

ЦКП ” Материаловедение и диагностика в передовых технологиях ”  
при ФТИ им. А.Ф. Иоффе

**ИССЛЕДОВАНИЕ ТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ МЕТОДОМ  
АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ В ПОЛУКОНТАКТНОМ РЕЖИМЕ**

*Описание лабораторной работы*

Санкт-Петербург  
2011

Оглавление:

	<b>Стр.</b>
<b>1. Основные сведения о методе атомно-силовой микроскопии</b>	<b>3</b>
<b>2. Описание экспериментальной установки</b>	<b>11</b>
<b>3. Проведение измерений</b>	<b>13</b>
<b>4. Обработка результатов и содержание отчета</b>	<b>13</b>
<b>5. Контрольные вопросы</b>	<b>14</b>
<b>6. Литература</b>	<b>14</b>

**Целью работы** является измерение топографии поверхности твердых тел методом атомно-силовой микроскопии в полуконтактном режиме в атмосферных условиях.

## 1. Основные сведения о методе атомно-силовой микроскопии

Метод Сканирующей Атомно-силовой Микроскопии (АСМ) основан на регистрации сил взаимодействия тонкого зонда с поверхностью изучаемого объекта при растровом сканировании зондом для определения топографии и локальных физических свойств поверхности. Для измерения сил взаимодействия между маленьким зондом и исследуемой поверхностью используется микромеханическая конструкция (Рис.1а), где зонд с высотой  $h$  крепится на длинном ( $l \gg w$ ) и тонком ( $w \gg t$ ) кронштейне в виде параллелепипеда к достаточно большому основанию. В настоящее время вся эта конструкция получила общеупотребляемое название - кантилевер (в переводе с английского языка cantilever – кронштейн, консоль). Подобное устройство кантилевера определяется тем, что он должен измерять силы, нормальные к поверхности, и поэтому быть достаточно «мягким» в этом направлении, но, в тоже время, кантилевер должен быть «жестким» в плоскости параллельной поверхности. В настоящее время кантилеверы изготавливаются с использованием технологий литографии и микромеханики из Si (45) , SiO<sub>2</sub> или Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> . Характерные размеры кантилевера следующие :  $l = 50-500$  мкм,  $w = 10 - 40$  мкм,  $t = 1-5$  мкм и  $h = 5 - 15$  мкм (Рис.1 а). Радиус закругления зонда  $R$  (Рис.2 б) в зависимости от технологии изготовления лежит в диапазоне от 1 нм до 100 нм, и определяет пространственное разрешение метода АСМ.

При взаимодействии с поверхностью кантилевер будет изгибаться. Упругая деформация кантилевера ( $\Delta z$ ) позволяет определить их силу взаимодействия зонда и поверхности  $F_{ts}$ . Согласно закону Гука отклонение  $\Delta z$  в вертикальном направлении пропорционально нормальной компоненте приложенной силы  $F_{ts}$ :

$$F_{ts} = k_z \Delta z \quad (1)$$

где  $k_z$  - коэффициент жесткости кантилевера в направлении  $z$ .

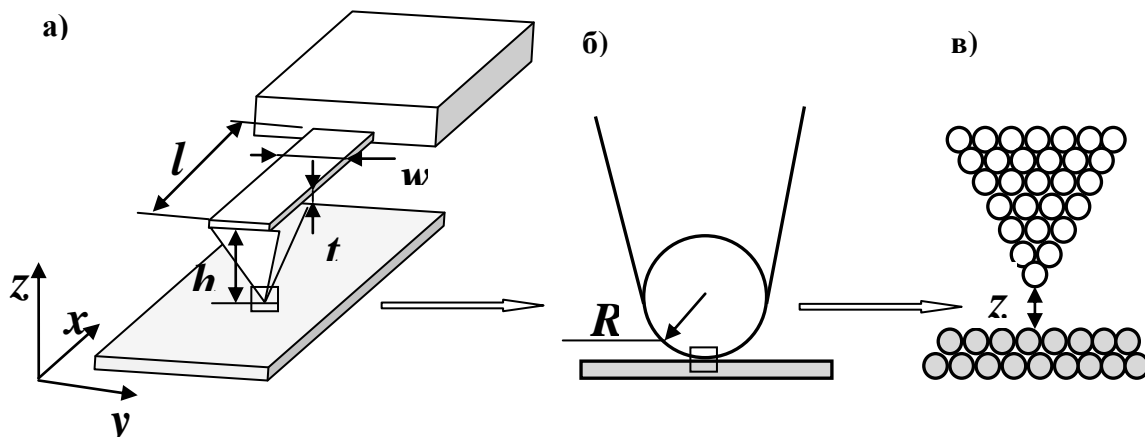


Рис.1. Схематический рисунок кантилевера и исследуемой поверхности с последовательным ростом «эффективного» увеличения изображения: а), б) и в), соответственно.

Для кантилевера в виде параллелепипеда (Рис.2а) коэффициент жесткости задается следующим выражением:

$$k_z = \frac{Y t^3 w}{4 l^3} \quad (2)$$

где  $Y$  – модуль Юнга материала кантилевера.

Для таких кантилеверов в зависимости от геометрических размеров и материала, из которого они изготовлены, коэффициент жесткости лежит в диапазоне 0.01 – 100 Н/м. Жесткость кантилевера определяет его чувствительность и резонансную частоту  $f_0$ . Рассмотрение динамики колебаний балки с одним закрепленным концом, на свободный конец которой действует сосредоточенная вертикальная сила  $F$ , показывает, что необходимо ввести эффективную массу кантилевера  $m^*$ , которая определяется через массу кантилевера  $m$  как:

$$m^* = M_e m = M_e \rho l t w \quad (3)$$

где  $M_e$  - нормализованная эффективная масса и  $\rho$  - плотность материала, из которого изготовлен кантилевер.

Нормализованная эффективная масса  $M_e$  зависит от геометрических параметров и для прямоугольного кантилевера равна 0.2427 при  $l/w > 5$ . Выражение для резонансной

частоты кантилевера  $f_0$  в условиях высокого вакуума может быть представлено в следующем виде :

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_z}{m^*}} = \frac{1.0149}{2\pi} \frac{t}{l^2} \sqrt{\frac{Y}{\rho}} \quad (4)$$

При разработке кантилеверов их параметры выбирают таким образом, чтобы резонансная частота была как минимум выше 100 Гц, что является верхним пределом частотного спектра колебаний перекрытий в зданиях. В большинстве случаев резонансная частота кантилеверов выше 10 кГц, чтобы избежать также возмущений, связанных с распространением звуковых волн. Для увеличения резонансной частоты кантилевера нужно его уменьшать массу, или выбирать материал с высоким соотношением  $Y/\rho$ . Из закона Гука (выр. 1) следует, что при комнатной температуре коэффициент жесткости кантилевера должен быть больше 0.4 Н/м для того, чтобы амплитуда тепловых колебаний была менее 0.1 нм. Все это накладывает достаточно жесткие условия на выбор размеров и материала для изготовления кантилевера. Так оценки с использованием выражений ( и показывают, что кантилевер с прямоугольным сечением из кремния длиной  $l = 125$  мкм, толщиной  $t = 4$  мкм и шириной  $w = 30$  мкм имеет массу  $m = 35$  нг, коэффициент жесткости  $k \approx 37$  Н/м и резонансную частоту  $f_0 \approx 330$  кГц.

Для измерения предельно малых сил взаимодействия зонд образец необходимо уменьшать коэффициент жесткости  $k$  (Выр.1). Так при коэффициенте жесткости  $k = 0.1$  Н/м при условии, что АСМ установка позволяет зарегистрировать изменение расстояния между зондом и образцом  $z$  на 0.01 нм, чувствительность такой установки находится на уровне  $10^{-12}$  Н. Условия для таких измерений могут быть реализованы при низких температурах в условиях высокого вакуума.

Силы взаимодействия зонда и поверхности  $F_{ts}$  можно разделить на два класса: короткодействующие и дальнедействующие, в зависимости от диапазона расстояний  $z$ , где они преобладают. В условиях вакуума на расстояниях  $z$  порядка нескольких  $\text{Å}$  наиболее сильно проявляются короткодействующие силы химического взаимодействия, тогда как в диапазоне до нескольких десятков нм существенным является вклад от дальнедействующих сил ван-дер-Ваальса, электростатического и магнитного взаимодействия. При АСМ измерениях в комнатных условиях необходимо учитывать

также наличие сил поверхностного натяжения в мениске, сформированном в точке соприкосновения зонда и поверхности, за счет адсорбированной воды или углеводов.

Из зависимости от координаты  $z$  потенциальной энергии взаимодействия зонда и поверхности ( $U_{ts}$ ) можно определить  $z$ -компоненту силы их взаимодействия :

$$F_{ts} = - \frac{\partial U_{ts}}{\partial z} \quad (5)$$

Силы химического взаимодействия являются преобладающими в случае непосредственного контакта зонда и исследуемой поверхности. В первом приближении можно считать, что их взаимодействие определяется «крайним» атомом зонда и атомами поверхности (Рис.1 в). В этом случае потенциальную энергию взаимодействия зонда и поверхности можно описать потенциалом Леннарда-Джонса :

$$U_{L-J} = -4 E_{bond} \left( 2 \frac{\sigma^6}{z^6} - \frac{\sigma^{12}}{z^{12}} \right) \quad (6)$$

где  $E_{bond}$  – энергия связи,  $\sigma$  - равновесное расстояние между атомами.

С учетом выражения 5 можно получить силу взаимодействия Леннарда-Джонса  $F_{L-J}$  зонда и поверхности:

$$F_{L-J} = -12 \frac{E_{bond}}{\sigma} \left( \frac{\sigma^7}{z^7} - \frac{\sigma^{13}}{z^{13}} \right) \quad (7)$$

Здесь первый член в скобках описывает дальнедействующее притяжение нейтральных атомов за счет сил ван-дер-Ваальса, а второй – отталкивающие силы при достаточно сильном сближении двух атомов, возникающие из-за взаимодействия ионных остовов и электронных оболочек. На Рис.3 представлены расчеты силы взаимодействия Леннарда-Джонса  $F_{L-J}$  для энергии связи  $E_{bond} = 1$  эВ и равновесного расстояния между атомами  $\sigma = 2 \text{ \AA}$ . Видно, что сила Леннарда-Джонса  $F_{L-J}$  вблизи точки равновесия ( $z = 2 \text{ \AA}$ ) порядка нескольких нН.

Взаимодействие ван-дер-Ваальса основано на кулоновском взаимодействии электрически нейтральных атомов, где локальные заряды возникают из-за термических или нулевых квантовых флуктуаций. На небольших расстояниях атомы притягиваются из-за коррелированного колебаниях электронной плотности, поскольку энергия системы из пары атомов поляризованных одинаковым образом меньше, чем энергия пары неполяризованных атомов. В случае системы из двух атомов потенциал ван-дер-Ваальса изменяется с межатомным расстояние как  $z^{-6}$  и является дальнедействующим и эффективным на расстояниях до нескольких  $\text{ \AA}$ . Поскольку радиус закругления зонда  $R$

(Рис.1 б) имеет конечные размеры (от 1 до 100 нм), то в этом случае необходимо учитывать парное взаимодействие нескольких сотен атомов на зонде и исследуемой поверхности в виде векторной суммы сил ван-дер-Ваальса между ними. Для расчета сил ван-дер-Ваальса между макроскопическими образцами пользуются моделью Гамакера. Хотя она не учитывает релятивистские эффекты, связанные с конечностью скорости света, но было показано, что данная модель применима для системы зонд-образец на расстояниях порядка 10 нм. Для макросистемы сфера-плоскость, которой можно описать взаимодействие зонда с поверхностью (Рис.2 б), потенциал ван-дер-Ваальса задается следующим выражением:

$$U_{vdw} = -\frac{A_H R}{6 z} \quad (8)$$

где  $A_H$  – константа Гамакера межмолекулярных сил взаимодействия частиц.

Постоянная Гамакера  $A_H$  зависит от материала зонда и поверхности, а также от среды, в которой они находятся. Для большинства твердых тел, взаимодействующих в вакууме, постоянная Гамакера имеет величину порядка 1 эВ. На Рис.3 построена зависимость силы ван-дер-Ваальса  $F_{vdw}$  для зонда с радиусом  $R = 100 \text{ \AA}$  и  $A_H = 1 \text{ эВ}$ :

$$F_{vdw} = -\frac{A_H R}{6 z^2} \quad (9)$$

При рассмотрении сил взаимодействия между зондом АСМ и исследуемым образцом следует также учесть электростатическое взаимодействие, связанное с зарядами на этих поверхностях. Сила и протяженность этого взаимодействия определяется законом Кулона. Если зонд и исследуемая поверхность проводящие, то при приложении между ними разности потенциалов  $V$  соответствующую электрическую энергию системы можно описать следующим образом:

$$U_{el} = -\frac{1}{2} C V^2 \quad (10)$$

где  $C$  – емкость системы зонд-образец.

Возникающую в этом случае силу электростатического взаимодействия  $F_{el}$  между зондом и образцом можно найти с учетом выражения 5:

$$F_{el} = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} V^2 \quad (11)$$

Емкость системы зонд – образец зависит от их геометрических размеров и формы. В приближении проводящей плоской поверхности и сферического зонда с радиусом  $R$  при

малых расстояниях между ними ( $z \ll R$ ) сила электростатического взаимодействия  $F_{el}$  может быть представлена в следующем виде:

$$F_{el} = - \frac{\pi \varepsilon_0 R V^2}{z} \quad (12)$$

На Рис.2 построена зависимость силы электростатического взаимодействия  $F_{el}$  между проводящим для зонда с радиусом  $R = 100 \text{ \AA}$  и напряжением  $V = 1 \text{ В}$  между зондом и поверхностью. Видно, что электростатическое взаимодействие является более дальнедействующим, чем силы ван-дер-Ваальса, что подтверждается более точными расчетами и экспериментами с учетом формы зонда .

Таким образом, установка АСМ должна достаточно высокой чувствительностью, чтобы обеспечивать измерение сил взаимодействия зонда и поверхности.

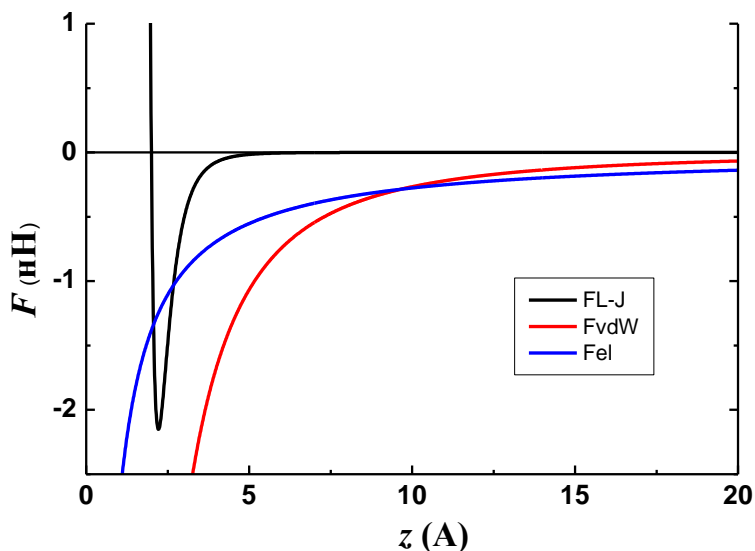


Рис.2 Зависимость сил взаимодействия между зондом и исследуемой поверхностью от расстояния  $z$  между ними.

В настоящее время наибольшее распространение получила система с использованием оптического плеча (Рис.3). Оптическая система настраивается таким образом, что луч лазера отраженный от кантилевера попадет в центр позиционно чувствительного фотодетектора, разделенного, как правило, на два или четыре независимых фотодиода (Рис.3). Изменение изгиба кантилевера приводит к изменению положения пятна отраженного лазерного луча на фотодетекторе.



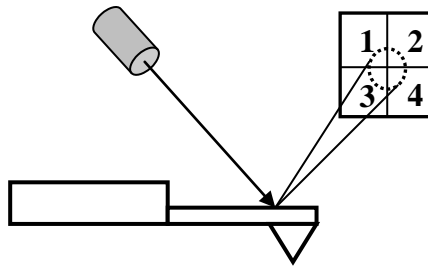


Рис.3 Схема измерения отклонения кантилевера с помощью отклонения луча лазера.

Вертикальное перемещение отраженного луча по фотодетектору приводит к изменению засвечиваемой площади верхней (состоящей из квадрантов 1 и 2) и нижней (состоящей из квадрантов 3 и 4) половины фотодетектора (Рис.3). Это можно зарегистрировать по изменению разницы фототока  $I_z$ , протекающего через верхнюю и нижнюю половину фотодетектора:

$$\Delta I_z = (I_1 + I_2) - (I_3 + I_4) \quad (13)$$

С использованием данной системы было достигнуто вертикальное разрешение  $\Delta z$  менее 0.01 нм, что является достаточным для получения топографических изображений АСМ с атомным разрешением.

В установках СЗМ для контролируемого перемещения кантилевера и образца на сверхмалые расстояния, как правило, используются сканеры, построенные на основе пьезоэлектрических элементов. Пьезоэлектрический эффект наблюдается в анизотропных диэлектриках, преимущественно в кристаллах некоторых веществ, обладающих определенной, достаточно низкой симметрией. Для реализации перемещений используют обратный пьезоэффект, когда под действием внешнего электрического поля изменяются геометрические размеры пьезоэлектрического элемента (Рис.4). Если электрическое поле  $E_z$  направлено вдоль оси  $z$ , то относительные удлинения  $S_1$  и  $S_2$ , связанные с деформациями  $\Delta x$  и  $\Delta z$  в пьезоэлектрическом элементе вдоль осей  $x$  и  $z$ , соответственно, определяются следующим образом (Рис.4) :

$$S_1 = \frac{\Delta x}{x} \quad \text{и} \quad S_3 = \frac{\Delta z}{z} \quad (14)$$

где  $x$  и  $z$  – размеры пьезоэлектрического элемента в отсутствие внешнего электрического поля.

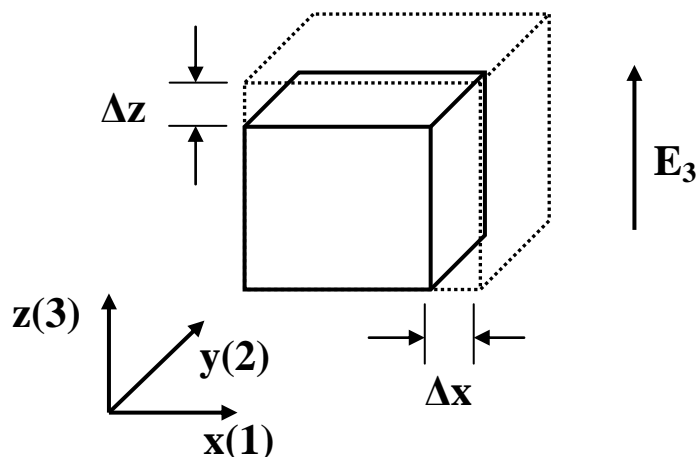


Рис.4 Деформация пьезоэлектрического элемента ( $\Delta z$  и  $\Delta x$ ) под действием электрического поля  $E_3$ .

В данном случае чувствительность пьезоэлектрического материала к электрическому полю определяется пьезоэлектрическими модулями  $d_{31}$  и  $d_{33}$ , которые описывают механические напряжения параллельные и перпендикулярные вектору электрического поля  $E_3$ , соответственно (Рис.4):

$$d_{31} = \frac{S_1}{E_3} \text{ и } d_{33} = \frac{S_3}{E_3} \quad (15)$$

Для приложения электрического поля на противоположные грани пьезоэлектрического элемента, покрытые слоем металла, подают напряжение. В большинстве сканеров используют пьезоэлектрические элементы в виде трубок, внутренняя и внешняя стороны которых покрыты металлом. Длина трубки  $L$  может увеличиваться или уменьшаться в зависимости от полярности приложенного напряжения  $V$ :

$$\Delta L = \frac{d_{31} L}{b - a} V \quad (16)$$

где  $a$  и  $b$  – внутренний и внешний диаметры трубки, соответственно.

Наиболее распространенный материал для изготовления сканеров для установок СЗМ - это керамика на основе ферроэлектриков, такая как твердый раствор цирконат-титанат свинца  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$  (ЦТС). Типичные значения пьезоэлектрических модулей для ЦТС керамики лежат в следующих диапазонах:  $d_{31} = -1 \div -3 \times 10^{-10}$  м/В и  $d_{33} = 2 \div 6 \times 10^{-10}$  м/В.

Широкое распространение получили сканеры на основе одиночной пьезоэлектрической трубки, позволяющие реализовать перемещения по все трем направлениям  $x$ ,  $y$  и  $z$ . В данном сканере внешний электрод разделен вдоль трубки на 4

эквивалентных независимых электрода (Рис.5). Если ко всем внешним электродам прикладывается одинаковое напряжение смещения, то меняется длина трубки и осуществляется перемещение в направлении  $z$  в соответствии с выражением 16. Если приложено напряжение между внутренним и одним из внешних электродов, то только эта часть трубки подвергается растяжению или сжатию, что позволяет реализовать сканирование в плоскости  $(x,y)$  (Рис.5). Точные расчеты перемещения конца трубки в плоскости  $(x,y)$  достаточно сложная задача, тк изгиб трубки нелинейно зависит от электрического поля и возникающих в ней механических напряжений. Однако если подать на противоположные электроды одинаковое по амплитуде напряжение  $V$ , но разного знака, то можно получить достаточно простое выражение для оценки величины перемещения  $\Delta L_{x,y}$  конца трубки пьезоэлектрического элемента в плоскости  $(x,y)$  (Рис.5):

$$\Delta L_{x,y} = \frac{2\sqrt{2} d_{31} L^2}{\pi b (b-a)} V \quad (17)$$

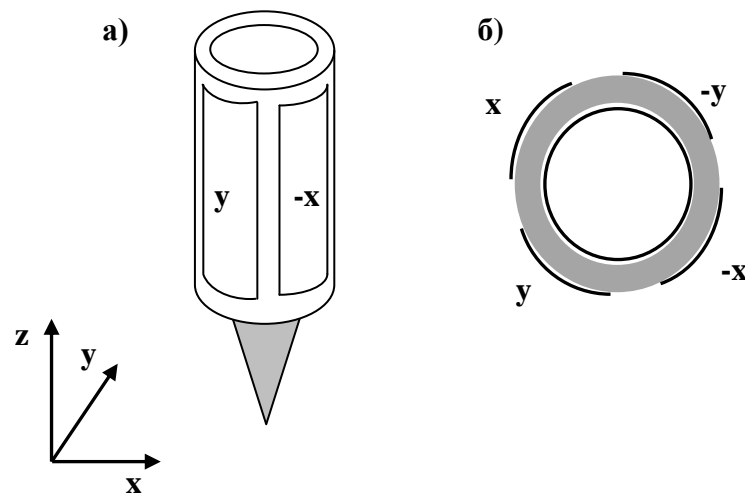


Рис. 5. Сканер на основе одиночной пьезоэлектрической трубки (а) и его поперечное сечение (б) с четырьмя внешними электродами  $(x, -x, y, -y)$  и одним внутренним.

## 2. Описание экспериментальной установки.

На Рис.6 представлен построенный на основе Рис.2 обобщенный вид зависимости сил взаимодействия  $F$  между зондом и исследуемой поверхностью от расстояния между ними  $z$ . Данная зависимость имеет немонотонную зависимость от расстояния  $z$ , при этом

положительные значения силы  $F$  соответствуют силам притяжения, и отрицательные - силам отталкивания. На Рис.6 также представлены три диапазона значений расстояния  $z$ , соответствующие трем режимам работы АСМ: контактный, полуконтактный и бесконтактный. Контактный режим (contact mode) реализуется при малых расстояниях между зондом и поверхностью (Рис.6), когда преобладающими являются силы отталкивания, связанные с взаимодействием электронных оболочек и ядер атомов, составляющих зонд и исследуемую поверхность. Следует отметить, что определение «контакта зонда и поверхности» носит достаточно общий характер, поскольку данные явления происходят на атомном масштабе, и, в действительности, нет резкой физически определенной границы между зондом и поверхностью. Бесконтактный режим работы АСМ (noncontact mode) основан на использовании дальнодействующих сил притяжения на расстояниях  $z$ , когда отсутствует физический контакт зонда и поверхности (Рис.6). Промежуточный режим работы АСМ называется полуконтактным (intermittent contact, tapping mode) и реализуется с использованием сил отталкивания и притяжения (Рис.6).

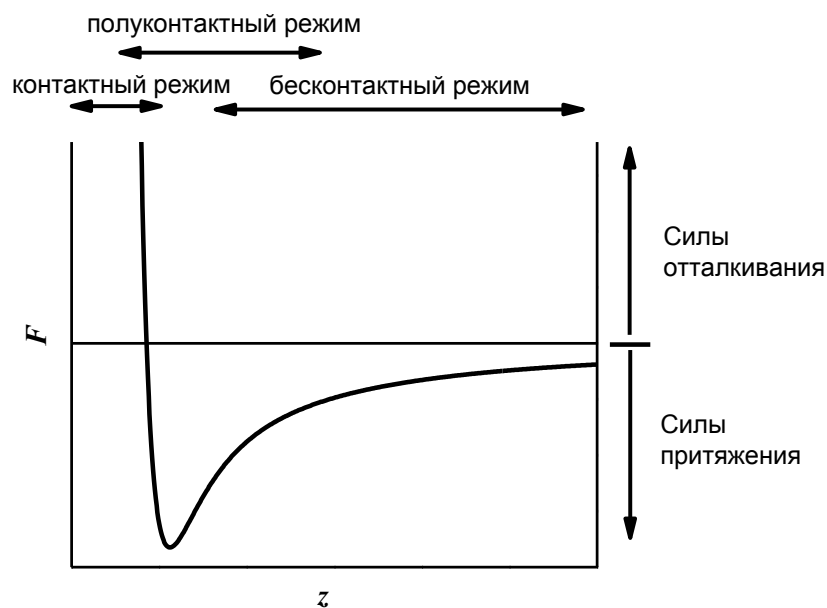


Рис. 6. Схематическая зависимость сил взаимодействия  $F$  между зондом и исследуемой поверхностью от расстояния  $z$  между ними.

Схема работы установки АСМ в динамическом режиме представлена на Рис.7. С помощью пьезоэлектрического вибратора, к которому прикладывается гармоническое напряжение:

$$U = U_0 \sin(2\pi ft) \quad (18)$$

возбуждаются колебания кантилевера на частоте механического резонанса  $f_0$  (выр. ):

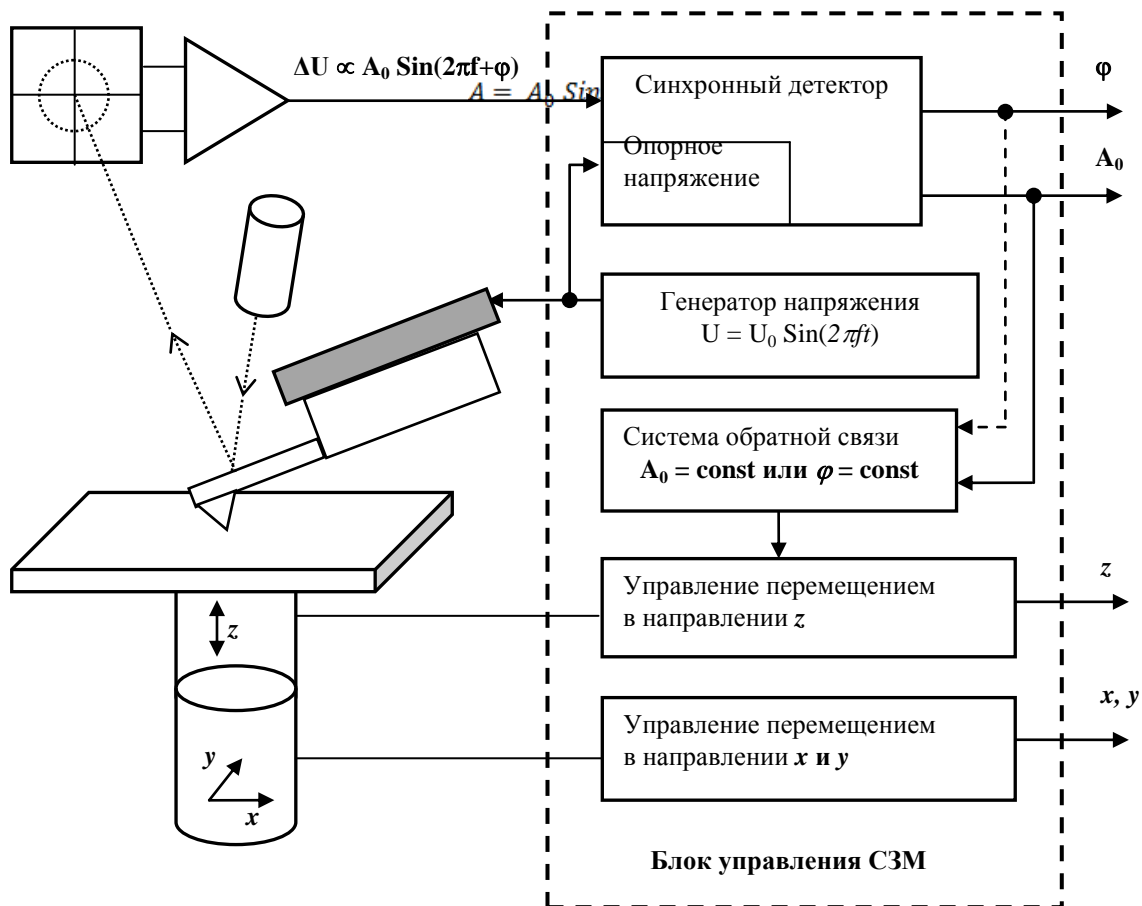


Рис.7 Схема работы установки АСМ в полуконтактном режиме.

### 3. Проведение измерений.

Измерение топографии поверхности поверхности в полуконтактном режиме проводится в соответствии с руководством для СЗМ Solver PRO «Руководство пользователя»

### 4. Обработка результатов и содержание отчета.

Обработка результатов измерений топографии проводится в соответствии со справочным руководством для программы обработки изображений «Image Analysis».

В отчёте должны быть представлены:

1. Краткое содержание и цель работы.
2. Блок-схема установки.
3. Изображение топографии поверхности исследуемой структуры в двумерном представлении.
4. Анализ профилей сечения поверхности: определение статистических параметров поверхности.
5. Выводы по работе.

## **5. Контрольные вопросы.**

1. Назовите основные компоненты установки АСМ и их назначение. Поясните устройство и принцип действия АСМ.
2. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта на примере кварца и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Как осуществляется перемещение по трем координатам с помощью трубчатого сканера?
3. Опишите силы взаимодействия зонда АСМ и исследуемой поверхности.
4. Назовите факторы, определяющие пространственное разрешение в методе АСМ.
5. Как проявляется влияние наличия адсорбционного слоя на поверхности образца на взаимодействие зонда и поверхности?

## **6. Литература.**

1. В.Миронов Основы сканирующей зондовой микроскопии, Москва «Техносфера», 2005
2. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия: пособие по работе на микроскопе СММ-2000, УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ, МОСКВА-2007
3. Интернет-сайт компании "НТ-МДТ": <http://www.ntmdt.ru/>
4. Сканирующий зондовый микроскоп “Solver PRO” . «Руководство пользователя: Основная часть» ("НТ-МДТ", 2006).

