

Методы сканирующей зондовой микроскопии

Тема 3. Атомно - силовая микроскопия

Метод атомно - силовой микроскопии

Атомно -силовой микроскоп (АСМ) был изобретён в 1986 году Гердом Биннигом , Кэлвином Куэйтотом и Кристофером Гербером [31]. В основу работы АСМ положено силовое взаимодействие между зондом и поверхностью , для регистрации которого используются специальные зондовые датчики , представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце (рис . 60). Сила , действующая на зонд со стороны поверхности , приводит к изгибу консоли . Регистрируя величину изгиба , можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью .



Рис . 60. Схематическое изображение зондового датчика АСМ

Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса. Наиболее часто энергию ван-дер-ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии r друг от друга, аппроксимируют степенной функцией – потенциалом Леннарда-Джонса :

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

Первое слагаемое в данном выражении описывает дальнодействующее притяжение, обусловленное, в основном, диполь - дипольным взаимодействием атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях. Параметр r_0 – равновесное расстояние между атомами, U_0 – значение энергии в минимуме.

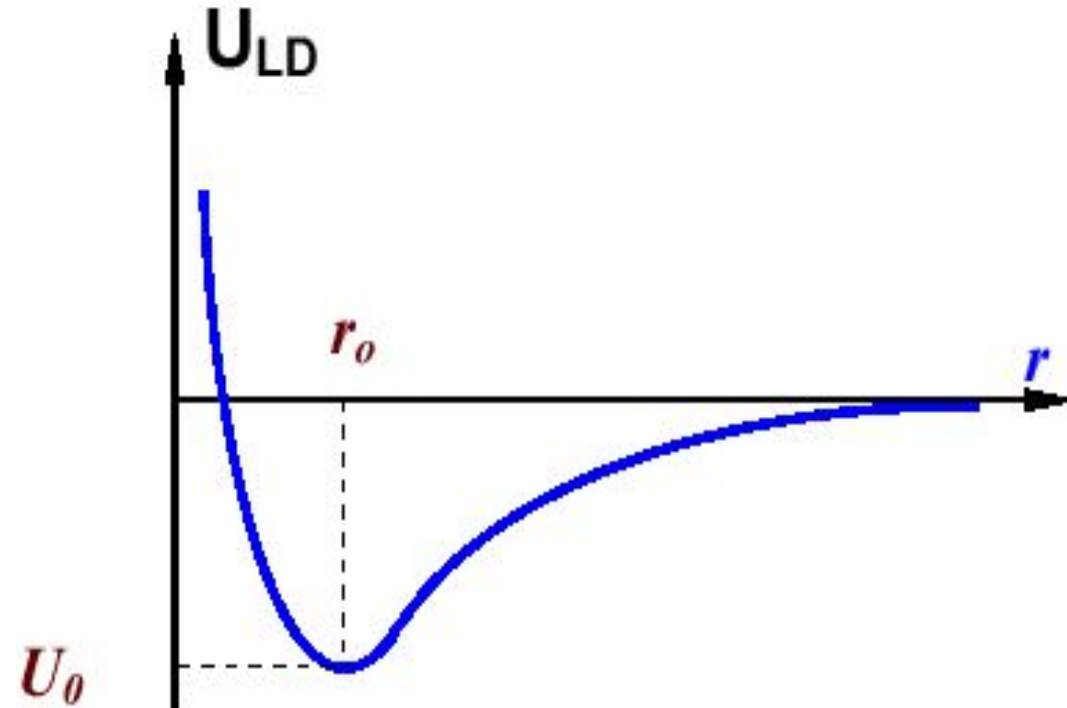


Рис . 61. Качественный вид потенциала Леннарда - Джонса

Потенциал Леннарда -Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом [33]. Общую энергию системы можно получить , суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца .

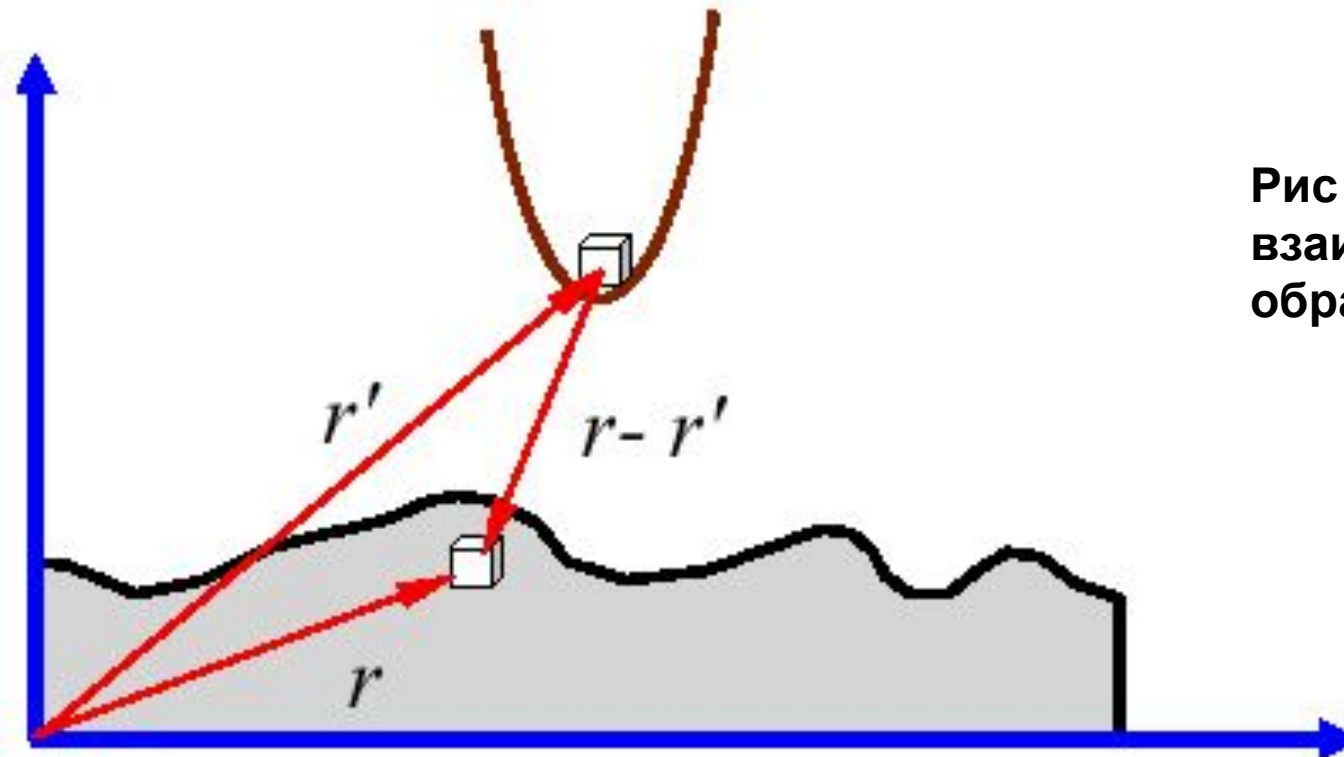


Рис . 62. К расчету энергии взаимодействия зонда и образца

Тогда для энергии взаимодействия получаем :

$$W_{PS} = \iiint_{V_P V_S} U_{LD}(r - r') n_P(r') n_S(r) dV dV'$$

где $n_S(r)$ и $n_P(r')$ - плотности атомов в материале образца и зонда . Соответственно сила , действующая на зонд со стороны поверхности , может быть вычислена следующим образом :

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

В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющие. 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. Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рис. 63).

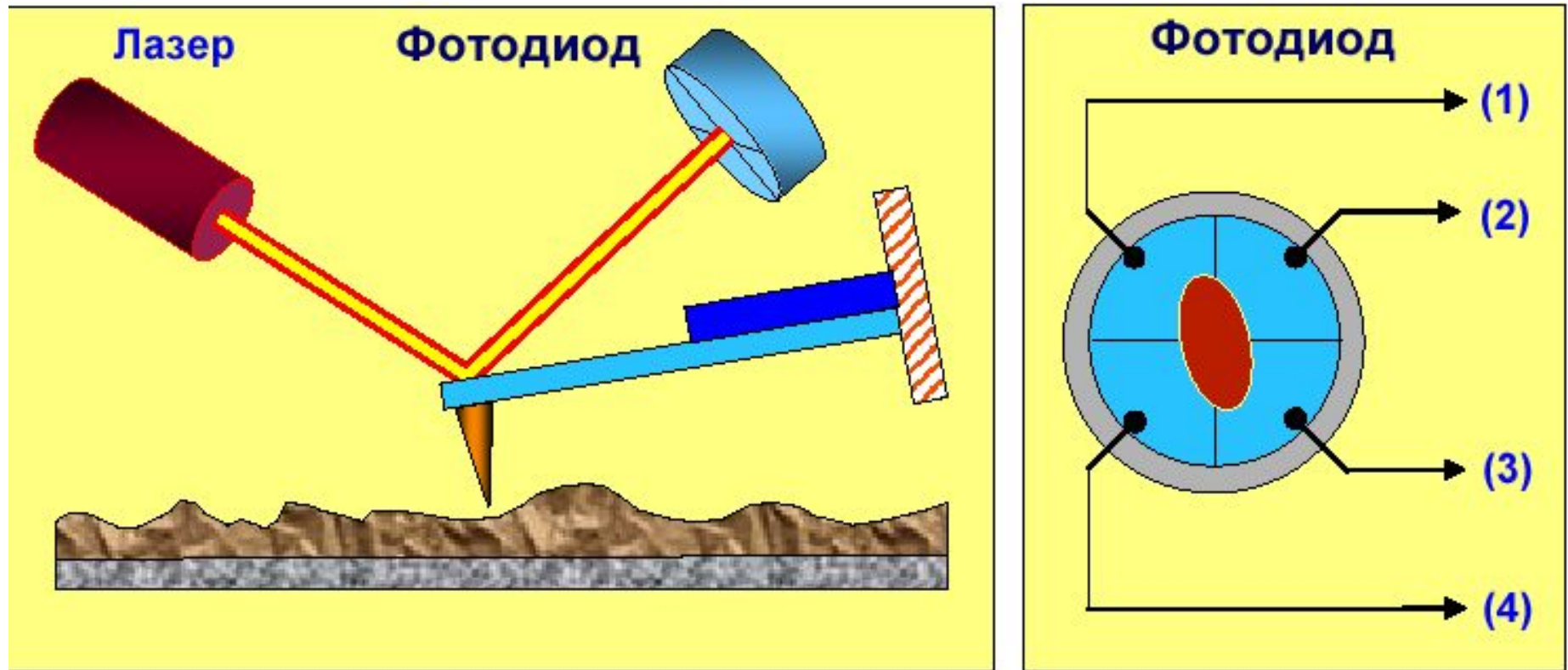


Рис. 63. Схема оптической регистрации изгиба консоли зондового датчика АСМ

Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. В качестве позиционно - чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды.

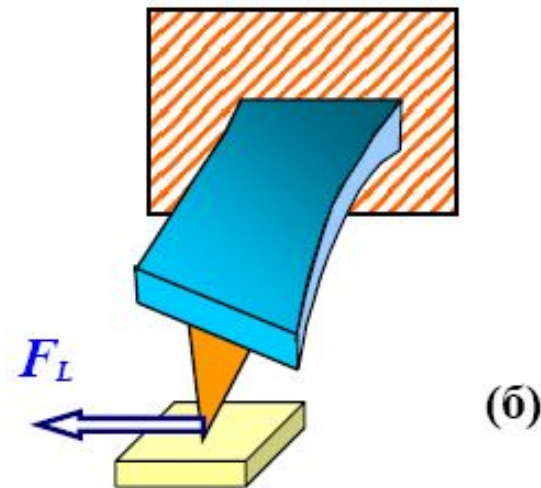
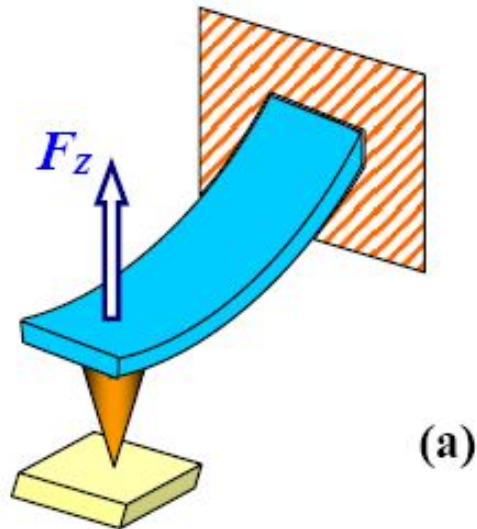
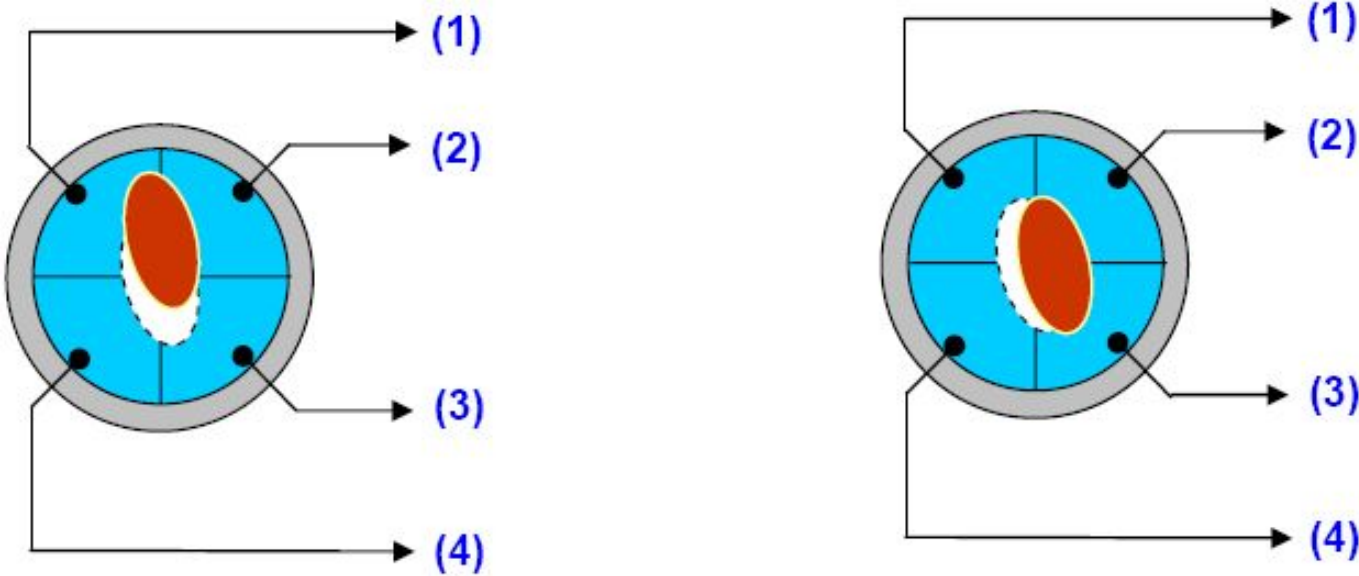


Рис. 64.
Соответствие между типом изгибных деформаций консоли зондового датчика и изменением положения пятна засветки на фотодиоде

Основные регистрируемые оптической системой параметры - это деформации изгиба консоли под действием Z-компонент сил притяжения или отталкивания (F_z) и деформации кручения консоли под действием латеральных компонент сил (F_L) взаимодействия зонда с поверхностью. Если обозначить исходные значения фототока в секциях фотодиода через $I_{01}, I_{02}, I_{03}, I_{04}$, а через I_1, I_2, I_3, I_4 - значения токов после изменения положения консоли, то разностные токи с различных секций фотодиода $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$ будут однозначно характеризовать величину и направление изгиба консоли зондового датчика АСМ. Действительно, разность токов вида

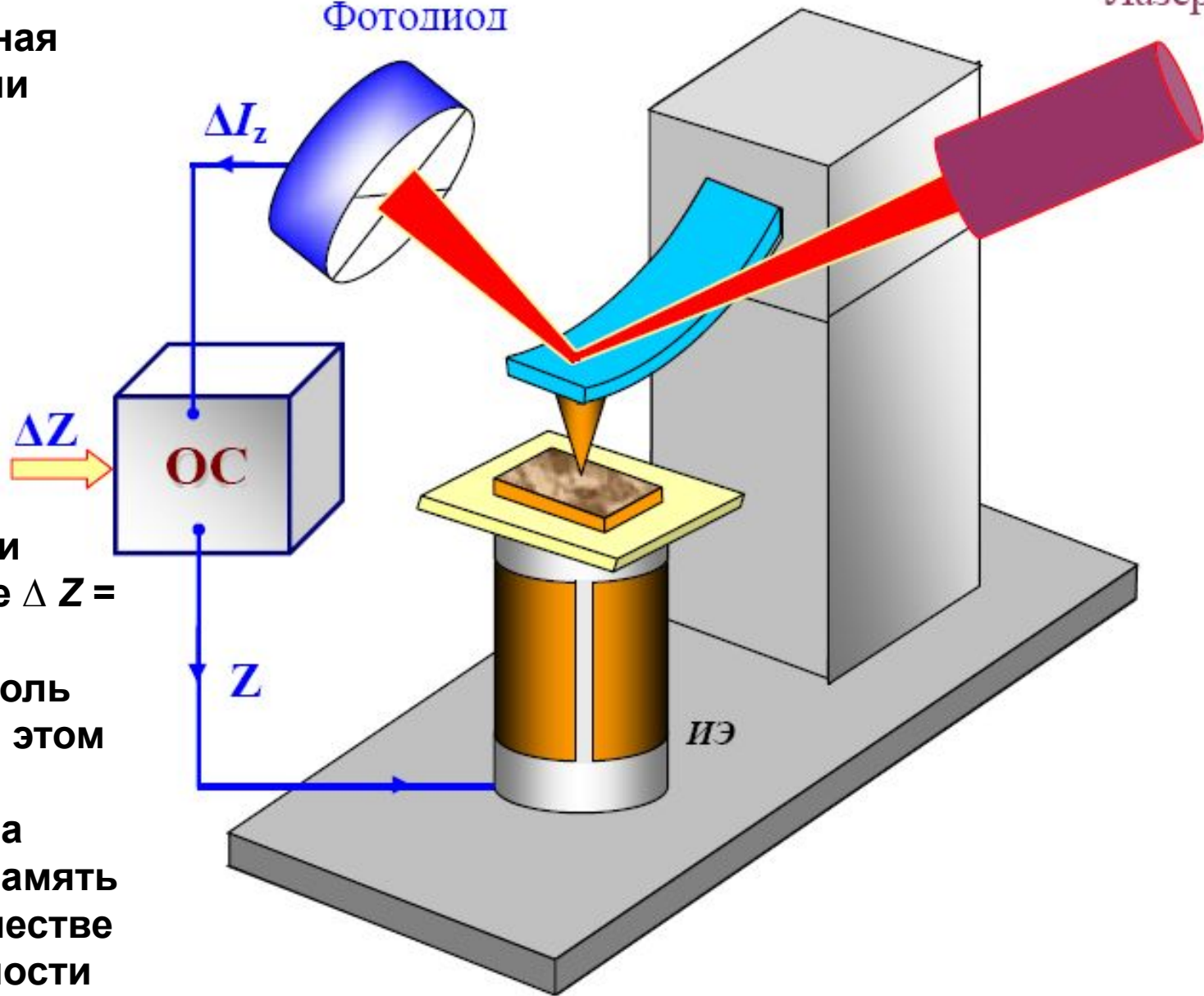
$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4)$$

пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца (рис. 64 (а)). А комбинация разностных токов вида

$$\Delta I_L = (\Delta I_1 + \Delta I_4) - (\Delta I_2 + \Delta I_3)$$

Величина ΔI_z используется в качестве входного параметра в петле обратной связи атомно-силового микроскопа (рис. 65). Система обратной связи (ОС) обеспечивает $\Delta I_z = const$ с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента, который поддерживает изгиб консоли ΔZ равным величине ΔZ_0 , задаваемой оператором.

Рис. 65. Упрощенная схема организации обратной связи в атомно-силовом микроскопе

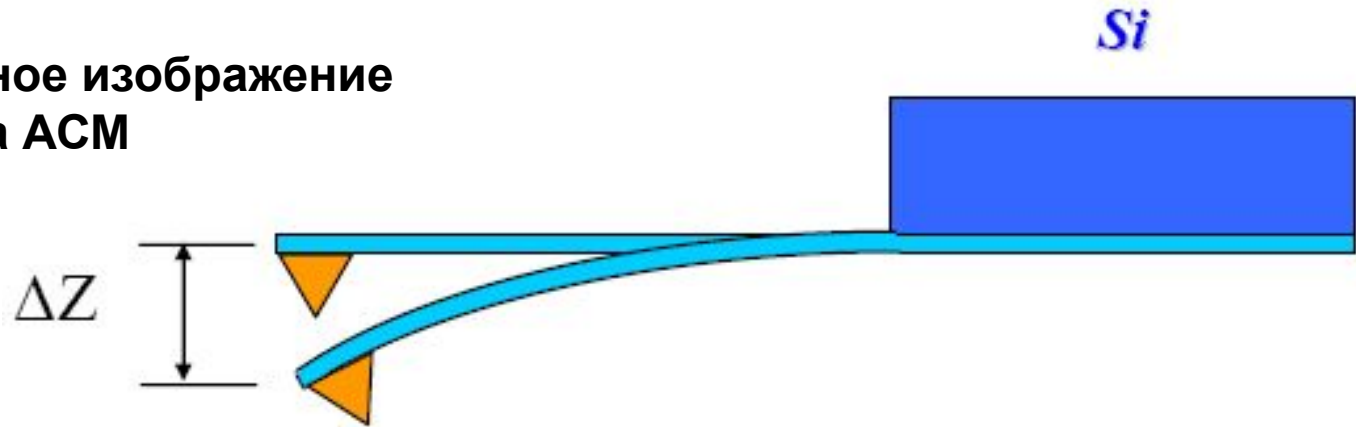


При сканировании образца в режиме $\Delta Z = const$ зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на Z-электроде сканера записывается в память компьютера в качестве рельефа поверхности $Z=f(x,y)$.

Пространственное разрешение АСМ определяется радиусом закругления зонда и чувствительностью системы, регистрирующей отклонения консоли.

Зондирование поверхности в атомно-силовом микроскопе производится с помощью специальных зондовых датчиков, представляющих собой упругую консоль –кантилевер (cantilever) с острым зондом на конце (рис. 66). Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются, в основном, из тонких слоев легированного кремния, SiO_2 или Si_3N_4 .

Рис. 66. Схематичное изображение зондового датчика АСМ



Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании - держателе. На другом конце консоли располагается собственно зонд в виде острой иглы. Радиус закругления современных АСМ зондов составляет $1 \div 50$ нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления. Угол при вершине зонда - $10 \div 20^\circ$. Силу взаимодействия зонда с поверхностью F можно оценить следующим образом:

$$F = k \cdot \Delta Z ,$$

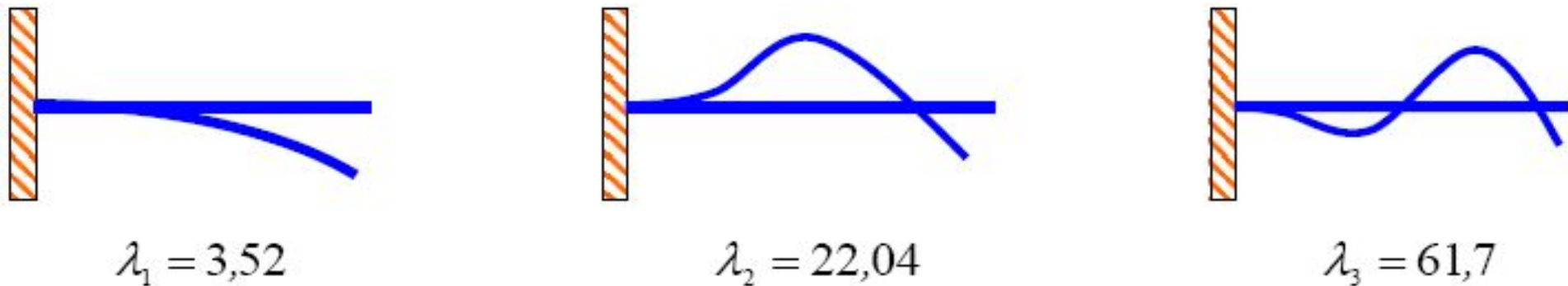
где k – жесткость кантилевера; ΔZ – величина, характеризующая его изгиб. Коэффициенты жесткости кантилеверов k варьируются в диапазоне $10^{-3} \div 10$ Н/м в зависимости от используемых при их изготовлении материалов и геометрических размеров.

При работе зондовых АСМ датчиков в колебательных режимах важны резонансные свойства кантилеверов. Собственные частоты изгибных колебаний консоли прямоугольного сечения определяются следующей формулой:

$$\omega_{pi} = \frac{\lambda_i}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}}, \quad (3)$$

где l – длина консоли; E – модуль Юнга; J – момент инерции сечения консоли; ρ – плотность материала; S – площадь поперечного сечения; λ_i – численный коэффициент (в диапазоне $1 \div 100$), зависящий от моды изгибных колебаний.

Рис. 67. Основные моды изгибных колебаний консоли



Как видно из выражения (3), резонансная частота кантилевера определяется его геометрическими размерами и свойствами материала. Частоты основных мод лежат в диапазоне $10 \div 1000$ кГц. Добротность кантилеверов, в основном, зависит от той среды, в которой они работают. Типичные значения добротности при работе в вакууме составляют $10^3 - 10^4$. На воздухе добротность снижается до $300 - 500$, а в жидкости падает до $10 - 100$.

В атомно-силовой микроскопии применяются, в основном, зондовые датчики двух типов – с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения и с треугольным кантилевером, образованным двумя балками. Общий вид зондового датчика с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения представлен на рис. 68.

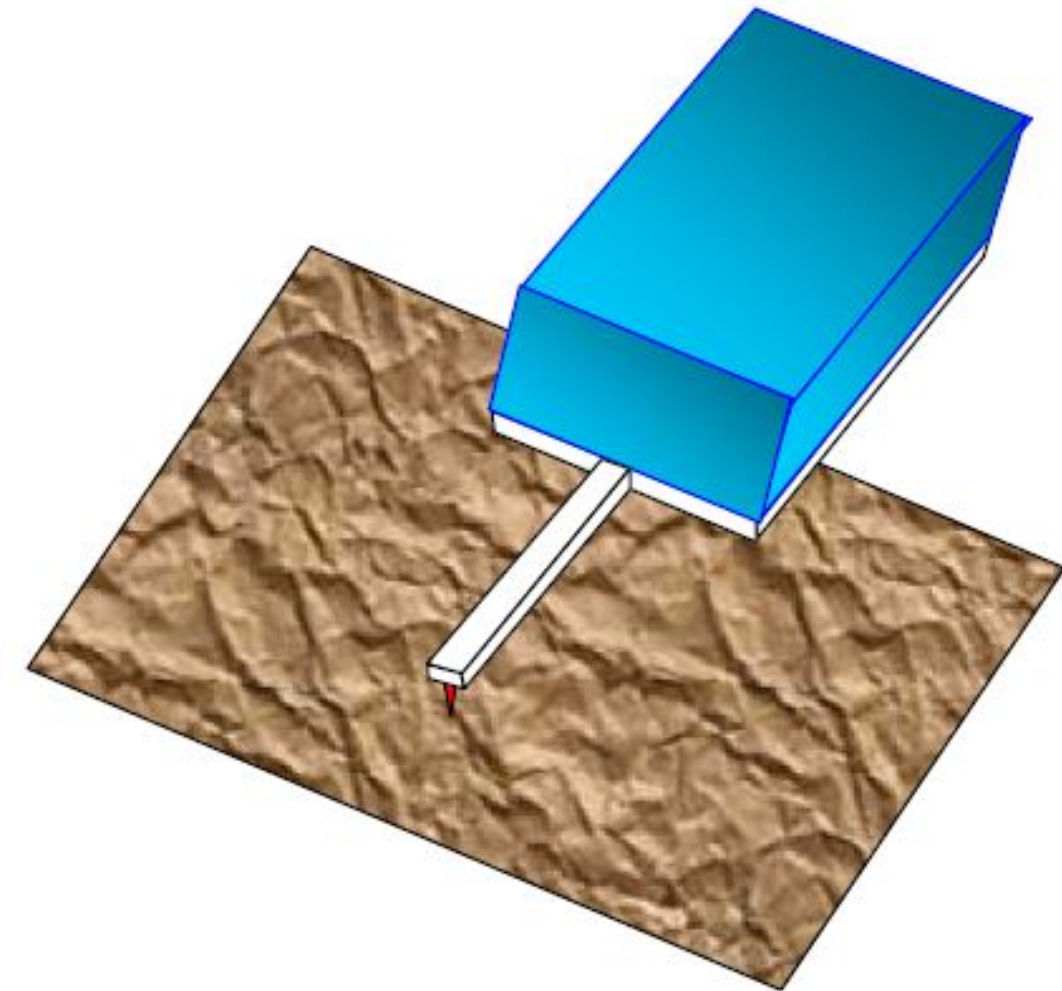


Рис. 68. Общий вид зондового АСМ датчика с одиночной консолью прямоугольного сечения

На рис. 69. показаны электронно-микроскопические изображения выпускаемых серийно зондовых датчиков NSG11 с консолью прямоугольного сечения (компания "НТ-МДТ").

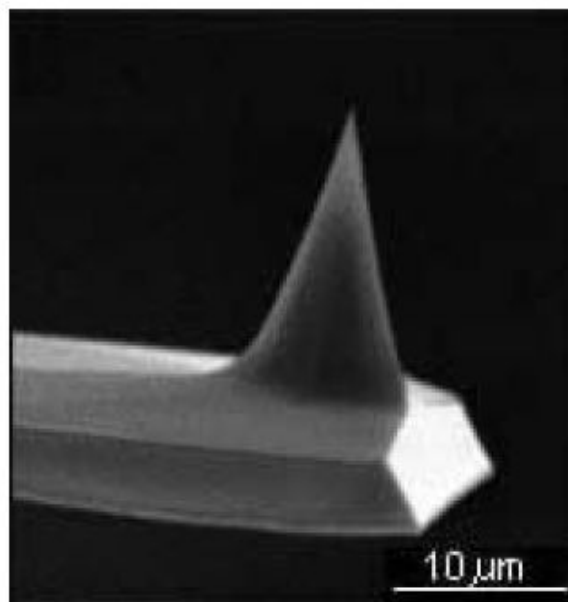
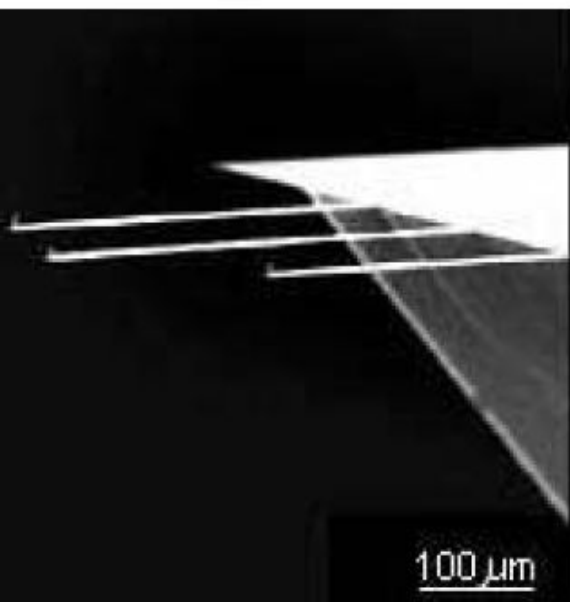
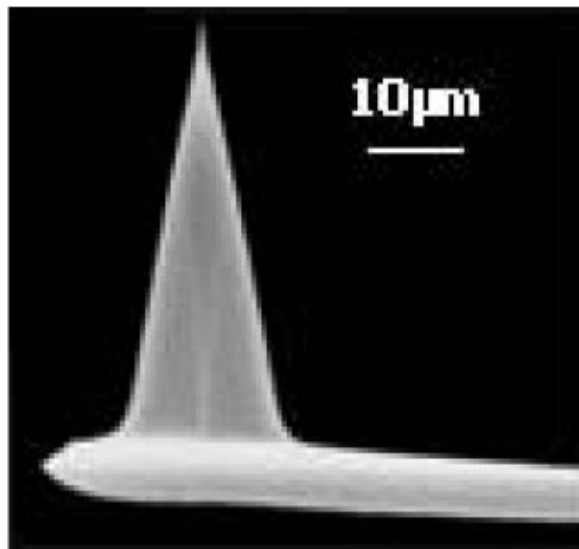
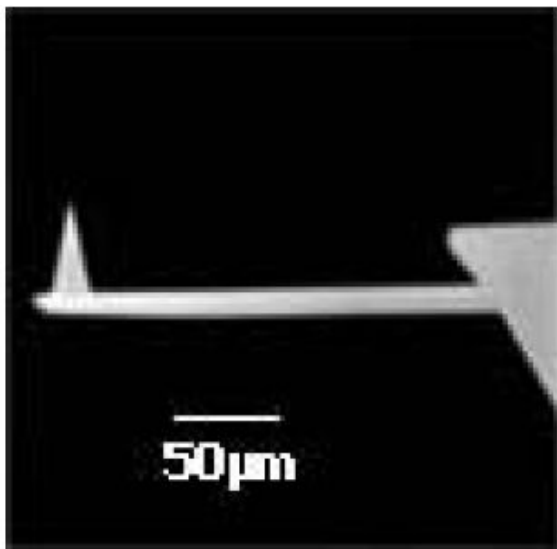


Рис. 69. Электронно-микроскопическое изображение АСМ зонда, расположенного на прямоугольной консоли

Иногда зондовые датчики АСМ имеют несколько кантилеверов различной длины (а значит, и различной жесткости) на одном основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа.

Иногда зондовые датчики АСМ имеют несколько кантилеверов различной длины (а значит, и различной жесткости) на одном основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа.

Зондовые датчики с треугольным кантилевером имеют при тех же размерах большую жесткость и, следовательно, более высокие резонансные частоты. Чаще всего они применяются в колебательных АСМ методиках. Общий вид и габариты зондовых датчиков с треугольной консолью представлены на рис. 70 и 71.

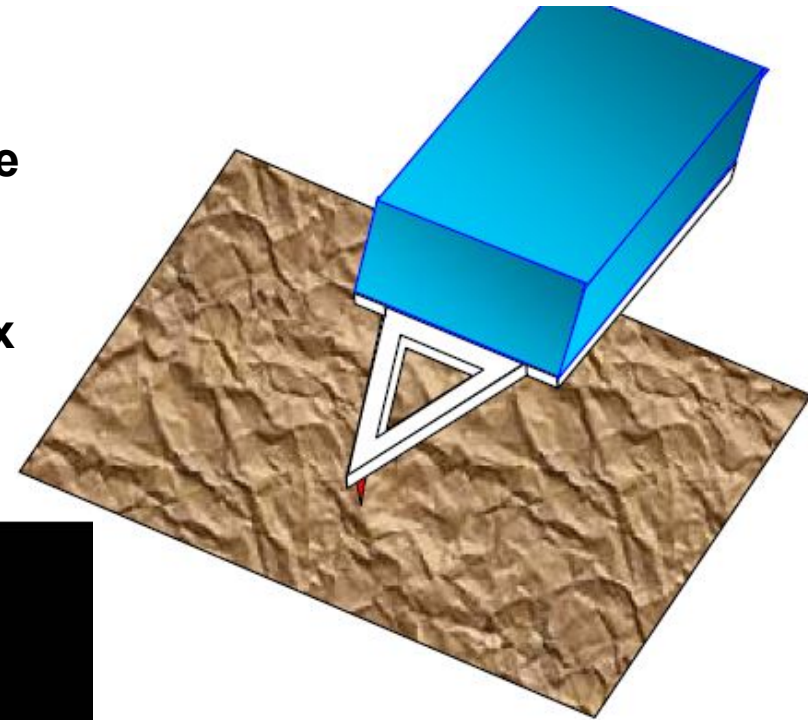


Рис. 70. Общий вид зондового датчика с треугольным кантилевером

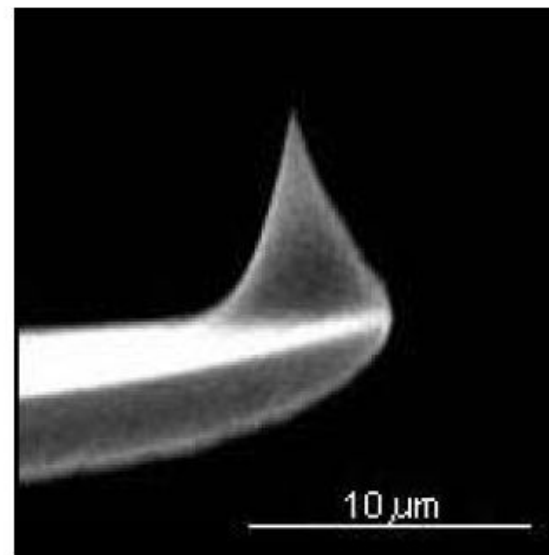
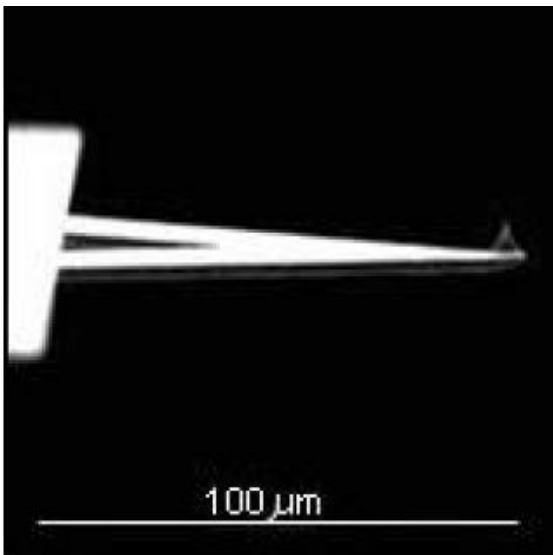


Рис. 71. Электронно-микроскопическое изображение АСМ зонда, расположенного на треугольном кантилевере

Изготовление зондовых датчиков для АСМ представляет собой достаточно сложный технологический процесс, включающий в себя операции фотолитографии, ионной имплантации, химического и плазменного травления. Основные этапы одной из возможных технологий изготовления зондовых датчиков представлены на рис. 72.

Для изготовления зондовых датчиков используются пластины кристаллического кремния ориентации (110). На поверхность пластины осаждается тонкий слой фоторезиста (рис. 72, этап 2). Затем фоторезист экспонируется через фотошаблон, и часть фоторезиста удаляется посредством химического травления. Далее проводится имплантация ионов бора, так что ионы проникают на глубину порядка 10 мкм в область кремния, не защищенную фоторезистом (этап 3). После этого фоторезист смывается в специальном травителе, и затем проводится термический отжиг пластины, в результате которого атомы бора встраиваются в кристаллическую решетку кремния. Кремний, легированный бором, образует так называемый стоп-слой, который останавливает процесс травления для некоторых селективных травителей. Затем на обратной стороне пластины вновь проводится фотолитография, в результате которой формируется слой фоторезиста точно над областью, имплантированной бором. После этого пластина покрывается тонким слоем Si_3N_4 (этап 4). Затем проводится селективное травление фоторезиста, причем в процессе растворения фоторезист набухает и срывает расположенную непосредственно над ним тонкую пленку Si_3N_4 (этап 5). Пластина кремния протравливается насквозь до стоп-слоя с помощью селективного травителя, который взаимодействует с кремнием и не взаимодействует с легированным кремнием и слоем Si_3N_4 , (этап 6). После этого Si_3N_4 смывается, и на обратной стороне пластины в легированной области методом фотолитографии формируются островки из фоторезиста (этап 7,8). Затем проводится травление кремния, в результате которого получаются столбики кремния под островками фоторезиста (этап 9). Далее с помощью плазменного травления из столбиков кремния формируются иглы (этап 10,11). Для улучшения отражательных свойств кантилеверы с обратной стороны (по отношению к острию) покрываются тонким слоем металла (Al, Au) методом вакуумного осаждения. В результате данных технологических операций изготавливается целый набор зондовых датчиков на одной кремниевой пластине. Для проведения электрических измерений на зонд наносятся проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti, W_2C и др.). В магнитных АСМ датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

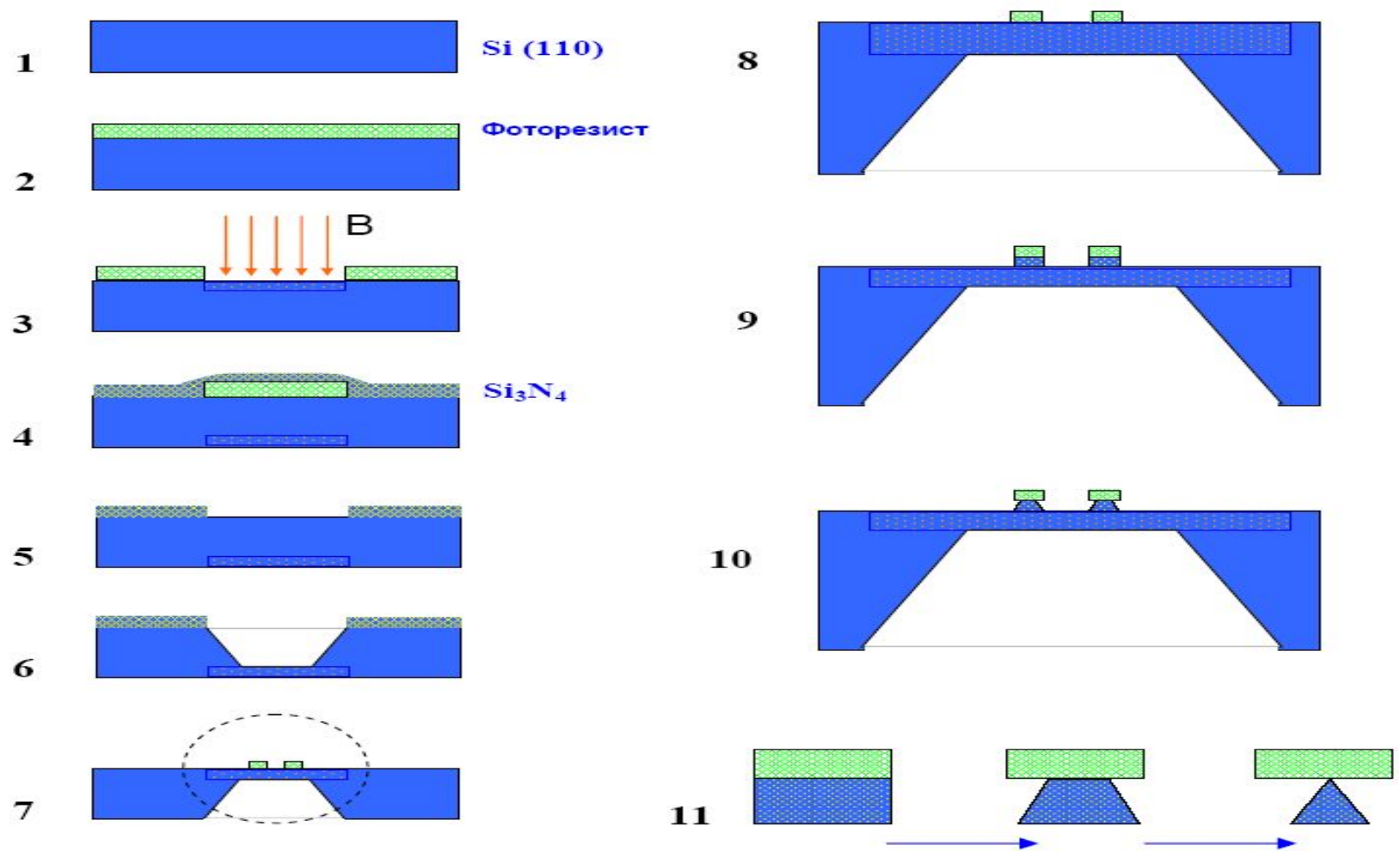
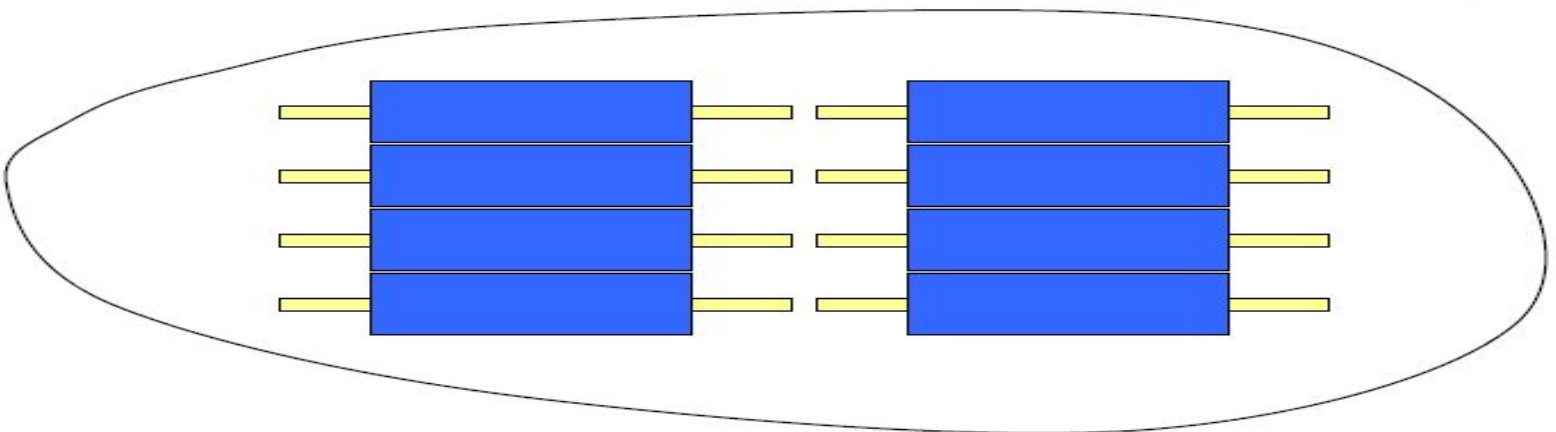


Рис. 72.
 Основные
 этапы
 процесса
 изготовле
 ния
 зондовых
 датчиков



Контактная атомно-силовая микроскопия

Условно методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ можно разбить на две большие группы – контактные квазистатические и бесконтактные колебательные. В контактных квазистатических методиках остриё зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравниваются силой упругости консоли. При работе АСМ в таких режимах используются кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости, что позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

В квазистатическом режиме АСМ изображение рельефа исследуемой поверхности формируется либо при постоянной силе взаимодействия зонда с поверхностью (сила притяжения или отталкивания), либо при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью образца. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 73.). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

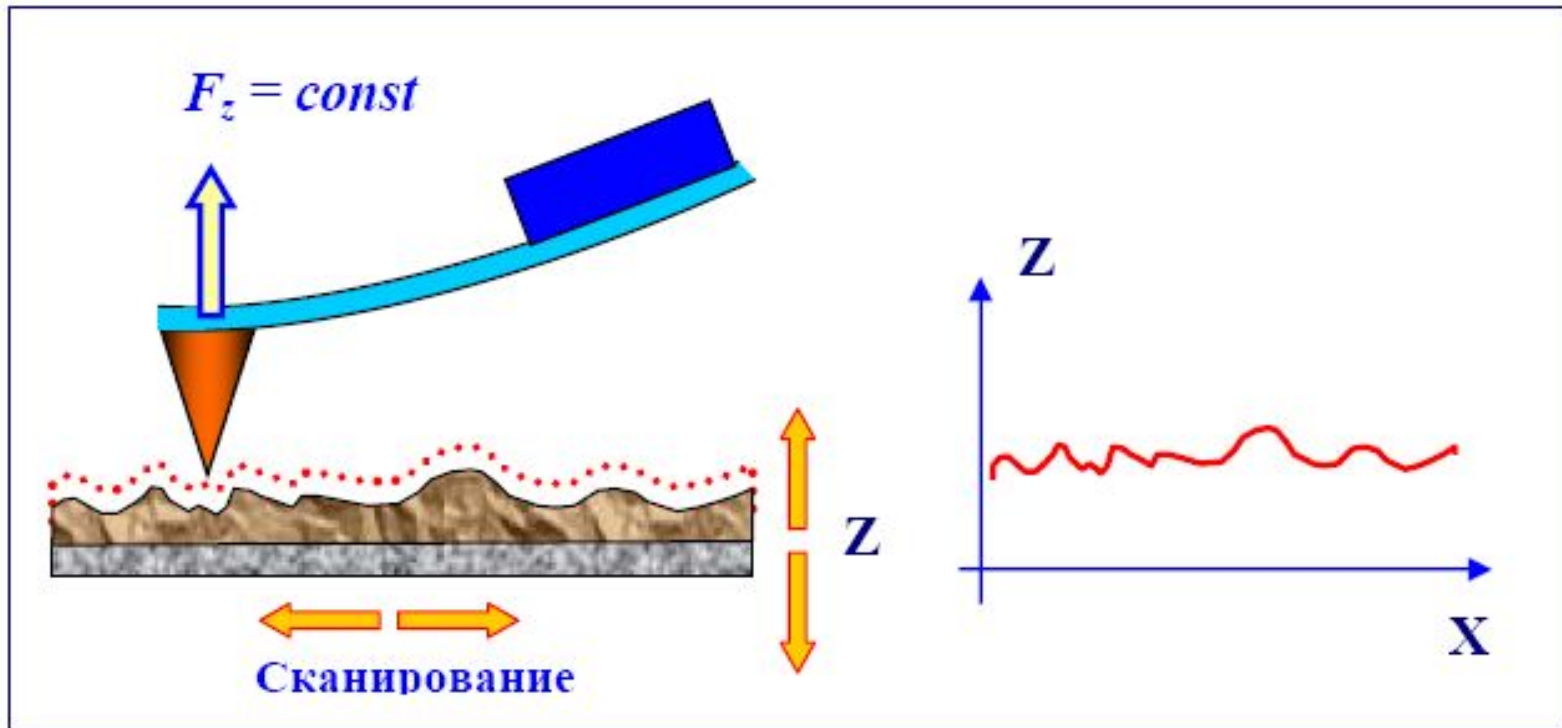


Рис. 73. Формирование АСМ изображения при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа часто применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью ($Z = const$). В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте Z_{cp} над образцом (рис. 74), при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. АСМ изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

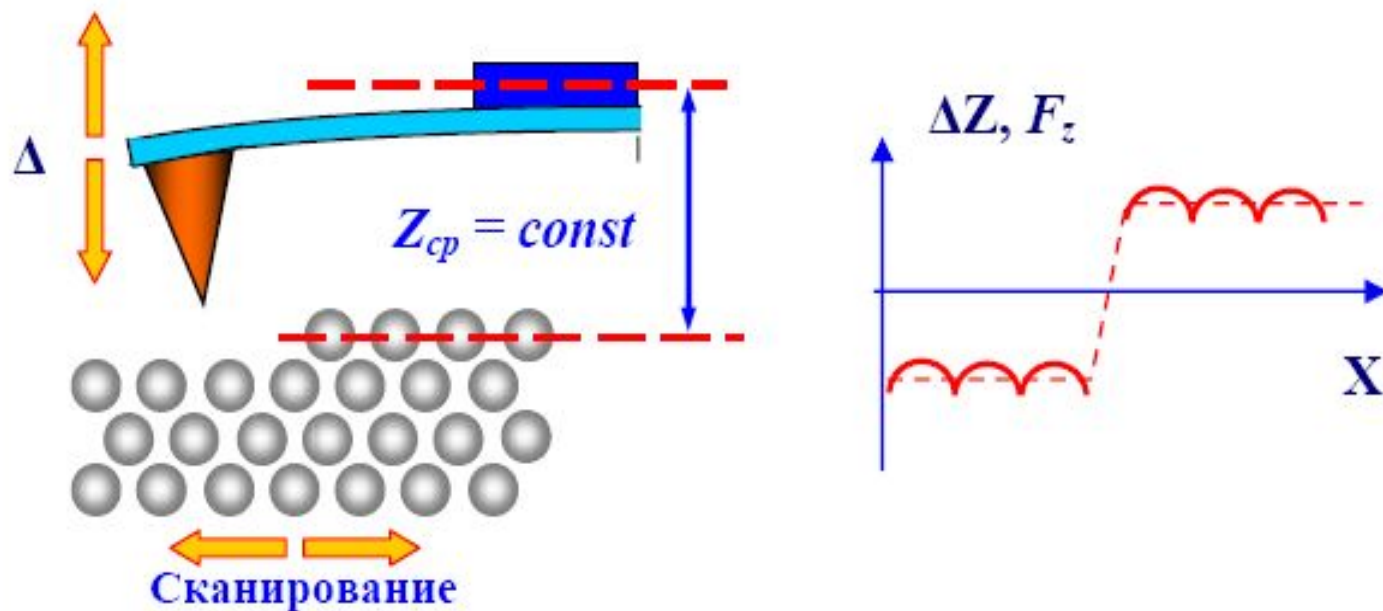


Рис. 74.
Формирование АСМ изображения при постоянном расстоянии между зондовым датчиком и образцом.

Недостаток контактных АСМ методик - непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов в процессе сканирования. Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты.

Зависимость силы от расстояния между зондовым датчиком и образцом

датчиком и образцом С помощью атомно-силового микроскопа можно изучать особенности локального силового взаимодействия зонда с поверхностью. С этой целью снимаются так называемые кривые подвода зонда к поверхности и кривые отвода. Фактически это зависимости величины изгиба кантилевера ΔZ (а следовательно, и силы взаимодействия зонда с поверхностью) от координаты z при сближении зондового датчика и образца. Аналогичные измерения проводятся при удалении зонда от поверхности. Характерный вид зависимости $\Delta Z = f(z)$ изображен на рис. 75.

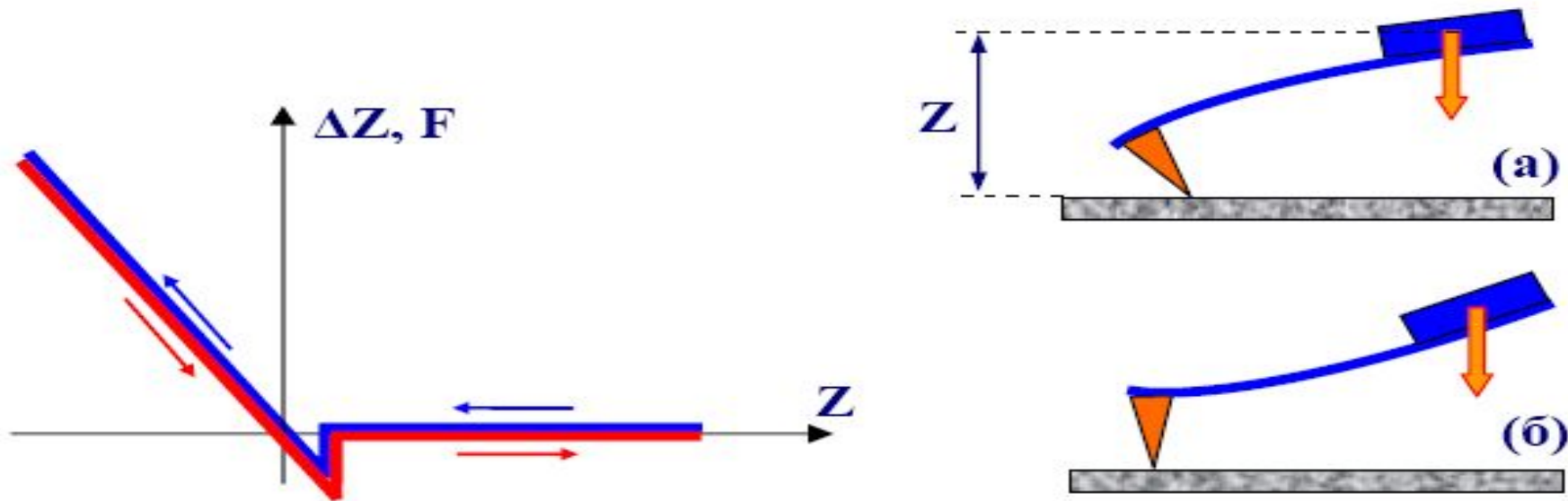


Рис. 75. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера (силы взаимодействия зонда с поверхностью) от расстояния z между зондовым датчиком и поверхностью образца. Прямой и обратный ход показаны разным цветом

При приближении к поверхности образца зонд попадает в область действия сил притяжения. Это вызывает изгиб кантилевера в направлении к поверхности (рис. 75, вставка (а)). В этой области может наблюдаться явление скачка зонда к поверхности, обусловленное наличием большого градиента сил притяжения вблизи поверхности образца. Для потенциала типа Леннарда-Джонса область больших градиентов силы притяжения составляет $Z^* \sim 1$ нм. На рис. 76 схематически показаны зависимости силы Леннарда-Джонса и ее производной от расстояния между зондом и поверхностью.

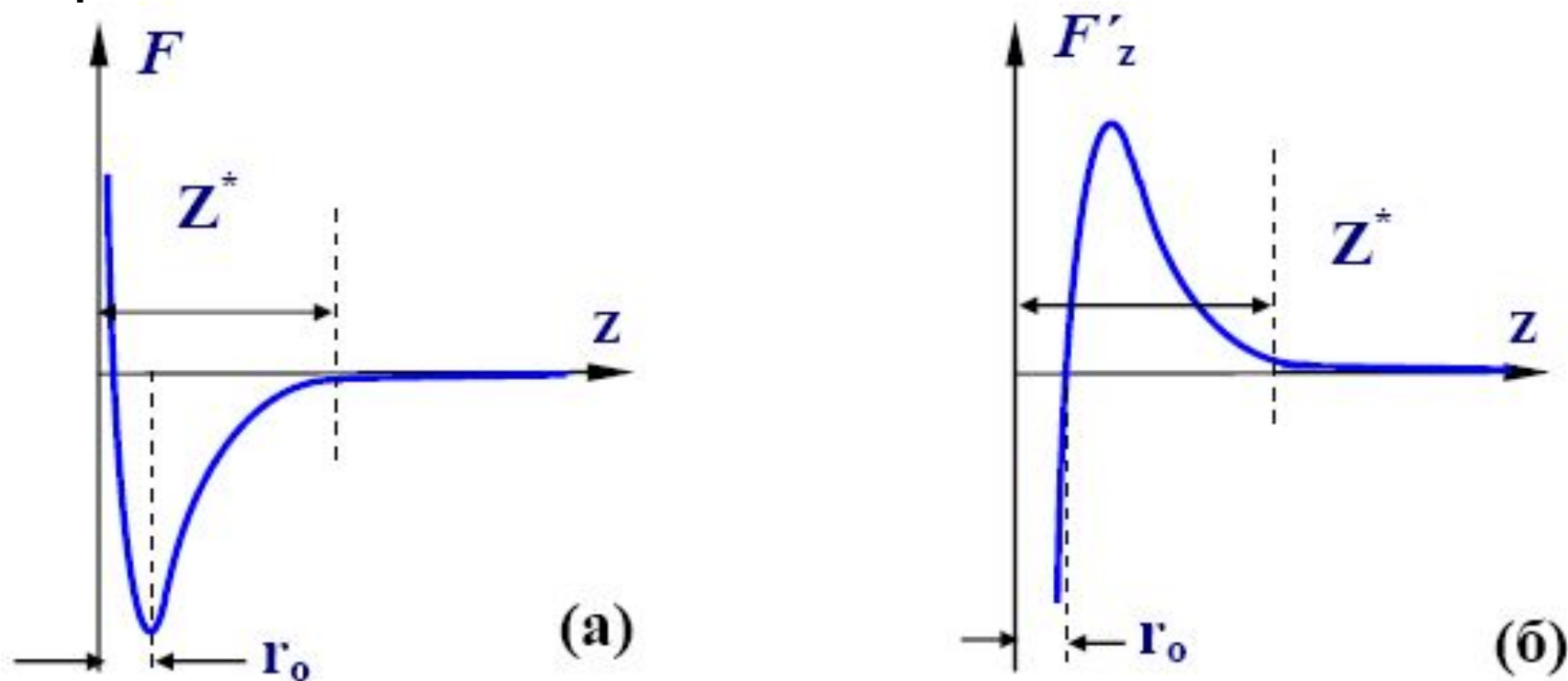


Рис. 76. Схематическое изображение зависимости силы (а) и ее производной (б) по координате z от расстояния зонд-поверхность

Для наблюдения эффекта скачка зонда к поверхности необходимо, чтобы жесткость выбранного кантилевера была меньше, чем максимум производной силы по координате z .

При дальнейшем сближении зондового датчика и образца зонд начинает испытывать отталкивание со стороны поверхности, и кантилевер изгибается в другую сторону (рис. 75, вставка (б)). Наклон кривой $\Delta Z = f(z)$ на этом участке определяется упругими свойствами образца и кантилевера.

В качестве примера, на рис. 77 показаны кривые подвода-отвода для образца, содержащего на поверхности слой жидкости. На данных зависимостях наблюдается гистерезис, связанный с эффектами капиллярности. При подводе зондового датчика к образцу происходит смачивание зонда жидкостью, содержащейся на поверхности образца. При этом на границе контакта зонда с жидкостью формируется мениск. На зонд, погруженный в жидкость, действует дополнительная сила поверхностного натяжения. Это приводит к тому, что при отводе зондового датчика точка отрыва кантилевера от поверхности такого образца смещается в область больших Z . Таким образом, по виду зависимостей $\Delta Z(z)$ можно судить о характере взаимодействия зонда с поверхностью, исследовать локальную жесткость в различных точках образца, изучать распределение сил адгезии на поверхности образцов.

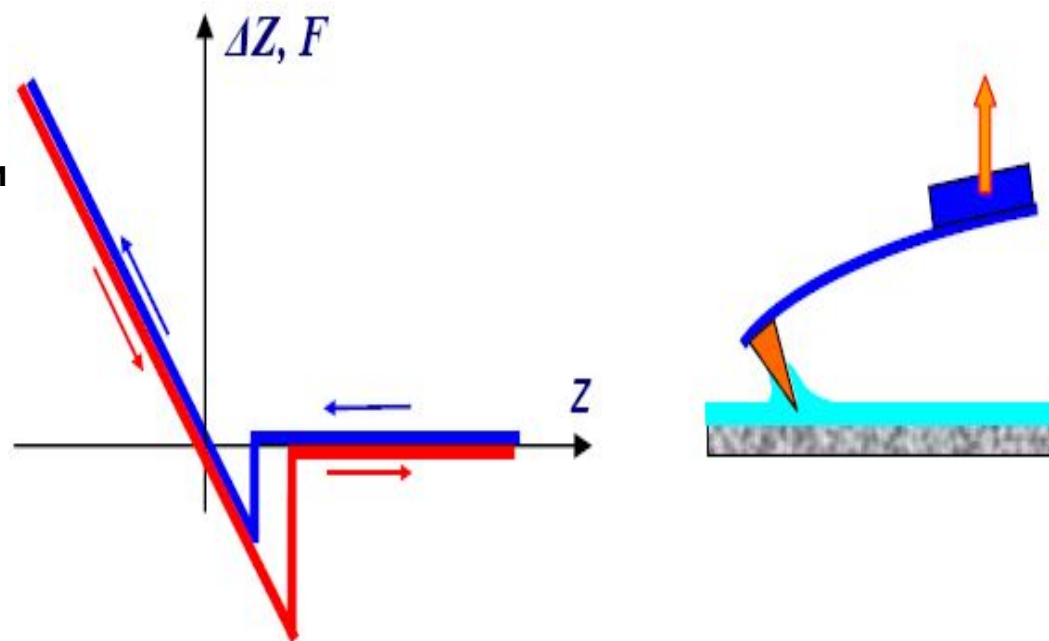


Рис. 77. Схематическое изображение зависимости изгиба кантилевера от расстояния z между зондовым датчиком и образцом, содержащим на поверхности адсорбированный слой жидкости.

Система управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме

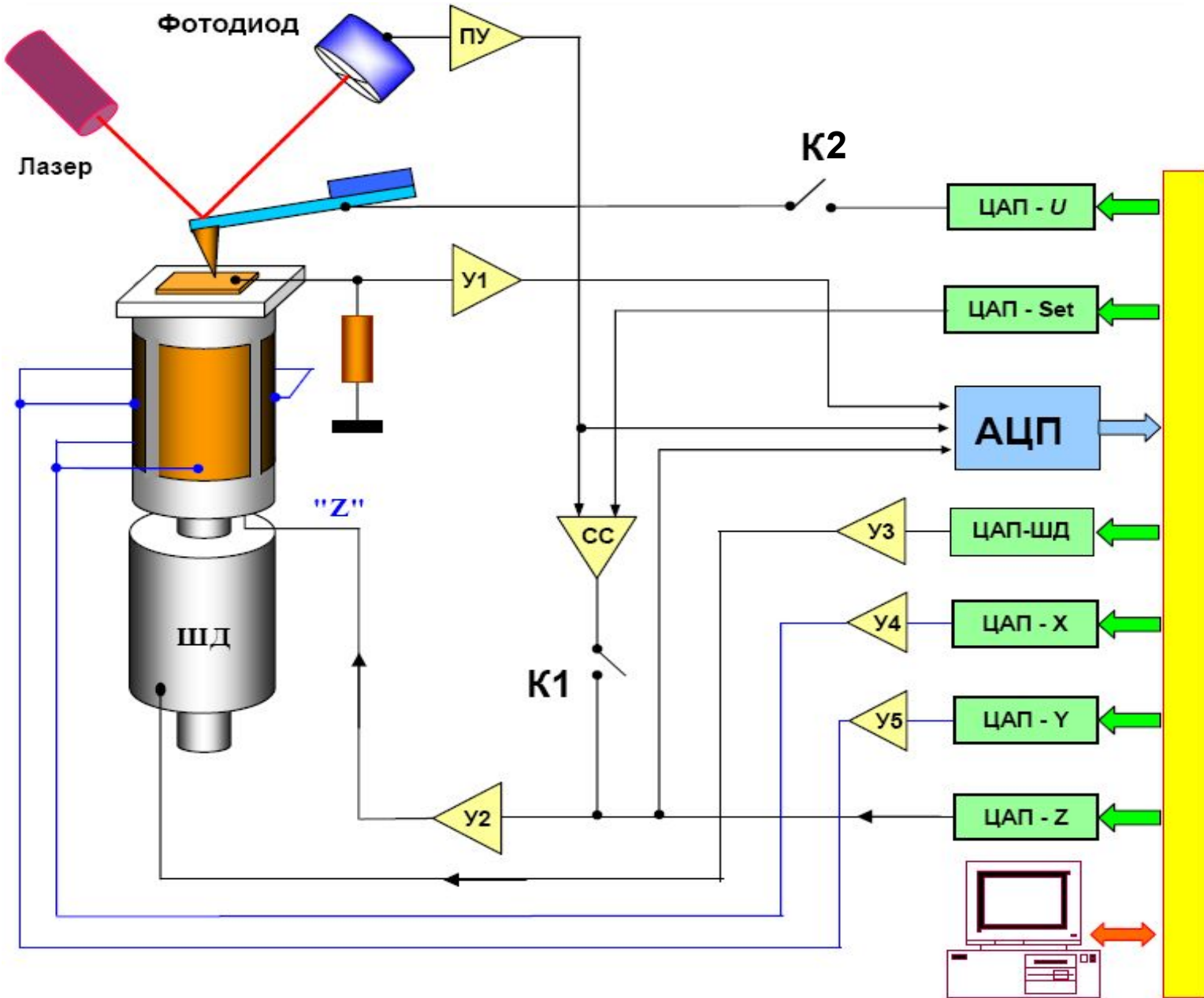


Рис. 78.
Упрощенная
схема системы
управления
атомно-
силового
микроскопа
при работе
кантилевера в
контактном
режиме

Система управления состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Цифровая часть содержит, в основном, цифро-аналоговые (ЦАП) и аналого-цифровые (АЦП) преобразователи. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП-Х и ЦАП-У служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи состоит из фотодиода (ФД), предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке АСМ, схемы сравнения (СС), высоковольтного усилителя У2 и пьезопреобразователя, регулирующего величину изгиба кантилевера, а следовательно, силу взаимодействия зонда с поверхностью. В исходном состоянии электронный ключ К1 замкнут, а К2 разомкнут. Перед началом работы оператор юстирует оптическую схему системы регистрации отклонения кантилевера таким образом, чтобы ток с различных секторов фотодиода был равным, а его величина максимальной. Затем с помощью ЦАП-Set устанавливается напряжение, пропорциональное рабочему значению отклонения кантилевера ΔZ , которое будет поддерживаться постоянным системой обратной связи. После этого включается система сближения зонда и образца. При этом управляющее напряжение с ЦАП-ШД подается на шаговый двигатель (ШД). В начальном состоянии напряжение в петле обратной связи (пропорциональное разности токов между вертикальными секторами фотодиода) меньше, чем значение, установленное оператором с помощью ЦАП-Set, и сканер максимально вытянут в направлении зонда. При подходе образца к зонду кантилевер изгибается, появляется разностный ток с фотодиода, и система сближения переходит к процедуре точной установки образца. В этом режиме происходит дальнейшее движение образца к зонду с помощью двигателя и одновременное отодвигание его с помощью сканера (ОС поддерживает постоянным изгиб кантилевера) до тех пор, пока плоскость поверхности образца не достигнет положения, соответствующего середине динамического диапазона перемещений сканера. После этого микроскоп готов к работе.

Сканирование образца осуществляется при подаче напряжений пилообразной формы на внешние электроды трубчатого сканера с помощью двухканальных ЦАП – X и ЦАП – Y и двухканальных высоковольтных усилителей У4, У5. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянным выбранное оператором значение разностного тока фотодиода, соответствующее определенной величине изгиба кантилевера. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ напряжение на Z-электроде сканера пропорционально рельефу поверхности. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение напряжения U , пропорциональное разностному току ФД, сравнивается в схеме сравнения (СС) с величиной U_0 , задаваемой оператором. Разностный сигнал $(U-U_0)$ усиливается (усилитель У2) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Сканер обрабатывает данный сигнал до тех пор, пока разность $(U-U_0)$ не станет равной нулю. Таким образом, при сканировании напряжение на Z-электроде сканера оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Сигнал с выхода схемы сравнения записывается с помощью АЦП как информация о рельефе поверхности. В выбранной точке образца можно снять зависимость величины изгиба кантилевера от расстояния между зондовым датчиком и поверхностью: $\Delta Z = f(z)$. Для этого обратная связь разрывается с помощью электронного ключа К1, и на Z-электрод сканера подается напряжение пилообразной формы с ЦАП-Z. Синхронно с изменением напряжения АЦП записывает напряжение на выходе предварительного усилителя ПУ, которое пропорционально отклонению кантилевера, а следовательно, силе взаимодействия зонда с поверхностью. Полученные данные преобразуются в зависимость $\Delta Z = f(z)$, которая затем строится с помощью средств компьютерной графики. Получение АСМ изображения при постоянном среднем расстоянии между зондовым датчиком и образцом $Z_{cp}=const$ происходит следующим образом. Вначале снимается зависимость $\Delta Z = f(z)$ и определяется точное положение зонда над поверхностью. Затем обратная связь разрывается, и с помощью ЦАП-Z выставляется выбранное оператором значение расстояния зонд-поверхность. После этого производится сканирование образца, и величина напряжения с выхода предварительного усилителя, пропорциональная отклонению кантилевера, записывается в виде файла распределения силы вдоль поверхности образца $F(x,y)$. При использовании кантилеверов с проводящим покрытием возможна регистрация вольт-амперных характеристик контакта зонд-образец в выбранной точке поверхности. Для получения ВАХ ключ К2 замыкается, и напряжение пилообразной формы подается с ЦАП-U на кантилевер. Синхронно с этим напряжение, пропорциональное току через контакт, усиливается (усилитель У1), записывается с помощью АЦП в память компьютера и визуализируется средствами компьютерной графики.

Колебательные методики АСМ

Как указывалось выше, недостатком контактных АСМ методик является непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов. Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью (структуры на основе ряда органических материалов и многие биологические объекты). Для исследования таких образцов применяются колебательные АСМ методики, основанные на регистрации параметров взаимодействия колеблющегося кантилевера с поверхностью. Данные методики позволяют существенно уменьшить механическое воздействие зонда на поверхность в процессе сканирования. Кроме того, развитие колебательных методик существенно расширило арсенал возможностей АСМ по измерению различных свойств поверхности образцов.

Вынужденные колебания кантилевера

Точное описание колебаний кантилевера зондового датчика АСМ представляет собой сложную математическую задачу. Однако основные черты процессов, происходящих при взаимодействии колеблющегося кантилевера с поверхностью, можно понять на основе простейших моделей, в частности, с помощью модели сосредоточенной массы [1]. Представим кантилевер в виде упругой консоли (с жесткостью k) с сосредоточенной массой m на одном конце. Другой конец консоли закреплен на пьезовибраторе ПВ (рис. 79).



Рис. 79. Модель зондового датчика в виде упругой консоли с массой на конце

Пусть пьезовибратор совершает гармонические колебания с частотой ω :

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

Тогда уравнение движения такой колебательной системы запишется в виде

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

где член, пропорциональный первой производной $\gamma\dot{z}$, учитывает силы вязкого трения со стороны воздуха, а через F_0 обозначена сила тяжести и другие возможные постоянные силы.

Как известно, постоянная сила лишь смещает положение равновесия системы и не влияет на частоту, амплитуду и фазу колебаний. Делая замену переменных (т.е. рассматривая колебания относительно нового состояния равновесия):

$$z = z + F_0 / k,$$

можно привести уравнение движения кантилевера к виду:

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + kz = ku_0 \cos(\omega t).$$

Разделив уравнение на m и введя параметр добротности системы

$$Q = \frac{\omega_0 m}{\gamma}, \text{ получаем: } \ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 z = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t).$$

Наиболее просто решение данного уравнения ищется на комплексной плоскости. Для комплексной величины η имеем:

$$\dot{\eta} + \frac{\omega_0}{Q} \eta + \omega_0^2 \eta = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t}. \quad (4)$$

Общее решение данного уравнения представляет собой суперпозицию затухающих с декрементом $\delta = \omega_0 / 2Q$ и незатухающих вынужденных колебаний на частоте ω .

Найдем установившиеся колебания в такой системе. Ищем решение в виде

$$\eta = a \cdot e^{-i\omega t}. \quad (5)$$

Подставляя (5) в уравнение (4), получаем для комплексной амплитуды a :

$$a = \frac{\omega_0^2 u_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i \frac{\omega \omega_0}{Q}}.$$

Модуль данного выражения равен амплитуде вынужденных колебаний $A(\omega)$:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}. \quad (6)$$

Фаза комплексной амплитуды a совпадает с фазой колебаний нашей системы

$$\varphi(\omega) = \arctg \left[\frac{\omega \omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)} \right]. \quad (7)$$

Из выражения (6) следует, что амплитуда колебаний зонда на частоте ω_0 определяется добротностью системы и равна $Q u_0$. Кроме того, наличие в системе диссипации приводит к сдвигу резонансной частоты колебаний кантилевера. Действительно, производя дифференцирование подкоренного выражения по величине 2ω в выражении (6) и приравнявая производную нулю, получаем для резонансной частоты диссипативной системы ω_{rd} :

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

Тогда сдвиг резонансной частоты для диссипативной системы получается равным

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

Это приводит к тому, что амплитудно-частотная характеристика системы смещается в область низких частот (рис. 80).

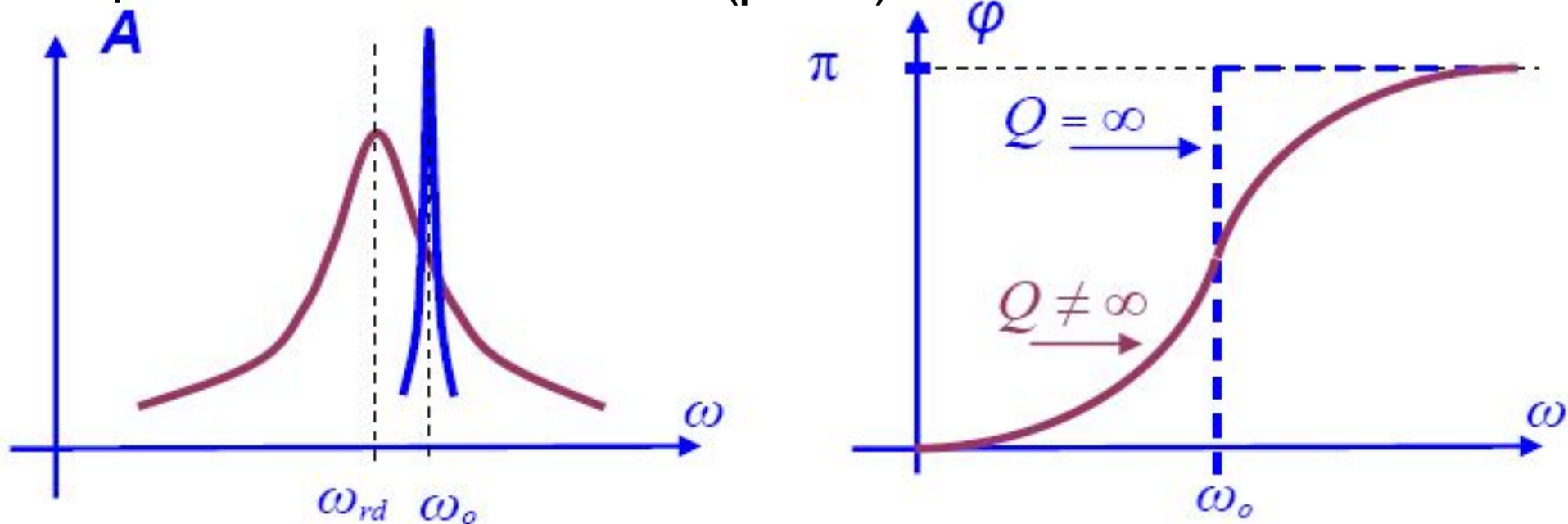


Рис. 80. Изменение АЧХ и ФЧХ в системе с диссипацией. Синим цветом показаны характеристики бездиссипативной системы

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 фазо-частотной (ФЧХ) характеристик системы (рис 80.).

Бесконтактный режим колебаний кантилевера АСМ

В бесконтактном режиме 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. Если зонд АСМ находится на расстоянии z_0 от поверхности, то для малых колебаний можно записать:

$$F_{PS} = F_{PS0} + \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \cdot z(t).$$

Это приводит к тому, что в правой части уравнения, описывающего колебания в такой системе, появляются дополнительные слагаемые:

$$m\ddot{z} = -k(z - u) - \gamma\dot{z} + F_0 + F_{PS0} + F'_z z.$$

Вводя новые переменные: $z = z + (F_0 + F_{PS0})/k$, приходим к уравнению:

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + (k - F'_z) \cdot z = ku_0 \text{Cos}(\omega t).$$

Т.е. наличие градиента сил приводит к изменению эффективной жесткости системы: $k_{\text{эфф}} = k - F'_z$.

После стандартных преобразований уравнение записывается в следующем виде:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \left(\omega_0^2 - \frac{F'_z}{m} \right) \cdot z = \omega_0^2 u_0 \text{Cos}(\omega t).$$

Производя вычисления, аналогичные вычислениям, проведенным для свободного кантилевера, получаем амплитудно-частотную характеристику системы:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{\left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m} \right)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}. \quad (8)$$

И, соответственно, ФЧХ:

$$\varphi(\omega) = \text{arctg} \left[\frac{\omega \omega_0}{Q \left(\omega_0^2 - \omega^2 - \frac{F'_z}{m} \right)} \right]. \quad (9)$$

Таким образом, наличие градиента силы взаимодействия зонда с поверхностью образца приводит к дополнительному сдвигу АЧХ и ФЧХ системы. Резонансная частота в присутствии внешней силы ω_{rf} может быть представлена в виде

$$\omega_{rf}^2 = \omega_0^2 \left(1 - \frac{1}{2Q^2} - \frac{F'_z}{k} \right) = \omega_{rd}^2 - \frac{E'_z}{m}.$$

Следовательно, дополнительный сдвиг АЧХ равен

$$\Delta\omega = \omega_{rd} - \omega_{rf} = \omega_{rd} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{m\omega}} \right).$$

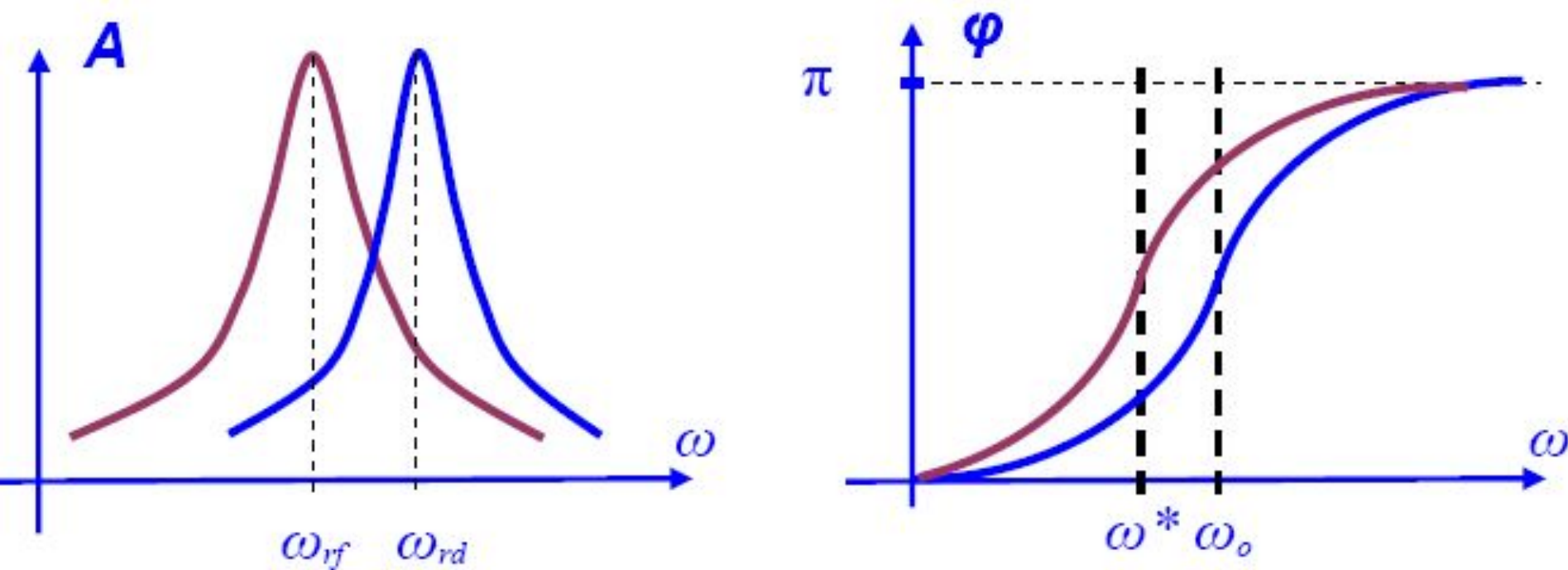


Рис. 81. Изменение АЧХ и ФЧХ кантилевера под действием градиента силы

Из выражения (9) также следует, что наличие градиента силы приводит к сдвигу ФЧХ, так что точка ее перегиба ω^* находится на частоте

$$\omega^* = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{F'_z}{k}} \quad \text{и} \quad \Delta\omega = \omega_0 - \omega^* = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{F'_z}{k}} \right).$$

Пусть кантилевер вдали от поверхности совершает вынужденные колебания на частоте ω_0 , тогда сдвиг фазы его колебаний составляет $\pi/2$. При сближении с поверхностью фаза колебаний (считаем $F'_z < k$) станет равной

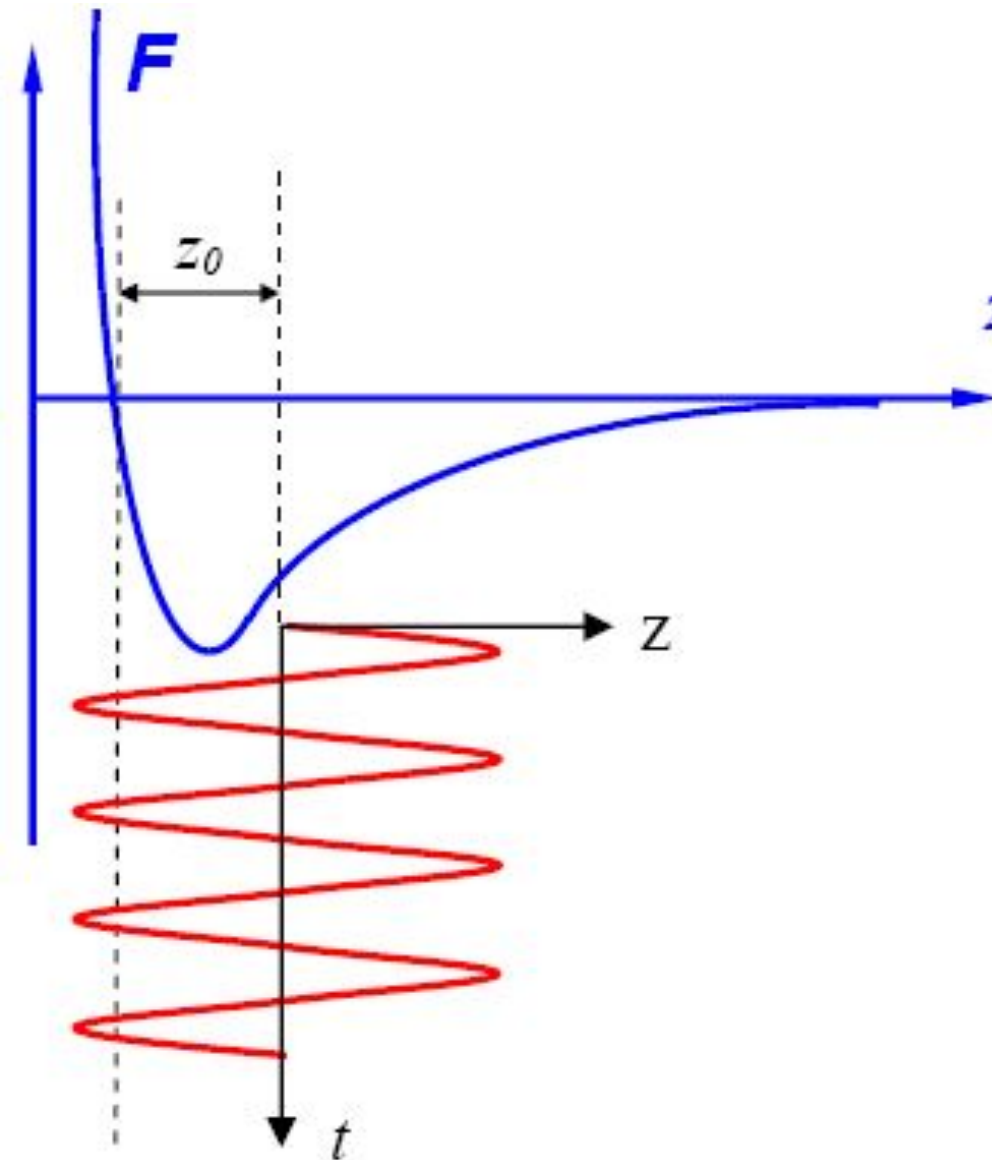
$$\varphi(\omega_0) = \arctg \left[\frac{k}{QF'_z} \right] \approx \frac{\pi}{2} - \frac{QF'_z}{k}.$$

Следовательно, дополнительный сдвиг фазы при наличии градиента силы будет равен:

$$\Delta\varphi = \frac{\pi}{2} - \varphi(\omega_0) \cong \frac{QF'_z}{k}.$$

Он определяется производной z-компоненты силы по координате z. Данное обстоятельство используется для получения фазового контраста в АСМ исследованиях поверхности.

"Полуконтактный" режим колебаний кантилевера АСМ



Регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый "полуконтактный" режим колебаний кантилевера (иногда его называют прерывисто-контактный). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния (рис. 82)).

Рис. 82. Выбор рабочей точки при "полуконтактном" режиме колебаний кантилевера

При сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в "полуконтактном" режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности. Если обозначить через z_0 расстояние между положением равновесия колеблющегося кантилевера и поверхностью, а через $F_{PS}(z(t))$ – комбинированную силу, то уравнение движения кантилевера 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. Заметим, что "полуконтактный" режим реализуется только тогда, когда расстояние z_0 меньше амплитуды колебаний кантилевера: $z_0 < Q u_0$.

Теория "полуконтактного" режима значительно сложнее теории бесконтактного режима, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Сила $F_{PS}(z(t))$ теперь не может быть разложена в ряд по малым z . Однако характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима - амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

Сдвиг по фазе между колебаниями возбуждающего пьезоэлектрического вибратора и установившимися колебаниями кантилевера можно оценить, если рассмотреть процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Энергия, поступающая в систему от пьезовибратора за период колебаний:

$$E_{EX} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} k u_0 \cos(\omega t) \cdot \frac{dz}{dt} dt.$$

Она расходуется на восполнение потерь при взаимодействии кантилевера с атмосферой и образцом. Энергию E_{PA} , рассеиваемую в атмосферу за

период, можно вычислить следующим образом:

$$E_{PA} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} \frac{m\omega_0}{Q} \left(\frac{dz}{dt} \right)^2 dt.$$

Энергия E_{PS} , идущая на восполнение потерь при диссипативном взаимодействии зонда с образцом, равна:

$$E_{PS} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} F_{PS}(z) \frac{dz}{dt} dt.$$

Из условия баланса следует:

$$E_{EX} = E_{PA} + E_{PS}.$$

Предполагая, что установившиеся колебания кантилевера имеют вид $z = A \cos(\omega t + \varphi)$, получаем:

$$E_{PS} = \frac{\pi k u_0 A}{Q} \sin(\varphi) - \frac{\pi k \omega A^2}{\omega_0 Q}.$$

Отсюда для фазового сдвига получается следующее выражение:

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

Таким образом, фазовый сдвиг колебаний кантилевера в "полуконтактном" режиме определяется энергией диссипативного взаимодействия зонда с поверхностью образца. Формирование АСМ изображения поверхности в режиме колебаний кантилевера происходит следующим образом. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω (близкой к резонансной частоте кантилевера) с амплитудой A_ω . При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне A_0 , задаваемом оператором ($A_\omega < A_0$). Напряжение в петле обратной связи (на z-электроре сканера) записывается в память компьютера в качестве АСМ изображения рельефа поверхности. Одновременно при сканировании образца в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывается в виде распределения фазового контраста.

На рис. 83, в качестве примера, приведены АСМ изображения участка пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" режиме (амплитудный и фазовый контраст).

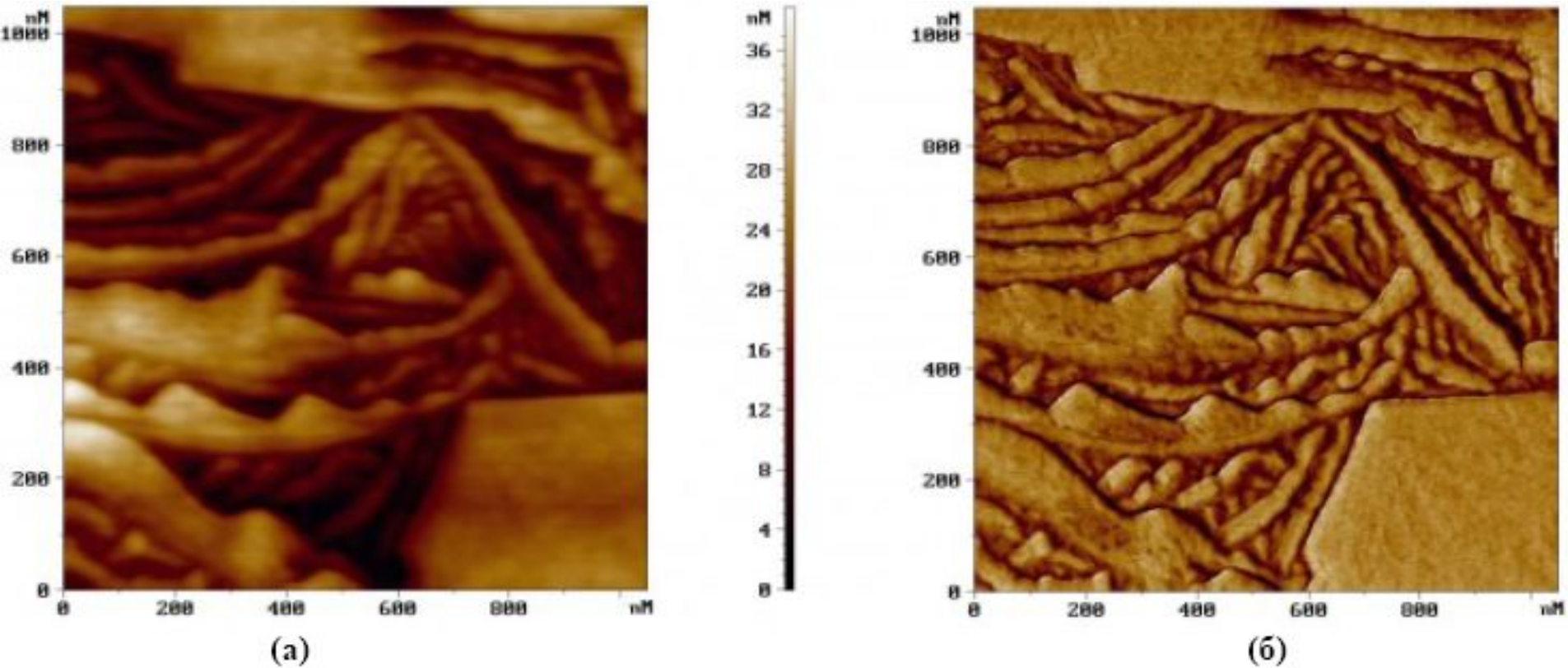


Рис. 83. АСМ изображения участка поверхности пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" ("tapping mode") режиме.
(а) - рельеф поверхности, полученный в режиме постоянной амплитуды
(б) - соответствующее распределение фазового контраста