производится либо при отключенной ОС, либо со скоростями, превышающими скорость реакции ОС, так что ОС отрабатывает только плавные изменения рельефа поверхности. В данном способе реализуются очень высокие скорости сканирования и высокая частота получения СТМ изображений, что позволяет вести наблюдение за изменениями, происходящими на поверхности, практически в реальном времени.

Высокое пространственное разрешение СТМ определяется экспоненциальной зависимостью туннельного тока от расстояния до поверхности. Разрешение в направлении по нормали к поверхности достигает долей ангстрема. Латеральное же разрешение зависит от качества зонда и определяется, в основном, не макроскопическим радиусом кривизны кончика острия, а его атомарной структурой. При правильной подготовке зонда на его кончике с большой вероятностью находится либо одиночный выступающий атом, либо небольшой кластер атомов, который локализует его на размерах, много меньших, чем характерный радиус кривизны острия. Действительно, туннельный ток протекает между поверхностными атомами образца и атомами зонда. Атом, выступающий над поверхностью зонда, находится ближе к поверхности на расстояние, равное величине периода кристаллической решетки. Поскольку зависимость туннельного тока от расстояния экспоненциальная, то ток в этом случае течет, в основном, между поверхностью образца и выступающим атомом на кончике зонда.

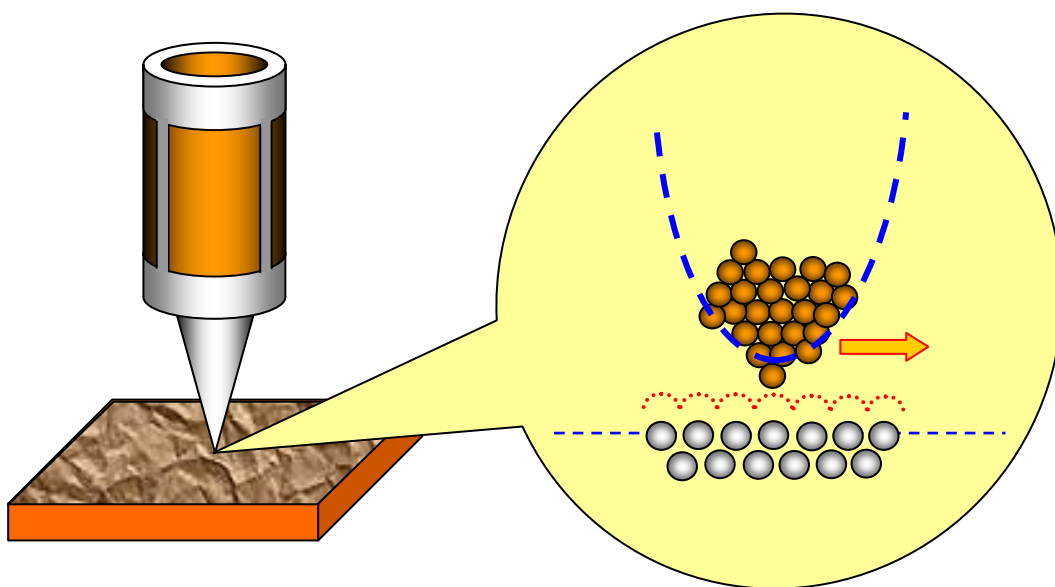


Рис. 44. Реализация атомарного разрешения в сканирующем туннельном микроскопе

С помощью таких зондов удается получать пространственное разрешение вплоть до атомарного, что продемонстрировано многими исследовательскими группами на образцах из различных материалов.

Зонды для туннельных микроскопов

В сканирующих туннельных микроскопах используются зонды нескольких типов. В первое время широкое распространение получили зонды, приготовленные из вольфрамовой проволоки методом электрохимического травления. Данная технология была хорошо известна и использовалась для приготовления эмиттеров для автоионных микроскопов. Процесс приготовления СТМ зондов по данной технологии выглядит следующим образом. Заготовка из вольфрамовой проволоки укрепляется так, чтобы один из ее концов проходил сквозь проводящую диафрагму (Д) и погружался в водный раствор щелочи КОН (рис. 45). Контакт между диафрагмой и вольфрамовой проволокой осуществляется посредством капли КОН, расположенной в отверстии диафрагмы.

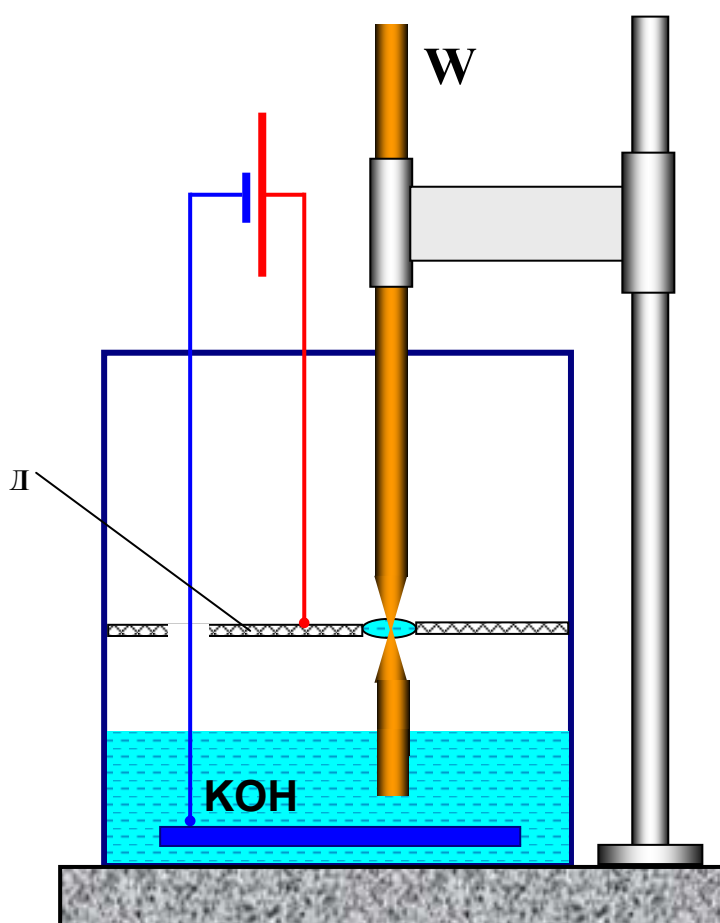


Рис. 45. Схема изготовления СТМ зондов из вольфрамовой проволоки с помощью электрохимического травления.

При пропускании электрического тока между диафрагмой и электродом, расположенным в растворе КОН, происходит перетравливание заготовки. По мере травления толщина перетравливаемой области становится настолько малой, что происходит разрыв заготовки за счет веса нижней части. При этом нижняя часть падает, что автоматически разрывает электрическую цепь и останавливает процесс травления.

Другая широко применяемая методика приготовления СТМ зондов – перерезание тонкой проволоки из *PtIr* сплава с помощью обыкновенных ножниц. Перерезание производится под углом порядка 45 градусов с одновременным натяжением P проволоки на разрыв (рис. 46).

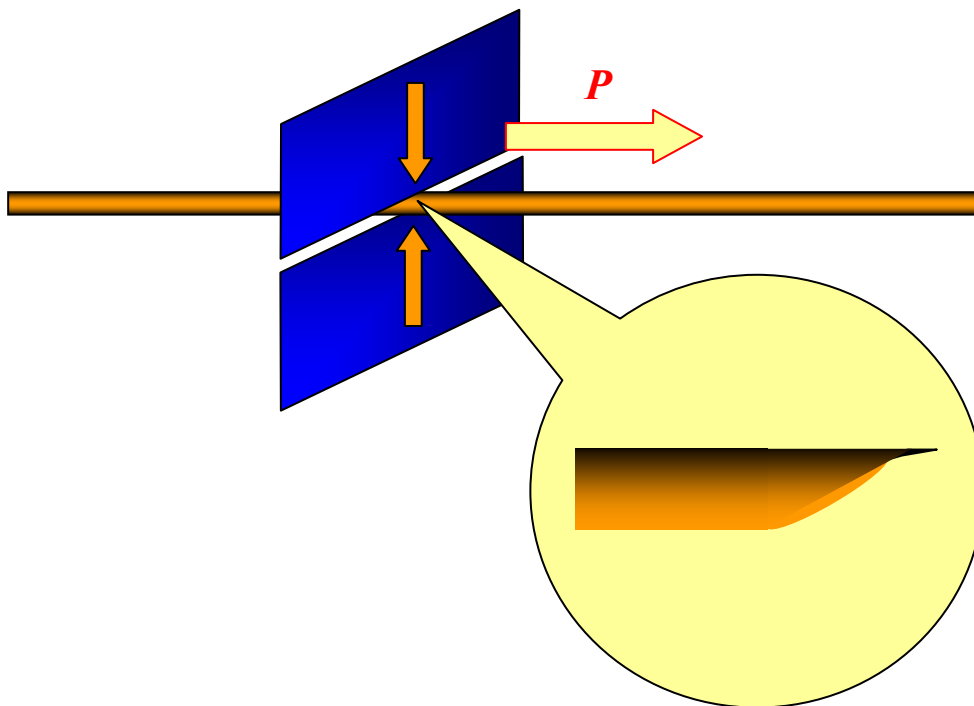


Рис. 46. Схематичное изображение процесса формирования СТМ острия при перерезании проволоки из PtIr сплава.

Процесс формирования острия в этом случае отчасти сходен с процессом изготовления острия из вольфрама. При перерезании происходит пластическая деформация проволоки в месте резки и обрыв ее под действием растягивающего усилия P . В результате в месте разреза формируется вытянутое острие с неровным (рваным) краем с многочисленными выступами, один из которых и оказывается рабочим элементом СТМ зонда. Данная технология изготовления СТМ зондов применяется сейчас практически во всех лабораториях и почти всегда обеспечивает гарантированное атомарное разрешение при СТМ исследованиях поверхности.

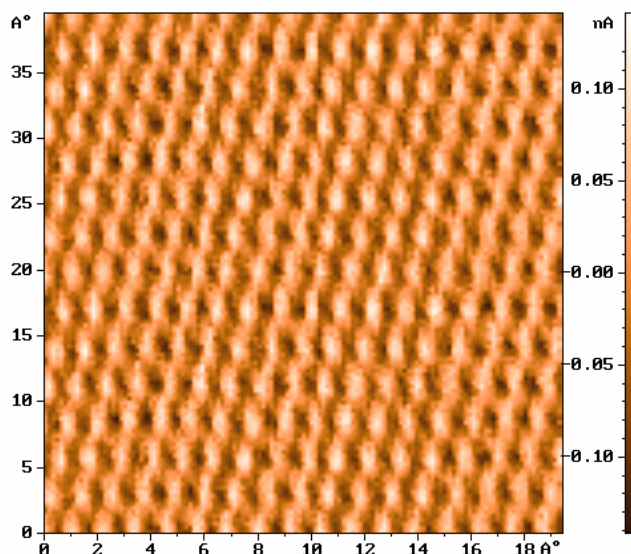


Рис. 47. СТМ изображение атомарной структуры поверхности пиролитического графита

Измерение локальной работы выхода в СТМ

Для неоднородных образцов туннельный ток является не только функцией расстояния от зонда до образца, но и зависит от значения локальной работы выхода электронов в данном месте поверхности. Для получения информации о распределении работы выхода применяется метод модуляции расстояния зонд-образец ΔZ . С этой целью в процессе сканирования к управляющему напряжению на Z-электроде сканера добавляется переменное напряжение с внешнего генератора на частоте ω . Тогда напряжение на Z-электроде сканера можно представить в виде

$$U = U_0(t) + U_m \sin(\omega t)$$

Это приводит к тому, что расстояние зонд - образец оказывается промодулированным на частоте ω :

$$\Delta Z(t) = \Delta Z_0(t) + \Delta Z_m \sin(\omega t),$$

где ΔZ_m и U_m связаны между собой через коэффициент электромеханической связи пьезосканера K :

$$K = \frac{\Delta Z_m}{U_m}$$

Частота ω выбирается выше частоты полосы пропускания петли обратной связи для того, чтобы система обратной связи не могла обрабатывать данные колебания зонда. Амплитуда переменного напряжения U_m выбирается достаточно малой, чтобы возмущения туннельного промежутка также были малыми.

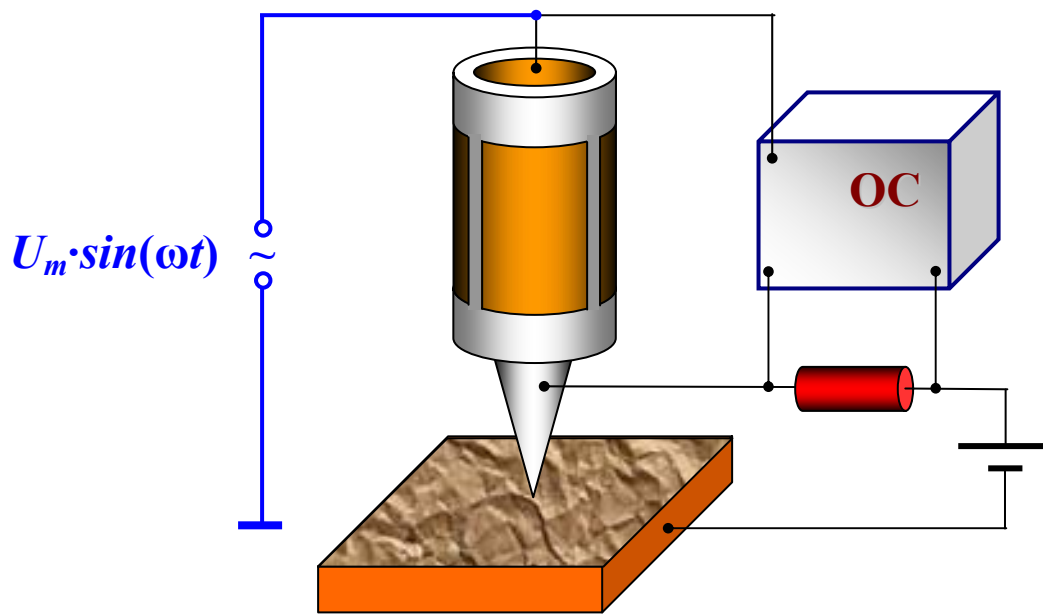


Рис. 48. Схема регистрации локальной работы выхода

В свою очередь, колебания расстояния зонд-образец приводят к тому, что появляется переменная составляющая тока на частоте ω :

$$I_t \cong I_0(V) e^{-\alpha \sqrt{\varphi^*} (\Delta Z_0 + \Delta Z_m \sin(\omega t))}, \quad \text{где} \quad \alpha = \frac{2}{\hbar} \sqrt{2m}.$$

Поскольку амплитуда сигнала модуляции и соответственно амплитуда колебаний туннельного промежутка малы, туннельный ток может быть представлен в виде

$$I_t \cong I_0(V) e^{-\alpha \sqrt{\varphi^*} \Delta Z_0} (1 - \alpha \sqrt{\varphi^*} \Delta Z_m \sin(\omega t))$$

Таким образом, амплитуда малых колебаний туннельного тока на частоте ω оказывается пропорциональна корню квадратному из величины локальной работы выхода электронов с поверхности образца:

$$I_\omega = I_0 \frac{2KU_m}{\hbar} [2m\varphi^*(x, y)]^{\frac{1}{2}}$$

Детектируя амплитуду колебаний туннельного тока в каждой точке кадра, можно построить одновременно с рельефом $Z = f(x, y)$ распределение величины локальной работы выхода $\varphi(x, y)$ на исследуемом участке поверхности.

Измерение вольт-амперных характеристик туннельного контакта

С помощью СТМ можно снимать вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта в различных точках поверхности, что позволяет судить о локальной проводимости образца и изучать особенности локальной плотности состояний в энергетическом спектре электронов. Для регистрации вольт-амперных характеристик туннельного контакта в СТМ применяется следующая процедура. На СТМ изображении поверхности выбирается область образца, в которой предполагается произвести измерения. Зонд СТМ выводится сканером в соответствующую точку поверхности. Для получения ВАХ контакта обратная связь на короткое время разрывается, и к туннельному промежутку прикладывается линейно нарастающее напряжение. При этом синхронно с изменением напряжения регистрируется ток, протекающий через туннельный контакт. Во время снятия ВАХ на время разрыва обратной связи на электрод сканера подается потенциал, равный потенциалу непосредственно перед разрывом.

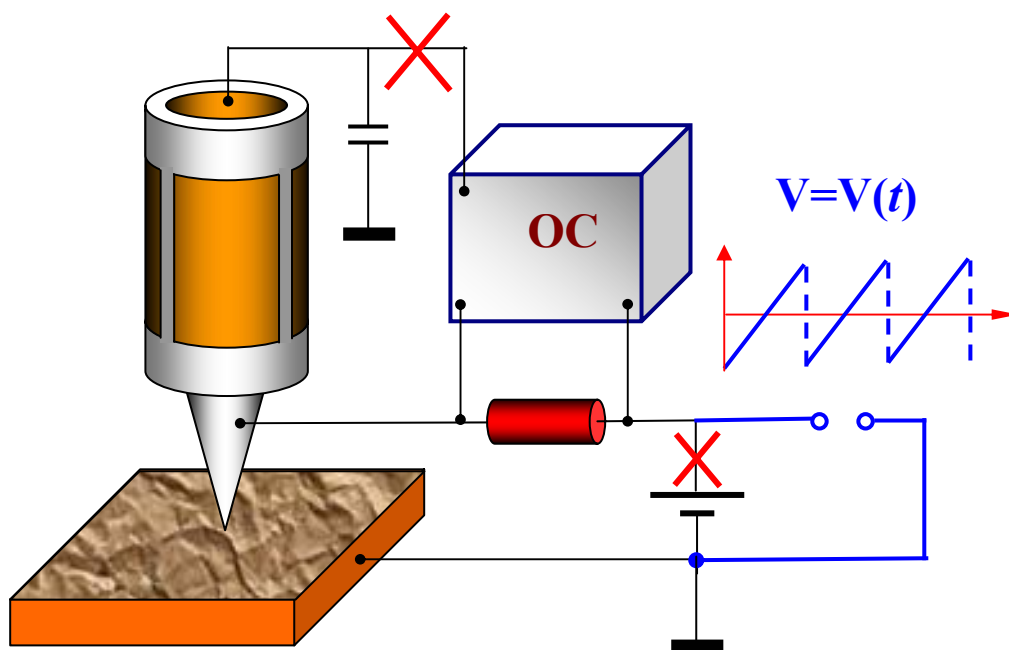


Рис. 49. Схема регистрации ВАХ туннельного промежутка СТМ

В каждой точке производится снятие нескольких ВАХ. Итоговая вольт-амперная характеристика получается путем усреднения набора ВАХ, снятых в одной точке. Усреднение позволяет существенно минимизировать влияние шумов туннельного промежутка.

Система управления СТМ

Упрощенная схема системы управления СТМ представлена на рис. 50. Система управления СТМ состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Цифровая часть состоит из набора ЦАП и АЦП и выделена на схеме красной пунктирной границей. Аналоговая часть показана на схеме синей пунктирной линией. Напряжение на туннельном промежутке задается оператором с помощью ЦАП - U , а поддерживаемый системой обратной связи ток - с помощью ЦАП - I . Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП - X и ЦАП - Y служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи состоит из предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке СТМ, конструктивно расположенного в измерительной головке СТМ, разностного усилителя РУ, фильтра низких частот ФНЧ, усилителей У4 и У5, пьезопреобразователя, регулирующего величину туннельного промежутка.

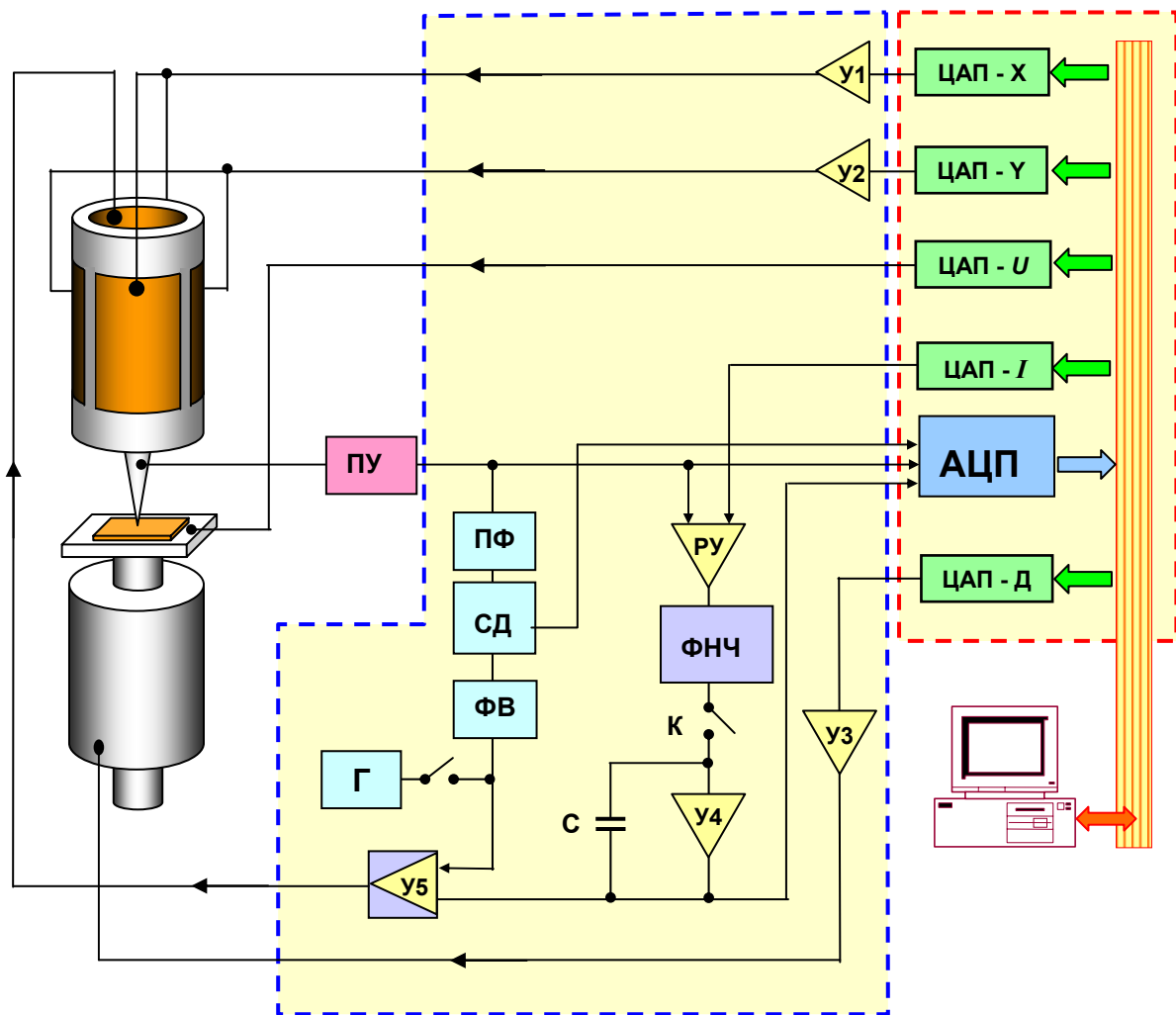


Рис. 50. Схема системы управления сканирующего туннельного микроскопа

Перед началом работы оператор устанавливает рабочие параметры туннельного тока и напряжения и включает систему сближения зонда и образца. При этом управляющее напряжение подается на двигатель с ЦАП – Д. В начальном состоянии ток в петле обратной связи отсутствует, и сканер максимально вытянут в направлении к образцу. При появлении туннельного тока обратная связь отодвигает сканер, и система переходит в режим точной установки образца. В этом режиме происходит совместное движение образца и отодвигание (системой ОС) зонда до тех пор, пока сканер не встанет в середину своего динамического диапазона. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянным выбранное оператором значение туннельного тока.

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 У1 и У2. При сканировании система обратной связи поддерживает постоянным туннельный ток. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение туннельного тока I_t сравнивается на разностном усилителе со значением I_0 , заданным оператором. Разностный сигнал $(I_t - I_0)$ усиливается (усилителями У4 и У5) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Таким образом, при сканировании напряжение на Z-электроде сканера оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Сигнал с выхода усилителя У4 записывается с помощью АЦП как информация о рельефе поверхности.

Для получения информации о распределении локальной работы выхода сигнал с генератора Г подмешивается на усилителе У5 к напряжению на Z-электроде. Соответствующая компонента туннельного тока на частоте ω выделяется полосовым фильтром ПФ и детектируется с помощью синхронного детектора СД, на который также подается опорное напряжение с задающего генератора. Фаза сигналов синхронизируется с помощью фазовращателя ФВ. Амплитуда тока на частоте ω записывается в память компьютера с помощью АЦП как сигнал, пропорциональный локальной работе выхода.

Регистрация ВАХ туннельного контакта в заданной точке образца осуществляется следующим образом. Обратная связь разрывается на короткое время электронным ключом К. Напряжение на внутреннем электроде пьезотрубки поддерживается постоянным с помощью конденсатора С, так что зонд на короткое время зависает над поверхностью. После этого с ЦАП - U на туннельный промежуток подается напряжение $U(t)$ пилообразной формы, и синхронно с ним в АЦП записывается информация о туннельном токе с выхода предварительного усилителя ПУ. После этого ключ К замыкается, и система обратной связи восстанавливает состояние туннельного контакта, соответствующее условию $I_t = const$. При необходимости процедура снятия ВАХ повторяется N раз для формирования усредненных зависимостей туннельного тока от напряжения.

Конструкции сканирующих туннельных микроскопов

В настоящее время в литературе описаны сотни различных конструкций сканирующих зондовых микроскопов. С одной стороны, такое количество разработанных СЗМ обусловлено практической необходимостью, поскольку для решения конкретных задач часто требуется определенная конфигурация СЗМ. С другой стороны, относительная простота механической части СЗМ стимулирует изготовление измерительных головок, максимально адаптированных к условиям конкретного эксперимента непосредственно в научных лабораториях.

Для эффективной работы конструкция измерительной головки СТМ должна удовлетворять целому ряду требований. Наиболее важными из них является требование высокой помехозащищенности. Это обусловлено большой чувствительностью туннельного промежутка к внешним вибрациям, перепадам температуры, электрическим и акустическим помехам. В настоящее время в этом направлении накоплен большой опыт, разработаны достаточно эффективные способы защиты СТМ от воздействия различных внешних факторов. В конечном итоге, выбор той или иной системы виброизоляции и термокомпенсации диктуется, в основном, целесообразностью и удобством использования. Другая, не менее важная группа требований к дизайну СТМ, связана с условиями применения разрабатываемого микроскопа и определяется задачами конкретного эксперимента.

В качестве примера, на рис. 51. схематически показана конструкция измерительной головки СТМ с компенсацией термодрейфа положения зонда.

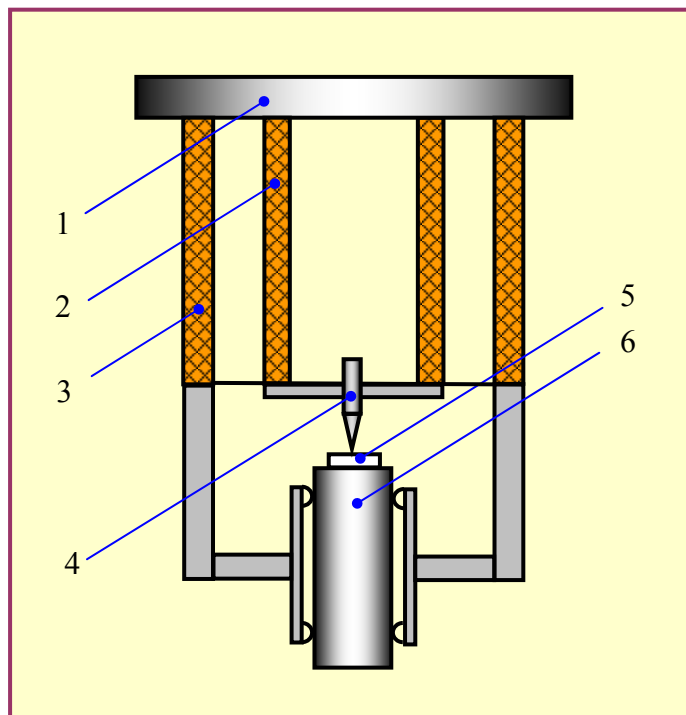


Рис. 51. Конструкция измерительной головки СТМ.

1 – основание; 2 – трубчатый трехкоординатный пьезосканер; 3 – термокомпенсирующая пьезотрубка, служащая рабочим элементом шагового пьезодвигателя; 4 – металлический зонд; 5 – образец; 6 – цилиндрический держатель образца

Основу конструкции составляют две коаксиальные пьезокерамические трубки различного диаметра, закрепленные на общем основании (1). Внутренняя трубка (2) выполняет роль трехкоординатного пьезосканера. Внешняя трубка (3) является многофункциональной частью конструкции. Во-первых, внешняя трубка выполняет роль компенсатора термодформаций внутренней трубки, стабилизируя положение зонда в направлении нормали к исследуемой поверхности. Во-вторых, она является рабочим элементом шагового пьезодвигателя, служащего для подвода образца к зонду. Вся конструкция СТМ обладает аксиальной симметрией, что уменьшает термодрейф положения зонда в плоскости поверхности исследуемого образца.

Туннельная спектроскопия

Сканирующий туннельный микроскоп позволяет получать вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта зонд-поверхность в любой точке поверхности и исследовать локальные электрические свойства образца. Для характерных напряжений на туннельном контакте порядка 0.1 – 1 В и туннельных токов на уровне 0.1 – 1 нА сопротивление туннельного контакта R_t по порядку величин составляет $10^8 \div 10^{10}$ Ом. Как правило, сопротивление исследуемых в СТМ образцов R_S существенно меньше R_t , и характер ВАХ определяется, в основном, свойствами небольшой области образца вблизи туннельного контакта.

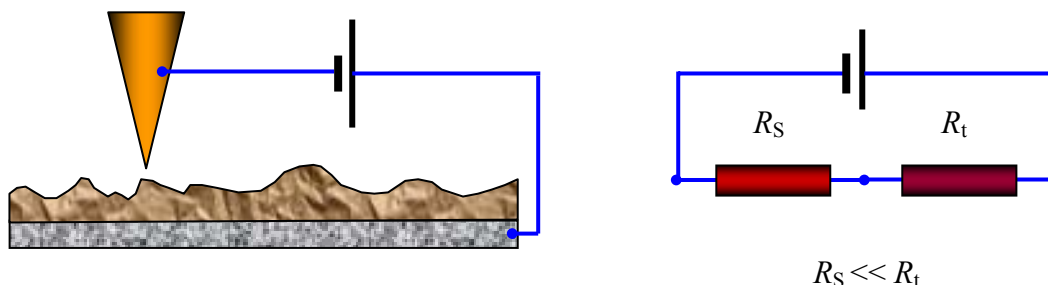


Рис. 52. Эквивалентная схема туннельного контакта по постоянному току

Характер туннельной ВАХ существенно зависит от энергетического спектра электронов в образце. На рис. 53 приведена энергетическая диаграмма туннельного контакта двух металлов.

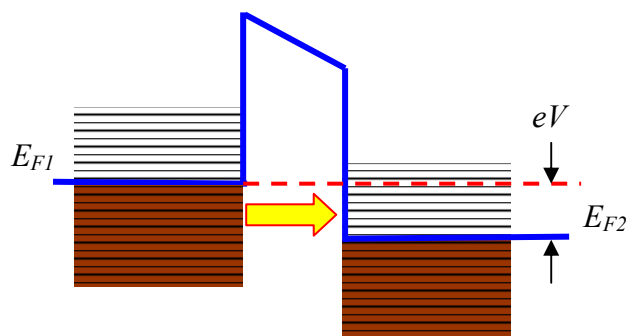


Рис. 53. Энергетическая диаграмма туннельного контакта двух металлов

В туннельном токе участвуют, в основном, электроны с энергиями вблизи уровня Ферми. При прямом смещении (рис. 53) электроны туннелируют из заполненных состояний зоны проводимости зонда на свободные состояния зоны проводимости образца. При обратном смещении электроны туннелируют из образца в зонд. Величина туннельного тока определяется напряжением смещения, коэффициентом прозрачности барьера и плотностью состояний вблизи уровня Ферми. Выражение для туннельного тока в случае дискретного электронного спектра было получено в работах [23-25]. В приближении квазинепрерывного спектра электронов выражение для туннельного тока может быть представлено в следующем виде [22,26]:

$$dI = A \cdot D(E) \rho_p(E) f_p(E) \rho_s(E) (1 - f_s(E)) dE,$$

где A – некоторая постоянная; $D(E)$ - прозрачность барьера; $\rho_p(E)$, $\rho_s(E)$ - плотность состояний в материале зонда и исследуемого образца соответственно; $f(E)$ - функция распределения Ферми. В простейшем случае прямоугольного барьера при низких температурах и в предположении, что плотность состояний вблизи уровня Ферми в металле зонда практически постоянна, выражение для тока можно записать в виде

$$I(V) = B \int_0^{eV} \rho_s(E) dE$$

В этом случае зависимость туннельного тока от напряжения определяется, в основном, плотностью состояний в энергетическом спектре образца. На практике величину $\rho_s(E)$ оценивают по величине производной туннельного тока по напряжению:

$$\rho_s(eV) \sim \frac{\partial I}{\partial V}.$$

Исследования локальных туннельных спектров различных материалов проводят, как правило, в условиях высокого вакуума (поскольку туннельный ток очень чувствителен к состоянию поверхности исследуемых образцов) и при низких температурах (так как тепловые возбуждения сильно размывают особенности в электронных спектрах).

ВАХ контакта металл-металл

Туннелирование электронов через барьер между двумя металлами рассматривалось во многих работах задолго до появления СТМ [27,28]. Как было показано выше, для малых напряжений смещения зависимость туннельного тока от напряжения линейная, и проводимость туннельного контакта определяется, в основном, параметрами барьера:

$$j_t = j_0(V) e^{-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\phi^*} \Delta Z}$$

При очень высоких напряжениях форма барьера будет сильно изменяться, и ток будет описываться формулой Фаулера-Нордгейма. Типичная ВАХ, наблюдаемая для туннельного контакта металл-металл, изображена схематически на рис. 54.

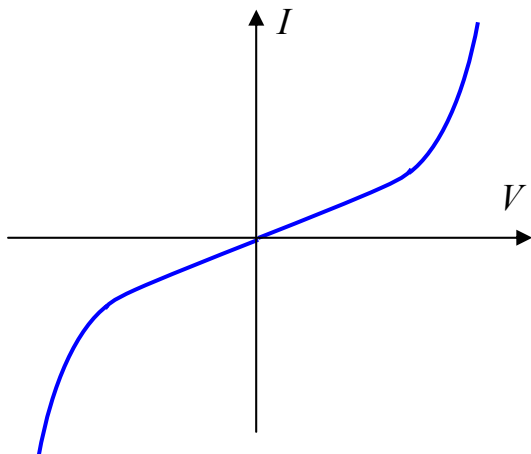


Рис. 54. Характерный вид ВАХ туннельного контакта металл-металл

Как видно из рисунка, вольт-амперная характеристика туннельного контакта металл-металл нелинейна и, как правило, практически симметрична.

ВАХ контакта металл-полупроводник

Полупроводниковые образцы имеют более сложную структуру энергетического спектра электронов.

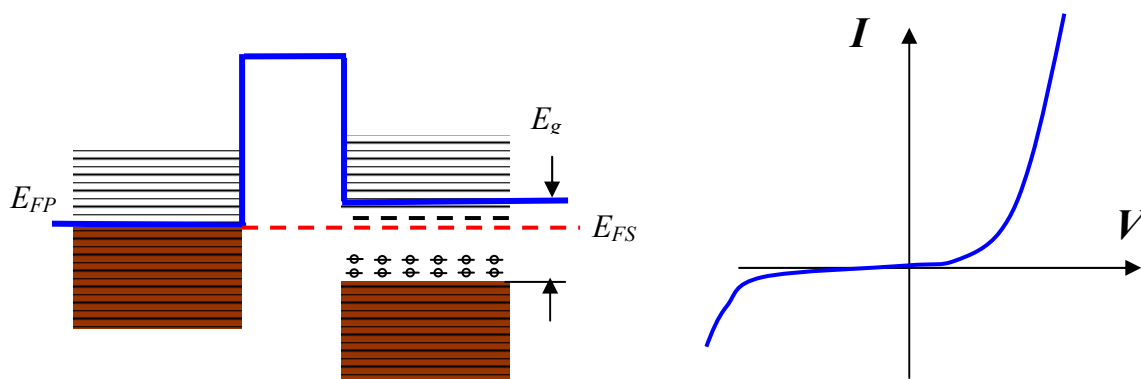


Рис. 55. Энергетическая диаграмма и характерный вид вольт-амперной характеристики туннельного контакта металл-полупроводник

Наличие запрещенной зоны и примесных уровней в спектре полупроводниковых материалов делает ВАХ туннельного контакта металл-полупроводник сильно нелинейной. Существенный вклад в туннельный ток дают также поверхностные состояния и уровни энергии, связанные с адсорбированными на поверхности чужеродными атомами. Поэтому исследования локальных туннельных спектров полупроводниковых материалов проводят в условиях высокого вакуума. Неконтролируемое присутствие на поверхности адсорбированных атомов сильно усложняет интерпретацию получаемых в эксперименте туннельных спектров. Кроме того, тепловые возбуждения приводят к значительному уширению дискретных уровней энергии, соответствующих локализованным состояниям, а также сильно размывают положение краев зоны проводимости и валентной зоны. В качестве примера на рис. 56. приведен туннельный спектр образца GaAs, полученный в работе [29].

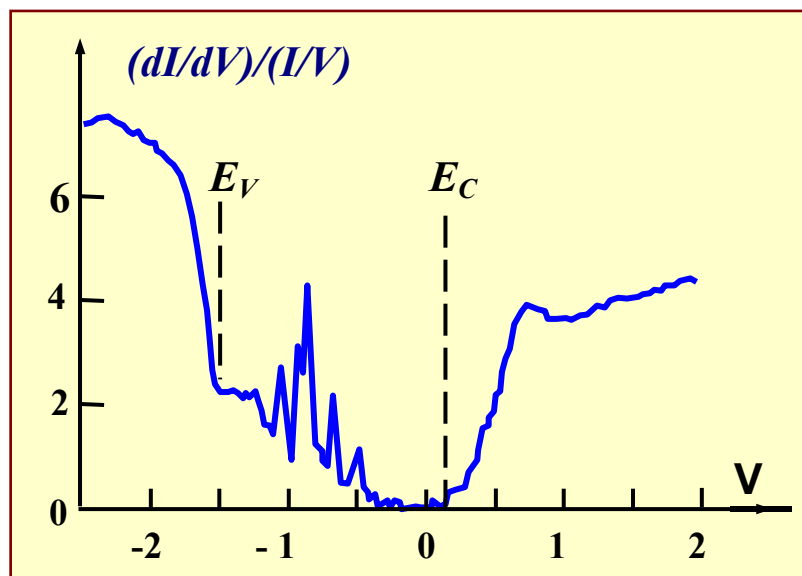


Рис. 56. СТМ спектр поверхности кристалла p-GaAs

Туннельные спектры позволяют определить положения краев зоны проводимости и валентной зоны относительно уровня Ферми, а также идентифицировать спектральные пики, связанные с примесными состояниями внутри запрещенной зоны полупроводников.

ВАХ контакта металл-сверхпроводник

В сверхпроводящих материалах при температурах ниже критической происходит фазовый переход, сопровождающийся перестройкой энергетического спектра электронов. При низких температурах электроны образуют так называемые Куперовские пары и конденсируются на уровне, отстоящем на величину Δ от зоны

проводимости. Энергетическая диаграмма контакта металл – сверхпроводник приведена на рис. 57 [30].

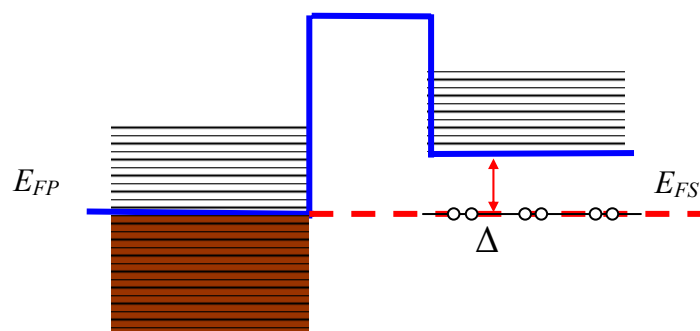


Рис. 57. Энергетическая диаграмма контакта металл – сверхпроводник

При прямом смещении туннельный ток через контакт возникает только при напряжениях $eV > \Delta$. Для простоты считаем барьер тонким, так что на нем не происходит падения потенциала. В этом случае электроны из зонда туннелируют на свободные состояния сверхпроводящего образца (рис. 58 (а)).

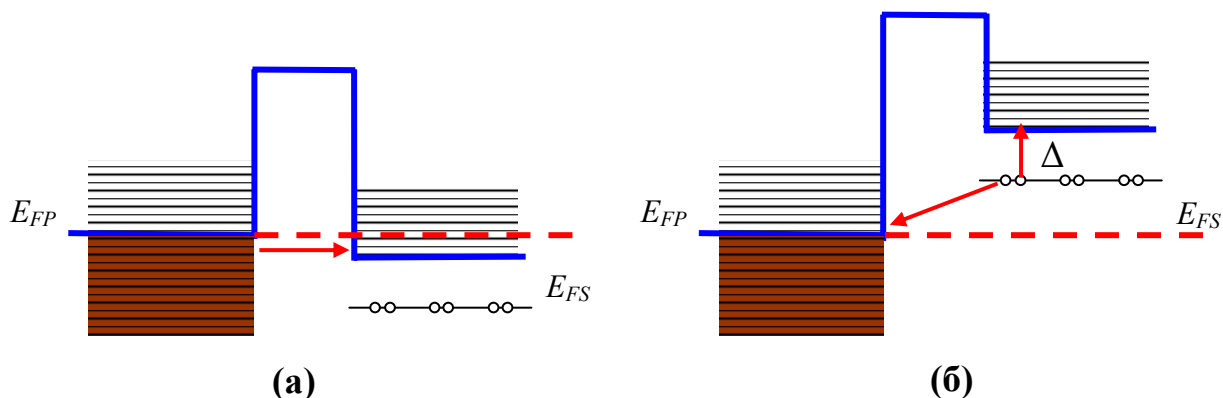


Рис. 58. Энергетическая диаграмма контакта металл – сверхпроводник при прямом и обратном смещении

При обратном смещении картина туннелирования немного сложнее. Поскольку при туннелировании энергия системы сохраняется, то процесс туннелирования в этом случае происходит следующим образом. Куперовская пара расщепляется; при этом один электрон уходит с потерей энергии на свободное состояние вблизи уровня Ферми металла, а второй, приобретая энергию Δ , переходит на возбужденное состояние в спектре сверхпроводника. Таким образом, вольт-амперная характеристика туннельного контакта металл-сверхпроводник при температуре $T = 0$ содержит две ветви при $|eV| > \Delta$ (рис. 59 (а)). Соответствующая плотность состояний в спектре сверхпроводника приведена на рис. 59 (б).

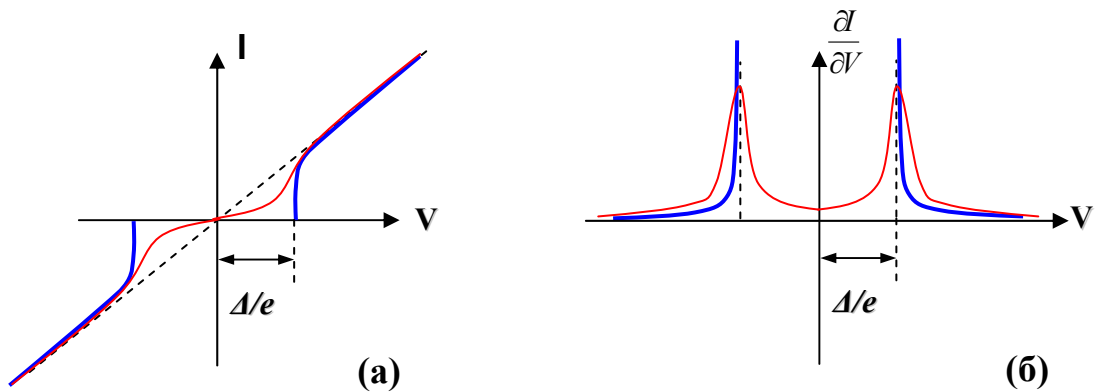


Рис. 59. Вольт-амперная характеристика контакта металл-сверхпроводник (а) и плотность состояний сверхпроводника (б) при $T = 0$ (показаны синим цветом). (Красным цветом показана ВАХ и плотность состояний при $T \neq 0$)

При температурах, отличных от нуля, энергетический спектр сверхпроводника частично размывается, так что в реальных вольт-амперных характеристиках спектральные особенности сверхпроводников выражены менее четко.

Одним из приложений сканирующей туннельной микроскопии и спектроскопии является исследование неоднородности электрических свойств образцов сложного состава. В этом случае совместный анализ морфологии поверхности и вольт-амперных характеристик, снятых в различных точках поверхности, позволяет судить о распределении различных фаз на поверхности композитных структур, исследовать корреляции между технологическими параметрами их получения и электронными свойствами. В частности, снимая ВАХ в различных точках поверхности, можно исследовать распределение сверхпроводящей фазы в образцах неоднородного состава. С этой целью при сканировании одновременно с регистрацией рельефа поверхности в каждой точке производится снятие ВАХ. По локальной ВАХ рассчитывается значение параметра Δ , которое заносится в отдельный файл. В дальнейшем строится распределение $\Delta = f(x,y)$, которое характеризует структуру сверхпроводящего состояния образца.

2.2. Атомно-силовая микроскопия

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был изобретён в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйтом и Кристофером Гербером [31]. В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце (рис. 60). Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.

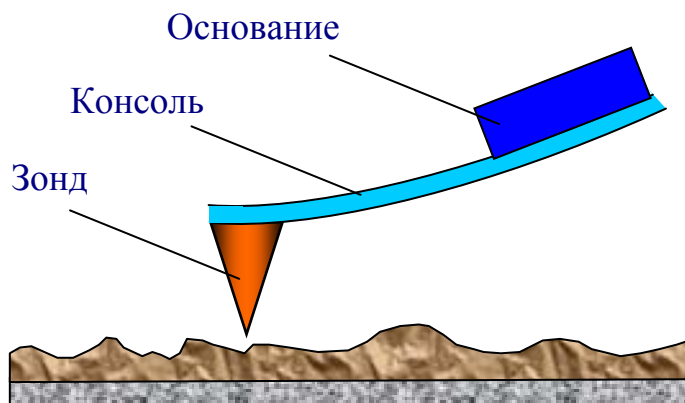


Рис. 60. Схематическое изображение зондового датчика АСМ

Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса [32]. Наиболее часто энергию ван-дер-ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии r друг от друга, аппроксимируют степенной функцией - потенциалом Леннарда-Джонса:

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

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

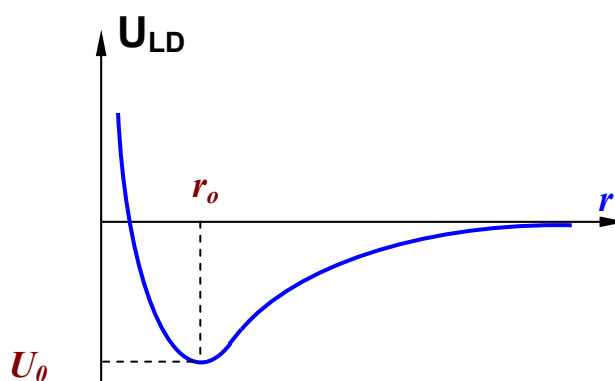


Рис. 61. Качественный вид потенциала Леннарда – Джонса

Потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом [33]. Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца.

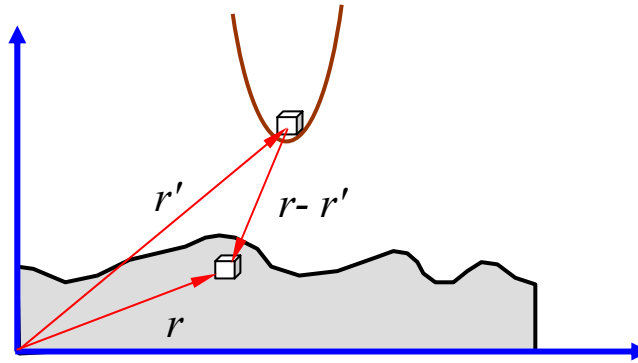


Рис. 62. К расчету энергии взаимодействия зонда и образца

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:

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

В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющие. Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, однако основные черты данного взаимодействия сохраняются - зонд 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. 63).

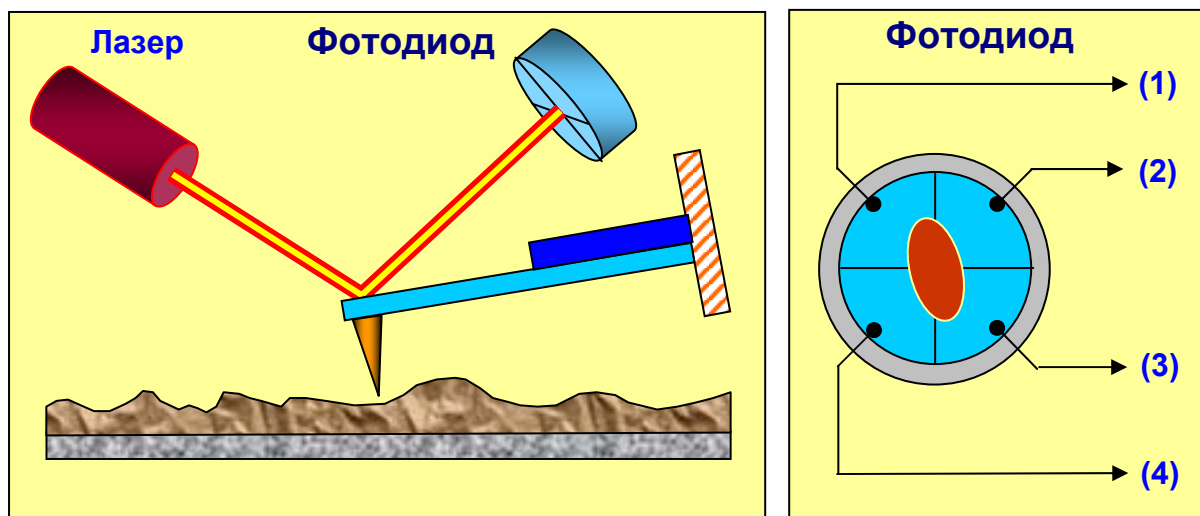


Рис. 63. Схема оптической регистрации изгиба консоли зондового датчика АСМ

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

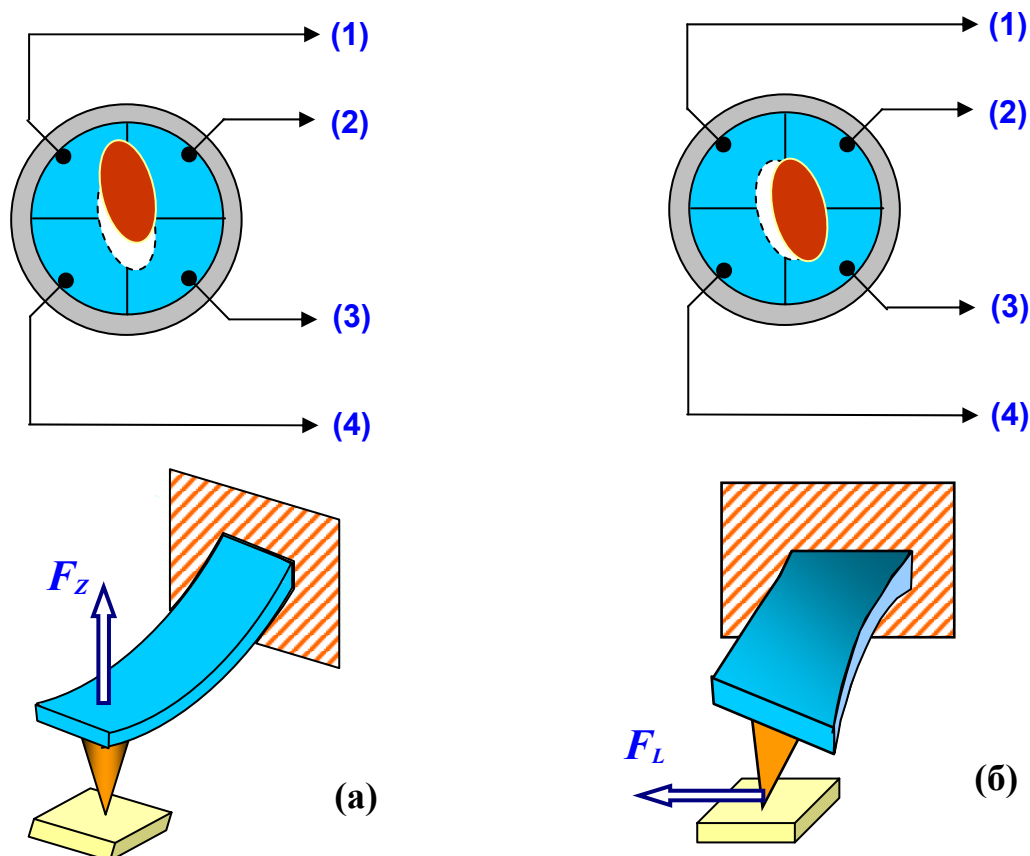


Рис. 64. Соответствие между типом изгибных деформаций консоли зондового датчика и изменением положения пятна засветки на фотодиоде

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

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

пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца (рис. 64 (а)).

А комбинация разностных токов вида

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

характеризует изгиб консоли под действием латеральных сил (рис. 64 (б)).

Величина ΔI_z используется в качестве входного параметра в петле обратной связи атомно-силового микроскопа (рис. 65). Система обратной связи (ОС) обеспечивает $\Delta I_z = const$ с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента, который поддерживает изгиб консоли ΔZ равным величине ΔZ_0 , задаваемой оператором.

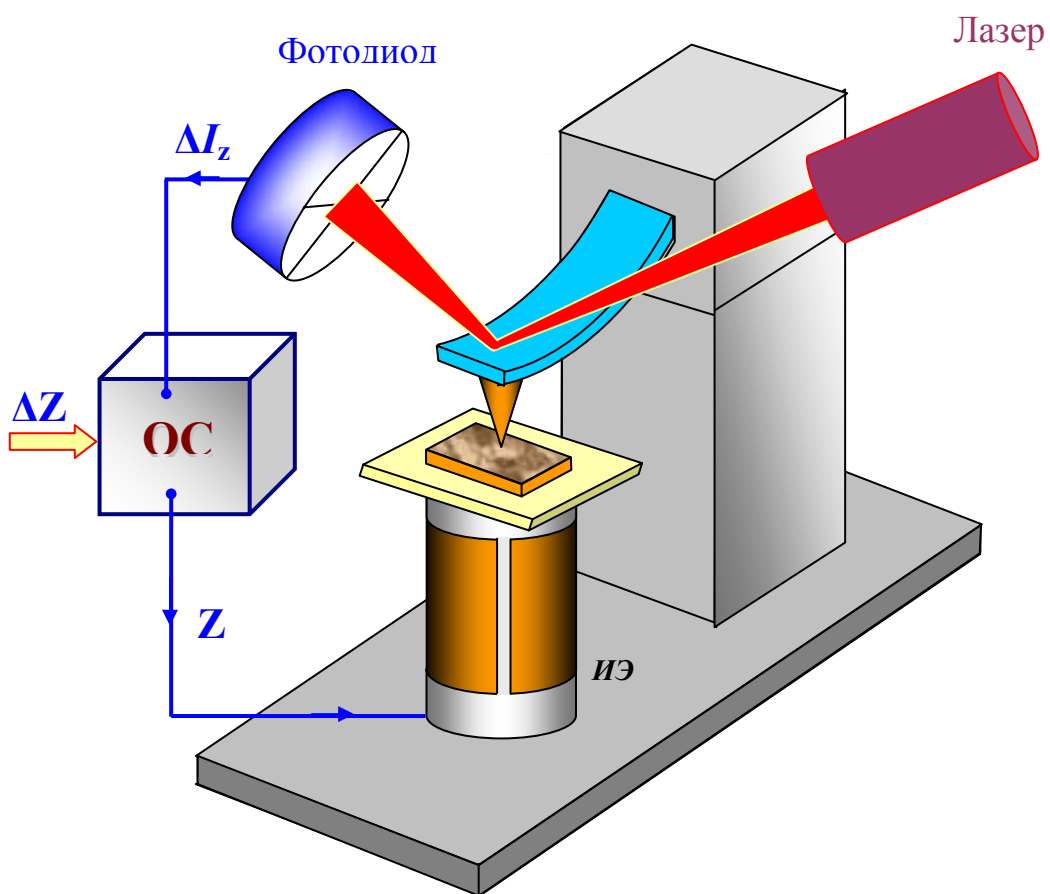


Рис. 65. Упрощенная схема организации обратной связи в атомно-силовом микроскопе

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

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 зондом на конце (рис. 66). Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются, в основном, из тонких слоев легированного кремния, SiO₂ или Si₃N₄.

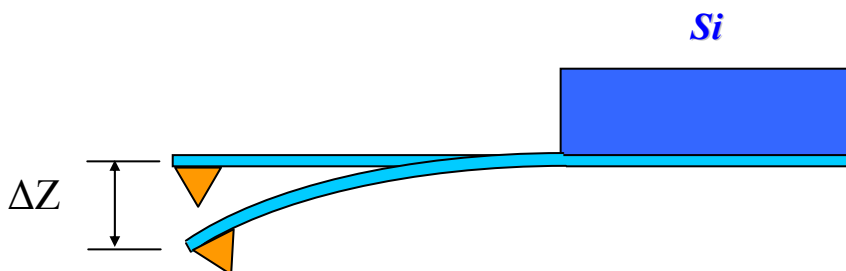


Рис. 66. Схематичное изображение зондового датчика АСМ

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

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

где k – жесткость кантилевера; ΔZ – величина, характеризующая его изгиб. Коэффициенты жесткости кантилеверов k варьируются в диапазоне $10^{-3} \div 10$ 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.

Собственные частоты изгибных колебаний консоли прямоугольного сечения определяются следующей формулой (см., например, [34]):

$$\omega_{ri} = \frac{\lambda_i}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}} , \quad (3)$$

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

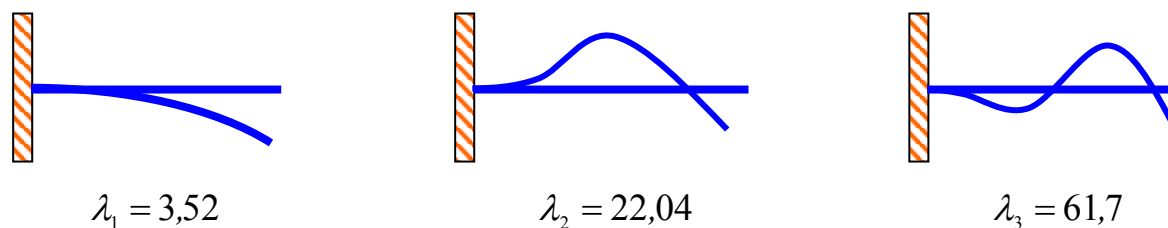


Рис. 67. Основные моды изгибных колебаний консоли

Как видно из выражения (3), резонансная частота кантилевера определяется его геометрическими размерами и свойствами материала. Частоты основных мод лежат в диапазоне 10^3 – 10^4 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 атомно-силовой микроскопии применяются, в основном, зондовые датчики двух типов – с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения и с треугольным кантилевером, образованным двумя балками. Общий вид зондового датчика с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения представлен на рис. 68.

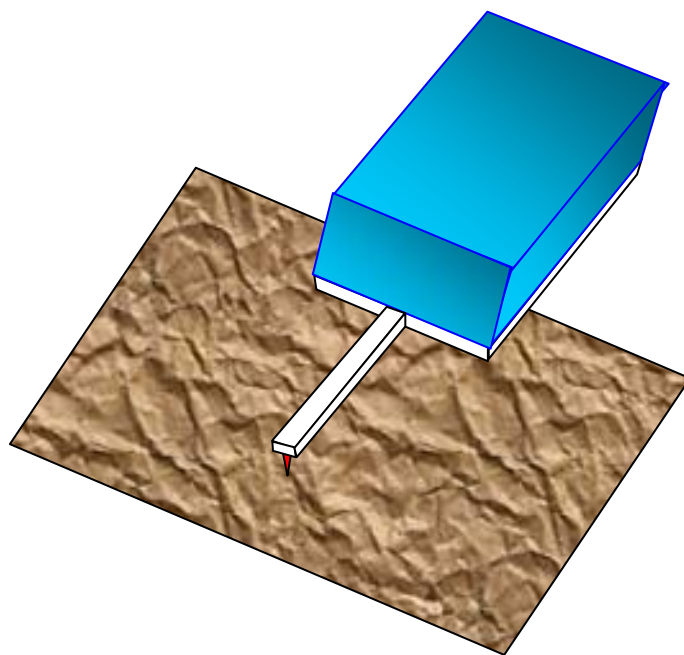


Рис. 68. Общий вид зондового АСМ датчика с одиночной консолью прямоугольного сечения

На рис. 69. показаны электронно-микроскопические изображения выпускаемых серийно зондовых датчиков NSG11 с консолью прямоугольного сечения (компания "НТ-МДТ").

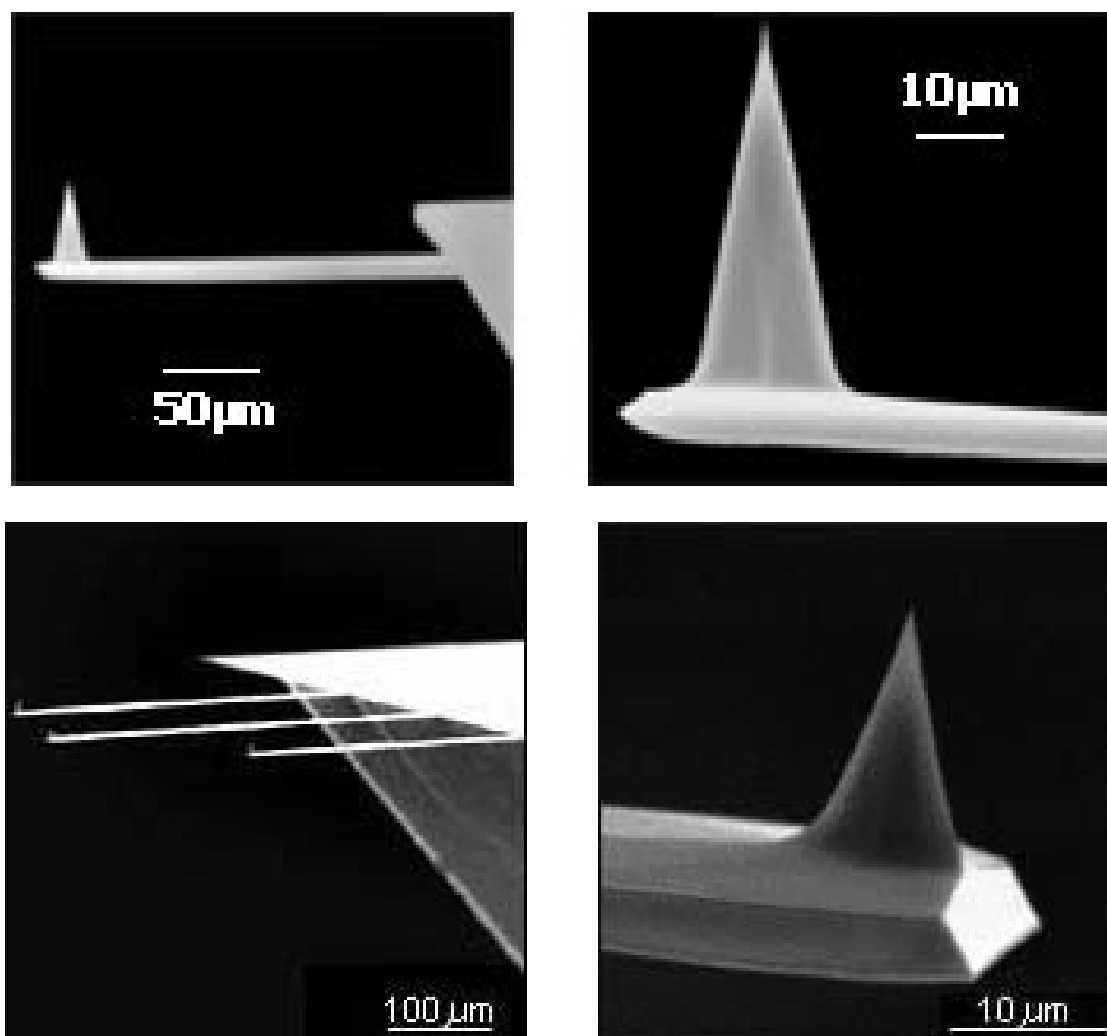


Рис. 69. Электронно-микроскопическое изображение АСМ зонда, расположенного на прямоугольной консоли [12]

Иногда зондовые датчики АСМ имеют несколько кантилеверов различной длины (а значит, и различной жесткости) на одном основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа.

Зондовые датчики с треугольным кантилевером имеют при тех же размерах большую жесткость и, следовательно, более высокие резонансные частоты. Чаще всего они применяются в колебательных АСМ методиках. Общий вид и габариты зондовых датчиков с треугольной консолью представлены на рис. 70 и 71.

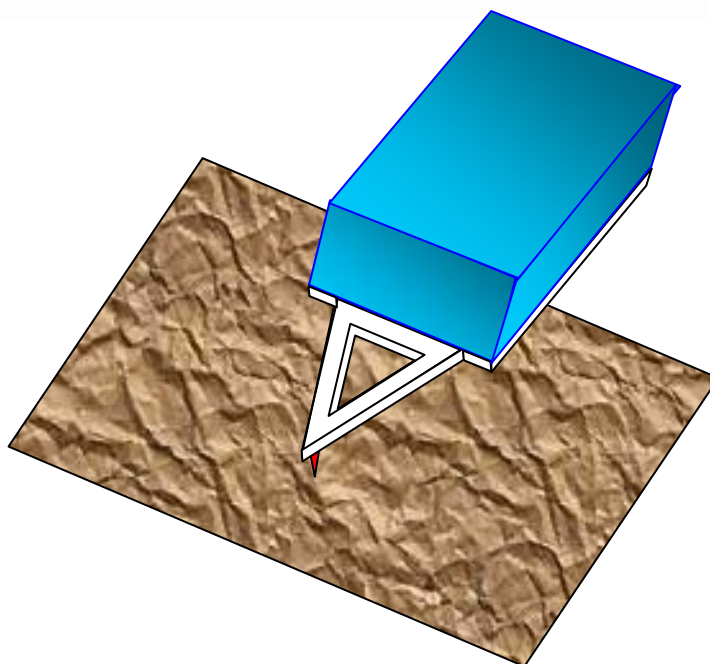


Рис. 70. Общий вид зондового датчика с треугольным кантилевером

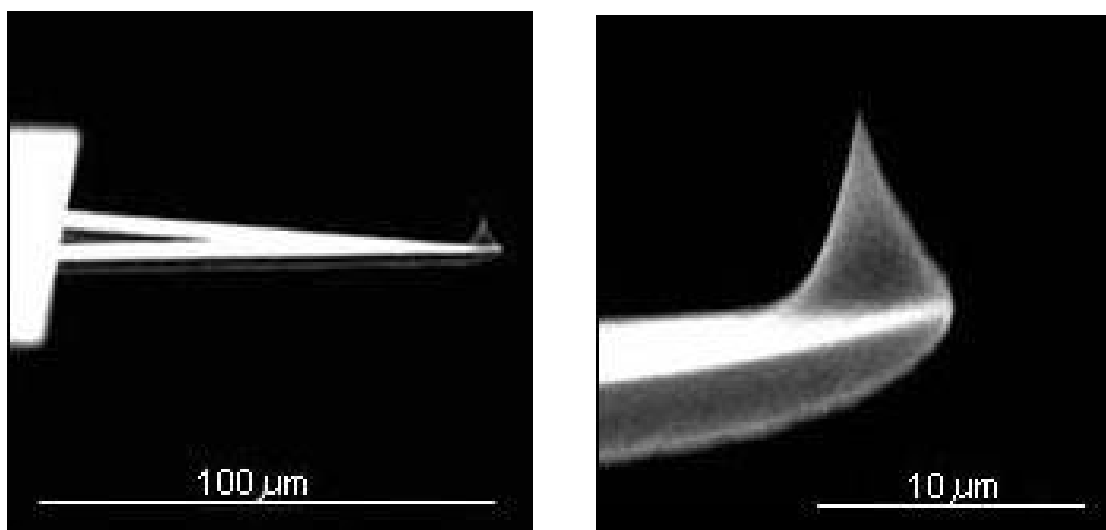


Рис. 71. Электронно-микроскопическое изображение АСМ зонда, расположенного на треугольном кантилевере [12]

Изготовление зондовых датчиков для АСМ представляет собой достаточно сложный технологический процесс, включающий в себя операции фотолитографии, ионной имплантации, химического и плазменного травления. Основные этапы одной из возможных технологий изготовления зондовых датчиков представлены на рис. 72.

Технология изготовления зондовых датчиков АСМ

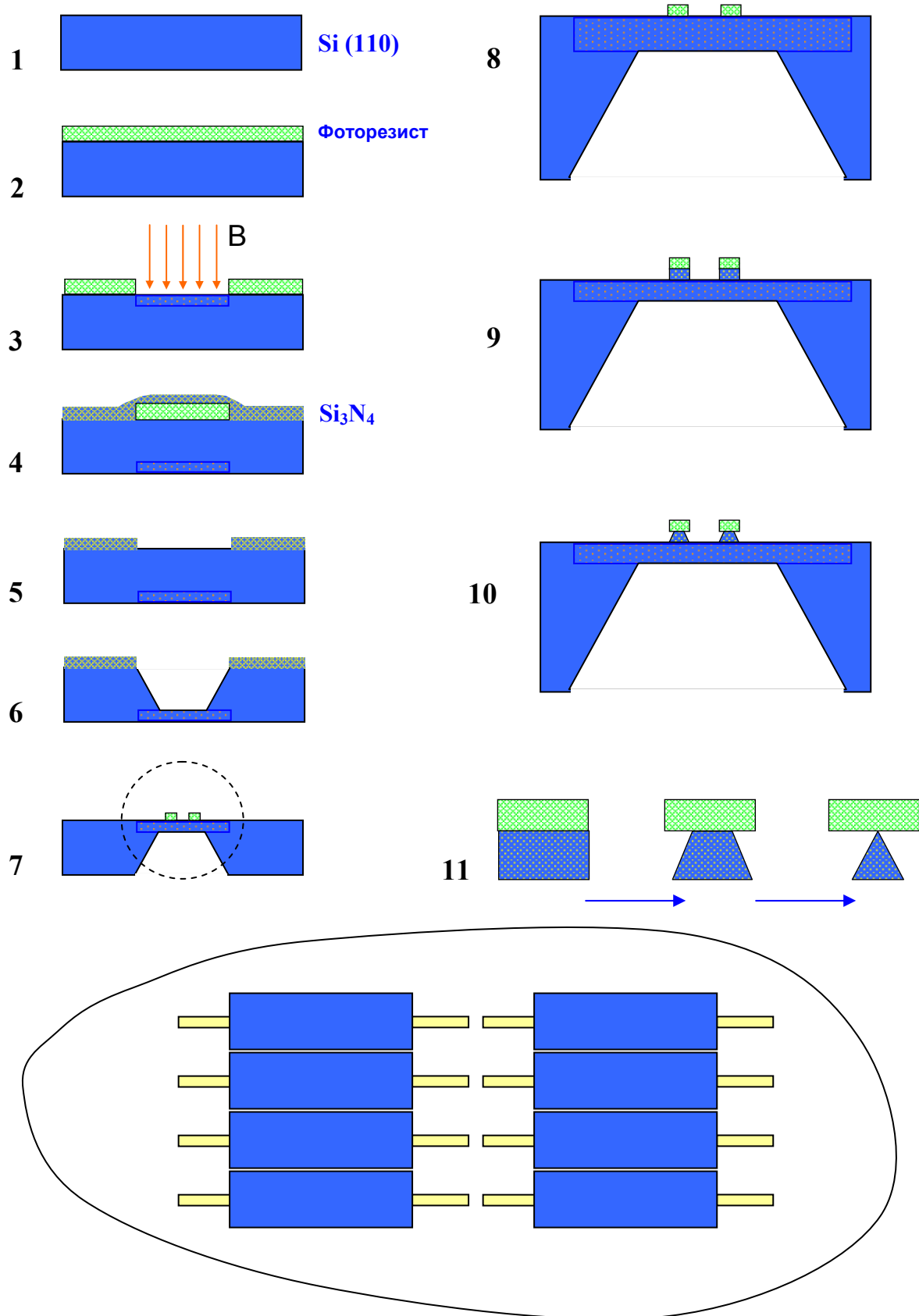


Рис. 72. Основные этапы процесса изготовления зондовых датчиков

Для изготовления зондовых датчиков используются пластины кристаллического кремния ориентации (110). На поверхность пластины осаждается тонкий слой фоторезиста (рис. 72, этап 2). Затем фоторезист экспонируется через фотошаблон, и часть фоторезиста удаляется посредством химического травления. Далее проводится имплантация ионов бора, так что ионы проникают на глубину порядка 10 мкм в область кремния, не защищенную фоторезистом (этап 3). После этого фоторезист смывается в специальном травителе, и затем проводится термический отжиг пластины, в результате которого атомы бора встраиваются в кристаллическую решетку кремния. Кремний, легированный бором, образует так называемый стоп-слой, который останавливает процесс травления для некоторых селективных травителей. Затем на обратной стороне пластины вновь проводится фотолитография, в результате которой формируется слой фоторезиста точно над областью, имплантированной бором. После этого пластина покрывается тонким слоем Si_3N_4 (этап 4). Затем проводится селективное травление фоторезиста, причем в процессе растворения фоторезист набухает и срывает расположенную непосредственно над ним тонкую пленку Si_3N_4 (этап 5). Пластина кремния протравливается насквозь до стоп-слоя с помощью селективного травителя, который взаимодействует с кремнием и не взаимодействует с легированным кремнием и слоем 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 получаются столбики кремния под островками фоторезиста (этап 9). Далее с помощью плазменного травления из столбиков кремния формируются иглы (этап 10,11). Для улучшения отражательных свойств кантилеверы с обратной стороны (по отношению к острию) покрываются тонким слоем металла (Al, Au) методом вакуумного осаждения. В результате данных технологических операций изготавливается целый набор зондовых датчиков на одной кремниевой пластине. Для проведения электрических измерений на зонд наносятся проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti, W_2C и др.). В магнитных АСМ датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

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, 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 $F_z = const$ система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 73.). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа часто применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью ($Z = const$). В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте Z_{cp} над образцом (рис. 74), 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.

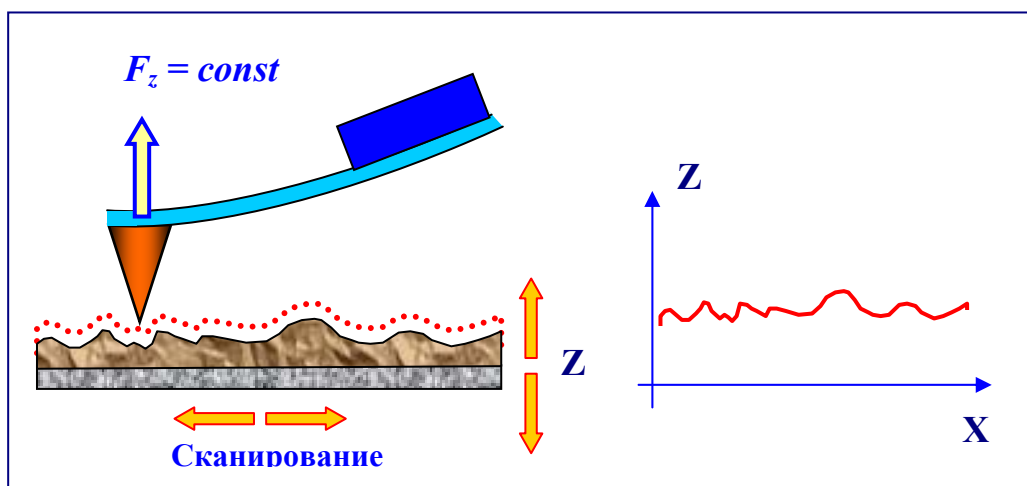


Рис. 73. Формирование АСМ изображения при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

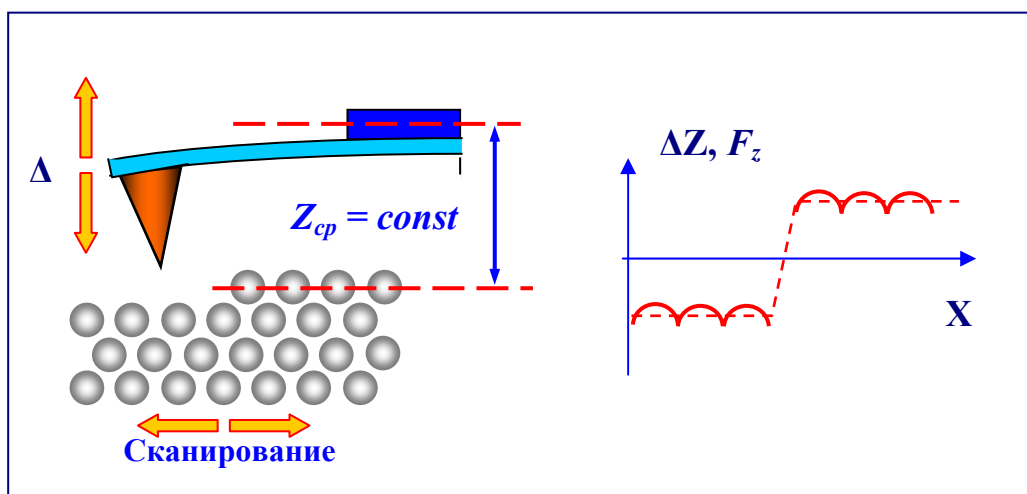


Рис. 74. Формирование АСМ изображения при постоянном расстоянии между зондовым датчиком и образцом.

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.

Зависимость силы от расстояния между зондовым датчиком и образцом

С помощью атомно-силового микроскопа можно изучать особенности локального силового взаимодействия зонда с поверхностью и на основании результатов данных исследований судить о свойствах поверхности различных образцов. С этой целью снимаются так называемые кривые подвода зонда к поверхности и кривые отвода. Фактически это зависимости величины изгиба кантилевера ΔZ (а следовательно, и силы взаимодействия зонда с поверхностью) от координаты z при сближении зондового датчика и образца. Аналогичные измерения проводятся при удалении зонда от поверхности. Характерный вид зависимости $\Delta Z = f(z)$ изображен на рис. 75.

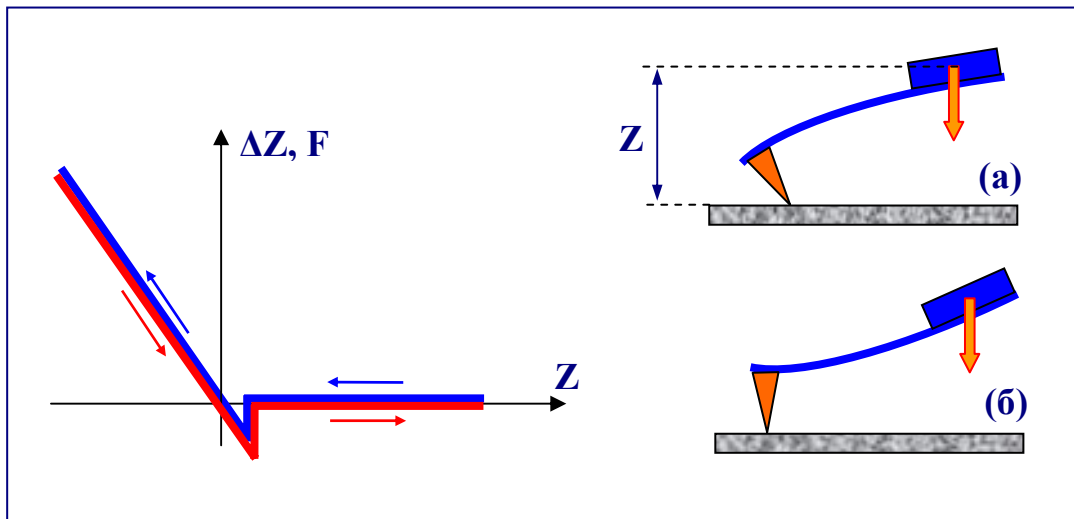


Рис. 75. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера (силы взаимодействия зонда с поверхностью) от расстояния Z между зондовым датчиком и поверхностью образца. Прямой и обратный ход показаны разным цветом

При приближении к поверхности образца зонд попадает в область действия сил притяжения. Это вызывает изгиб кантилевера в направлении к поверхности (рис. 75, вставка (а)). В этой области может наблюдаться явление скачка зонда к поверхности, обусловленное наличием большого градиента сил притяжения вблизи поверхности

образца. Для потенциала типа Леннарда-Джонса область больших градиентов силы притяжения составляет $Z^* \sim 1$ нм. На рис. 76 схематически показаны зависимости силы Леннарда-Джонса и ее производной от расстояния между зондом и поверхностью.

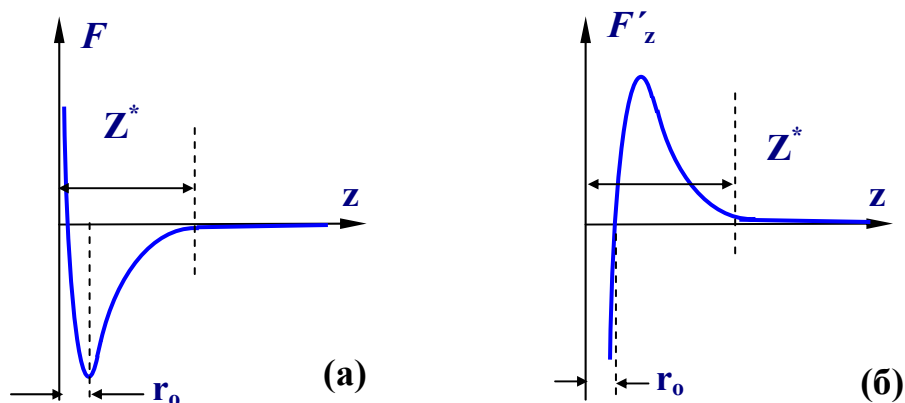


Рис. 76. Схематическое изображение зависимости силы (а) и ее производной (б) по координате Z от расстояния зонд-поверхность

Для наблюдения эффекта скачка зонда к поверхности необходимо, чтобы жесткость выбранного кантилевера была меньше, чем максимум производной силы по координате z . Поясним данный эффект на примере модели малых колебаний консоли. Действительно, уравнение движения упругого кантилевера вблизи поверхности выглядит следующим образом:

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

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

$$F = F(d) + F'_z(d) \cdot z_1$$

$$m\ddot{z}_1 + (k - F'_z(d))z_1 = F(d).$$

При переходе к новым переменным, $z_2 = z_1 - \frac{F(d)}{k - F'_z(d)}$, уравнение движения приобретает следующий вид:

$$\ddot{z}_2 + \omega_0^2 z_2 = 0, \quad \omega_0^2 = \frac{k - F'_z(d)}{m}.$$

Это уравнение осциллятора с частотой, зависящей от расстояния d между кантилевером и образцом. Если на каком-то расстоянии градиент силы превосходит по

величине жесткость кантилевера, то $\omega_0^2 < 0$. Это условие соответствует неустойчивому маятнику (маятник в верхнем положении). Любые небольшие возмущения приводят к потере устойчивости, и кантилевер движется к поверхности.

При дальнейшем сближении зондового датчика и образца зонд начинает испытывать отталкивание со стороны поверхности, и кантилевер изгибается в другую сторону (рис. 75, вставка (б)). 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.75). Для мягких (пластичных) образцов, 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 капиллярности и пластичности. В качестве примера, на рис. 77 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 .

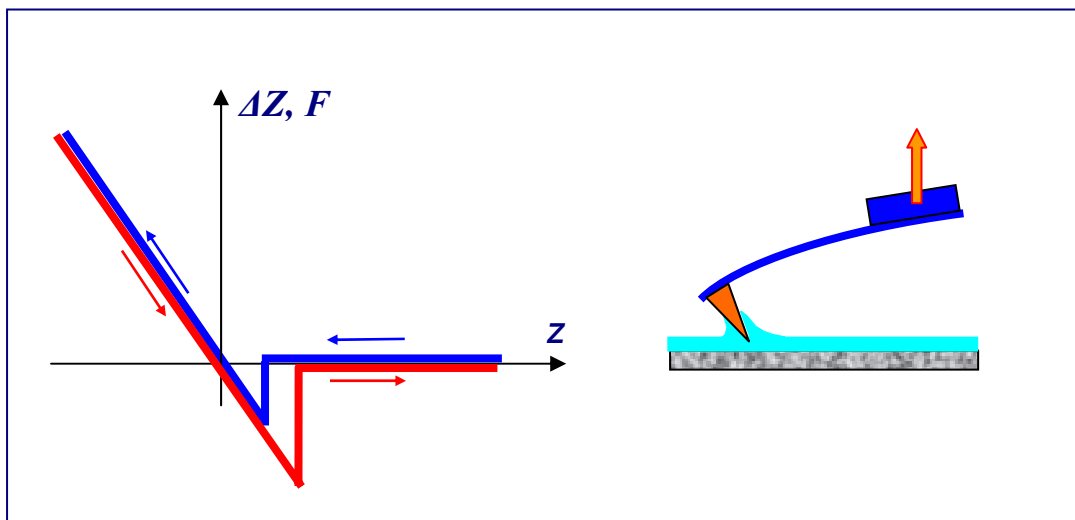


Рис. 77. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера от расстояния Z между зондовым датчиком и образцом, содержащим на поверхности адсорбированный слой жидкости.

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.

Система управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме

Упрощенная схема системы управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме представлена на рис. 78. Система управления состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Цифровая часть содержит, в основном, цифро-аналоговые (ЦАП) и аналого-цифровые (АЦП) преобразователи. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП-Х и ЦАП-У служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи состоит из фотодиода (ФД), предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке АСМ, схемы сравнения (СС), высоковольтного усилителя У2 и пьезопреобразователя, регулирующего величину изгиба кантилевера, а следовательно, силу взаимодействия зонда с поверхностью. В исходном состоянии электронный ключ К1 замкнут, а К2 разомкнут.

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

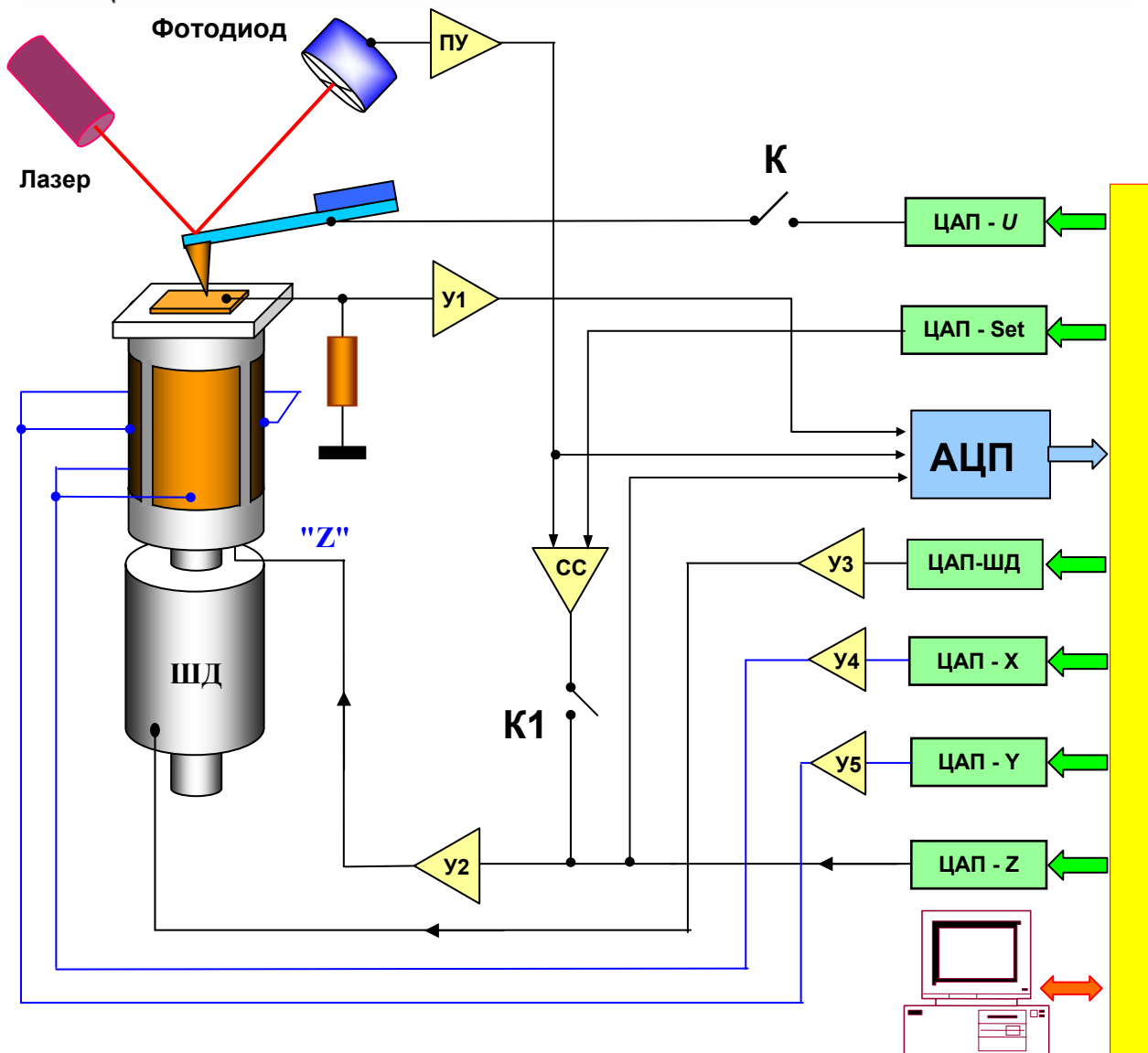


Рис. 78. Упрощенная схема системы управления атомно-силового микроскопа при работе кантилевера в контактном режиме

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 U4, U5. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянное выбранное оператором значение разностного тока фотодиода, соответствующее определенной величине изгиба кантилевера. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ напряжение на Z-электроде сканера пропорционально рельефу поверхности. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение напряжения U , пропорциональное разностному току ФД, сравнивается в схеме сравнения (СС) с величиной U_0 , задаваемой оператором. Разностный сигнал $(U - U_0)$ усиливается (усилитель U2) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Сканирование происходит 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 $F(x,y)$.

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

Колебательные методики АСМ

Как указывалось выше, недостатком контактных АСМ методик является непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов. Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью (структуры на основе ряда органических материалов и многие биологические объекты). Для исследования таких образцов применяются колебательные АСМ методики, основанные на регистрации параметров взаимодействия колеблющегося кантилевера с поверхностью. Данные методики позволяют существенно уменьшить механическое воздействие зонда на поверхность в процессе сканирования. Кроме того, развитие колебательных методик существенно расширило арсенал возможностей АСМ по измерению различных свойств поверхности образцов.

Вынужденные колебания кантилевера

Точное описание колебаний кантилевера зондового датчика АСМ представляет собой сложную математическую задачу. Однако основные черты процессов, происходящих при взаимодействии колеблющегося кантилевера с поверхностью, можно понять на основе простейших моделей, в частности, с помощью модели сосредоточенной массы [1]. Представим кантилевер в виде упругой консоли (с жесткостью k) с сосредоточенной массой m на одном конце. Другой конец консоли закреплен на пьезовибраторе ПВ (рис. 79).

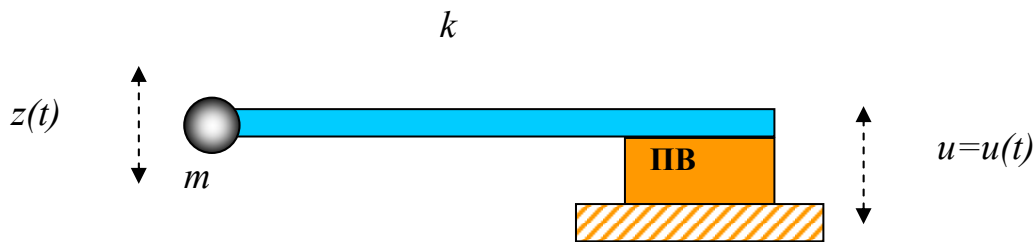


Рис. 79. Модель зондового датчика в виде упругой консоли с массой на конце

Пусть пьезовибратор совершает гармонические колебания с частотой ω :

$$u = u_0 \cos(\omega t).$$

Тогда уравнение движения такой колебательной системы запишется в виде

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

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

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

можно привести уравнение движения кантилевера к виду:

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

Разделив уравнение на m и введя параметр добротности системы $Q = \frac{\omega_0 m}{\gamma}$,

получаем:

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

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

$$\dot{\eta} + \frac{\omega_0}{Q} \eta + \omega_0^2 \eta = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t} \quad (4)$$

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

$$\eta = a \cdot e^{-i\omega t} \quad (5)$$

Подставляя (5) в уравнение (4), получаем для комплексной амплитуды a :

$$a = \frac{\omega_0^2 u_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i \frac{\omega \omega_0}{Q}}$$

Модуль данного выражения равен амплитуде вынужденных колебаний $A(\omega)$:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}} \quad (6)$$

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

$$\varphi(\omega) = \arctg \left[\frac{\omega \omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)} \right] \quad (7)$$

Из выражения (6) следует, что амплитуда колебаний зонда на частоте ω_0 определяется добротностью системы и равна $Q u_0$. Кроме того, наличие в системе диссипации приводит к сдвигу резонансной частоты колебаний кантилевера. Действительно, производя дифференцирование подкоренного выражения по величине ω^2 в выражении (6) и приравнявая производную нулю, получаем для резонансной частоты диссипативной системы ω_{rd} :

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

Тогда сдвиг резонансной частоты для диссипативной системы получается равным

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

Это приводит к тому, что амплитудно-частотная характеристика системы смещается в область низких частот (рис. 80).

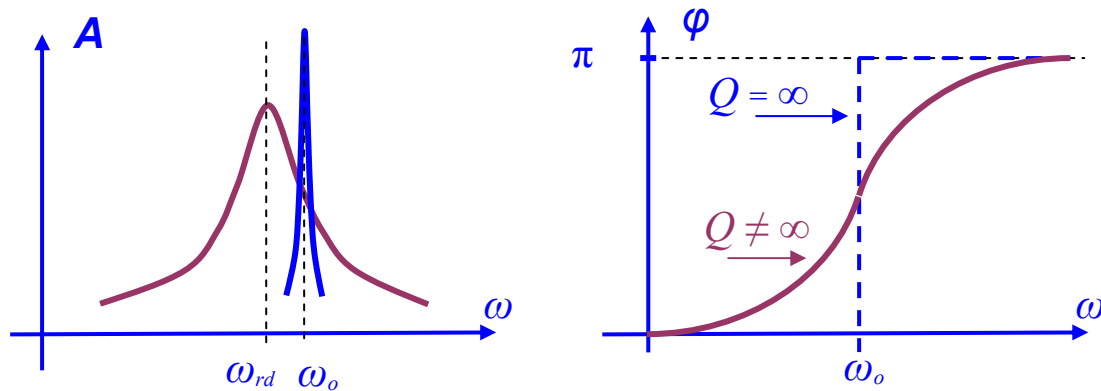


Рис. 80. Изменение АЧХ и ФЧХ в системе с диссипацией.
Синим цветом показаны характеристики бездиссипативной системы

Однако, как показывают оценки, для типичных значений добротности кантилеверов в воздушной среде величина сдвига резонансной частоты вследствие диссипации мала. Влияние диссипации сводится, в основном, к существенному уменьшению амплитуды колебаний и уширению амплитудно-частотной (АЧХ) и фазо-частотной (ФЧХ) характеристик системы (рис 80.).

Бесконтактный режим колебаний кантилевера АСМ

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} . При ван-дер-ваальсовом взаимодействии это соответствует области расстояний между зондом и образцом, где действует сила притяжения. Если зонд АСМ находится на расстоянии z_0 от поверхности, то для малых колебаний можно записать:

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

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

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

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

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + (k - F'_z) \cdot z = ku_0 \cos(\omega t).$$

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

$$k_{эфф} = k - F'_z.$$

После стандартных преобразований уравнение записывается в следующем виде:

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

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

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{\left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m} \right)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}. \quad (8)$$

И, соответственно, ФЧХ:

$$\varphi(\omega) = \text{arctg} \left[\frac{\omega \omega_0}{Q \left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m} \right)} \right]. \quad (9)$$

Таким образом, наличие градиента силы взаимодействия зонда с поверхностью образца приводит к дополнительному сдвигу АЧХ и ФЧХ системы. Резонансная частота в присутствии внешней силы ω_{rf} может быть представлена в виде

$$\omega_{rf}^2 = \omega_0^2 \left(1 - \frac{1}{2Q^2} - \frac{F'_z}{k} \right) = \omega_{rd}^2 - \frac{E'_z}{m}.$$

Следовательно, дополнительный сдвиг АЧХ равен

$$\Delta\omega = \omega_{rd} - \omega_{rf} = \omega_{rd} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{m\omega_{rd}^2}} \right).$$

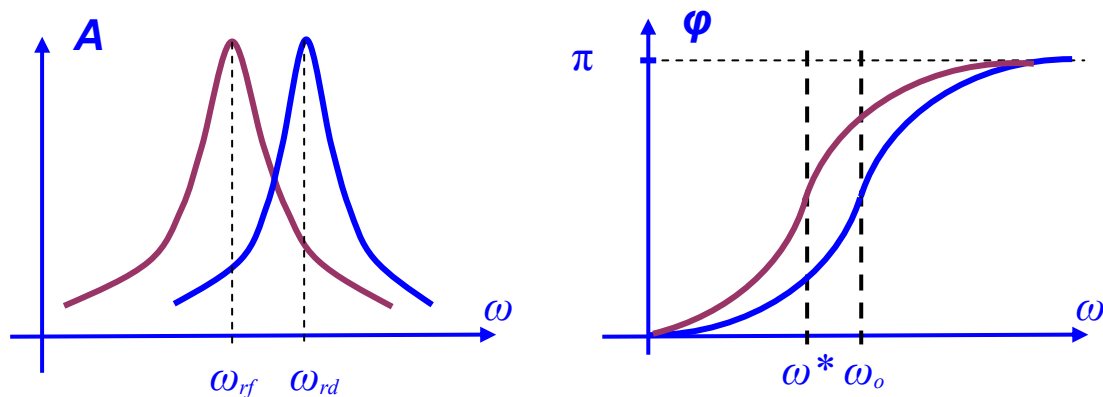


Рис. 81. Изменение АЧХ и ФЧХ кантилевера под действием градиента силы

Из выражения (9) также следует, что наличие градиента силы приводит к сдвигу ФЧХ, так что точка ее перегиба ω^* находится на частоте

$$\omega^* = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{F'_z}{k}} \quad \text{и} \quad \Delta\omega = \omega_0 - \omega^* = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{k}} \right).$$

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

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

Следовательно, дополнительный сдвиг фазы при наличии градиента силы будет равен [35]:

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

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

"Полуконтактный" режим колебаний кантилевера АСМ

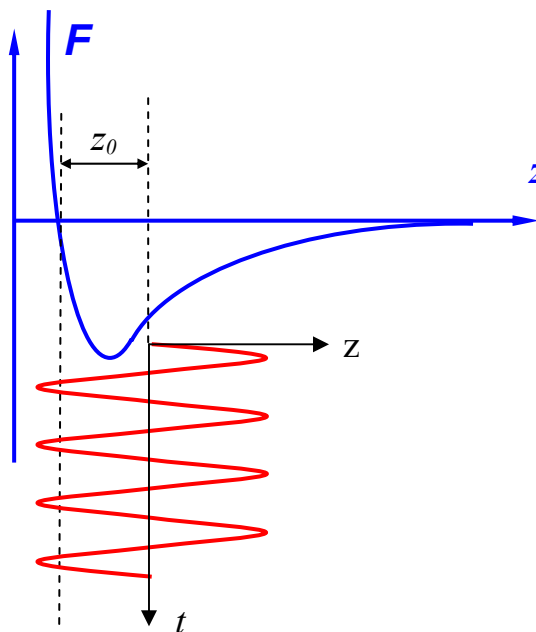


Рис. 82. Выбор рабочей точки при "полуконтактном" режиме колебаний кантилевера

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, а в иностранной литературе - "intermittent contact" или "tapping mode" режимы). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния (рис. 82)).

При сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в "полуконтактном" режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности. Если обозначить через z_0 расстояние между положением равновесия колеблющегося кантилевера и поверхностью, а через $F_{PS}(z(t))$ - комбинированную силу, то уравнение движения кантилевера можно записать в следующем виде:

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

где координата z отсчитывается от поверхности. Заметим, что "полуконтактный" режим реализуется только тогда, когда расстояние z_0 меньше амплитуды колебаний кантилевера:

$$z_0 < Q u_0.$$

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

Сдвиг по фазе между колебаниями возбуждающего пьезоэлектрического вибратора и установившимися колебаниями кантилевера можно оценить, если рассмотреть процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом [36-38]. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Энергия, поступающая в систему от пьезовибратора за период колебаний:

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

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

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

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

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

Из условия баланса следует:

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

Предполагая, что установившиеся колебания кантилевера имеют вид $z = A \cdot \text{Cos}(\omega t + \varphi)$, получаем:

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

Отсюда для фазового сдвига получается следующее выражение:

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

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

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 -электроре 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. 83, в качестве примера, приведены АСМ изображения участка пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" режиме (амплитудный и фазовый контраст) [12].

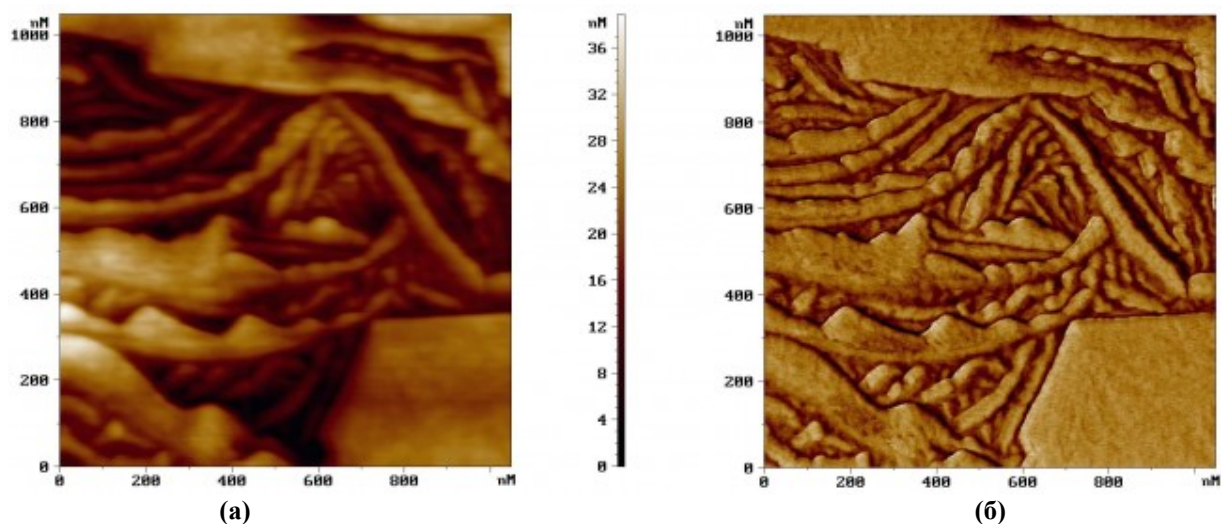


Рис. 83. АСМ изображения участка поверхности пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" ("tapping mode") режиме.
 (а) - рельеф поверхности, полученный в режиме постоянной амплитуды
 (б) - соответствующее распределение фазового контраста

2.3. Электросиловая микроскопия

В электросиловой микроскопии для получения информации о свойствах поверхности используется электрическое взаимодействие между зондом и образцом. Рассмотрим систему, состоящую из зондового датчика, у которого зонд имеет проводящее покрытие, и образца, представляющего собой тонкий слой материала на хорошо проводящей подложке.

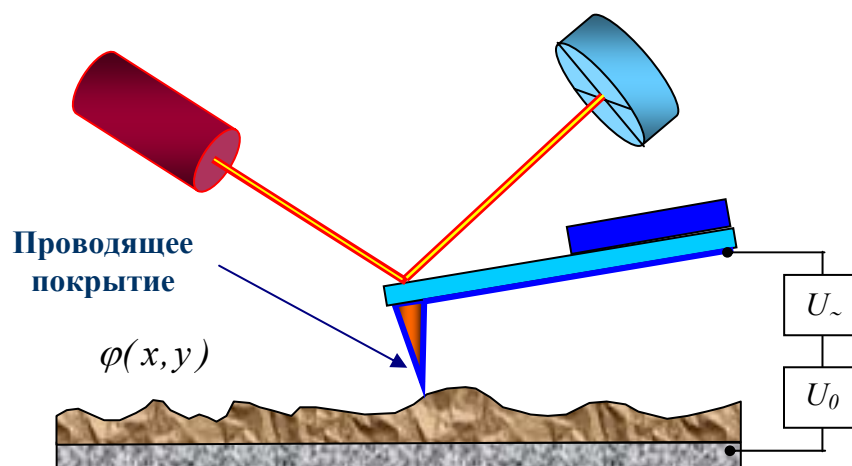


Рис. 84. Схема измерения электрического взаимодействия зонда с образцом

Пусть между зондом и образцом подано постоянное напряжение U_0 и переменное напряжение $U_{\sim} = U_1 \cdot \sin(\omega t)$. Если тонкий слой на подложке представляет собой полупроводник или диэлектрик, то он может содержать поверхностный заряд, так что на поверхности образца существует распределение потенциала $\varphi(x, y)$. Напряжение между зондом и поверхностью образца можно представить в виде

$$U = U_0 + U_1 \sin(\omega t) - \varphi(x, y).$$

Система зонд – образец обладает некоторой электрической емкостью C , так что энергия такой системы может быть представлена в следующем виде:

$$E = \frac{CU^2}{2}.$$

Тогда электрическая сила взаимодействия зонда и образца равна

$$\vec{F} = -\text{grad}(E).$$

А ее Z-компонента может быть представлена в виде

$$F_z = -\frac{\partial E}{\partial z} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z}.$$

Таким образом, Z-компонента электрической силы, действующей на зонд со стороны образца, равна

$$F_z = -\left\{ \frac{1}{2} \left((U_0 - \varphi(x, y))^2 + \frac{1}{2}U_1^2 \right) + [U_0 - \varphi(x, y)] \cdot U_1 \sin(\omega t) - \frac{1}{4}U_1^2 \cos(2\omega t) \right\} \times \frac{\partial C}{\partial z}$$

Из последнего выражения следует, что сила взаимодействия имеет три составляющие:

постоянную составляющую $F_{z(\omega=0)} = -\left\{ \frac{1}{2} \left((U_0 - \varphi(x, y))^2 + \frac{1}{2}U_1^2 \right) \right\} \times \frac{\partial C}{\partial z};$

составляющую на частоте ω $F_{z(\omega)} = -[(U_0 - \varphi(x, y)) \cdot U_1 \sin(\omega t)] \times \frac{\partial C}{\partial z};$

составляющую на частоте 2ω $F_{z(2\omega)} = \left\{ \frac{1}{4}U_1^2 \cos(2\omega t) \right\} \times \frac{\partial C}{\partial z}.$

Детектирование амплитуды колебаний кантилевера на частоте 2ω позволяет исследовать распределение вдоль поверхности величины $C'_z(x, y)$ - производной от емкости по координате Z (так называемая емкостная микроскопия [39]). С помощью этого метода можно изучать локальные диэлектрические свойства приповерхностных слоев образцов. Для получения высокого разрешения в данной методике необходимо,

чтобы электрическая сила в системе зондовый датчик - образец определялась, в основном, взаимодействием между зондом и поверхностью. Сила взаимодействия зонда с поверхностью на основе простой модели плоского конденсатора может быть представлена в виде

$$F_{PS} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{\pi R^2}{h^2},$$

где α – постоянная величина, R – характерный радиус закругления кончика зонда, h – расстояние зонд-поверхность (или толщина пленки диэлектрика на проводящей подложке). С другой стороны сила, действующая на кантилевер со стороны образца:

$$F_{CS} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{LW}{H^2},$$

где α – постоянная величина, L - длина кантилевера, W - ширина кантилевера, H - расстояние до поверхности (определяется размерами зонда). Из условия $F_{PS} > F_{CS}$ следует:

$$h < \sqrt{\frac{\pi R^2 H^2}{LW}}.$$

Отсюда для типичных значений параметров зондовых датчиков ($L \sim 100$ мкм, $W \sim 30$ мкм, $H \sim 30$ мкм, $R \sim 10$ нм) можно получить следующую оценку:

$$h < 10 \text{ нм.}$$

Поскольку сама величина $\frac{\partial C}{\partial z}$ зависит от расстояния зонд-образец, для исследования диэлектрических свойств образцов применяется двухпроходная методика. В каждой строке сканирования производится следующая процедура. На первом проходе с помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте, близкой к резонансной частоте ω_0 , и снимается АСМ изображение рельефа в "полуконтактном" режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние z_0 , между зондом и образцом подается переменное (на частоте $\omega = \omega_0$) напряжение, и осуществляется повторное сканирование (рис. 85). На втором проходе датчик движется над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф образца. Поскольку в процессе сканирования локальное расстояние между зондовым датчиком и поверхностью в каждой точке постоянно, изменения амплитуды колебаний кантилевера на частоте 2ω будут связаны с изменением емкости системы зонд-образец вследствие изменения диэлектрических свойств образца.

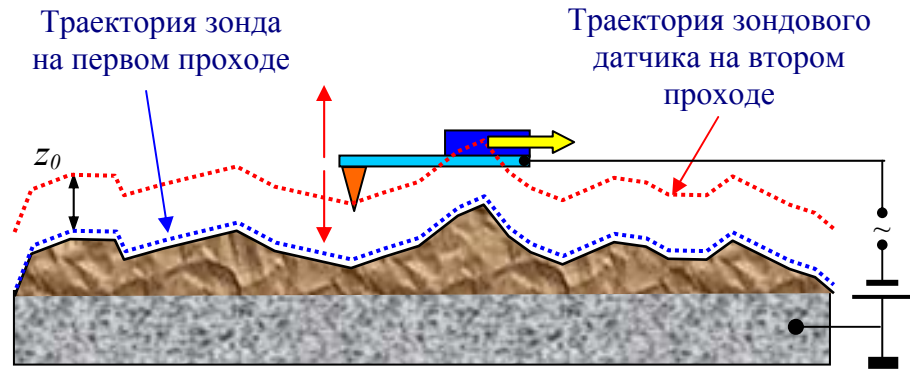


Рис. 85. Двухпроходная методика ЭСМ

Таким образом, итоговый ЭСМ кадр представляет собой двумерную функцию $C'_z(x, y)$, характеризующую локальные диэлектрические свойства образца.

Детектирование сигнала на частоте ω позволяет изучать распределение поверхностного потенциала $\varphi(x, y)$ (так называемый метод Кельвина [40]). Для этого при сканировании образца на втором проходе в каждой точке производится следующая процедура. С помощью перестраиваемого источника постоянного напряжения подбирается величина U_0 таким образом, чтобы амплитуда колебаний кантилевера на частоте ω становилась равной нулю. Это происходит в том случае, если $U_0 = \varphi(x, y)$ в данной точке поверхности. На рис. 86. в качестве примера приведены АСМ изображение рельефа поверхности и распределение поверхностного потенциала для композитной пленки, содержащей азобензол [41]. На изображении поверхностного потенциала выделяются молекулы азобензола, имеющие сильный дипольный момент.

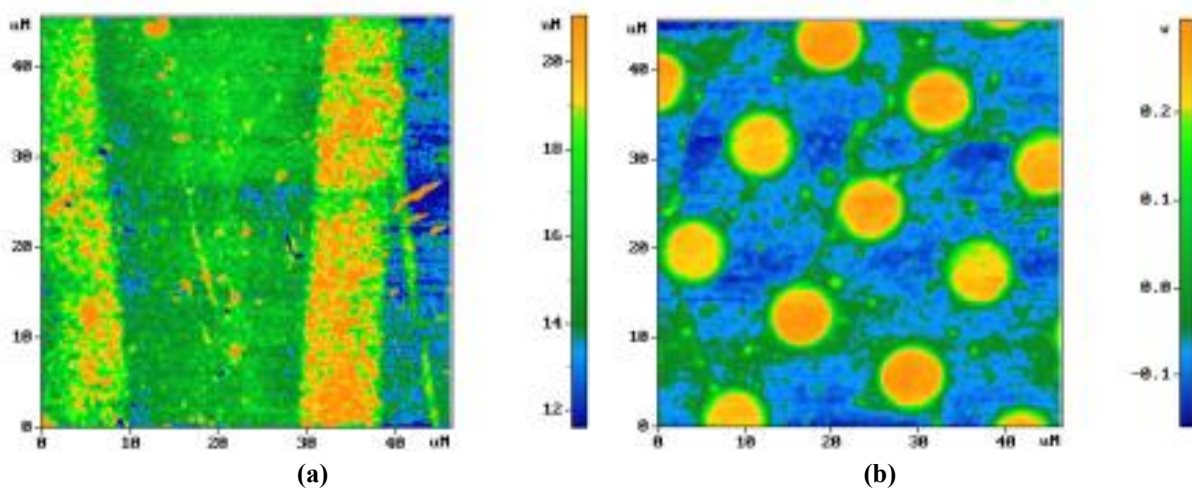


Рис. 86. Рельеф поверхности (а) и распределение поверхностного потенциала (б) пленки азобензола.

2.4. Магнитно-силовая микроскопия

Магнитно-силовой микроскоп (МСМ) [42,43] был изобретен И.Мартинем и К.Викрамасингхом в 1987 г. для исследования локальных магнитных свойств образцов. Данный прибор представляет собой атомно-силовой микроскоп, у которого зонд покрыт слоем ферромагнитного материала с удельной намагниченностью $\vec{M}(\vec{r})$.

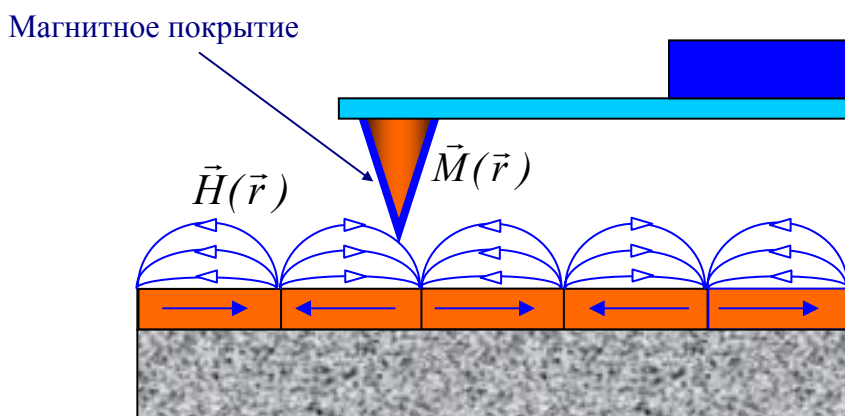


Рис. 87. Зонд МСМ в магнитном поле образца

В общем случае описание взаимодействия зонда МСМ с полем образца $\vec{H}(\vec{r})$ представляет собой достаточно сложную задачу. В качестве простейшей модели рассмотрим МСМ зонд в виде одиночного магнитного диполя, характеризующегося магнитным моментом \vec{m} [44]. Потенциальная энергия такой системы равна

$$w = -(\vec{m}\vec{H}).$$

В поле \vec{H} на магнитный диполь действует сила $\vec{f} = -grad(w) = \vec{\nabla}(\vec{m}\vec{H})$

и момент сил, равный $\vec{N} = [\vec{m}\vec{H}]$.

В однородном магнитном поле сила $\vec{f} = 0$, так что на диполь действует лишь момент сил, который разворачивает магнитный момент \vec{m} вдоль поля. В неоднородном поле диполь втягивается в область с большей напряженностью \vec{H} .

В общем случае магнитный момент зонда МСМ можно представить как суперпозицию диполей вида

$$\vec{M}(\vec{r})dV,$$

где \vec{M} - удельная намагниченность магнитного покрытия, dV - элементарный объем.

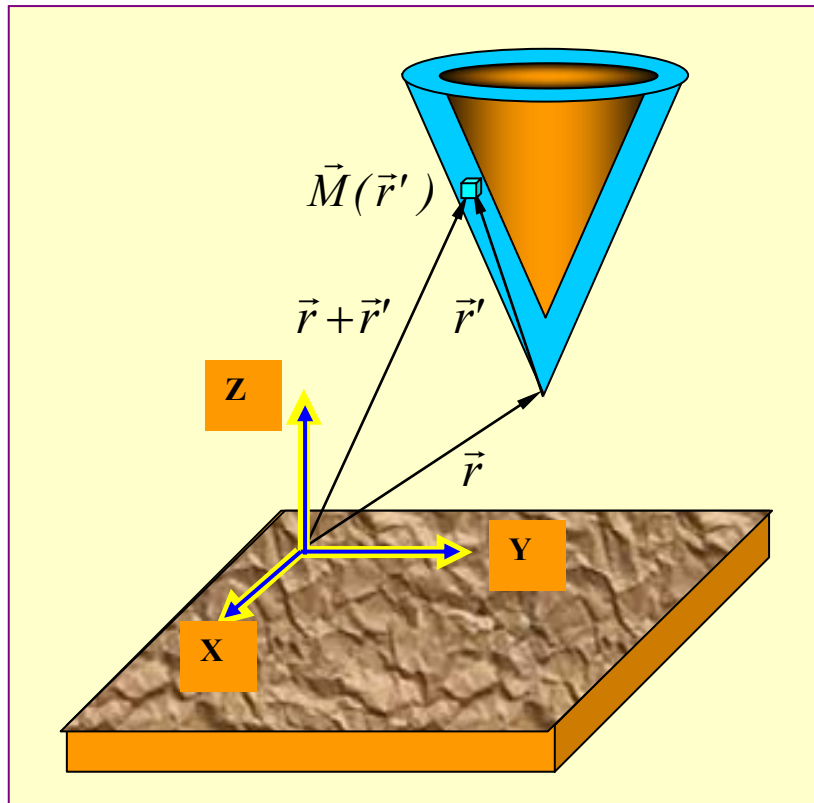


Рис. 88. Взаимодействие MCM зонда с магнитным полем образца

Тогда полная энергия магнитного взаимодействия зонда и образца может быть представлена (см. рис. 88) в следующем виде:

$$W_{\text{маг}} = - \int_{V_p} \vec{M}(\vec{r}') \cdot \vec{H}(\vec{r} + \vec{r}') dV'$$

(интегрирование проводится по магнитному слою зонда). Отсюда сила взаимодействия зонда с полем образца равна

$$\vec{F} = - \text{grad} (W_{\text{маг}}) = \int_{V_p} \vec{\nabla}(\vec{M}\vec{H}) dV'.$$

Соответственно Z-компонента силы:

$$F_z = - \frac{\partial W_{\text{маг}}}{\partial z} = \int_{V_p} \left(M_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + M_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + M_z \frac{\partial H_z}{\partial z} \right) dV'.$$

Для получения MCM изображений образцов применяются квазистатические и колебательные методики.

Квазистатические методики МСМ

МСМ изображение поверхности образцов, имеющих слабо развитый рельеф поверхности, получают следующим образом. Во время сканирования зондовый датчик перемещается над образцом на некотором расстоянии $h=const$. При этом величина изгиба кантилевера, регистрируемая оптической системой, записывается в виде МСМ изображения $F(x,y)$, представляющего собой распределение силы магнитного взаимодействия зонда с образцом.

Для МСМ исследований магнитных образцов с сильно развитым рельефом поверхности применяется двухпроходная методика. В каждой строке сканирования производится следующая процедура. На первом проходе снимается АСМ изображение рельефа в контактном или "полуконтактном" режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние z_0 , и осуществляется повторное сканирование (рис. 89). Расстояние z_0 выбирается таким образом, чтобы сила Ван-дер-Ваальса была меньше силы магнитного взаимодействия.

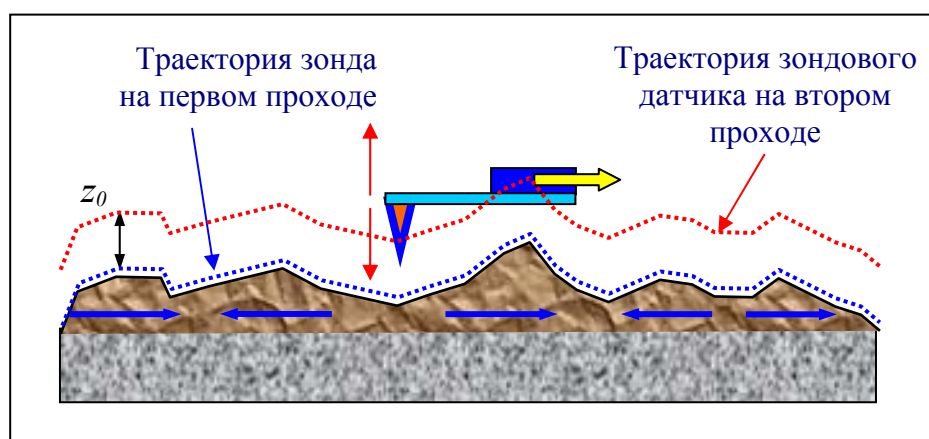


Рис. 89. Двухпроходная методика получения МСМ изображения

На втором проходе датчик перемещается над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф образца. Поскольку в этом случае локальное расстояние между зондовым датчиком и поверхностью в каждой точке постоянно, изменения изгиба кантилевера в процессе сканирования связаны с неоднородностью магнитных сил, действующих на зонд со стороны образца. Таким образом, итоговый МСМ кадр представляет собой двумерную функцию $F(x,y)$, характеризующую распределение силы магнитного взаимодействия зонда с образцом.

Колебательные методики МСМ

Применение колебательных методик в магнитно-силовой микроскопии позволяет реализовать большую (по сравнению с квазистатическими методиками) чувствительность и получать более качественные МСМ изображения образцов. Как было показано в разделе, посвященном бесконтактной методике АСМ, наличие градиента силы приводит к изменению резонансной частоты, а следовательно, к сдвигу АЧХ и ФЧХ системы зонд-образец. Данные изменения резонансных свойств системы используются для получения информации о неоднородном распределении намагниченности на поверхности образцов. В случае магнитного взаимодействия зонда с поверхностью сдвиг резонансной частоты колеблющегося кантилевера будет определяться производной по координате z от величины F'_z :

$$F'_z = \frac{\partial F_z}{\partial z} = \int_{V_p} \vec{M}(\vec{r}') \frac{\partial^2}{\partial z^2} \vec{H}(\vec{r} + \vec{r}') dV' .$$

Или в покомпонентном виде:

$$F'_z = \frac{\partial F_z}{\partial z} = \int_{V_p} \left(M_x \frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} + M_y \frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} + M_z \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} \right) dV' .$$

Для получения МСМ изображения поверхности используется двухпроходная методика. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω вблизи резонанса. На первом проходе в "полуcontactном" режиме записывается рельеф поверхности. На втором проходе зондовый датчик движется над образцом по траектории, соответствующей рельефу, так, что расстояние между ним и поверхностью в каждой точке равно величине $z_0 = const$, определяемой оператором. МСМ изображение формируется посредством регистрации изменений амплитуды или фазы колебаний кантилевера.

Амплитуда и фаза колебаний кантилевера могут быть представлены (при условии, что вариации F'_z вдоль поверхности невелики) следующим образом:

$$A(F'_z) = A(F'_{z_0}) + A'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z_0}} \Delta F'_z ,$$

$$\varphi(F'_z) = \varphi(F'_{z_0}) + \varphi'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z_0}} \Delta F'_z .$$

Тогда изменения амплитуды и сдвиг фазы колебаний, связанные с вариациями градиента силы, будут равны

$$\Delta A = A(F'_z) - A(F'_{z_0}) = A'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z_0}} \Delta F'_z ,$$

$$\Delta \varphi = \varphi(F'_z) - \varphi(F'_{z_0}) = \varphi'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z_0}} \Delta F'_z .$$

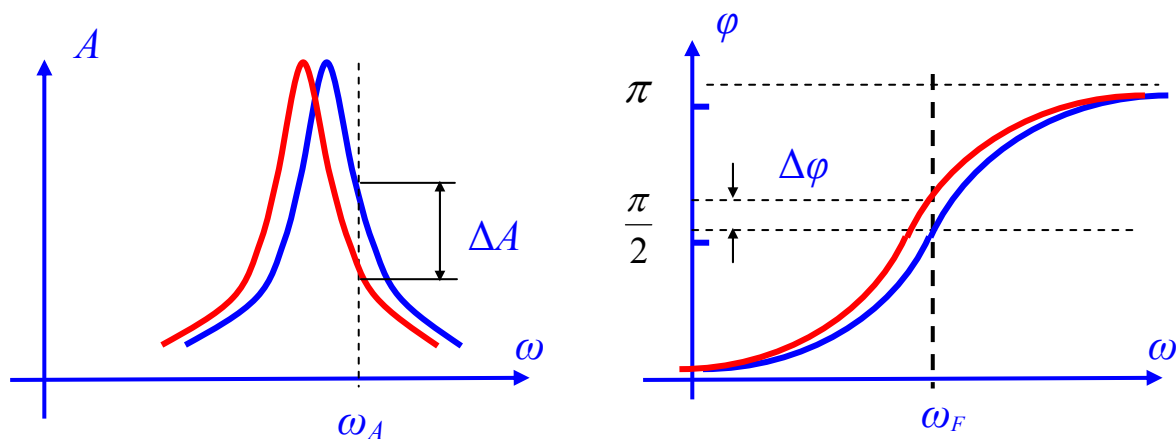


Рис. 90. Изменение амплитуды и фазы колебаний при изменении градиента силы

Коэффициенты перед $\Delta F'_z$ определяют чувствительность амплитудного и фазового методов измерения. Максимум чувствительности достигается при определенных частотах возбуждения кантилевера. Для амплитудных измерений эта частота составляет:

$$\omega_A = \omega_0 \sqrt{1 - F'_{z0} / k} \left(1 \pm \frac{1}{\sqrt{8Q}} \right),$$

при этом

$$A'_{F'_z}(\omega_A, F'_{z0}) = -\frac{8\sqrt{2}}{\sqrt{27}} \frac{Q^2}{k}.$$

Для фазовых измерений максимум чувствительности достигается, когда частота возбуждения кантилевера совпадает с резонансной частотой системы зонд-образец:

$$\omega_F = \omega_0 \sqrt{1 - F'_{z0} / k},$$

при этом

$$\varphi'_{F'_z}(\omega_F, F'_{z0}) = \frac{Q}{k}.$$

В качестве примера на рис. 91 представлены МСМ изображения поверхности магнитного диска, полученные с помощью различных методик.

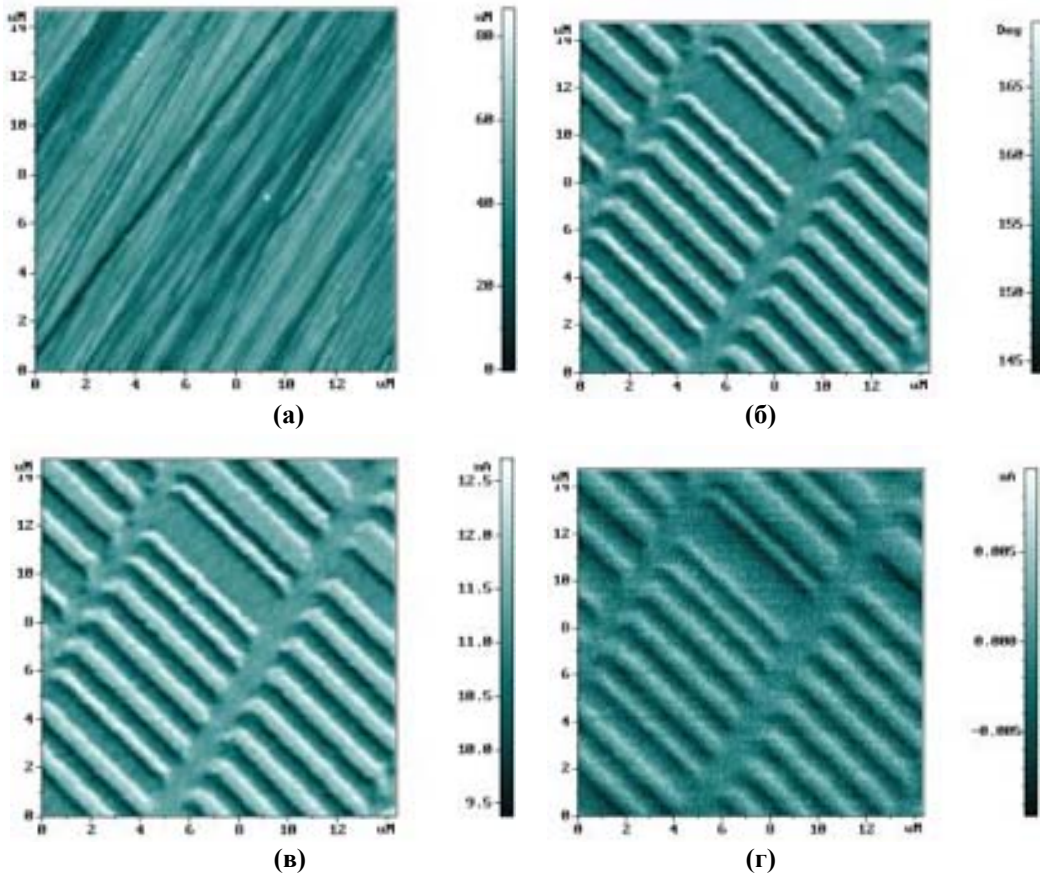


Рис. 91. МСМ исследования поверхности магнитного диска:

- (а) – АСМ изображение рельефа поверхности;
- (б) – МСМ изображение фазового контраста;
- (в) – МСМ изображение амплитудного контраста;
- (г) – МСМ изображение распределения силы взаимодействия зонда с поверхностью

Контраст на МСМ изображениях связан, в конечном итоге, с распределением намагниченности в образце. Особенности формирования МСМ изображений магнитных структур можно проиллюстрировать с помощью модельных расчетов в приближении диполь - дипольного взаимодействия. В этом случае магнитный образец разбивается на элементарные объемы, намагниченность которых описывается магнитными диполями \vec{m}_s^j (рис. 92). Зонд в простейшем случае может быть представлен в виде отдельного диполя \vec{m}_p . Тогда Z-компонента градиента силы запишется следующим образом:

$$\frac{\partial}{\partial z} F_z(\vec{r}) = \sum_j ((\vec{m}_p \vec{\nabla})) \frac{\partial}{\partial z} H_z^j(\vec{r} - \vec{r}_s^j),$$

где магнитное поле j -того диполя образца в точке кончика зонда равно [45]:

$$H_z^j(\vec{r} - \vec{r}_s^j) = \frac{3(z - z_s^j)(\vec{m}_s^j \cdot (\vec{r} - \vec{r}_s^j))}{|\vec{r} - \vec{r}_s^j|^5} - \frac{m_{sz}^j}{|\vec{r} - \vec{r}_s^j|^3}.$$

Перемещая зонд над магнитной структурой на некоторой высоте и рассчитывая в каждой точке сдвиг фазы $\Delta\varphi = \frac{QF'_z}{k}$, можно смоделировать МСМ изображение.

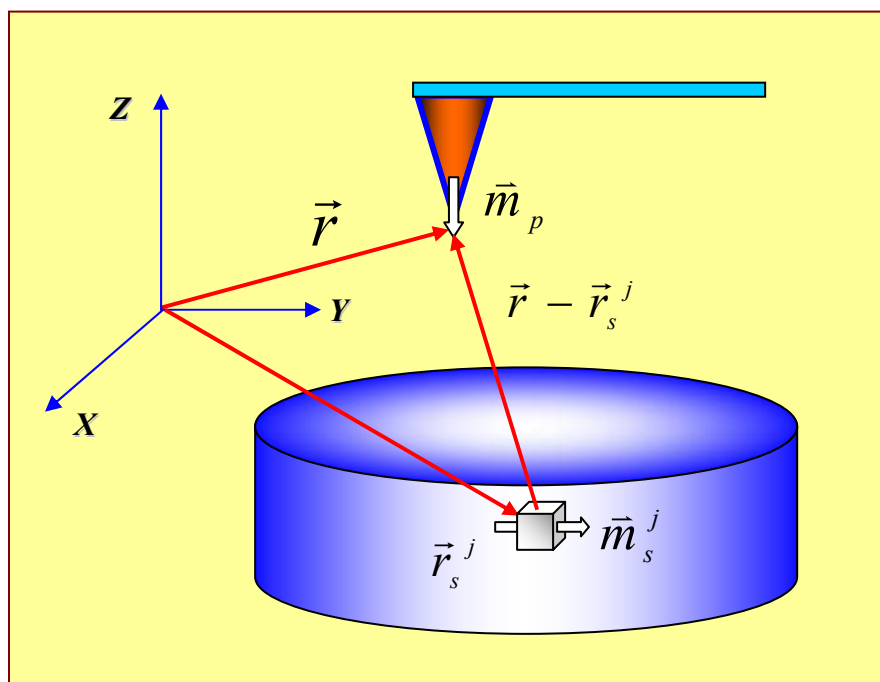
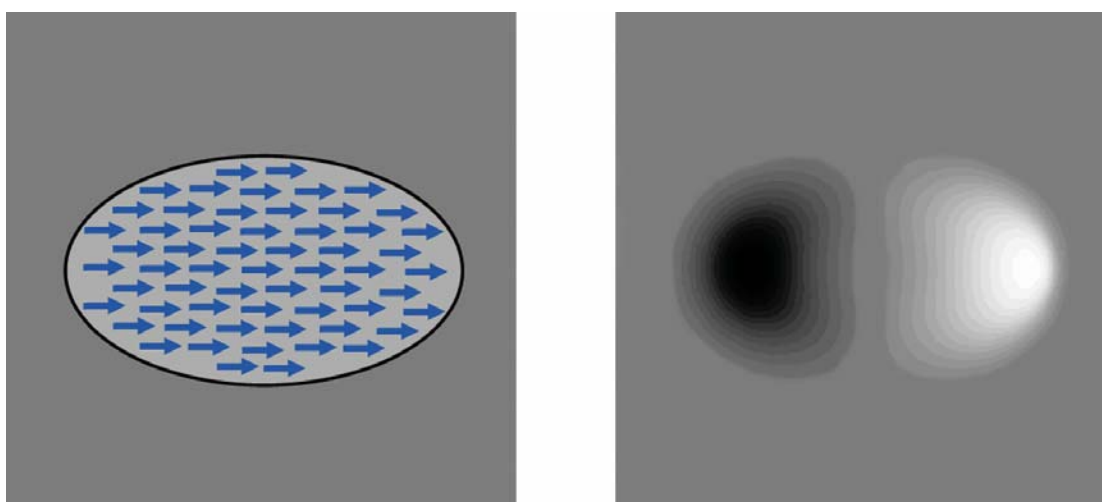


Рис. 92. Взаимодействие зонда с образцом в дипольном приближении

На рисунке 93 в качестве примера представлены результаты модельных расчетов МСМ изображения для однородно намагниченной частицы в виде эллиптического цилиндра.



(а)

(б)

Рис. 93. Моделирование МСМ изображения однородно намагниченной частицы:

- (а) - распределение намагниченности в частице;
- (б) - соответствующее МСМ изображение.

Экспериментальное МСМ изображение упорядоченного массива магнитных частиц эллиптической формы приведено на рис. 94.

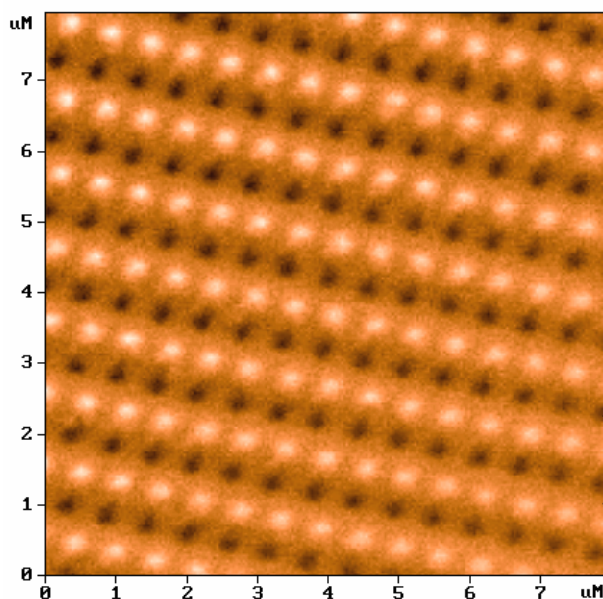


Рис. 94. МСМ изображение массива магнитных наночастиц, сформированных методом интерференционного лазерного отжига пленок Fe-Cr [46]

Система управления АСМ, ЭСМ, МСМ (колебательные методики)

Упрощенная схема системы управления АСМ, ЭСМ, МСМ, представлена на рис. 95. Электронные ключи К1 – К5 управляются напряжениями с выходного регистра (ВР) и служат для конфигурирования системы управления. Генератор (Г) формирует гармонические сигналы для возбуждения колебаний кантилевера. Величина амплитуды и значение частоты сигнала генератора задаются с помощью двухканального ЦАП-Г. Механические колебания кантилевера возбуждаются с помощью пьезовибратора (ПВ). Амплитуда и фаза этих колебаний детектируются с помощью синхронного детектора (СД).

На первом этапе измеряются амплитудно-частотная (АЧХ) и фазо-частотная (ФЧХ) характеристики кантилевера в свободном состоянии (далеко от поверхности). Для этого ключ К2 замыкается, и синусоидальное напряжение с генератора подается на пьезовибратор и одновременно в качестве опорного напряжения на синхронный детектор. Колебания кантилевера приводят к тому, что ток фотодиода будет содержать переменную составляющую на частоте возбуждения. С помощью ЦАП-Г формируется пилообразное управляющее напряжение, которое перестраивает частоту генератора в выбранном оператором диапазоне. Напряжение с фотодиода усиливается предварительным усилителем и подается на синхронный детектор. Амплитуда и фаза сигнала (синхронно с напряжением ЦАП-Г) записываются с помощью АЦП в память компьютера. Затем АЧХ и ФЧХ характеристики визуализируются на экране монитора средствами компьютерной графики.

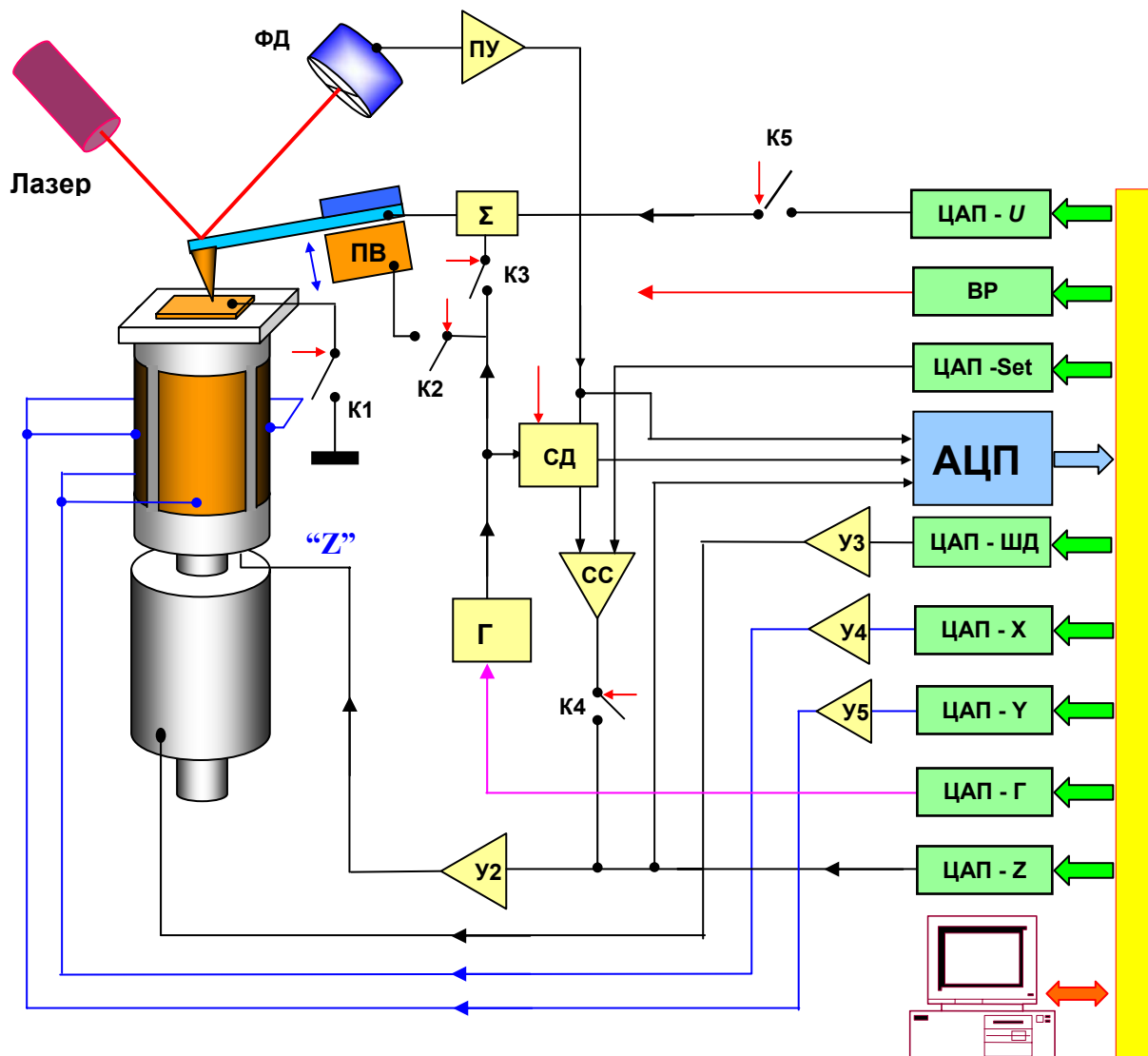


Рис. 95. Упрощенная схема системы управления АСМ, ЭСМ, МСМ

АСМ изображения поверхности в бесконтактном и "полуконтактном" режимах колебаний кантилевера формируются следующим образом. С помощью генератора (Г) задается частота вынужденных колебаний кантилевера вблизи резонанса. Амплитуда этих колебаний детектируется с помощью синхронного детектора, и напряжение U , пропорциональное амплитуде, поступает на вход схемы сравнения (СС). На другой вход схемы сравнения подается задаваемое оператором с помощью ЦАП-Set напряжение U_0 , соответствующее амплитуде колебаний, которую должна поддерживать система обратной связи ($U_0 < U$). При замыкании петли обратной связи сканер будет поддвигать образец к зонду до тех пор, пока амплитуда колебаний кантилевера не уменьшится настолько, что напряжение U станет равным U_0 . При сканировании образца амплитуда колебаний поддерживается на заданном уровне, и управляющее напряжение в цепи обратной связи записывается в качестве АСМ изображения в памяти компьютера. Как было показано выше, амплитуда колебаний уменьшается за счет сдвига АЧХ, обусловленного градиентом силы взаимодействия

зонда с поверхностью. Поэтому АСМ изображение, получаемое при сканировании образца в режиме постоянной амплитуды колебаний кантилевера, представляет собой поверхность постоянного градиента силы, которая, в отсутствие электрических и магнитных взаимодействий, определяется силами Ван-дер-Ваальса и с большой точностью совпадает с рельефом поверхности. Одновременно с рельефом поверхности часто регистрируют фазу колебаний кантилевера. Это позволяет строить АСМ изображения фазового контраста и анализировать упругие свойства поверхности при "полуконтактном" режиме колебаний кантилевера.

Исследования магнитных образцов проводятся с помощью специальных зондов с магнитным покрытием. Для получения магнитных изображений применяется двухпроходная методика. В каждой строке сканирования на первом проходе регистрируется рельеф поверхности в "полуконтактном" режиме колебаний кантилевера. На втором проходе обратная связь разрывается, и при сканировании с помощью ЦАП-Z зондовый датчик проводится над образцом на некоторой высоте по траектории, повторяющей рельеф данного участка поверхности. Поскольку среднее расстояние между зондом и образцом в каждой точке постоянно, изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера будут связаны только с изменением градиента магнитной силы, действующей между зондом и поверхностью.

Использование проводящих зондов позволяет исследовать локальные электрические свойства образцов методом ЭСМ. В этом случае переменное напряжение с генератора (Γ) и постоянное напряжение с ЦАП- U суммируются и подаются на зонд. Образец заземляется с помощью ключа $K1$. Колебания кантилевера возбуждаются под действием периодической электрической силы между зондом и образцом. Амплитуда и фаза колебаний на частоте возбуждения и на удвоенной частоте детектируются с помощью синхронного детектора. При исследовании неоднородностей электрического взаимодействия зонда с образцом также применяются двухпроходные методики. На первом проходе регистрируется рельеф данного участка поверхности. На втором проходе зондовый датчик движется по траектории, соответствующей рельефу, на некотором расстоянии над поверхностью. При этом изменение амплитуды сигнала с фотодиода на удвоенной частоте записывается в память компьютера как распределение производной электрической емкости системы зонд-образец $C'_z(x, y)$. Для определения локального потенциала поверхности методом Кельвина в каждой точке сканирования постоянная составляющая напряжения изменяется с помощью ЦАП- U до тех пор, пока амплитуда колебаний на частоте возбуждения (анализируемая компьютером) не станет равной нулю. Соответствующее данному условию напряжение записывается в память для формирования файла распределения поверхностного потенциала $\varphi(x, y)$.

2.5. Ближнепольная оптическая микроскопия

Традиционные методы получения оптических изображений объектов имеют существенные ограничения, связанные с дифракцией света. Одним из основополагающих законов оптики является существование так называемого дифракционного предела, который устанавливает минимальный размер (R) объекта, изображение которого может быть построено оптической системой при использовании света с длиной волны λ :

$$R \approx \frac{\lambda}{2n},$$

где n - показатель преломления среды. Для оптического диапазона длин волн предельный размер составляет величину порядка 200÷300 нм. В ближнепольной оптической микроскопии используются другие принципы построения изображения объекта, которые позволяют преодолеть трудности, связанные с дифракцией света, и реализовать пространственное разрешение на уровне 10 нм и лучше.

Ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) был изобретен Дитером Полем (лаборатория фирмы IBM, г. Цюрих, Швейцария) в 1982 году сразу вслед за изобретением туннельного микроскопа. В основе работы данного прибора используется явление прохождения света через субволновые диафрагмы (отверстия с диаметром много меньше длины волны падающего излучения).

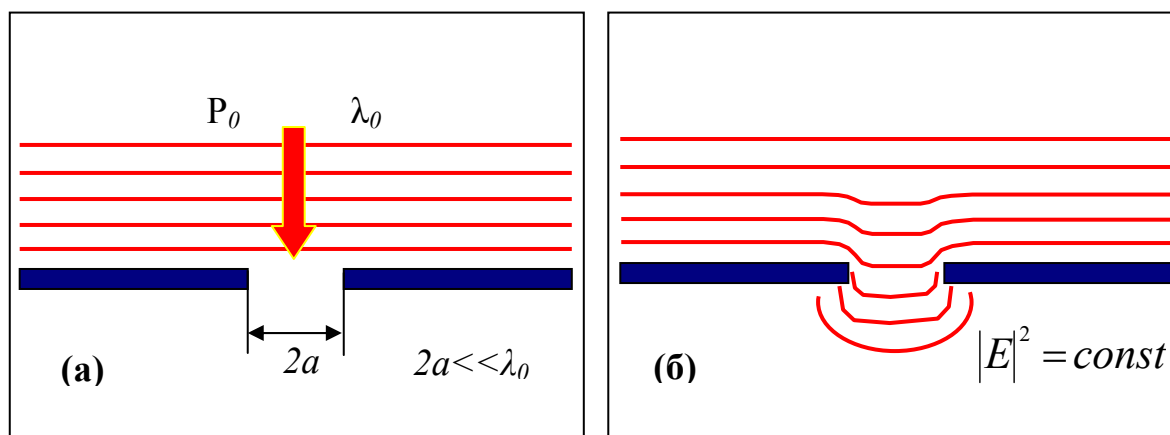


Рис. 96. (а) - Прохождение света через отверстие в экране с субволновой апертурой.
(б) - Линии постоянной интенсивности оптического излучения в области субволнового отверстия

При прохождении света через субволновое отверстие наблюдается ряд особенностей [47,48]. Электромагнитное поле в области диафрагмы имеет сложную структуру. Непосредственно за отверстием на расстояниях $Z < 100a$ располагается так называемая ближняя зона, в которой электромагнитное поле существует, в основном, в

виде эванесцентных (не распространяющихся) мод, локализованных вблизи поверхности диафрагмы. В области расстояний $Z > 100 a$ располагается дальняя зона, в которой наблюдаются лишь излучательные моды. Мощность излучения за субволновой диафрагмой в дальней зоне может быть оценена по следующей формуле [48]:

$$P_{tr} = \frac{128}{27\pi} k^4 a^6 W_0,$$

где k – волновой вектор, W_0 – плотность мощности падающего излучения. Оценки показывают, что для излучения с длиной волны порядка $\lambda = 500$ нм и диафрагмы с отверстием ~ 5 нм мощность излучения в дальней зоне составляет по порядку величин 10^{-10} от мощности падающего излучения. Поэтому, на первый взгляд, кажется, что использование малых отверстий для построения растровых оптических изображений исследуемых образцов практически невозможно. Однако, если поместить исследуемый объект непосредственно за отверстием в ближней зоне, то вследствие взаимодействия эванесцентных мод с образцом часть энергии электромагнитного поля переходит в излучательные моды, интенсивность которых может быть зарегистрирована оптическим фотоприемником. Таким образом, ближнепольное изображение формируется при сканировании исследуемого образца диафрагмой с субволновым отверстием и регистрируется в виде распределения интенсивности оптического излучения в зависимости от положения диафрагмы $I(x, y)$. Контраст на БОМ изображениях определяется процессами отражения, преломления, поглощения и рассеяния света, которые, в свою очередь, зависят от локальных оптических свойств образца.

Зонды БОМ на основе оптического волокна

На сегодняшний день существует несколько схем реализации ближнепольного оптического микроскопа. Наиболее широкое применение нашли БОМ с зондами на основе оптического волокна, представляющего собой аксиально-симметричный оптический волновод из материалов с отличающимися показателями преломления (рис.97).

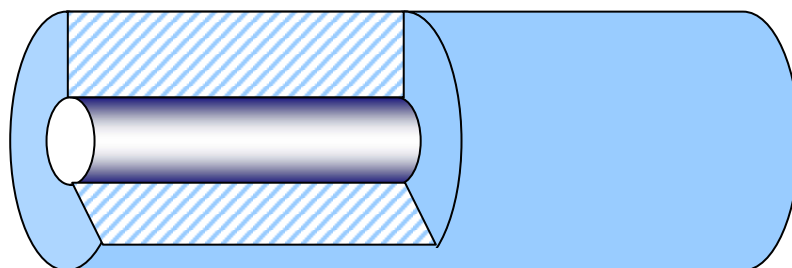


Рис. 97. Схематическое изображение строения оптического волокна

Оптическое волокно состоит из сердцевины (core) и оболочки (cladding). Снаружи волокно покрывается защитным слоем. Сердцевина и оболочка изготавливаются, как правило, из особого кварцевого стекла. При этом стекло, используемое для оболочки, имеет меньший показатель преломления, чем стекло для сердцевины. (На практике показатель преломления стекла регулируется с помощью легирующих добавок, так что коэффициенты преломления сердцевины и оболочки различаются на величины порядка 1%). Такая система, вследствие явления полного внутреннего отражения, позволяет локализовать оптическое излучение в области сердцевины и практически без потерь транспортировать его на большие расстояния.

Зонды для БОМ изготавливаются следующим образом [см. например 49]. Очищенный от защитного слоя конец оптического волокна погружается в раствор, состоящий из двух несмешивающихся жидкостей – смеси HF, NH₄F, H₂O, которая является травителем для кварца, и жидкости с меньшей плотностью, например, толуола. Тoluол располагается поверх травителя и служит для формирования мениска смачивания на границе толуол-травитель-волокно (Рис. 98 (а)). По мере травления толщина волокна уменьшается, что приводит к уменьшению высоты мениска. В результате в процессе травления на конце волокна происходит формирование конусообразного острия (рис. 92 (б)) с характерными размерами меньше 100 нм. Затем кончик зонда покрывается тонким слоем металла. Покрытие наносится с помощью вакуумного напыления под углом порядка 30° к оси волокна, так что на кончике острия в области тени остается незапыленный участок малой апертуры, который и является ближнепольным источником излучения. Оптимальный угол при вершине зондов составляет порядка 20°.

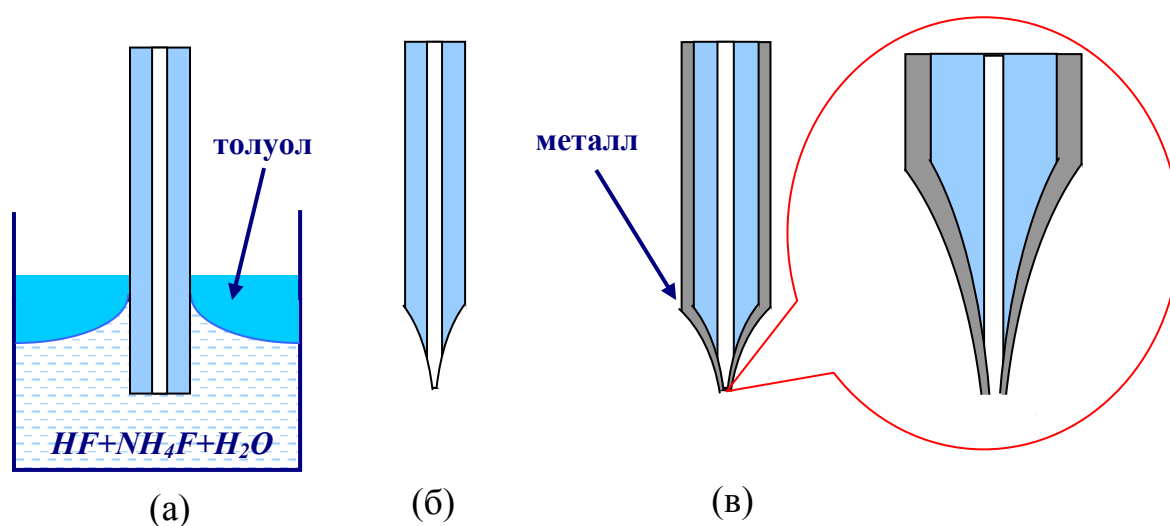


Рис. 98. Изготовление БОМ зондов на основе оптического волокна:

- (а) – химическое травление волокна;
- (б) – вид кончика волокна после травления;
- (в) – напыление тонкой пленки металла.

"Shear-force" метод контроля расстояния зонд-поверхность в ближнепольном оптическом микроскопе

Для работы БОМ необходимо удерживать зонд над поверхностью на расстояниях порядка 10 нм и менее. Существуют различные решения данной проблемы, однако наиболее широкое распространение получили БОМ с так называемым "shear force" методом контроля расстояния между зондом и образцом.

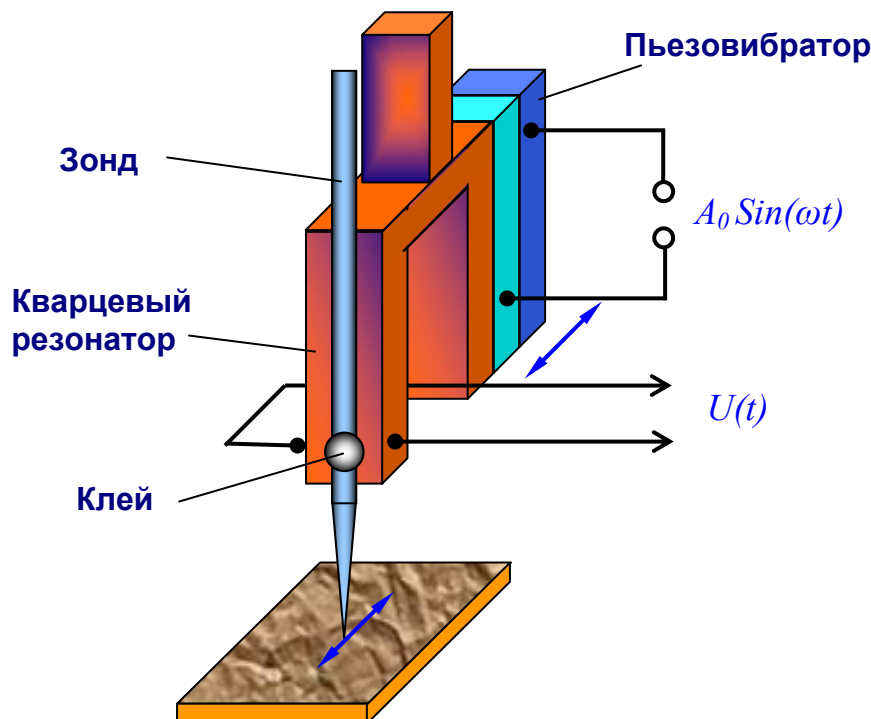


Рис. 99. Схема "shear-force" датчика расстояния зонд-поверхность на основе кварцевого резонатора камертонного типа

Чаще всего применяются схемы "shear-force" контроля с использованием пьезодатчика на основе кварцевого резонатора камертонного типа (рис. 99.). Зонд БОМ крепится к кварцевому резонатору с помощью клея. Вынужденные колебания камертона на частоте, близкой к резонансной частоте системы зонд - кварцевый резонатор, возбуждаются с помощью дополнительного пьезовибратора. При этом зонд совершает колебательное движение параллельно поверхности образца. Измерение силы взаимодействия зонда с поверхностью производится посредством регистрации изменения амплитуды и фазы изгибных колебаний кварцевого резонатора на частоте возбуждения (по переменной составляющей напряжения на электродах резонатора $U(t)$). Теория "shear force" контроля достаточно сложна, и здесь мы ограничимся лишь качественными соображениями. При сближении зонда и образца наблюдаются несколько эффектов. Во-первых, появляется дополнительное диссипативное взаимодействие зонда с поверхностью за счет сил вязкого трения (в тонкой прослойке воздуха, прилегающего к поверхности, и в тонком слое адсорбированных молекул на поверхности образца).

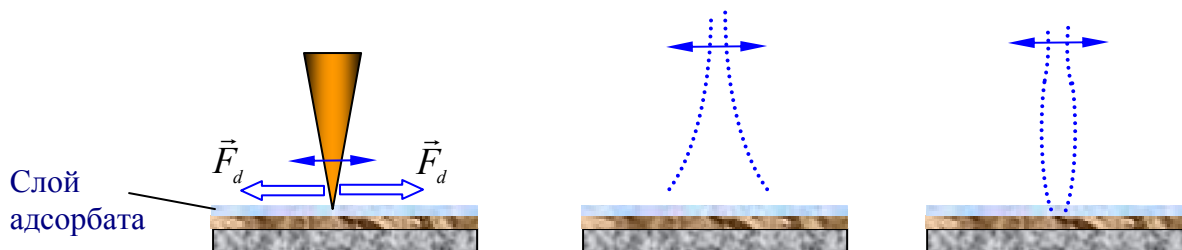


Рис. 100. Диссипативные силы, действующие на зонд, и смена моды колебаний зонда вблизи поверхности образца.

Это приводит к уменьшению добротности системы, а следовательно, к уменьшению амплитуды колебаний и уширению АЧХ И ФЧХ системы зонд-резонатор на резонансной частоте. Во-вторых, при малых расстояниях зонд-поверхность происходит изменение моды колебаний в системе зонд – резонатор. В свободном состоянии мода колебаний соответствует колебаниям стержня со свободным концом, а при сближении с образцом (в пределе при касании зонда поверхности) переходит в колебания стержня с закрепленным концом. Это приводит к увеличению резонансной частоты в системе зонд-резонатор, т.е. сдвигу АЧХ в сторону более высоких частот. Экспериментально данные явления наблюдались в работах [50,51]. Изменения амплитуды и фазы изгибных колебаний в системе зонд-резонатор используются в качестве сигналов обратной связи для контроля расстояния зонд-поверхность в ближнепольных оптических микроскопах.

Конфигурации БОМ

На практике используются несколько конструктивных схем ближнепольного оптического микроскопа [52]. Основные конфигурации БОМ показаны схематично на рис. 101. Наиболее часто реализуется схема, в которой оптическое излучение лазера локализуется в пространстве с помощью волоконного зонда. Такая схема позволяет получить максимальную мощность излучения в области субволнового отверстия и проводить исследование образцов как на отражение (рис. 101 (а)), так и на просвет (рис. 101 (б)). Для увеличения чувствительности излучение, отраженное от образца или прошедшее сквозь образец, собирается на фотоприемнике с помощью фокусирующего зеркала или линзы. Кроме того, данная конфигурация БОМ широко используется в экспериментах по ближнепольной оптической литографии.

В экспериментах, когда требуются высокие уровни оптической накачки (как, например, при исследовании локальных нелинейных свойств образцов), реализуется схема, в которой мощное лазерное излучение направляется на исследуемую структуру, а прием осуществляется с помощью ближнепольного зонда (рис. 101 (в), (г)).

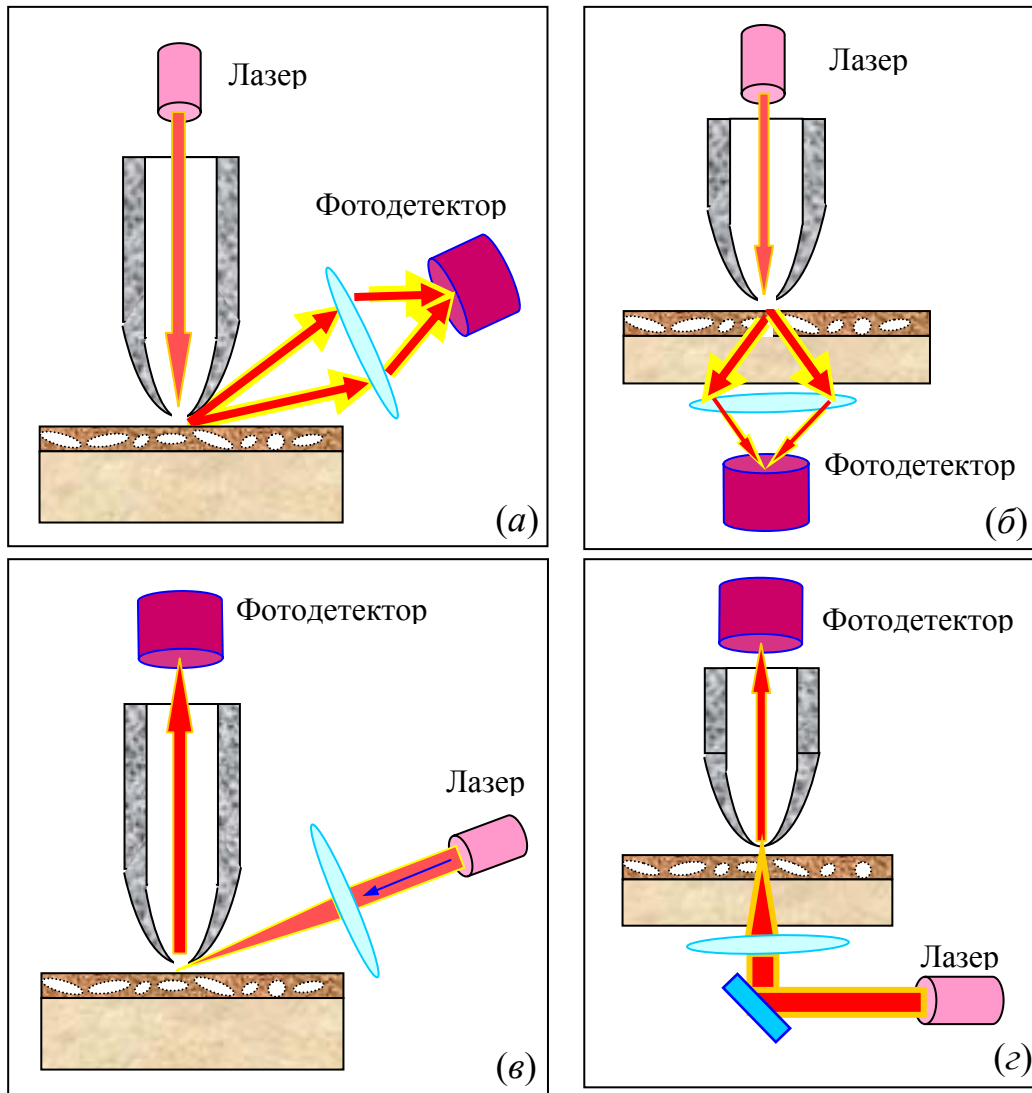


Рис. 101. Возможные конфигурации ближнепольного оптического микроскопа

На рис. 102 в качестве примера приведено АСМ/БОМ изображение полупроводниковой структуры InAs/GaAs с квантовыми точками, полученное с помощью микроскопа, работающего по схеме, показанной на рис. 101 (а) [12].

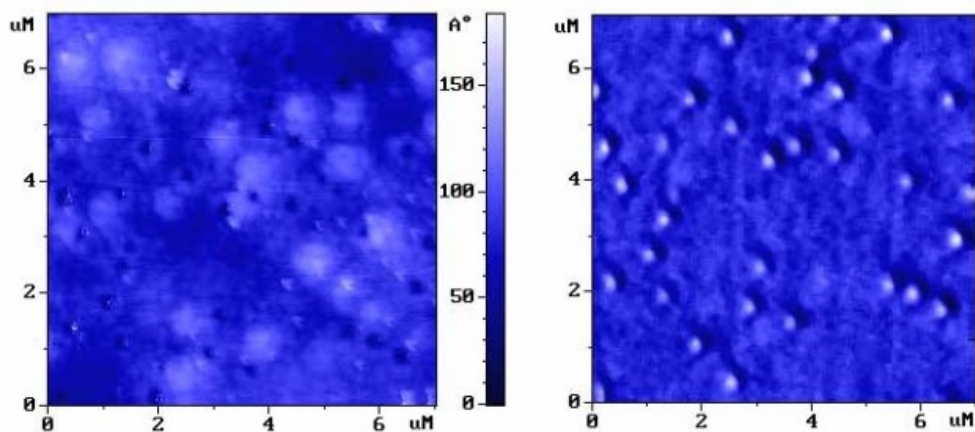


Рис. 102. “Shear force” АСМ изображение рельефа поверхности (слева) и ближнепольное оптическое изображение (справа) образца с квантовыми точками InAs [12]

В эксперименте использовался HeCd лазер ($\lambda=442$ нм). Ближнепольное оптическое изображение образца представляет собой совокупность отраженного от поверхности образца излучения и люминесцентного излучения, соответствующего переходу между уровнями размерного квантования в InAs точках.

Интересная, но менее распространенная схема, в которой возбуждение структуры и прием ближнепольного излучения осуществляются через зонд микроскопа, приведена на рис. 103.

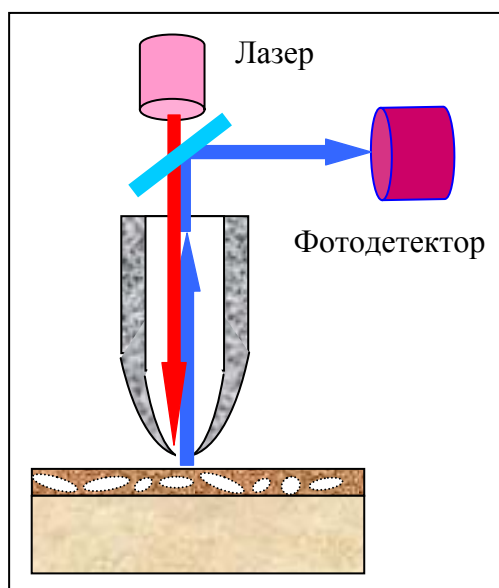


Рис. 103. Схема БОМ, в котором засветка образца и прием излучения осуществляются с помощью одного и того же зонда

Такое совмещение ближнепольного источника с ближнепольным приемником является весьма многообещающим методом, обеспечивающим очень высокое пространственное разрешение. Однако в данной схеме излучение дважды проходит через субволновое отверстие. Это приводит к тому, что приходящий на фотоприемник сигнал имеет очень низкую интенсивность, и требуются высокочувствительные методы его регистрации. Сопряжение БОМ с оптическим монохроматором позволяет проводить локальные спектроскопические исследования образцов. Основные области применения ближнепольных оптических микроскопов - это исследование локальных оптических и фотоэлектрических свойств полупроводниковых фоточувствительных структур, исследование биологических объектов, нанотехнология.

Заключение

Таким образом, в данном пособии кратко изложены основы сканирующей зондовой микроскопии – одного из самых современных методов исследования свойств поверхности. Рассмотрены принципы работы основных типов зондовых микроскопов (сканирующего туннельного микроскопа, атомно-силового микроскопа, электросилового микроскопа, магнитно-силового микроскопа, ближнепольного оптического микроскопа), наиболее широко используемых в научных исследованиях. К сожалению, за рамками данной книги остались ряд других приборов, работающих на принципах СЗМ, и большое количество исследовательских методик с применением зондовых микроскопов.

Частичное представление об основных этапах развития СЗМ можно получить из хронологической таблицы [53], приведенной на следующей странице книги. В настоящее время сканирующая зондовая микроскопия – это бурно развивающийся метод исследования поверхности с высоким пространственным разрешением и мощный инструмент для решения задач нанотехнологии – технологии создания приборных структур с субмикронными размерами.

Основные этапы развития СЗМ [53]

- 1981 - Сканирующая туннельная микроскопия. G.Binnig H Rohrer.
Атомарное разрешение на проводящих образцах.
- 1982 – Сканирующий ближнепольный оптический микроскоп. D.W.Pohl.
Разрешение 50 нм в оптическом изображении поверхности.
- 1984 – Сканирующий емкостной микроскоп. J.R.Matey, J.Blanc.
Реализовано разрешение 500 нм в емкостном изображении.
- 1985 – Сканирующий тепловой микроскоп. C.C.Williams, H.K.Wickramasinghe.
Разрешение 50 нм в тепловом изображении поверхности.
- 1986 – Атомно-силовой микроскоп. G.Binnig, C.F.Quate, Ch.Gerber.
Атомарное разрешение на непроводящих (и проводящих) образцах.
- 1987 – Магнитно-силовой микроскоп. Y.Martin, H.K.Wickramasinghe.
Разрешение 100 нм в магнитном изображении поверхности.
- Микроскоп на силах трения. C.M.Mate, G.M.McClelland, S.Chiang.
Изображение латеральных сил на атомных масштабах.
 - Электросиловой микроскоп. Y.Martin, D.W.Abraham, H.K.Wickramasinghe.
Детектирование единичных зарядов на поверхности образцов.
 - Неупругая туннельная СТМ спектроскопия. D.P.E.Smith, D.Kirk, C.F.Quare.
Регистрация фоновых спектров молекул в СТМ.
- 1988 – Микроскоп на основе баллистической эмиссии электронов. W.J.Kaiser.
Исследование барьеров Шоттки с нанометровым разрешением.
- Инвертированный фотоэмиссионный микроскоп.
J.H.Coombs, J.K.Gimzewski, B.Reihl J.K.Sass, R.R.Schlittler
Регистрация спектров люминесценции на нанометровых масштабах.

1989 – Ближнепольный акустический микроскоп.

К. Takata, Т. Hasegawa, S. Hosaka, S. Hosoki, Т. Komoda

Низкочастотные акустические измерения с разрешением 10 нм.

- Сканирующий шумовой микроскоп. R. Moller, A. Esslinger, B. Koslowski.

Регистрация туннельного тока без приложения напряжения.

- Сканирующий микроскоп, регистрирующий прецессию спина.

Y. Manassen, R. Hamers, J. Demuth, A. Castellano.

Визуализация спинов в парамагнетике с разрешением 1 нм.

- Сканирующий микроскоп на ионной проводимости.

P. Hansma, B. Drake, O. Marti, S. Gould, C. Prater.

Получение изображения поверхности в электролите с разрешением 500 нм.

- Сканирующий электрохимический микроскоп.

O. E. Husser, D. H. Craston, A. J. Bard.

1990 – Микроскоп, регистрирующий изменения химического потенциала.

S. C. Williams, H. K. Wickramasinghe

- СТМ, регистрирующий фото-э.д.с. R. J. Hamers, K. Markert.

Регистрация распределения фото-э.д.с с нанометровым разрешением.

1991 – Сканирующий зондовый микроскоп на методе Кельвина.

N. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle, H. K. Wickramasinghe.

Измерения поверхностного потенциала с разрешением 10 нм.

1994 – Безапертурный ближнепольный оптический микроскоп.

F. Zenhausern, M. P. O'Boyle, H. K. Wickramasinghe.

Оптическая микроскопия с разрешением 1 нм.

Литература

1. D.Sarid - "Exploring scanning probe microscopy with "Mathematica"", John Wiley& Sons, Inc., New York, 1997, 262 p.
2. В.И.Панов – Сканирующая туннельная микроскопия и спектроскопия поверхности. // УФН, т.155, № 1, с.155 – 158 (1988).
3. В.С.Эдельман – Сканирующая туннельная микроскопия. // Приборы и техника эксперимента, № 5, с. 25 – 49 (1989).
4. В.С.Эдельман – Развитие сканирующей туннельной и силовой микроскопии. // Приборы и техника эксперимента, № 1, с. 24 – 42 (1991).
5. С.Н.Магонов – Сканирующая силовая микроскопия полимеров и родственных материалов. // Высокомолекулярные соединения, т. 38, № 1, с. 143 – 182 (1996).
6. В.А.Быков, М.И.Лазарев, С.А.Саунин - Сканирующая зондовая микроскопия для науки и промышленности. // “Электроника: наука, технология, бизнес”, № 5, с. 7 – 14 (1997).
7. "Сканирующая зондовая микроскопия биополимеров" (Под редакцией И.В.Яминского), М.: Научный мир, 1997, 86 с.
8. А.П.Володин – Новое в сканирующей микроскопии. // Приборы и техника эксперимента, № 6, с. 3 – 42 (1998).
9. В.К.Неволин - "Основы туннельно-зондовой нанотехнологии: Учебное пособие", Москва, МГИЭТ (ТУ), 1996, 91 с.
10. С.А.Рыков - "Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и наноструктур", СПб, Наука, 2001, 53 с.
11. Р.З.Бахтизин, Р.Р.Галлямов - "Физические основы сканирующей зондовой микроскопии", Уфа, РИО БашГУ, 2003, 82с.
12. Интернет-сайт компании "НТ-МДТ": <http://www.ntmdt.ru/>
13. Интернет-сайт учебно-научного центра "Бионаноскопия": <http://www.nanoscopy.org/>
14. G.Binnig, H.Rohrer - Scanning tunneling microscopy. // Helv. Phys. Acta, v. 55, № 6, p. 726 – 735 (1982).

-
15. G.Binnig, H.Rohrer, Ch.Gerber, E.Weibel - Tunneling through a controllable vacuum gap. // *Appl. Phys. Lett.*, v. 40, p. 178 (1982).
 16. "Ультразвук. Маленькая энциклопедия". (Под ред. И.П.Голямина) // М.: "Советская энциклопедия", 1979, 400 с.
 17. P.M.Williams, K.M.Shakesheff et al. – Blind reconstruction of scanning probe image data. // *J. Vac. Sci. Technol. B* 14 (2) p. 1557-1562 (1996).
 18. 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).
 19. Д.И.Блохинцев – "Основы квантовой механики", Москва, "Наука", 1983 г.
 20. Л.Д.Ландау, Е.М.Лифшиц – "Теоретическая физика том 3 - Квантовая механика", М.: "Физматлит", 2001, 804 с.
 21. J.G.Simons – Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film // *J. Appl. Phys.*, 34, 1793 (1963).
 22. J.G.Simons –Electric tunnel effect between dissimilar electrodes separated by a thin insulating film // *J. Appl. Phys.*, 34, 2581 (1963).
 23. J. Tersoff and D. R. Hamann – Theory and application for scanning tunneling microscope. // *Phys. Rev. Lett.* v. 50, p. 1998-2001 (1983).
 24. J. Tersoff and D. R. Hamann - Theory of the scanning tunneling microscope. // *Phys. Rev. B*, v. 31 (2), 805-813 (1985).
 25. J. Tersoff – Method for the calculation of scanning tunneling microscope images and spectra. // *Phys. Rev. B*, v. 40 (17), 11990-11993 (1989).
 26. Г.Е.Пикус – "Основы теории полупроводниковых приборов", М.: Наука, 1965, 448 с.
 27. C.B.Duke - "Tunneling in solids", Academic Press, New York, 1969, 353 p.
 28. "Туннельные явления в твердых телах" под ред. Э.Бурнштейна и С.Лундквиста. Москва, Мир, 1973, 422 с.
 29. R.M.Feenstra, V.Ramachandran, H.Chen – Recent development in scanning tunneling spectroscopy of semiconductor surfaces. // *Appl. Phys.*, A 72, p. 193 – 199 (2001).

-
30. А.Роуз-Инс, Е.Редерик – "Введение в физику сверхпроводимости", М.: Мир, 1972, 272 с.
 31. G.Binnig, C.F.Quate, Ch.Gerber – Atomic force microscope. // Phys. Rev. Lett., v. 56, № 9, p. 930 – 933 (1986).
 32. Ю.С.Бараш - "Силы Ван-дер-Ваальса", М: "Наука", 1988, 344 с.
 33. 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).
 34. И.А.Биргер, Б.Ф.Шорр, Г.Б.Иосилевич – Расчет на прочность деталей машин. // М.: Машиностроение, 1979, 702 с.
 35. S.N.Magonov, V.Elings, M.-H.Whangbo – Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy. // Surf. Sci., 375, L385 – L391 (1997).
 36. J.P.Cleveland, B.Anczykowski, A.E.Schmid, V.B.Elings – Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy. // Appl. Phys. Lett. V. 72 (20), 2613 – 2615 (1998).
 37. J.Tamayo, R.Garcia – Relationship between phase shift and energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy. // Appl. Phys. Lett. V. 73 (20), 2926 – 2928 (1998).
 38. J.Tamayo - Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy with low quality factors. // Appl. Phys. Lett. V. 75 (22), 3569 – 3571 (1999).
 39. J.R.Matey, J.Blanc – Scanning capacitance microscopy. // J. Appl. Phys., v. 57, № 5, p. 1437 – 1444 (1985).
 40. M.Nonnenmacher, M.P.O'Boyle, H.K.Wikramasinghe – Keivin probe force microscopy. // Appl. Phys. Lett., 58 (25), 2921 – 2923 (1991).
 41. B. Stiller, P. Karageorgiev, et al. - Scanning Kelvin microscopy as a tool for visualization of optically induced molecular switching in azobenzene self assembling films. // Surf. Interface Anal. 30, 549-551, (2000).
 42. Y. Martin and H. K. Wickramasinghe - Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution. // Appl. Phys. Lett. v. 50, № 20, p. 1455-1457 (1987).
 43. D.Rugar, H.Mamin, P.Guethner et al. – Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media. // J. Appl. Phys., v. 68, № 3, p.1169 – 1182 (1990).

-
44. И.Е.Тамм – "Основы теории электричества", М.: "Наука", 1976, 616 с.
 45. Л.Д.Ландау, Е.М.Лифшиц - "Теоретическая физика том 2 – Теория поля", М.: "Наука", 1973, 504 с.
 46. А.М. Алексеев, Ю.В.Веревкин, Н.В.Востоков, В.Н.Петряков, Н.И.Полушкин, А.Ф.Попков, Н.Н.Салашенко – Наблюдение лазерно-индуцированных локальных модификаций магнитного порядка в слоях переходных металлов // Письма в ЖЭТФ, 73, 214 (2001).
 47. D.W.Pohl, W.Denk, M.Lanz – Optical spectroscopy: image recording with resolution $\lambda/20$. // Appl. Phys. Lett., v. 44, p. 651 – 653 (1984).
 48. U.Durig, D.W.Pohl, F.Rohrer – Near-field optical-scanning microscopy. J.Appl. Phys. 59 (10) 3318-3327, 1986.
 49. В.Ф.Дряхлушин, А.Ю.Климов, В.В.Рогов, С.А.Гусев – Зонд сканирующего ближнепольного оптического микроскопа. // Приборы и техника эксперимента, № 2, с. 138-139 (1998).
 50. P.K.Wei, W.S.Fann – The probe dynamics under shear force in near-field scanning optical microscopy. // J. Appl. Phys., v. 83, № 7, p. 3461 – 3468 (1998).
 51. D.G.Volgunov, A.V.Buryukov, S.V.Gaponov, V.L.Mironov - Probe - surface interaction in the piezo-resonator "shear force" microscope. // Physics of Low – Dimensional Structures, № 3/4, p. 17-23 (2001).
 52. D.Courjon, C.Bainier – Near field microscopy and near field optics. Rep. Prog. Phys. 57, p. 989 – 1028, (1994).
 53. H.K.Wickramasinghe – Progress in scanning probe microscopy. // Acta materialia, 48, p. 347-358 (2000).