

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

---

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Омский государственный технический университет»

---

# **ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

Методические указания к лабораторным работам

Омск  
Издательство ОмГТУ  
2013

Составители: М. А. Зверев, канд. техн. наук, доцент;  
А. М. Ласица, канд. техн. наук, доцент;  
Е. А. Рогачев, канд. техн. наук, старший преподаватель  
Кафедра физики

Методические указания к лабораторным работам по дисциплине «Зондовая микроскопия» содержат краткие теоретические сведения, порядок выполнения лабораторных работ и контрольные вопросы.

Предназначены для студентов, обучающихся по направлению 210600.62 – «Нанотехнология», а также могут быть использованы в образовательном процессе студентами технических специальностей и направлений подготовки, изучающими высокотехнологические методы исследований.

*Печатается по решению редакционно-издательского совета  
Омского государственного технического университета*

## ПОЛУЧЕНИЕ СЗМ ИЗОБРАЖЕНИЯ. ОБРАБОТКА И ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

**Цель работы.** Изучение основ сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), конструкции и принципов работы прибора NanoEducator, получение изображения методом атомно-силовой микроскопии, приобретение навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

**Приборы и принадлежности.** Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator, набор образцов.

### Краткие теоретические сведения

Принципиальная схема сканирующего зондового микроскопа приведена на рис. 1.1. СЗМ состоит из следующих основных компонентов: 1 – зонд; 2 – образец; 3 – пьезоэлектрические двигатели  $x$ ,  $y$ ,  $z$  для прецизионного перемещения зонда над поверхностью исследуемого образца; 4 – генератор развертки, подающий напряжения на пьезодрайверы  $x$  и  $y$ , обеспечивающие сканирование зонда в горизонтальной плоскости; 5 – электронный датчик, детектирующий величину локального взаимодействия между зондом и образцом; 6 – компаратор, сравнивающий текущий сигнал в цепи датчика  $V(t)$  с изначально заданным  $V_s$ , и, при его отклонении, вырабатывающий корректирующий сигнал  $V_{fb}$ ; 7 – электронная цепь обратной связи, управляющая положением зонда по оси  $z$ ; 8 – компьютер, управляющий процессом сканирования и получением изображения (9).

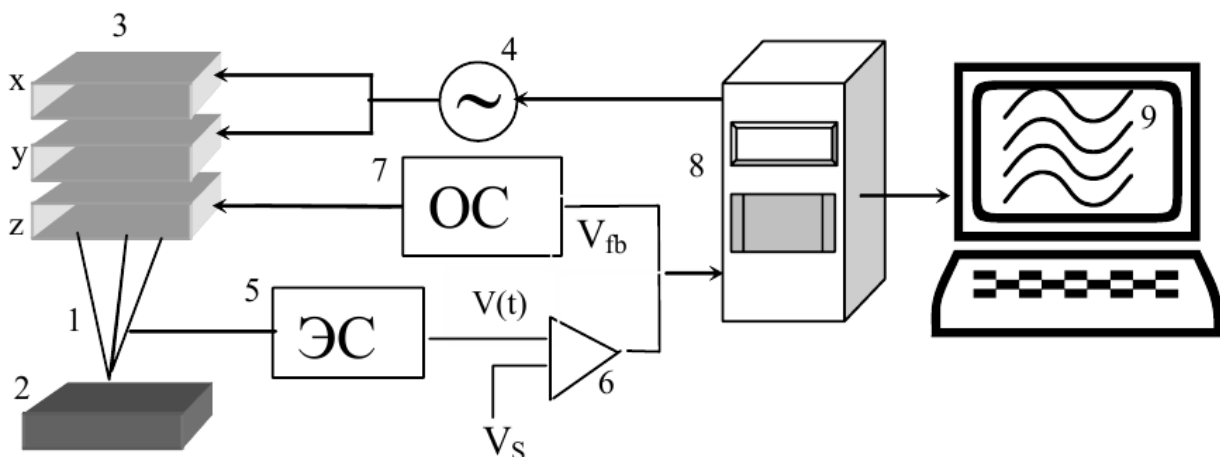


Рис. 1.1. Общая схема сканирующего зондового микроскопа

Процесс сканирования поверхности в СЗМ (рис. 1.2) имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электронно-лучевой 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, подаваемых с генератора развертки (обычно, цифро-аналогового преобразователя). Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

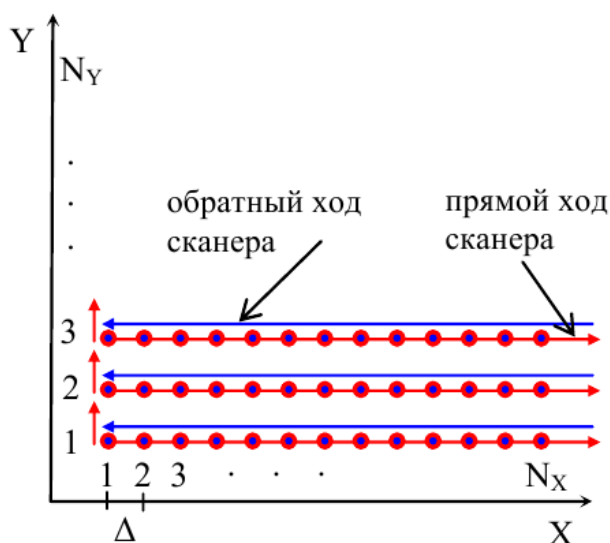


Рис. 1.2. Схематическое изображение процесса сканирования

К числу основных параметров, выбираемых перед началом сканирования, относятся размер скана, шаг сканирования, скорость сканирования. Параметры сканирования выбираются исходя из предварительных данных (размера характерных поверхностных особенностей), которые имеются у исследователя об объекте исследования.

Различают контактный, неконтактный и прерывисто-контактный («полуконтактный») способы проведения силовой микроскопии. Использование контактного способа предполагает, что зонд упирается в образец. При применении неконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия далекодействующих притягивающих сил. Силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил. Поэтому для их детектирования обычно используется модуляционная методика. Для этого с помощью пьезовибратора кантилевер (от англ. cantilever – консоль) раскачивается по вертикали на резонансной частоте.

Вдали от поверхности амплитуда колебаний кантилевера имеет максимальную величину. По мере приближения к поверхности вследствие действия градиента сил притяжения резонансная частота колебаний кантилевера и амплитуда колебаний изменяются, что фиксируется детекторами. При «полуконтактном» способе измерений также применяется модуляционная методика измерения силового взаимодействия. В «полуконтактном» режиме зонд частично касается поверхности, находясь попеременно как в области притяжения, так и в области отталкивания.

Для контролируемого перемещения зонда на сверхмалых расстояниях в СЗМ используются пьезоэлектрические двигатели, обеспечивающие прецизионное механическое взаимное перемещение зонда и образца. Работа большинства пьезоэлектрических двигателей, применяемых в современных СЗМ, основана на использовании обратного пьезоэффекта, который заключается в изменении размеров пьезоматериала под действием электрического поля. Основой большинства применяемых в СЗМ пьезокерамик является состав  $Pb(ZrTi)O_3$  (цирконат-титанат свинца) с различными добавками.

Конструкции из пьезокерамики, обеспечивающие перемещение по трем координатам  $x$ ,  $y$  (в латеральной плоскости образца) и  $z$  (по вертикали), называются «сканерами». Существует несколько типов сканеров, наиболее распространенными из которых являются треногий и трубчатый (рис. 1.3).

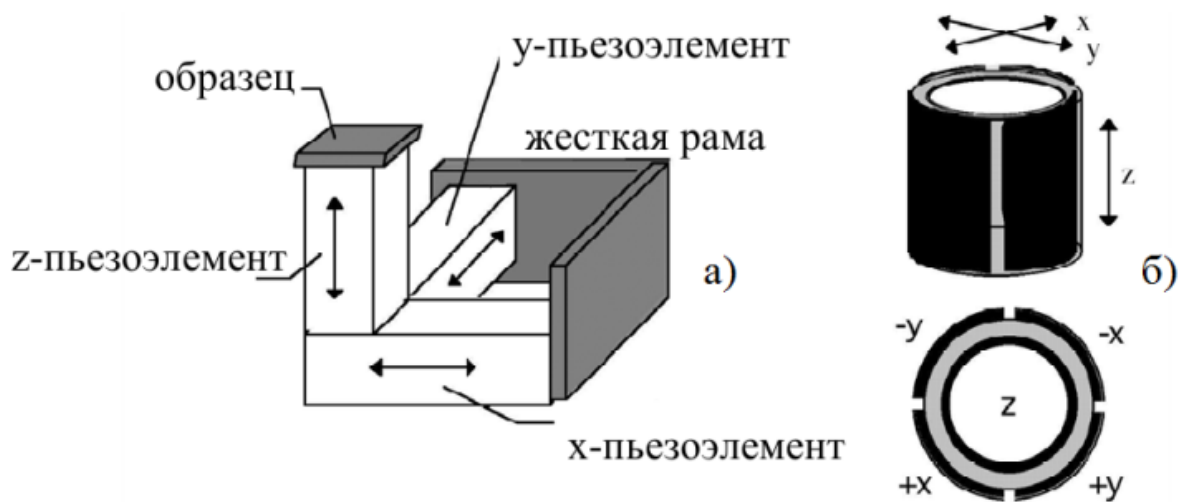


Рис. 1.3. Основные конструкции сканеров:  
а) треногий, б) трубчатый

В процессе сканирования зонд может находиться над участками поверхности, имеющими различные физические свойства, в результате чего

величина и характер взаимодействия зонд – образец будут изменяться. Кроме того, если на поверхности образца есть неровности, то при сканировании будет изменяться и расстояние  $\Delta Z$  между зондом и поверхностью, соответственно будет изменяться и величина локального взаимодействия. Поддерживание постоянной величины локального взаимодействия (силы или туннельного тока) осуществляется системой обратной связи.

При приближении зонда к поверхности сигнал датчика возрастает (см. рис. 1.1). Компаратор сравнивает текущий сигнал датчика с опорным напряжением  $V_s$  и вырабатывает корректирующий сигнал  $V_{fb}$ , используемый в качестве управляющего для пьезопривода, который отводит зонд от поверхности образца. Отклик системы обратной связи на возникновение сигнала рассогласования  $V_{fb} = V(t) - V_s$  определяется константой цепи обратной связи  $K$  (в приборе NanoEducator – *Усиление ОС*) или несколькими такими константами. Конкретные значения  $K$  зависят от особенностей конструкции конкретного СЗМ (конструкции и характеристик сканера, электроники), режима работы СЗМ (размера скана, скорости сканирования и т. п.), а также особенностей исследуемой поверхности (степень шероховатости, масштаб особенностей топографии, твердость материала и пр.). В целом, чем больше значение  $K$ , тем точнее цепь обратной связи отрабатывает черты сканируемой поверхности и тем достовернее данные, получаемые при сканировании. Однако при превышении некоторого критического значения  $K$  система обратной связи проявляет склонность к самовозбуждению, т.е. на линии скана наблюдается зашумленность.

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра – двумерного массива целых чисел  $Z_{ij}$  (матрицы). Каждому значению пары индексов  $i$  и  $j$  соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде двумерных яркостных (2D) и трехмерных (3D) изображений (рис. 1.4).

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено следующими причинами: неточная установка образца относительно зонда, температурный дрейф и др. Для устранения этого недостатка выполняют операцию вычитания плоскости.

На рис. 1.5 представлен внешний вид измерительной головки СЗМ NanoEducator и обозначены её основные элементы, используемые при работе. На рис. 1.6 представлена конструкция измерительной головки.

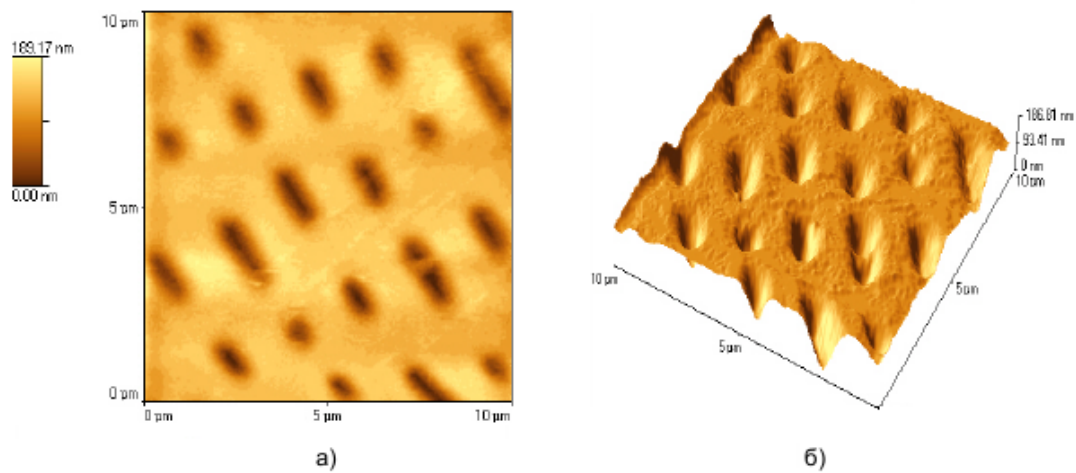


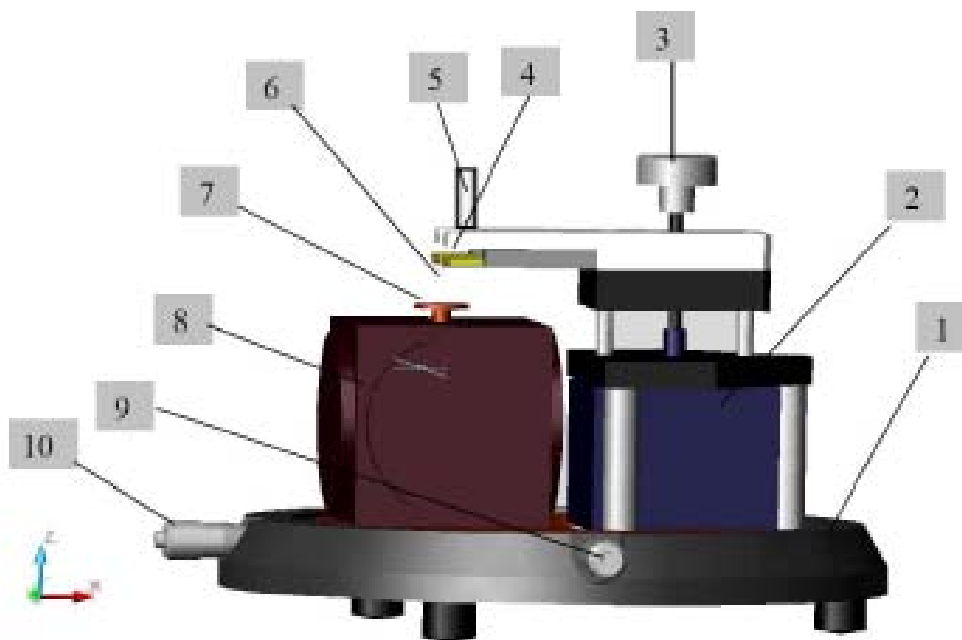
Рис. 1.4. Способы графического представления СЗМ-изображений: а) 2D изображение поверхности; б) 3D визуализация поверхности



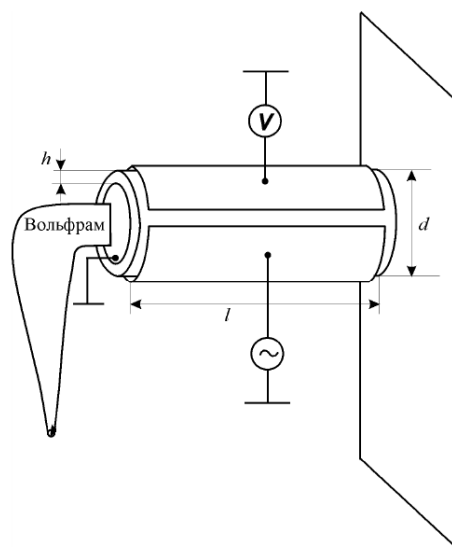
Рис. 1.5. Внешний вид измерительной головки NanoEducator: 1 – основание; 2 – держатель образца; 3 – датчик взаимодействия; 4 – винт фиксации датчика; 5 – винт ручного подвода; 6 – винты перемещения сканера с образцом; 7 – крышка с видеокамерой

В качестве детектора в NanoEducator используется универсальный датчик туннельного тока и модуляционного силового взаимодействия. Датчик выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной  $l = 7$  мм, диаметром  $d = 1,2$  мм, толщиной стенки  $h = 0,25$  мм. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода. К свободному концу трубки прикреплена вольфрамовая прово-

лока диаметром 150 мкм (рис. 1.7). Свободный конец проволоки, используемой в качестве зонда, заточен электрохимически, радиус закругления имеет величину менее 100 нм. Зонд имеет электрический контакт с внутренним электродом трубки, соединенным с заземленным корпусом прибора.



*Рис. 1.6.* Конструкция измерительной головки NanoEducator:  
 1 – основание; 2 – механизм подвода; 3 – винт ручного подвода;  
 4 – датчик взаимодействия; 5 – винт фиксации датчика; 6 – зонд;  
 7 – держатель образца; 8 – сканер;  
 9; 10 – винты перемещения сканера с образцом








*Рис. 1.7.* Конструкция универсального датчика




Для перемещения исследуемого образца в приборе NanoEducator используется трехкоординатный сканер. Максимальное перемещение образца в плоскостях X и Y составляет около 70 мкм, диапазон перемещений сканера по оси Z составляет около 10 мкм.

### Порядок выполнения работы


1. Установите на держатель образца исследуемый образец.
2. Установите зондовый датчик в гнездо измерительной головки прибора NanoEducator.
3. Включите контроллер прибора.
4. Запустите управляющую программу прибора NanoEducator. Войдя в меню подготовки к сканированию (кнопка  на панели инструментов программы), подтвердите выбор режима атомно-силового микроскопа (АСМ).
5. При отведенном от поверхности образца положении зонда войдите в меню настройки резонансной частоты (меню настройки резонансной частоты вызывается нажатием кнопки  на панели инструментов). Изменяя параметры **Амплитуда колебаний** и **Усиление амплитуды**, добейтесь симметричного вида резонансной кривой со значением амплитуды не менее 2 В. Сохраните фрейм с полученной резонансной кривой (кнопка **Сохранить кривую** в меню настройки резонансной частоты).
6. Осуществите подвод зонда к образцу в автоматическом режиме со следующими параметрами: **Рабочая точка = 0,7**, **Усиление ОС = 3** (меню подвода вызывается нажатием кнопки  на панели инструментов).
7. Перейдите на вкладку **Сканирование** и войдите в меню параметров проведения сканирования (кнопка  в рабочем окне программы). Установите следующие параметры:
  - размер области сканирования – 1–15 мкм по каждой оси;
  - разрешение – 128– 256 точек;
  - скорость сканирования – 1–10 мкм/с.
8. Проведите сканирование поверхности образца (процесс сканирования начнется при нажатии кнопки **Пуск** в рабочем окне программы). Фрейм с изображением будет автоматически сохранен программой. Запишите параметры, при которых производилось сканирование.

9. Передайте полученное изображение в программу анализа, для этого активируйте нужный фрейм левой кнопкой мыши, далее нажмите кнопку  на панели инструментов в окне программы NanoEducator.

10. Получите двумерное и трехмерное изображение поверхности образца (переход осуществляется нажатием кнопки  на рабочей панели). Сохраните полученные изображения в форматах **.bmp** или **.jpg**.

11. В программе анализа проведите вычитание плоскости из полученного изображения. Получите двумерное и трехмерное изображение поверхности после проведения операции вычитания. Полученные изображения сохраните в форматах **.bmp** или **.jpg**. Сделайте заключение о состоянии поверхности исследуемого образца.

12. Сохраните полученные данные исследований (главное меню операционной системы **Файл** → **Сохранить, как...**) в виде файла с расширением \*.mdt. В полученном файле будут содержаться фреймы, представленные в окне сессии в момент сохранения.

13. Закройте окно сканирования, перейдите в меню подвода (меню подвода вызывается нажатием кнопки  на панели инструментов) и осуществите процедуру отвода зонда от поверхности образца.

14. Выключите контроллер прибора.

15. Оформите отчет о проделанных исследованиях (к отчету должны быть приложены полученные в процессе исследований данные с поясняющими надписями).

### Контрольные вопросы

1. Назовите основные компоненты СЗМ и их назначение.
2. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Опишите различные конструкции сканеров.
3. Опишите общую конструкцию прибора NanoEducator.
4. Объясните конструкцию зондового датчика прибора NanoEducator и принцип его действия.
5. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи.

## ОБРАБОТКА И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СЗМ ИЗОБРАЖЕНИЙ

**Цель работы.** Получение практических навыков в области обработки и количественного анализа СЗМ изображений.

**Приборы и принадлежности.** Прибор NanoEducator, образцы с периодическими структурами.

### Краткие теоретические сведения

В силу специфики измерительного метода СЗМ изображения обычно содержат шумы. Это связано с вибрацией зонда относительно образца, акустическими помехами, шумами электрической аппаратуры, присутствующими при измерении слабых сигналов. Искажения в изображения также вносятся из-за теплового дрейфа зонда относительно образца, нелинейности и крипа (запаздывания реакции на изменение величины управляющего электрического поля) в пьезокерамических элементах, из которых изготавливается сканер. В связи с этим, для получения СЗМ изображений высокого качества и проведения их количественного анализа требуется специальная обработка. Процесс обработки, получивший название “фильтрация”, заключается в применении математических преобразований к массиву данных, содержащихся в файле с полученным изображением. Виды математических преобразований и порядок их применения определяются исследователем с учетом методики эксперимента, состояния поверхности исследуемого образца и других факторов, способных повлиять на получаемые результаты. Наиболее часто применяемыми методами фильтрации являются вычитание плоскости, вычитание поверхности второго порядка, сглаживание, медианная фильтрация и усреднение по строкам.

Вычитание плоскости является операцией, применение которой фактически обязательно во всех случаях. Также рекомендуется применять эту операцию в первую очередь. Необходимость операции связана с тем, что в процессе измерения невозможно выставить поверхность образца параллельно плоскости перемещения сканера, что приводит к появлению наклона. Второй причиной появления наклона является тепловой дрейф ска-

нера. Удаление наклона достигается путем вычитания плоскости. Операция значительно повышает детализацию мелких деталей изображения, позволяет сделать вывод о необходимости применения других фильтров.

Вычитание поверхности второго порядка необходимо в связи с нелинейностью пьезокерамики, из которой изготовлен сканер. Нелинейность приводит к тому, что исследуемый образец перемещается в пространстве не по плоскости, а по некоторой кривой поверхности второго порядка. Возникающая погрешность растет по мере увеличения размеров поля сканирования. Операцию можно не применять, если размер области сканирования невелик (в пределах 1–2 мкм) и отсутствуют мелкие детали. В остальных случаях применение операции обязательно.

Сглаживание изображения в простейшем случае выполняется путем замены значения в каждой точке усредненным значением величин в некоторой окрестности этой точки. Более сложный вариант сглаживания основан на применении гауссовых фильтров – вклад соседних точек при этом уменьшается по мере их удаления и описывается распределением Гаусса:

$$K(i, j) = \exp\left(-\frac{i^2 + j^2}{2\sigma^2}\right), \quad (1)$$

где  $\sigma$  – параметр распределения.

При медианной фильтрации для каждой точки изображения строится вариационный ряд для некоторой ее окрестности, то есть все элементы этой окрестности располагаются в порядке возрастания, и значение в этой точке заменяется на значение элемента, занимающего центральное положение в вариационном ряду. Медианная фильтрация особенно эффективна при обработке изображений, содержащих импульсные помехи.

Усреднение по строкам применяется для удаления горизонтальных полос на изображении путем выравнивания средних значений элементов в каждой строке изображения. Наличие горизонтальных полос на изображении является характерным искажением СЗМ изображений. Это связано с тем, что изображения в СЗМ эксперименте обычно получают путем построения строки сканирования, и время между измерениями в соседних точках одной строки существенно меньше времени между измерениями соседних точек в направлении, перпендикулярном направлению сканирования.

После процедуры фильтрации возможно проведение количественного анализа изображений. Перечень определяемых параметров обуславлива-

ется методикой проводимого исследования, однако, фактически во всех случаях возможно определение параметров шероховатости и построение Фурье-спектра.

Шероховатость поверхности – это совокупность неровностей поверхности с относительно малыми шагами, выделенная с помощью базовой длины (линии, используемой для выделения неровностей, характеризующих неровность поверхности). Одним из основных параметров определения шероховатости является параметр  $R_z$ . Высота неровностей профиля по десяти точкам  $R_z$  является разностью средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля  $h_{\max}$  и глубин пяти наибольших впадин  $h_{\min}$  в пределах базовой длины, измеренных от произвольной линии  $AB$  (рис. 2.1), не пересекающей профиль:

$$R_z = \frac{1}{5} \left[ \sum_{i=1}^5 |h_{i \max}| - \sum_{i=1}^5 |h_{i \min}| \right]. \quad (2)$$

Для корректного определения шероховатости необходимо предварительно удалить неровность фона изображения, для этого вычесть плоскость либо удалить поверхность второго порядка.

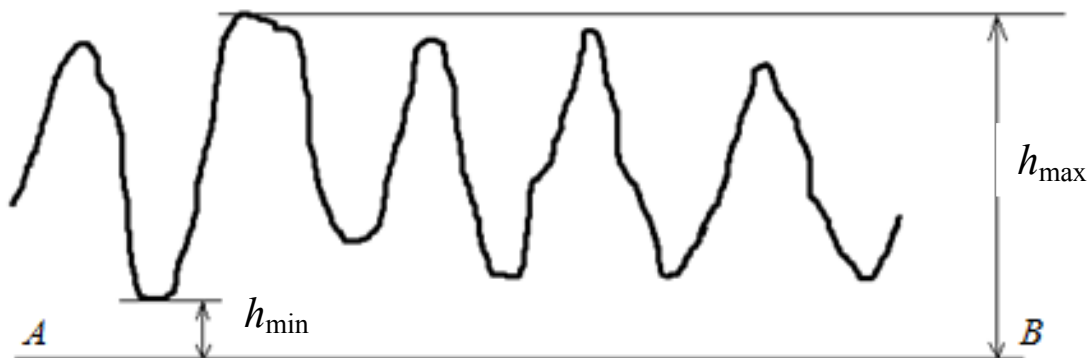


Рис. 2.1. Схема шероховатости поверхности и ее элементы

Фурье-спектр пространственных частот изображения является его частотным представлением в ортонормальном базисе, состоящем из комплексных экспонент. Представление изображения в таком пространстве дает возможность наблюдать его структурные особенности, связанные с периодичностью повторения элементов, наличием мелких деталей и др. Пространственные частоты имеют размерность, обратную единицам из-

мерения расстояний на изображении. Представление изображения в базе комплексных экспоненциальных функций задается преобразованием Фурье, имеющим вид:

$$F(f_x, f_y) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x, y) \exp[-i2\pi(f_x x + f_y y)] dx dy \quad (3)$$

– для бесконечной области ( $f_x, f_y$ , – пространственные частоты);

$$F(f_x, f_y) = \int_{-M/2}^{M/2} \int_{-N/2}^{N/2} f(x, y) \exp[-i2\pi(f_x x + f_y y)] dx dy \quad (4)$$

– для прямоугольной области длиной N и шириной M;

$$F_{m,n} = \sum_{k=0}^{M-1} \sum_{l=0}^{N-1} f_{k,l} \exp \left[ -i2\pi \left( \frac{km}{M} + \frac{ln}{N} \right) \right] \quad (5)$$


– для дискретного преобразования Фурье (ДПФ), заданного в точках  $f_{kl}$  ( $k = 0, \dots, M-1, l = 0, \dots, N-1$ ).

Для графического представления Фурье-образа изображения строится матрица модулей комплексных величин преобразования, полученных по формуле (5). Для действительного изображения такая матрица является центрально симметричной. Отсчет частот ведется от ее центра. Значения пространственных частот увеличиваются от центра Фурье-образа к его краям.

### Порядок выполнения работы

1. По заданию преподавателя выберите файл, содержащий результаты сканирования поверхности образца (файл с расширением \*.mdt), или проведите сканирование поверхности (порядок выполнения сканирования изложен в лабораторной работе № 1).

2. Откройте файл в программе обработки данных *Scan Viewer*, *Gwydion* или *Image Analysis* (программа выбирается по заданию преподавателя, открытие файла осуществляется двойным нажатием на файле левой кнопкой мыши).


3. Получите трехмерное изображение исходного образца (кнопка  на панели инструментов). Экспортируйте полученное изображение в графический файл (рекомендованные расширения **.bmp** и **.jpg**).

4. Примените к исходному изображению операцию вычитания плоскости. Получите трехмерное изображение после применения операции, экспортируйте полученное изображение в графический файл (см. пункт 3).

5. К изображению, полученному в пункте 4 примените операцию вычитания кривой поверхности второго порядка. Получите трехмерное изображение после применения операции, экспортируйте полученное изображение в графический файл (см. пункт 3).


6. Для исключения мелких неоднородностей поверхности к изображению, полученному в пункте 5, примените один из медианных фильтров (по заданию преподавателя). После применения операции фильтрации получите трехмерное изображение, экспортируйте его в графический файл (см. пункт 3).

7. С целью устранения шумов на изображении примените к изображению, полученному в пункте 6, один из сглаживающих фильтров (по заданию преподавателя). Получите трехмерное изображение после применения операции, экспортируйте полученное изображение в графический файл (см. пункт 3).

8. Выделите на поверхности образца отрезок (отрезок выделяется кнопкой  на панели инструментов, концы отрезка могут перемещаться в пределах всей области сканирования). Определите расстояние между периодически повторяющимися структурами  $d_1$ .

9. Для наблюдения шероховатости образца проведите контрольное сечение изображения (то есть пронаблюдать срез образца вдоль выбранного отрезка). Сохраните график сечения.

10. По графику, полученному в пункте 9, определите высоту пяти наибольших выступов профиля  $h_{\max}$  и глубину пяти наибольших впадин  $h_{\min}$ . По формуле (2) вычислите параметр шероховатости  $R_z$ . Результаты занесите в табл. 1.1.

11. Для анализа периодичности структуры выполните преобразование Фурье (в окне **Фурье анализа** выбрать режим **Величина**). Определите по характеру спектра, имеются ли на изображении периодические структуры. Измерьте величину преобладающей частоты  $d_2$  (переход в режим измерения частот осуществляется при нажатии кнопки ). Сравните ее с параметром  $d_1$  (см. пункт 8).

**Результаты измерений**

№	$h_{\min}$ , МКМ	$h_{\max}$ , МКМ	$R_z$ , МКМ
1			
2			
3			
4			
5			

12. Оформите отчет о проделанных исследованиях (к отчету должны быть приложены полученные в процессе исследований данные с поясняющими надписями).

**Контрольные вопросы**

1. Какие типы искажений характерны для СЗМ изображений, и по каким причинам они возникают?
2. Каковы основные методы фильтрации СЗМ изображений?
3. Назовите некоторые методы определения количественных характеристик изображений.
4. Для каких изображений следует воспользоваться частотным представлением?
5. Какую информацию об изображении можно получить по его Фурье-образу?



## ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ В НЕКОНТАКТНОМ РЕЖИМЕ

**Цель работы.** Изучение основ сканирующей атомно-силовой микроскопии (АСМ) и принципов работы атомно-силового микроскопа в неконтактном режиме, определение основных параметров датчика силового взаимодействия прибора NanoEducator и параметров СЗМ эксперимента, получение топографии поверхности и фазового контраста исследуемого образца.

**Приборы и принадлежности.** Прибор NanoEducator, образцы для исследований по выбору преподавателя.

### Краткие теоретические сведения

Принцип действия АСМ основан на использовании сил атомных связей, действующих между атомами вещества. Аналогичные силы действуют и между любыми сближающимися телами. В атомно-силовом микроскопе такими телами служат исследуемая поверхность и скользящее над нею остриё.

При приближении зонда к образцу он сначала притягивается к поверхности благодаря наличию наиболее дальнедействующих сил Ван-дер-Ваальса. Силы Ван-дер-Ваальса обусловлены поляризацией нейтральных изотропных атомов под влиянием электрического поля. Причем даже два нейтральных атома индуцируют друг в друге малые дипольные электрические моменты, когда они находятся достаточно близко друг от друга, т. е. так, что движение электронов в электронных оболочках соседних атомов не претерпевает радикального изменения, а только испытывает слабое возмущение (рис. 3.1, а). Так как притяжение более близких друг к другу противоположных зарядов увеличивается при сближении сильнее, чем отталкивание далеких одноименных зарядов, то результатом будет притяжение атомов друг к другу.

Если на поверхности образца имеется адсорбированный слой, то при соприкосновении зонда с его поверхностью возникает притяжение за счет капиллярных сил (рис. 3.1, б). Притягивающие силы могут быть обусловлены также электростатическим взаимодействием. При дальнейшем

уменьшении расстояния возникают силы отталкивания. Когда расстояние между зондом и образцом станет меньше среднего межатомного расстояния, то начнется перекрытие электронных оболочек ближайших атомов, в результате чего электроны первого атома стремятся частично занять состояния второго. В результате действия принципа запрета Паули они вынуждены занимать состояния с более высокой энергией. Увеличение энергии системы двух взаимодействующих атомов приводит к появлению отталкивающей силы.

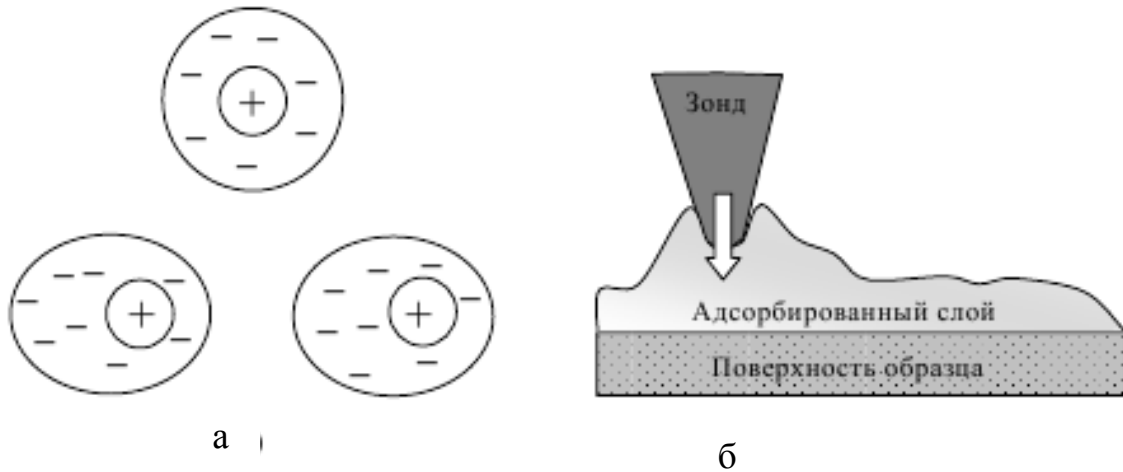


Рис. 3.1. Притяжение двух атомов благодаря силам Ван-дер-Ваальса (а); притяжение зонда к поверхности за счет капиллярных сил (б)

При еще большем сближении атомов доминирующей становится кулоновская сила отталкивания ядер. В общем виде зависимость силы межатомного взаимодействия  $F$  от расстояния между атомами  $R$  имеет вид:

$$F(R) = -\frac{a}{R^m} + \frac{b}{R^n}. \quad (1)$$

Константы  $a$  и  $b$  и показатели степени  $m$  и  $n$  зависят от сорта атомов и типа химических связей. Для притягивающих сил Ван-дер-Ваальса  $m = 7$ , для кулоновской силы  $n \approx 2$ . Качественно зависимость  $F(R)$  показана на рис. 3.2.

Традиционным датчиком силового взаимодействия является упругая микробалка, консоль или кантилевер. Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из легированных пластин на основе соединений кремния (наиболее часто применяют  $\text{SiO}_2$  или  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании, на другом конце

консоли располагается зонд в виде острой иглы. Радиус закругления современных АСМ зондов составляет 1–50 нм в зависимости от их типа и технологии изготовления.

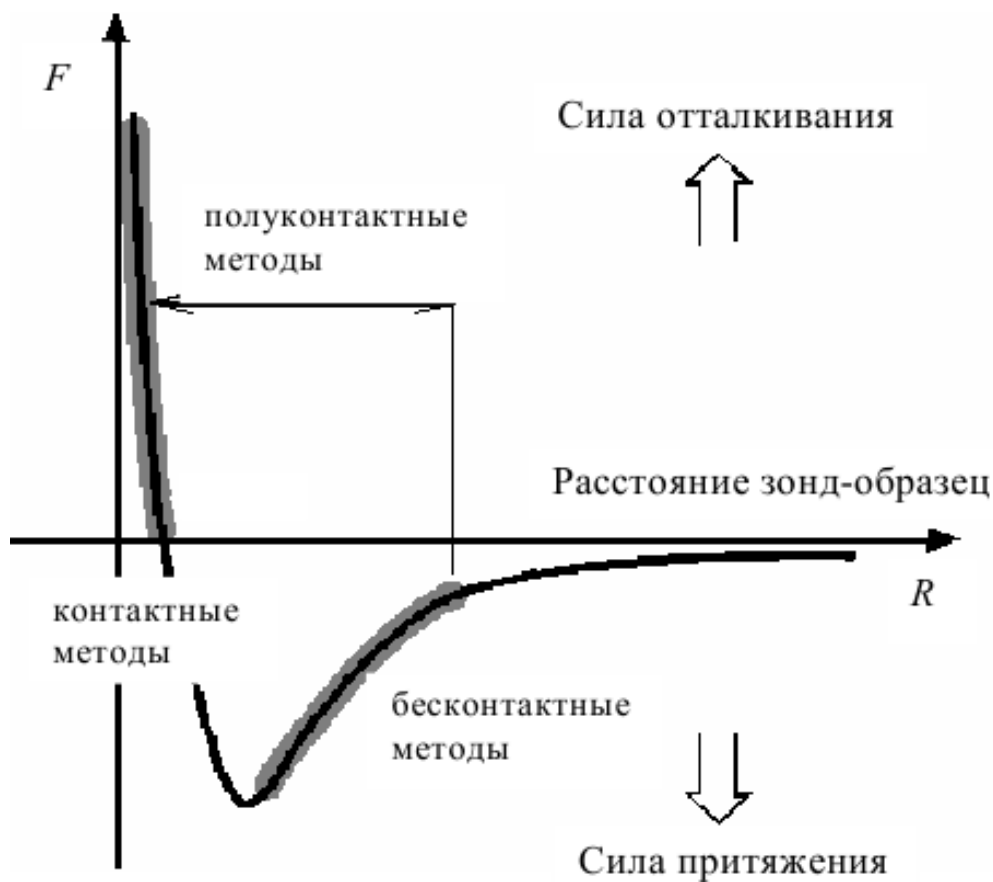


Рис. 3.2. Зависимость силы  $F$  взаимодействия между атомами от расстояния  $R$

В зависимости от знака силы, действующей между зондом и образцом, различают контактный, неконтактный и прерывисто-контактный («полуконтактный») способы проведения силовой микроскопии. Использование контактного способа предполагает, что зонд упирается в образец и находится в области действия сил отталкивания. При использовании неконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия дальнедействующих притягивающих сил. В «полуконтактном» режиме зонд частично касается поверхности, находясь попеременно как в области притяжения, так и в области отталкивания.

Перечисленные способы измерений обладают определенными достоинствами и недостатками. Контактный способ измерений наиболее удобен с точки зрения детектирования силового взаимодействия, т. к. величины сил отталкивания в области контакта могут значительно превышать вели-

чины сил притяжения. Однако при его использовании существует опасность возникновения нарушений структуры поверхности образца и быстрого износа или даже поломки зонда.

В бесконтактном режиме работы зонд находится достаточно далеко от поверхности образца в области действия сил притяжения. Силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил, поэтому для их детектирования обычно используется модуляционная методика. Для этого на пьезовибратор, на котором укреплен кантилевер с зондом, прикладывается переменное напряжение, которое вызывает изменение его геометрических размеров. Частоту переменного напряжения выбирают равной собственной частоте колебаний кантилевера. Вследствие этого кантилевер колеблется над образцом с резонансной частотой  $\omega_0$ :

$$\omega_0 \sim \sqrt{\frac{k}{m}}, \quad (2)$$

где  $m$  – масса системы зонд – кантилевер.

Уравнение, описывающее движение зонда при малой амплитуде колебаний, имеет вид:

$$\frac{d^2z}{dt^2} + \frac{\omega_0}{Q} \cdot \frac{dz}{dt} + \omega_0^2 z = u_0 \omega_0^2 \cos(\omega t), \quad (3)$$

где  $\omega$  – частота вынуждающих колебаний пьезодрайвера;  $z$  – расстояние зонд – образец в момент времени  $t$ ;  $u_0$  – амплитуда вынуждающих колебаний (закрепленного на пьезовибраторе конца кантилевера);  $Q$  – безразмерная величина – добротность, зависящая от колебательной системы и условий внешней среды (воздух, жидкость или вакуум). Величина  $Q$  связана с характерным временем затухания  $\tau$  соотношением:

$$2Q = \omega_0 \cdot \tau. \quad (4)$$

Амплитуда стационарных колебаний зонда

$$A = u_0 \sqrt{\frac{Q^2 \omega_0^4}{\omega_0^2 \omega^2 + Q^2 (\omega_0^2 - \omega^2)^2}}. \quad (5)$$

Сдвиг фазы  $\varphi$  колебаний свободного конца кантилевера относительно закрепленного определяется выражением

$$\operatorname{tg}\varphi = \frac{1}{Q} \cdot \frac{\omega \cdot \omega_0}{\omega_0^2 - \omega^2}. \quad (6)$$

При приближении зонда к поверхности образца между ними возникают силы взаимодействия, что эквивалентно увеличению массы зонда. Это приводит к смещению амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) и фазо-частотной характеристики (ФЧХ) колебаний кантилевера влево по сравнению с измеренными вдали от поверхности (рис. 3.3).

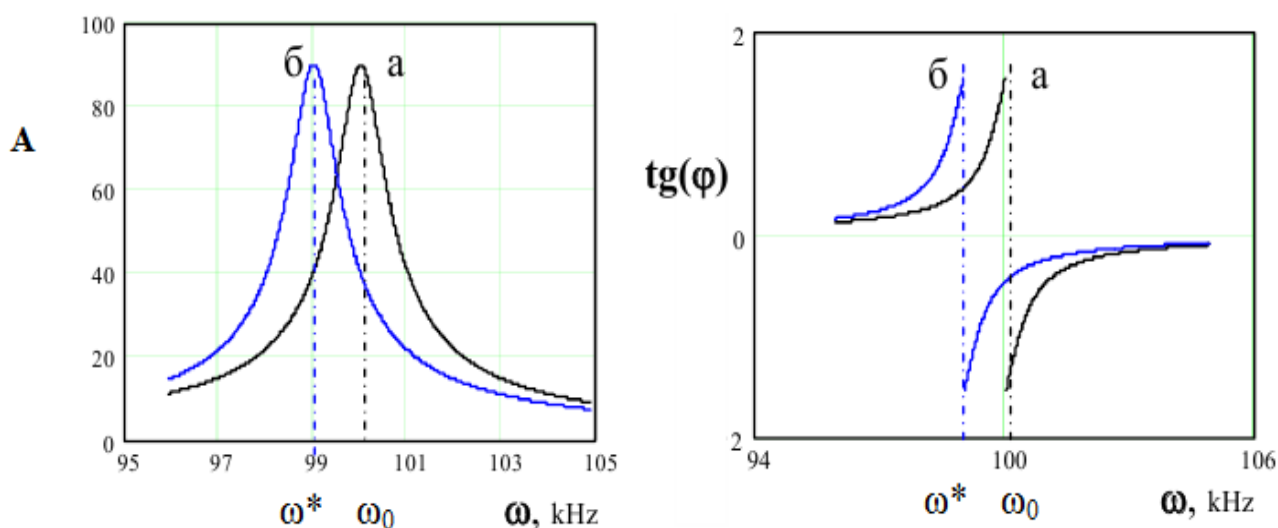


Рис. 3.3. Зависимость амплитуды  $A$  и фазы  $\varphi$  колебаний зонда вдали от поверхности (а) и при приближении к поверхности образца (б)

Резонансная частота колебаний кантилевера изменяется при изменении градиента силы  $\partial F/\partial z$  (при приближении зонда к поверхности) по сравнению с свободно резонирующим кантилевером (вдали от поверхности) в соответствии с выражением:

$$\omega^* = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{k} \frac{\partial F}{\partial z}}. \quad (7)$$

Так как частота вынуждающих колебаний кантилевера поддерживается постоянной и равной  $\omega_0$  в свободном состоянии, то при приближении

зонда к поверхности амплитуда колебаний свободного конца кантилевера уменьшается. Изменение амплитуды, частоты и фазы колебаний по сравнению с опорным сигналом фиксируется компаратором прибора.

При бесконтактном способе измерений разрушение образца отсутствует, однако, малы измеряемые сигналы. Поэтому наиболее часто для визуализации различных свойств поверхности в силовой микроскопии используется «полуконтактный» способ детектирования взаимодействия. При этом вследствие кратковременности контакта воздействие зонда на поверхность минимально, а измеряемые сигналы достаточны для их надежного детектирования. Дополнительным преимуществом «полуконтактного» способа является отсутствие сдвиговой составляющей силы воздействия на исследуемую поверхность, что существенно уменьшает искажения получаемых изображений.

Если отдельные участки поверхности имеют различные свойства, то изображение будет иметь дополнительный контраст, зависящий от природы материала на отдельных участках. Он проявляется в изменении фазы колебаний зонда, в то время как амплитуда колебаний отражает топографию поверхности. Поскольку детектирование фазы колебаний возможно одновременно с получением топографии поверхности при амплитудном детектировании положения зонда в обратной связи, то из сравнения амплитудного и фазового изображений, возможно получить информацию о фазовом составе образца (так называемый фазовый контраст).

Режим **Спектроскопия** позволяет получить зависимость амплитуды колебаний зонда от расстояния между зондом и образцом. Спектроскопия может выполняться как в одной точке образца (точке, соответствующей текущему положению зонда в координатах  $(X, Y)$ ), а также в точках, указанных на полученном при сканировании изображении поверхности образца. Спектроскопия позволяет выбрать оптимальную для данного измерения величину подавления амплитуды колебаний зонда (параметр **Амплитуда останова**) и оценить величину амплитуды колебаний зонда при отсутствии взаимодействия.

Интерфейс режима **Спектроскопия** (рис. 3.4) позволяет контролировать и изменять параметры, представленные в табл. 3.1.

Результат измерений представляется в виде графика, состоящего из двух кривых (рис. 3.4):

- при приближении зонда к образцу (кривая 1 синего цвета для настроек по умолчанию).

- при отдалении зонда от образца (кривая 2 красного цвета для настроек по умолчанию).

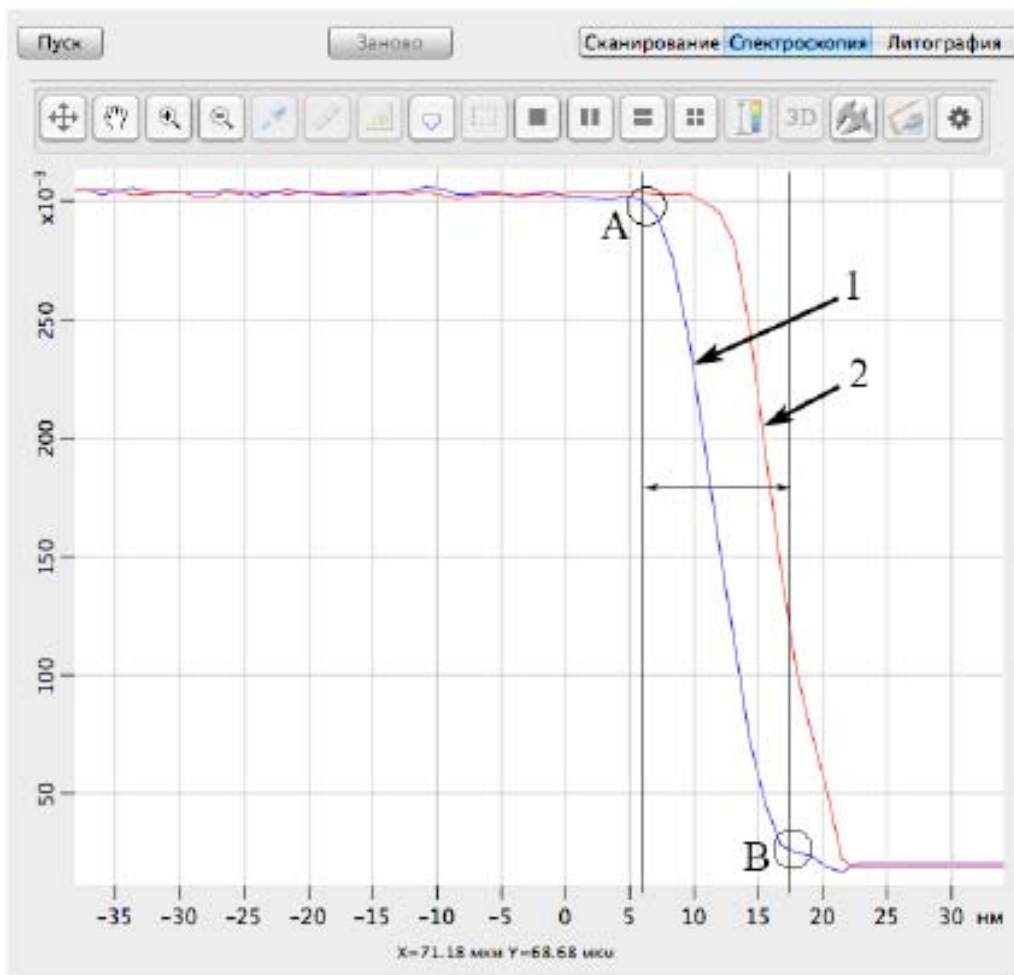


Рис. 3.4. Окно режима **Спектроскопия**:

- 1 – кривая, полученная при приближении зонда к образцу;
- 2 – кривая, полученная при отдалении зонда от образца


По оси абсцисс на графике отложены величины перемещения зонда в направлении **Z**. Нулевое значение абсциссы соответствует начальному положению зонда (расстояние между зондом и образцом в обратной связи). Отрицательные значения по оси абсцисс на графике окна **Спектроскопия** соответствуют изменениям расстояния зонд – образец при отдалении зонда от образца, а положительные – изменениям расстояния зонд – образец при приближении зонда к образцу. Точка **A** соответствует появлению взаимодействия между зондом и образцом в результате их сближения. Начиная с этой точки, при дальнейшем сближении амплитуда колебаний зонда уменьшается до полного затухания колебаний (точка **B**). Участок кривой правее точки **B** соответствует колебаниям пьезодатчика, при которых зонд находится в полном механическом контакте с поверхностью образца. Положение точки **B** определяется наклоном кривой.

### Параметры спектроскопии

<b>Режим</b>	Конфигурация прибора. Для проведения АСМ спектроскопии, в поле <b>Режим</b> должен быть выбран пункт <b>АСМ</b>
<b>Вниз</b>	Начальное положение зонда. Эта величина должна быть отрицательна, т.к. в соответствии с исполняемым алгоритмом зонд перед началом измерений отводится от образца на расстояние, указанное в поле <b>Вниз</b> .
<b>Вверх</b>	Конечное положение зонда.
<b>Число точек</b>	Количество точек, в которых проводится измерение амплитуды колебаний зонда.
<b>Шаг</b>	Шаг – расстояние, которое проходит зонд между точками измерений.
<b>Задержка</b>	Задержка между шагами при движении зонда.
<b>Сброс настроек</b>	Возвращает исходные настройки параметров.


Проекция на ось абсцисс расстояния от точки **А** до точки **В** показывает величину зазора между зондом и образцом при захваченном взаимодействии. Проекция всего наклонного участка кривой на ось абсцисс показывает величину колебаний в нанометрах при отсутствии взаимодействия между зондом и образцом. Выполнение спектроскопии в точке, в которой зонд находится в данный момент, осуществляется при нажатии кнопки **Пуск** главного окна программы.

### Порядок выполнения работы


1. Установите на держатель образца исследуемый образец.
2. Установите зондовый датчик в гнездо измерительной головки прибора NanoEducator.
3. Включите контроллер прибора.
4. Запустите управляющую программу прибора NanoEducator. Войдя в меню подготовки к сканированию (кнопка  на панели инструментов




программы), подтвердите выбор режима атомно-силового микроскопа.

5. При отведенном от поверхности образца положении зонда войдите в меню настройки резонансной частоты (меню настройки резонансной частоты вызывается нажатием кнопки  на панели инструментов). Изменяя параметры **Амплитуда колебаний** и **Усиление амплитуды**, добейтесь симметричного вида резонансной кривой со значением амплитуды не менее 2 В. Сохраните фрейм с полученной резонансной кривой (кнопка **Сохранить кривую** в меню настройки резонансной частоты).


6. Определите добротность колебательной системы с пьезорезонансным датчиком. Для нахождения добротности по фрейму с резонансной кривой определите частоту резонанса  $f_{рез}$ , а также частоты  $f_1$  и  $f_2$  соответствующие уменьшению амплитуды колебаний в два раза по сравнению с резонансной. Запишите полученные значения. По формуле  $Q = f_{рез} / |f_1 - f_2|$  рассчитайте добротность колебательной системы.


7. Осуществите захват взаимодействия и подвод зонда к образцу в автоматическом режиме (меню подвода вызывается нажатием кнопки  на панели инструментов). Установите следующие параметры **Амплитуда останова = 0.3** (меню **NanoEducator** → **Свойства** → **Подвод**), **Усиление ОС = 3**. Для перехода к рабочему значению уменьшите величину **Амплитуда останова** до значения приблизительно 0.2. При этом, в результате отработки следящей системы сканер отодвинет образец от зонда, однако на индикаторе **Z** это смещение останется незаметным из-за малой величины. Если же величина взаимодействия выбрана слишком малой, величина **Z** начнет заметно изменяться. Для определения правильного рабочего значения степени взаимодействия увеличивайте параметр **Амплитуда останова** до тех пор, пока **Z** не достигнет прежнего значения.


8. Перейдите на вкладку **Сканирование** и войдите в меню параметров проведения сканирования (кнопка  на рабочем окне программы). Установите следующие параметры:

- режим сканирования – АСМ + Фаза;
- размер области сканирования – 1–15 мкм по каждой оси;
- разрешение – 128–256 точек;
- скорость сканирования – 1–10 мкм/с.

9. Проведите сканирование поверхности образца (процесс сканирования начнется при нажатии клавиши **Пуск** в рабочем окне программы). Фреймы с изображениями будут автоматически сохранены программой. Запишите параметры, при которых производилось сканирование.


10. Перейдите на вкладку **Спектроскопия**, нажав соответствующую кнопку в верхней части окна программы. Нажмите кнопку . С помощью основной кнопки мыши укажите одну или несколько точек проведения спектроскопии на предварительно полученном сканированном изображении поверхности, либо на максимально доступной области. При выборе нескольких точек спектроскопии каждая последующая задается щелчком мыши с нажатой клавишей <Ctrl>. Удаление выбранных точек осуществляется нажатием клавиши <Delete>.

11. Откройте панель настройки параметров спектроскопии кнопкой  в правом верхнем углу окна программы. Установите параметры спектроскопии (**Режим, Границы, Число точек, Задержка**).

12. Запустите процесс спектроскопии (процесс начнется при нажатии кнопки **Пуск** в рабочем окне программы). После этого данные спектроскопических измерений в каждой отмеченной точке будут последовательно появляться в области измерений на графике. Если для спектроскопии были выбраны несколько точек, в правом верхнем углу графика появляется список выбора точки проведения спектроскопии (для этого в **Инспекторе просмотра**, открываемом кнопкой , должен стоять флажок **Заголовков**). Экспортируйте полученное изображение в графический файл (рекомендованные расширения **.bmp** и **.jpg**).

13. Оцените амплитуду колебаний зонда в свободном состоянии (вдали от поверхности) и расстояние зонд – образец при захваченном взаимодействии. Найдите среднее значение колебаний зонда с учетом гистерезиса по графикам, полученным при приближении и отдалении зонда от образца.

14. Сохраните полученные данные исследований (главное меню операционной системы **Файл** → **Сохранить, как...**) в виде файла с расширением \*.mdt. В полученном файле будут содержаться фреймы, представленные в окне сессии в момент сохранения.

15. Закройте окно сканирования, перейдите в меню подвода (меню подвода вызывается нажатием кнопки  на панели инструментов) и осуществите процедуру отвода зонда от поверхности образца.

16. Выключите контроллер прибора.

17. Оформите отчет о проделанных исследованиях (к отчету должны быть приложены полученные в процессе исследований данные с поясняющими надписями).

## Контрольные вопросы

1. Опишите зависимость силы взаимодействия от расстояния зонд – образец.
2. Назовите основные режимы работы АСМ и их назначение.
3. Объясните принцип работы неконтактного АСМ.
4. Объясните способ определения добротности колебательной системы с пьезорезонансным датчиком.
5. Для чего используется режим измерения фазового контраста при работе в неконтактном режиме АСМ?
6. Опишите режим выполнения спектроскопии в приборе NanoEducator.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учеб. пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений / В. Л. Миронов. – М. : Техносфера, 2009. – 144 с.
2. NT-MDT [Электронный ресурс]. – Режим доступа : <http://www.ntmdt.ru/support>. – Загл. с экрана.
3. Гонсалес, Р. Цифровая обработка изображений / Р. Гонсалес, Р. Вудс. – М. : Техносфера, 2005. – 1072 с.
4. Справочник Шпрингера по нанотехнологиям : в 3 т. / под ред. Б. Бхушана ; пер. с англ. под общ. ред. А. Н. Саурова. – М. : Техносфера, 2010. – Т. 2. – 1040 с.
5. Лозовский, С. В. Нанотехнология в электронике. Введение в специальность : учеб. пособие / В. Н. Лозовский, Г. С. Константинова, С. В. Лозовский. – 2-е изд., испр. – СПб. : Лань, 2008. – 336 с.
6. Старостин, В. В. Материалы и методы нанотехнологий: учеб. пособие / В. В. Старостин. – 2-е изд. – М. : БИНОМ. Лаб. знаний, 2010. – 431 с.
7. Прэтт, У. Цифровая обработка изображений : [пер. с англ.]: в 2 кн. / У. Прэтт. – М. : Мир, 1982. – Кн. 1. – 312 с.
8. Методы компьютерной обработки изображений / под ред. В. А. Сойфера. – 2-е изд., испр. – М. : ФИЗМАТЛИТ, 2003. – 784 с.

Редактор *В. А. Маркалева*  
Компьютерная верстка *О. Н. Савостеевой*

Сводный темплан 2013 г.  
Подписано в печать 20.02.13. Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Бумага офсетная.  
Отпечатано на дупликаторе. Усл. печ. л. 1,75. Уч.-изд. л. 1,75  
Тираж 100 экз. Заказ 147.

---

Издательство ОмГТУ. 644050, г. Омск, пр. Мира, 11; т. 23-02-12  
Типография ОмГТУ