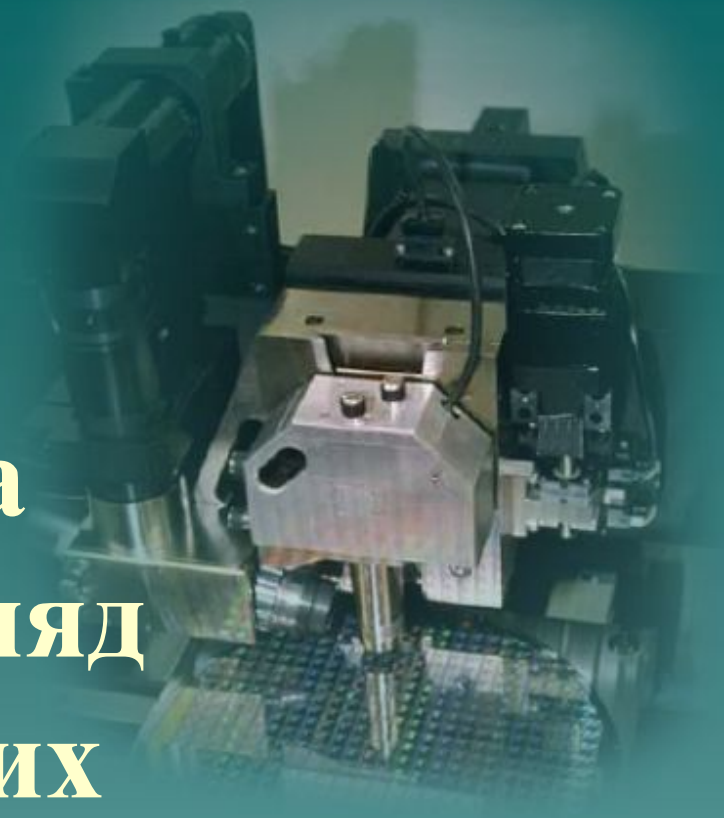
Інститут фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова НАН України



Скануюча атомно-силова мікроскопія: огляд найпоширеніших методик

Петро Литвин

Скануюча зондова мікроскопія і зондові мікроскопи (СЗМ) на сьогоднішній день є передовою областю мікроскопії, яка найбільш інтенсивно розвивається. За різноманітністю методик, спектром контрольованих фізичних параметрів, просторовій та силовій роздільній здатності, а також за можливостями контрольованого впливу на локальні області об'єктів СЗМ по праву займають одне із перших місць. З моменту випуску фірмою Digital Instruments першого комерційного СЗМ (1990 р.) ці установки стали доступним високоінформативним інструментом для дослідників і технологів.

- Коротка історія становлення
- Основні складові СЗМ
- Класи СЗМ за типом взаємодії наносенсор – поверхня
- Скануюча атомно-силова мікроскопія (АСМ)
  Приклади їх застосування
- Артефакти АСМ зображень і методи їх усунення

Історично першими приладам, здатними у певній мірі відобразити форму поверхні досліджуваного зразка, були профілометри. При взаємному переміщенні зонда і зразка уздовж вибраного напрямку на реєструючий пристрій виводиться інформація про вертикальне переміщення зонда у відповідній точці поверхні. Сучасні профілометри мають вертикальну роздільну здатність близько 1 нм і латеральну – порядку 100 нм. Власне кажучи, у скануючих наноскопічних установках реалізовано той же принцип, однак окрім топометрії поверхні вони здатні давати інформацію про механічні та інші властивості поверхонь, що визначається системою детектування.

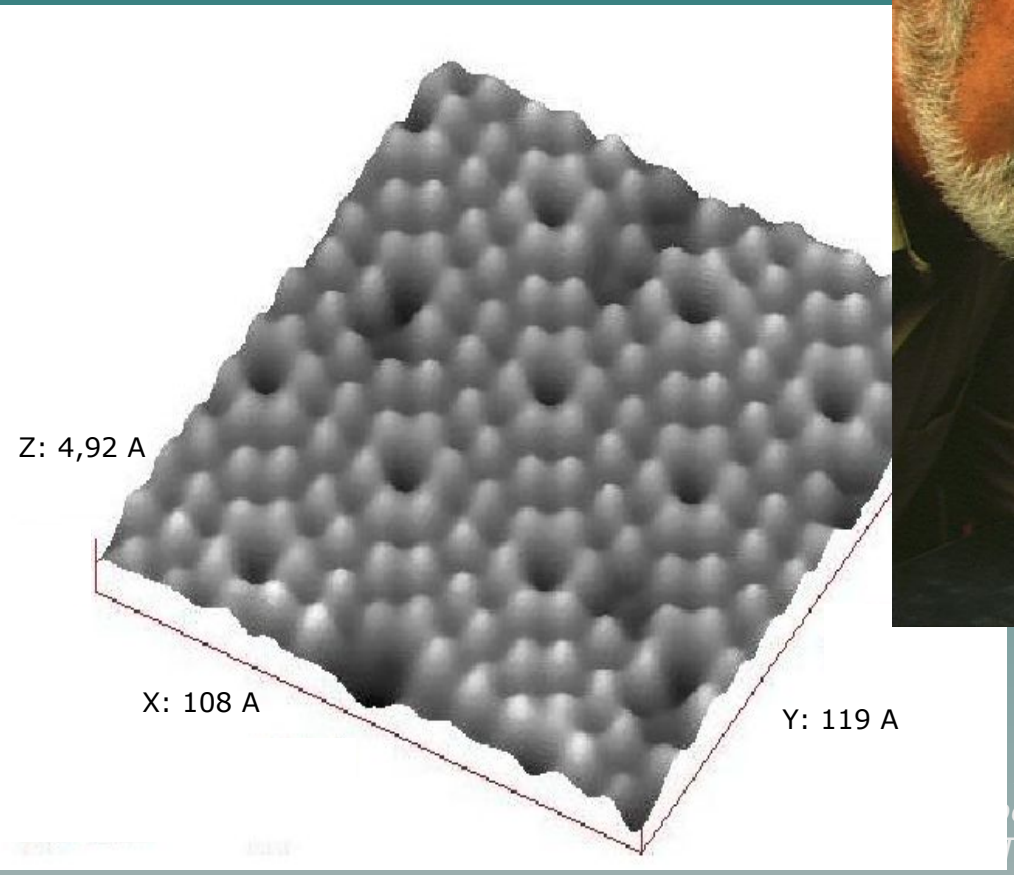
Грань між сучасними 3-D профілометрами та зондовими мікроскопами (точніше “наноскопами” і “фемтосканами”) не є чіткою. Часто інженерно-технічні рішення одних переносяться в конструкції інших, а максимальні та мінімальні збільшення – перекриваються.

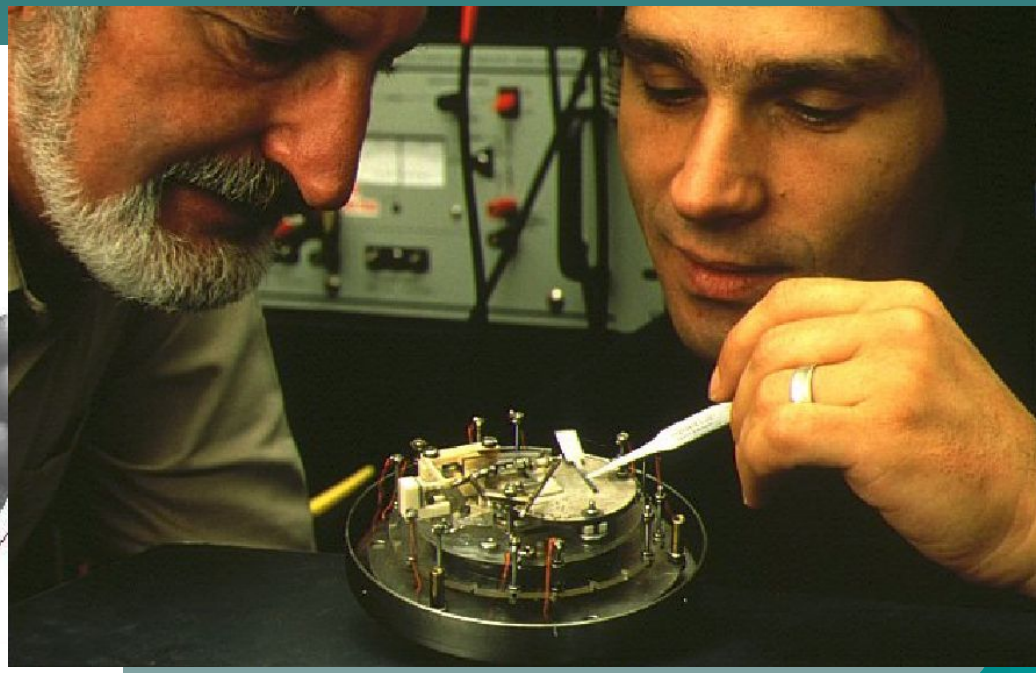
Початком розвитку ери СЗМ вважають роботи групи Рассела Янга, в яких було запропоновано як інформативний параметр “профілометра” використати величину тунельного струму.

Ідея скануючого тунельного мікроскопу запропонована Р. Янгом ще в **1966** році, а у **1971** році його групою був створений і випробуваний перший мікроскоп – «Топографінер». В ньому було реалізовано контрольоване субнанометрове переміщення зонду, що дозволяло реєструвати моноатомні сходинки.

[1]. R.D. Young. Field emission ultramicrometer // Rev. Sci. Instruments, 37 , p. 275-298 (1966).
[2]. R. Young, J. Ward and F. Scire. The Topografiner: an Instrument for Measuring Surface Microtopography // Rev. Sci. Instruments, 43, p. 999-1011 (1972).

Початком другого етапу у розвитку скануючої зондової мікроскопії вважають роботи Бінніга з колегами. У 1982 році співробітники швейцарської філії фірми IBM вчені Г. Бінніг і Х. Рорер оприлюднили свій блискучий винахід – скануючий тунельний мікроскоп, продемонструвавши атомарне зображення поверхні кремнію.





Binning and H. Rohrer. Great zur rasterartigen erflachenuntersuchung unter Ausnutzung des Vakuum Tunneleffekts bei kriogenischen Temperaturen // EU Patent 0 027 517 B1. Prioritat: 20.09.79 CH 8486/79.

У **1986** році група Бінніга опублікувала роботу, у якій були виміряні **сили взаємодії між гострим зондом і поверхнею** за величиною прогину мікроконсолі (кантилевера). Скануючий зонд знаходився на кінці мікроконсолі, а величина її прогину контролювалася тунельним зондом, поміщеним над нею. Цей тип мікроскопів вони назвали **атомно-силовими**. Контролюючи силу взаємодії зонд-поверхня (а не тунельний струм, як у СТМ), можна проводити картографування поверхні з атомарною роздільною здатністю зразків будь-якого типу (провідних, непровідних, органічних речовин, живих клітин та ін.) і при різних умовах: у вакуумі, на повітрі або в рідкому середовищі.

Заслуга Г. Бінніга і Х. Рорера полягає саме в усвідомленні та демонстрації можливості отримання атомарної просторової роздільної здатності при допомозі твердотільних зондів. Ця технологія виявилася революційною в розвитку досліджень властивостей поверхонь, і в 1986 році винахідники одержали Нобелівську премію.

[4] *G.Binnig, H. Rohrer, C.Gerber, E.Weibel // Phys. Rev. Lett. 50, p. 120 (1986).*

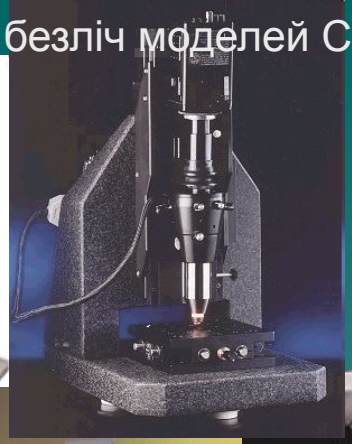
Ідеї та інженерно-конструкторські рішення, висунуті Гердом Біннігом і Хейні Рорером, суттєво спрощували апаратну реалізацію даного методу, що дозволило вже у **1990 р.** створити перший комерційний СЗМ. Таким СЗМ став NanoScope II американської фірми Digital Instruments, мікроскопи якої зараз є загальновизнаним стандартом.

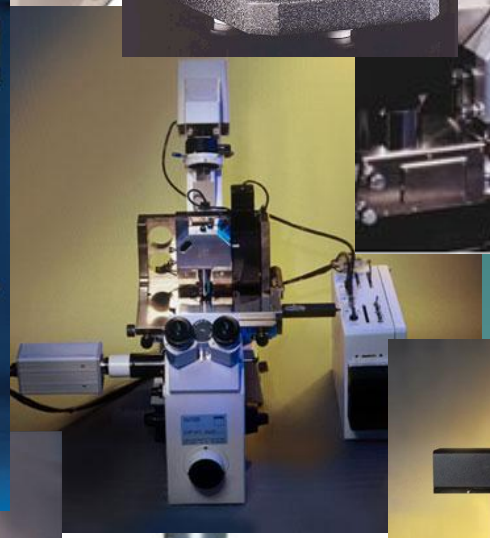
В даний час (2003 р.) на ринку СЗМ працює кілька десятків відомих компаній (не рахуючи безлічі малих груп), які займаються випуском різноманітних СЗМ.

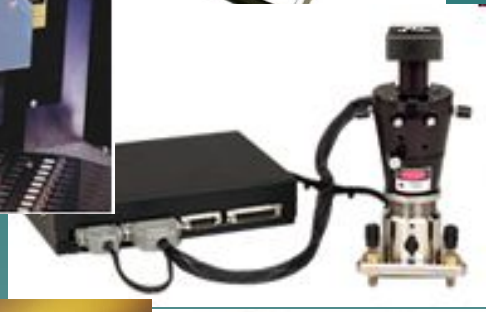
Ведучими серед них є:

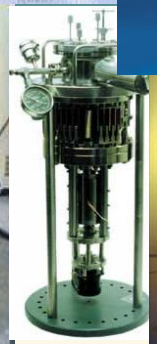
- Veeco Instruments (Digital Instruments) – США *http://www.veeco.com*
- NT-MDT – Росія *http://ntmdt.com*
- JEOL-USA, Inc.*http://www.jeol.com/spm*
- "OMICRON“ GmbH - Німеччина *http://www.omicron-instruments.com/scanning.html*
- Quesant Instrument Corporation *http://www.quesant.com*
- Nanosurf AG - Швейцария *http://www.nanosurf.com*

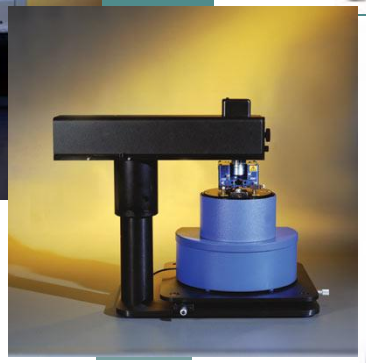
Зараз існує безліч моделей СЗМ різного призначення:

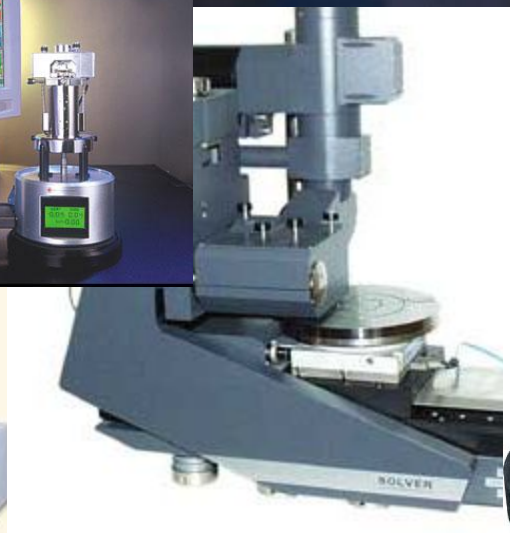










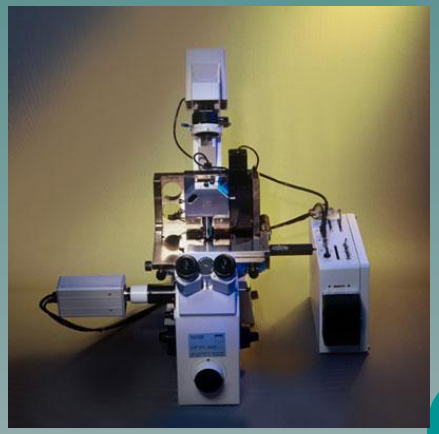


Особливості конструкції СЗМ визначаються їх призначенням:

для досліджень атомарної будови поверхонь
- надвисоковакуумні системи;

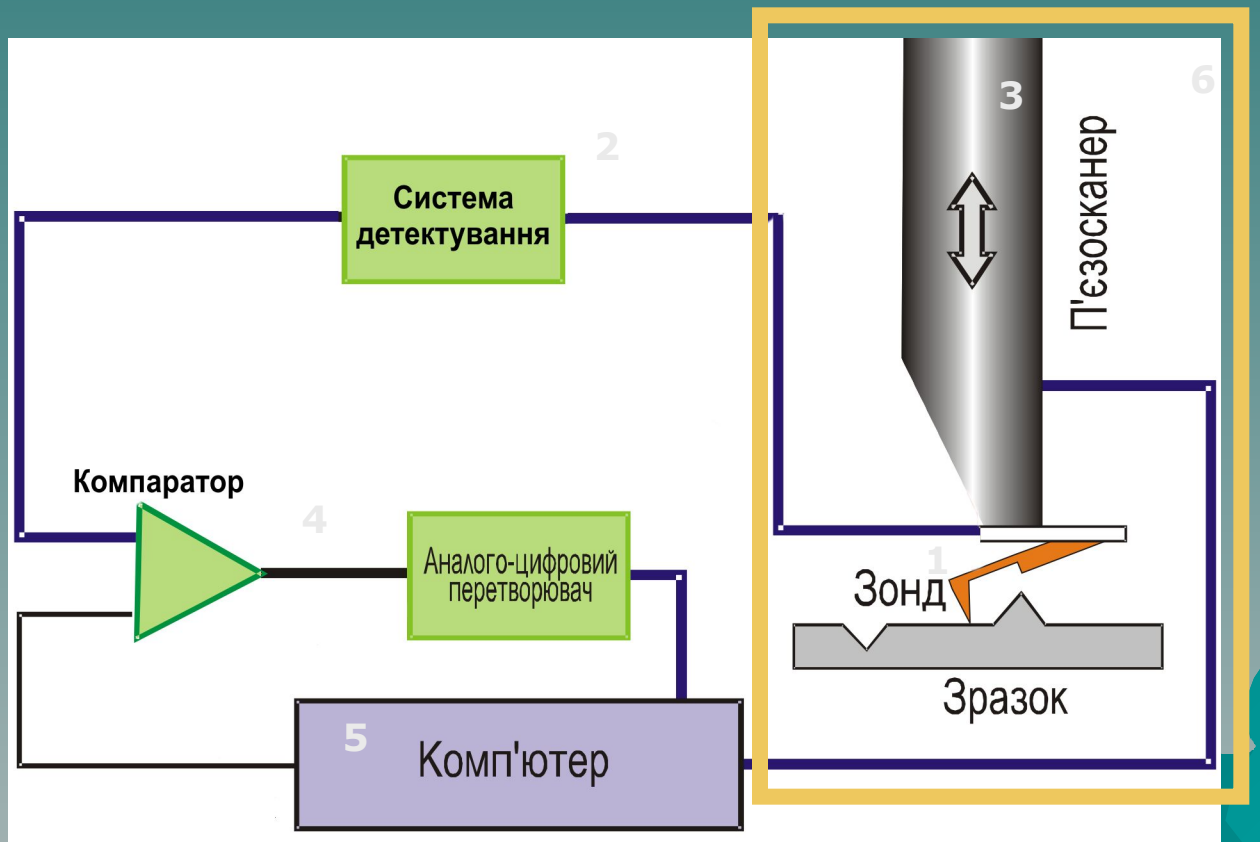
для нанометрії поверхонь
– системи, які працюють на повітрі;

для біологічних досліджень
– робота в рідких середовищах.

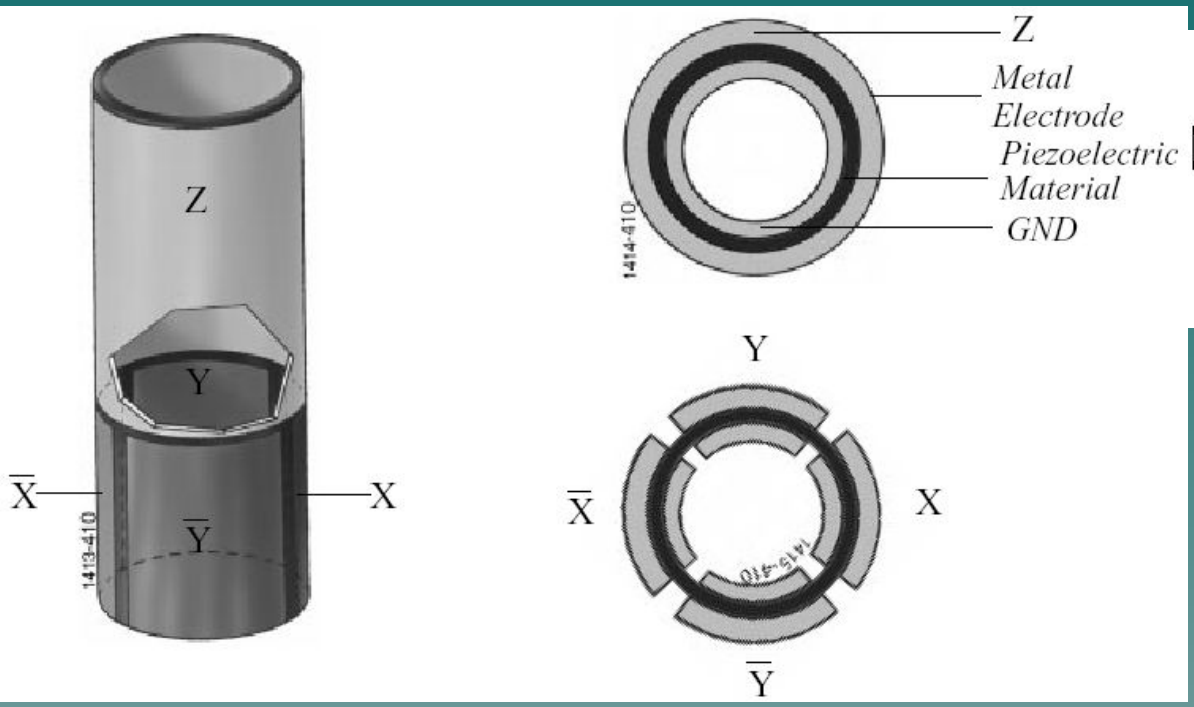


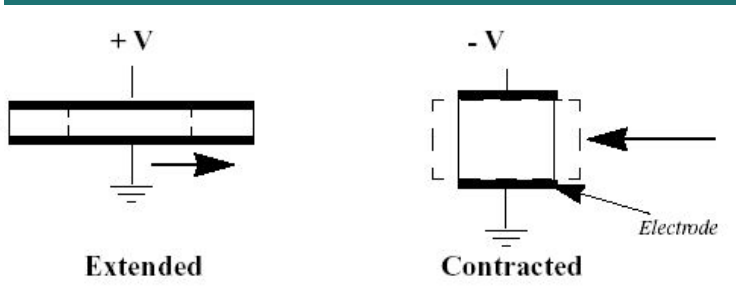
Однак незалежно від середовища функціонування основні складові СЗМ залишаються незмінними:

1 - **наносенсор** (зонд),
2 - система **детектування**,
3 - система **прецизійного трьохкоординатного переміщення** (сканер),
4 - система **зворотного зв'язку**,
5 - **модуль накопичення, обробки та відображення даних**,
6 - система **вібро- і шумоізоляції**.



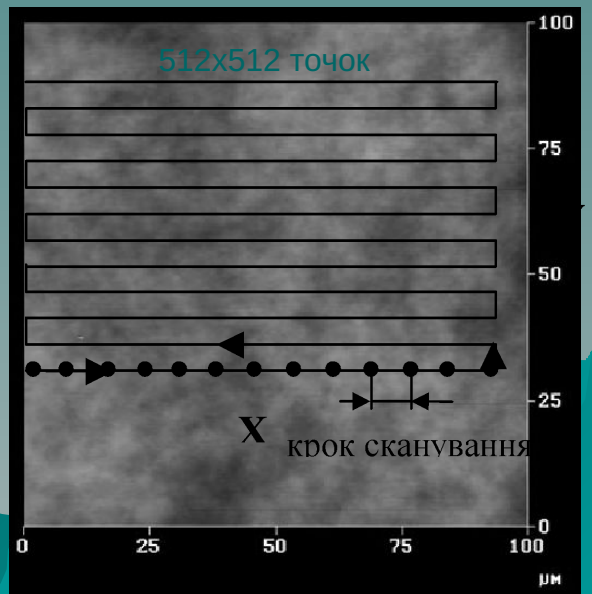
Силовий привід - **сканер**, виготовлений з п’єзокерамічного матеріалу (титанат цирконію або титанат цирконату свинцю) у вигляді труби, стопи або триподу, - може здійснювати переміщення як в горизонтальній, так і у вертикальній площині із субангстремною точністю.





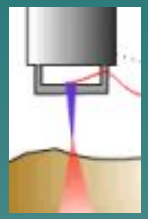
деформація: $\varepsilon = dE$,
де d – стала п’єзоелектричної деформації даного матеріалу.

З використанням 22-розрядного ЦАП і охолодженого до низьких температур механічного модуля СЗМ (коли термічним дрейфом в матеріалах і кріпом в п’єзосканері можна знехтувати) сканер з максимальним полем сканування 1мкм може мати мінімальний одиничний крок переміщення **~0,24 пікометра.**

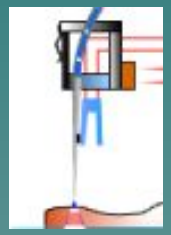


На основі базової системи сканування можна реалізувати різні методи СЗМ. Перехід від одного типу вимірювань до іншого здійснюється шляхом перемикання системи детектування та заміни наносенсора.

- Скануюча тунельна мікроскопія (СТМ)

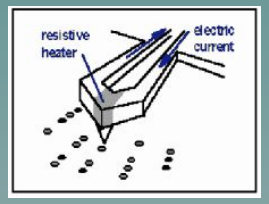


- Скануюча мікроскопія ближнього поля

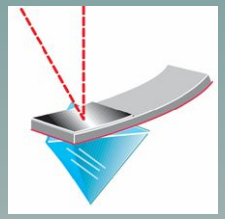


- Скануюча силова мікроскопія
- Скануюча магнітна мікроскопія (електростатична)

-Термомікроскопія

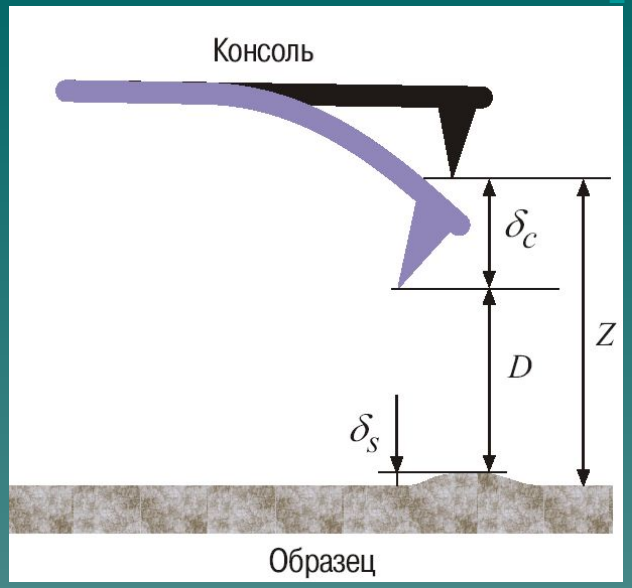


- Нанотвердоміри



Скануюча силова мікроскопія

- силова спектроскопія
  - силові криві (Force-distance curves)
  - амплітудні криві (Amplitude-distance curves) (Phase-distance curves)
  - частотні криві (Frequency-distance curves)
  - повна резонансна спектроскопія
- контактні методики
  - режим постійної сили
  - режим постійної висоти
  - режим похибки вимірювань (deflection)
  - мікроскопія сил тертя (friction mode)
  - резонансна м. сил тертя
  - режим модуляції сили
  - наноіндентування та зносостійкість
- методики періодичного контакту (Tapping Mode)
  - режим постійної амплітуди (фази, частоти)
  - режим фазового контрасту
  - безконтактні методики
- багатопрохідні методики
  - магнітна мікроскопія
  - електростатична мікроскопія
  - резистивна мікроскопія
  - ємнісна мікроскопія
  - термомікроскопія
- додаткове зовнішнє збудження поверхні
  - акустичне, лазерне, магнітне та ін.

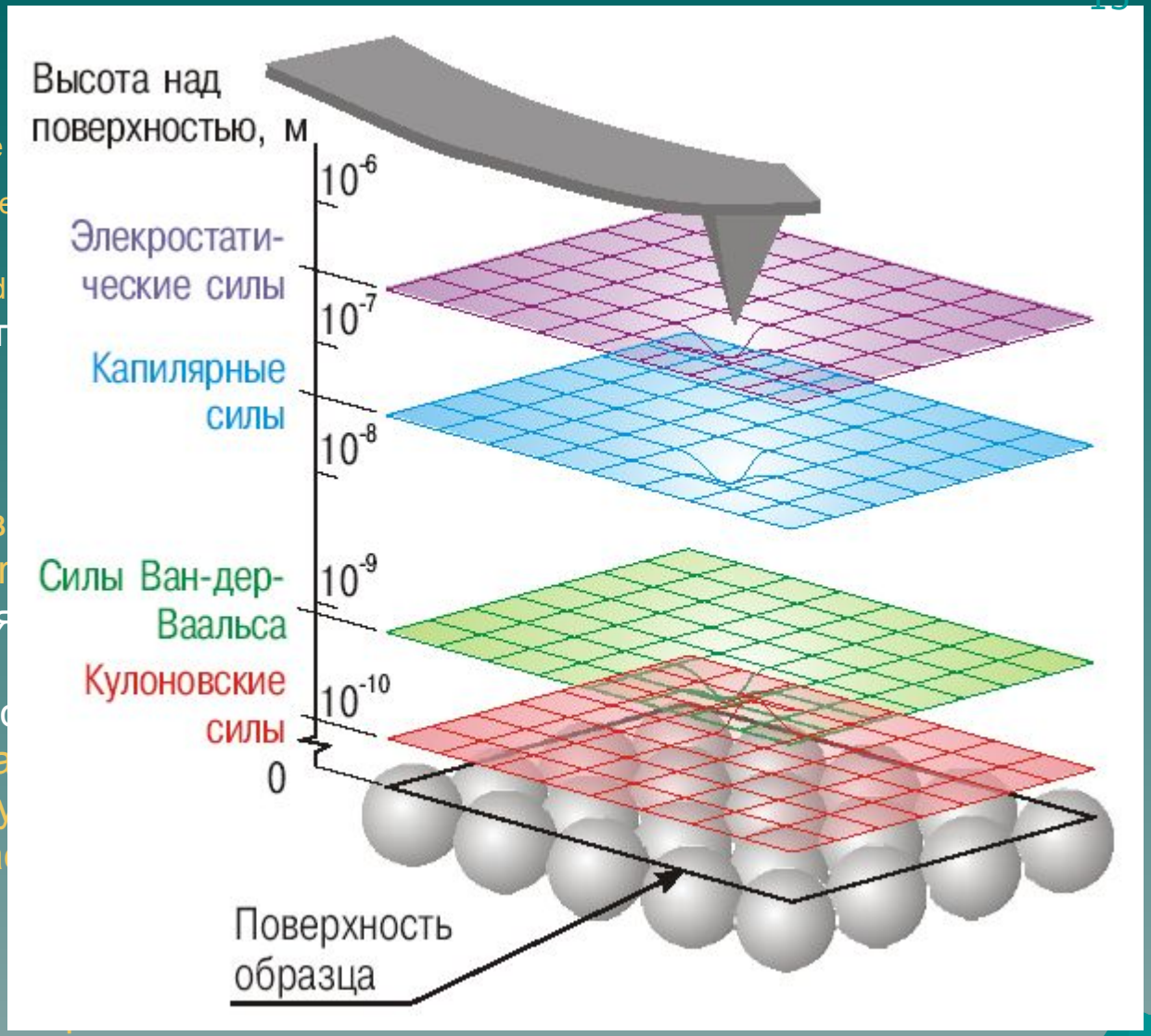


$$F = -k_c \delta_c$$

$$F = \frac{C}{\left(\delta_c\left(1+\frac{k_c}{k_s}\right)-Z\right)^n}$$

Скануюча силова мікроскопія

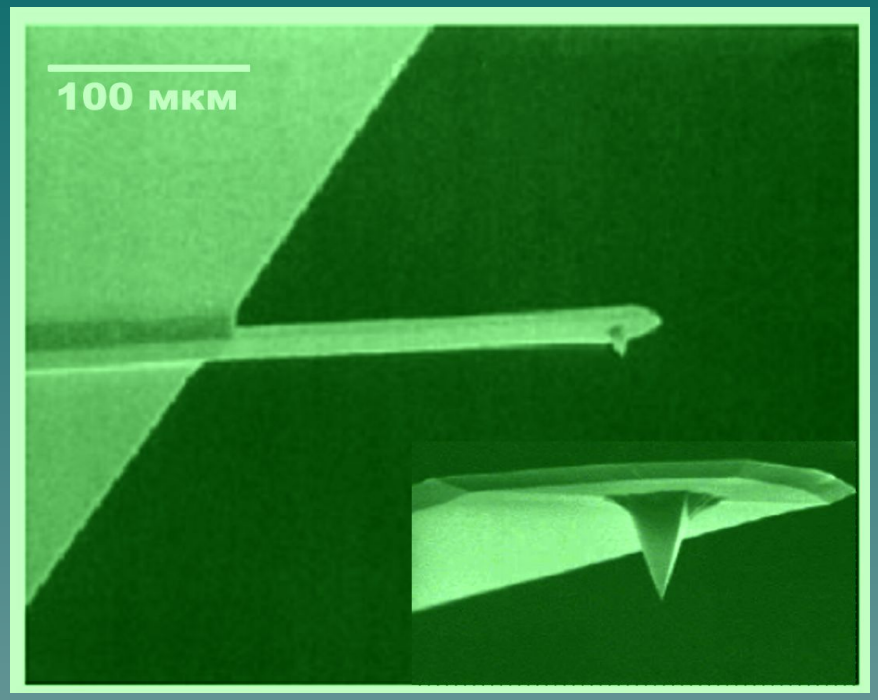
- силова спектроскопія
  - силові криві (Force-distance
  - амплітудні криві (Amplitude
  - (Phase-distance curves)
  - частотні криві (Frequency-d
  - повна резонансна спект
- контактні методики
  - режим постійної сили
  - режим постійної висоти
  - режим похибки вимірюв
  - мікроскопія сил тертя (fr
  - резонансна м. сил тертя
  - режим модуляції сили
  - наноіндентування та зн
- методики періодичного конта
  - режим постійної амплітуд
  - режим фазового контра
  - безконтактні методики
- багатопрохідні методики
  - магнітна мікроскопія
  - електростатична мікроскопія
  - резистивна мікроскопія
  - ємнісна мікроскопія
  - термомікроскопія

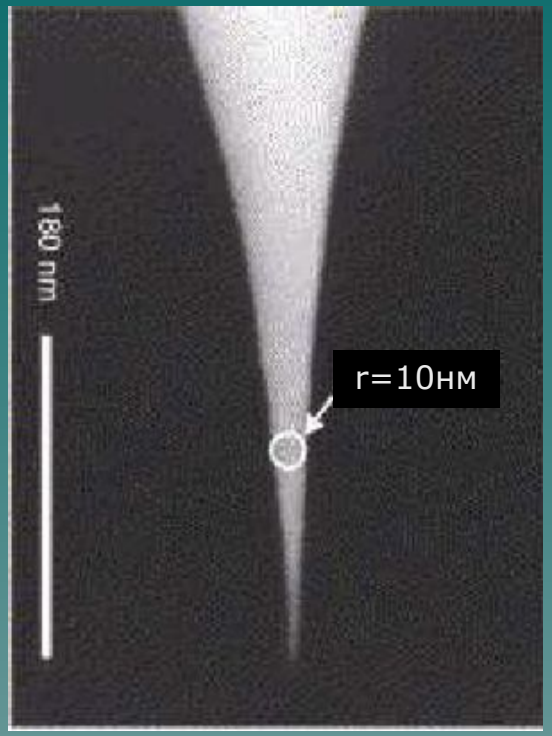


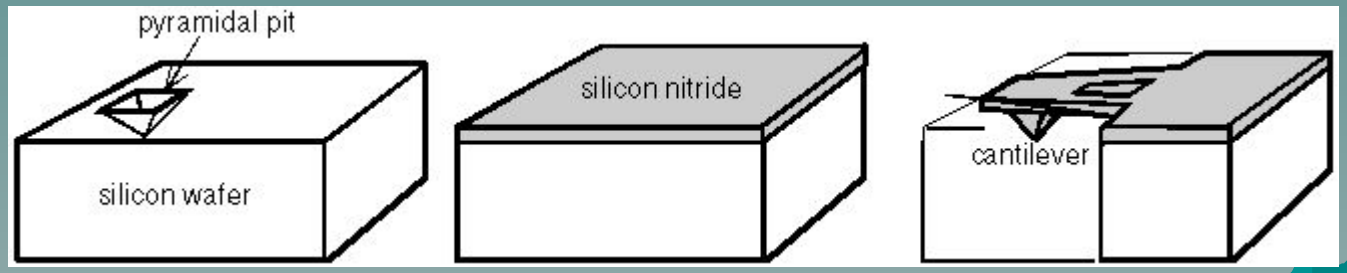
$$F = \frac{C}{\left(\delta_c\left(1+\frac{k_c}{k_s}\right)-Z\right)^n}$$

- Скануюча силова мікроскопія

В АСМ використовуються, як правило, зонди виготовлені із Si та Si_3N_4

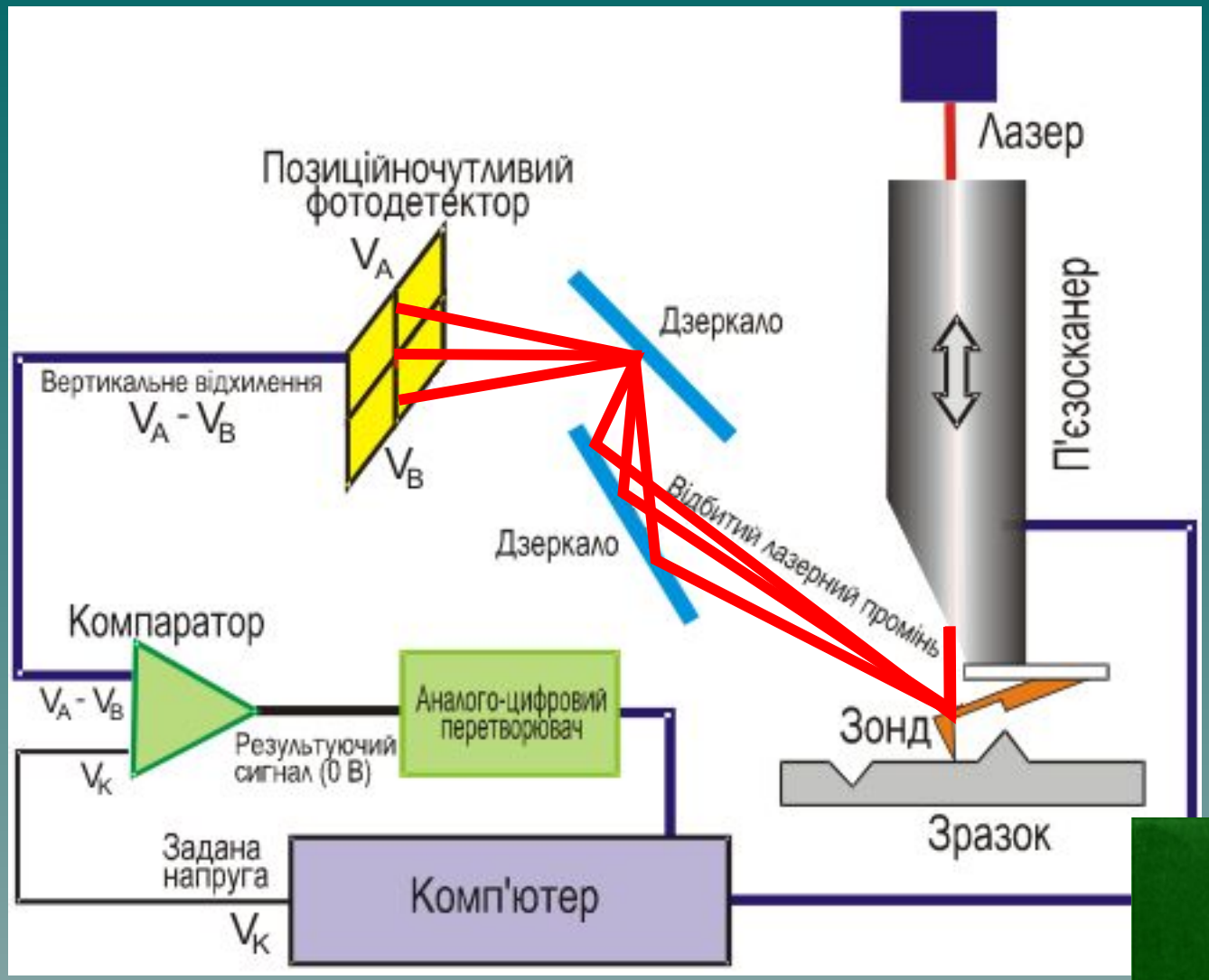






Типова технологія виготовлення АСМ зондів

Скануюча силова мікроскопія



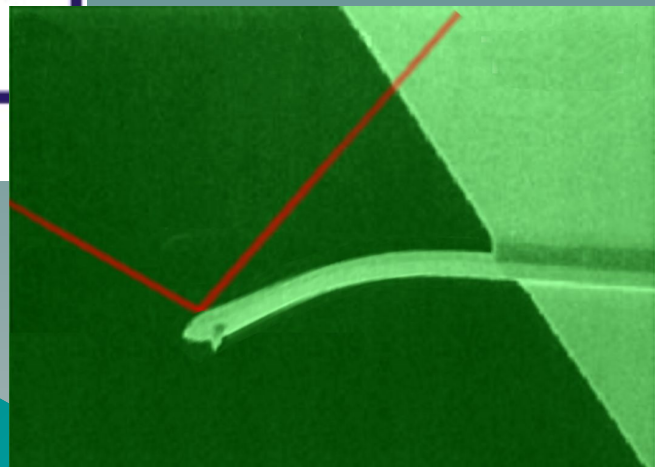
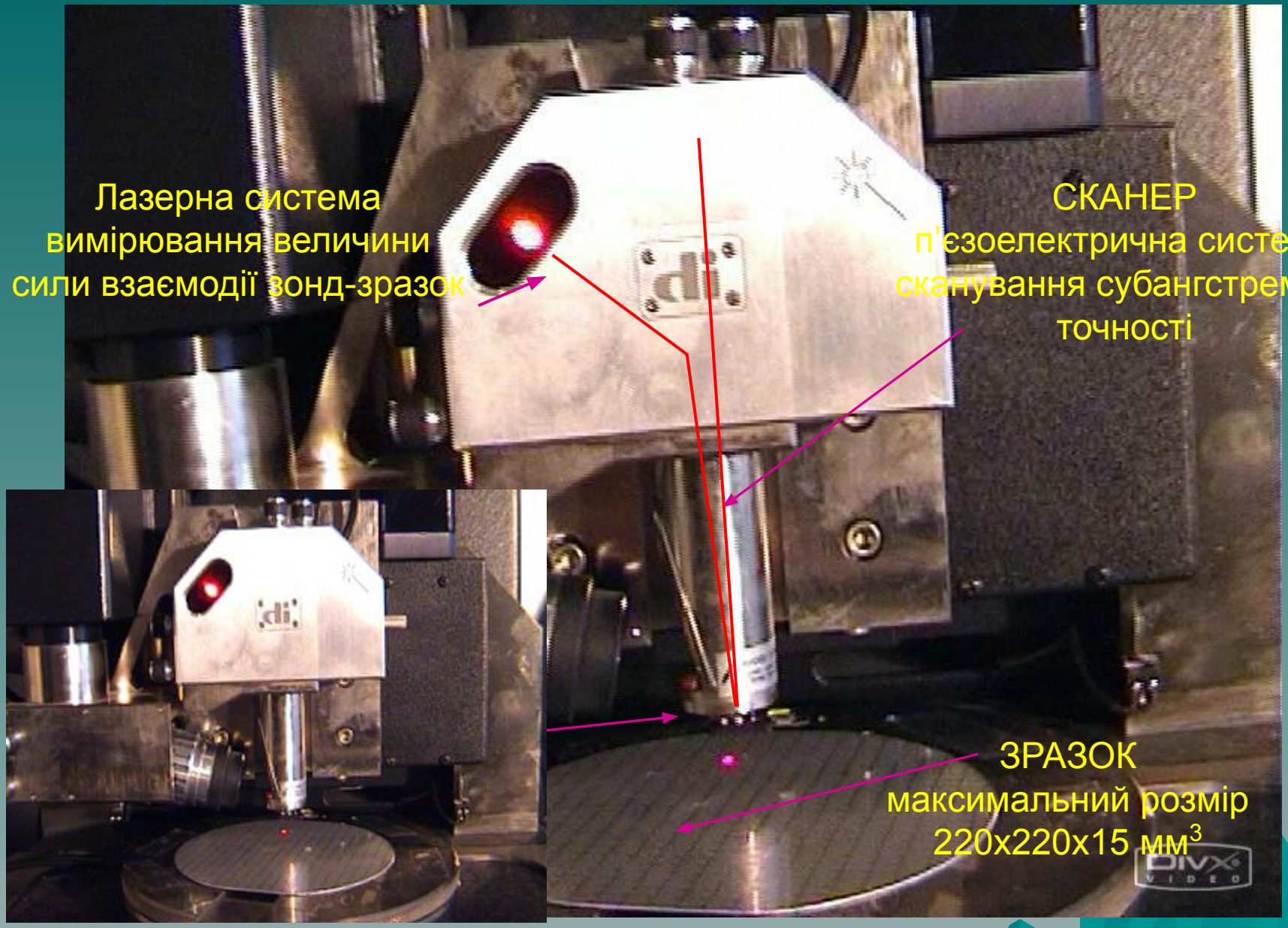
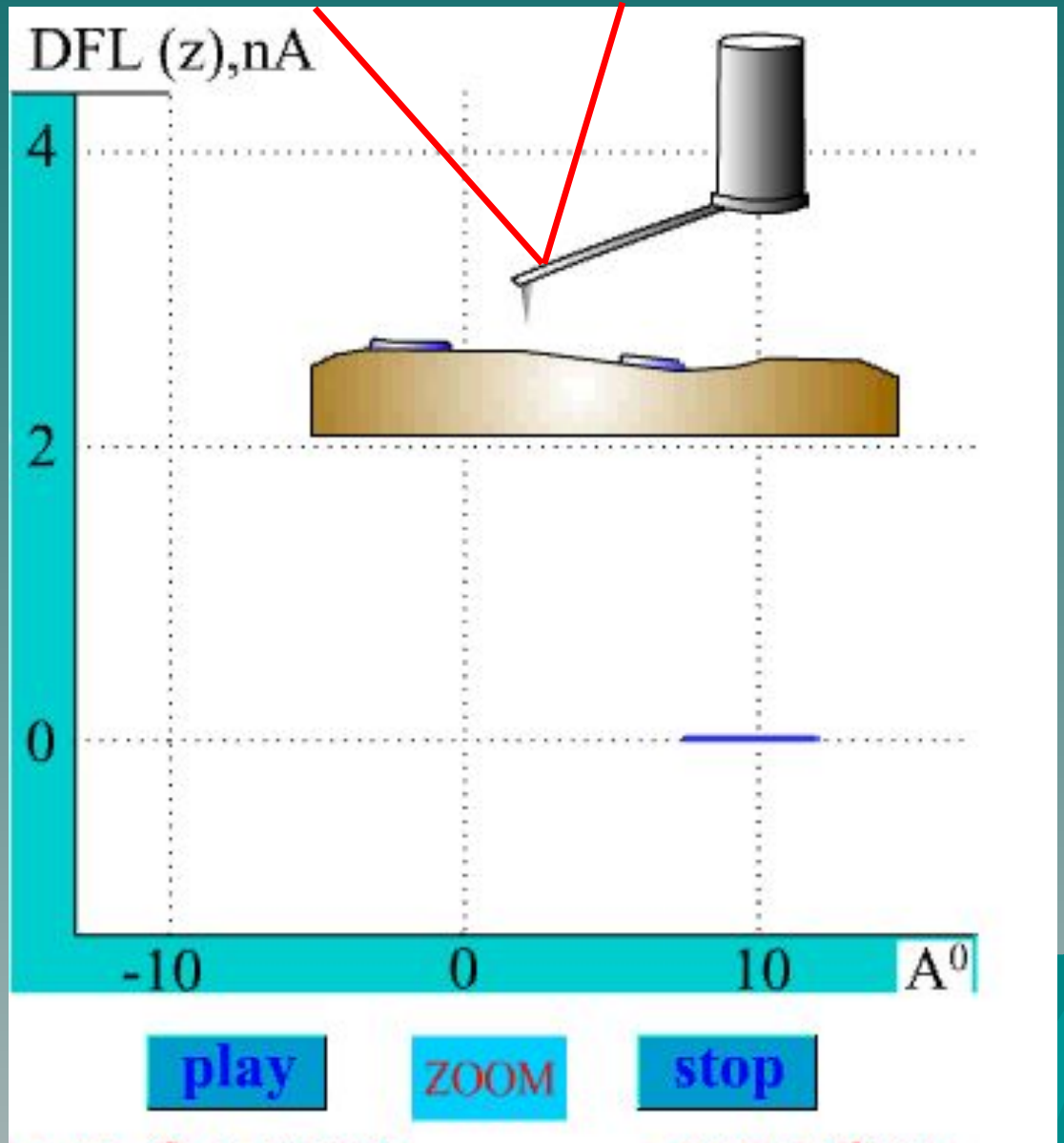


Схема АСМ


Лазерна система
вимірювання величини
сили взаємодії зонд-зразок
СКАНЕР
п'єзоелектрична система
сканування субангстремної
точності
ЗРАЗОК
максимальний розмір
220x220x15 мм^3

Скануюча силова мікроскопія
Силова спектроскопія
Силові криві (Force-distance curves)



- Скануюча тунельна мікроскопія (СТМ)

Скануюча силова мікроскопія

силова спектроскопія

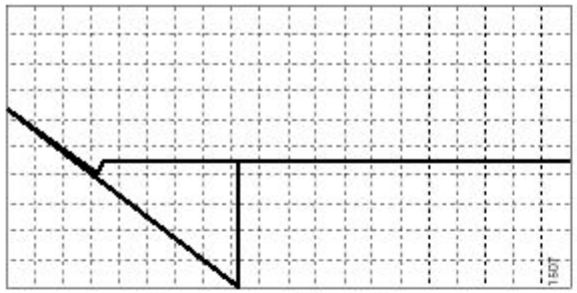
силові криві (Force-distance curves)

(Phase-dista

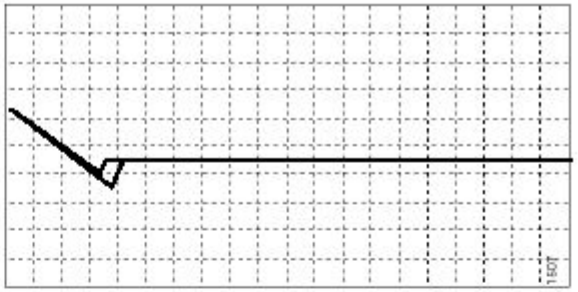
конта

мето

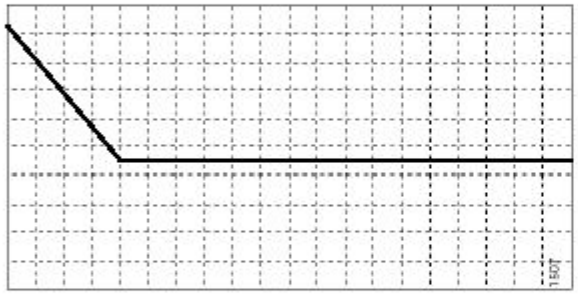
багат



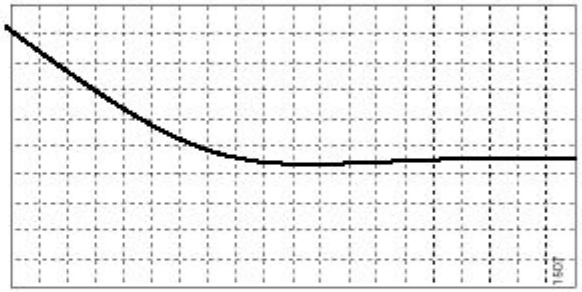
Large adhesion



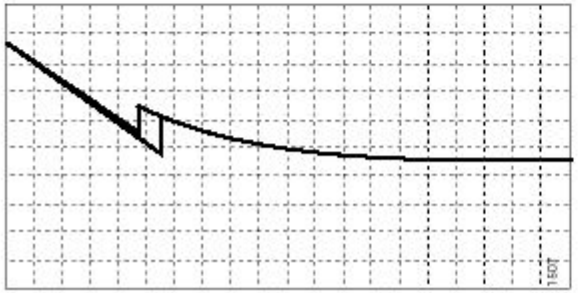
Small adhesion



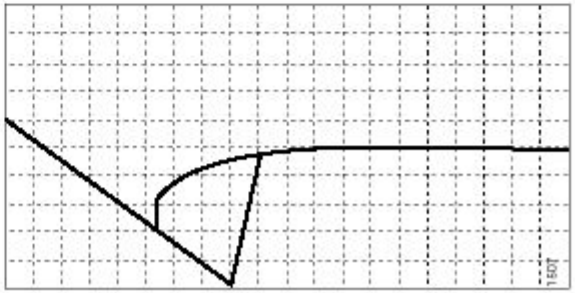
Hard sample



Soft sample



Long-range repulsion

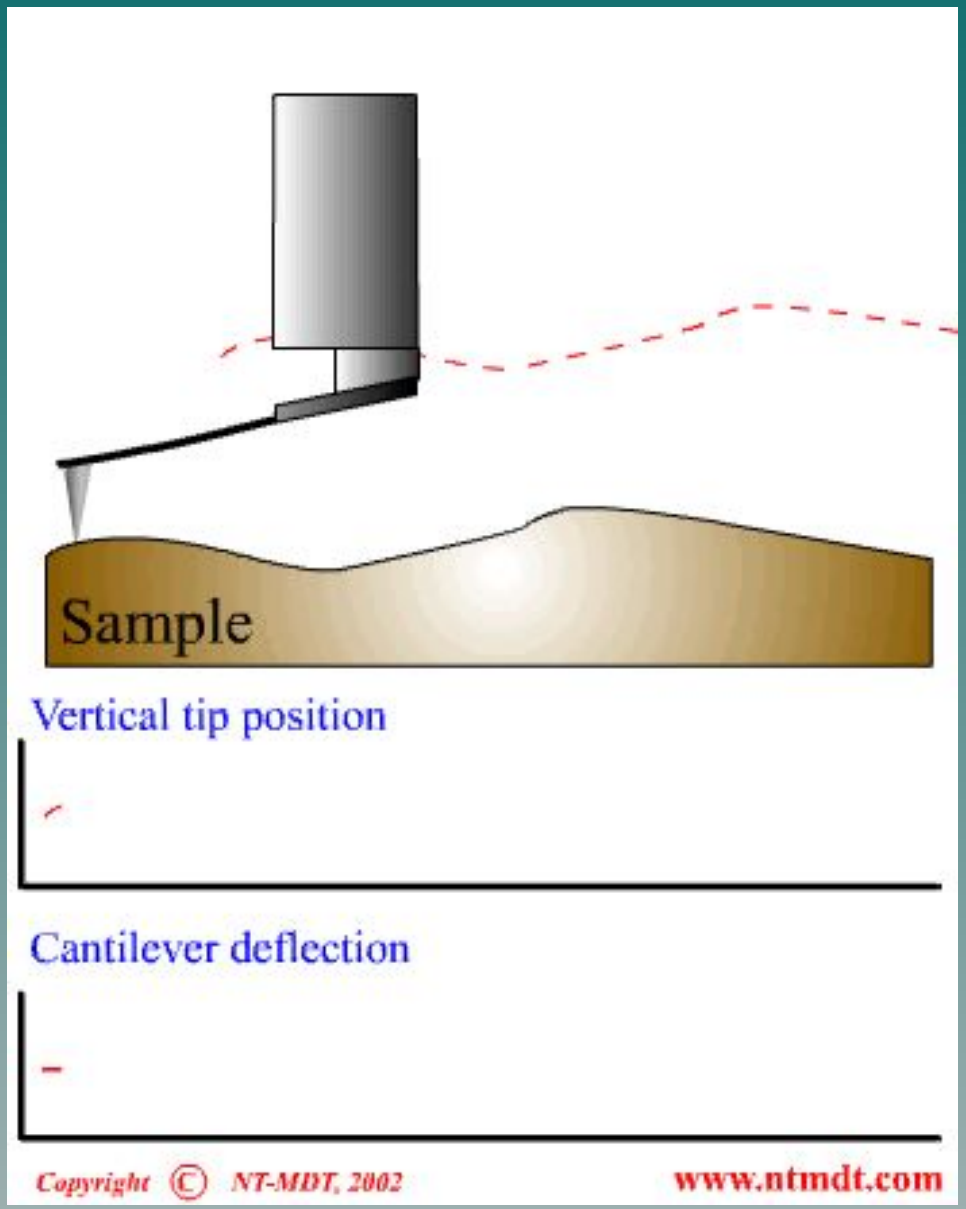


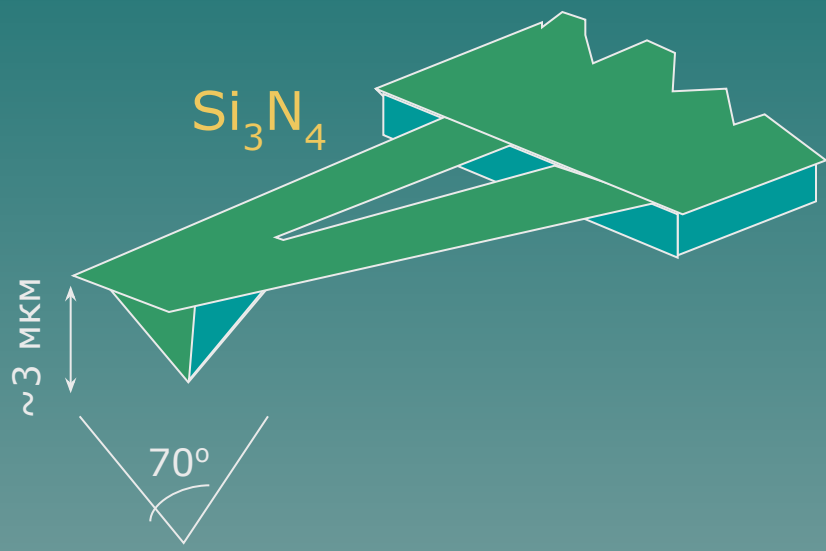
Long-range attraction

Скануюча силова мікроскопія

контактні методики

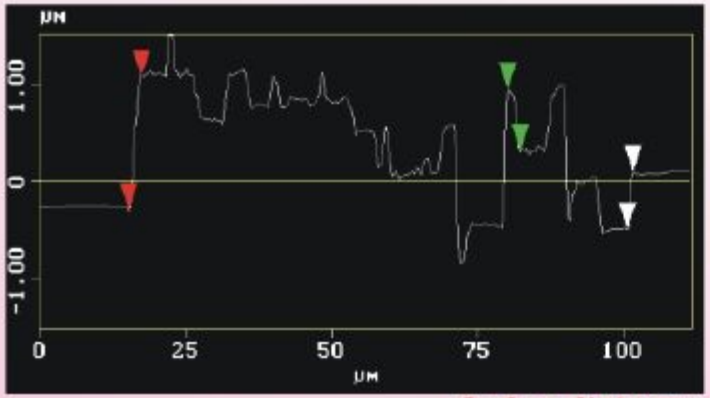
режим постійної сили

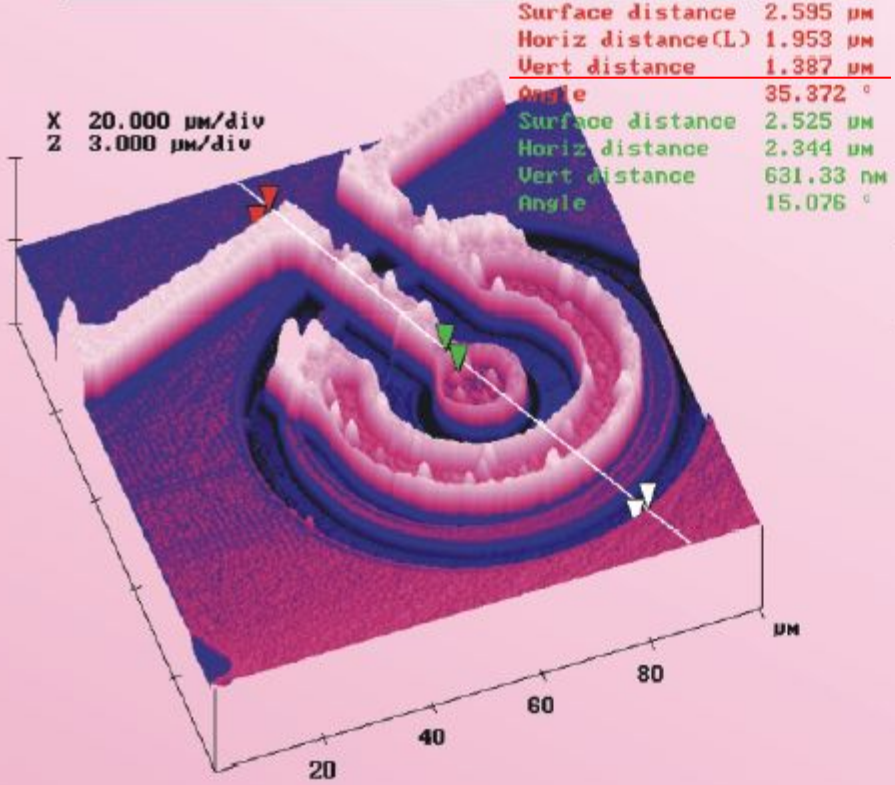




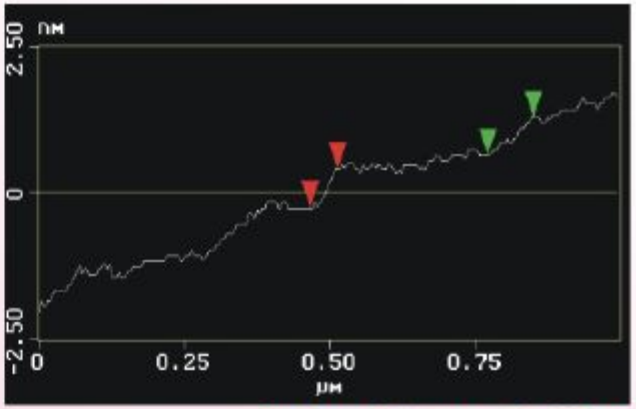
Топометрія поверхонь

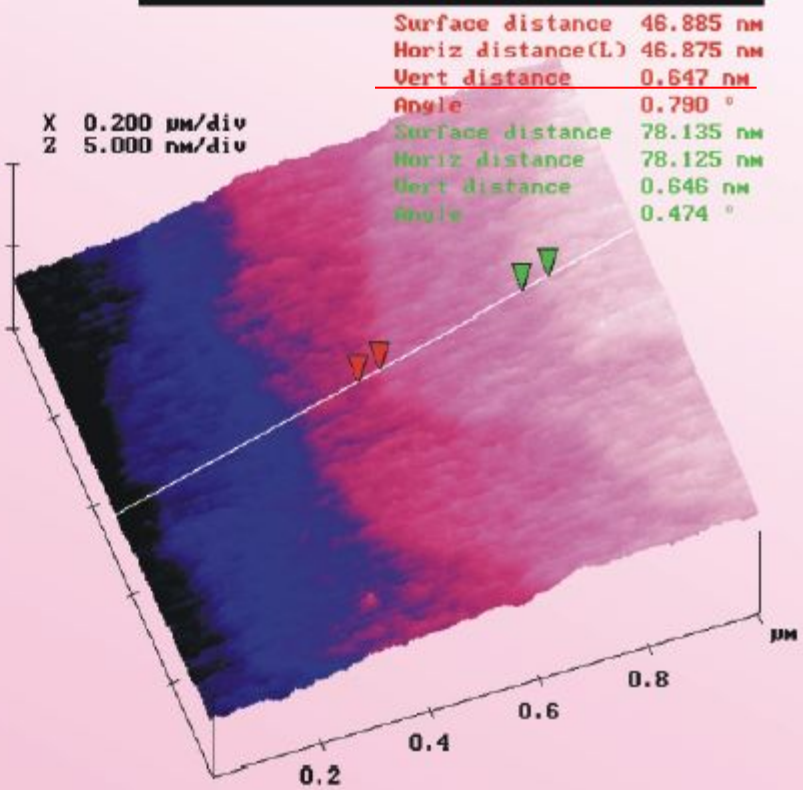
Топологія приладів

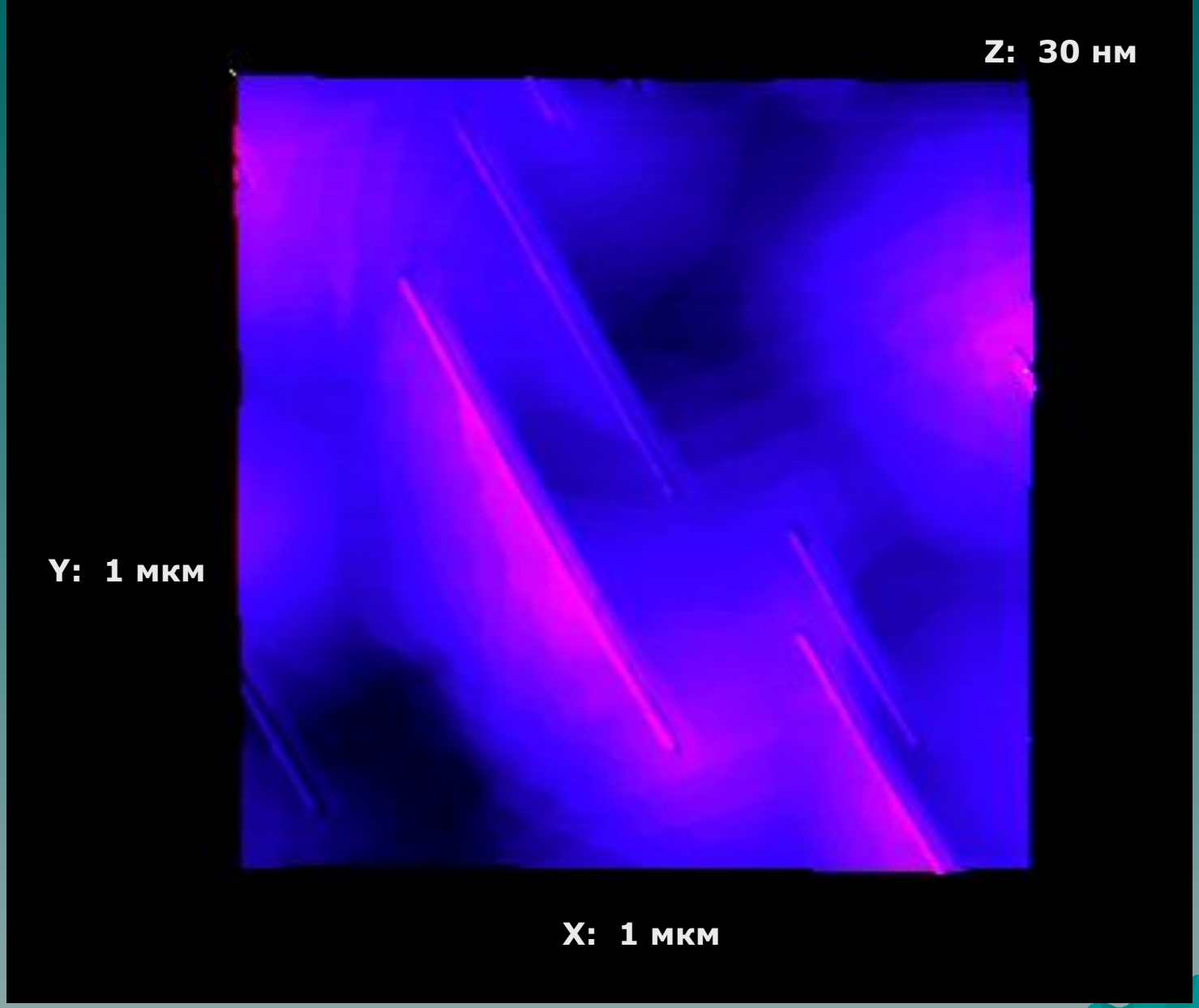




Ростові процеси





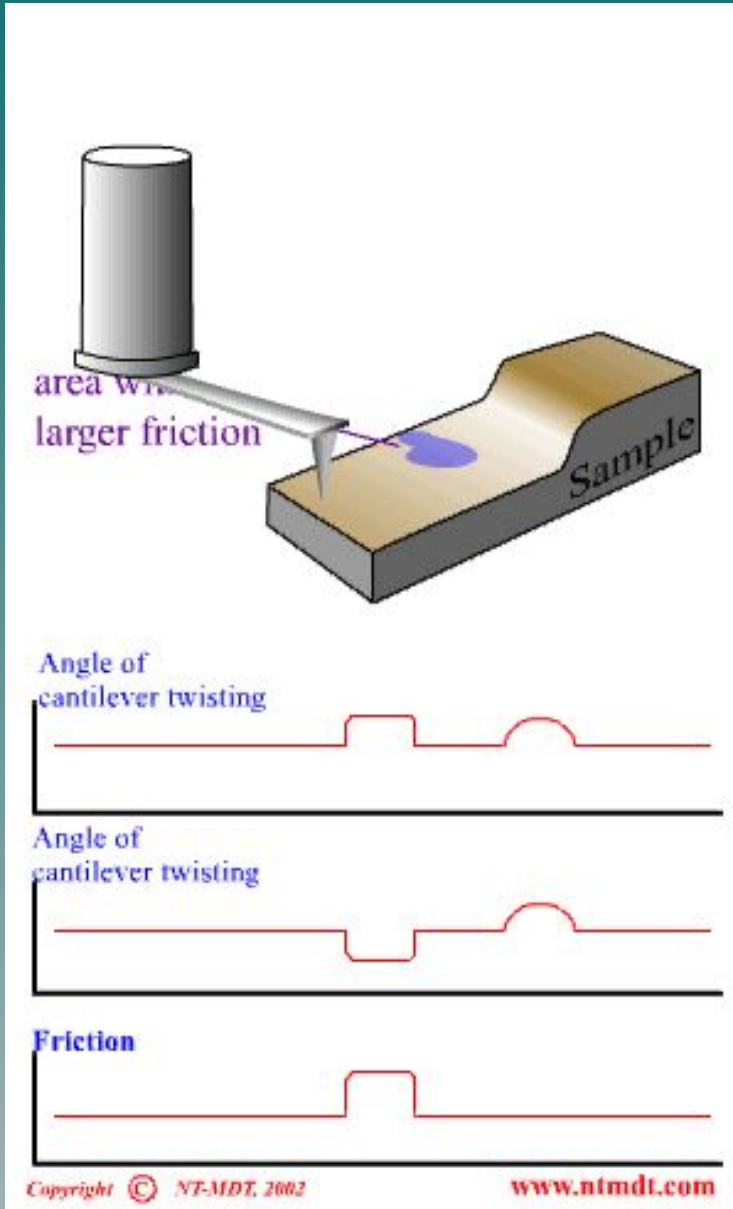


Плівка PbGeTe/BaF_2

Скануюча силова мікроскопія

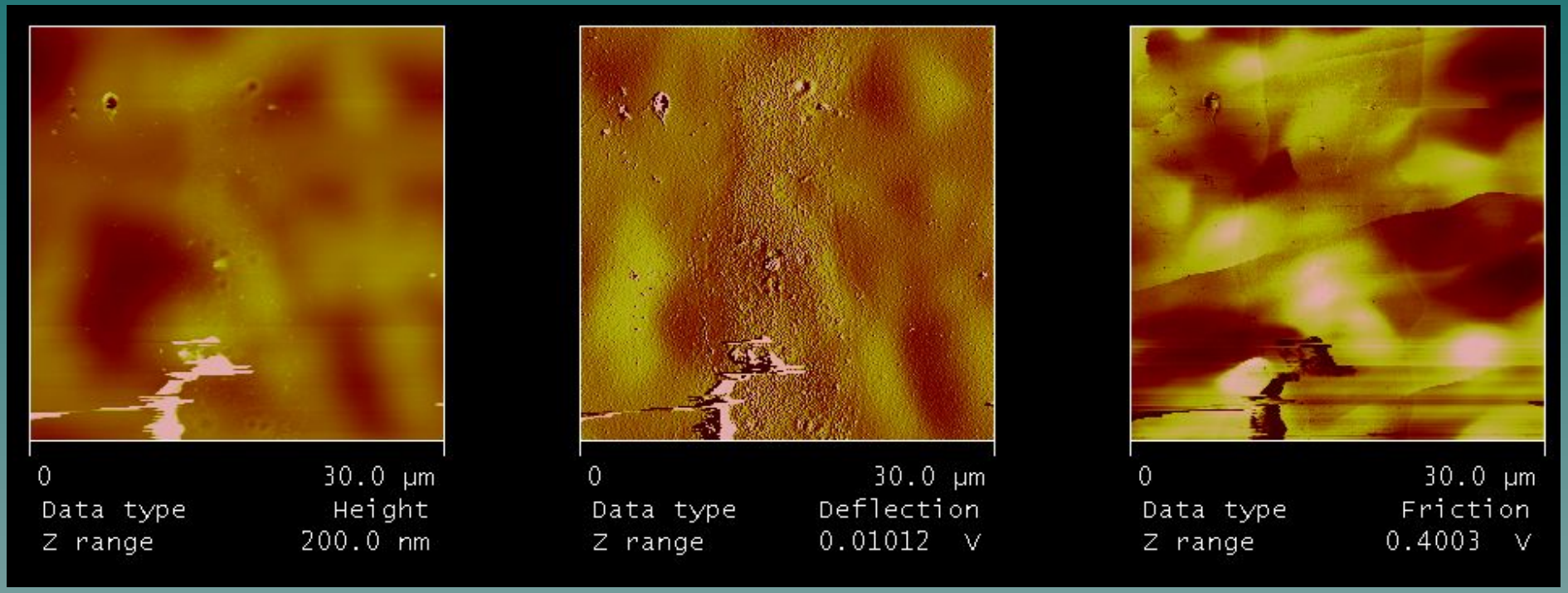
контактні методики (Contact Mode)

мікроскопія сил тертя (lateral force mode)



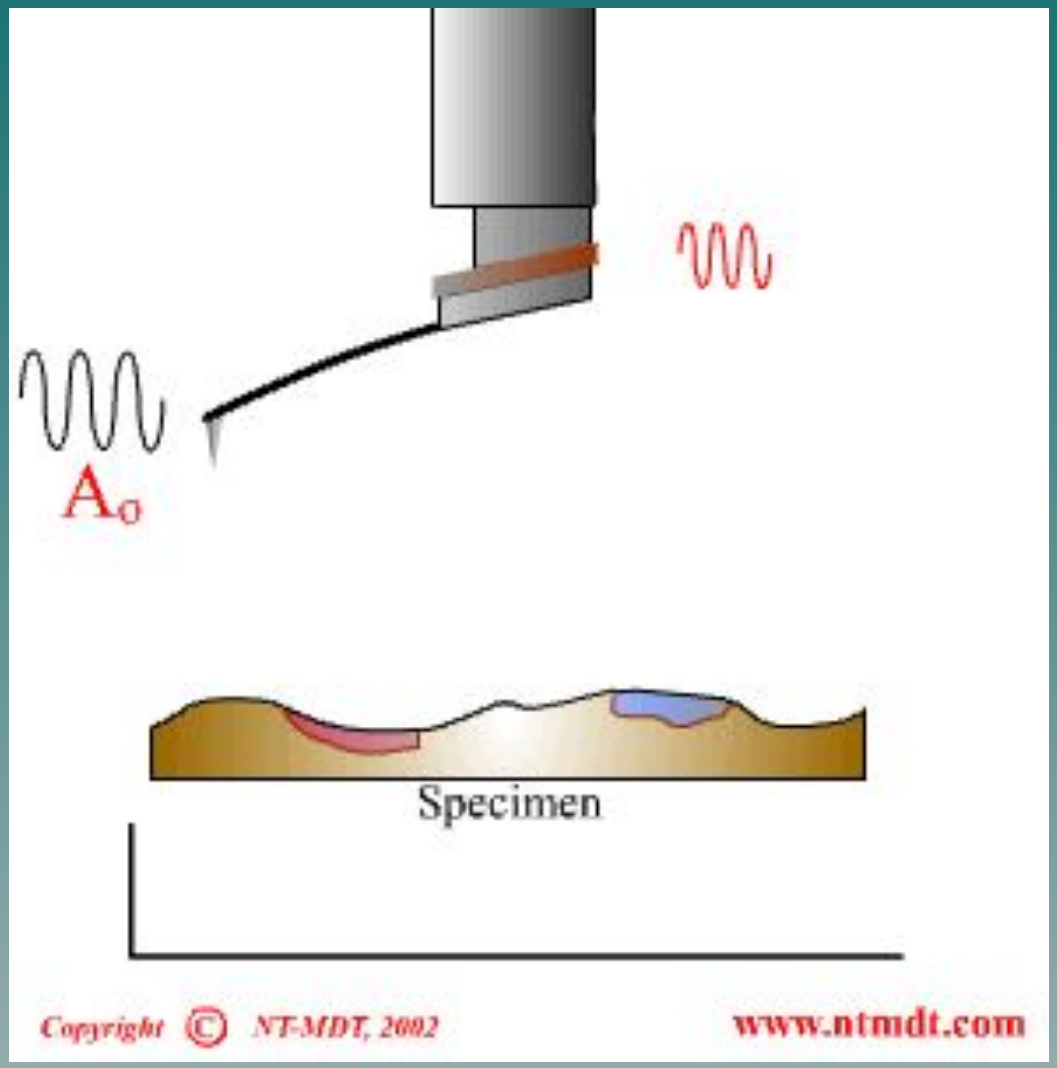
Скануюча силова мікроскопія

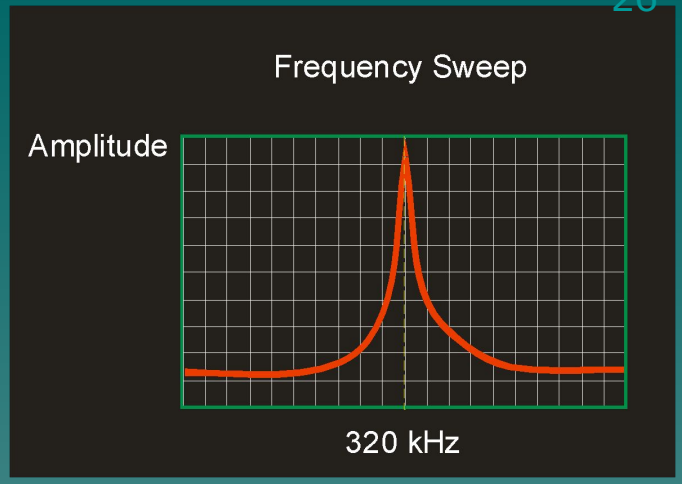
контактні методики (Contact Mode)

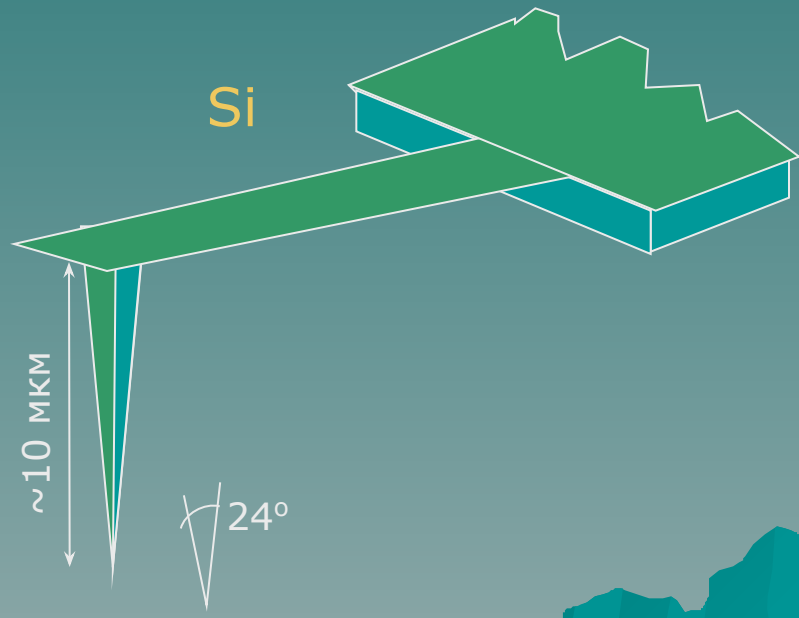


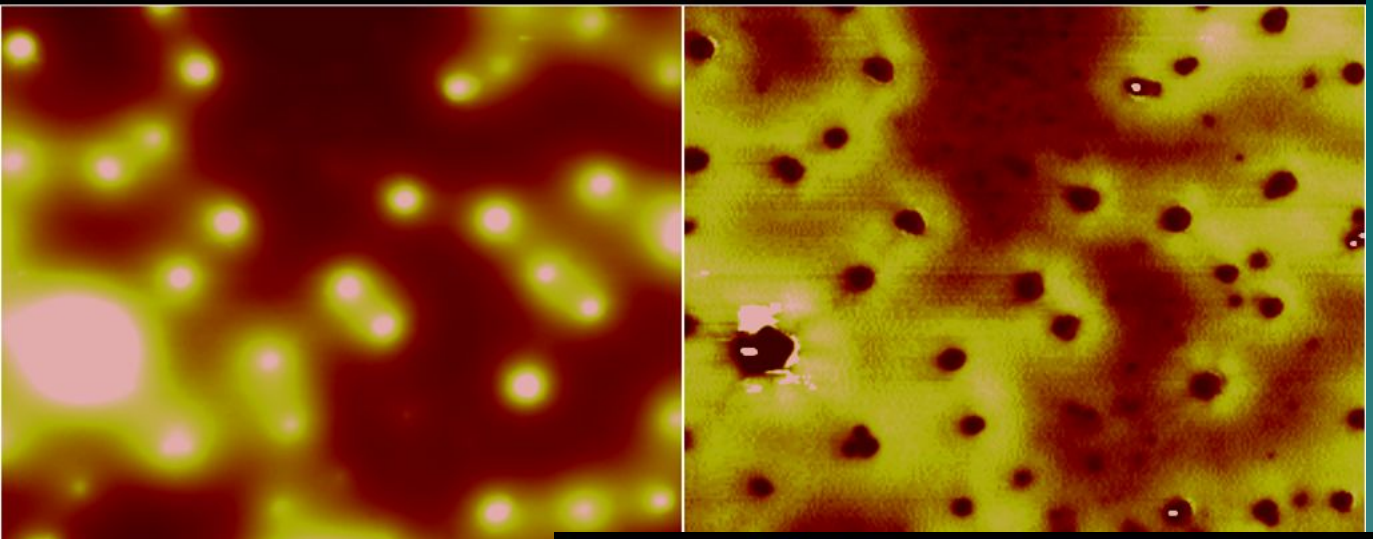
6H-SiC - лазерна обробка поверхні

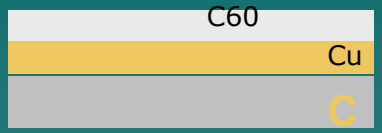
Скануюча силова мікроскопія
методики періодичного контакту (Tapping Mode)
режим фазового контрасту







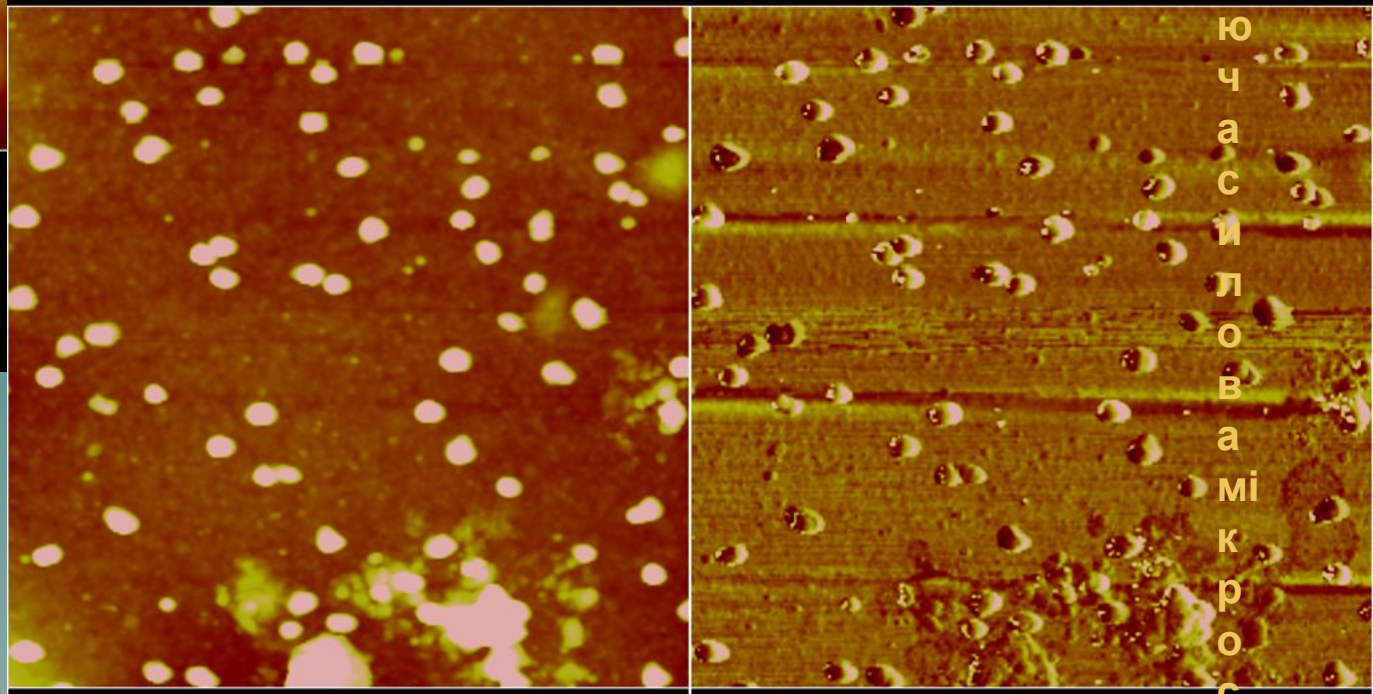




0
Data type Height
Z range 200.0 nm

shp_ful.000
Shpilevskii, C60+Cu, #48 <9.12.03>

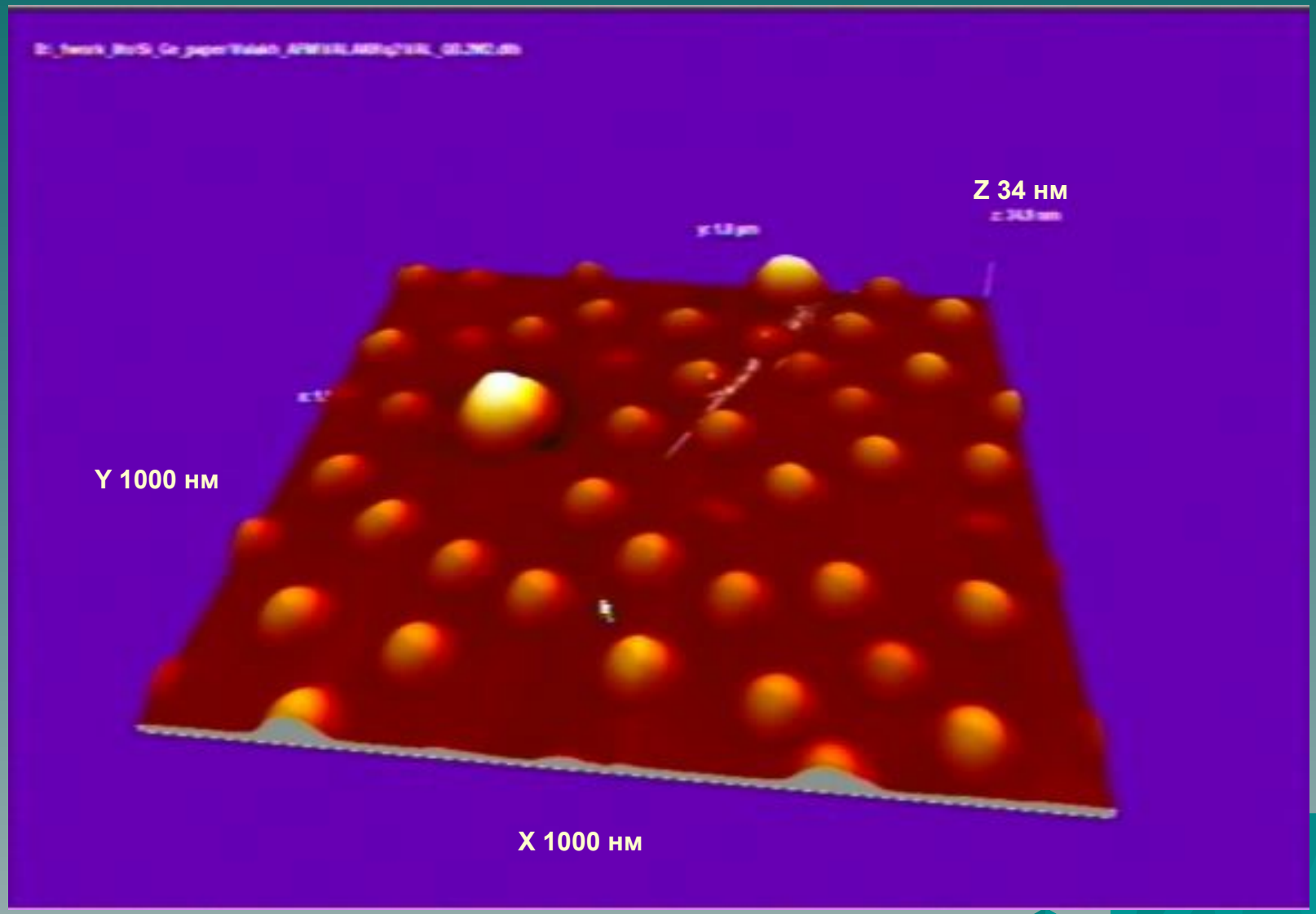
C^{60} +Cu на Si



0 5.00 µm 0 5.00 µm
Data type Height
Z range 200.0 nm
Data type Phase
Z range 50.00 °

shp_ful.004
Shpilevskii, C60+Cu, #48, toluol 10' <12.12.03>

Скануюча силова мікроскопія


Z 34 нм
Y 1000 нм
X 1000 нм

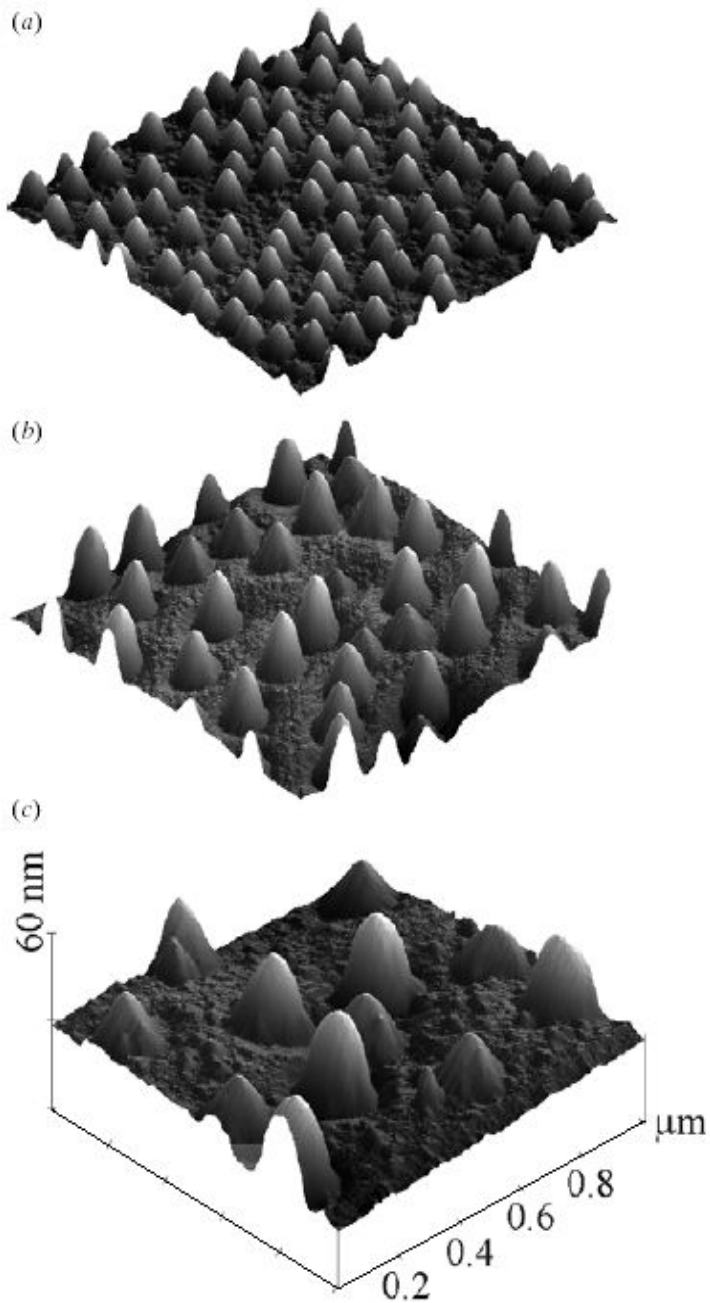


Figure 2. AFM images of self-organized nanoislands ($d_{Ge} = 9$ ML) grown at different temperatures: (*a*) 600 °C; (*b*) 700 °C; (*c*) 750 °C.

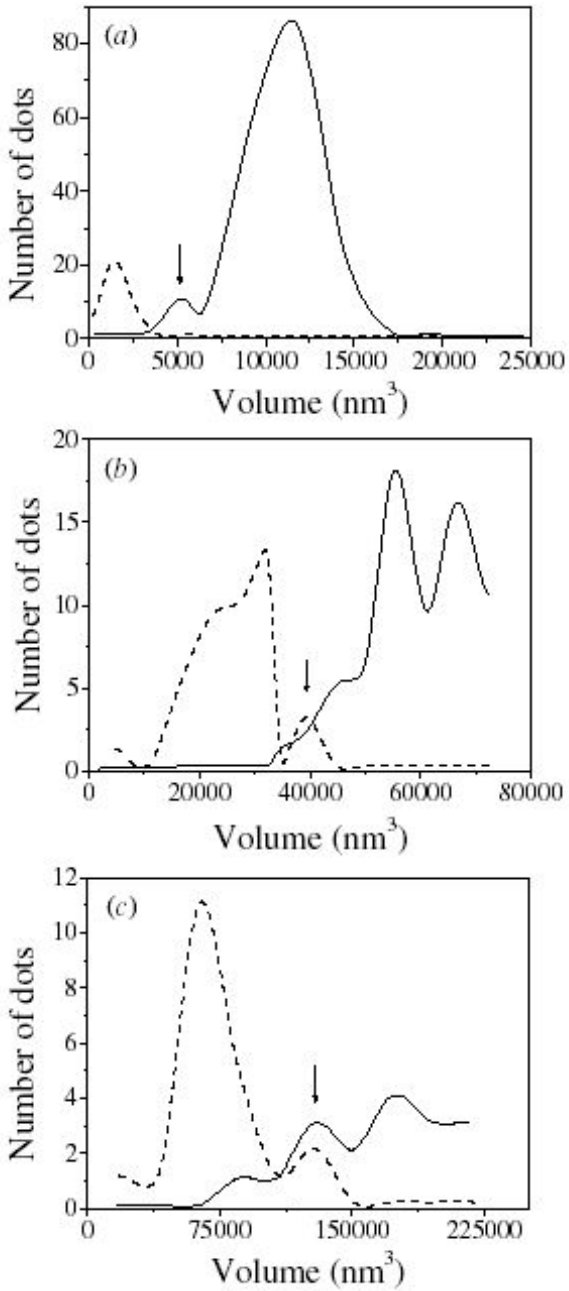


Figure 5. The dependence of pyramid-shaped (dashed curve) and dome-shaped (solid curve) island number on volume for 9 ML samples. T: (*a*) 600 °C; (*b*) 700 °C; (*c*) 750 °C.

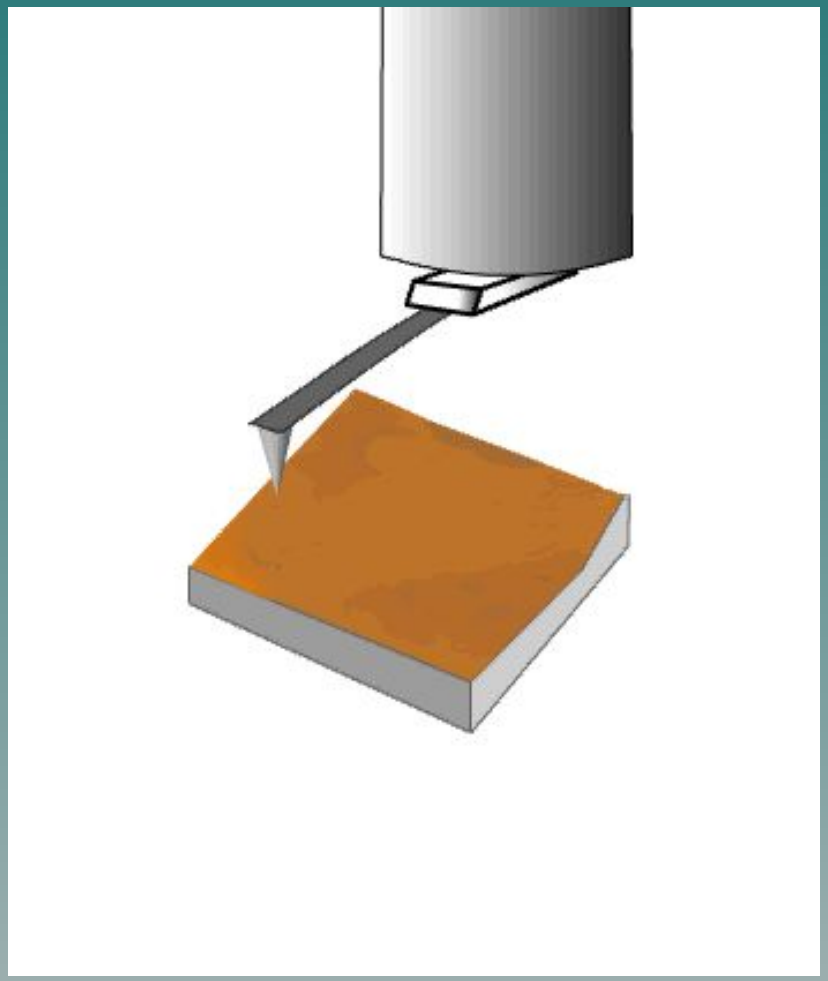
Нанолітографія та наноманіпуляції

СТМ літографія

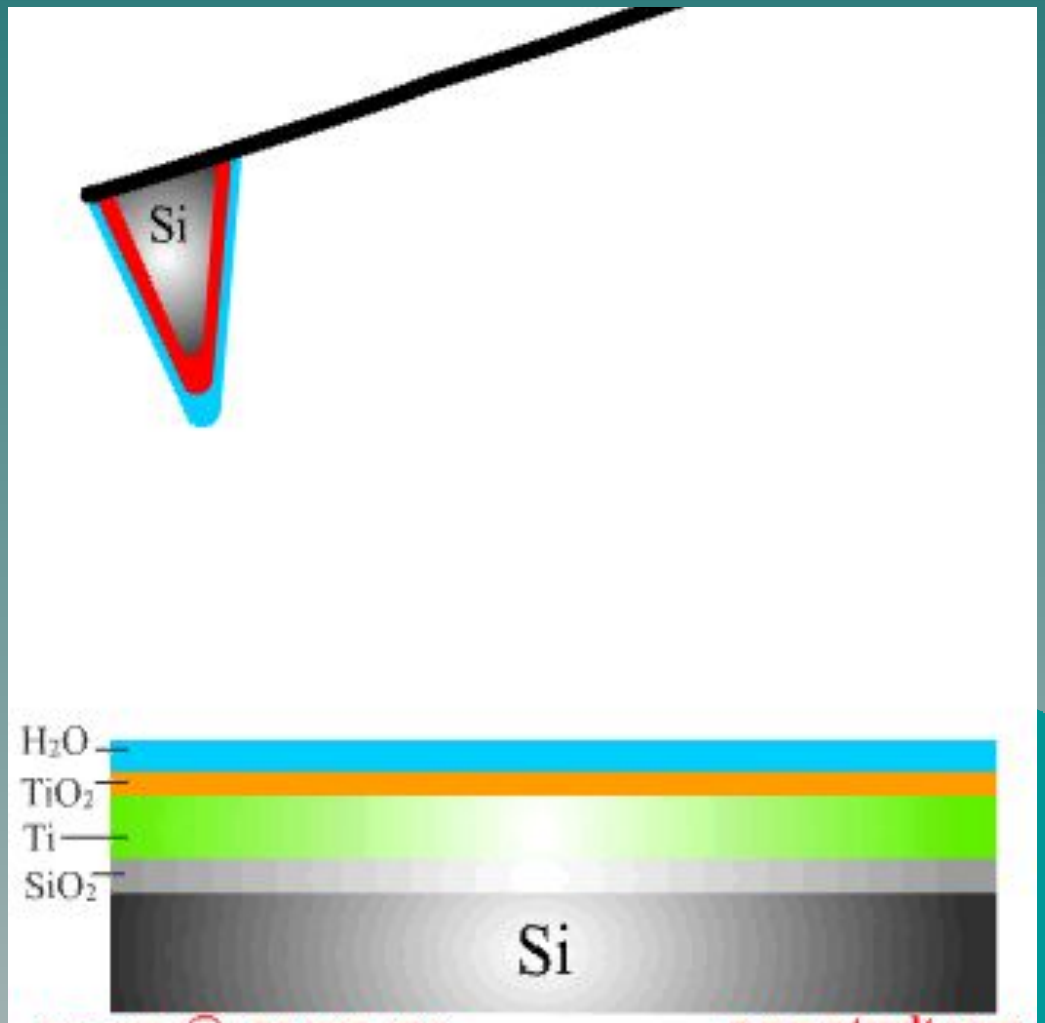
АСМ механічна літографія

АСМ електрохімічна літографія

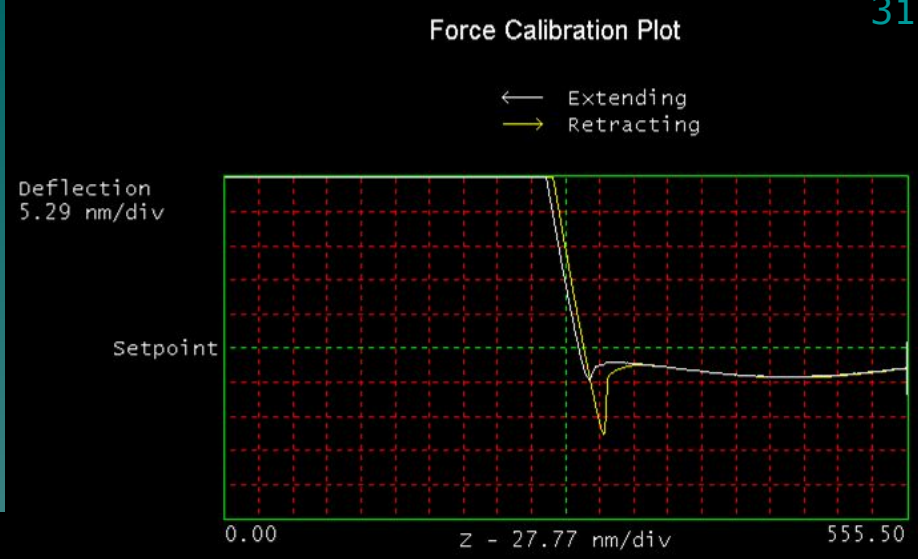
АСМ механічна літографія



АСМ електрохімічна літографія

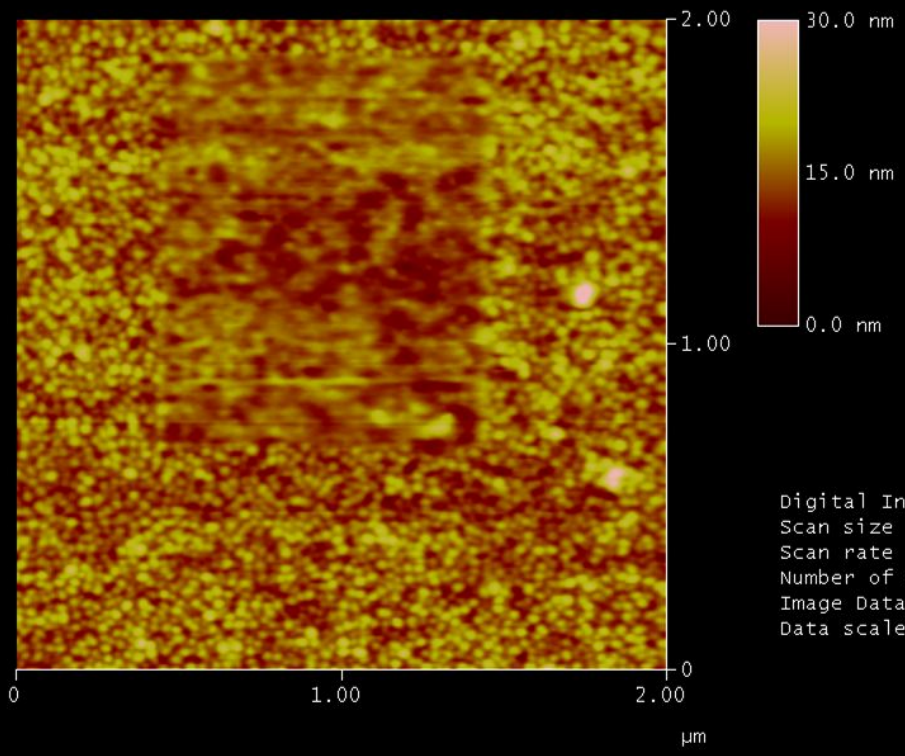


АСМ механічна літографія



Cu:C60(0.1)/Si d-? DSP 0.87V Sen=52nm/V

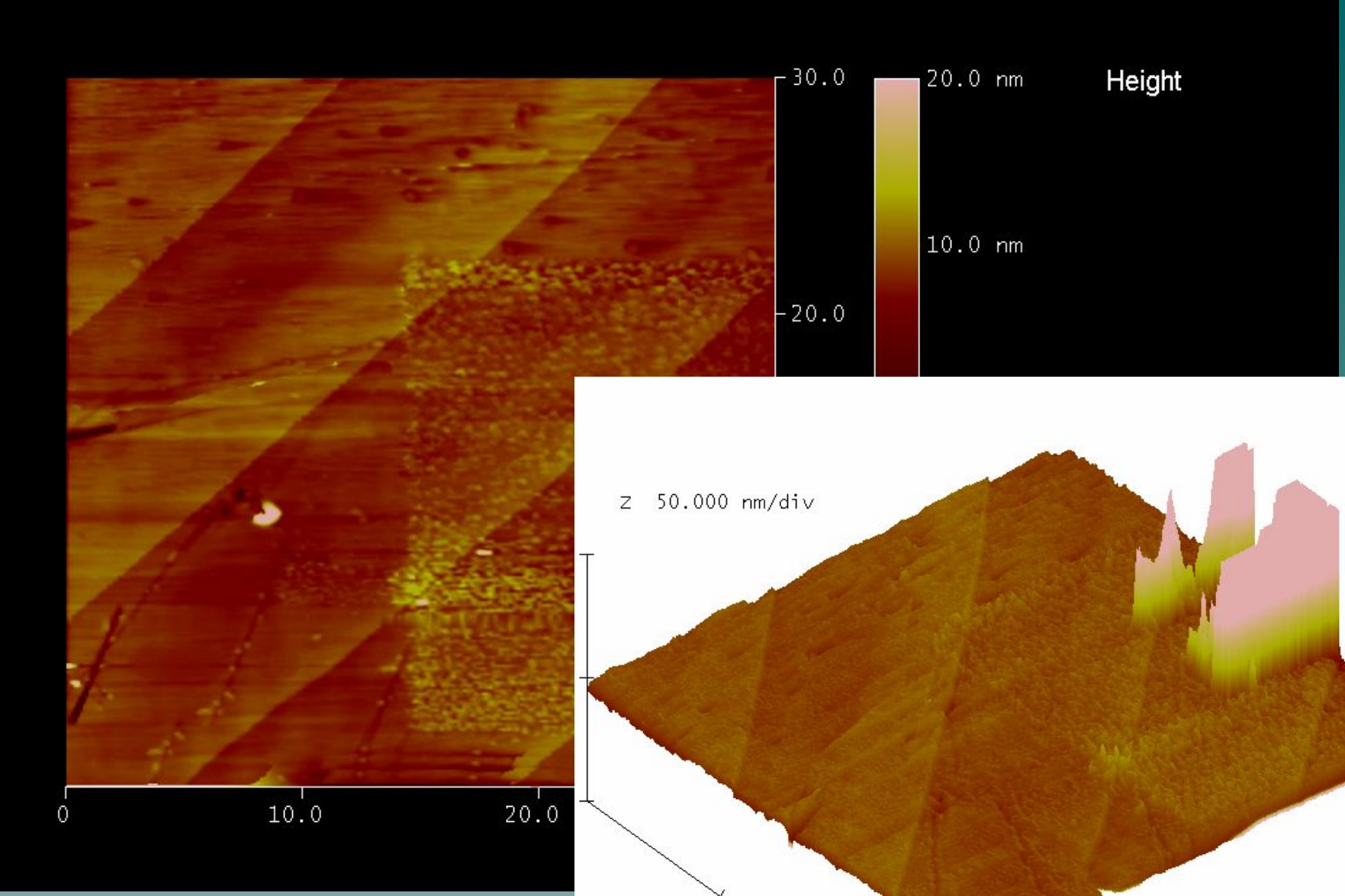
Digital Instruments NanoScope	
Ramp channel	Z
Ramp size	555.5 nm
Scan rate	1.550 Hz
Z scale	52.90 nm

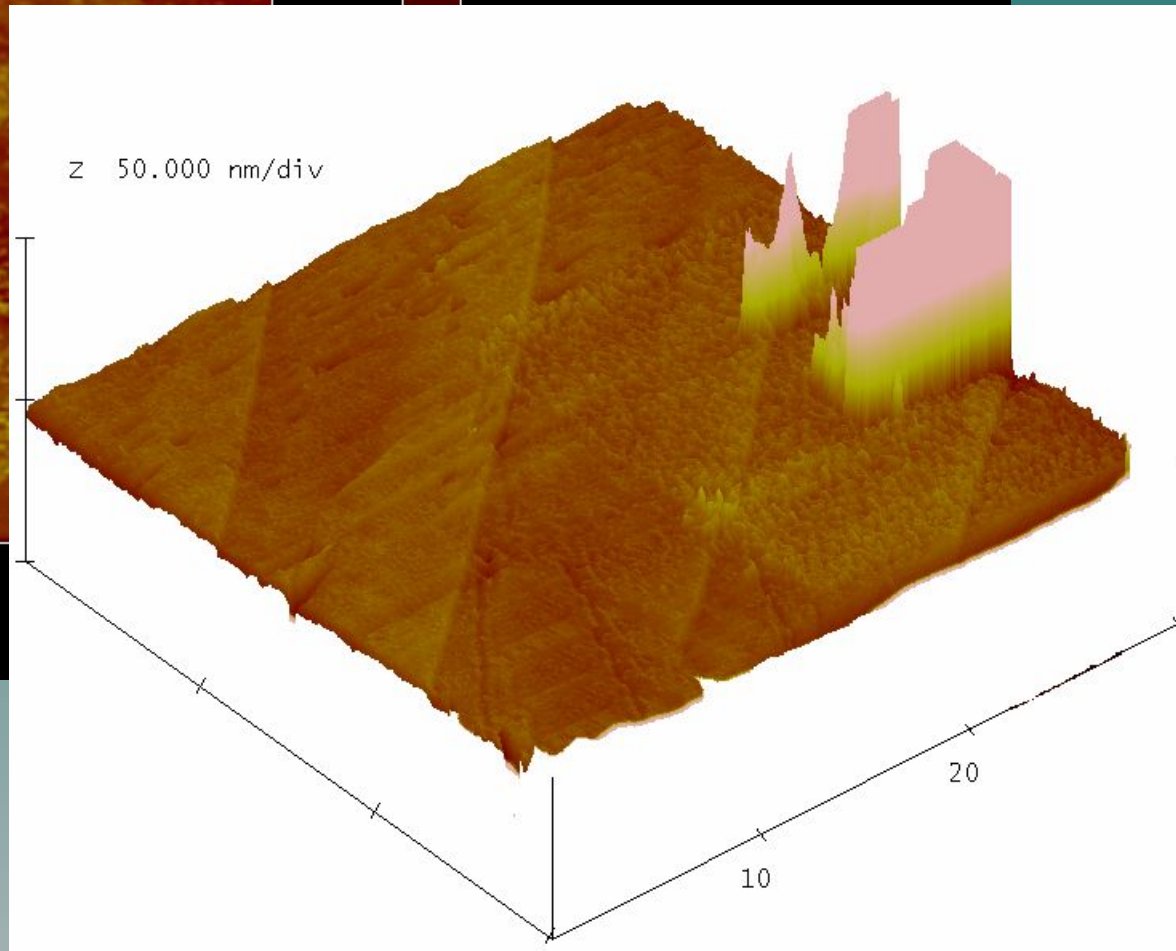


Digital Instruments NanoScope	
Scan size	2.000 µm
Scan rate	0.7310 Hz
Number of samples	256
Image Data	Height
Data scale	30.00 nm

Cu:C60(0.1)/Si d-? DSP 0.87V Sen=52nm/V
mat_c5.103

C^{60} +Cu на Si





Поверхня Si після обробки в HF

Артефакти АСМ зображень і способи їх усунення

Артефакти, пов'язані із накладанням форми зонду на реальний рельєф поверхні

Артефакти сканера

Артефакти системи зворотного зв'язку

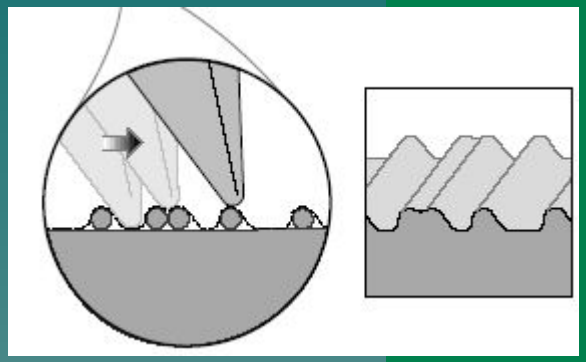
Артефакти, пов'язані із чинниками, фізичні параметри яких не відстежуються системою детектування (напр. електростатичні поля).

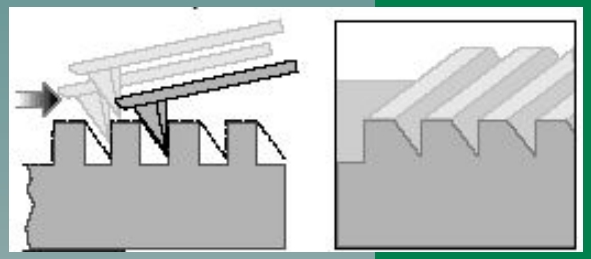
Артефакти, пов'язані із некоректною цифровою обробкою зображень

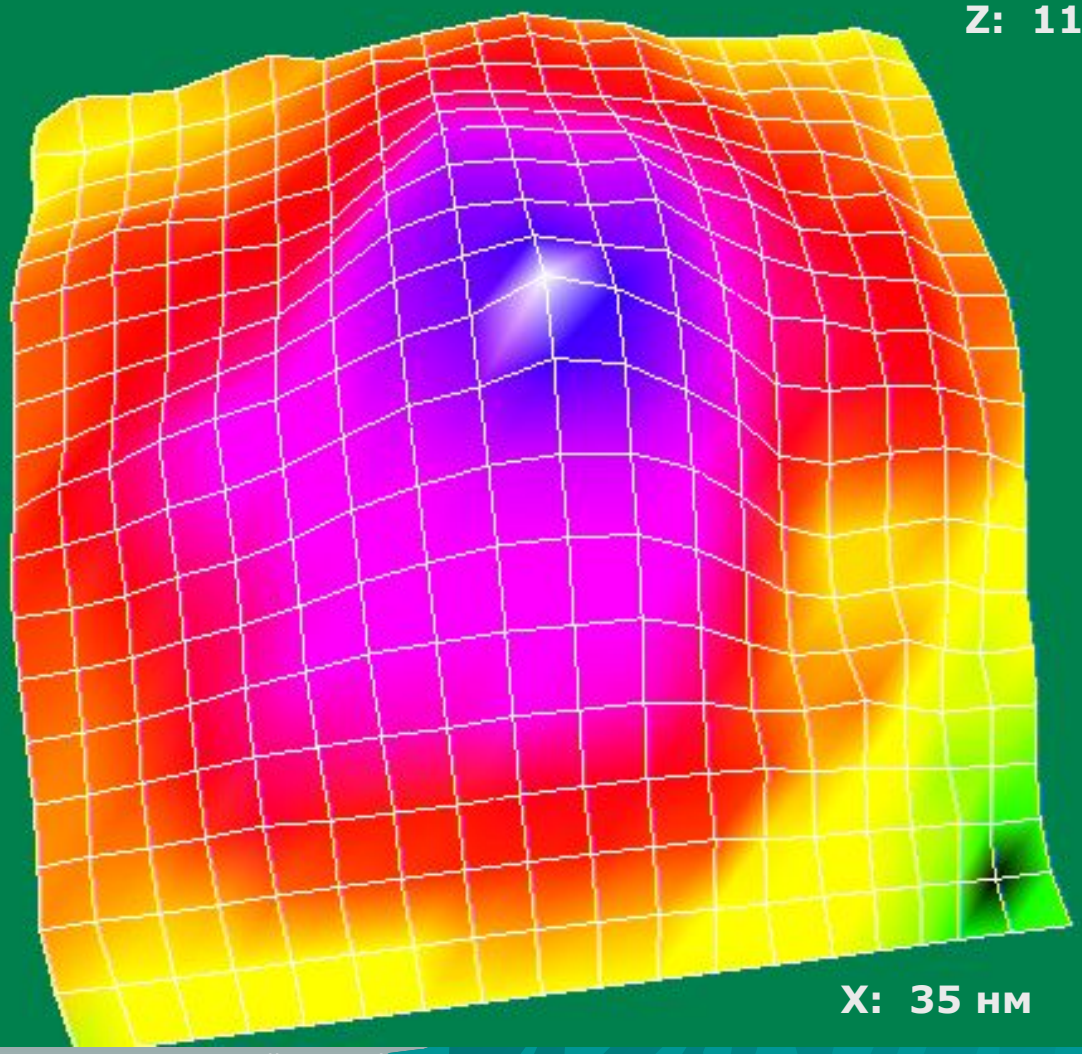
Артефакти АСМ зображень і способи

Мінімальна велична елементу поверхні, який може відобразити зонд при 3D топометрії рівна розміру самого вістря. Крім того, коректне зображення вертикальних стінок та стінок із від'ємними кутами нахилу можна отримати тільки застосувавши спеціальні методики.

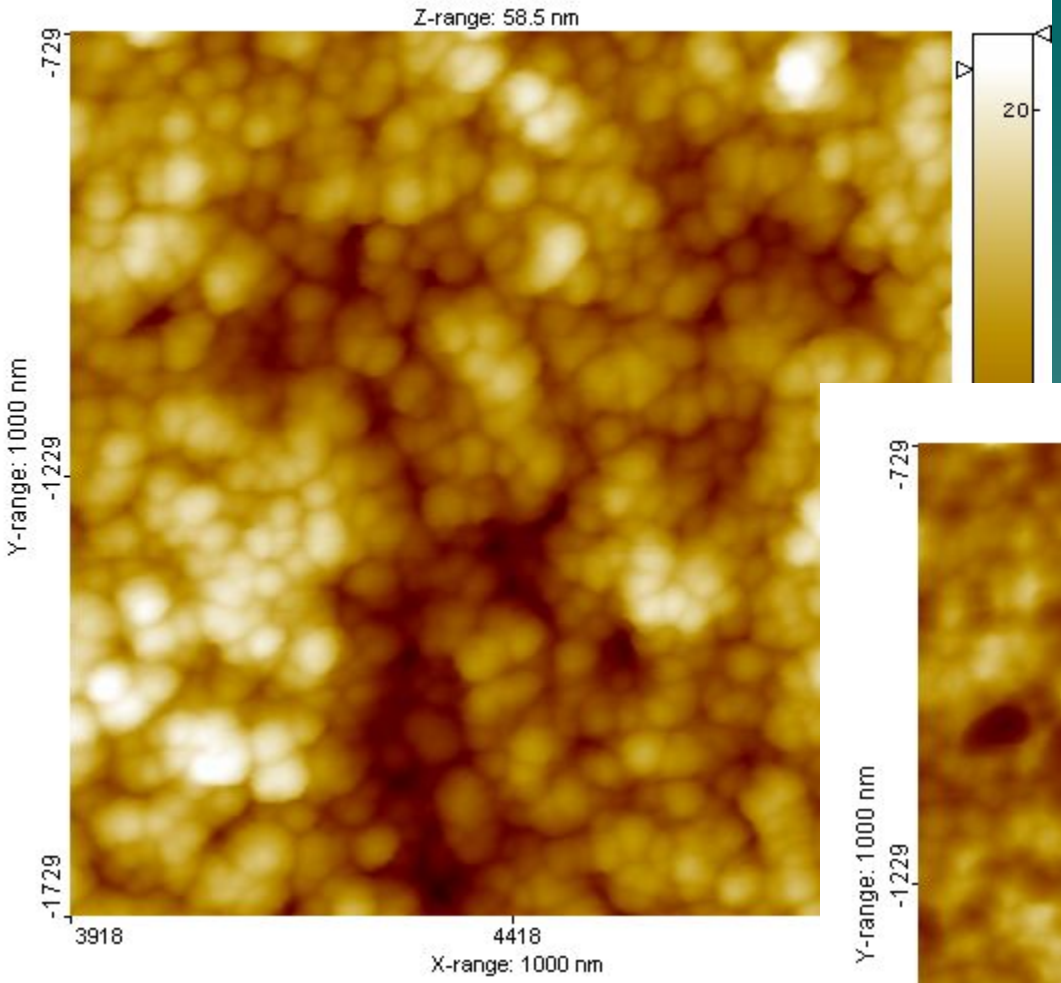
X: 35 нм







Артефакти пов'язані із накладанням форми зонду на реальний рельєф поверхні

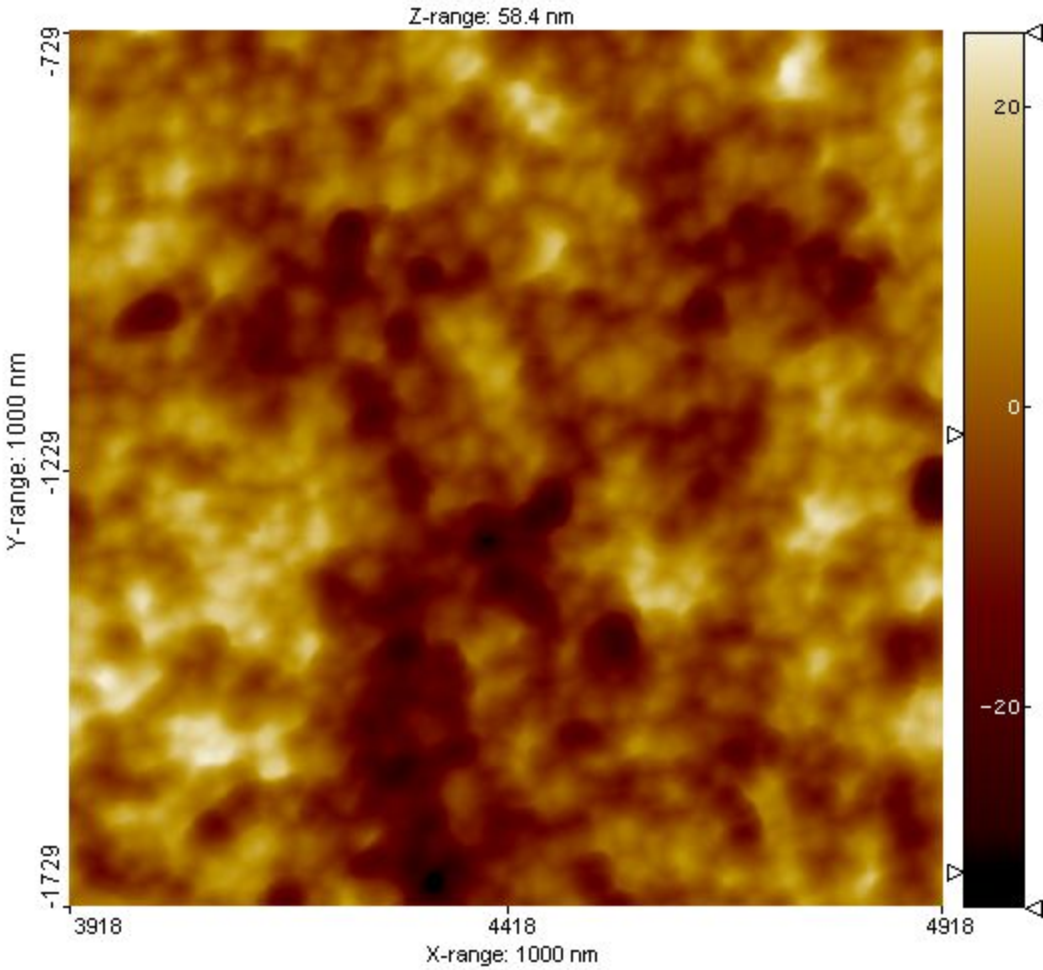


виміряна поверхня

виміряна поверхня

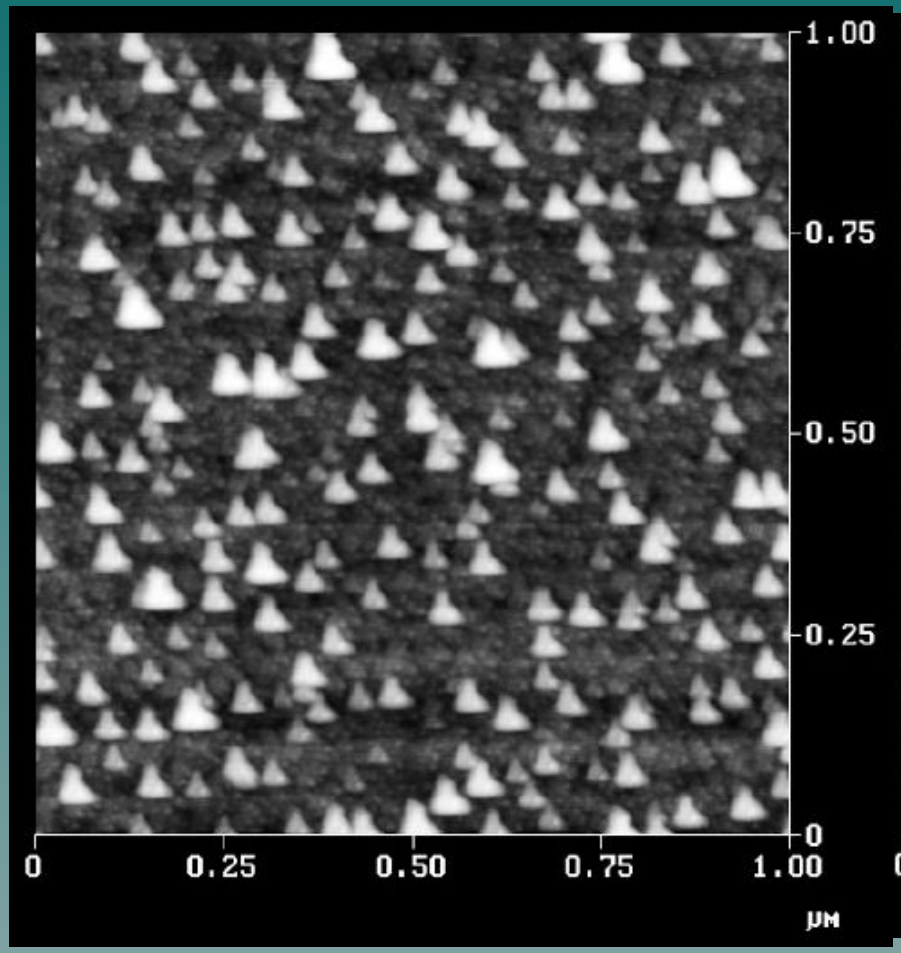
Поверхня пористого кремнію

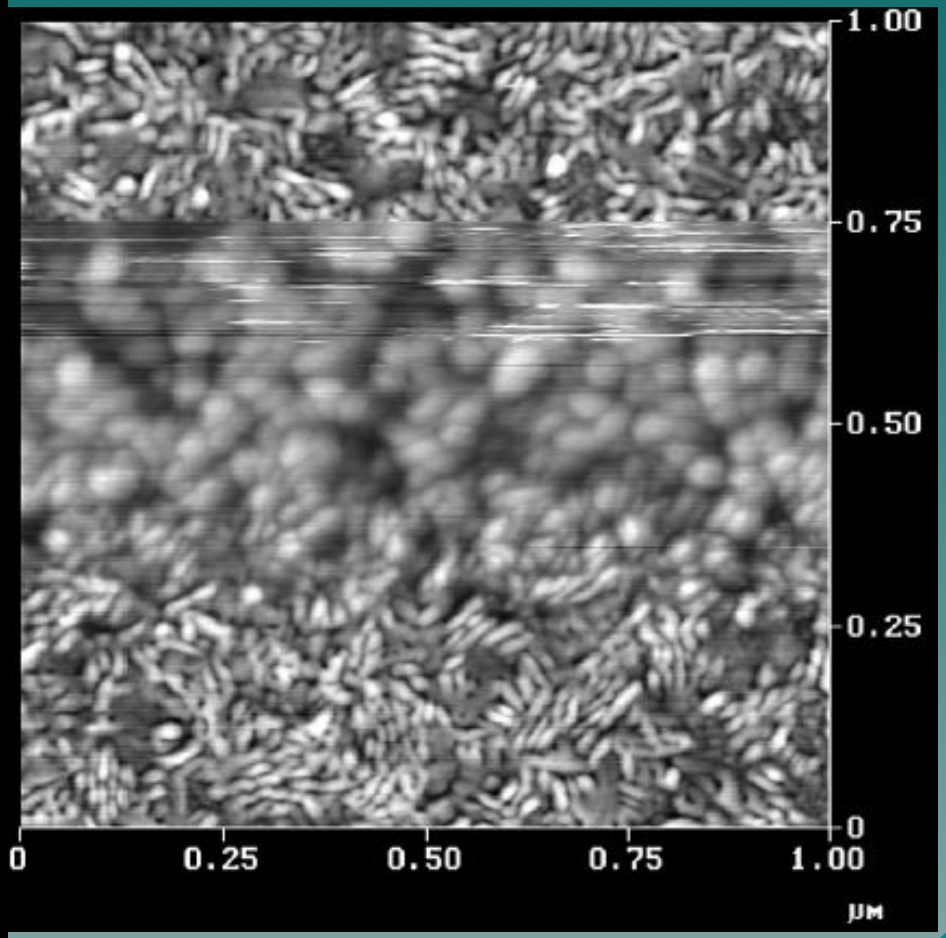
реконструйована поверхня



Зламаний зонд

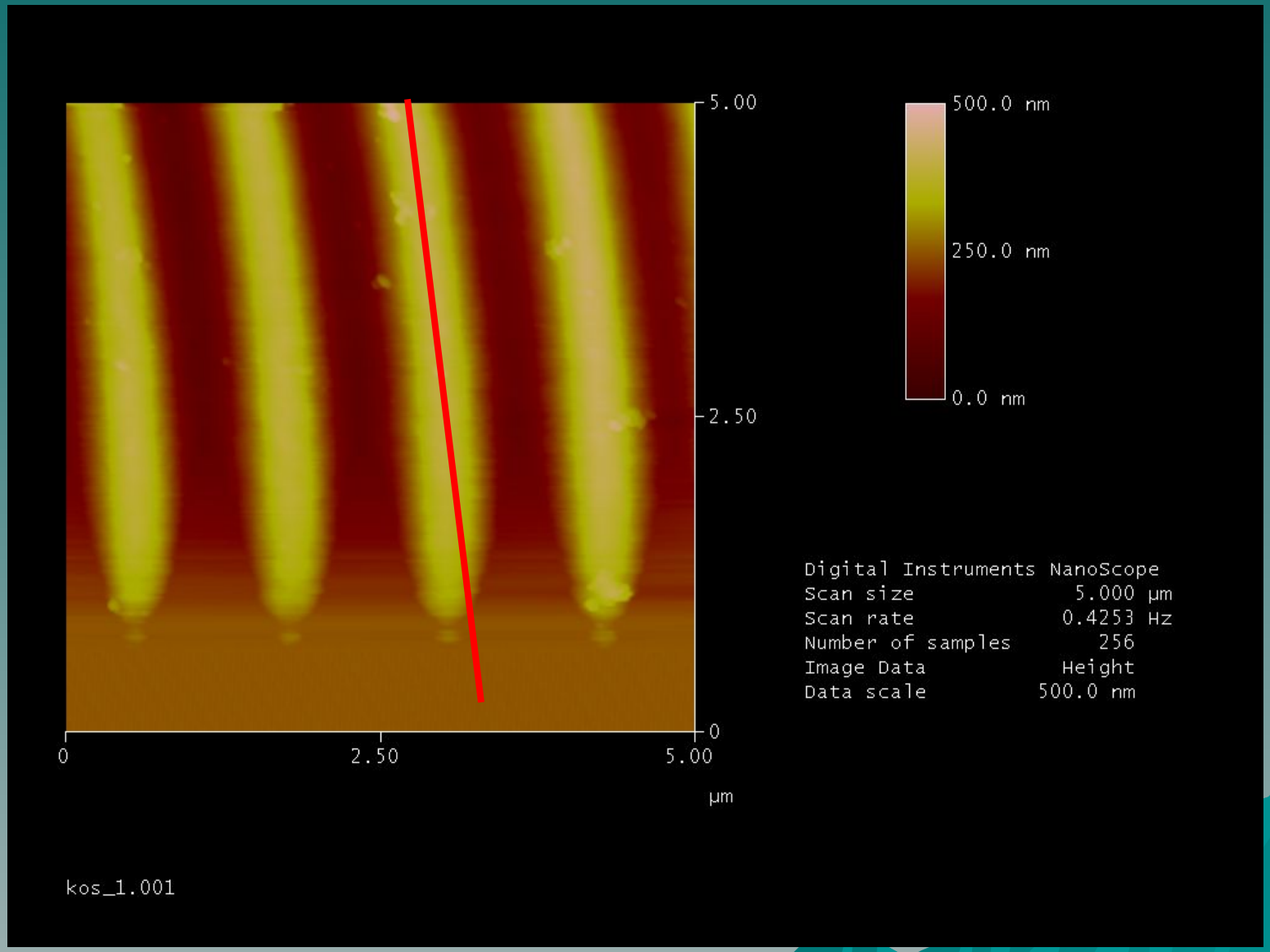
Зонд із сторонньою наночастинкою на вістрі





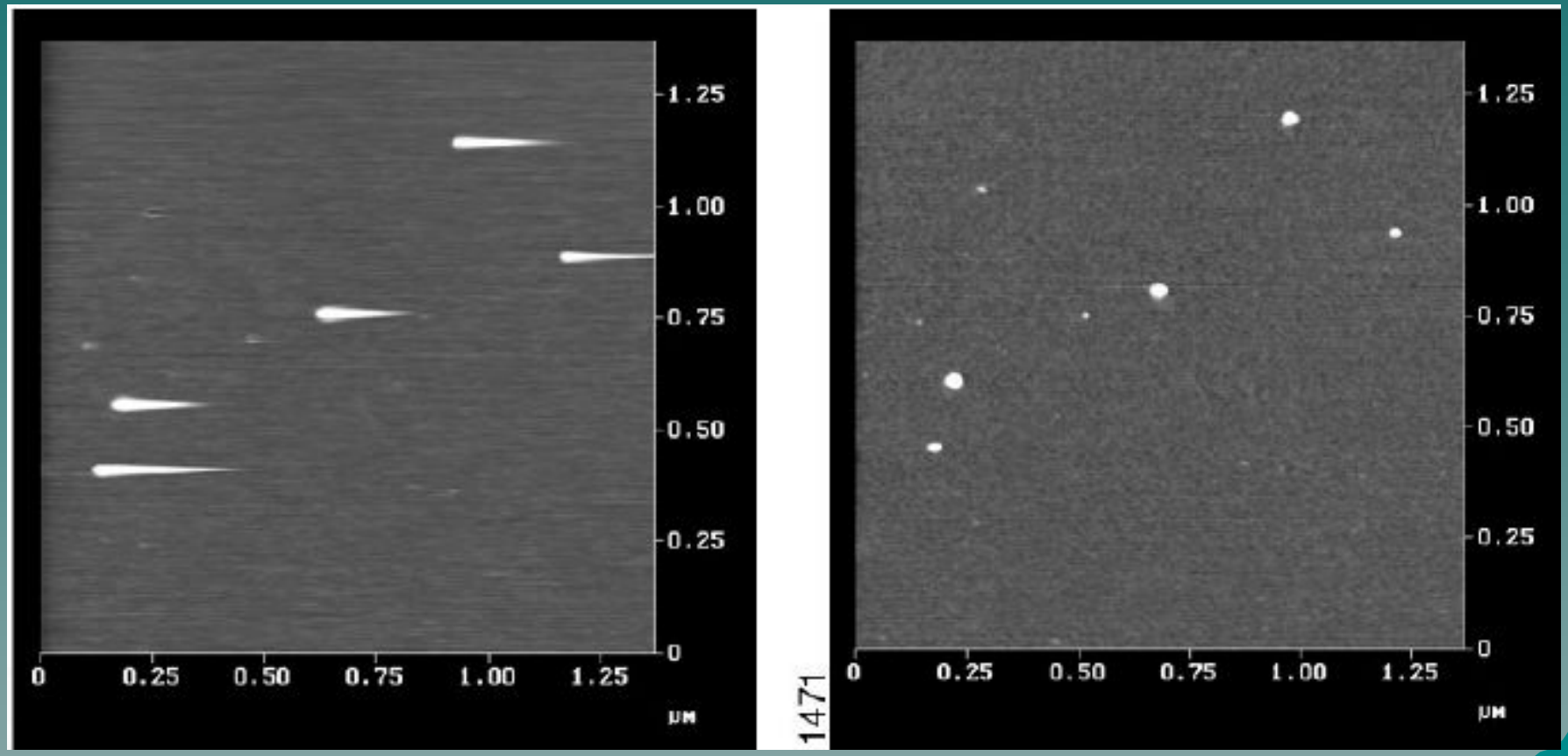
Артефакти пов'язані із накладанням форми зонду на реальний рельєф поверхні

Сканер не може миттєво реагувати на зміну керуючого сигналу.
При різкій зміні розміру поля сканування потрібен деякий час (2-3 хв) для переходу сканера в стаціонарний режим.



Надто висока швидкість сканування

Нормальна швидкість



Наведеними вище методиками метод СЗМ не обмежується.

Постійно вдосконалюються вже існуючі методики та розробляються нові.

Можливості апаратно-програмної бази забезпечують реалізацію методик, які вимагають багатопотокових вимірювань та їх миттєвих обробок. Це в свою чергу дозволяє задіяти для вимірювань нові інформаційні параметри.

Нагальним для СЗМ є вирішення задачі вимірювань абсолютних величин кількісних локальних характеристик поверхонь. Зараз у багатьох випадках це вимагає проведення калібрування наносенсорів перед кожним з вимірювань (наприклад модуль пружності, величина магнітного поля та ін.). Складно також вирішується задача ідентифікації хімічного складу невідомих матеріалів.

Теоретично СЗМ може відобразити будь-яку поверхню у будь-яких умовах, а також всі фізичні властивості поверхні, які проявляють себе у взаємодії зонд-поверхня.