

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Московский физико-технический институт (национальный
исследовательский университет)»

Кафедра квантовой радиофизики

Атомно-силовая микроскопия

Учебно-методическое пособие

Составитель: Литвинов Д.А.

МОСКВА

2022

Атомно-силовая микроскопия

Теоретический материал.

Сканирующая зондовая микроскопия - один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением.

В настоящее время, с открытием в 2004 году графена и, как следствие, возникнувшим интересом к двумерным материалам, практически ни одно исследование не обходится без использования зондовых методов.

История возникновения зондовой микроскопии берет начало в 1981 года с создания в современном виде сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). В СТМ острая металлическая игла подводится к образцу на расстояние нескольких ангстрем. При подаче на иглу относительно образца небольшого потенциала возникает туннельный ток. Величина этого тока экспоненциально зависит от расстояния от образца до иглы. Таким образом, фиксируя либо величину тока, либо высоту, можно получать топографию поверхности с атомарным разрешением.

Несмотря на высокое пространственное разрешение и обширные возможности исследования, СТМ обладает серьезными недостатками, например, для получения топографии поверхности требуется большое количество времени. Другой недостаток заключается в самом принципе работы – поверхность должна быть проводящей, что накладывает ограничения на исследования некоторых диэлектрических материалов. Именно эти факты обуславливают появление в 1982 году первого атомно-силового микроскопа (АСМ).

В атомно-силовой микроскопии принцип работы основан на регистрации силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом. В качестве зонда используется наноразмерное остриё, располагающееся на конце упругой консоли, называемой кантилевером (рисунок 1). Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Появление возвышенностей или впадин под остриём приводит к изменению силы, действующей на зонд, а значит, и изменению величины изгиба кантилевера. Таким образом, регистрируя величину изгиба, можно сделать вывод о рельефе поверхности.

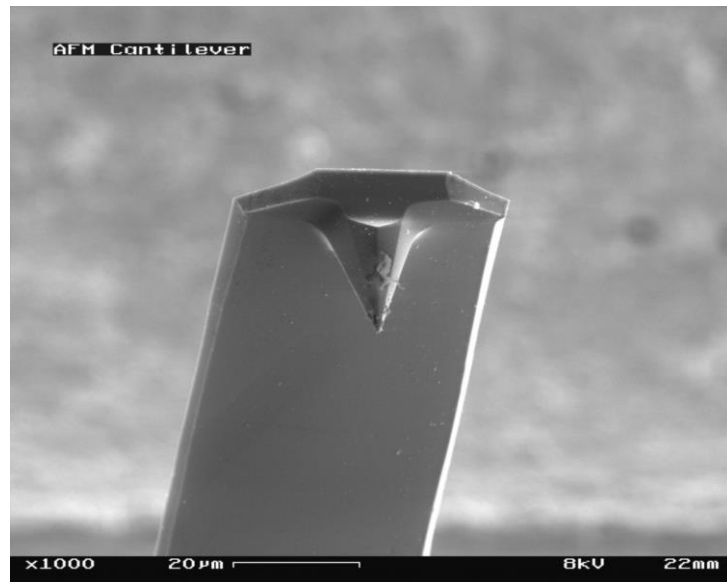


Рисунок 1. Изображение кантилевера, полученное с помощью электронной микроскопии.

Как же определяется изгиб кантилевера? Для регистрации отклонений используется система, состоящая из лазера, который фокусируется на кантилевер, и четырехсекционного (в простейшем случае) фотодиода. Подробнее с системой можно ознакомиться на рисунке 2.

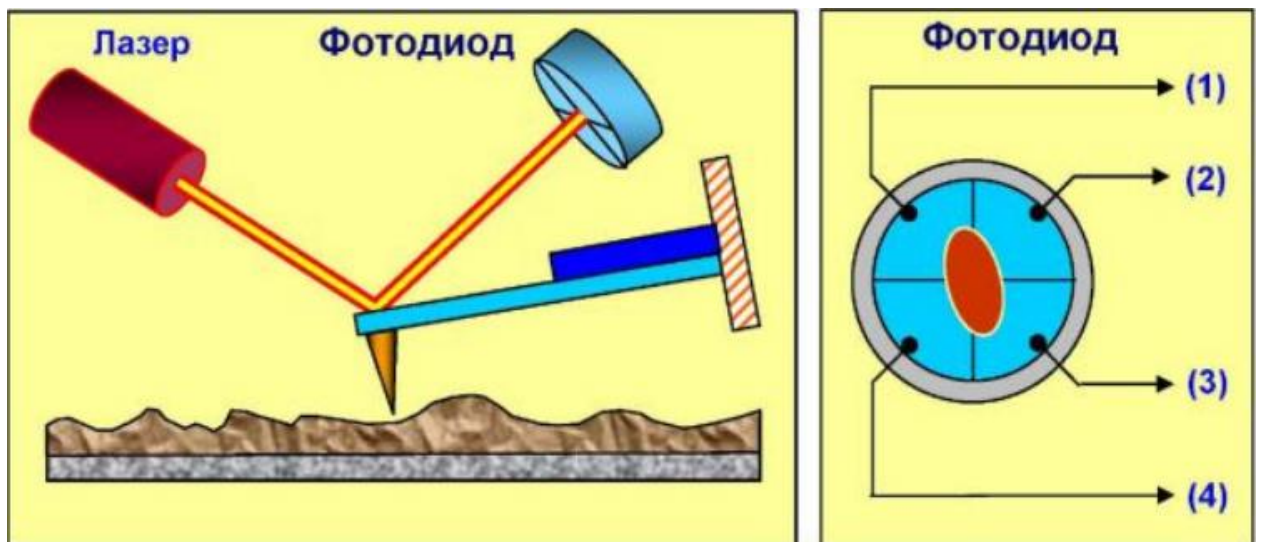


Рисунок 2. Система регистрации отклонения кантилевера.

Цифрами 1-4 на рисунке отмечены четыре секции диода. При попадании лазерного пятна в любую из секций возникает регистрируемый фототок. Тогда величина $LF = (I_1 + I_2) - (I_3 + I_4)$ на рисунке определяет отклонение лазерного пятна по вертикальной оси, а $DFL = (I_1 + I_4) - (I_2 + I_3)$ – по горизонтальной.

Так что же заставляет изгибаться кантилевер? Ответ на этот вопрос нетривиален: вблизи поверхности, в зависимости от расстояния зонд-образец, условий сканирования, свойств материала и т.д. на кантилевер действует множество различных сил. Для простоты, все эти взаимодействия описываются потенциалом Леннарда-Джонса, имеющего следующий вид:

$$U = U_0 \left\{ -2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 + \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}$$

Здесь U_0 – минимальное значение энергии, r_0 – равновесное расстояние между атомами. Графически это выглядит так:

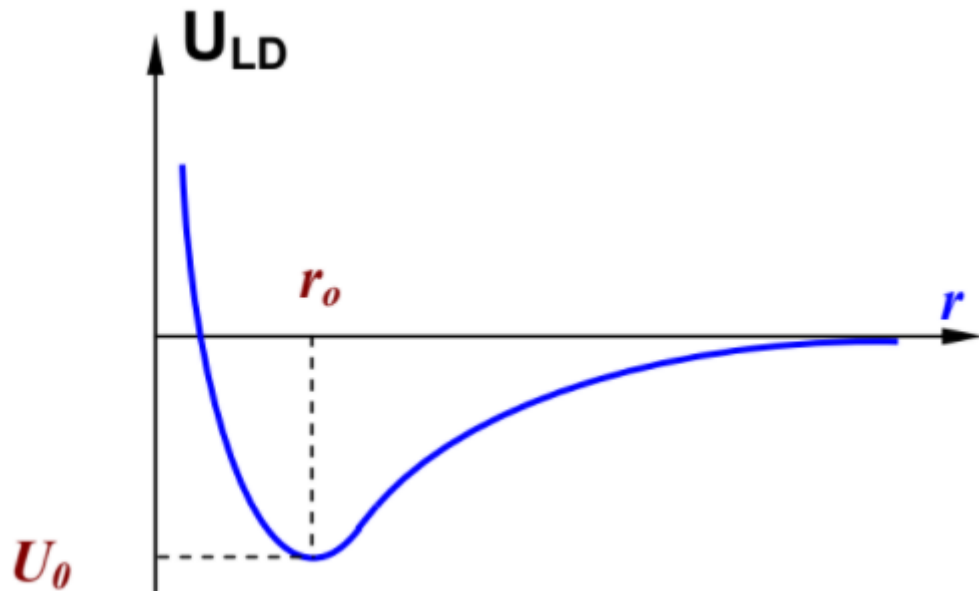


Рисунок 3. Потенциал Леннарда-Джонса.

Тогда энергию взаимодействия зонда с образцом можно получить как:

$$W_{ps} = \iint U_{LD}(r - r') n_p(r') n_s(r) dV dV'$$

А сила, действующая на зонд со стороны поверхности:

$$\vec{F}_{ps} = -grad(W_{ps})$$

Причем сила имеет как нормальную, так и латеральную компоненту. Как обсуждалось ранее, реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более

сложный характер, однако основные черты данного взаимодействия сохраняются – зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых.

Таким образом, уже представляется возможным сканирование рельефа поверхности: система из лазера и фотодиода регистрирует отклонения, связанные с силой, действующей на образец со стороны поверхности, и имеется явная зависимость этой силы от расстояния зонд-образец. Тогда, фиксируя высоту кантилевера над образцом, можно определять рельеф по отклонению кантилевера:

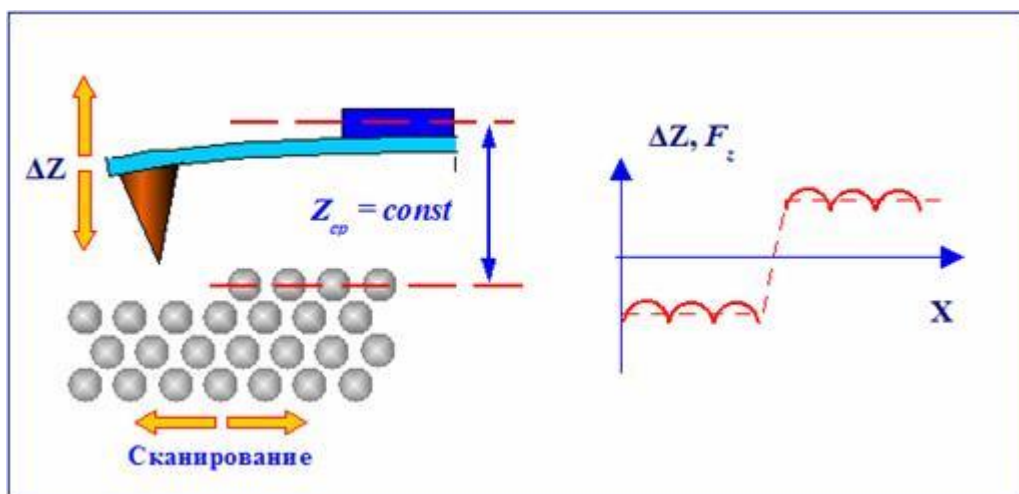


Рисунок 4. Схема работы АСМ в контактном режиме.

Такой режим работы АСМ относится к контактным. Основным очевидным недостатком этого метода является крайне малое время жизни кантилевера, таким образом, метод пригоден для исследования гладких поверхностей.

Для того, чтобы увеличить время жизни зонда, можно фиксировать не расстояние кантилевер-поверхность, а изгиб кантилевера (рисунок 5).

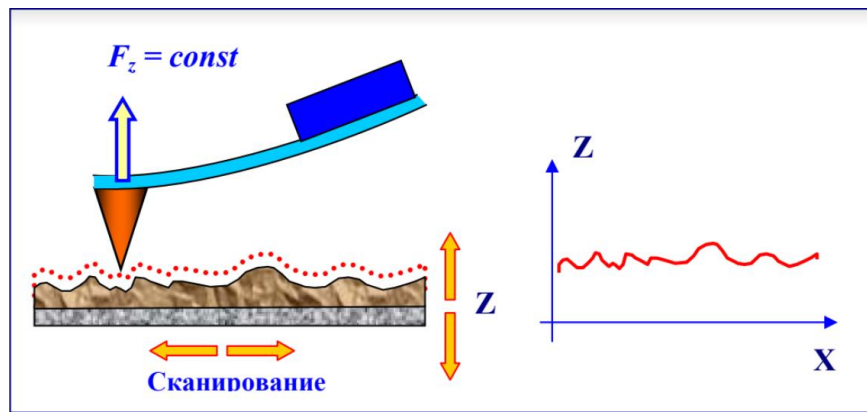


Рисунок 5. Схема работы АСМ в контактном режиме при фиксированном изгибе кантилевера.

Такой режим работы является менее разрушающим для зонда, однако существуют и другие, гораздо более «аккуратные» методы.

Полуконтактный метод.

Наиболее распространенными режимами работы АСМ являются колебательные методики. Для этого к основанию кантилевера устанавливается небольшой пьезокерамический элемент, на который подается гармонический сигнал с некоторой частотой ω :

$$u = u_0 \cos(\omega t)$$

Представим нашу систему в следующем виде:

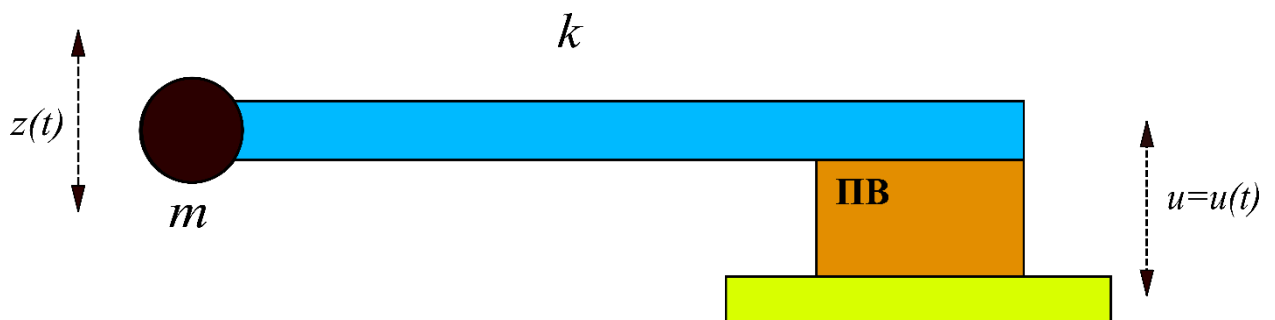


Рисунок 6. Модель колебательной системы для описания кантилевера.

Уравнение движения такой колебательной системы будет иметь вид:

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0$$

где член $\gamma\dot{z}$ учитывает силы вязкого трения со стороны воздуха, а F_0 – влияние постоянных сил, таких как, например, сила тяжести. Поскольку постоянная сила не влияет на частоту, фазу и амплитуду колебаний, можно ввести новую переменную $z_1 = z + F_0/k$, тогда исходное выражение можно привести к виду:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{z} + \omega_0^2 z = u_0 \omega_0^2 \cos(\omega t)$$

где Q – параметр добротности системы.

Финальные выражения для амплитуды и фазы выглядят следующим образом:

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

$$\varphi(\omega) = \arctg \left[\frac{\omega \omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)} \right]$$

Резонансная частота колебаний кантилевера ω_{rd} , которую можно найти из условия максимума выражения для амплитуды $A(\omega)$, из-за наличия в системе диссипации оказывается сдвинутой относительно собственной частоты ω_0 на величину:

$$\Delta\omega = \omega_0 - \omega_{rd} = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \right)$$

Это приводит к тому, что амплитудно-частотная характеристика системы смещается в область низких частот. Однако, как показывают оценки, для типичных значений добротности кантилеверов в воздушной среде величина сдвига резонансной частоты вследствие диссипации мала. Влияние диссипации сводится, в основном, к существенному уменьшению амплитуды колебаний и уширению амплитудно-частотной (АЧХ) и фазово-частотной (ФЧХ) характеристик системы.

На данном эффекте основан принцип работы бесконтактного режима АСМ. Кантилевер совершает вынужденные колебания с малой амплитудой порядка 1 нм. При приближении зонда к поверхности на кантилевер начинает действовать дополнительная сила со стороны образца F_{PS} . При ван-дер-ваальсовом взаимодействии это соответствует области расстояний между зондом и образцом, где действует сила притяжения.

Однако, самым распространенным на практике методом является «полуконтактный» режим колебаний кантилевера, более известный как “tapping mode”. Характерные для этого режима амплитуды колебаний составляют порядка 10-100 нм, а главное условие его использования – касание кантилевером поверхности образца. При сканировании образца, вместо изменения резонансной частоты, регистрируются изменения амплитуды и фазы колебаний.

Если обозначить через z_0 расстояние между положением равновесия колеблющегося кантилевера и поверхностью, а через $F_{PS}(z(t))$ – комбинированную силу, действующую на кантилевер, то уравнение движения можно записать в следующем виде:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 (z(t) - z_0 - u_0 \cos(\omega t)) = \frac{\omega_0^2}{k} F_{PS}(z(t))$$

где координата z отсчитывается от поверхности. Важно отметить, что работа в tapping mode возможно только тогда, когда z_0 меньше амплитуды колебаний кантилевера.

Чтобы оценить сдвиг фазы между колебаниями кантилевера и возбуждающего пьезовибратора, необходимо рассматривать процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом. Воспользовавшись тем фактом, что энергия, приходящая в систему, равна энергии, рассеиваемой системой и предполагая, что колебания кантилевера имеют вид $z = A \cos(\omega t + \varphi)$, можно получить выражение для фазового сдвига:

$$\sin\varphi = \frac{\omega A}{\omega_0 u_0} + \frac{QE_{PS}}{\pi k u_0 A}$$

где E_{PS} – энергия, затрачиваемая на восполнение потерь при диссипативном взаимодействии зонда с образцом.

Таким образом, фазовый сдвиг колебаний кантилевера в "полуконтактном" режиме определяется энергией диссипативного взаимодействия зонда с поверхностью образца. Формирование АСМ изображения происходит за счет поддержания постоянной амплитуды колебаний кантилевера, которая меняется за счет неоднородной топографии поверхности. Напряжение, подаваемое на пьезокерамику для компенсации изменения амплитуды, записывается в виде топографии поверхности.

Система обратной связи (ОС).

Рассмотрим принцип работы системы обратной связи. Схема работы представлена на рисунке 7.

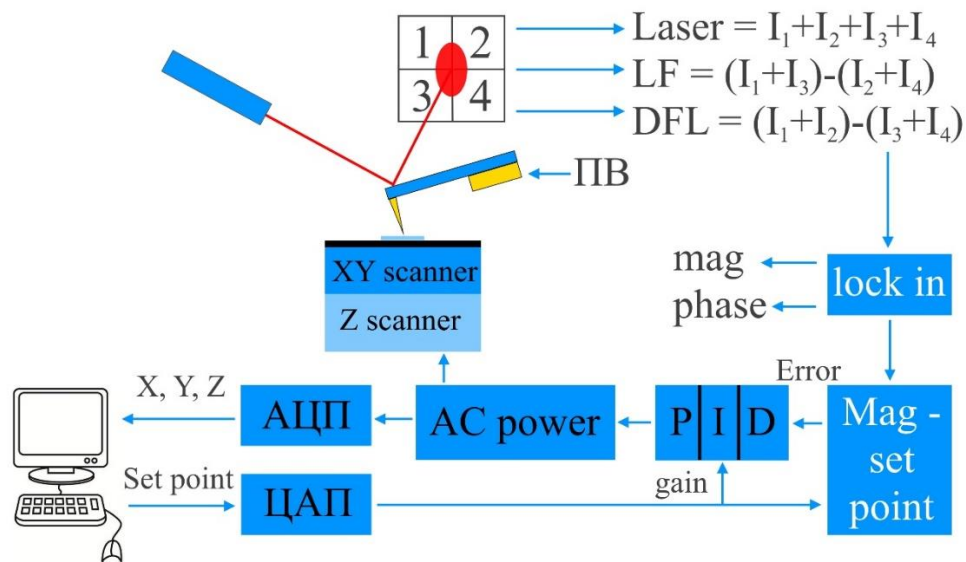


Рисунок 7. Схема работы системы обратной связи.

Когда кантилевер находится вдали от поверхности, напряжение, подаваемое на пьезовибратор, приводит к вынужденным колебаниям кантилевера. Как уже обсуждалось ранее, для детектирования положения

кантилевера используется система из лазера, направленного на его поверхность, и четырехсекционного диода. С диода приходят три основных сигнала: laser (интенсивность отраженного излучения), LF (lateral force) и DFL (разностный сигнал между верхней и нижней половинами фотодиода). Очевидно, что в идеальном случае, сигнал DFL содержит в себе информацию о частоте колебаний кантилевера, а также об амплитуде и фазе (в случае, когда известны все параметры зонда: длина, жесткость и т.д.).

При подводе зонда к поверхности, оператор АСМ выставляет значение set point (рабочей точки), которое в случае полуконтактного метода представляет собой значение амплитуды колебаний, которую необходимо достичь. При подводе непосредственно к поверхности, амплитуда колебаний кантилевера начинает уменьшаться. Важно отметить, что информация с фотодиода постоянно передается в синхронный детектор, вычисляются амплитуда и фаза колебаний, после чего реальная амплитуда колебаний сравнивается со значением рабочей точки. Эта разница называется сигналом «ошибки», которая передается в PID – регулятор, который, в свою очередь, «указывает» источнику напряжения, сколько нужно подавать на пьезосканер. Этот процесс продолжается до тех пор, пока существует сигнал ошибки: пока амплитуда реальных колебаний отличается от рабочей точки, заданной оператором. Информация об изменениях напряжений на пьезосканере (что есть то же самое, что и изменение расстояния между зондом и поверхностью) передается через АЦП в компьютер в виде координаты Z. Как только сигнал ошибки становится равен нулю, а пьезосканер выдвинут на половину (чтобы в процессе сканирования иметь возможность двигаться и вверх, и вниз), процесс подвода завершен.

Процесс сканирования идеологически отличается лишь тем, что пьезосканер двигается не только вдоль оси Z, но и в плоскости XY.

Практическая часть.

Для запуска прибора необходимо:

1. Включить компьютер.
2. Включить блок питания АСМ (находится под компьютером).
3. Запустить программу NOVA PX. При запуске программы, микроскоп проводит автоматическую внутреннюю проверку. Сначала определяется модель микроскопа, затем его «статус». После появления надписи «SPM ОК» в левом нижнем углу можно продолжать подготовку.
4. При необходимости, установить кантилевер. Для этого необходимо:
 - Аккуратно снять и перевернуть сканирующую измерительную головку микроскопа (см. рисунок):



Рисунок 8. Сканирующая измерительная головка АСМ и её элементы: 1 – основание, 2 – наконечник сканера, 3 – держатель зондового датчика, 4 – винты позиционирования лазера, 5 – винты позиционирования фотодиода, 6,7 – винтовые опоры, 8 – стойки

- Ознакомиться с устройством держателя зондового датчика:

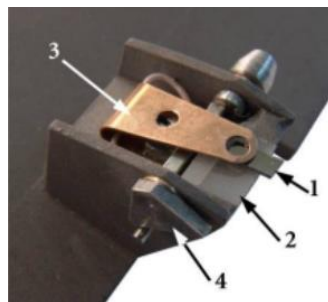


Рисунок 9. Держатель зондового датчика и основные элементы: 1 – зондовый датчик, 2 – поликоровая полочка, 3 – прижимная пружина, 4 – рычажок.

- Ослабить прижимную пружину, **повернув трапецевидный рычажок.**
 - Аккуратно, пользуясь пинцетом, заменить используемый зонд на новый.
 - Прижать новый зонд пружиной, используя **трапецевидный рычажок.**
 - Произвести юстировку лазера (см. пункт 5)
5. Во вкладке «AIMING» содержится информация, получаемая с фотодиода. Необходимо выставить такое положение лазера и фотодиода, чтобы значения laser составляло порядка 30-50 условных единиц, а DFL и LF были равны нулю (см. рисунок 9):

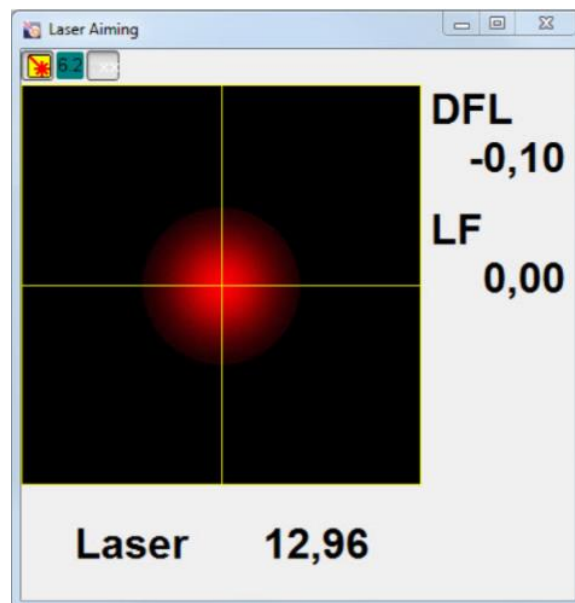


Рисунок 9. Вкладка “AIMING”.

В том случае, если была произведена замена зонда и/или во вкладке отображено низкое значение параметра “laser” и/или ненулевые LF и DFL, необходимо произвести юстировку системы. Для этого:

- Подготовьте лист белой бумаги.
- Аккуратно поднимите сканирующую зондовую головку над листом бумаги. Идея заключается в том, чтобы увидеть на листе бумаги лазерное пятно. Возможны три варианта:

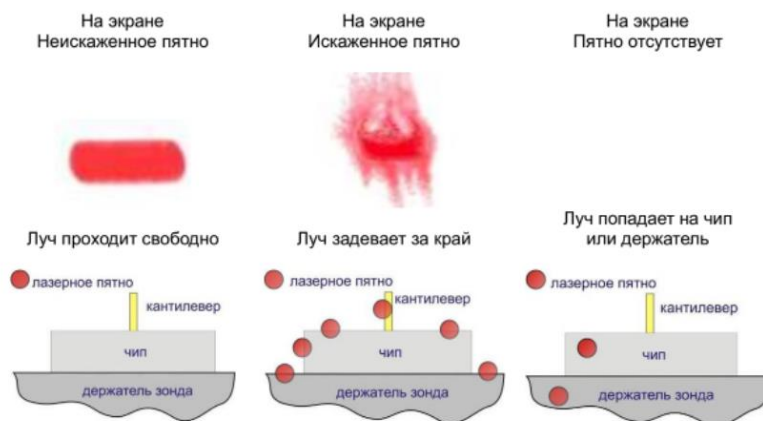


Рисунок 10. Схематическое изображение картины, наблюдаемой при юстировке лазера.

- Вращая **винты позиционирования лазера**, необходимо попасть лазерным пятном на балку кантилевера. Поскольку ширина балки меньше диаметра пятна, в этом случае будет наблюдаться дифракционная картина:



Рисунок 11. Пример дифракционной картины.

- Когда изображение лазера на листе бумаги представляет собой дифракционную картину, а значение параметра *laser* составляет порядка 30-50 условных единиц, необходимо установить нулевыми значение LF и DFL, вращая **винты позиционирования фотодиода**.
 - По окончании юстировки, аккуратно установите сканирующую головку на место.
6. Во вкладке «RESONANCE» определяется резонансная частота колебаний кантилевера. Это можно осуществить как в автоматическом, так и в ручном режиме. Важно, чтобы найденная частота находилась в диапазоне, соответствующем установленному зонду (с диапазоном частот можно ознакомиться на упаковке).
 7. В верхней части экрана (рядом со значением реальной амплитуды) устанавливается необходимое значение рабочей точки. Как правило, она

составляет порядка 70% от «реальной амплитуды» свободных колебаний. При установке рабочей точки в автоматическом режиме, она составит 50% от «реальной амплитуды» свободных колебаний.

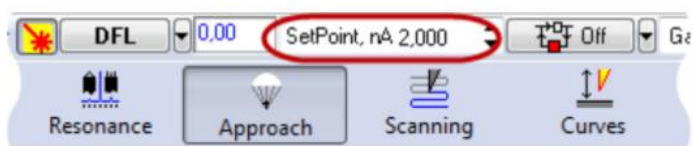


Рисунок 12. Изображение параметра set point в интерфейсе программы NOVA PX.

8. Во вкладке «APPROACH» нажать кнопку «LANDING». После нажатия микроскоп начнет осуществлять подвод к поверхности образца. По окончании процесса подвода появится соответствующее сообщение. При возникновении автоколебаний, проявляющихся в виде изменения амплитуды колебаний в широком диапазоне и/или постороннего шума (см. рис. 13),

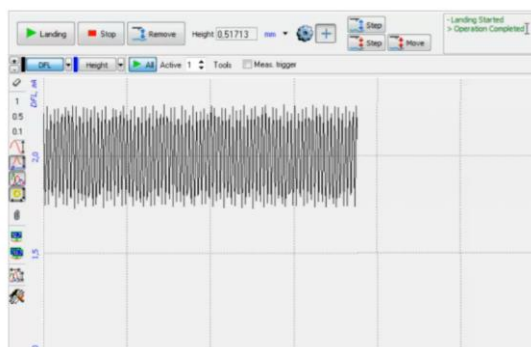


Рисунок 13. Автоколебания обратной связи.

необходимо уменьшить величину параметра gain:



Рисунок 14. Поле ввода параметра gain.

Параметр gain – интегральный (I) PID коэффициент. В случае, если уменьшение этого параметра не влияет на возникшие автоколебания, отведите зонд от поверхности и обратитесь за помощью к преподавателю.

При соблюдении должной осторожности и четком выполнении указанных выше пунктов, микроскоп будет готов к началу сканирования.

Задания.

1. Получить кривые зависимости амплитуды колебаний зонда от расстояния до поверхности (вкладка curves). Используя потенциал Леннарда-Джонса, пояснить вид этих кривых. На основе анализа кривых подвода, оценить амплитуду свободных колебаний кантилевера.

После выполнения задания 1, Вам будет предложено провести сканирование различных объектов:

- Эпитаксиально выращенные квантовые точки.
- Наноразмерные частицы.
- Тонкие пленки (графен или другие 2D материалы)

Для каждого из объектов, необходимо получить как минимум 2 двумерные карты: обзорная (площадь сканирования 40 x 40 мкм) и подробная (размер зависит от типа исследуемого объекта).

На основе полученных карт, необходимо определить размеры исследуемых объектов. Для обработки карт рекомендуется использовать программу gwyddion. Отчет должен содержать:

- Исходные карты.
- Обработанные карты.
- Подробное описание процесса обработки (с обоснованием каждого шага).
- Линейные срезы (при необходимости).

Дополнительное задание.

Студентам, успешно справившимся с обязательными заданиями, предлагается выполнить дополнительное задание: определить шероховатость поверхности (средняя шероховатость, среднеквадратичная шероховатость) поверхности, на которой были выращены квантовые точки.

Контрольные вопросы.

1. Физические основы АСМ: потенциал Леннарда-Джонса, вынужденные колебания, фазовый контраст.
2. Основные режимы работы АСМ.
3. Система регистрации изгиба кантилевера.
4. Принцип работы системы обратной связи.