

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ  
НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Физический факультет  
Кафедра общей физики

А.В. Нартова

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ  
МЕТОДАМИ ТУННЕЛЬНОЙ И АТОМНО-СИЛОВОЙ  
МИКРОСКОПИИ**

Методические указания  
к выполнению лабораторной работы

Новосибирск  
2013

**Нартова А.В.** «Исследование поверхности твердых тел методами туннельной и атомно-силовой микроскопии». Методические указания к выполнению лабораторной работы. / Новосиб. гос. ун-т. Новосибирск, 2013. – 49 с.

В пособии содержатся методические и практические рекомендации по выполнению работы по теме **«Исследование поверхности твердых тел методами туннельной и атомно-силовой микроскопии»**. Материалы предназначены для студентов 3-его курса ФФ НГУ и 2-го курса ФЕН НГУ, выполняющих лабораторные и курсовые работы в рамках практикума «Атомная физика», а также для бакалавров, магистрантов и аспирантов, выполняющих свои работы в области физики твердого тела. Материалы пособия включают как разделы, посвященные теоретическим основам методов сканирующей туннельной микроскопии и атомно-силовой микроскопии, так практические указания, необходимые для работы на воздушном сканирующем микроскопе СММ2000Т в модификации 2013 года, существенно расширившей возможности прибора и обеспечившей достижение атомарного разрешения на поверхности высокоориентированного пиро-литического графита на воздухе.

Методические указания к выполнению лабораторной работы подготовлены в рамках реализации Программы развития НИУ-НГУ на 2009-2018 г.г.

@ Новосибирский государствен-  
ный  
университет, 2013

## **Оборудование**

Сканирующий туннельный микроскоп СММ2000Т; предметный столик туннельного микроскопа; предметный столик атомно-силового микроскопа; модуль атомно-силового микроскопа; блок электроники микроскопа; персональный компьютер; система виброизоляции.

## **Цель работы**

Освоение сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) как метода исследования поверхности твердых тел. Изучение принципа работы сканирующего туннельного микроскопа и атомно-силового микроскопа. Исследование поверхности образца – высокоориентированного пиролитического графита.

## **Краткая теория**

СЗМ – это один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела [1], нашедший широкое применение в различных областях науки и технологии. Все методы СЗМ основаны на одном принципе действия: острый зонд подводится к исследуемой поверхности на расстояние порядка 1 нм. В результате такого приближения между образцом и зондом устанавливается физическое взаимодействие, силу которого можно измерить. Интенсивность измеряемого сигнала имеет обычно сильную зависимость от расстояния «зонд – образец», что используется для контроля данного расстояния [1, 2]. Относительное перемещение зонда и образца (сканирование) реализуется с помощью пьезокерамического сканера, который изменяет размеры под воздействием прикладываемого напряжения. Основное различие между разновидностями методов СЗМ (сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), атомно-силовая микроскопия (АСМ), сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ), магнитно-силовая микроскопия (МСМ), ближнепольная акустическая микроскопия (БАМ) и т. д.) лежит в типе взаимодействия, используемого для контроля расстояния «зонд – образец». Несмотря на то, что уже сейчас количество вариантов СЗМ достаточно многочисленно, оно продолжает расти, что позволяет получать дополнительную информацию, не только топографическую, но и о поверхностных свойствах образцов. Тем не менее, наибольшее распространение на практике получили методы СТМ и АСМ [2, 3].

Метод СТМ – основоположник всего семейства зондовых методов. Первый сканирующий туннельный микроскоп был создан в 1981 году

Гердом Биннигом<sup>1</sup> и Генрихом Рорером<sup>2</sup> [1, 3-5]. Изначально метод СТМ создавался и развивался как метод, позволяющий исследовать топографию поверхности металлов с высоким (вплоть до атомарного) разрешением в сверхвысоком вакууме. Позже метод был применен для исследования других материалов, таких как полупроводники, тонкие непроводящие пленки или биологические молекулы в различных условиях (вакуум, воздух или жидкость) [2, 6].

### ***Физические основы сканирующей туннельной микроскопии***

Принцип действия СТМ основан на явлении электронного туннелирования – прохождения электроном потенциального барьера, образованного разрывом электрической цепи – небольшим промежутком между зондом и поверхностью исследуемого образца. Если между зондом (иглой) и образцом прикладывается небольшое электрическое напряжение ( $U_t$ ), то через промежуток порядка  $\sim 1$  нм начинают происходить туннельные переходы

---

<sup>1</sup> **Бинниг Герд Карл**, род. 20.07.1947 г. во Франкфурте-на-Майне, получил докторскую степень по физике за работу по сверхпроводимости во Франкфуртском университете в 1978 г. Сразу же после получения степени стал научным сотрудником исследовательской лаборатории в корпорации «*International business machines*» (*IBM*) в Цюрихе, Швейцария. Здесь он стал участвовать в исследованиях поверхности материалов. После встречи с Рорером Г. разработал совместно с ним СТМ.

<sup>2</sup> **Рорер Генрих**, род. 06.06.1933 г. в г. Буксе, Швейцария, после окончания школы поступил в Высшую техническую школу в Цюрихе на физическое отделение. Среди его преподавателей были Вольфганг Паули и Пауль Шерер. В 1955 г. Рорер начинает работать над диссертацией на кафедре Йоргена Ольсена по теме сверхпроводимости. В 1963 г. Рорер перешел в исследовательскую лабораторию *IBM* в Рюшликоне, где он работал над эффектом Кондо и после встречи с Г. Биннигом разработал совместно с ним СТМ.

Бинниг и Рорер разделили в 1986 г. половину Нобелевской премии по физике «За изобретение сканирующего туннелирующего микроскопа». Другую половину премии получил Эрнст Руска за работу над электронным микроскопом. За свою работу исследователи получили и другие награды. В 1984 г. они разделили премию Хьюлетта - Паккарда Европейского физического общества и международную научную премию короля Фейсала и правительства Саудовской Аравии за усилия по созданию сканирующего туннелирующего микроскопа. Бинниг также награжден Физической премией Германского физического общества (1982 г.).

электронов, т.е. начинается протекание так называемого «туннельного тока» ( $I_t$ ) [1, 2, 3, 5-7].

Упрощенная формула для туннельного тока (случай одномерного потенциального барьера) [4, 5, 7] следующая:

$$I_t \sim U_t \exp(-ad\varphi^{1/2}) \sim U_t \exp(-bd),$$

где  $I_t$  – туннельный ток;  $U_t$  – прикладываемое напряжение;  $d$  – величина туннельного промежутка (расстояние между иглой и поверхностью образца);  $\varphi$  – средняя высота потенциального барьера между поверхностью и зондом;  $a$ ,  $b$  – константы. Таким образом, в простейшем случае туннельный ток экспоненциально зависит от ширины и высоты барьера, соответственно,  $d$  туннельного промежутка, а также от работы выхода материалов образца и иглы. Эта экспоненциальная зависимость обуславливает высокую разрешающую способность СТМ, прежде всего по высоте, и делает возможным достижение атомарного разрешения [1, 4]. В первом приближении все параметры, определяющие потенциальный барьер, кроме величины туннельного промежутка  $d$ , остаются неизменными в ходе сканирования.

Подобная модель одномерного туннелирования, являясь упрощенным исходным приближением, очень полезна для качественного понимания природы получаемого СТМ-изображения. Попытки создания теории трехмерного туннелирования неизбежно наталкиваются на вычислительные трудности [4]. Выражение для туннельного тока при условии слабой связи между электронными состояниями на поверхности иглы и образца можно записать в виде [4, 5]:

$$I_t \approx \int_{-\infty}^{\infty} \rho_s(E + eU_t) \rho_t(E) |M(E)|^2 [f(E) - f(E + eU_t)] dE, \quad (1)$$

где  $E$  – энергия данного электронного состояния,  $M$  – матричный элемент туннельных переходов;  $f(E)$  – функция Ферми;  $\rho(E)$  – функция плотности электронных состояний в образце ( $s$ ) и игле ( $t$ );  $U_t$  – туннельное напряжение.

При малом напряжении и в предположении, что острие иглы имеет форму полусферы с центром в точке  $r$ , а волновая функция, описывающая электронную структуру поверхности, имеет вид атомной функции  $s$ -типа, формулу (1) можно упростить [4, 5]:

$$I_t \sim U_t \rho_s(r, E_F) \rho_t(E_F), \quad (2)$$

где  $\rho_s(r, E_F)$ ,  $\rho_t(E_F)$  – плотности электронных состояний на уровне Ферми в образце и игле, соответственно.

При положительном напряжении, приложенном к образцу, электроны туннелируются из заполненных состояний зоны проводимости иглы на свободные состояния зоны проводимости образца. При отрицательном напряжении электроны туннелируются из образца в зонд [1].

Из выражения (2) видно, что в топографическом режиме ( $I_t = \text{const}$ )  $z$ -перемещение иглы СТМ, для которой при сканировании  $\rho_t(x, y) = \text{const}$ , происходит по контуру постоянной локальной плотности электронных состояний на поверхности образца. Таким образом, данные, полученные с помощью СТМ, отражают не столько геометрическую топографию поверхности, сколько ее электронную структуру, зависящую от расположения атомов [4].

В случае использования низкого разрешения СТМ-изображение может рассматриваться как отображение поверхностной топографии образца. При больших полях сканирования (микроны) топографические эффекты обычно доминируют над электронными, поэтому интерпретация особенностей изображения достаточно однозначна. По мере усиления увеличения и приближения к атомарному разрешению топографические и электронные эффекты смешиваются, и интерпретация наблюдаемых особенностей становится более сложной задачей [2].

### ***Сканирующая туннельная спектроскопия***

Обычное СТМ-изображение содержит «свертку» информации как о геометрии (топографии) поверхности, так и о ее электронных свойствах. Более полные сведения об электронных характеристиках поверхности можно получить из данных СТС [5].

В случае малого потенциала иглы получены выражения для дифференциальной проводимости общего вида [4, 5]:

$$dI_t/dU_t \sim \rho_s(r, U_t)T(U_t),$$

где  $T(U_t)$  – прозрачность барьера при туннельном напряжении  $U_t$ .

Регистрируя зависимость туннельного тока от напряжения, можно определять плотность электронных состояний выше и ниже уровня Ферми, в частности получать прямую информацию о положении запрещенной зоны в полупроводниках. Если зафиксировать положение иглы относительно образца над выбранной областью поверхности (при этом отключается цепь обратной связи), то, разворачивая потенциал, прикладываемый к системе «игла – образец», и регистрируя синхронно ток, протекающий через туннельный контакт, можно получить зависимость туннельного тока

от этого потенциала, т. е. вольт-амперную характеристику (ВАХ) [1, 4, 5]. В ходе записи ВАХ на электрод сканера подается потенциал, равный потенциалу, заданному непосредственно перед отключением обратной связи [1]. Если подобное измерение осуществляется в каждой точке сканирования по поверхности, что дает локальные зависимости  $I_t(U_t)$ , то данную методику называют СТС [1, 4, 5].

Простейшим случаем СТС является запись ВАХ поверхности металлического образца [1]. При малых напряжениях зависимость туннельного тока линейна, и проводимость туннельного контакта определяется в основном параметрами барьера. Высота этого барьера задается, прежде всего, значением туннельного напряжения, зафиксированным на момент отключения обратной связи перед записью ВАХ, поскольку тем самым определяется величина туннельного зазора (см. рис. 1).

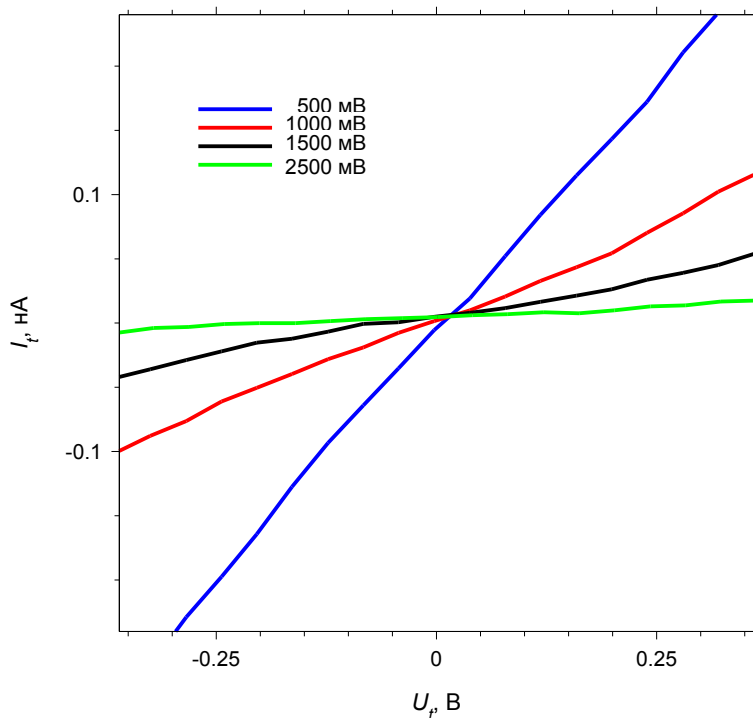


Рис. 1. Вольт-амперные характеристики металла, записанные при разных значениях туннельного напряжения, зафиксированного на момент отключения обратной связи (образец – фольга алюминийсодержащей стали, ВАХ записаны на приборе *SPM100 RHK Technology* в ИК СО РАН).

Чем выше это значение, тем дальше игла от образца, тем меньше наклон линейной зависимости тока от напряжения. Таким образом, ширина туннельного промежутка выполняет функцию «эффективного» сопротивления. При очень высоких напряжениях, разворачиваемых для записи ВАХ, форма барьера будет сильно изменяться. В результате ВАХ туннельного контакта «металл – металл» нелинейна и, как правило, симметрична. Полупроводники имеют более сложную структуру энергетического спектра электронов. Сильная нелинейность ВАХ туннельного контакта «металлическая игла – полупроводник» определяется наличием запрещенной зоны и примесных уровней в спектре. Существенный вклад в туннельный ток дают также поверхностные состояния и уровни энергии, связанные с адсорбированными чужеродными атомами [1]. Поэтому желательно проводить исследования в условиях сверхвысокого вакуума. Неконтролируемое присутствие на поверхности адсорбированных атомов сильно усложняет интерпретацию экспериментальных спектров. Кроме того, тепловые возбуждения приводят к значительному уширению дискретных уровней энергии, соответствующих локализованным состояниям, а также сильно размывают положение краев зоны проводимости и валентной зоны [1]. В случае СТС-измерений, выполняемых на базе воздушного туннельного микроскопа, влияние стабильности положения зонда относительно образца и состояния поверхности (адсорбата, загрязнения) значительно усиливаются. Однако и такие эксперименты могут содержать весьма ценную информацию [8].

Основное достоинство СТС состоит в том, что сравнение кривых ВАХ, записанных в одинаковых условиях, для различных объектов на поверхности образца может позволить на качественном уровне определить их природу.

### ***Организация процесса сканирования и формирования СТМ-изображения***

В настоящее время разработано большое количество разновидностей приборов/марок сканирующих туннельных микроскопов, в том числе совмещенных с другими методами исследования поверхности, например, рентгеновской фотоэлектронной или Оже-электронной спектроскопиями, методом дифракции медленных электронов и т. д. При этом существует ряд элементов, общих для всех вариантов устройства СТМ, в частности: игла - зонд; система сближения зонда и образца для получения туннельного тока; сканирующее устройство, обычно, на основе пьезокерамических материалов (пьезоприводов); электронная система с обратной связью, которая поддерживает заданный туннельный ток; компьютерная система управления сканированием и сбором данных; система виброизоляции,



уменьшающая влияние внешних воздействий на туннельный промежуток [4, 9].

Различают два крайних варианта записи СТМ-изображения: режимы «постоянного туннельного тока» и «постоянной высоты зонда» [1, 4, 9] (см. рис. 2).

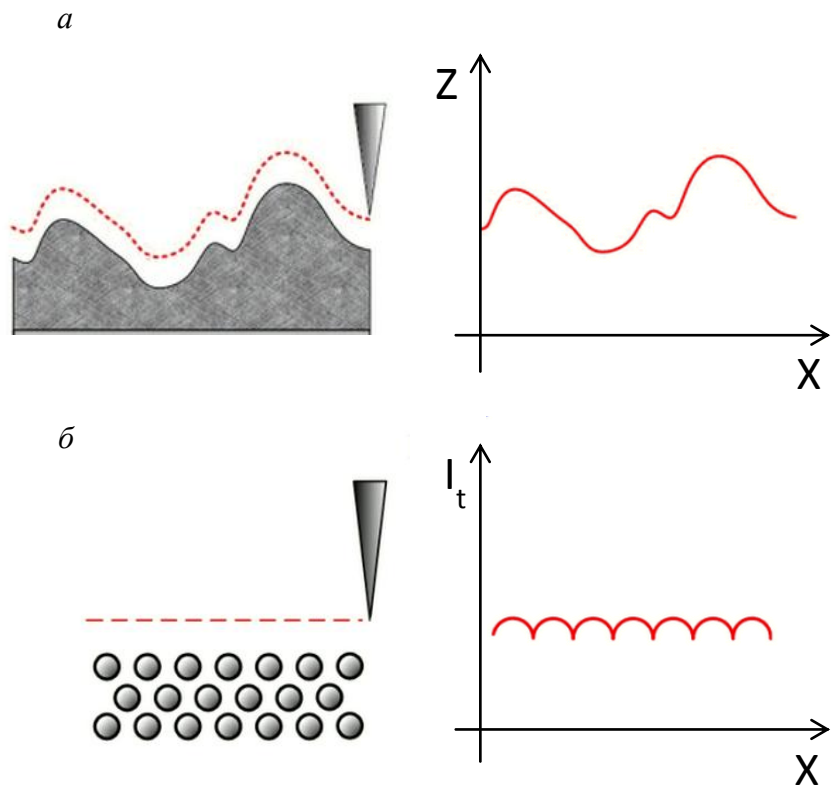


Рис. 2. Режимы сканирования: *а* – режим постоянного тока, *б* – режим постоянной высоты зонда.

В режиме постоянного тока или «топографическом» система обратной связи постоянно регистрирует туннельный ток и вносит такие корректировки в высоту зависания иглы, управляя при этом двигателями подачи иглы, чтобы величина заданного оператором туннельного тока оставалась постоянной в каждой точке сканирования. Игла при этом остается всегда на одном и том же расстоянии от поверхности, и коррекция высоты иглы

прямо отражает рельеф поверхности образца [7]. Происходящее при этом вертикальное по отношению к плоскости сканирования перемещение пьезопривода  $\Delta z$  отражает геометрию поверхности, а изображение СТМ представляется в виде массива  $\Delta z(x, y)$  [4]. В режиме «постоянной высоты» или «быстрого сканирования» цепь обратной связи не отслеживает профиль поверхности, т. е. не изменяется положение иглы по оси  $z$ . Но при этом регистрируются изменения туннельного тока  $\Delta I$ , и поверхность описывается в виде массива  $\Delta I(x, y)$ . Последний режим полезен при исследовании с атомарным разрешением относительно ровных поверхностей, таких как, например, монокристаллы, поскольку при фиксированном положении иглы проще обеспечить механическую стабильность системы в целом, а изменения туннельного тока очень чувствительны к изменению туннельного промежутка  $d$ . При этом данный режим не применим для исследования образцов с неизвестной морфологией или заведомо шероховатых поверхностей, так как велика вероятность повреждения иглы [7]. В связи с этим наибольшее распространение получил режим постоянного тока, как более универсальный.

Предельное разрешение сканирующего туннельного микроскопа в первую очередь определяется физическими характеристиками пьезосканера и точностью измерения регистрируемого сигнала – туннельного тока. На практике же именно приборная реализация общих принципов формирования изображения СТМ во многом определяет качество получаемой информации. В частности, когда сканирование производится изгибанием трубчатого сканера, на участках изображения, отвечающих максимальному отклонению, могут наблюдаться искажения. К схожему эффекту приводит явление криппа – запаздывания деформации / реакции пьезокерамики в ответ на изменение управляющего напряжения [1, 10]. Еще один фактор нестабильности положения зонда относительно исследуемой поверхности – влияние колебаний температуры сканера в ходе эксперимента [1, 7]. Учитывая малость расстояния «игла – образец» ( $\sim 1$  нм), очевидно, что при изменении температуры сканера за счет различий в коэффициентах температурного расширения его деталей, происходит неконтролируемое смещение иглы относительно образца – известное, как температурный дрейф [10]. Наконец, важную роль играет качество схемотехнических решений управляющей электроники (корректность измерения туннельного тока, точность получения и поддержания напряжения, подаваемого на пьезоэлементы сканера, устройство системы обратной связи и т. д.).

Помимо этого, в лабораторных условиях бывает затруднительно избавиться от воздействия внешних возмущений на качество изображений СТМ. Одни из основных факторов, ухудшающих разрешение СТМ, – влияние внешних вибраций и, для исследований на воздухе, акустических

шумов, также приводящих к колебаниям зонда относительно поверхности исследуемого образца [1, 4, 5, 7]. Влияние электромагнитных наводок и электрических помех в сети питания [7] приводит к наложению на изображение периодической «картинки», ухудшающей разрешение. На нанометровом уровне часто возможна ситуация, когда периодические наводки и особенности рельефа имеют близкие «размеры» на СТМ-изображении. В этом случае возможное ухудшение разрешения может привести к потере реальной информации о рельефе. Такое искажение СТМ-изображения обычно очевидно и не интерпретируется. При получении сканов с атомарным разрешением подобная дополнительная периодичность может привести к ошибочным заключениям. Влияние условий сканирования на разрешение прибора проверяется варьированием задаваемых оператором параметров и оптимизируется индивидуально для каждого образца.

При прочих равных условиях еще одним фактором, оказывающим известное влияние на приборное разрешение СТМ, служит форма острия зонда (иглы). В предельно упрощенном представлении, чем острее игла, тем выше разрешение, которое будет достигнуто. Можно ожидать, что геометрический размер острия всегда будет давать вклад в видимые размеры объектов на полученном изображении, увеличивая выступы и уменьшая впадины [2]. Однако такого рода механистические соображения не подтверждаются практикой измерений СТМ. Так, изображения атомных рядов на образцах пирографита (межатомное расстояние 0,246 нм) достаточно легко получаются при использовании игл с радиусом закругления острия ~3 нм.

В литературе сообщается об использовании широкого набора металлов и металлических сплавов для приготовления игл, однако наиболее распространенные **W-Re**- и **Pt-Ir**-иглы. Выбор материала зависит от конкретной задачи исследования. В частности, вольфрам-рениевые иглы используются в условиях сверхвысокого вакуума, так как на воздухе они подвергаются окислению, тогда как **Pt-Ir**-зонды гораздо устойчивее к окислению и используются для работы в различных средах, включая воздух. В свою очередь, выбранный материал определяет способ формирования острия – для **W-Re**-зондов необходимо электрохимическое травление [1, 7, 11-13], а платино-иридиевые иглы могут быть изготовлены и простым механическим срезанием кончика ножницами [7].

### *Атомарное разрешение методом СТМ*

Даже в случае идеальной ситуации с точки зрения приборной реализации достижение атомарного разрешения методом СТМ возможно отнюдь не для каждого образца. Лучше всего для этой цели подходят поверхности монокристаллов металлов и полупроводников (см. рис. 3), желательно, реконструированные.

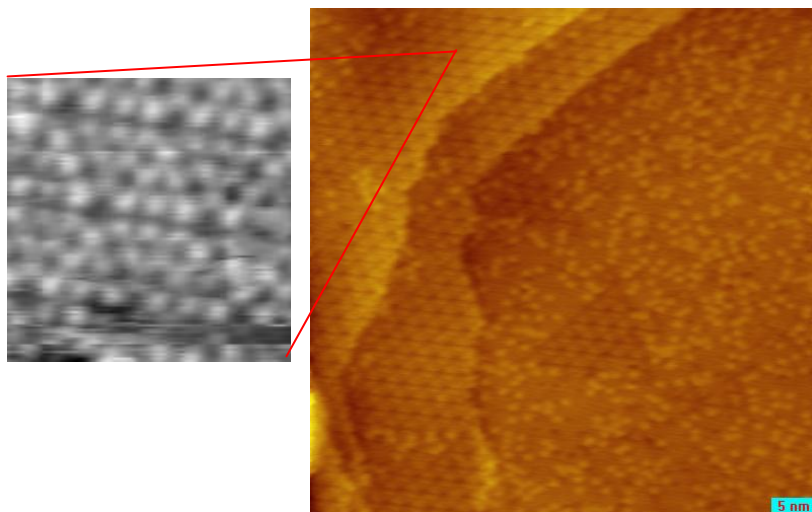


Рис. 3. СТМ - изображение с атомарным разрешением поверхности кристалла Si(111)-(7×7), полученное на сверхвысоковакуумном сканирующем туннельном микроскопе RHK Technology VT SPM 1000. Эксперименты проводились в ИК СО РАН.

Отдельной задачей являются необходимые для достижения атомарного разрешения методом СТМ очистка и выравнивание поверхности, которые выполняются обычно в условиях сверхвысокого вакуума. Сохранить такую атомарно-гладкую и атомарно-чистую поверхность на воздухе достаточно сложно, а иногда и невозможно.

Высоориентированный пиролитический графит (ВОПГ) является идеальным объектом исследования для метода СТМ, обладая необходимой электрической проводимостью. Образец имеет слоистую структуру. Удалив несколько поверхностных слоев можно легко получить атомарно-гладкую и атомарно чистую поверхность, продолжительное время стабильную на воздухе. Однако полученное изображение будет отличаться от того, что можно было бы ожидать, исходя из представлений о кристаллической решетке графита (см. рис. 4). Вместо предполагаемых гексагонов на поверхности видны треугольники (см. рис. 5), а измеренное межатом-

ное расстояние 0,246 нм соответствует  $2 \times \sin 60^\circ \times 0,1418$  нм. СТМ - изображение ВОПГ относится к так называемым артефактам, т.е. получаемая картина не является отражением реальности, а есть результат взаимодействия субъекта и объекта исследования. Однако данное СТМ - изображение является классическим и используется как для оценки качества подготовки зондов, так и для калибровки приборов по всем координатам *x*, *y*, *z*. В последнем случае в качестве меры высоты используется моноатомная ступенька на поверхности графита.

Модификация прибора СММ2000Т 2013 года, на котором выполняется представленная работа, позволяет достигать атомарного разрешения на высокоориентированном графите на воздухе.

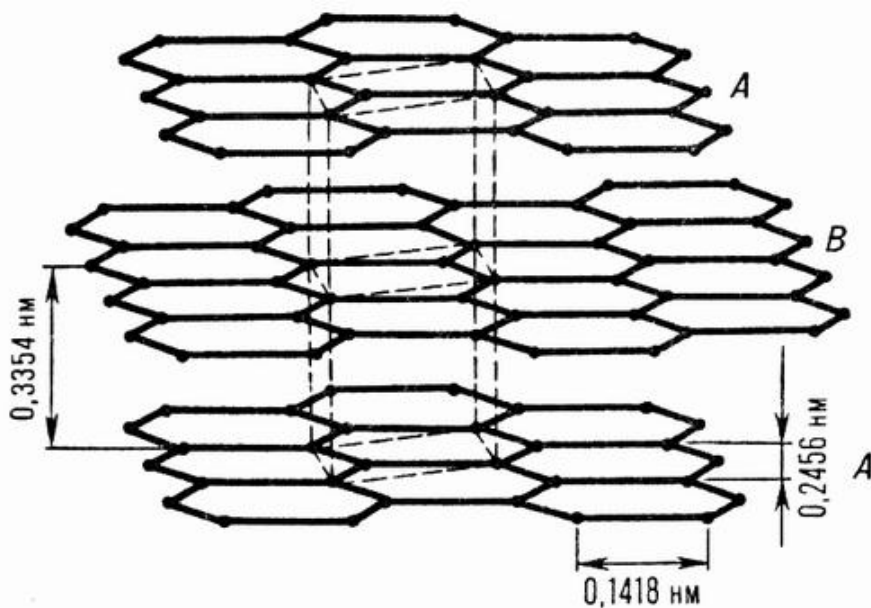


Рис. 4. Структура графита [14].

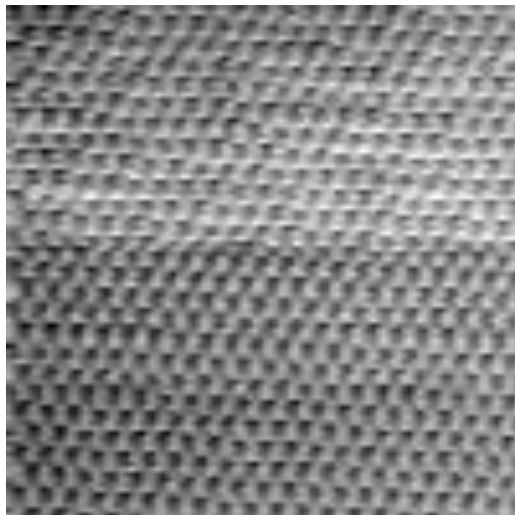
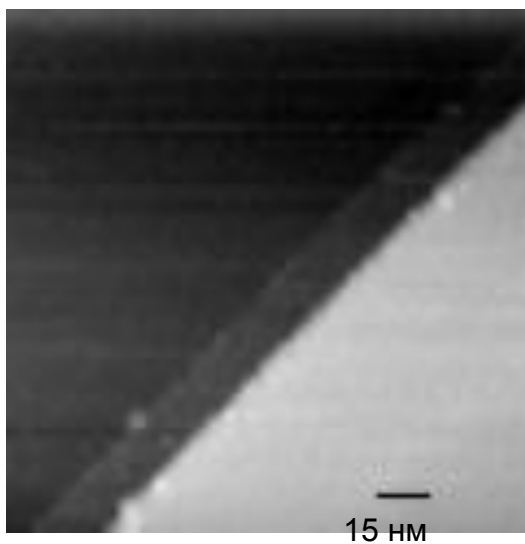
*a**б*

Рис. 5. СТМ - изображение поверхности ВОПГ: *a* - атомарное разрешение, поле сканирования ( $4.9 \text{ нм} \times 5.1 \text{ нм}$ ); *б* - полиатомная ступенька, поле сканирования ( $150 \text{ нм} \times 150 \text{ нм} \times 2.6 \text{ нм}$ ). Данные получены с использованием **Pt-Ir** - иглы на сверхвысоковакуумном сканирующем туннельном микроскопе GPI-300 (производство ИОФ РАН, Москва). Эксперименты проводились в ИК СО РАН.

## Физические основы АСМ

Одним из ограничений СТМ служит тот факт, что исследуемый образец должен быть проводником, что существенно сужает выбор подходящих для прямого исследования образцов. В отличие от СТМ метод АСМ не требует проводимости. Суть метода АСМ заключается в том, что при сканировании вдоль исследуемой поверхности зондирующим острием, закрепленным на кронштейне малой механической жесткости (кантилере) (рис. 6), регистрируются отклонения последнего под действием межатомных (межмолекулярных) сил (рис. 7) [1]. По отклонению консоли кантилевера отслеживаются особенности рельефа поверхности [1, 9, 15].

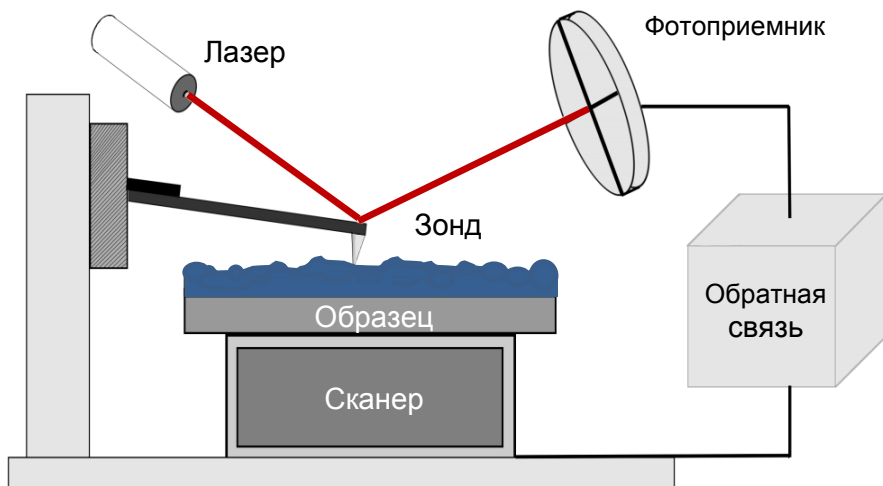


Рис. 6. Общая блок-схема атомно-силового микроскопа с оптической схемой регистрации изгиба кантилевера.

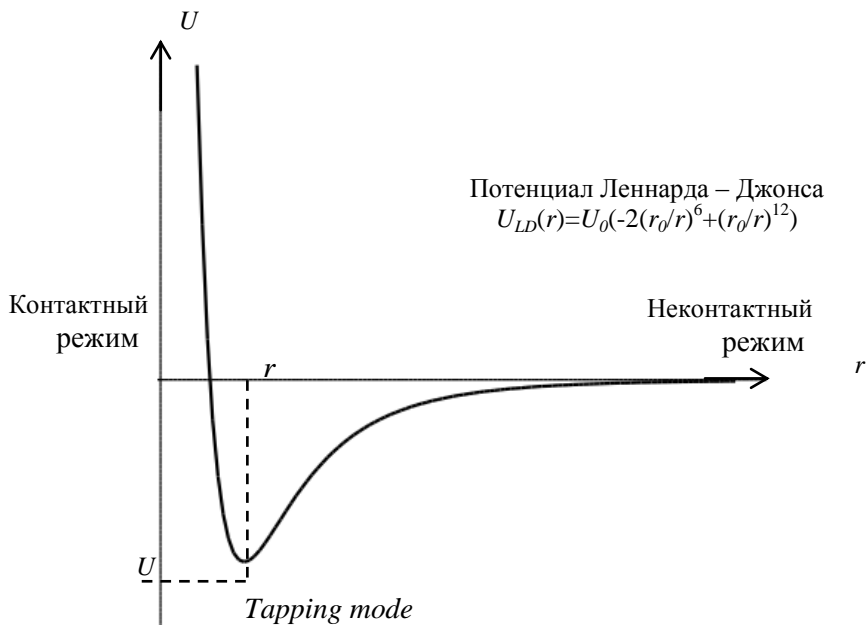


Рис. 7. Основные режимы АСМ на потенциальной кривой.

При изучении рельефа поверхности методом АСМ используется один из режимов взаимодействия зонда и поверхности в зависимости от расстояния между ними – в области отталкивания ( $d < 0,2 - 0,3$  нм) – «контактный режим» и в области притяжения ( $d > 0,4$  нм) – «неконтактный режим». В случае контактной АСМ сильная зависимость ван-дер-ваальсовых сил отталкивания от расстояния приводит к тому, что отклик (или изгиб) кантилевера при изменении расстояния между острием зонда и образцом значителен, что позволяет использовать достаточно простые схемы детектирования отклонений кантилевера, например, по отклонению луча лазера (рис. 7). В случае неконтактного режима или режима притяжения АСМ отслеживает ван-дер-ваальсовы силы притяжения между зондом и образцом. Характер зависимости сил притяжения от расстояния приводит к меньшему отклику кантилевера на изменение расстояния между зондом и образцом. Кроме того, необходимо использовать более жесткий кантилевер, так как мягкий при приближении на расстояния, достаточно малые



для реализации контактного режима, «прилипнет» к поверхности. Жесткий кантилевер менее чувствителен к слабым силам, чем мягкий, что приводит к необходимости применения более чувствительной и более сложной схемы регистрации отклонений. В неконтактном режиме система колеблет кантилевер около его резонансной частоты (обычно 200–300 кГц) с амплитудой порядка нескольких десятков ангстрем, а затем регистрирует изменения в резонансной частоте или амплитуде при приближении зонда к поверхности, т. е. системой обратной связи контролируется и поддерживается постоянной именно резонансная частота кантилевера. Качество результата в случае неконтактной АСМ зависит от использования хорошего зонда, основное значение имеет его острота [1, 9, 15].

***Tapping Mode*** является разновидностью контактной АСМ, но по принципу действия подобен неконтактному режиму. В этом режиме кантилевер осциллирует при резонансной частоте с высокой амплитудой, порядка 100 нм. Во время каждой осцилляции зонд касается образца. Вероятность нанесения повреждения поверхности уменьшается, так как исключены трение и протаскивание зонда по поверхности. При этом вертикальные силы достаточно велики, чтобы деформировать поверхность мягких и эластичных материалов, поэтому изображение ***Tapping Mode*** часто представляет смесь топографических и эластических свойств поверхности образца [9]. Это, с одной стороны, затрудняет интерпретацию полученного изображения, с другой – открывает уникальные возможности изучения локальных эластических свойств поверхности, другими словами, позволяет проводить спектроскопический анализ. С инженерной точки зрения данный вариант АСМ гораздо сложнее и менее надежен нежели контактный режим. Однако возможности этой моды – более высокое разрешение при прочих равных условиях, универсальность по отношению к свойствам образца – делают ***Tapping mode*** безусловным лидером АСМ [1, 9].

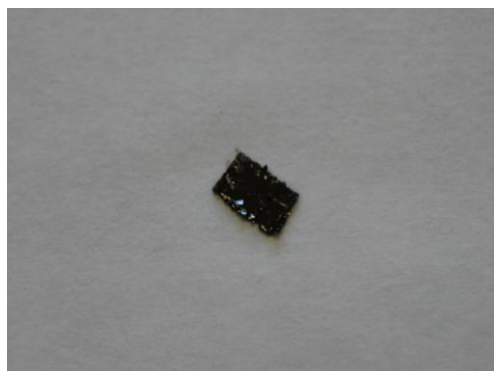
## Работа на сканирующем туннельном микроскопе СММ2000Т

### *Подготовка образца*

В качестве объекта исследования в рамках представленной работы слушателям предлагается образец ВОПГ (производство компании SPI supplies / Structure Probe, Inc, США). Качество образца SPI-1 соответствует сорту ZYA (т.е. наивысшее качество).

Прежде чем приступить к сканированию, необходимо подготовить поверхность, удалив несколько поверхностных слоев, отслоив их. Это можно сделать скальпелем. Однако гораздо удобнее воспользоваться обычной канцелярской клейкой лентой (см. рис. 8).

*a*



*б*



Рис. 8. Подготовка образца: *a* – отслоенный образец ВОПГ; *б* – скотч с отделенными поверхностными слоями образца ВОПГ.

Процедура заключается в следующем. Накладываем кусочек клейкой ленты на образец и без усилия, аккуратно разглаживаем поверхность пальцем. Затем отрываем ленту, придерживая образец (рис. 8 б). После отслоения на поверхности может остаться некоторое количество задравшихся «чешуек» графита. Их можно расправить или удалить с помощью пинцета. Таким образом получаем атомарно-гладкую и чистую поверхность графита, которая будет стабильна на воздухе достаточно долго для проведения экспериментов методом СТМ, в том числе, с достижением атомарного разрешения.

### ***Описание установки: сканирующий туннельный микроскоп***

Представленная работа выполняется на воздушном мультимикроскопе СММ2000Т (производства компании ОАО «Завод ПРОТОН-МИЭТ», Москва) (см. рис. 9). Блок электроники и программное обеспечение прибора модернизированы в 2013 году. На базе данного прибора реализовано два метода, относящихся к семейству сканирующей зондовой микроскопии: сканирующая туннельная микроскопия (режим постоянного тока) и атомно-силовая микроскопия (контактный режим).



Рис. 9. Прибор СММ2000Т.

В лабораторной комнате прибор установлен на массивном виброизоляционном столе: стальном коробе, заполненном песком, на который уложена мраморная плита, не касающаяся стенок короба. Сверху прибор закрыт стальной крышкой, изнутри обитой войлоком, обеспечивающей акустическую изоляцию. Описанные меры позволяют повысить разрешение прибора за счет уменьшения уровня механических вибраций сканирующей конструкции.

Обратите внимание, в режиме СТМ на приборе СММ2000Т зонд - игла закрепляется на сканере (см. рис. 7), и сканирование ведется перемещением иглы относительно неподвижного образца. В режиме АСМ в сканер устанавливается легкий предметный столик с закрепленным на нем образцом. Предметный столик СТМ заменяется на АСМ - модуль с размещенным на нем зондом и системой оптической регистрации отклонений зонда. В данном случае сканирование ведется образцом относительно зонда. АСМ-модуль после подвода в ходе сканирования остается неподвижным.



Рис. 10. Сканер прибора СММ2000Т.

## ***Подготовка к сканированию поверхности образца методом СТМ***

### ***Подготовка зонда СТМ***

В работе используются **Pt-Ir** - иглы, подготавливаемые срезанием ножницами. **Pt-Ir** - иглы обладают высокой устойчивостью к окислению, поэтому могут быть использованы для работы на воздухе. В случае механического срезания проволоки **Pt-Ir**-сплава ножницами или специальными кусачками (см. рис. 11) формируется многоострыйная игла (см. рис. 12). Однако на практике обычно только одно острие сильно выдается вперед. Именно оно вносит основной вклад в туннельный ток, что позволяет получать атомарное разрешение на пиролитическом графите.

**Обратите внимание, что все манипуляции следует выполнять в перчатках, чтобы предотвратить попадание загрязнений на зонд, образец или детали оборудования.**

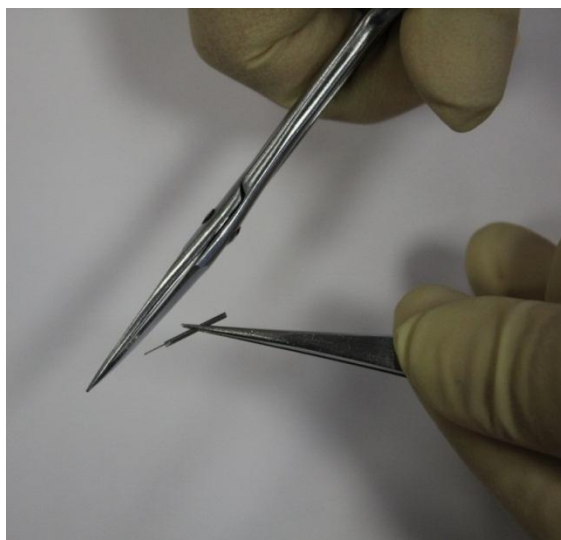


Рис. 11. Положение рук при подготовке зонда СТМ срезанием кончика ножницами.

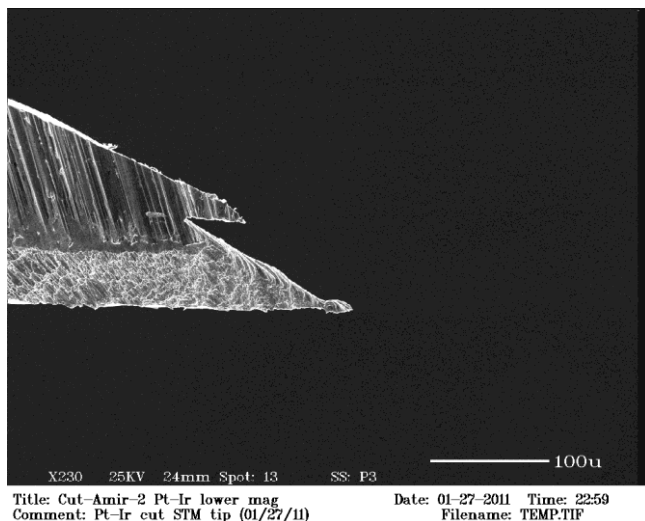


Рис. 12. Изображение апекса резаной **Pt-Ir** - иглы, полученное методом электронной микроскопии (A.V. Nartova, M.D. Detwiler, A. Gharachorlou, M.C.Akatay; School of Chemical Engineering, Purdue University, USA.).

**Внимание! Все манипуляции с прибором можно проводить только при выключенном программном обеспечении.**

Подрезанная игла вставляется в сканер и фиксируется затягиванием прижимного винта (см. рис. 10). **Внимание! Недопустимо прикладывать большие усилия, затягивая винт, так как это может привести к повреждению сканера.**

#### *Закрепление образца*

Закрепление образца на предметном столике прибора осуществляется с помощью двух пружин, затягиваемых прижимаемыми винтами (рис. 13). Данная конструкция не только позволяет надежно фиксировать образец, но и обеспечивает требуемый электрический контакт. С обратной стороны столика расположены кварцевые направляющие полозья, необходимые для ручного и автоматического подвода образца к игле. При работе со столиком, необходимо проявлять повышенную осторожность, поскольку кварц достаточно хрупок, а сохранность полозьев необходима для прецизионной работы прибора.

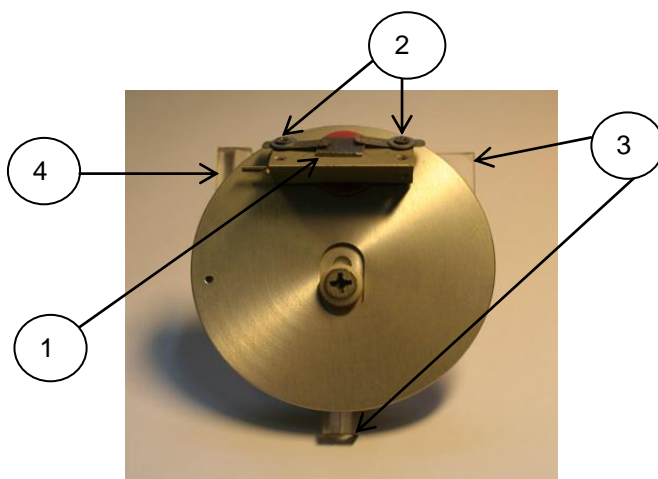


Рис. 13. Предметный столик СТМ: 1 – образец; 2 – прижимные винты; 3 – кварцевые полозья; 4 – место присоединения контакта.

Если размеры образца не позволяют закрепить его надежно с использованием стационарной системы крепления, можно прижать его с помощью стальной или танталовой фольги, которая, в свою очередь, будет удерживаться на столике с помощью стационарных пружин. Проверить наличие электрического контакта между образцом и столиком можно с помощью тестера.

Далее:

- столик с закрепленным образцом устанавливается на его место на приборе. Предварительно необходимо отвести ручку ручного подвода столика, расположенную у основания прибора (рис. 9), в крайнее положение, максимально удаленное от иглы;
- присоедините пинцетом контакт;
- подведите столик к игле на расстояние порядка 1 мм на глаз, используя ручку ручного подвода;
- закройте крышку прибора;
- закройте акустический экран.

**Прибор готов к сканированию.**

### ***Работа с программным обеспечением в режиме STM. Запись STM - изображения***

1. Включите компьютер.
2. Откройте папку «**Рабочие программы**», воспользовавшись соответствующим ярлыком на рабочем столе компьютера.
3. В папке запустите exe файл требуемого приложения: **STM.exe**. В данной версии программного обеспечения для управления микроскопом в различных режимах, а также для обработки полученных данных используются отдельные приложения.

На рисунке 14 приведен внешний вид виртуальной панели управления микроскопом, ниже дано детальное описание основных команд.

В «шапке» окна управляющей программы отображается название режима работы прибора, в данном случае, **STM**, и имя текущего файла. В программе предусмотрено автоматическое сохранение каждого файла после завершения сканирования. Файлу будет присвоено имя **STM\*\*\*.bmp**, где звездочками обозначен текущий номер. По умолчанию файл сохраняется в папку **Data-STM**, находящуюся в папке «Рабочие программы». Папка **Data-STM** формируется автоматически при включении микроскопа. В программе предусмотрено 999 уникальных имен. С целью сохранения информации в дальнейшем файл можно переименовать любым удобным способом: либо в программе **SMM2000**, либо воспользовавшись доступными средствами **Miscrosoft Windows**.

Файлы, сохраненные в рабочей программе **SMM2000**, имеют расширение **\*.bmp**, что позволяет работать с ними, как с обычными графическими файлами и использовать для их обработки любые доступные приложения.

При выполнении лабораторной работы рекомендуется переименовывать файлы сразу после того, как закончена работа с микроскопом, и до того, как приступите к цифровой обработке изображения. В качестве имени файла Вы можете использовать свою фамилию, например, **Ivanov01.bmp**. Обработанные файлы следует сохранять под новым именем, например, **Ivanov02.bmp**. Сохранять исходные данные необходимо, поскольку выбранные Вами процедуры обработки могут быть некорректными, а исправления возможны только в том случае, если сохранены исходные данные.



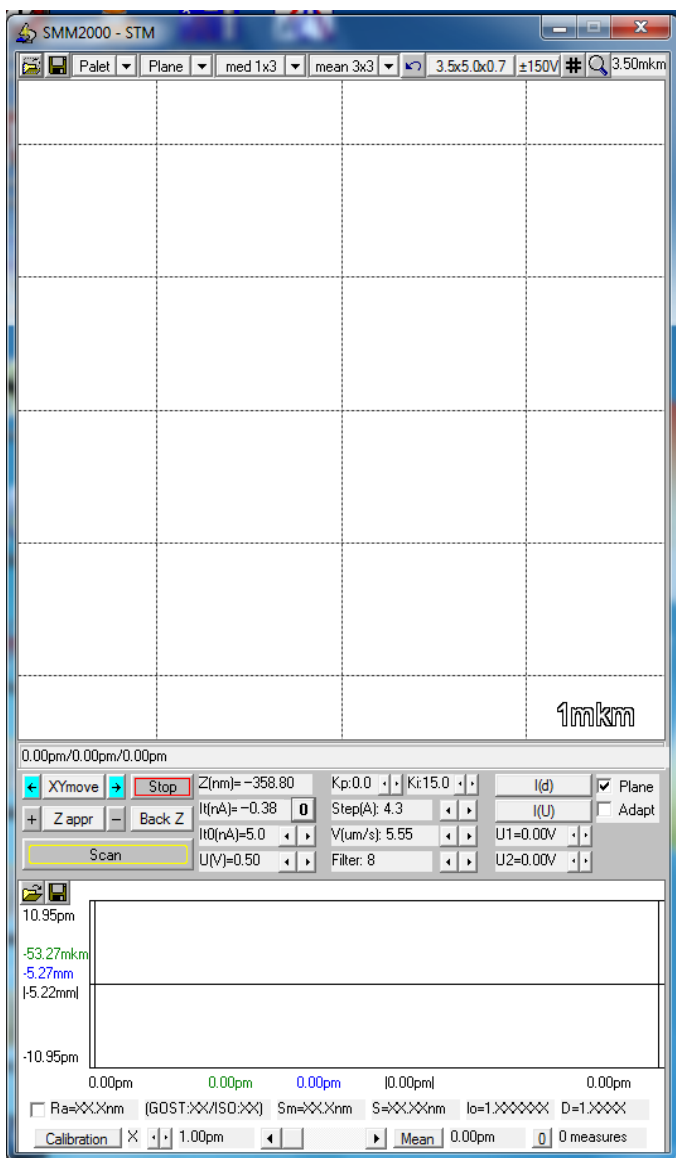


Рис. 14. Внешний вид виртуальной панели управления микроскопом SMM2000T в режиме STM. (Состояние прибора соответствует отведенному от иглы образцу.)

### Функции управления:

1-я пиктограмма в верхней строке управляющей программы – функция «*открыть файл*» - позволяет подгружать уже отснятые сканы в рабочую программу.

2-я пиктограмма в верхней строке управляющей программы – функция «*сохранить файл*» - позволяет сохранить скан, отображающийся в окне сканирования, как после его завершения, так и после принудительной остановки с использованием функции **Stop**.

Меню **Palet** позволяет выбрать палитру, с использованием которой будет отображаться скан в активном окне. Пользователям предлагаются как готовые стандартные палитры (серая, оранжевая и многоцветная), так и есть возможность загрузить свою палитру, сохранив ее в папке **Palet** и воспользовавшись конвертором **LUT to PALET**. Замена палитры служит исключительно для удобства пользователя, и в некоторых случаях за счет изменения контраста изображения позволяет рассмотреть некоторые детали, на которые стоит обратить внимание при дальнейшем сканировании. Однако стоит заметить, что обычно программы обработки изображения также предлагают как готовые палитры, так и функции, позволяющие создать свою палитру на основе гистограмм высот скана. Таким образом, совершенно не важно, с использованием какой палитры будет записано изображение в рабочей программе.

Меню **Plane, main, mean** используются для предобработки отображаемого скана и служат для удобства пользователя.

Далее в верхней строке приведены размеры максимальной области сканирования в трех измерениях **X** x **Y** x **Z** в мкм для выбранного режима работы усилителей (низковольтный режим  $\pm 5\text{ V}$  – используется для сканирования поверхности с высоким разрешением, высоковольтный режим  $\pm 150\text{ V}$  – обзорное сканирование или сканирование с низким разрешением). Размеры максимальной области сканирования определяются сканером, установленным на приборе. Следует обратить внимание, что данная функция, фактически, представляет из себя меню, в котором «защиты» параметры различных сканеров. В связи с этим слушателям самостоятельно **не разрешается** переключать опции, предлагаемые данным меню.

Вследствие деградации сканера с течением времени, возможно изменение линейных размеров области сканирования, которые уточняются в ходе калибровки прибора, осуществляемой 2-3 раза в год. Неравномерность деградации различных частей сканера приводит к тому, что **X** и **Y** измерения могут быть не равны друг другу.

**Обратите внимание! В данном варианте программного обеспечения ПОЛНЫЙ кадр всегда по умолчанию имеет размеры 512 точек (pt) × 512 точек (pt).**

При несовпадении измерений **X** и **Y** фиксированное количество точек сканирования, сохраняемых программой, приводит к тому, что формальные разрешения прибора по каждому измерению также не совпадают. И хотя программа отображает скан симметричным, что не соответствует действительности, измерение всех размеров в программе обработки изображения будет в точности соответствовать калибровке прибора.

Пиктограмма, расположенная до значка «лупа», позволяет накладывать на область сканирования сетку или размерный репер, а также убирать их. Функция служит для удобства пользователя. В программе обработки изображения *Scan master* сетка и репер не отображаются. Если открыть файл любым другим графическим редактором, сетка или репер отобразятся, если нужная функция была включена в управляющей программе прибора при сохранении файла.

Пиктограмма «лупа» позволяет увеличивать (левая клавиша мышки) или уменьшать (правая клавиша мышки) размеры скана в два раза. При активации функции курсор, наведенный на окно сканирования, приобретает вид квадрата, смещая который можно выбрать интересующий участок и, увеличив / уменьшив его, сканировать поверхность образца с более высоким / низким разрешением. Одновременно с изменением области сканирования масштабируются сетка и репер.

В центре окна управляющей программы расположено окно с областью сканирования. В этом окне отображается заданный скан.

В строке под данным окном отображаются координаты курсора относительно центра области сканирования, если курсор находится в пределах окна сканирования. Когда прибор находится в режиме сканирования, в данной строке отображаются: номер текущей строки сканирования (**line**), оценка оставшегося времени сканирования (**time**) и частота сканирования в Герцах. Последняя цифра, рассчитываемая на основе заданных оператором параметров сканирования, важна для оптимизации параметров сканирования. Для сохранения работоспособности сканера, чем ниже эта частота, тем лучше. Рекомендуется выбирать параметры, определяющие фактическую скорость сканирования так, чтобы это значение было не выше 1 Гц. В случае АСМ всегда стоит стремиться к низкому значению частоты сканирования, что обеспечивает лучшее качество изображения.

Обратите внимание, что при запуске сканирования вначале прибор проходит строки, имеющие отрицательные номера в позиции **line**, не попадающие в заданную оператором область сканирования. Это сделано для того, чтобы исключить влияние краевых эффектов на записываемое изображение.

Функция **Stop** – принудительная остановка сканирования (**Scan**), подвода (**Z Appr**), смещения иглы (**XYmove**).

**XYmove** – автоматическое смещение иглы в начало заданной рамки сканирования.

**Z Appr** – автоматическое приближение столика к игле до регистрации туннельного контакта. Пошаговое смещение столика к игле / от иглы – кнопки + / -, расположенные по краям **Z Appr**. В данном варианте микроскопа реализован предельно безопасный для иглы и сканера алгоритм подвода столика к игле. Столик с образцом «шагает» по направлению к сканеру на  $\frac{1}{2}$  полного диапазона сканера, при этом игла максимально втянута в сканер. После остановки столика игла выдвигается по направлению к образцу. Если туннельный ток не зафиксирован, игла втягивается в сканер, и столик совершает очередной подход на  $\frac{1}{2}$  диапазона сканера. Если туннельный ток зафиксирован, игла останавливается, и включается обратная связь.

**Back Z** – отвод столика от иглы на заданное в программе число шагов.

**Scan** – запуск сканирования.

**Filter** – параметр задает количество измерений в точке. После сбора массив данных обрабатывается с использованием медианного фильтра, т.е. результаты измерения ранжируются по мере возрастания, после чего для сохранения выбирается значение, находящееся в середине списка. Значения параметров **It(0)**, **U(V)**, **Kp**, **Ki**, **Step**, **V**, **Filter**, **U1**, **U2** выбираются с помощью стрелок, расположенных справа от соответствующего параметра.

Функция **Plane** – обработка изображения с использованием функций **Plane/Step&Tilt correction** (см. раздел «*Цифровая обработка изображения*»). Если функция включена в ходе сканирования, то в таком виде файл и будет сохранен.

Функция **Adapt** – процедура автоматического улучшения изображения, фактически, автоматический подбор параметра **Filter**. Алгоритм основан на том, что если ошибка по току становится больше определенного процента от заданного значения, то изменяется параметр **Filter**, при этом изменяется скорость сканирования.

**I(d)** – запись графика подвода в точке в пределах области сканирования, выбранной по левой клавише мыши. Функция используется для оценки остроты иглы. Принимается, если на кривой **I(d)** ток изменяется в  $\sim 10$  раз за 2-3 А, игла достаточно острая.

**I(U)** – запись вольт-амперной характеристики (ВАХ) в точке в пределах области сканирования. Диапазон записи ВАХ выбирается измерением параметров **U1**, **U2**, задаваемых в вольтах.

Данный прибор работает в режиме **постоянного тока**, основные параметры данного режима, задаваемые оператором:

**It(0nA)** – задаваемое значение туннельного тока в наноамперах, которое будет поддерживаться в ходе сканирования системой обратной связи постоянным. Качество поддержания тока или стабильность системы контролируется с использованием окна **It(nA)** (смотри ниже). В большинстве случаев оптимальный диапазон тока 3-5 нА.

**U(V)** – задаваемое значение прикладываемого туннельного напряжения (в вольтах). Значение данного параметра оптимизируется для каждого образца индивидуально.

**Z(nm)** – положение иглы над образцом в ее внутренних координатах (среднее положение принято за 0, втянутая относительно этого среднего положения игла – “+”, вытянутая – “-”). После подвода, используя +/-, расположенные по обе стороны от **Z appr**, необходимо подобрать такое положение столика относительно иглы, чтобы значение **Z(nm)** находилось в районе 0.

**It(nA)** – текущее, измеряемое значение туннельного тока в наноамперах. Кнопка «0», расположенная справа, - функция, позволяющая выставить значение индицируемого измеряемого “нулевого тока” (т.е. тока в отсутствии туннельного контакта) **It(nA)** в район нуля.

В данном варианте прибора у оператора есть возможность оптимизации коэффициентов обратной связи:

**Kp** – пропорциональный коэффициент. Рекомендованный диапазон 0-3.

**Ki** – интегральный коэффициент. Рекомендованный диапазон 15-50.

Параметры оптимизируются для каждого образца индивидуально.

**Step** – минимальный шаг перемещения иглы (в скобках указаны единицы измерения). Количество сохраненных точек всегда 512 в **X** и **Y** измерениях. Игла будет перемещаться с шагом, заданным параметром **Step**, обра-

бывшая каждая точка. Однако информация будет сохранена не обо всех точках.

**V** – скорость перемещения сканера от точки к точке (в скобках указаны единицы измерения).

Ниже параметров сканирования расположено окно профиля. В данном окне отображается либо профиль текущей строки сканирования, либо профиль сечения поверхности, выбранный в окне области сканирования с использованием мышки. Описание профиля и особенностей работы с ним приведено в разделе, посвященном анализу полученных данных.

В самом низу программы расположены функции, относящиеся к калибровке прибора. Калибровка сканера – отдельная техническая задача, находящаяся за пределами лабораторной работы, поэтому здесь детали данной процедуры не рассматриваются.

4. Воспользовавшись функцией «лупа», задайте область сканирования согласно заданию.
5. Установите параметры сканирования (туннельный ток, туннельное напряжение, коэффициенты обратной связи, параметры, определяющие скорость сканирования) согласно заданию.
6. Запустите команду **XYmove**.
7. Запустите процедуру автоматического подвода столика к игле **Zappr**.
8. После остановки прибора и регистрации туннельного тока подкорректируйте положение столика относительно иглы, воспользовавшись клавишами +/-, так, чтобы значение **Z(nm)** было в районе 0.
9. Запустите сканирование, воспользовавшись кнопкой **Scan**.
10. После окончания сканирования сохраните файл под выбранным именем.
11. Измените разрешение скана, воспользовавшись функцией «лупа». Повторите процедуру записи СТМ - изображения. Сохраните результат.

В большинстве случаев, если увеличение разрешения проводится без перехода в низковольтный режим, туннельный контакт не теряется, а следовательно, повторять процедуру **Zappr** нет необходимости. Однако по-прежнему стоит подкорректировать положение столика с использованием клавиш +/-.

12. После завершения работы с прибором необходимо отвести столик от иглы, воспользовавшись процедурой **Back Z**. Повторите ее несколько раз, для того, чтобы отвести столик на безопасное расстояние от иглы.
13. Выйдите из управляющей программы, закрыв приложение.
14. Откройте акустический экран и отведите столик от иглы ручкой ручного подвода.
15. Перейдите в программу обработки изображений (см. раздел «*Цифровая обработка изображения*»).

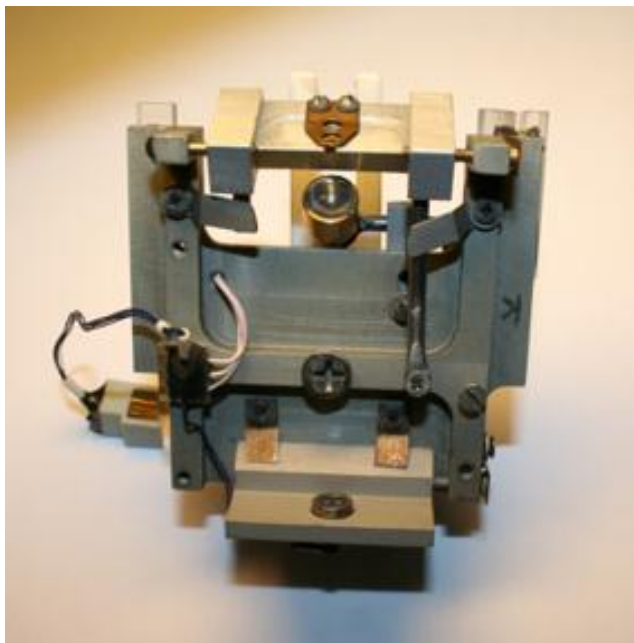
### ***Описание установки: Атомно-силовой микроскоп***

Как упоминалось выше, прибор СММ2000Т представляет собой комбайн, на базе которого реализуются два метода: СТМ и АСМ [15]. Переход от туннельной моды к атомно-силовой осуществляется заменой предметного СТМ-столика на АСМ-модуль, фотография и схема которого приведены на рис. 15 [15]. Теперь не зонд - игла, а образец закрепляется на сканере на специальном столике, к которому приклеивается с использованием двусторонней клейкой ленты либо каким-то другим доступным способом.

Зондом в АСМ служит кантилевер – небольшая кремниевая пластинка с закрепленной консолью, балкой с золотым покрытием, на конце которой выращена игла - зонд (рис. 16) [15]. Кантилевер имеет размеры, удобные для его смены оператором. В стандартном варианте на одном кантилевере закреплено по пять консолей разной жесткости: одна треугольная с одной стороны и три треугольных и одна линейная – с другой [15]. Количество и геометрия консолей могут варьироваться в зависимости от партии, поставляемой производителем. В данной работе используются кантилеверы производства фирмы *Park Scientific (USA)*. Система достаточно хрупкая, поэтому замена кантилевера требует определенных навыков и может быть выполнена только преподавателем или инженером лаборатории.

Отслеживание изгиба консолей осуществляется по отклонению луча полупроводникового лазера (фирма *SONY*, длина волны 670 нм, максимальная мощность 5 мВт, используемая мощность 2 мВт), регистрируемого с помощью фотоприемника (четырёхсекционный фотодиод ФД19КК завода «Диод», г. Москва). Общая схема работы фотоприемника приведена на рис. 17 [1].

*a*



*б*

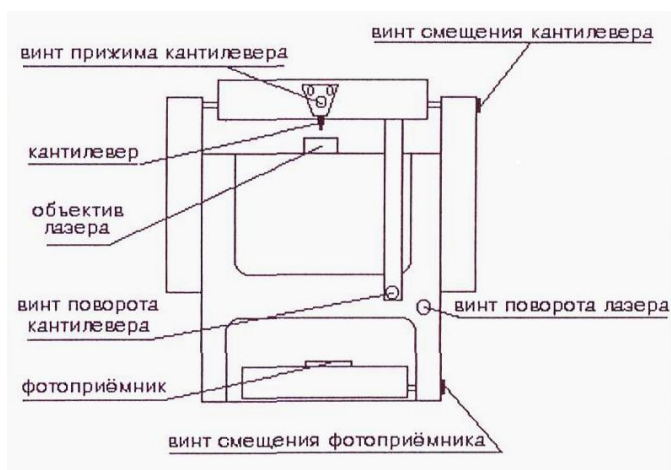


Рис. 15. ACM-мода мультимикроскопа СММ2000Т: *a* – фотография ACM-модуля; *б* – схема ACM-модуля.



Изгиб консоли кантилевера приводит к смещению отраженного пятна на фотоприемнике. Сегменты верхней и нижней пар соединены параллельно. Электроника, на которую подаются сигналы с фотоприемника, формирует сигнал  $(1+2) - (3+4)$ , пропорциональный прогибу кантилевера. Этот сигнал подается на электронику микроскопа и индикатор. Сигнал  $(1+2) - (3+4)$  удобен тем, что он не зависит от общего светового фона в комнате (можно дополнительно не затенять), а также тем, что вследствие своей дифференциальности очень чувствителен к вертикальным перемещениям отражения от кантилевера. Точность такого лазерного датчика прогиба кантилевера – от одного до трех Ангстрем.

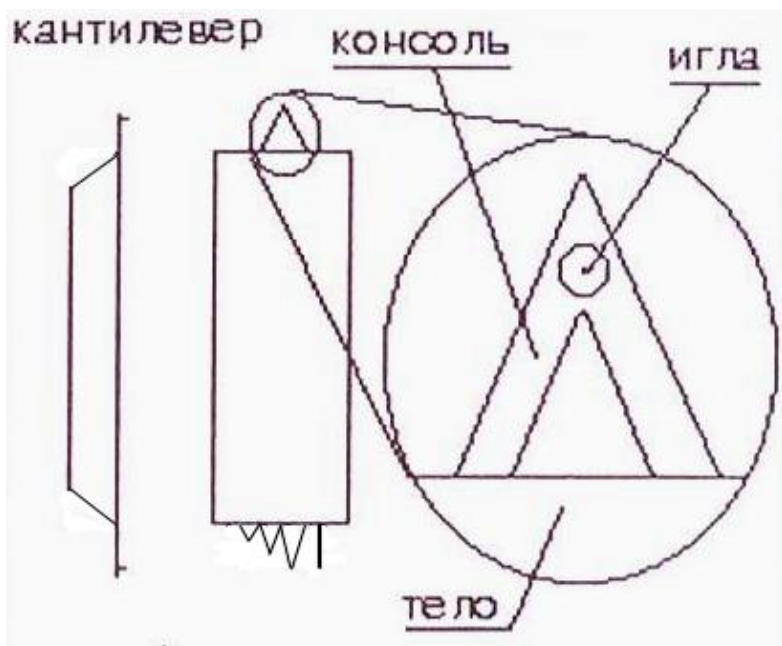


Рис. 16. Схема кантилевера, используемого на приборе СММ2000Т.

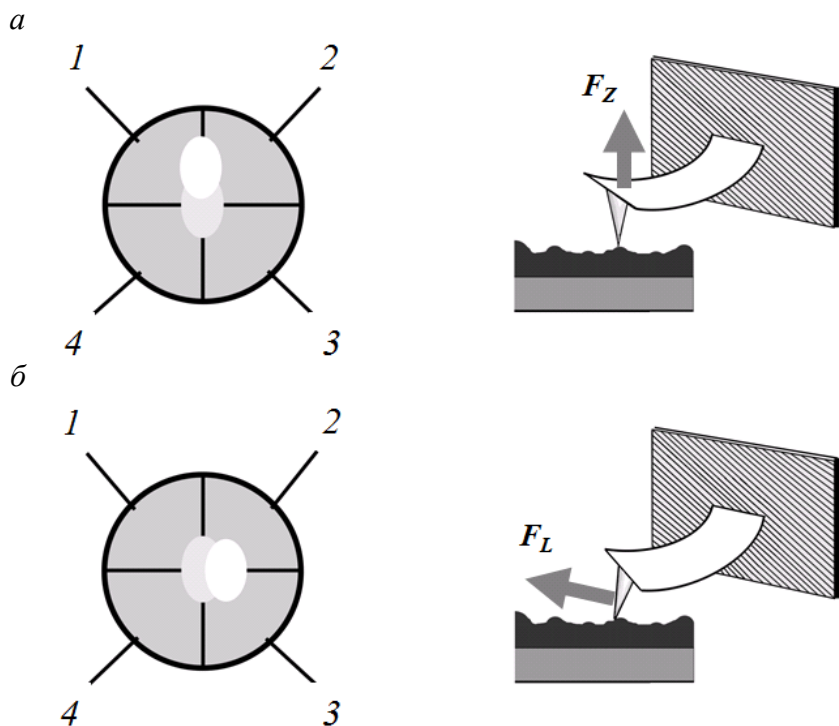


Рис. 17. Схема работы четырехсекционного фотоприемника: *a* – смещение отраженного пятна при отклонении кантилевера под действием вертикальных сил ( $F_z$ ); *б* – смещение отраженного пятна при отклонении кантилевера под действием латеральных сил ( $F_L$ ).

## ***Подготовка к сканированию поверхности образца методом АСМ***

### *Замена режимов*

1. Откройте крышку прибора и, отсоединив контакт, снимите предметный столик СТМ с его места на приборе. Столик необходимо установить на специальную тefлоновую подставку, обеспечивающую его безопасное хранение.
2. Выньте иглу СТМ из сканера, ослабив прижимной винт.
3. Закрепите образец с помощью двусторонней клейкой ленты на предметном столике АСМ. В этом случае нет необходимости обеспечения электрического контакта образца со столиком, и единственным требованием к образцу является его вес. По понятным причинам тяжелый образец, фактически висящий на сканере, может не только ухудшить качество изображения, но и привести к поломке сканера. Все это учтено при выборе образца для выполнения данных лабораторных работ.
4. Закрепите держатель образца на сканере по аналогии с иглой СТМ.
5. Установите столик АСМ (см. рис. 15) на его место на приборе, предварительно проконтролировав, что ручка ручного подвода находится в крайнем положении.
6. Присоедините контакт (рис. 18).



Рис. 18. Контакт, подключающий АСМ-модуль.

### ***Работа с программным обеспечением в режиме АСМ***

В папке «**Рабочие программы**» запустить exe файл требуемого приложения: **AFM.exe**.

На рисунке 19 приведен внешний вид виртуальной панели управления микроскопом в режиме АСМ, что указано в шапке рабочего окна программы. Ниже дано детальное описание основных команд, отличных от описанных выше для режима СТМ.

Атомно-силовая микроскопия на приборе СММ2000Т реализована в контактном режиме. Оператор задает некоторое значение силы, с которой зонд будет прижиматься к поверхности, а система обратной связи будет поддерживать заданное значение, маневрируя сканером. Таким образом реализуется полная аналогия с режимом постоянного тока в случае СТМ. В данном приборе регистрация отклонений кантилевера осуществляется с использованием оптической схемы. В качестве меры силы прижима зонда к поверхности используется сигнал, снимаемый с фотодиода.

**F0(V)** – сигнал, снимаемый с фотодиода.

**F(V)** – задаваемый сигнал (диапазон  $\pm 2.5$  В). Параметр оптимизируется индивидуально для каждого образца. Рекомендуется начинать со значений, находящихся в диапазоне  $\sim 1 - 1,5$  В.

**Laser** – функция включения/выключения лазера.

Параметры обратной связи (**Kp**, **Ki**) оптимизируются для каждого образца индивидуально, рекомендованные значения: **Kp**  $\sim 0$ , **Ki**  $\sim 15$ .

Остальные функции программы аналогичны режиму СТМ.

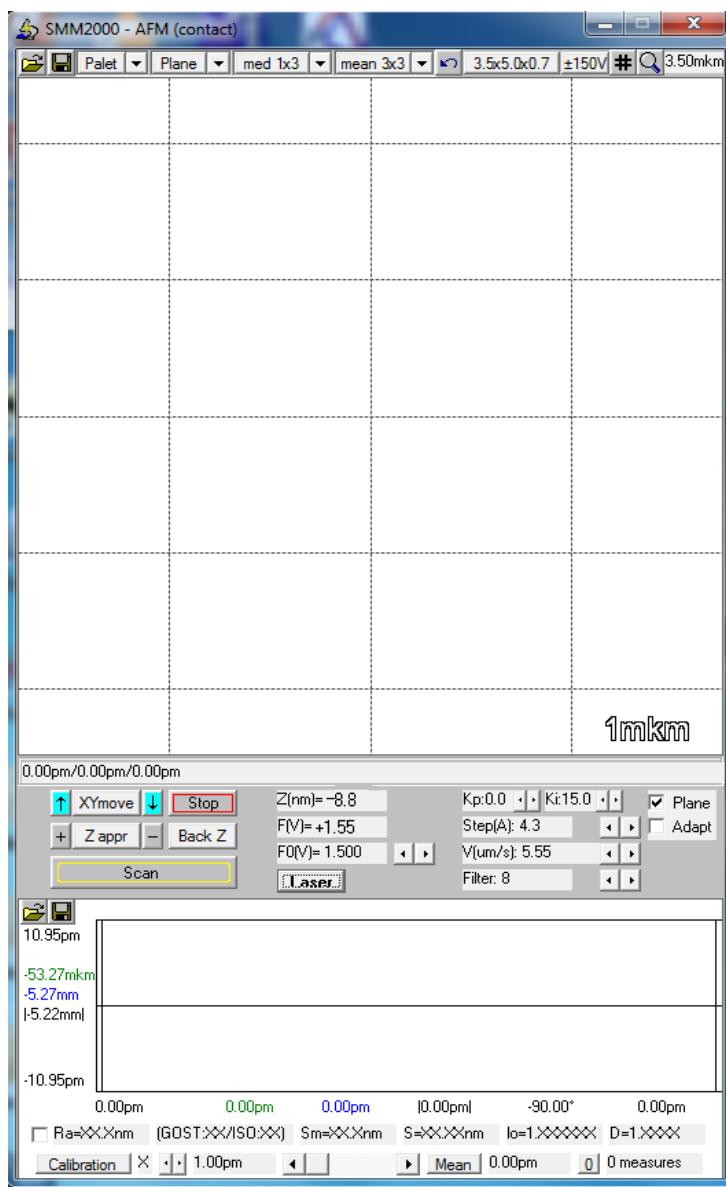


Рис. 19. Внешний вид виртуальной панели управления микроскопом СММ2000Т в режиме АСМ. (Состояние прибора: готов к сканированию.)

### ***Настройка оптической схемы регистрации***

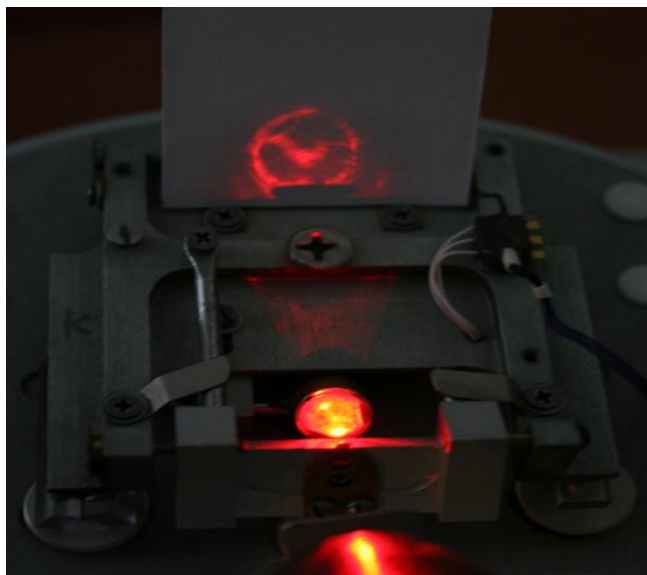
Непосредственная работа с атомно-силовым микроскопом на приборе СММ2000Т начинается с настройки оптической схемы регистрации [15]. Настройка сводится к направлению лазерного фокуса на нужную консоль кантилевера и отражения от этой консоли на фотоприемник. Для начала необходимо включить лазер, воспользовавшись кнопкой **Laser** в рабочей программе.

Затем установите небольшой экран из белой плотной бумаги перед фотоприемником, как показано на рисунке 20 *а*.

АСМ-модуль имеет несколько винтов настройки оптической схемы (рис. 15 и рис. 20) [15]. Винт поворота лазера (винт 1) поворачивает лазер вместе с объективом и переводит точку фокуса с тела кантилевера на консоль. Винт смещения кантилевера (винт 2) передвигает его для того, чтобы можно было сменить или выбрать рабочую консоль. Винт смещения фотоприемника (винт 3) перемещает фотоприемник, настраивая его на центр отражения от консоли. Винт поворота кантилевера (винт 4) немного наклоняет кантилевер, чтобы направить на фотоприемник нужный участок отражения от консоли и настроить нулевую точку сигнала  $(1+2) - (3+4)$ .

Для направления лазера на нужную консоль пользуются винтами поворота лазера и винтом смещения кантилевера (рис. 15). Сначала винтом поворота лазера необходимо, поворачивая лазер, перевести точку фокуса с тела кантилевера на консоль. При этом на экране видно сначала сильное пятно отражения от тела кантилевера, которое довольно резко пропадает при уходе с тела. Винт надо остановить как раз в тот момент, когда пятно только пропало. Если в этом месте случайно оказалась консоль, отражение от нее выгладит как ярко горящая звездочка, а на экране появятся небольшие пятнышки (возможно линии). Далее винтом смещения кантилевера необходимо выбрать консоль. Для этого сначала сместите кантилевер так, чтобы луч заведомо попадал на место, где нет консолей, затем постепенно смещайте кантилевер до появления вышеописанных пятен от первой консоли. Доворотом винта поворота кантилевера следует добиться хорошей картинки отражения. В случае треугольной балки отражение будет иметь вид, приведенный на фотографии на рис. 20 *а* и на схеме *б* под цифрой 1, иногда для треугольных консолей отражение имеет вид 2, для однобалочной консоли – вид 3 (размытое пятно).

*а*



*б*



Рис. 20. Настройка оптической схемы АСМ - модуля: *а* - фотография; *б* – схема.

Далее уберите экран и направьте на фотоприемник рабочий участок картинки отражения. На рисунке 20 *б* указаны возможные рабочие участ-

ки. Они могут быть и другими. Общая рекомендация состоит в том, что в качестве рабочего участка следует выбирать протяженные горизонтальные участки картинки толщиной не более 1 мм. Именно такие участки при их вертикальном смещении из-за изгиба консоли дают полезный сигнал максимальной амплитуды на фотоприемнике. Для начала винтом смещения фотоприемника сместите фотоприемник, настраивая его примерно на центр отражения от консоли. Далее, используя винт поворота кантилевера, настройте один из рабочих участков примерно на центр фотоприемника.

Финальную настройку схемы необходимо проводить, придвинув столик к образцу. Это делается на глаз по аналогии с СТМ с использованием ручки ручного подвода. Это необходимо, во-первых, потому что при этом затрудняется циркуляция воздуха и тем самым стабилизируется система, во-вторых, поскольку образец может иметь дополнительное отражение, попадающее на фотоприемник и смещающее сигнал.

### ***Запись АСМ - изображения***

Далее в точном соответствии с последовательностью работы в методе СТМ следует назначить рамку сканирования, задать параметры сканирования в соответствии с заданием и выполнить команду **Zappr**. Столик с кантилевером начнет автоматический подвод к образцу. Здесь необходимо отметить, что при приближении иглы к образцу возникают следующие силы, изгибающие кантилевер. Сначала возникают капиллярные силы притяжения (в редких случаях отталкивания) иглы к слою адсорбата, всегда присутствующему на поверхности в воздушной атмосфере. Далее возникают силы ван-дер-ваальсового притяжения иглы к образцу, и только потом необходимые силы отталкивания. Для перехода в режим отталкивания необходимо принудительно приблизить столик к образцу с помощью кнопок +/- . Важно не перепутать, из-за чего остановился автоматический подвод (иначе можно сломать кантилевер), для этого необходимо внимательно следить за показаниями **F(V)** в ходе подвода.

Следует обратить внимание, что после такого подвода все последующие настройки АСМ-модуля можно проводить, только отведя его от образца во избежание поломки кантилевера, используя функцию **Back Z**. В случае если не удастся настроить систему самостоятельно, лучше обратиться к преподавателю или инженеру лаборатории.

Сканирование запускается также как в СТМ кнопкой **Scan**.

Настройка скорости сканирования осуществляется эмпирически исходя из особенностей образца (степени шероховатости) и качества получаемого изображения. Помните, чем выше шероховатость, тем ниже должна быть выбираемая скорость сканирования. Поскольку высокая скорость может привести к поломке кантилевера.



После получения изображения для повторного сканирования или для сканирования нового участка **не надо** повторять (в отличие от СТМ) команду **XYmove**, так как при этом зонд отводится от поверхности и процедуру стабилизации необходимо повторять снова. Если же просто запустить сканирование кнопкой **Scan**, при этом кантилевер переводится в новую точку сканирования по поверхности, не отводясь от нее [15].

После окончания сканирования:

1. Сохраните файл под выбранным именем.
2. Измените разрешение скана, воспользовавшись функцией «лупа». Повторите процедуру записи АСМ - изображения. Сохраните результат под выбранным именем.

В большинстве случаев, если увеличение разрешения проводится без перехода в низковольтный режим повторять процедуру **Zappr** нет необходимости. Однако по-прежнему стоит подкорректировать положение столика с использованием клавиш +/-.

3. После завершения работы с прибором необходимо отвести столик от иглы, воспользовавшись процедурой **Back Z**. Повторите ее несколько раз, для того, чтобы отвести АСМ - модуль на безопасное расстояние от сканера с закрепленным на нем образцом.
4. Выключите лазер, воспользовавшись кнопкой **Laser** в программе управления прибором.
5. Выйдите из управляющей программы, закрыв приложение.
6. Откройте акустический экран и отведите АСМ - модуль от сканера с закрепленным на нем образцом ручкой ручного подвода.
7. Перейдите в программу обработки изображений (см. раздел **«Цифровая обработка изображения»**).

### **Цифровая обработка изображения**

Использование процедур цифровой (математической) обработки СЗМ-изображения необходимо для повышения его качества (устранения случайных шумов, периодических наводок, сбоев ступенек, устранения общего наклона изображения и т. д.). Следует заметить, что большинство описанных ниже процедур могут быть использованы для обработки не только СЗМ-изображений, но любых графических файлов, будь то фотографии или микроскопические снимки. В тоже время формат файлов, сохраняемых рабочей программой микроскопа **\*.bmp** позволяет для обработки полученных в эксперименте данных использовать любой доступный графический редактор. Однако гораздо удобнее воспользоваться пакетом про-

грамм, имеющимся в распоряжении практикума, а именно: *Scan master (Professional scanning & analysis program for SPM)*, – предоставляющим широкий набор процедур цифровой обработки изображения, с которым можно ознакомиться с использованием программы-помощника *Help*.

Для выполнения лабораторной работы основными являются следующие процедуры.

**Subplane (fine)** – устранение общего наклона изображения (пиктограмма **Special 2D**). Устранение наклона в кадре осуществляется путем вычитания из высот кадра в каждой точке **X**, **Y** высот уравнения плоскости  $Z = a \times X + b \times Y + c$ . Коэффициенты **a**, **b** и **c** в уравнении определяются методом наименьших квадратов из требования минимального отклонения от плоскости всех точек кадра.

**Step correction** – операция корректирует сбой микроскопа типа «ступенька», проявляющиеся в том, что в результате сбоя электроники две соседние строки сканирования могут значительно различаться по высоте (пиктограмма **Special 2D**). Сначала вычисляется средняя высота (среднее **Z**) всего кадра. Далее кадр обрабатывается построчно. Каждая горизонтальная строка кадра (по **X**) сдвигается по **Z** (по высоте) так, чтобы средняя высота строки была равна средней высоте кадра.

**Median 2D** – медианная фильтрация используется для подавления случайных шумов. Медианная фильтрация осуществляется следующим образом. Составляется список значений высоты (или яркости) точки и ее соседей согласно выбранному ядру (например, ядро 3×3 – точка и ее ближайшие соседи: 4 – ортогональных, 4 – диагональных). Список высот сортируется в порядке возрастания. В качестве нового значения высоты данной точки кадра из списка выбирается та высота, номер которой в отсортированном списке ближе всего к номеру, определяемому условием:  $n = (N_x \times N_y - 1) \times (\text{level} / 100)$ , где  $N_x$ ,  $N_y$  – размерность матрицы по **x**, **y** соответственно, level – уровень медианной фильтрации в % (задается пользователем, по умолчанию – 50).

## **Анализ данных**

При максимальном поле сканирования порядка нескольких мкм, обеспечиваемом сканерами, используемыми в СММ2000Т с возможностью достижения атомарного разрешения, размеры скана по сравнению с физическими размерами образца очень малы. В связи с этим обычно каждый скан индивидуально не дает представления об особенностях поверхности образца в целом. Для получения наиболее полной информации об образце, обычно необходимо провести исследование нескольких участков. Для ана-

лиза полученных данных следует применять статистический подход. Аналогично, учитывая влияние внешних факторов на точность позиционирования зонда, при измерении размеров индивидуальных особенностей на изображении, таких как, ступеньки, необходимо провести несколько измерений, а затем проанализировать полученную выборку статистически. В случае ВОПГ результаты измерений высот ступенек с учетом ошибки можно сопоставить с данными, приведенными в литературе.

Для выполнения измерений особенностей поверхности образцов, исследованных как методом СТМ, так и АСМ, полезно использовать команду **Measure | Scan Section**, предназначенную для построения и измерения параметров заданного оператором сечения поверхности, изображаемой в активном **2D** окне. Процедура используется для отображения профиля, полученного в результате сечения изображаемой в **2D** окне поверхности по выбранной «мышкой» линии, соответствующей секущей поверхности, и измерения его параметров (расстояний между точками профиля, углов между линейными объектами и т.д.). Сечение выбирается заданием отрезка прямой в плоскости изображения. Секущая плоскость параллельна оси **Z** (перпендикулярна плоскости изображения) и проходит через заданный отрезок. При выполнении команды приложение переходит в режим задания отрезка для построения сечения поверхности скана; указатель «мышки» изменяет свой вид на **+—S**. С помощью «мышки» задается отрезок прямой, через который нужно провести секущую плоскость (левая кнопка нажимается на одном из концов отрезка и удерживается, «мышка» перемещается на второй конец отрезка, после чего кнопка отпускается). После этого информация о выбранном отрезке передается в окно измерения параметров профиля (если это окно существует, то оно активизируется, если нет – то загружается). Окно строит профиль сечения поверхности изображения на заданном отрезке прямой и выводит информацию о параметрах сечения. Процедуру выбора «мышкой» сечения (отрезка) можно повторять многократно, при этом содержание измерительного окна будет обновляться при каждом выборе. Режим выключается при повторном выборе команды **Measure | Scan Section**, а также при выборе любой другой команды или при переходе в любое другое окно приложения.

Окно **Section Analysis** (рис. 21) содержит график полученного в результате сечения профиля, на котором имеются два измерительных маркера (две вертикальные линии на графике). Положение маркеров можно изменять с помощью «мышки» (соответственно, левая и правая кнопки). Координаты маркеров выводятся в подписях к осям графика.

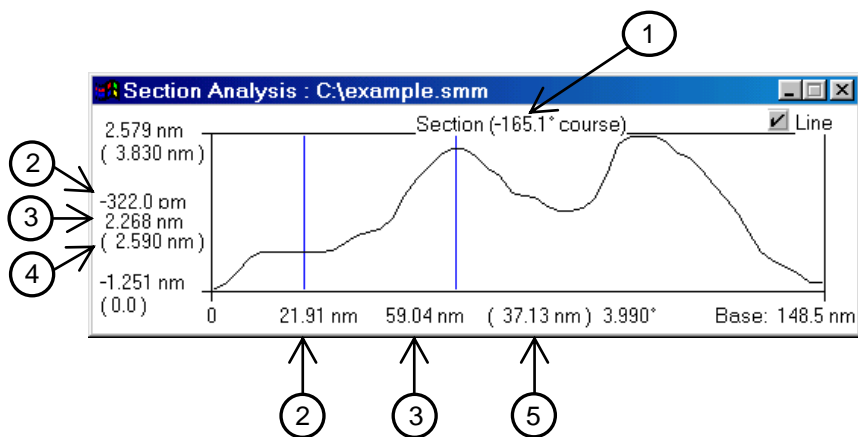


Рис. 21. Пример профиля сечения поверхности. 1 – угол, под которым проходит секущая плоскость по отношению к оси **X** кадра (угол между проведенной «мышкой» линией (с учетом ее направления) и осью **X** кадра, измеряется от  $-180$  до  $+180$  градусов; 2 – координаты левого маркера по **Z** (в координатах всего скана) и в плоскости скана (в координатах профиля); 3 – аналогичные координаты правого маркера; 4 – разница высот точек пересечения с профилем левого и правого маркеров; 5 – расстояние между маркерами.

### Задание

#### Режим СТМ

1. Проведите обзорное сканирование поверхности ВОПГ в высоковольтном режиме  $\pm 150$  В, выбрав поля сканирования порядка 600-400 нм при следующих параметрах сканирования:

**It0(nA)** = 5,0 нА;

**U(V)** = 0,5 В;

Приведенные далее параметры оптимизируются индивидуально исходя из качества получаемого изображения. Ниже указаны лишь рекомендуемые значения.

Коэффициенты обратной связи:

**Kp** = 0 (рекомендованный диапазон 0-3);

**Ki** = 15 (рекомендованный диапазон 15-20).

**Step** ~2 А (рекомендованный диапазон 2-4);

**Filter**: 32 (рекомендованный диапазон 8-64).

Параметр **V(μm/s)** выбирается так, чтобы частота сканирования при заданных **Step** и **Filter** не превышала 1 Гц. Данная частота будет индцироваться под областью сканирования. Начинать следует с малых значений **V(μm/s)** ~1,84 мкм/с, чтобы не превысить 1Гц.

После завершения сканирования, сохраните полученные файлы под выбранным именем.

2. Увеличьте разрешение скана, воспользовавшись функцией лупа. Повторите сканирование с прежними параметрами. Сохраните полученный скан под выбранным именем. Каждый раз записывайте в лабораторный журнал параметры сканирования.

Обработайте полученные сканы в программе *Scan master*. Проведите измерение высоты некоторых ступенек на поверхности ВОПГ, выполнив для каждой из ступенек отдельно статистически значимое количество измерений. Проанализируйте данные с точки зрения статистики. Сопоставьте получившиеся значения с высотой монокристаллической ступеньки на поверхности графита. Оцените количество монослоев, формирующих полиатомные ступеньки на поверхности вашего образца.

3. Попробуйте достичь атомарного разрешения.

Для этого убедитесь, что **Z(nm)** находится в районе 0, и, при прежних параметрах, переключите управляющую программу в низковольтный режим  $\pm 5$  В.

При этом возможна потеря туннельного контакта, так как полный диапазон хода сканера сильно уменьшается.

Задайте следующие параметры:

Поле сканирования: 5-10 нм;

**It0(nA)** = 5,0 нА;

**U(V)** = 0,1 В;

Параметры **Kp**, **Ki**, **Step**, **Filter**, **V(μm/s)** придется тщательно оптимизировать в ходе работы для достижения наилучшего результата.

Рекомендуется для начала использовать следующие значения:

**Kp** = 0 (рекомендованный диапазон 0-3);

**Ki** = 15 (рекомендованный диапазон 15-20);

**Filter**: 32 (рекомендованный диапазон 8-64);

**Step** ~0,05 Å;

**V(μm/s)** = 0,05 мкм/с.

Если произошла потеря туннельного контакта, запустите процедуру **Zappr**. Проверьте стабильность системы. Если система нестабильна (значения **Z(nm)** и **It(nA)** нестабильны), смените место на поверхности образца, выбрав новую область сканирования, возможно, просто игла попала на неровный участок поверхности. Выполните процедуру **XYmove**. Если все нормально, и система стабильна, выполните процедуру **Back Z**, и оставьте прибор стабилизироваться на 10-15 минут.

Затем снова подведите столик к игле, используя процедуру **Zappr**, подкорректируйте положение так, чтобы **Z(nm)** стало в районе 0 и подождите еще 10-15 минут, следя за поведением системы. По истечении времени подкорректируйте, если необходимо, положение столика до значения **Z(nm)~0**.

Запустите сканирование. Подкорректируйте параметры сканирования для достижения лучшего результата, а именно – получения атомарного разрешения. Если оптимизация параметров не приводит к желаемому результату, можно еще раз отслоить ВОПГ и подрезать иглу.

После завершения удачного скана сохраните его под выбранным именем. Сделайте соответствующие записи в лабораторном журнале.

Выполните процедуру завершения работы на приборе согласно инструкции, приведенной выше (см. раздел «*Работа с программным обеспечением в режиме СТМ. Запись СТМ - изображения*»).

В программе *Scan master* обработайте полученные изображения и выполните измерения межатомных расстояний. Сопоставьте полученное изображение и результаты измерений с приведенными в теоретической части методического пособия. Если экспериментальная картинка отличается от литературной, предложите объяснение.

### *Режим АСМ*

1. Проведите обзорное сканирование поверхности ВОПГ в высоковольтном режиме  $\pm 150$  В, выбрав поля сканирования порядка 600-400 нм.

Приведенные далее параметры оптимизируются индивидуально исходя из качества получаемого изображения. Ниже указаны лишь рекомендуемые значения.

**F0(V)** = 1,5 В.

Коэффициенты обратной связи:

**Kp** = 0 (рекомендованный диапазон 0-3);

**Ki** = 15 (рекомендованный диапазон 15-20).

**Step** ~2 Å (рекомендованный диапазон 2-4);

**Filter**: 32 (рекомендованный диапазон 8-64).

Параметр **V(μm/s)**, так же как и в СТМ, выбирается так, чтобы частота сканирования при заданных **Step** и **Filter** не превышала 1 Гц, однако, в данном случае, это требование более жесткое. Начинать следует с малых значений **V(μm/s)** ~1,84 мкм/с, чтобы не превысить 1 Гц.

После завершения сканирования сохраните полученные файлы под выбранным именем.

2. Увеличьте разрешение скана, воспользовавшись функцией лупа.

Повторите сканирование с прежними параметрами. Сохраните полученные результаты под выбранным именем. Сделайте соответствующие записи в лабораторном журнале.

Выполните процедуру завершения работы на приборе согласно инструкции, приведенной выше (см. раздел «*Запись АСМ - изображения*»).

Обработайте полученные сканы в программе *Scan master*. Проведите измерение высоты некоторых ступенек на поверхности ВОПГ, выполнив для каждой из ступенек отдельно статистически значимое количество измерений. Проанализируйте данные с точки зрения статистики. Сопоставьте получившиеся значения с данными, полученными методом СТМ. В случае различия результатов СТМ и АСМ предложите свое объяснение.

Следует заметить, что атомарное разрешение на приборе СММ2000Т в режиме АСМ недостижимо.

### ***Представление результатов***

Для представления результатов полезным является построение **3D** - изображения (трехмерного изображения) в программе *Scan master*. Команда **3D-view | Create 3D by 2D** открывает новое **3D** окно, копирует в него информацию из активного **2D** окна и строит в новом окне **3D** - вид изображения. **3D** - изображение можно вращать, растягивать и изменять его освещенность, используя правую и левую клавиши «мышки» и соответствующие метки на изображении. Подпункт **3D View Setup** пункта меню **3D - view** позволяет настраивать параметры **3D** - изображения. Сохранить **3D** - изображение и профиль можно, воспользовавшись командой **Print Screen** и любым имеющимся графическим редактором.

### **Список использованной литературы**

[1] Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М: Техносфера, 2004.

- [2] Paredes J. I., Martinez-Alonso A., Tascon J. M. D. Application of scanning tunneling and atomic force microscopies to the characterization of microporous and mesoporous materials // *Microporous and Mesoporous Materials*. 2003. V. 65. P. 93–126.
- [3] Guntherodt H. – J., Wiesendanger R. (Eds.) *Scanning Tunneling Microscopy I*. Berlin Heidelberg: Springer Series in Surface Sciences. Springer – Verlag, 1992.
- [4] Шайхутдинов Ш. К., Кочубей Д. И. Исследования гетерогенных каталитических систем и их моделей методом сканирующей туннельной микроскопии // *Успехи химии*. 1993. Т. 62, № 5. С. 443–453.
- [5] Kuk Y., Sulverman P. J. Scanning tunneling microscope instrumentation // *Rev. Sci. Instrum.* 1989. V. 60, # 2. P. 165–180.
- [6] Magonov S. N., Whangbo-Weinheim M. – H. *Surface Analysis with STM and AFM: Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis*. N. Y.; Basel; Cambridge; Tokyo; VCH: Printed in the FRG, 1996.
- [7] Сканирующий мультимикроскоп CMM2000T. Руководство пользователя. М.: 1997.
- [8] Васильев С. Ю., Денисов А. В., Особенности туннельно-спектроскопических измерений в конфигурации воздушного сканирующего туннельного микроскопа // *Журн. техн. физики*. 2000. Т. 70, Вып. 1. С. 100–106.
- [9] Howland R. S. *How to Buy a Scanning Probe Microscope*. Stanford: Park Scientific Instruments, 1993.
- [10] Сверхвысоковакуумный СТМ GPI-300. Руководство пользователя, М.: 2000.
- [11] Melmed A. J. The art and science and other aspects of making sharp tips. // *J. Vac. Sci. Technol. B*. 1991. V. 9, #. 2. P. 601–608.
- [12] Vasile M. J. Scanning probe tip geometry optimized for metrology by focused ion beam ion milling // *J. Vac. Sci. Technol. B*. 1991. V. 9, #. 6. P. 3569–3572.
- [13] Eltsov K. N., Shevlyuga V. M., Yurov V. Yu., Kvit A. V., Kogan M. S. Sharp Tungsten Tips Prepared for STM Study of Deep Nanostructures in UHV // *Phys. Low-Dim. Struct.* 1996. V. 9/10. P. 7–14.
- [14] *Химическая энциклопедия*: В 5 т.: т. 1: А – Дарзана / Ред-кол.: Кнунянц И.Л. (гл. ред.) и др. – М.: Сов. Энцикл., 1988. – 623 с.: ил.
- [15] Сканирующий мультимикроскоп CMM2000T. Мода АСМ. Руководство пользователя. М.: 2001.



### **Контрольные вопросы:**

1. Назовите основные компоненты сканирующего зондового микроскопа и их назначение.
2. Назовите факторы, определяющие качество СЗМ-изображений, получаемых в эксперименте.
3. Объясните, почему при анализе данных СЗМ необходимо собирать статистически значимый набор измерений.
4. Какие физические принципы лежат в основе работы метода СТМ?
5. Что обеспечивает высокую разрешающую способность СТМ по высоте?
6. Что такое «режим постоянного тока»?
7. Что такое «режим постоянной высоты зонда»?
8. Какая информация может быть получена с использованием метода СТМ?
9. Какие требования предъявляются к СТМ - зондам?
10. Предложите способ проверки качества резанной иглы.
11. Какие образцы могут быть исследованы методом СТМ? (Требования к образцам.)
12. Какие физические принципы лежат в основе работы метода АСМ?
13. Какие режимы АСМ вы знаете?
14. Что представляет собой кантилевер?
15. Как зависит выбор режима АСМ от механических свойств и структуры поверхности?
16. Каков принцип работы оптической схемы регистрации сигнала в АСМ?
17. Для чего используется математическая обработка микроскопических изображений?