

Составители: д.т.н., профессор Б.Г. Львов, д.ф.-м.н., профессор Г.Г. Бондаренко, ассистент А.В. Николаевский

УДК 621.38

Сканирующая зондовая микроскопия в исследовании поверхностной структуры наноматериалов/ Методическое пособие к семинарскому занятию в рамках 1-ой Всероссийской школы-семинара студентов, аспирантов и молодых ученых по тематическому направлению деятельности национальной нанотехнологической сети «Функциональные наноматериалы для космической техники»/Моск. гос. ин-т электроники и математики; Сост.: д.т.н., профессор Б.Г. Львов, д.ф.-м.н., профессор Г.Г. Бондаренко, ассистент А.В. Николаевский. М., 2010. – 26 с.

Содержанием работы является изучение и практическое освоение основных зондовых методов исследования поверхности электропроводных и диэлектрических наноматериалов, изучение принципов работы сканирующего зондового микроскопа с элементами инженерного тренинга.

Методическое пособие для проведения семинарского занятия с элементами инженерного тренинга написано в соответствии с заданием по Государственному контракту на выполнение работ в рамках направления 2 федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008-2011 годы» (Гос. Контракт № 16.647.12.2002 от 11 октября 2010 г.; Шифр: 2010-02-2.3-03; Тема: Всероссийская школа-семинар студентов, аспирантов и молодых ученых по тематическому направлению деятельности национальной нанотехнологической сети «Функциональные наноматериалы для космической техники»).

ISBN 978-5-94506-284-9

1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Целью работы является практическое знакомство с основными зондовыми методами исследования поверхности электропроводных и диэлектрических наноматериалов, изучение принципов работы сканирующего зондового микроскопа с элементами инженерного тренинга.

2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

2.1. Применение сканирующей зондовой микроскопии

Последние два десятилетия мы являемся свидетелями интенсивного развития миниатюризации, основанной на микро- и нанотехнологиях, а также ее использования в расширяющемся списке областей науки и техники, включающих биологию, химию, микроэлектронику, технологии высокоплотного хранения данных, космическую отрасль и др. Стимулом в исследованиях становится высокая интеграция и междисциплинарный подход, необходимые, чтобы соответствовать требованиям теории и практики.

Первый подход в миниатюризации основан на достижениях современного материаловедения и характеризуется непрерывным уменьшением размеров микроэлектронных устройств. Необходимые для его реализации технологии основаны на литографии (например, ЛИГА-процесс) и охватывают размерный диапазон вплоть до 10 нм [1]. Появившиеся в течение последних лет достаточно дешевые решения в данной области дают право надеяться на внедрение этой технологии во всех лабораториях микроэлектронной промышленности, а также на проникновение ее в другие сферы. Необходимо отметить также, что достижения и перспективы дальнейшей миниатюризации в литографии, переход ее на качественно новый уровень – нанолитографию – в значительной степени связаны с использованием сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ).

Противоположный подход основывается на поатомном или помолекулярном строительстве функциональных элементов [2]. Данные исследования находятся пока в начальной фазе, но уже сейчас очевидно, что для реализации подобного подхода потребуются, в частности, надежные методы управления процессом изготовления и контроля над свойствами наномасштабных объектов. Здесь, как и в первом случае, именно сканирующая зондовая микроскопия обеспечивает необходимые средства для изготовления и исследованияnanoструктур.

Сканирующий зондовый микроскоп – это инструмент со множеством возможностей [3]. С его помощью можно строить реальные трехмерные

изображения с широким динамическим диапазоном, схватывающим традиционные «сфераe деятельности» оптических и электронных микроскопов. Первичная функция СЗМ состоит в получении информации о топографии с разрешением вплоть до атомного. Современный сканирующий зондовый микроскоп также дает возможность измерять такие физические свойства, как, например, проводимость поверхности, работу выхода электрона [4], химические [5] и теплофизические свойства [6], микромеханические свойства тонких покрытий и слоев [7], жесткость поверхности, картировать распределение на ней статических зарядов, магнитных полей и др. Современные приложения СЗМ весьма разнообразны. Для работы микроскопа не требуется высокий вакуум, в отличие от электронных микроскопов других типов. Он может работать на воздухе и даже в жидкой среде. Применение СЗМ позволяет выявить особенности кристаллического строения поверхности различных материалов, её шероховатость с нанометровым разрешением, наблюдать закономерности зародышеобразования при выращивании плёнок, изучать вирусы, молекулы ДНК и т.д. Данная группа методов является наиболее широко используемой в области наноматериалов и нанотехнологий.

Сегодня конструкция зондовых микроскопов интенсивно развивается. Об этом свидетельствует неснимающийся объем публикаций, представляющих новые СЗМ-методики. Обобщенная структура сканирующего зондового микроскопа и реализуемые с его помощью измерения представлены на рис. 1. Каждый конкретный СЗМ содержит специфические компоненты, позволяющие решать специальные задачи.

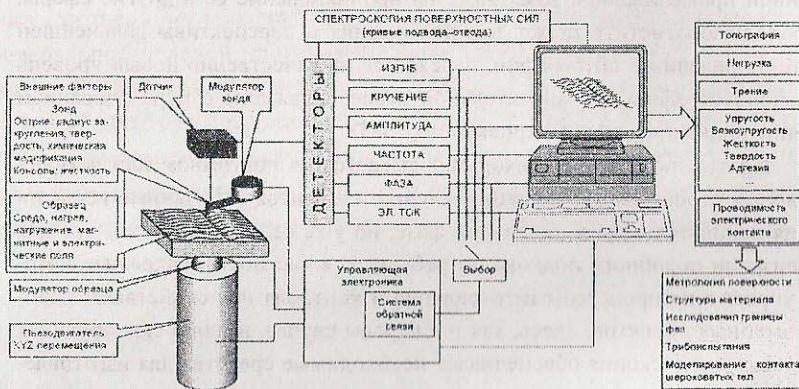


Рис. 1. Обобщенная структура сканирующего зондового микроскопа

2.2. Теоретические основы сканирующей зондовой микроскопии

В основе сканирующей зондовой микроскопии лежит детектирование локального взаимодействия, возникающего между зондом и поверхностью исследуемого образца при их взаимном сближении до расстояния $\sim \lambda$, где λ - характерная длина затухания взаимодействия «зонд-образец».

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. 2 схематично показан общий принцип организации обратной связи сканирующего зондового микроскопа.

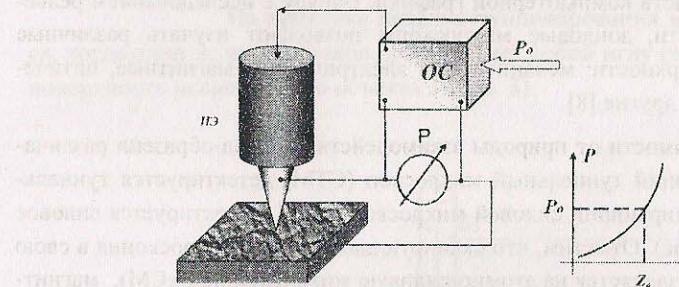


Рис. 2. Схема организации системы обратной связи зондового микроскопа

Система обратной связи поддерживает значение параметра P постоянным, равным величине P_0 , задаваемой оператором. Если расстояние зонд – поверхность изменяется (например, увеличивается), то происходит изменение (увеличение) параметра P . В системе ОС формируется разностный сигнал, пропорциональный величине $\Delta P = P - P_0$, который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент ИЭ. Исполнительный элемент отрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отводя его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Таким образом можно поддерживать расстояние зонд-образец с высокой точностью. В существующих зондовых микроско-

нах точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины $\sim 0.01 \text{ \AA}$.

Таким образом, при перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия P , обусловленное рельефом поверхности. Система ОС отрабатывает 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 [8].

В зависимости от природы взаимодействия «зонд-образец» различают: сканирующий тунNELНЫЙ микроскоп (СТМ, детектируется тунNELНЫЙ ток), сканирующий силовой микроскоп (ССМ, детектируется силовое взаимодействие). Отметим, что сканирующая силовая микроскопия в свою очередь подразделяется на атомно-силовую микроскопию (АСМ), магнитно-силовую микроскопию (МСМ), электросиловую микроскопию (ЭСМ) и т.п.

2.3. Сканирующая тунNELЛЬНАЯ микроскопия

По своей природе электрон обладает как волновыми, так и корпускулярными свойствами. Его поведение описывается с помощью решения уравнения Шредингера $(\frac{\hbar^2}{2m} \Delta \psi + E\psi = 0)$ – волновой функции $\psi(z) \approx \exp\left(\frac{ipz}{\hbar}\right)$, квадрат модуля которой характеризует плотность вероятности нахождения электрона в данной точке пространства в данный момент времени.

Расчеты показывают, что волновые функции электронов в атоме отличны от нуля и за пределами сферы, соответствующей поперечнику эффективного сечения атома (размеру атома). Поэтому при сближении атомов волновые функции электронов перекрываются раньше, чем начинает существенно сказываться действие межатомных сил отталкивания. Появляется возможность перехода электронов от одного атома к другому. Таким образом, возможен обмен электронами и между двумя телами, сближенными без механического контакта. Для обеспечения электрического тока между такими телами необходимо выполнение двух условий:

1. у одного тела должны быть свободные электроны (электроны проводимости), а у другого – незаполненные электронные уровни, куда могли бы перейти электроны;
2. между телами требуется приложить разность потенциалов, и её величина несравнимо мала в сравнении с той, что требуется для получения электрического разряда при пробое воздушного диэлектрического зазора между двумя телами.

Электрический ток, возникающий при заданных условиях, объясняется туннельным эффектом и называется туннельным током.

На практике явление туннелирования в СТМ реализуется, когда один из проводников представляет собой иглу (зонд) 1, а другой – поверхность исследуемого объекта 3 (рис. 3).

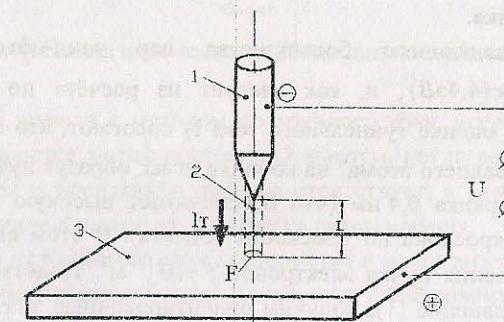


Рис. 3. Схема протекания туннельного тока между зондом и объектом: 1 - зонд; 2 - пучок электронов; 3 - объект (образец); U – разность потенциалов между зондом и объектом; I_t – туннельный ток; L – расстояние между зондом и объектом; F – площадь туннельного контакта

Электронам проводимости на острье зонда 1 необходимо получить определенную энергию, чтобы перейти в зону проводимости объекта 3. Величина этой энергии зависит от расстояния между зондом и поверхностью объекта L, разности потенциалов между ними U и величинами работы выхода электронов F_1 и F_2 с поверхности зонда и поверхности исследуемого объекта соответственно. При сближении зонда с поверхностью образца на расстояние $L \approx 0,5$ нм и приложении разности потенциалов $U \approx 0,1-1$ В между зондом и объектом возникает ток, обусловленный туннельным эффектом:

$$I_T = e \cdot n \cdot V \cdot D \cdot F \quad (1),$$

где $e=1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл – заряд электрона; $n \approx 10^{28} \text{ м}^{-3}$ – концентрация электронов проводимости; $V \approx 10^6$ м/с – скорость электронов; F – площадь поперечного сечения пучка электронов, м^2 ; D – вероятность прохождения электронов через зазор L в режиме туннельного эффекта, которая может быть оценена формулой

$$D \approx e^{-2k_0 L} \quad (2);$$

$$\text{коэффициент } k_0 = \sqrt{\frac{2m\Phi}{\hbar}}, \quad (3),$$

где $m=9,1 \cdot 10^{-31}$ кг – масса электрона; Φ – величина эффективного энергетического барьера системы зонд-образец, Дж; $\hbar=1,05 \cdot 10^{-34}$ Дж·с – постоянная Планка.

Для подавляющего большинства пар зонд-объект значение $\Phi \approx 7,2 \cdot 10^{-19}$ Дж (4,4 эВ), и, как следует из расчёта по формуле (3), $k_0 \approx 1,1 \text{ \AA}^{-1}$. При оценке туннельного тока I_T полагают, что поток электронов "стекает с крайнего атома" на кончике иглы, образуя пучок электронов 2 диаметром порядка 0,4 нм (что обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа по плоскости объекта). В этом случае площадь поперечного сечения пучка электронов $F \approx 10^{-19} \text{ м}^2$. Подставив расчётные параметры в уравнение (1), получим ориентировочные значения туннельного тока: $I_T \approx 3 \cdot 10^{-9}$ А. Туннельный ток экспоненциально зависит от расстояния между зондом и образцом: при увеличении расстояния на 0,1 нм показатель D и, соответственно, I_T уменьшаются почти в 10 раз. Это обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа по высоте объекта.

СТМ функционирует следующим образом (рис. 4).

Зонд подводят по вертикали (ось Z) к поверхности образца до появления туннельного тока. Затем перемещают зонд над поверхностью по

оси X, Y (производят сканирование), поддерживая постоянным ток посредством перемещения иглы зонда по нормали к поверхности. Вертикальное перемещение зонда для сохранения расстояния L прямо отражает рельеф поверхности образца. При работе СТМ расстояние между образцом и зондом $L \approx 0,3-1$ нм, поэтому вероятность нахождения между ними молекул воздуха при нормальных атмосферных условиях очень мала. Окружающая среда влияет только на чистоту исследуемой поверхности, определяя химический состав адсорбционных слоёв и окисление её активными газами атмосферы.

Первый такой прибор был создан в 1982 году сотрудниками исследовательской лаборатории фирмы IBM в Рюшликоне (Швейцария). За создание прибора Герду Биннику (Швейцария) и Генриху Рореру (Германия) в 1986 году была присуждена Нобелевская премия.

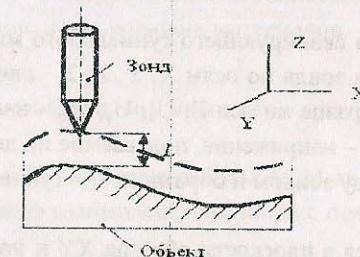


Рис. 4. Схема перемещения зонда над поверхностью объекта

Сегодня, наряду с методом постоянного тока, в туннельной микроскопии применяется метод постоянной высоты, когда вертикальное перемещение зонда относительно образца отсутствует, а рельеф оценивается изменением туннельного тока в процессе сканирования.

Каждый метод имеет свои достоинства и недостатки: метод постоянной высоты обеспечивает большую скорость сканирования, но в этом методе могут быть исследованы лишь достаточно гладкие поверхности. Метод постоянного тока позволяет сканировать неровные поверхности с высоким разрешением, но измерения требуют больше времени.

Блок-схема СТМ, работающего в режиме постоянного туннельного тока, представлена на рис. 5.

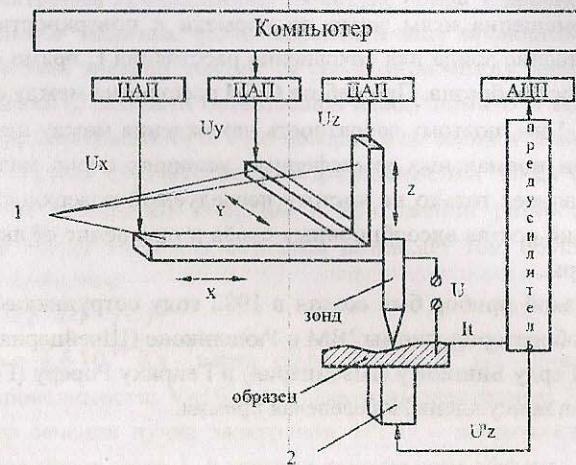


Рис. 5. Блок-схема сканирующего туннельного микроскопа: 1 – двигатели для перемещения зонда по осям X, Y, Z; 2 – двигатель для перемещения исследуемого образца по оси Z; U_x, U_y, U_z – напряжения, подаваемые на двигатели 1; U_t – напряжение, подаваемое на двигатель 2; U – разность потенциалов между зондом и образцом; I_t – туннельный ток

Зонд перемещается в плоскости образца XY и по нормали к ней Z с помощью трёх двигателей 1. Образец подводится к острию зонда с помощью двигателя 2. От цифроанalogового преобразователя (ЦАП) подаются напряжения U_x и U_y на X-, Y-двигатели 1, управляющие сканированием зонда в плоскости XY объекта. На Z-двигатель 1 подается напряжение U_z обратной связи $U_z = f(I_t)$, и двигатель начинает перемещать зонд по нормали к поверхности образца до тех пор, пока туннельный ток I_t цепи зонд – образец не будет стабилизирован на заданном уровне. Таким образом, изменение U_z при сканировании поверхности $U_z = f(U_x, U_y)$ будет количественно отражать характер изменения рельефа поверхности $z = f(x, y)$. Для регистрации этих зависимостей используется компьютер, обрабатывающий сигнал из аналогово-цифрового преобразователя (АЦП). Это позволяет быстро менять параметры эксперимента, проводить математическую обработку трёхмерного массива данных, запоминать и выводить данные в различной форме. Сигнал на АЦП поступает из предусилителя, который служит для усиления туннельного тока. К двигателям перемещения зонда и образца предъявляются жесткие требования. Во-первых, они должны обеспечивать, по возможности, большие перемещения при высокой жесткости устройст-

ва, что необходимо для защиты СТМ от механических вибраций. Поэтому они должны обладать высокими частотами собственных механических колебаний, что желательно и для обеспечения быстродействия. Во-вторых, задаваемые перемещения должны быть воспроизводимы и, по возможности, линейно зависеть от управляющего напряжения. В-третьих, учитывая, что даже в термоскомпенсированной конструкции локальные источники тепла приводят к появлению градиента температур и вызывают искажения линейных размеров деталей конструкции микроскопа, необходимо уменьшать мощность управляющих сигналов. Этим требованиям наиболее полно удовлетворяют двигатели из пьезокерамики, обладающей высоким коэффициентом преобразования электрической энергии в механическую (до 40 %).

Имея высокую чувствительность, сканирующие туннельные микроскопы сделали возможным визуализацию атомов проводников и полупроводников. Но в силу конструктивных ограничений, на СТМ невозможно получить изображение непроводящих материалов.

2.4. Атомно-силовая микроскопия

В отличие от СТМ в основе работы АСМ лежит использование различных видов силового взаимодействия зонда с поверхностью, а не эффекта туннелирования.

С помощью атомно-силовых микроскопов можно получать изображения поверхности как проводящих, так и непроводящих материалов с атомарным разрешением. Дополнительным преимуществом АСМ является возможность наряду с измерениями топографии поверхностей визуализировать их электрические, магнитные, упругие и др. свойства.

На рис. 6 схематически представлена кривая зависимости межатомной силы от расстояния между острием зонда и образцом. По мере приближения зонда к поверхности атомы зонда начинают все сильней притягиваться к атомам образца. Сила притяжения будет возрастать до тех пор, пока атомы не сблизятся настолько, что их электронные облака начнут отталкиваться электростатически. При дальнейшем уменьшении межатомного расстояния электростатическое отталкивание экспоненциально ослабляет силу притяжения. Эти силы уравновешиваются при расстоянии между атомами порядка двух ангстрем.

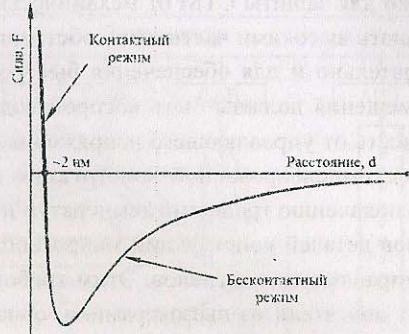


Рис. 6. Зависимость силы межатомного взаимодействия от расстояния между острием и образцом

В АСМ зондовый датчик силового взаимодействия состоит из игольчатого зонда 1 (Рис.7), закрепленного на трубчатой пьезоэлектрической консоли 2, которая, в свою очередь, закреплена на неподвижном основании 3. Поскольку консоль на английском языке называется cantilever, то для консоли, несущей зонд на свободном конце, установлено название кантileвер.

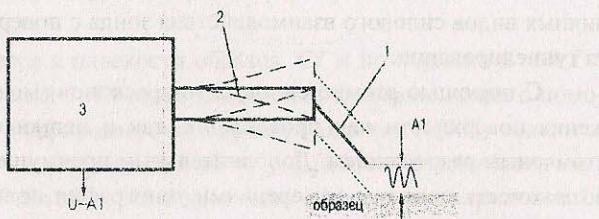


Рис. 7. Принцип регистрации силового взаимодействия

Силы взаимодействия зонда с поверхностью разделяют на короткодействующие и дальнодействующие. Короткодействующие силы возникают на расстоянии порядка 1-10 ангстрем при перекрытии электронных оболочек атомов острия зонда и поверхности и быстро падают с увеличением расстояния. В короткодействующее взаимодействие с атомами поверхности вступает только несколько атомов (в пределе один) острия иглы. При получении изображения поверхности с помощью этого типа сил АСМ работает в контактном режиме.

Возникновение дальнодействующих сил обусловлено ван-дер-ваальсовым, электростатическим или магнитным взаимодействием. Такие силы характеризуются более слабой зависимостью от расстояния и проявляются при величине зазора зонд - образец от единиц до нескольких тысяч ангстрем. Существенно, что в дальнодействующее взаимодействие в силу его сравнительно слабого спада с увеличением расстояния вносят вклад значительное число атомов, образующих острие зонда. Исследование поверхности при использовании дальнодействующих сил производится в бесконтактном режиме.

В зависимости от типа взаимодействия АСМ может работать в одном из следующих режимов. В контактном режиме (соответствует области отталкивания на графике межатомных сил) зонд прижимается к образцу и его отклонение вызвано взаимным отталкиванием атомов острия зонда и поверхности в результате перекрытия их электронных оболочек и кулоновского отталкивания ядер. В бесконтактном режиме (соответствует области притяжения на графике межатомных сил) АСМ отслеживает притягивающие ван-дер-ваальсовые силы между острием сканирующего зонда и образцом. Зазор между острием и образцом обычно составляет 5-10 нм.

Промежуточное положение между контактным и бесконтактным занимает режим периодического кратковременного контакта кантileвера с поверхностью в процессе сканирования: режим "обстукивания" (tapping mode). В этом режиме консоль колеблется на собственной резонансной частоте с высокой амплитудой $\sim 50-100$ нм. При таких амплитудах игла соприкасается с поверхностью образца в момент максимального отклонения консоли вниз от положения равновесия, что существенно изменяет частоту, фазу и амплитуду его колебаний. Этот режим характеризуется более высоким разрешением в горизонтальной плоскости по сравнению с контактным режимом.

3. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

3.1. Оборудование и материалы

В качестве объекта исследования в работе используются неоднородная поверхность Au на Si подложке и структурированная тонкая пленка Si на ситаловой подложке.

Процесс сканирования топографии и электрополевая локальная деформация поверхности проводились в режимах сканирующей тунNELьной микроскопии при постоянном тунNELьном токе и атомно-силовой микроскопии.

В режиме тунNELьной микроскопии для СЗМ СММ-2000 в качестве зонда использовалась проволока из сплава Pt_{0.8}Ir_{0.2}, срезанная при помощи ножниц под углом 45°.

В режиме атомно-силовой микроскопии применялись зонды-кантileверы с длинными (более 200 мкм) и мягкими (нитрид кремния, жесткость менее 0.05 Н/м) балками фирмы Veeco, США (разработка фирмы Park Scientific, США) марки MSCF-AUNM.

Рабочий инструмент для исследования и модификации поверхности – сканирующий зондовый микроскоп СММ-2000.

Микроскоп СММ-2000 (рис. 8) состоит из тяжелого (1.2 кг) литого латунного тела (якоря) со сложными пазами и четырьмя выступами, на котором собрана прецизионная кинематика микроскопа. Из-за высокой теплопроводности латуни на неё всегда приходится небольшой перепад градиента температур, что в совокупности с центральной симметричностью якоря и всей конструкции микроскопа обеспечило низкий температурный дрейф по X и Y (не более 1 нм/гр.). Жесткость отлитого якоря и его небольшие размеры (50 мм по высоте) определили высокую частоту его основного механического резонанса (8 кГц), что обеспечило невосприимчивость микроскопа к вибрациям и звуковым помехам. Если установить микроскоп на отдельном столике (не на столе с компьютером, создающим вибрацию вентиляторами) и не в той стороне, куда дуют либо вентиляторы компьютера, либо кондиционер, либо сквозняк из-под окна или двери, то даже без использования встроенной в микроскоп виброподвески микроскоп будет давать разрешение на уровне 10 Ангстрем.

В центре внутри якоря прикреплён сканер, представляющий собой пьезотрубку с разделёнными X, Y и Z электродами и верхним фланцем, к которому прикручивается держатель образца с образцом. Сканер осуществляет сканирование образцом относительно подающейся к поверхности

образца игле, в результате чего формируется кадр. Игла (СТМ или АСМ) укрепляется на столике (СТМ или АСМ), а столик стоит на «опорах» – шариках, вклеенных в верхние фланцы трёх пьезотрубок, стоящих на цилиндрическом «ползуне».

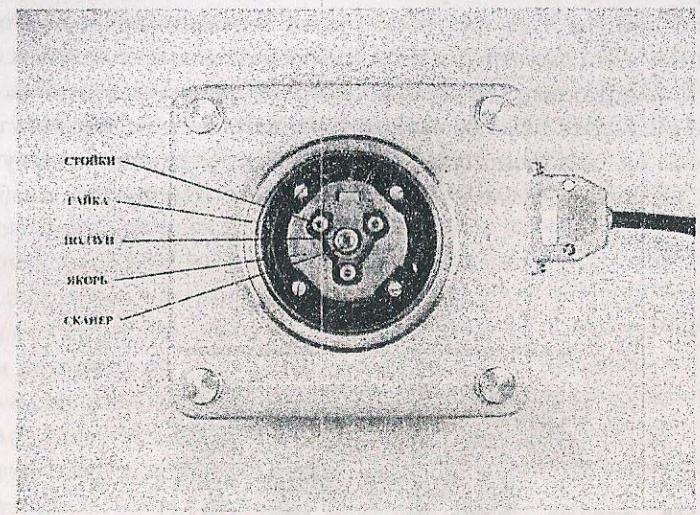


Рис. 8. Микроскоп СММ-2000, вид сверху

Столики могут скользить по шарикам вбок на 3 мм в каждую сторону, т.к. имеют снизу полированные сапфировые пластинки, которыми они стоят на шариках. Передвигать столики вбок оператор может как вручную, так и точными шагами (0.1 – 2 мкм) от компьютера, подающего при этом на систему из трёх пьезотрубок управляющие напряжения. Передвигая столики, оператор таким образом ориентирует иглу (СТМ или АСМ) на нужное место на образце, видя горизонтально лежащую поверхность образца и подводящуюся сбоку иглу в оптический микроскоп типа МБС-10, под который из-за малого размера (150/150/60мм) без проблем ставится микроскоп СММ-2000.

Для подачи иглы по вертикали к образцу или от образца служит система из 6 пьезотрубок, укреплённых на якоре. На конце они имеют фланцы с аналогично вклейными шариками, которыми они давят на три вертикальные полированные сапфировые направляющие, укреплённые на ползуне, по две трубы снизу и сверху на каждую направляющую. Давление дозировано пружинами так, что массы ползуна со столиком не хватает для

проскальзывания их вниз из-за действующей на них силы тяжести. Подача на эти 6 пьезотрубок особых управляющих напряжений приводит к пошаговому поднятию или опусканию ползуна, и, таким образом, к подводу или отводу иглы относительно образца.

При сканировании напряжения на шести пьезотрубках поднятия-опускания ползуна и на трёх пьезотрубках перемещения столика по XY обнуляются, и эти пьезотрубки в это время представляют собой пассивные элементы конструкции. Отсутствие люфтов в системе подачи иглы и отсутствие выделения тепла на пьезотрубках, в отличие от люфтов и теплоизделия на электромоторах, применяемых в других конструкциях СТМ/АСМ, также привело к невосприимчивости конструкции к вибрациям.

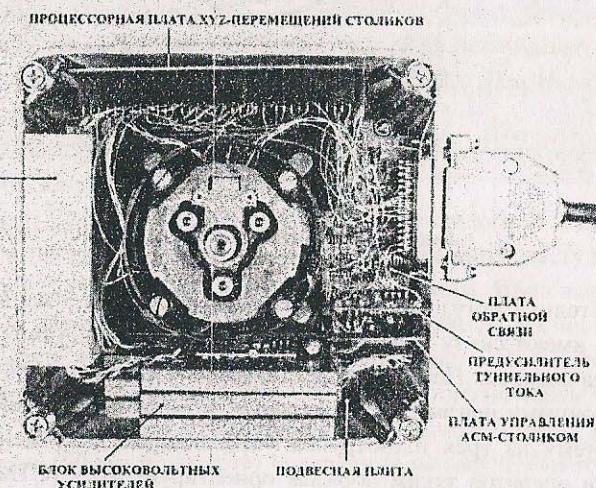


Рис. 9. Микроскоп СММ-2000 внутри

Внутри корпуса микроскопа (рис. 9) на четырёх пружинах подвешена тяжёлая плита (1.5 кг), на которую в свою очередь подвешен латунный якорь со сканером и системой подачи иглы. Из-за такой двойной подвески частота, на которой колеблется якорь при ударе или других воздействиях на корпус или стол, на котором стоит микроскоп, составляет всего 2 Гц. Виброгашение достигает 60 дБ, т.е. в 1000 раз. Такой результат был дос-

тигнут особым расчётом виброподвески, с учётом дополнительного резонансного эффекта погашения вибраций при равенстве произведений жёсткости на массу для обеих ступеней подвески. Это даёт в итоге разрешение вплоть до атомарного на сканере с полем до 16/16 мкм.

На подвесной плате (рис. 9) внутри микроскопа смонтирована вся электроника микроскопа – плата поддержания заданного значения сигнала (плата обратной связи), предусилитель туннельного тока, плата управления атомно-силовым столиком, процессорная плата XYZ-перемещениями столиков, блок питания и плата высоковольтных усилителей. Блок питания представляет собой преобразователь напряжения питания от компьютера, к которому подключается микроскоп, в прецизионные низковольтные и высоковольтные питание для схем микроскопа, и имеет высокий коэффициент полезного действия (около 90%). Высоковольтные усилители собраны из дискретных элементов по специально разработанной сверхнизкопотребляющей схеме (ток покоя 0.1 мА при напряжении питания 300В и частотном диапазоне до 50 кГц). Общая потребляемая мощность всей электроники составила всего 2 Ватта, что позволило этому микроскопу быть первым и единственным в мире зондовым микроскопом, работающим в от ноутбука, причём не сильно уменьшая при этом рабочее время разряда его батареи.

Подключение микроскопа осуществляется посредством шнура с процессорной PCMCIA-платой аналого-цифрового ввода-вывода «SMM-2000 I/O PCMCIA card» на другом конце, вставляющейся в ноутбук без выключения питания последнего. Для подключения к настольному компьютеру внутрь него на шину PCI предварительно вставляется плата «PCI-PCMCIA bridge», организующая такое же гнездо подключения, как и в ноутбуке (PCMCIA).

Для визуализации и наблюдения за СТМ-зондом, его перемещением и подведением к образцу СЗМ СММ-2000 установлен под оптический микроскоп МБС-10. В окуляр МБС-10 установлена цифровая фото-видеокамера SM-120, подключенная через USB коннектор к ЭВМ.

Схема лабораторного стенда представлена на рис. 10.

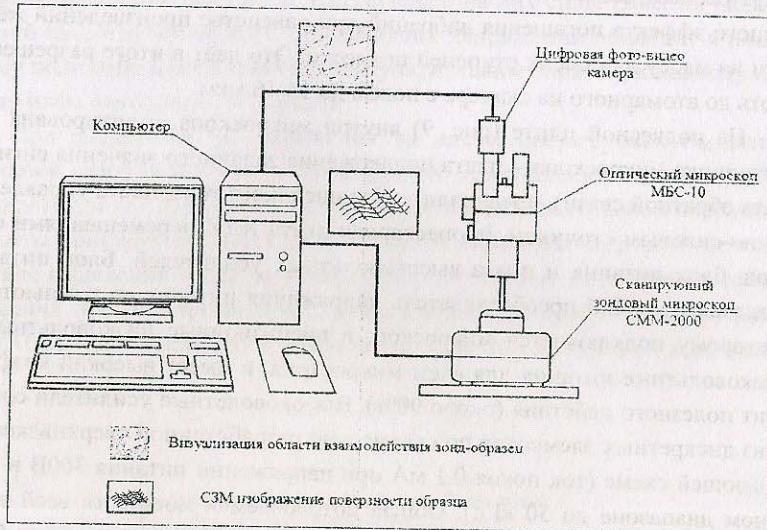


Рис. 10. Схема лабораторного стенда

3.2. Результаты экспериментальных наблюдений

Топология поверхности неоднородной тонкой пленки Au на Si подложке изучается методами сканирующей тунNELьной (СТМ) (рис. 12, а) и атомно-силовой (АСМ) (рис. 12, б) микроскопии на приборе СММ-2000, контрольные измерения проводятся методами растровой электронной микроскопии и электронно-зондового рентгеновского микроанализа на приборе Zeiss (рис. 11).

На примере данного образца анализируются две особенности, оказывающие существенное влияние при интерпретации: эффект уширения профиля в АСМ режиме при проведении исследований отдельных микрообъектов [36] и эффект занижения высот СТМ-изображения объектов исследования, адсорбированных на поверхность непроводящей подложки.

Эффект уширения заключается в том, что отдельные микрообъекты, адсорбированные на плоскую подложку и визуализированные АСМ, имеют завышенные значения ширины профиля. Этот эффект может быть полезен. Так, например, при АСМ исследованиях нуклеиновых кислот в работе [9] он облегчает идентификацию молекул: «уширенные» молекулы (ширина профиля молекулы ДНК завышается в 5-10 раз) легче обнаружить

на кадре значительной площади, что облегчает набор статистики. В силу этого, при исследовании нуклеиновых кислот эффект уширения позволяет обходится без дополнительного контрастирования макромолекул (комплексообразованием с белками и пр.).

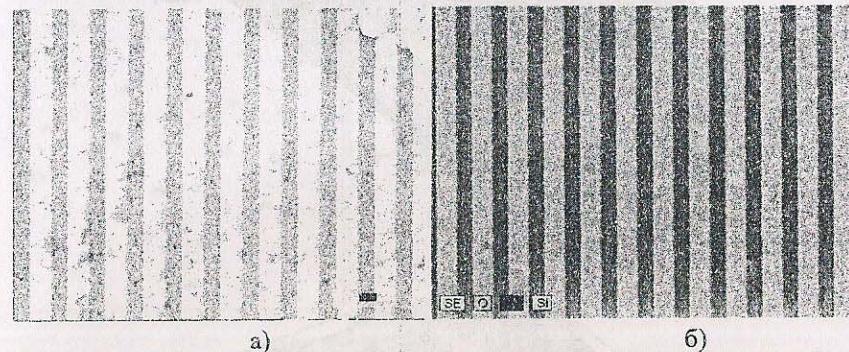


Рис. 11. Изображение поверхности Au на Si подложке методом:
а) растровой электронной микроскопии, б) электронно-зондового рентгеновского микроанализа

Эффект занижения высоты профиля в СТМ-режиме проявляется при рассмотрении отдельно расположенных проводящих объектов с большими высотными характеристиками на полупроводящей или непроводящей структуре. Суть явления кроется в физической основе СТМ, неразрывно связанной с эффектом туннелирования электронов между зондом и образцом, а следовательно, с невозможностью отображения топографии поверхности непроводящей структуры (рис. 13).

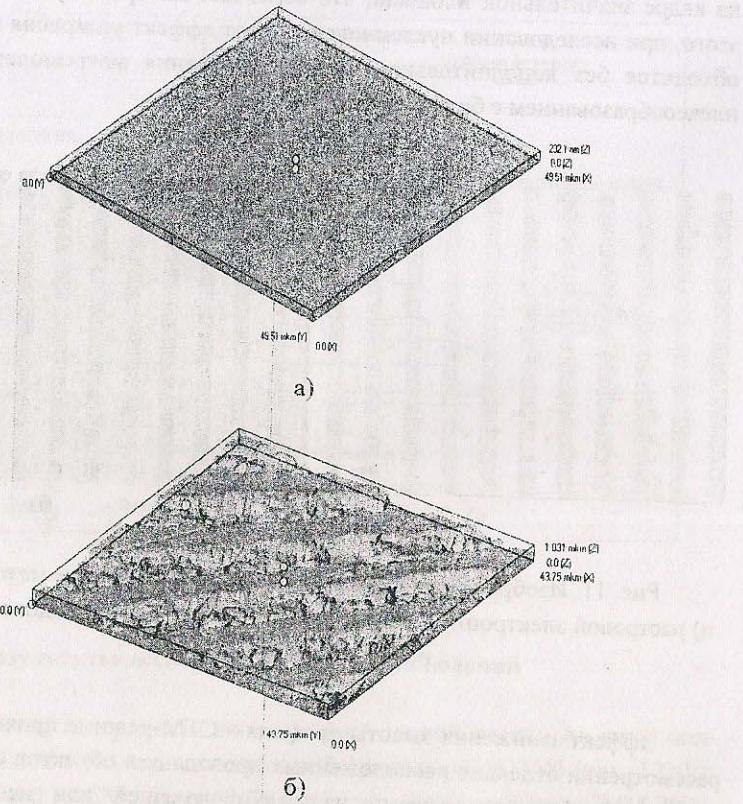


Рис. 12. Изображение поверхности неоднородной Au пленки на Si подложке методами: а) СТМ, б) АСМ

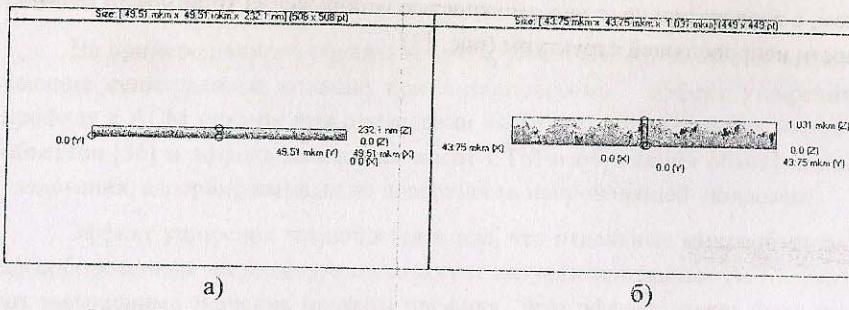


Рис. 13. Эффект занижения рельефа в СТМ-изображении (а) по сравнению с АСМ-изображением (б)

Изображение поверхности структурированной тонкой пленки Si на силовой подложке получено методом сканирующей туннельной микроскопии на приборе СММ-2000 (рис. 14).

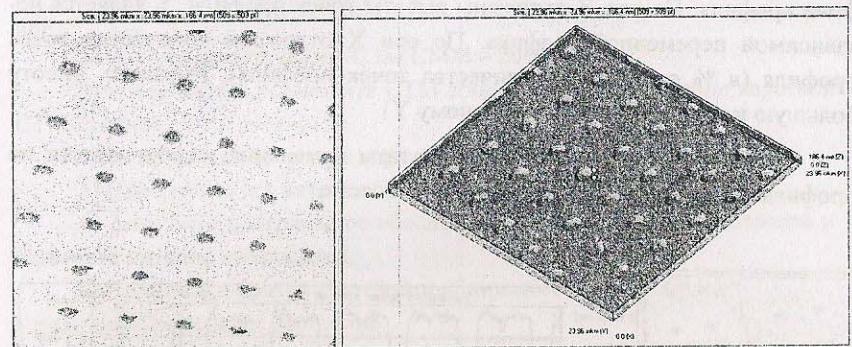


Рис. 14. Изображение поверхности структурированной тонкой пленки Si на силовой подложке методом сканирующей туннельной микроскопии

Проводится определение параметров шероховатости изображаемой поверхности скана по профилю, полученному в заданном сечении, и по прямоугольной области (интегральный профиль). Во втором случае профиль строится с помощью объединения профилей, полученных в результате сечения поверхности по линиям, параллельным сторонам выбранного прямоугольника: линии (сечения) проводятся параллельно оси X или параллельно оси Y с расстоянием между ними, определяемым параметрами настройки. Для каждой из линий строится профиль, у него исключается наклон. Затем у каждого из полученных профилей выделяется центральная часть (часть, лежащая между ближайшими к концам профиля нулями, т.е. точками пересечения профиля с его средней линией). Интегральный профиль получается объединением ("склеиванием") центральных частей всех профилей в один общий профиль.

Измерительное окно содержит три графика - график построенного программой для профиля сечения или выбранного прямоугольника интегрального профиля, гистограмму распределения точек профиля по высотам и график распределения по высоте профиля интеграла от гистограммы. Гистограмма высот точек профиля Hist построена следующим образом. Ось Y гистограммы совпадает с осью Y графика профиля. По оси Y отложены высоты точек профиля. Y является независимой переменной графи-

ка. По оси X отложено количество точек профиля (в % от общего количества точек профиля), имеющих данную высоту (данное Y). График распределения интеграла от гистограммы высот точек профиля Bearing строится аналогичным образом. Ось Y графика интеграла совпадает с осью Y графика профиля. По оси Y отложены высоты точек профиля. Y является независимой переменной графика. По оси X отложено количество точек профиля (в % от общего количества точек профиля), имеющих высоту большую или равную данной (данному Y).

На рис. 15 представлены результаты измерения шероховатости по профилю сечения и по прямоугольной области.

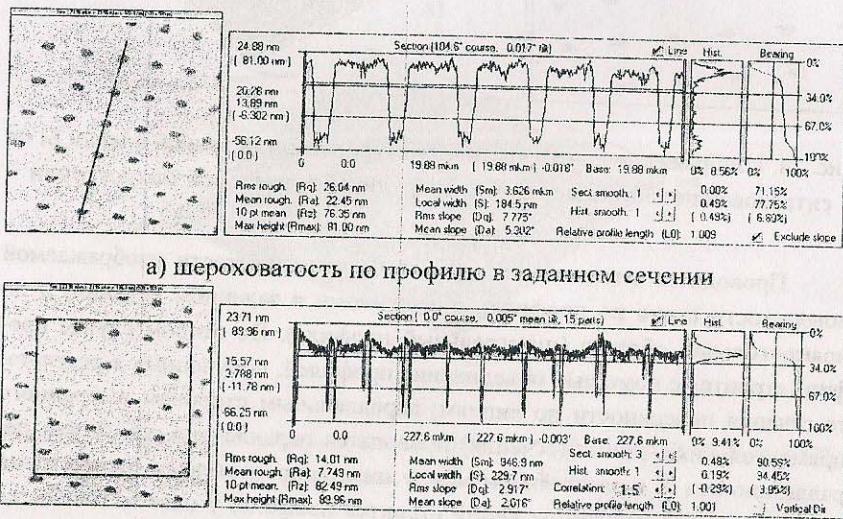


Рис.15. Измерения шероховатости поверхности структурированной пленки Si

3.3. Задание к выполнению экспериментальной части

- 1) Изучите основные принципы сканирующей зондовой микроскопии.
- 2) Изучите конструкцию СЗМ СММ – 2000.
- 3) Изготовьте и установите СТМ-зонд. Приподнимите зонд кареткой СТМ-столика.
- 4) Установите образец на держатель образца.
- 5) Прикрутите держатель образца к фланцу сканера.
- 6) Запустите программное обеспечение микроскопа «Scan Master» и включите питание микроскопа.
- 7) Поднимите ползун системы приближения зонда к образцу в максимально верхнее состояние.
- 8) Выключите питание микроскопа.
- 9) Установите СТМ-столик с СТМ-зондом.
- 10) Установите минимально допустимый (~ 0,5 мм) зазор между СТМ-зондом и образцом механическим закручиванием винта каретки СТМ-столика.
- 11) Вставьте разъем от зонда в одноконтактное гнездо справа в окне микроскопа.
- 12) Включите питание микроскопа.
- 13) Произведите настройку СТМ-режима.
- 14) Подведите СТМ-иглу к тестовому образцу.
- 15) Провести СТМ-сканирование заданного участка образца.
- 16) Измерить шероховатость поверхности по профилю и по прямоугольной области.
- 17) Отведите зонд от образца на безопасное расстояние.
- 18) Выключите микроскоп.
- 19) Снимите СТМ-столик.
- 20) Выкрутите держатель образца из фланца сканера.
- 21) Установите кантilever в АСМ-столик.
- 22) Прикрутите держатель образца к сканеру.
- 23) Приклейте образец сверху на держатель образца с помощью двухстороннего скотча так, чтобы образец не заходил под пружину крепления кантilevera и чтобы она не коснулась его раньше самого кантilevera.
- 24) Включите питание микроскопа.
- 25) Поднимите ползун системы приближения зонда к образцу в максимально верхнее положение.

- 26) Выключите питание микроскопа.
- 27) Установите ACM-столик, подобрав оптимальный ($\geq 0,5$ мм) зазор между кантileвером и образцом.
- 28) Настройте ACM-столик.
- 29) Провести ACM-сканирование заданного участка образца.
- 30) Измерить шероховатость поверхности по профилю и по прямуюгольной области.
- 31) Отведите зонд от образца на безопасное расстояние.
- 32) Выключите микроскоп.

4. ПРЕДМЕТ ОБСУЖДЕНИЯ НА СЕМИНАРСКОМ ЗАНЯТИИ:

- наблюдаемые эффект уширения профиля в ACM режиме и эффект занижения высот STM-изображения объекта исследования;
 - суть каждого из явлений. Их вредное и положительное влияние при изученииnanoобъектов различной природы.
- Участники семинара высказывают свою точку зрения на артефактное влияние данных явлений и их возможное использование (например, в биологии, медицине и др.). Предполагается дискуссионное обсуждение природы этих явлений и их возможного применения.

5. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

Сканирующий зондовый микроскоп не является источником повышенной опасности. Для стабильной и надежной работы микроскопа необходимо соблюдать следующие меры предосторожности:

- 1) Не подвергать микроскоп и основание, на котором он находится, механическим воздействиям (ударам, толчкам, тряске);
- 2) Соблюдать правила работы на персональном компьютере, управляющий микроскопом, в том числе и порядок выключения.

6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1) Каким образом функционирует STM?
- 2) В чем заключается основное различие STM и ACM методов?
- 3) Назовите основные режимы работы ACM.
- 4) На каком расстоянии зонда от поверхности возникают короткодействующие силы?
- 5) Какова зависимость величины туннельного тока в STM от расстояния между зондом и подложкой?

- 6) Опишите механизмы отражения рельефа поверхности образца при сканировании зонда над ней в различных режимах.
- 7) Назовите основные различия конструкции STM и ACM режимов.
- 8) Эффект уширения профиля в ACM режиме и эффект занижения высот STM-изображения объекта исследования. Какова природа этих явлений?
- 9) Выскажите свою точку зрения о возможности использования, например, эффекта уширения при исследовании объектов (биологических и др.).

7. ЛИТЕРАТУРА

1. Lawes R.A. Future trends in high-resolution lithography // Applied Surface Science, 154–155 (2000), 519–526.
2. Gauthier S. Atomic and molecular manipulations of individual adsorbates by STM // Applied Surface Science, 164 (2000), 84–90.
3. Суслов А. А., Чижик С. А. Сканирующие зондовые микроскопы (обзор) // Материалы, технологии, инструменты, 1997, №3, 78–89.
4. Bhushan B., Goldade A. V. Measurements and analysis of surface potential change during wear of single-crystal silicon (100) at ultralow loads using Kelvin probe microscopy // Applied Surface Science, 157 (2000), 373–381.
5. Nakasa A., Akiba U., Fujihira M. Self-assembled monolayers containing biphenyl derivatives as challenge for nc-AFM // Applied Surface Science, 157 (2000), 326–331.
6. Gorbunov, V. V., Fuchigami, N., Hazel, J. L., Tsukruk, V. V. Probing Surface Microthermal Properties by Scanning Thermal Microscopy // Langmuir, 15-24 (1999), 8340 – 8343.
7. Chizhik S.A., Huang Z., Gorbunov V.V., Myshkin N.K., Tsukruk V.V. Micromechanical properties of elastic polymeric materials as probed by scanning force microscopy // Langmuir. – 1998.– Vol.14, №9.– P.3012–3015.
8. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии// Российская Академия Наук. – 2004. – С.8-9.
9. Галлямов М.О., Яминский И.В. Сканирующая зондовая микроскопия нуклеиновых кислот – Москва, 1998.

Учебное издание

Сканирующая зондовая микроскопия в исследовании поверхностной
структуре наноматериалов

Составители: ЛЬВОВ Борис Глебович
БОНДАРЕНКО Геннадий Германович
НИКОЛАЕВСКИЙ Анатолий Владимирович

Редактор Е.С. Резникова
Технический редактор О.Г. Завьялова

Подписано в печать 24.11.2010. Формат 60x84/16. Бумага офсетная №2.
Ризография. Усл. печ. л. 1,6. Уч.-изд. л. 1,4. Изд. № 118. Тираж 50 экз.

Заказ 214 . Бесплатно.

Московский государственный институт электроники и математики.
109028, Москва, Б. Трехсвятительский пер., 3/12.
Отдел оперативной полиграфии Московского государственного
института электроники и математики.
113054, ул. М. Пионерская, 12.