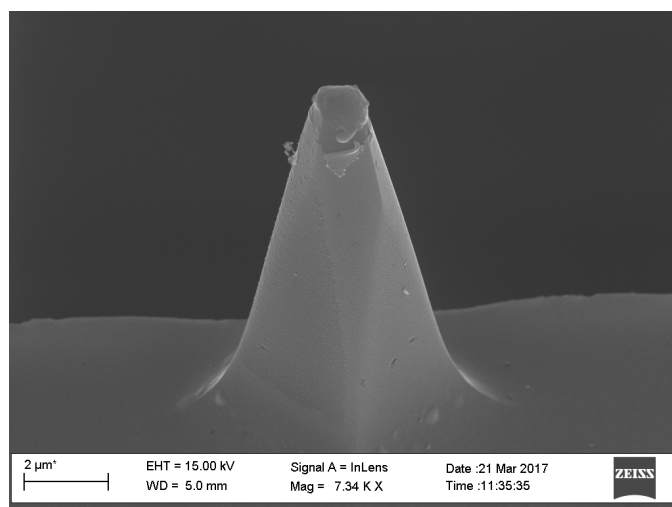
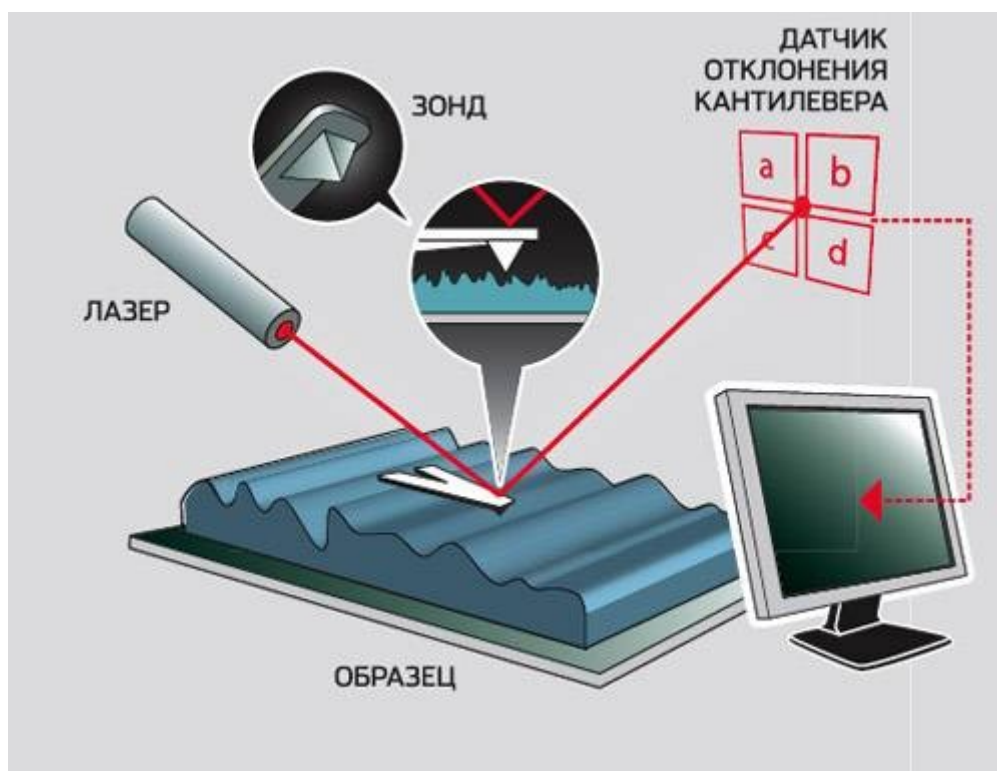


# №9. Анализ профиля поверхности методами атомно-силовой микроскопии

И.П. Иваненко



г. Москва, 2018 год

## Оглавление

<b>Цели работы</b>	<b>3</b>
<b>Введение</b>	<b>3</b>
<b>Конструктивные особенности микроскопов</b>	<b>3</b>
Принципиальная схема устройства микроскопа.....	5
Кантилевер для АСМ.....	6
Пьезотрубка.....	8
<b>Физические принципы работы АСМ</b>	<b>11</b>
Артефакты, вызванные неидеальностью профиля иглы АСМ.....	13
<b>Принципы работы атомно-силового микроскопа в контактном режиме</b>	<b>17</b>
<b>Обработка изображений</b>	<b>18</b>
Вычет среднего наклона поверхности образца.....	18
Усреднение данных.....	19
Пример медианной фильтрации.....	19
Подсветка.....	20
Процесс сканирования.....	20
<b>Выполнение работы</b>	<b>21</b>
Техника безопасности.....	21
<b>Упражнения</b>	<b>21</b>
Упражнение №1.....	21
Упражнение №2.....	21
<b>Список литературы</b>	<b>22</b>
<b>Приложение А. Порядок работы с микроскопом</b>	<b>22</b>
<b>Приложение Б. Функция анализа зерен.</b>	<b>27</b>
<b>Контрольные вопросы к допуску на выполнение задачи</b>	<b>29</b>

## **Цели работы**

- изучение теоретических основ атомно-силовой микроскопии;
- приобретение практических навыков работы на атомно-силовом микроскопе.

## **Введение**

Атомно-силовой микроскоп (АСМ, англ. вариант AFM - atomic-force microscope) - сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ) высокого разрешения. Этот микроскоп был изобретён в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйтом и Кристофером Гербером в Швейцарии. Он используется для определения рельефа поверхностей как проводящих, так и непроводящих образцов (в отличие от туннельного микроскопа) с разрешением от десятков ангстрем вплоть до атомарного, кроме этого возможно манипулировать отдельными атомами. Ввиду его способности получать данные по силовому воздействию на кантилевер, он назван силовым. Атомно-силовая микроскопия является одним из наиболее мощных методов получения изображения нанорельефа и его дальнейшего исследования. Уникальность метода заключается в высокой разрешающей способности, неразрушающем характере анализа, возможности работы не только в условиях вакуума, но и в среде, получении трехмерного изображения рельефа.

## **Конструктивные особенности микроскопов**

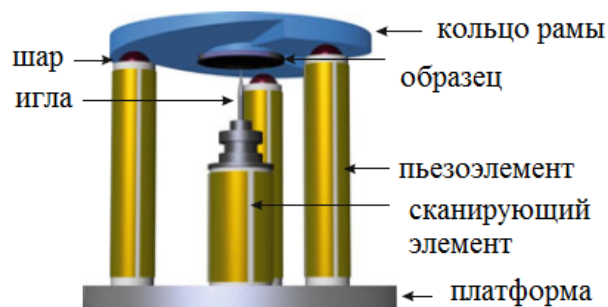
Существуют несколько вариантов сканирования:

- сканирование иглой;
- сканирование образцом.

Отсюда и вытекают конструктивные различия. Виды крепления образца могут быть связаны с особенностями пьезотрубки (см. раздел «Пьезотрубка»), которые невелируют изменение расстояния между поверхностью образца и иглой микроскопа, вызванные тепловым расширением. Также применяются схемы по защите от акустических и сейсмических колебаний с использованием пневматических подушек, гидравлических опор или плит из поглощающих материалов.

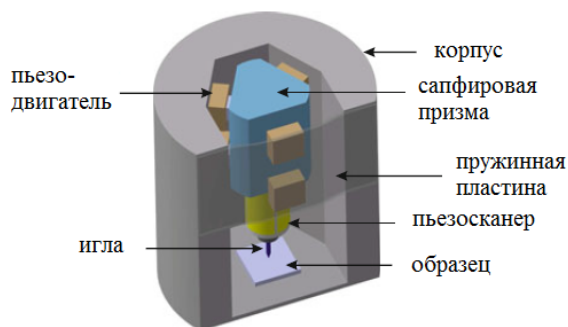
Существует конструкция типа «Beetle» (жук) предложенная Карлом Безоке. Она состоит из опорной плиты, на которой размещены 3 пьезотрубки. Образец фиксируется в середине круглой рамы на трех пьезотрубках, как показано на рисунке 1а. Четвертая пьезотрубка устанавливается в центре плиты и выступает в роли сканера. Есть и его инвертированная версия, которая носит название конструкции «Джонни Уолкер».

Конструкция, применяемая в вакуумных и криогенных вариантах, называется «Pan Slider» и представлена на рисунке 1(б), которая имеет повышенную жесткость. Подвижная часть состоит из сапфировой призмы, несущей на себе подвижный пьезотрубчатый сканер. Перемещение иглы происходит под действием 6 поперечных пьезоэлектрических стержней.



Конструкция Жук (Beetle)

(а)



Конструкция Pan Slider

(б)

Рисунок 1. Варианты конструкций СЗМ: (а)- сканирование образцом; (б)- сканирование иглой.\*

\* Рисунки взяты и переведены из Bert Voigtlander «Scanning probe microscopy», издательство Springer 2015.

## Принципиальная схема устройства микроскопа



Рисунок 2. Классическая модель АСМ на примере СЗМ от компании NT-MDT.

На рисунке 2 представлен классический внешний вид микроскопа, а на рисунке 3 его принципиальная схема. Схему можно разделить на 2 части. Первая - электрическая, которая состоит из следующих компонент:

- цепь обратной связи (ОС);
- сигнальный процессор;
- драйвер/коммутатор;
- компьютер управления.

ОС необходима для поддержания постоянной силы прижатия кантилевера (см. параграф кантилевер) к образцу. Вторая - механическая, которая состоит из следующих элементов:

- виброизолирующей платформы, необходимой для поглощения сейсмических колебания низкой частоты;
- корпуса, в который вмонтированы шаговый двигатель и пьезотрубки для перемещения образца;
- столика, выполненного из металла, с целью избежать изгиба при креплении образца к пьезотрубке;
- образца - исследуемого материала;

- зонда/кантилевера, с помощью которого проводится сканирование поверхности образца.
- опор – выдвижных механизмов для крепления сканирующей насадки с установленным зондом над поверхностью образца;
- сканирующей насадки, состоящей из лазера с длиной волны излучения порядка 700 нм; отклоняющего зеркала с высокой степенью полировки (которое направляет отраженный лазерный пучок от балки кантилевера на фотодиод), а также фотодиода для идентификации положения лазерного пучка на кантилевере, информация с которого поступает на коммутатор для дальнейшей обработки;
- акустической защиты, чаще используется металлический колпак с заземлением (для устранения наведенных токов) и обшивкой выполненной из акустического поролона.

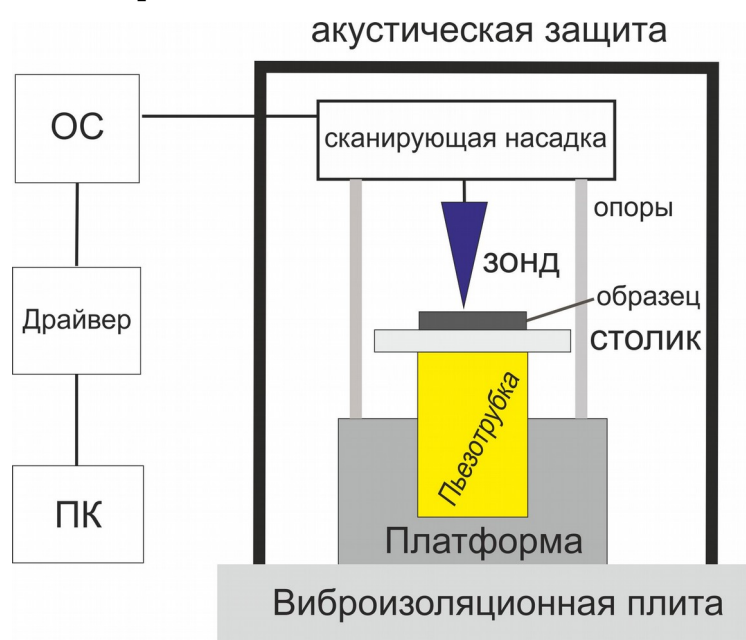


Рисунок 3. Принципиальная схема конструкции АСМ.

### Кантилевер для АСМ

Кантилевером называется зонд, с помощью которого происходит сканирование образца. В состав кантилевера входит: держатель – представлен на рисунке 4 (а) синим цветом, к которому крепится балка, на противоположном конце которой находится пирамидальная игла, (см. рисунок 5(б)). Игла

расположена на балке, как показано на рисунке 5(а), и изображена черным квадратом, ориентированным на читателя. В зависимости от типа исследуемого образца и его жесткости, а также параметров, необходимых для исследования, используются две конструкции балок кантилевера. На рисунке 4(а) представлена «мягкая» балка, обладающая большей подвижностью и позволяющая совершать амплитудные кручения на изгиб в процессе сканирования. На рисунке 4(б) представлена более жесткая конструкция, которая обладает повышенной жесткостью и чаще применяется для сканирования гладких образцов, а также обладает высокими резонансными частотами, что, чаще всего, применяется в колебательных методиках.

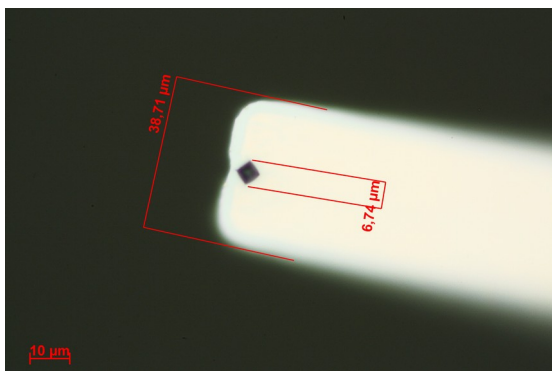


(а)

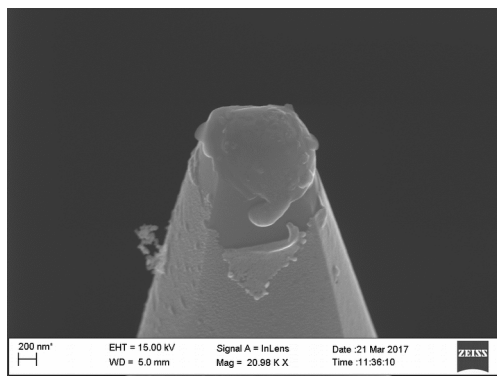
(б)

Рисунок 4. Виды балок (консолей) кантилеверов: (а) – мягкого типа, (б) – жёсткого типа.

На следующих изображениях представлены изображения иглы кантилевера в оптическом и электронном микроскопе.



(a)



(б)

Рисунок 5. Изображения кантилевера, полученные: (а) - в оптическом и (б) - в электронном микроскопе после многократного использования.

Вид кантилевера через действующую сканирующую насадку представлен на рисунке 6, снимок сделан с увеличением в 24 раза.

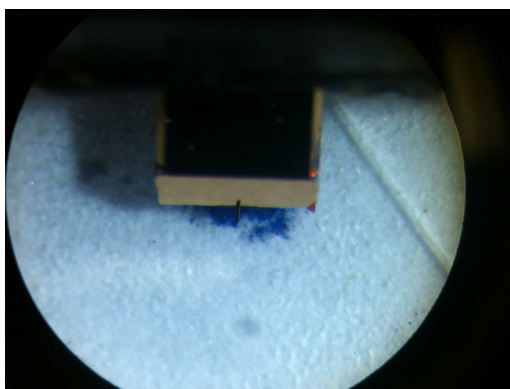


Рисунок 6. Изображение кантилевера через сканирующую насадку с отведенным зеркалом.

## Пьезотрубка

Пьезотрубка – элемент, с помощью которого происходит процесс сканирования, состоящий из трубчатого сканера (трубки), выполненной из пьезокерамики (поляризованной в радиальном направлении), которая покрыта внутри и снаружи полосками металлических электродов. Пьезоэлемент позволяет выполнять движения в трех ортогональных направлениях. Пьезотрубчатый сканер включает в себя: внешний электрод, разделенный на четыре квадранта, как показано на рисунке 7 (а), внутренний общий электрод и пьезокерамический



материал. Движение в направлении  $z$  (вдоль продольной оси) может быть достигнуто путем приложения напряжения между внутренним и всеми внешними электродами. Прогиб в направлениях  $x$   $y$  вызван напряжениями противоположной полярности, приложенными к двум противоположным внешним электродам (на рисунке 7 вкладка (в)).

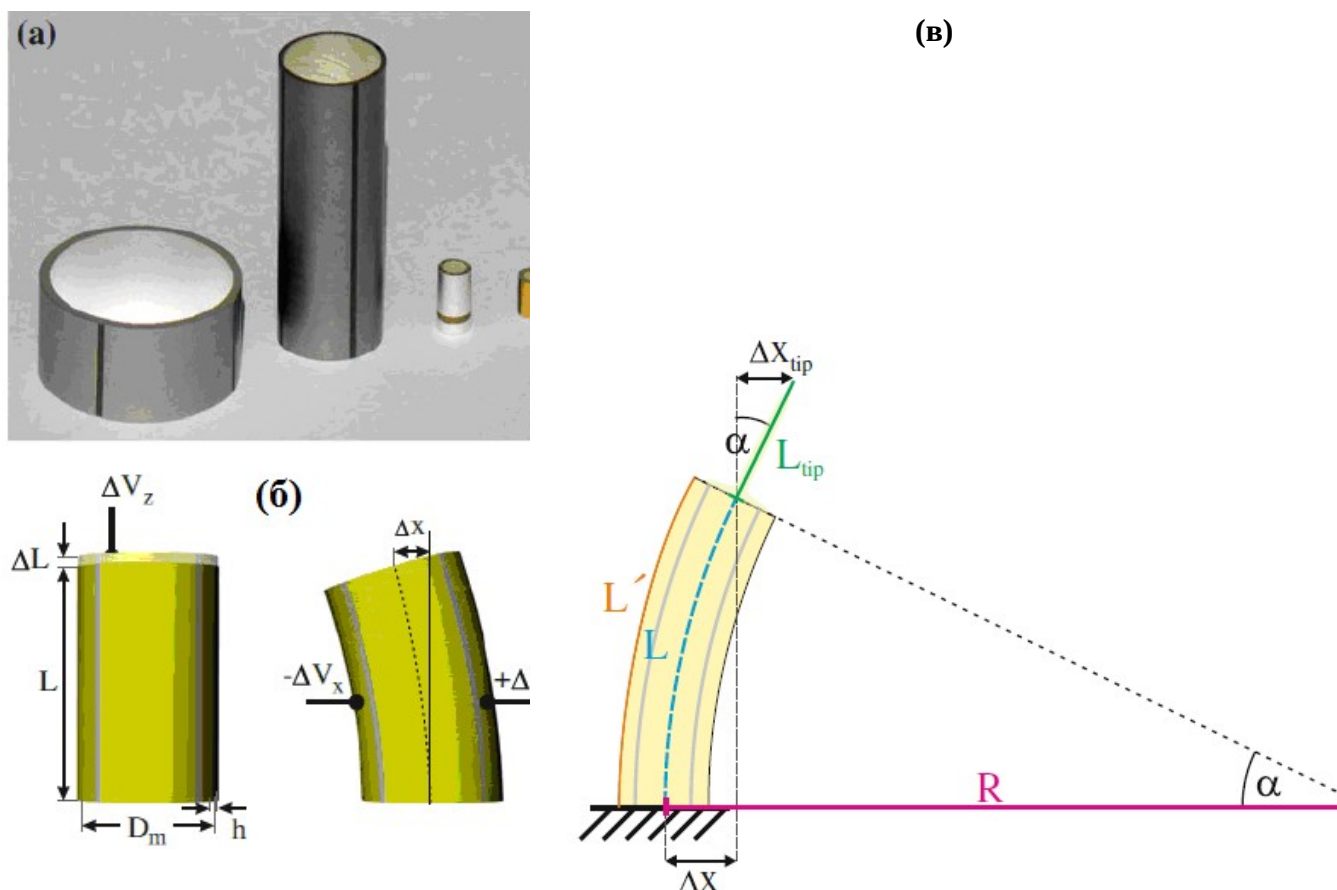


Рисунок 7. Внешний вид пьезотрубки: а) внешний вид пьезотрубчатого сканера; б) геометрические параметры пьезотрубки; в) прогиб пьезотрубки.

Определим угол изгиба  $\alpha$  пьезотрубки:

$$\alpha = \frac{L}{R}, \quad (4)$$

$L$  и  $R$  взяты согласно рисунку 7(в), тогда можно обозначить за измененную длину трубки  $L' = L + \Delta L$ , что даёт:

$$L' = \alpha \left( R + \frac{D_m}{2} \right) = L + \alpha \frac{D_m}{2}, \quad (5)$$

где  $D_m$ - диаметр трубки, и в итоге получаем:

$$\alpha = 2 \frac{\Delta L}{D_m} \quad (6)$$

Раскладывая в ряд Тейлора  $\cos \alpha$ , вследствие малости угла, получим:

$$\frac{R - \Delta x}{R} = \cos \alpha \approx 1 - \frac{\alpha^2}{2} \quad (7)$$

тогда отклонение трубки определяется следующим выражением:

$$\Delta x = \frac{R\alpha^2}{2} \quad (8)$$

Используя выражения (4) и (6) получим:  $\Delta x = \frac{\Delta z L}{D_m}$ . С учетом постоянной для пьезотрубки  $d_{31}$  (связь между механической деформацией и приложенным напряжением) в направлении z:  $\frac{\Delta z}{\Delta V} = \frac{d_{31} L}{h}$ , имеем следующее соотношение:

$$\frac{\Delta x}{\Delta V} = \frac{d_{31} L^2}{D_m h}, \quad (9)$$

где  $\Delta V$  - приложенное напряжение между соответствующими электродами пьезотрубки.

Размеры пьезотрубки, к примеру, PZT-5A следующие: длина 25,4 мм, средний диаметр 5,84 мм, толщина стенки 0,51 мм, что приводит к пьезоэлектрическому коэффициенту 725 Å / V по направлениям x и y, а для z-направления 90 Å / V. Наиболее эффективным параметром проектирования для настройки пьезокомпенсации является длина трубки, так как пьезокоэффициент по x и y квадратично зависит от длины трубки.

Обычно консоль кантилевера монтируется на расстоянии L над центром пьезотрубки. В таком случае  $\Delta x_{tip} = L_{tip} \sin \alpha \approx L_{tip} \alpha$  (разложение в ряд Тейлора в случае малого угла:  $\sin x = x - \frac{x^3}{3!} + \dots$ ).

В процессе сканирования возникает проблема наклона трубки, решение которой заключается в последовательном соединении двух трубок, но при этом управление усложняется, т.к. приходится использовать уже 8 электродов. Недостатком такой конструкции является также то, что диапазон сканирования в направлениях x и y уменьшается в два раза при данной длине пьезотрубки.

## Физические принципы работы АСМ

Качественно работу АСМ можно пояснить на основе действия сил Ван-дер-Ваальса между острием иглы микроскопа и поверхностью образца. Наиболее часто потенциал сил ван-дер-ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии  $r$  друг от друга, аппроксимируют с помощью потенциала Леннарда-Джонса, являющегося степенной функцией  $r$ :

$$U_{LD}(r) = U_0 \left[ \left( \frac{r_0}{r} \right)^{12} - 2 \left( \frac{r_0}{r} \right)^6 \right] \quad (10)$$

Первое слагаемое в данном выражении описывает дальнедействующее притяжение атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях. Параметр  $r_0$  - равновесное расстояние между атомами,  $-U_0$  - значение потенциала в минимуме. На рисунке 8 представлены три области работы АСМ.



Рисунок 8. Зависимость силы Ван-дер-Ваальса от расстояния между кантилевером и поверхностью образца.

На приведённом рисунке минимальное расстояние определяется как расстояние между центрами ближайшего атома образца и подложки.

Общую энергию системы можно получить, суммируя взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца. Потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом. В общем случае эта сила имеет как нормальную к поверхности, так и тангенциальную (лежащую в плоскости

поверхности образца) составляющие. Зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу балки. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы. Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на балке зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника см. рисунок 9. В качестве позиционно-чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды см. рисунок 9 - (датчик отклонения кантилевера).

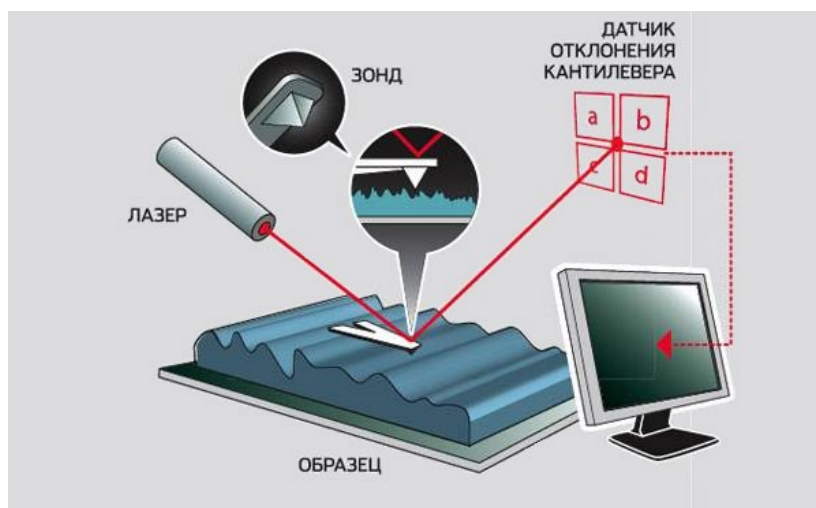


Рисунок 9. Принципиальная схема работы АСМ.

Основные регистрируемые оптической системой параметры - это деформации изгиба балки под действием Z-компонент (направленной по нормали к поверхности образца) сил притяжения или отталкивания ( $F_z$ ) и деформации кручения консоли под действием тангенциальных компонент сил ( $F_L$ ) взаимодействия зонда с поверхностью. Если обозначить исходные значения фототока в секциях фотодиода (см. рисунок 9) через  $I_{a0}$ ,  $I_{b0}$ ,  $I_{c0}$ ,  $I_{d0}$ , а через  $I_a$ ,  $I_b$ ,  $I_c$ ,  $I_d$  - значения токов после изменения положения консоли, то разность токов с секций фотодиода примет вид:  $\Delta I_i = I_i - I_{i0}$ , будут однозначно характеризовать величину и

направление изгиба консоли зондового датчика АСМ. Действительно, разность токов с четырехсекторного диода записывается как:

$$\Delta I_z = (\Delta I_a + \Delta I_b) - (\Delta I_c + \Delta I_d) \quad (11)$$

Эта разность пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца. А комбинация разностных токов с этого диода записывается следующим образом:

$$\Delta I_L = (\Delta I_a + \Delta I_c) - (\Delta I_b + \Delta I_d), \quad (12)$$

характеризует изгиб консоли под действием тангенциальных сил.

Величина  $\Delta I_z$  используется в качестве входного параметра в петле обратной связи атомно-силового микроскопа. Система обратной связи (ОС) обеспечивает  $\Delta I_z = const$  с помощью пьезоэлектрического элемента, который поддерживает изгиб консоли  $\Delta Z$  равным величине  $\Delta Z_0$ , задаваемой оператором.

### **Артефакты, вызванные неидеальностью профиля иглы АСМ**

Идеальная игла представляет собой острую пирамиду с вершиной в один атом, которая может отображать поверхности с высоким разрешением. Но в действительности чаще всего на изображении присутствуют артефакты, которые включают в себя искажения вызванные формой иглы кантилевера, термическим дрейфом, перерегулированием обратной связи, инертность пьезодатчика и электрическим шумом.

Наиболее часто в сканирующей зондовой микроскопии встречаются артефакты вызванные неидеальностью формы острия иглы. Принцип влияния формы острия иглы на изображение одиночного выступа поверхностного элемента показан на рисунке 10. Шероховатость в форме узкого нанометрового столба на поверхности отображается только либо с одинаковым (или меньшим) острием зонда.

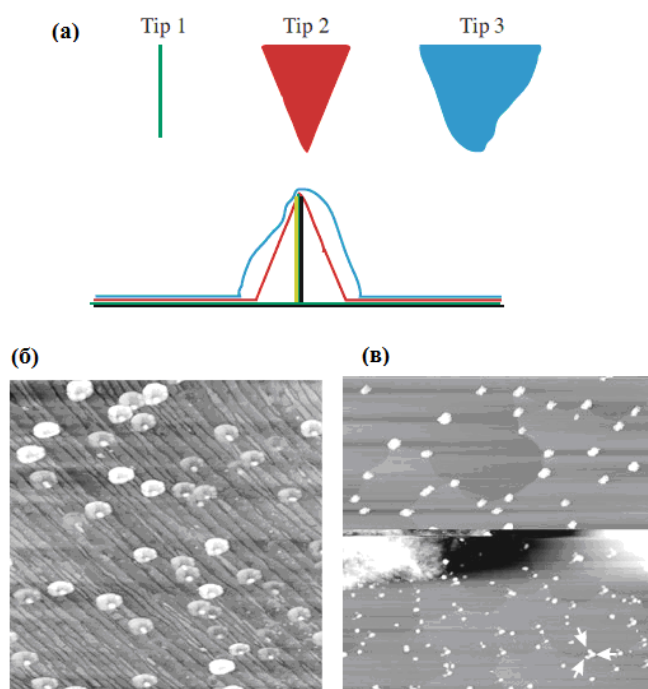


Рисунок 10. Влияние формы иглы на изображение. На вкладке а) набор кантилеверов и полученный исследуемый контур; б) карбидные кластеры с различным соотношением размеров; в) эволюция изображения из-за изменения формы иглы.

Пример этого показан на рисунке 10(б), где карбидные кластеры с высоким соотношением размеров изображены на поверхности Si. Каждый карбидный кластер изображается как небольшой высокий выступ, окруженный большим «ореолом». Все кластеры на изображении имеют одинаковую форму, которая определяется формой иглы. На рисунке 10(в), можно наблюдать, что форма острия изменяется во время получения изображения. В верхней части изображения карбидные кластеры кажутся более крупными из-за затупившегося острия. Это произошло во время контакта игла-образец. Следы этого взаимодействия продемонстрированы в левой части рисунка. Однако форма острия по-прежнему не идеальна в нижней части изображения, так как более высокие кластеры отображаются в виде трех выступов из-за формы острия, как показано стрелками на рисунке 10(в). Часто, если все (или многие) элементы на образце имеют одинаковую форму, или все функции имеют удлиненную форму в одном и том же

направлении, это указывает на затупившееся острие кантилевера, которое «визуализирует» поверхность образца.

Как правило, все топографические объекты, радиус кривизны которых меньше радиуса кривизны сканирующего зонда, отображаются неправильно. Было сделано много попыток использовать обратную свертку для восстановления реальной топографии поверхности. Однако такие попытки часто не очень полезны по трем причинам: (а) даже для известной формы острия полное восстановление истинной топографии путем обратной свертки не вполне возможно на острых впадинах или вблизи острых неровностей, поскольку существуют «мертвые зоны», т.е. части поверхности рельефа, которые никогда не достигаются иглой, как схематично показано на рисунке 11; (б) наиболее важно, что форма острия иглы вообще неизвестна и «измерение» формы острия при резкой игольчатой структуре на поверхности нецелесообразны; (в) форма острия изменяется в процессе сканирования.

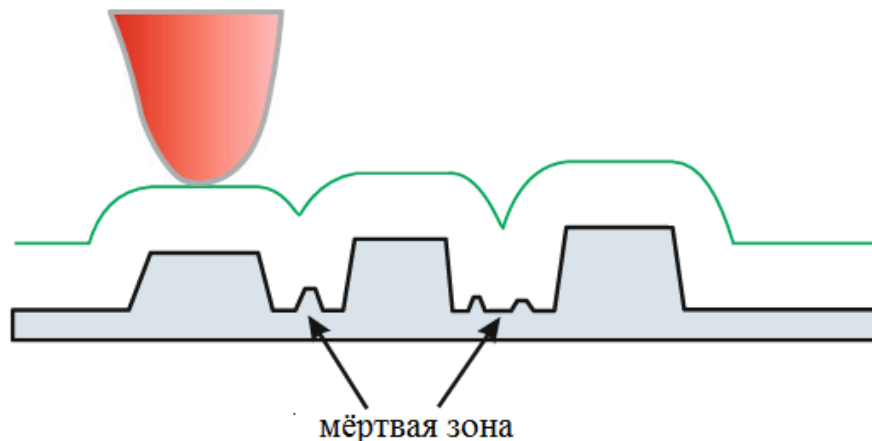


Рисунок 11. Пример артефакта - к чему приводит затупление кантилевера и его несвоевременная замена, либо неправильно выбранная модель острия зонда.

Пример использования двойного (многократного) острия представлены на образцах кремниевых nanoостровков и нанопроводов (см. рис. 12). Светло-красная линия показывает след острия иглы над поверхностью. Чем выше отображаемые структуры, тем сильнее тенденция к двойному воспроизведению (двойственному изображению). Для структур одной высоты, рельеф изображается

вершинами самого острого пика (красные стрелки), несколько более высокие структуры изображаются вершиной двойного острия (синие стрелки). Даже более высокие структуры изображаются еще большим количеством микроконтактов (зеленые стрелки).

Один частный случай затупленного острия представляет собой двойное острие, как схематично показано на рисунке 12. Такое двойное острие приводит к двойному отображению особенностей поверхности, таких как островки или нанопроволоки. Эти двойные изображения всегда происходят с одинаковым взаимным расстоянием и ориентацией, как показано синими стрелками на рисунке 12 (б). В зависимости от высоты отображаемых признаков, острие действует как единое острие для объектов с одной высотой (обозначены красными стрелками на рисунке 12 (б)), и как двойное острие для несколько более высоких объектов (обозначенных синими стрелками на рисунке 12 (б)), или в виде пяти или шестикратного острия для еще более высоких объектов (обозначены зелеными стрелками на рисунке 12 (б)).

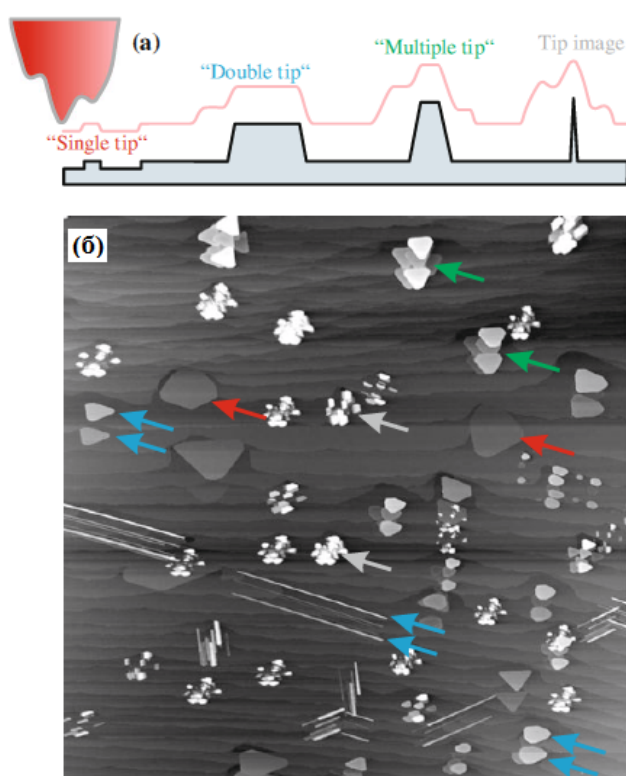


Рисунок 12. Влияние профиля иглы на полученное изображение рельефа поверхности.



## Принципы работы атомно-силового микроскопа в контактном режиме

В задаче используется один из наиболее распространенных режимов работы микроскопа - контактный. Сам атомно-силовой микроскоп является аналогом профилометра, который анализировал более крупные шероховатости\*. Остриё кантилевера находится в непосредственном контакте с поверхностью. Сканирование осуществляется, как правило, в режиме постоянной выбранной оператором силы, когда система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба консоли. При исследовании образцов с перепадами высот порядка единиц  $\text{Å}$ , возможно, применять режим сканирования при постоянной средней силе взаимодействия между зондом и поверхностью образца. В этом случае кантилевер движется на некоторой средней высоте над образцом. Изгиб консоли  $\Delta Z$ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности, записывается для каждой точки в строке сканирования. Изображение в таком режиме представляет собой пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

Достоинства режима:

- наибольшая, по сравнению с другими методами, помехоустойчивость
- наибольшая достижимая скорость сканирования
- обеспечивает наилучшее качество сканирования поверхностей с резкими перепадами рельефа

Недостатки метода:

- наличие артефактов, связанных с наличием тангенциальных сил, воздействующих на зонд со стороны поверхности
- при сканировании в атмосфере (на воздухе или любой другой среде) на зонд действуют капиллярные силы, внося погрешность в определение высоты поверхности
- практически непригоден для изучения объектов с малой механической жёсткостью (органические материалы, биологические объекты)

---

\* Аммон К. Л. «Оценка и исследование чистоты обработанных поверхностей» / М.: Оборонгиз, 1950. — 132 с.

## Обработка изображений

Полученная картина в АСМ не дает точное изображение. Эти данные нуждаются в обработке, т.к. не учитывает влияние негативных факторов на процесс формирования растрового изображения. Для получения действительной картины рельефа поверхности необходимо избавиться от ряда особенностей, связанных с процессом построения изображения, а также дефектов, вызванных, как температурным дрейфом, так и внешними колебаниями. Для борьбы с этими дефектами применяются методики, описанные ниже. Ознакомиться с вызовом этих функций в программе FemtoScan можно в инструкции к прибору.

### Вычет среднего наклона поверхности образца

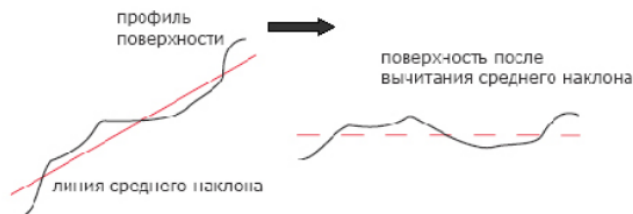


Рисунок 13. Учет наклона поверхности образца.

Получаемые изображения исследуемой поверхности, как правило, искажены фактором наклона, который может обуславливаться рядом причин: как нелинейностью движения пьезокерамики, так и возможным не идеально точным расположением образца на столике, а также температурным дрейфом иглы. Чаще всего указанный этап проводится первым в процессе обработки изображения. Для этого на первом этапе методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая плоскость  $P^{(1)}(x,y)$ , имеющая минимальные отклонения от рельефа поверхности  $Z=f(x,y)$  – которую мы и задавали как поле для сканирования. Далее производится автоматическое вычитание данной плоскости из массива данных уже отсканированного изображения. В результате получается массив данных с меньшим диапазоном значений, а мелкие детали изображения будут проявляться с большей интенсивностью, становясь более заметными исследователю, что, и продемонстрировано на рисунке 13.

## Усреднение данных

Помимо полезного сигнала на изображении всегда присутствует шумовая составляющая. Чтобы избавиться от этой составляющей, часто достаточно заменить значение в каждой точке средним арифметическим значений всех точек в некоторой ближайшей ее окрестности (см. рис. 14). Такой метод хорошо подходит для удаления шума с изображений крупных объектов.

В качестве наглядной иллюстрации к усреднению по окрестности снова рассмотрим функцию одной переменной, то есть строку со значениями. Построим график, на котором по горизонтали отложим координату точки, а по вертикали значения функции в точках (например, высоту поверхности). В результате получится профиль строки. На рисунке 14 изображен этот профиль до и после фильтрации.

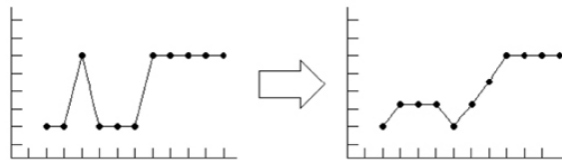


Рисунок 14. Пример усреднения.

## Пример медианной фильтрации

Хорошие результаты при удалении высокочастотных случайных помех в изображениях дает метод медианной фильтрации. Это нелинейный метод обработки изображений, когда выбирается рабочее окно фильтра, состоящее из  $n \times m$  точек. В процессе фильтрации выбранное окно перемещается по кадру от точки к точке, и производится нижеописанная процедура:

Значения амплитуды изображения в точках данного окна выстраиваются по возрастанию, и значение, стоящее в центре отсортированного ряда, заносится в центральную точку окна. Затем окно сдвигается в следующую точку, и процедура сортировки повторяется. Получается, что мощные случайные выбросы или провалы при такой сортировке всегда оказываются на краю сортируемого массива и не войдут в итоговое (отфильтрованное) изображение, результат представлен на рисунке 15.

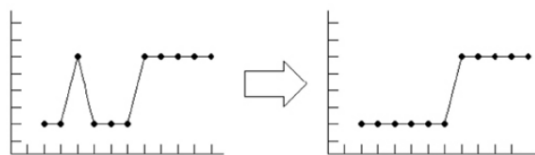


Рисунок 15. Пример медианной фильтрации.

## Подсветка

Вследствие того, что человеческий глаз лучше различает контрастные предметы, на изображении, где цветом передаются высота, мелкие детали будут не заметны на фоне крупных объектов. Существует метод управления тенью, который позволяет смоделировать эффект освещения, после чего мелкие детали проявятся без потери информации о крупных объектах. Так же можно применить методику с использованием палитры «зебра», периодически меняющейся палитры, т.е. чередование черной и белой полосы.

## Процесс сканирования

Остановка движения образца к кантилеверу происходит, когда кантилевер достигает контакта с поверхностью образца с заданной силой. Следующий этап движения, это – сканирование профиля поверхности в плоскости ху. Но перед этим этапом необходимо определить несколько важных параметров: площадь сканирования, которая зависит от возможностей используемой пьезотрубки, а также от целей исследования; скорость сканирования – параметр, необходимый для определения прохождения строчной развертки заданной длины из параметра «площадь сканирования»; а также реакцию ОС на изменение силы прижатия кантилевера, чтобы не допустить, как его поломки, так и деформации образца. При сканировании зонд движется по поверхности образца вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на фотодиоде, пропорциональная профилю рельефа поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования. Это при условии использования однопроходного режима. Кроме этого существует режим, когда кантилевер проходит каждую строку по два раза. И так цикл повторяется до достижения

нижней границы заданной области сканирования. После чего можно повторить процедуру сканирования с выбранными оптимальными параметрами, либо завершить работу.

Информация, полученная при сканировании образца, хранится в виде кадра или двумерного массива целых чисел  $a_{ij}$  (матрицы).

## **Выполнение работы**

Прежде чем приступить к работе на сканирующем зондовом микроскопе FemtoScan следует изучить руководство пользователя прибора, а также руководство пользователя к программе FemtoScan Online.

## **Техника безопасности**

Прибор подключается к сети с напряжением 220 В. Эксплуатацию сканирующего зондового микроскопа FemtoScan производить в соответствии с ПТЭ и ПТБ электроустановок потребителей напряжением до 220 В  $\pm$  5%.

## **Упражнения**

### ***Упражнение №1***

Исследование углублений фрагмента CD-диска (питов). Распознавание углублений отвечающих логическому 0 и 1. Так же необходимо убедиться в качестве полученной информации, т.е. получить форму углублений, применив необходимые фильтрации. Получить 3D изображение 0 и 1. Снять геометрические размеры углублений: ширина, длина и глубина, а также получить форму профиля по глубине. Рассчитать с помощью программы площадь углубления.

### ***Упражнение №2***

Анализ островков из Al на сапфировой ( $Al_2O_3$ ) подложке, ранее полученных с помощью электронно-стимулированной десорбции. Получить изображение поверхности: 5x5, 3x3 и 1x1 мкм. Определить разброс размеров алюминиевых островков, определить их среднюю площадь. Снять профиль поверхности полученных неоднородностей.

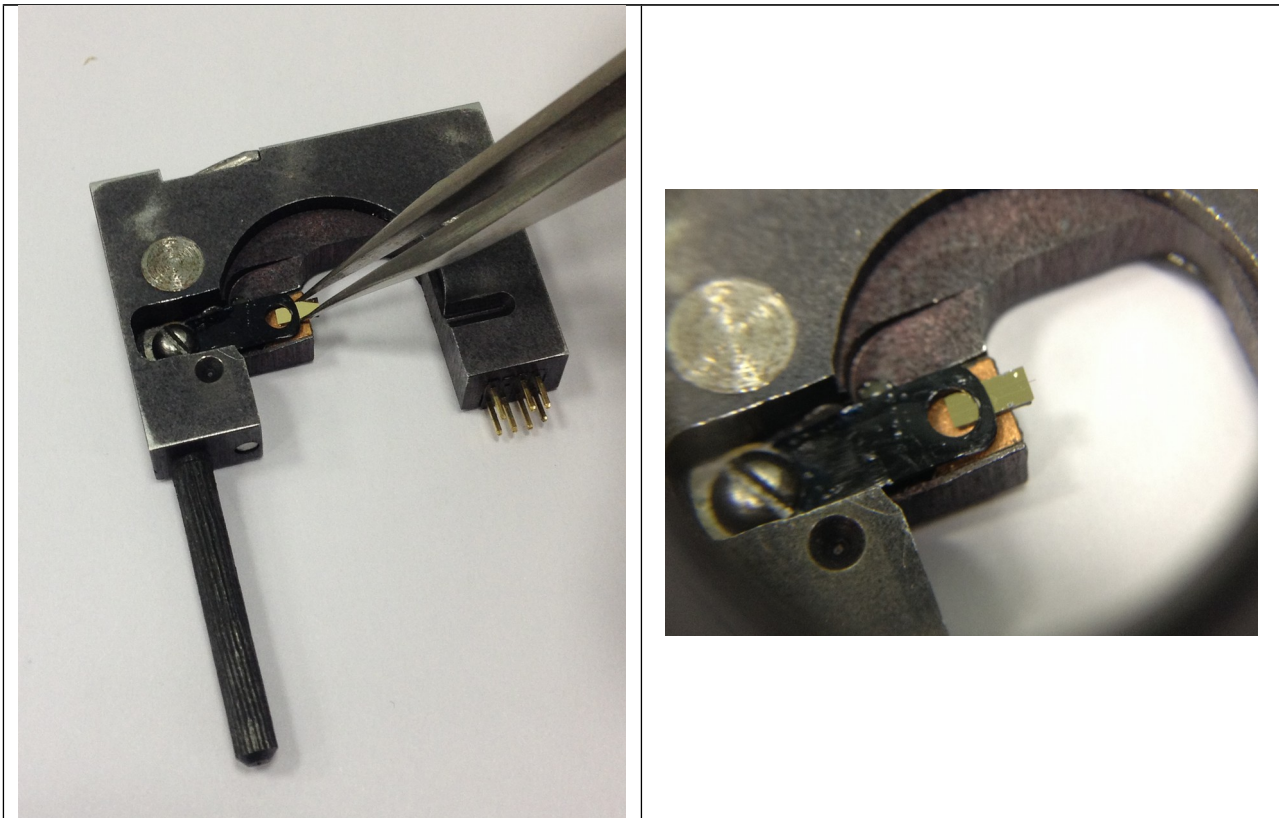
## Список литературы

1. <http://www.ntmdt.ru/>
2. Миронов В.Л. «Основы сканирующей зондовой микроскопии»// М., Техносфера 2005.
3. Неволин В., «Зондовые технологии в электронике»// М., Техносфера 2006г.
4. Ч. Киттель, «Введение в физику твёрдого тела»// М.: Наука, 1978.
5. Bert Voigtländer «Scanning Probe Microscopy», издательство Springer 2015.
6. <http://www.ammrf.org.au/myscope/>

## Приложение А. Порядок работы с микроскопом

- включите стабилизатор напряжения (**Westler**);

- включить компьютер (левый системный блок);
- установить кантилевер в держатель;

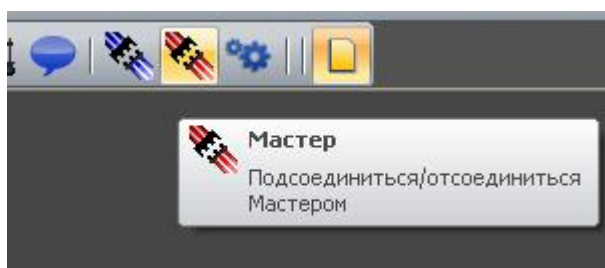


- установить держатель с кантилевером в головку микроскопа;

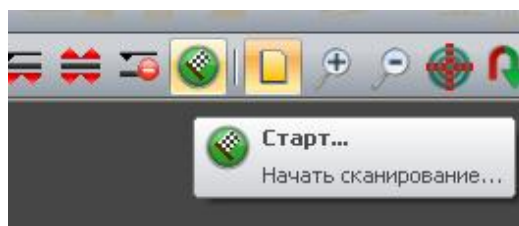


- установить столик с образцом на пьезотрубку;

- проверить подключение сигнального провода от микроскопа к сигнальному процессору;
- расположить иглу микроскопа над исследуемой областью образца на расстоянии 100-200 мкм (для ускорения процесса автоматического подвода);
- запустите программу **FemtoScan** с рабочего стола компьютера;
- осуществить вход в программу **FemtoScan** с правами **Мастера** (согласно рис. ниже)

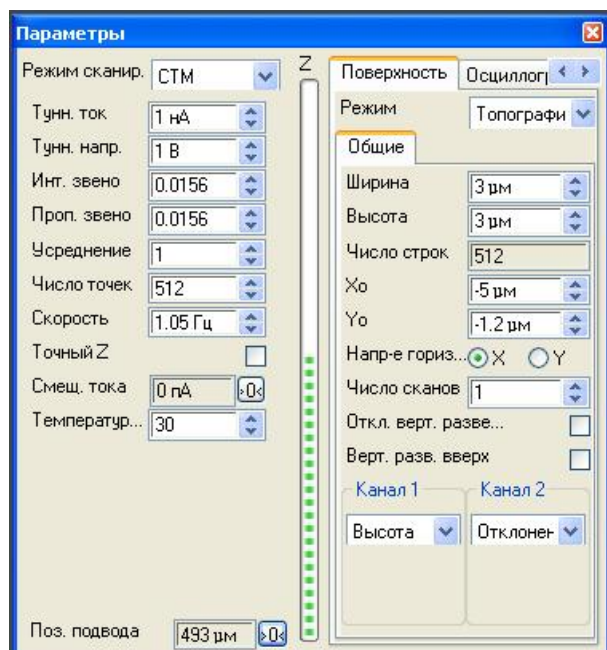


- включите микроскоп (кнопка расположена сзади правого системного блока);
- **ВАЖНО!** выгрузите информацию из буфера данных: **Старт -> Загрузка**

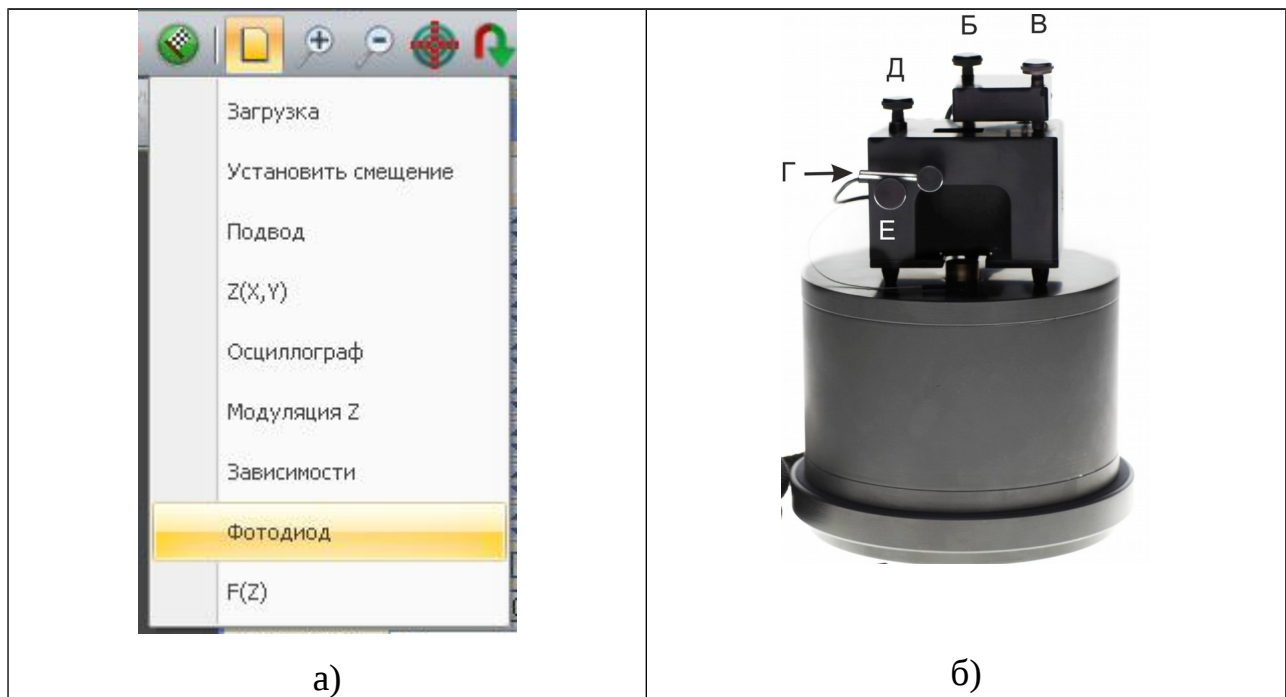


- выбрать режим работы микроскопа – **АСМ** в окне параметры: **режим сканирования**





- внести параметры: **Сила** - 9Н/м и **Жесткость** -10 (в окне **Параметры**);
- выбрать частоту опроса сигнального процессора (в окне **Параметры**): до момента контакта кантилевера с образцом установить в ячейке **Скорость** 2.4 Гц;
- нажать **Старт->Фотодиод** как указано на вкладке **(а)** ниже и с помощью ручек на микроскопе **(Б, В см вкладку (б))** установить лазерный пучок на край кантилевера, добиться максимальной интенсивности, по фотодиоду регулируя ручку **(Г)** положения отклоняющего зеркала, а также ручками **(Д, Е)** положение фотодиода.




- нажать клавишу **Старт** -> **Подвод** и ждать изменения силы прижатия кантилевера к образцу. см. шкала **Z** в окне **Параметры** (за одно нажатие клавиши «**Старт-Подвод**», столик проезжает **200 мкм** с шагом в **200 нм**; при необходимости повторить процедуру);



- после установления стабильного контакта произвести ручной подвод по шкале **Z** до **60%**. Выбрать частоту в ячейке **Скорость** порядка **1 Гц**;

выбрать площадь сканирования: окно **Параметры** -> вкладка **Поверхность**

->**Общие** ->**ширина и высота** в мкм <sup>1</sup>

- снять 3 изображения поверхности образца по требованиям в упражнениях нажав **Старт**->**Z(x,y)**
- сохранить данные нажав: **Файл**->**Экспорт в формате.jpg**
- отвестись на **200 мкм** вниз нажав  (выбрать движение вниз) и перейти к следующему образцу для исследования;
- повторить предыдущие пункты для каждого из образцов.


Примечание: в случае зашумленного изображения варьировать интегральные и пропорциональные звенья в окне параметры в интервале от 0.4 до 0.9.

<sup>1</sup> Для упражнения №1 выбрать площадь 9x9 мкм, для упражнения №2 площади 9x9 и 5x5 мкм

## Приложение Б. Функция анализа зерен.

Функция предназначена для определения истинных геометрических характеристик объектов близких к окружности на поверхности образца.

Для этого необходимо выделить на отсканированном изображении область, содержащую ровно один интересующий объект исследования, для этого

необходимо нажать на кнопку . Появятся два новых окна: окно сечения и диалоговое окно. На отсканированном изображении объект анализа будет подсвечен полупрозрачным синим цветом и обведен, синей контурной линией.

Функция позволяет вычислить следующие значения:

- **Area** – площадь объекта;
- **Circularity** – характеристика близости формы контура исследуемого объекта к окружности;
- **Heigh** – высота объекта ( расстояние от максимальной до базисной плоскости);
- **Perimeter** – длина контурной линии в проекции на плоскость XY;
- **Volume** – объем объекта.

В идеальном случае необходимо настроить базовую плоскость таким образом, чтобы весь объект подсвечивался светло-синим тоном, а все точки вне объекта закрашивались серым, т.е. находились ниже базовой плоскости. После этого можно нажать на кнопку **Добавить объект**.

Для построение 3D изображений исследуемой поверхности нажмите кнопку: 

.

Функции работы с 3D изображением:

- Поворот вокруг вертикальной оси (левая клавиша мыши (ЛКМ) + движение мыши влево или вправо);
- Приближение/удаление поверхности (ЛКМ + перемещении мыши вниз/вверх);

- Изменение масштаба изображения по вертикали (по Z: зажать клавишу Z + нажать ЛКМ и двигать мышь вверх/вниз);
- Поворот поверхность вокруг горизонтальной оси (зажать Ctrl и ЛКМ двигать мышь вверх-вниз/влево-вправо);
- Сдвиг изображение при нажатом Shift;

## **Контрольные вопросы к допуску на выполнение задачи**

1. Перечислите основные элементы АСМ;
2. На каких принципах взаимодействия основана работа АСМ?
3. Запишите формулу для потенциала Леннарда-Джонса и объясните 3 области взаимодействия;
4. Какие виды кантилеверов существуют?
5. Какие виды обработки изображения Вы узнали?
6. На что влияет скорость сканирования и сила прижатия кантилевера к образцу?
7. Как необходимо правильно направить лазерный пучок на зонд кантилевера, чтобы получить достоверное изображение?
8. Из какого числа сегментов состоит фотодиод и для чего это необходимо?