

Содержание

1. ВВЕДЕНИЕ

1.1. Историческая справка

2. ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ.

2.1 Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов.

2.2 Современные методы исследований СЗМ.

2.2.1 Методики СТМ.

2.2.1.1 Объекты исследования.

3. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов.

3.1 Сканирующие элементы.

3.2 Нелинейность пьезокерамики.

4. Методики ССМ.

4.1. Контактный режим.

4.2. Топография поверхности (режим постоянной силы).

4.3 Режим снятия изображения сил.

4.3.1 Режим регистрации ошибки обратной связи.

4.3.2 Измерение боковых сил.

5. Вибрационные и модуляционные методы измерений.

5.1 АСМ-методы.

6. Схема взаимодействия компонентов СЗМ.

7. Формирование и обработка СЗМ изображений.

7.1 Процесс сканирован.

7.2 Методы построения и обработки изображений.

7.3 Вычитание постоянного наклона.

7.4 Устранение искажений, связанных с неидеальностью сканера.

7.5 Фильтрация СЗМ изображений.

7.6 Медианная фильтрация.

7.7 Методы восстановления поверхности по ее СЗМ изображению.

8. Современные СЗМ.

9. ЛИТЕРАТУРА.

1. Введение

Сканирующий Зондовый Микроскоп (СЗМ) - это прибор, дающий возможность исследования свойств поверхностей материалов от микронного до атомарного уровня. В СЗМ существует три способа исследования поверхностей:

Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)

Сканирующая силовая микроскопия (ССМ)

Близкопольная сканирующая микроскопия (БСМ).

СТМ был изобретен сотрудниками швейцарского филиала фирмы IBM учеными Г. Биннигом и Х. Рорером в 1981 г., а ССМ - Кэлвином Гвэйтом, Гердом Биннигом и Кристофером Гербером, в 1986г. Эти технологии оказались революционными в развитии исследований свойств поверхностей и в 1985 изобретение СТМ было отмечено присуждением нобелевской премии по физике первооткрывателям - Г. Биннигу и Х. Рореру.

1.1. Историческая справка

Для наблюдения мелких объектов голландец Антони ван Левенгук в 17 веке изобрел микроскоп, открыв мир микробов. Его микроскопы были несовершенными и давали увеличение от 150 до 300 раз. Но его последователи усовершенствовали этот оптический прибор, заложив фундамент для многих открытий в биологии, геологии, физике. Однако в конце 19 века (1872 г.) немецкий оптик Эрнст Карл Аббе показал, что из-за дифракции света разрешающая способность микроскопа (то есть минимальное расстояние между объектами, когда они еще не сливаются в одно изображение) ограничена длиной световой волны (0.4 – 0.8 мкм). Тем самым он сэкономил массу усилий оптиков, пытавшихся сделать более совершенные микроскопы, но разочаровал биологов и геологов, лишившихся надежды получить прибор с увеличением выше 1500х. История создания электронного микроскопа – замечательный пример того, как самостоятельно развивающиеся области науки и техники могут, обмениваясь полученной информацией и объединяя усилия, создавать новый мощный инструмент научных исследований. Вершиной классической физики была теория электромагнитного поля, которая объяснила распространение света, возникновение электрических и магнитных полей, движение заряженных частиц в этих полях как распространение электромагнитных волн. Волновая оптика сделала понятными явления дифракции, механизм формирования изображения и игру факторов, определяющих разрешение, в световом микроскопе. Успехам в области теоретической и экспериментальной физики мы обязаны открытием электрона с его специфическими свойствами. Эти отдельные и, казалось бы, независимые пути развития привели к созданию основ электронной оптики, одним из важнейших приложений которой являлось изобретение ЭМ в 1930-х годах. Прямым намеком на такую возможность можно считать гипотезу о волновой природе электрона, выдвинутую в 1924 Луи де Бройлем и экспериментально подтвержденную в 1927 К. Дэвиссоном и Л. Джермером в США и Дж. Томсоном в Англии. Тем самым была подсказана аналогия,

позволившая построить ЭМ по законам волновой оптики. Х.Буш обнаружил, что с помощью электрических и магнитных полей можно формировать электронные изображения. В первые два десятилетия 20 в. были созданы и необходимые технические предпосылки. Промышленные лаборатории, работавшие над электронно-лучевым осциллографом, дали вакуумную технику, стабильные источники высокого напряжения и тока, хорошие электронные эмиттеры .

В 1931 Р.Руденберг подал патентную заявку на просвечивающий электронный микроскоп, а в 1932 М.Кнолль и Э.Руска построили первый такой микроскоп, применив магнитные линзы для фокусировки электронов. Этот прибор был предшественником современного оптического просвечивающего электронного микроскопа (ОПЭМ). (Руска был вознагражден за свои труды тем, что стал лауреатом Нобелевской премии по физике за 1986.) В 1938 Руска и Б. фон Боррис построили прототип промышленного ОПЭМ для фирмы «Сименс-Хальске» в Германии; этот прибор в конце концов позволил достичь разрешения 100 нм. Несколькоми годами позднее А.Пребус и Дж.Хиллер построили первый ОПЭМ высокого разрешения в Торонтском университете (Канада).

Широкие возможности ОПЭМ почти сразу же стали очевидны. Его промышленное производство было начато одновременно фирмой «Сименс-Хальске» в Германии и корпорацией RCA в США. В конце 1940-х годов такие приборы стали выпускать и другие компании .

РЭМ в его нынешней форме был изобретен в 1952 Чарльзом Отли. Правда, предварительные варианты такого устройства были построены Кноллем в Германии в 1930-х годах и Зворыкиным с сотрудниками в корпорации RCA в 1940-х годах, но лишь прибор Отли смог послужить основой для ряда технических усовершенствований, завершившихся внедрением в производство промышленного варианта РЭМ в середине 1960-х годов. Круг потребителей такого довольно простого в обращении прибора с объемным изображением и электронным выходным сигналом расширился с быстротой взрыва. В настоящее время насчитывается добрый десяток промышленных изготовителей РЭМ'ов на трех континентах и десятки тысяч таких приборов, используемых в лабораториях всего мира. В 1960-х годах разрабатывались сверхвысоковольтные микроскопы для исследования более толстых образцов. Лидером этого направления разработок был Г.Дюпуи во Франции, где в 1970 был введен в действие прибор с ускоряющим напряжением, равным 3,5 млн. вольт. РТМ был изобретен Г.Биннигом и Г.Рорером в 1979 в Цюрихе. Этот весьма простой по устройству прибор обеспечивает атомное разрешение поверхностей. За свою работу по созданию РТМ Бинниг и Рорер (одновременно с Руской) получили Нобелевскую премию.

В 1986 году Рорером и Биннигом был изобретен сканирующий зондовый микроскоп. С момента своего изобретения СТМ широко используется учеными самых разных специальностей, охватывающих практически все естественнонаучные дисциплины начиная от фундаментальных исследований в области физики, химии, биологии и до конкретных технологических

приложений. Принцип действия СТМ настолько прост, а потенциальные возможности так велики, что невозможно предсказать его воздействие на науку и технику даже ближайшего будущего.

Как оказалось в дальнейшем, практически любые взаимодействия острейного зонда с поверхностью (механические, магнитные) могут быть преобразованы с помощью соответствующих приборов и компьютерных программ в изображение поверхности .

Установка сканирующего зондового микроскопа состоит из нескольких функциональных блоков, изображенных на рис. 1. Это, во-первых, сам микроскоп с пьезоманипулятором для управления зондом, преобразователем туннельного тока в напряжение и шаговым двигателем для подвода образца; блок аналого-цифровых и цифро-аналоговых преобразователей и высоковольтных усилителей; блок управления шаговым двигателем; плата с сигнальным процессором, рассчитывающим сигнал обратной связи; компьютер, собирающий информацию и обеспечивающий интерфейс с пользователем. Конструктивно блок ЦАПов и АЦП установлен в одном корпусе с блоком управления шаговым двигателем. Плата с сигнальным процессором (DSP – Digital Signal Processor) ADSP 2171 фирмы Analog Devices установлена в ISA слот расширения персонального компьютера .

Общий вид механической системы микроскопа представлен на рис. 2. В механическую систему входит основание с пьезоманипулятором и системой плавной подачи образца на шаговом двигателе с редуктором и две съемные измерительные головки для работы в режимах сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии. Микроскоп позволяет получить устойчивое атомное разрешение на традиционных тестовых поверхностях без применения дополнительных сейсмических и акустических фильтров .

2.Основная часть

2.1.Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью специальным образом подготовленных зондов в виде игл. Рабочая часть таких зондов (острие) имеет размеры порядка десяти нанометров. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0,1 – 10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат различные типы взаимодействия зонда с поверхностью. Так, работа туннельного микроскопа основана на явлении протекания туннельного тока между металлической иглой и проводящим образцом; различные типы силового взаимодействия лежат в основе работы атомно-силового, магнитно-силового и электросилового микроскопов. Рассмотрим общие черты, присущие различным зондовым микроскопам. Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром P . Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость параметра P от расстояния зонд-образец, то

данный параметр может быть использован для организации системы обратной связи (ОС), контролирующей расстояние между зондом и образцом. На рис. 3 схематично показан общий принцип организации обратной связи СЗМ [5].

Система обратной связи поддерживает значение параметра P постоянным, равным величине P^0 , задаваемой оператором. Если расстояние зонд-поверхность изменяется, то происходит изменение параметра P . В системе ОС формируется разностный сигнал, пропорциональный величине $\Delta P = P - P^0$, который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент ИЭ. Исполнительный элемент обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Таким образом можно поддерживать расстояние зонд – образец с большой точностью. При перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия P , обусловленное рельефом поверхности. Система ОС обрабатывает эти изменения, так что при перемещении зонда в плоскости X, Y сигнал на исполнительном элементе оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Для получения СЗМ изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца. При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе, пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка), и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, а затем СЗМ изображение рельефа поверхности строится с помощью средств компьютерной графики. Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и другие.

2.2.Современные методы исследований СЗМ

2.2.1.Методики СТМ

Методика	Особенности
Стандартная	Получение изображения рельефа (Следует иметь в виду, что в режиме СТМ картина рельефа поверхности по сути дела определяется условиями возникновения туннельного тока, величина которого является функцией не только расстояния, но и электронных свойств поверхности) проводящей поверхности или картины распределения туннельного тока при постоянной высоте иглы.

Литография	локальное воздействие на поверхность импульсами напряжения. Служит для изменения рельефа, физических и химических свойств проводящих поверхностей или пленок на поверхности.
Сканирующая Туннельная Спектроскопия (СТС)	измерение вольтамперных характеристик в заданных точках поверхности или регистрация распределения по поверхности величины dI/dU , содержащей информацию о локальной спектральной плотности электронных состояний. Прибор можно запрограммировать на снятие кривых I-U в каждой точке области и из собранных данных получить трехмерную картину электронной структуры области. Все указанные методы предназначены для зондирования локальной электронной структуры поверхности с использованием СТМ
Измерение локальной высоты потенциального барьера	измерение зависимости $I(z)$ туннельного тока от величины туннельного зазора или регистрация распределения по поверхности величины dI/dz , содержащей информацию о локальной высоте потенциального барьера (локальной работе выхода электронов)

2.2.1.1 Объекты исследования

Сканирующая туннельная микроскопия может быть применена для исследования поверхностей проводников и тонких пленок (или небольших объектов), нанесенных на поверхность проводника. Например, это могут быть поверхности благородных металлов или графита (HOPG). Они же обычно используются и как подложки для нанесения других объектов, исследуемых методами СТМ. Что касается остальных проводников, то большинство из них на воздухе не только покрываются адсорбатами, но и окисляются. Вероятность туннелирования электронов сквозь них может быть весьма мала (из-за толщины слоя, либо из-за его электронных свойств). На таких материалах туннельная микроскопия не позволяет получать хорошего разрешения. Например, кремний может исследоваться методами СТМ с атомарным разрешением только в высоком вакууме. Для исследования поверхностей таких веществ с помощью СТМ иногда могут быть применены методы пассивирования поверхности.

Что касается исследований свойств пленок на поверхности проводника то задачу применимости СТМ приходится решать в каждом конкретном случае. Причем полученные результаты могут зависеть не только от свойств материала, но и от свойств подложки, и от метода нанесения. Например, СТМ успешно применяется для исследований ЛБ пленок, а также некоторых биологических объектов (молекул и даже вирусов).

3. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов

3.1 Сканирующие элементы

Для работы зондовых микроскопов необходимо контролировать рабочее расстояние зонд-образец и осуществлять перемещения зонда в плоскости образца с высокой точностью (на уровне долей ангстрема). Эта задача решается с помощью специальных манипуляторов – сканирующих элементов (сканеров). Сканирующие элементы зондовых микроскопов изготавливаются из пьезоэлектриков – материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезоэлектрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Уравнение обратного пьезоэффекта для кристаллов записывается в виде:

$$u_{ij} = d_{ijk} * E_k$$

где u_{ij} – тензор деформации, E_k – компоненты электрического поля, d_{ijk} – компоненты тензора пьезоэлектрических коэффициентов. Вид тензора пьезоэлектрических коэффициентов определяется типом симметрии кристаллов [5].

В различных технических приложениях широкое распространение получили преобразователи из пьезокерамических материалов. Пьезокерамика представляет собой поляризованный поликристаллический материал, получаемый методами спекания порошков из кристаллических сегнетоэлектриков. Поляризация керамики производится следующим образом. Керамику нагревают выше температуры Кюри (для большинства пьезокерамик эта температура менее 300°C), а затем медленно охлаждают в сильном (порядка 3 кВ/см) электрическом поле. После остывания пьезокерамика имеет наведенную поляризацию и приобретает способность изменять свои размеры (увеличивать или уменьшать в зависимости от взаимного направления вектора поляризации и вектора внешнего электрического поля).

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьезоэлементы (рис. 4). Они позволяют получать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые

тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры. В этом случае продольная деформация под действием радиального электрического поля может быть записана в виде:

$$\Delta x = \frac{l_0}{d} dE_r$$

где l_0 – длина трубки в недеформируемом состоянии. Абсолютное удлинение пьезотрубки равно

$$\Delta x = d^* \frac{l_0}{h} V$$

где h – толщина стенки пьезотрубки, V – разность потенциалов между внутренним и внешним электродами. Таким образом, при одном и том же напряжении V удлинение трубки будет тем больше, чем больше ее длина и чем меньше толщина ее стенки [5].

Соединение трех трубок в один узел позволяет организовать прецизионные перемещения зонда микроскопа в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Такой сканирующий элемент называется триподом.

Недостатками такого сканера являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции. На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и схема расположения электродов. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации.

Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом осуществляется сканирование в плоскости X, Y . Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси Z .

Таким образом, можно организовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы имеют часто более сложную конструкцию, однако принципы их работы остаются теми же самыми.

Широкое распространение получили также сканеры на основе биморфных пьезоэлементов. Биморф представляет собой две пластины пьезоэлектрика, склеенные между собой таким образом, что вектора поляризации в каждой из них направлены в противоположные стороны (рис. 6). Если подать напряжение на электроды биморфа, как показано на рис. 6, то одна из пластин будет расширяться, а другая сжиматься, что приведет к изгибу всего элемента. В реальных конструкциях биморфных элементов создается разность потенциалов между внутренним общим и внешними электродами так, чтобы в одном элементе поле совпадало с направлением вектора поляризации, а в другом было направлено противоположно.

Изгиб биморфа под действием электрических полей положен в основу работы биморфных пьезосканеров. Объединяя три биморфных элемента в одной конструкции, можно реализовать трипод на биморфных элементах.

Если внешние электроды биморфного элемента разделить на четыре сектора, то можно организовать движение зонда по оси Z и в плоскости X, Y на одном биморфном элементе (рис. 7).

Действительно, подавая противофазные напряжения на противоположные пары секций внешних электродов, можно изгибать биморф так, что зонд будет двигаться в плоскости X, Y (рис. 7 (а, б)). А изменяя потенциал внутреннего электрода относительно всех секций внешних электродов, можно прогибать биморф, перемещая зонд в направлении Z (рис. 7 (в, г)).

3.2 Нелинейность пьезокерамики

Несмотря на ряд технологических преимуществ перед кристаллами, пьезокерамики обладают некоторыми недостатками, отрицательно влияющими на работу сканирующих элементов. Одним из таких недостатков является нелинейность пьезоэлектрических свойств. На рис. 8 в качестве примера приведена зависимость величины смещения пьезотрубки в направлении Z от величины приложенного поля. В общем случае (особенно при больших управляющих полях) пьезокерамики характеризуются нелинейной зависимостью деформаций от поля (или от управляющего напряжения).

Таким образом, деформация пьезокерамики является сложной функцией внешнего электрического поля:

$$u^{\psi} = u^{\psi}(\bar{E})$$

Для малых управляющих полей данная зависимость может быть представлена в следующем виде:

$$u_{ij} = d_{ijk} * E_k + \alpha_{ijkl} * E_k * E_l + \dots$$

где d_{ijk} и α_{ijkl} - линейные и квадратичные модули пьезоэлектрического эффекта. Типичные значения полей E^* , при которых начинают сказываться нелинейные эффекты, составляют порядка 100 В/мм. Поэтому для корректной работы сканирующих элементов обычно используются управляющие поля в области линейности керамики ($E < E^*$) [5].

электронный микроскоп сканирующий зондовый

3.3 Крип пьезокерамики и гистерезис пьезокерамики

Другим недостатком пьезокерамики является так называемый крип (creep – ползучесть) – запаздывание реакции на изменение величины управляющего электрического поля.

Крип приводит к тому, что в СЗМ изображениях наблюдаются геометрические искажения, связанные с этим эффектом. Особенно сильно крип сказывается при выводе сканеров в заданную точку для проведения локальных измерений и на начальных этапах процесса сканирования. Для уменьшения влияния крипа керамики применяются временные задержки в указанных процессах, позволяющие частично скомпенсировать запаздывание сканера.

Еще одним недостатком пьезокерамик является неоднозначность зависимости удлинения от направления изменения электрического поля (гистерезис).

Это приводит к тому, что при одних и тех же управляющих напряжениях пьезокерамика оказывается в различных точках траектории в зависимости от направления движения. Для исключений искажений СЗМ изображений, обусловленных гистерезисом пьезокерамики, регистрацию информации при сканировании образцов производят только на одной из ветвей зависимости.

4.Методики ССМ

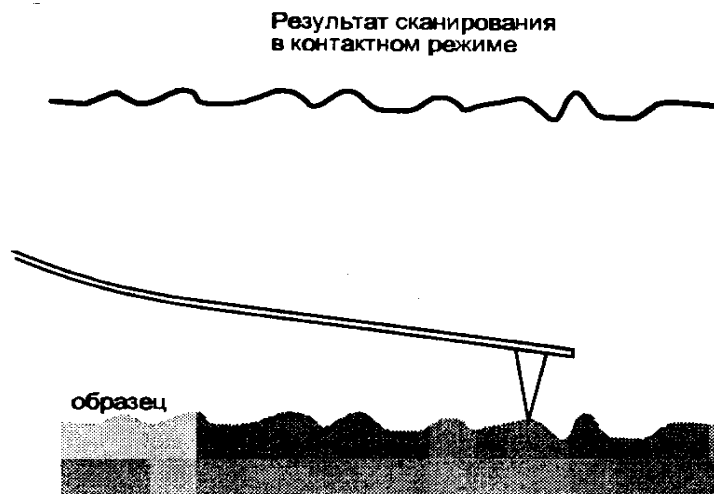
Таблица 2

Методика	Особенности
Стандартная	получение изображения рельефа проводящей и непроводящей поверхности.
Режим измерения Боковых Сил (РБС)	получение изображения распределения боковых сил и, в частности сил трения на исследуемой поверхности. Измерения в РБС полезны для исследования поверхностного трения, разного из-за неоднородности материала, а также полезны для получения изображений краевых контуров любых поверхностей.
Резонансная мода	отличается минимальным повреждением поверхности из всех ССМ методик, потому что при ее использовании уменьшаются боковые силы (силы трения) между образцом и иглой. Таким образом, резонансная мода позволяет исследовать мягкие и желеобразные объекты, которые могут быть разрушены в обычной ССМ моде из-за присутствия боковых сил. При прочих равных условиях работа в резонансной моде позволяет достигать лучшего разрешения микрорельефа поверхности для легко деформируемых объектов.

4.1. Контактный режим

Кантилевер непосредственно касается иглой поверхности образца и работает на отталкивание от поверхности (Рис. 4).

Рис.4



В идеальных условиях сила воздействия на образец определяется прогибом и жесткостью кантилевера. Во время сканирования регистрируется отклонение зонда по углу при помощи оптической системы из лазера и четырех секционного зонда (Рис. II).

Контактный режим работы ССМ можно разделить в зависимости от окружающей среды на воздушный и жидкостной варианты. Воздушный удобней и проще в работе, однако в жидкостном можно достигнуть меньших сил взаимодействия кантилевера с образцом и, следовательно, исследовать более мягкие образцы без разрушения. Кроме того, в жидкостном варианте некоторые объекты могут наблюдаться только в естественной для них среде - это клетки и другие биологические объекты, растворы органики и далее будет рассматриваться работа с воздушным вариантом ССМ.

Воздушный контактный ССМ хорошо зарекомендовал себя при исследовании достаточно жестких объектов, таких как кристаллы микросхем, наноструктуры, пленки различных неорганических материалов и многое другое. Вместе с тем с его помощью удается получать достаточно хорошие результаты при исследовании биологических объектов (клеток, вирусов), ЛБ-пленок органических материалов.

Силы, действующее мелису кантилевером и образцом

Здесь будут кратко рассмотрены силы взаимодействия между кантилевером и образцом. При приближении кантилевера к поверхности образца на него начинает действовать сила Ван-дер-Ваальсового притяжения



Рис. 5

Она достаточно дальнедействующая и заметна с расстояния десятков ангстрем. Затем на расстоянии в несколько ангстрем начинает действовать сила

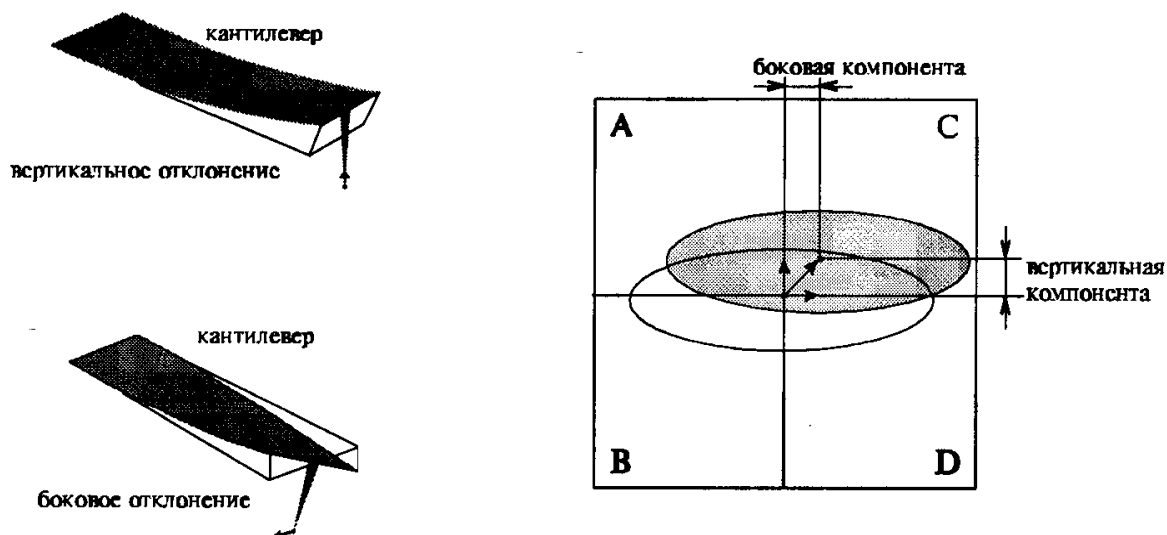
отталкивания. Во влажном воздухе на поверхности образца присутствует слой воды. Возникают капиллярные силы, дополнительно прижимающие кантилевер к образцу и увеличивающие минимально достижимую силу взаимодействия. На разных образцах и с разными кантилеверами кривая силы может заметно отличаться. Достаточно часто может возникать электростатическое взаимодействие между зондом и образцом. Это может быть как отталкивание, так и притяжение. В случае отталкивания возможна ситуация, когда подвод кантилевера прекращается до касания с образцом. В этом случае можно увеличить силу прижима при повторном подводе, либо оставить прибор на некоторое время (часы) для статического электричества

Ван-дер-Ваальсово притяжение, капиллярные, электростатические силы, силы отталкивания в области касания иглы с поверхностью образца и силы, действующие на иглу со стороны деформированного кантилевера, в равновесии должны компенсировать друг друга. В месте касания острия иглы с поверхностью возникают заметные деформации как острия иглы, так и образца. Избежать деформаций можно при силах порядка 10^{-11} Н, но это возможно лишь при работе в жидкости.

4.2. Топография поверхности (режим постоянной силы)

Измерение рельефа поверхности с поддержанием постоянной силы воздействия иглы кантилевера на поверхность образца является основой для измерения локальной жесткости поверхности, локальной вязкости и локальной силы трения.

Рассмотрим подробнее оптическую схему измерения угла отклонения зонда (Рис,11). Излучение полупроводникового лазера с длиной волны 650-670нм фокусируется объективом в эллиптическое пятно размером ~50 мкм на отражающей поверхности кантилевера. Отраженный луч попадает на четырехсекционный фотодиод. Вертикальное отклонение регистрируется по разностному сигналу $(A+C) - (B+D)$ (Рис. 6). Боковые силы вызывают крутильную деформацию кантилевера отраженный луч смещается в перпендикулярном направлении. Боковое отклонение регистрируется по разностному сигналу $(A+B) - (C+D)$



(Рис.6)

Функциональная схема работы АСМ в режиме поддержания постоянной силы может быть описана следующим образом:

Разностный сигнал с регистрирующей системы усиливается и подается на интегратор. При отклонении от заданного значения он воспринимается как сигнал ошибки и интегрируется, что обеспечивает правильную отработку системой постоянного смещения пьезодвижителя. Сигнал с интегратора подается на высоковольтный усилитель, а с него на пьезодвижитель, что компенсирует возникшую ошибку. Обратная связь поддерживает сигнал рассогласования вблизи заданного уровня. Напряжение с интегратора подается на усилитель с регулируемым коэффициентом усиления, поскольку необходимо обеспечить разную чувствительность измерительной части прибора при работе с атомарным разрешением и на образцах с грубым рельефом. Затем сигнал подается на аналого-цифровой преобразователь, а оттуда через интерфейсную плату записывается в память компьютера и интерпретируется как рельеф образца. Сила прижима кантилевера к образцу выставляется при начальной юстировке фотодиода. Дополнительный блок установки смещения обеспечивает возможность изменения силы прижима в подведенном положении. При этом обратная связь обеспечивает поддержание разностного сигнала. Дистанционная регулировка силы увеличивает удобство работы с прибором. (При отклонении разностного сигнала от нуля начинают проявляться шумы интенсивности лазера. Поэтому нужно осторожно применять электронную регулировку силы на образцах с малым рельефом, например, при достижении атомарного разрешения. Точность работы применяемой здесь интегральной обратной связи зависит от петлевого коэффициента усиления. Достижение максимальных скоростей сканирования требует быстрой работы обратной связи. Для увеличения скорости отработки обратной связью сигнала ошибки выгодно ставить максимальный коэффициент петлевого усиления. Но при слишком большом коэффициенте усиления может быть достигнут порог генерации. Работа вблизи порога генерации характеризуется большими переколебаниями и поэтому точность падает. С другой стороны при слишком малых коэффициентах усиления обратная связь не успевает отслеживать резкие изменения рельефа, что также снижает точность измерений. Поэтому существует оптимальный коэффициент усиления для каждой системы зонд-образец, который обеспечивает максимальную точность работы обратной связи и достоверность данных.

На петлевой коэффициент усиления влияет несколько причин. В зависимости от применяемого кантилевера при прочих равных параметрах он может изменяться в несколько раз. Коэффициент усиления изменяется обратно пропорционально длине кантилевера, и следовательно, чем кантилевер короче, тем выше коэффициент передачи. Кроме того, коэффициент усиления может заметно изменяться в зависимости от юстировки кантилевера. Оператор может

контролировать петлевой коэффициент усиления регулировкой усилителя с изменяемым коэффициентом усиления в интеграторе.

При больших значениях петлевого усиления генерация возникает на частотах первого резонанса пьезосканера. Для сканера с полем $11 \times 11 \text{ мкм}^2$ - примерно 10 кГц, с полем $25 \times 25 \text{ мкм}^2$ около 7,5 кГц. Частота генерации зависит от массы образца. Для устранения генерации достаточно уменьшить коэффициент усиления регулируемого усилителя. При этом амплитуда автоколебаний будет уменьшаться без изменения частоты.

При наличии большого трения между образцом и иглой также может возникать другой вид генерации.

Для него характерно, что при уменьшении коэффициента усиления в петле обратной связи, частота уменьшается без изменения амплитуды, причем может достигать долей герца, но тем не менее генерация всегда присутствует. Избежать этого вида генерации можно уменьшением силы трения за счет уменьшения силы взаимодействия или использованием коротких кантилеверов. При сканировании амплитуда генерации значительно падает, поэтому во многих случаях ее присутствие практически не сказывается на качестве изображения.

На полученном в результате сканирования изображении могут присутствовать сбои, имеющие вид отдельных линий в направлении сканирования, отличающихся по высоте от общего рельефа. Они вызваны тем, что игла цепляется за неровности рельефа и затем проскальзывают по образцу или тем, что игла частично разрушает образец. Избежать таких сбоев можно подбором направления сканирования, уменьшением силы прижима, уменьшением скорости сканирования. Выбор направления сканирования в различных режимах связан с тем, что кантилевер по-разному взаимодействует с возникающими изменениями рельефа. При сканировании в положительном направлении (+Y) можно считать, что кантилевер движется снизу вверх относительно изображения поверхности на мониторе (на самом деле сканирование осуществляется образцом, который движется в обратном направлении). При этом он наезжает на препятствия пологим склоном иглы и при этом преодолевает их. При таком варианте сканирования сбои - срывы кантилевера возникают реже. Если же он наезжает на препятствия стороной под углом 75° , то он значительно чаще цепляется за неровности и чаще возникают сбои на изображении. Вообще, в зависимости от образца необходимо подбирать направление сканирования. В части случаев оказывается выгодным сканировать на +X или -X, например, при снятии изображения боковых сил. На изображении могут возникать характерные следы связанные с особенностями рельефа в направлении быстрого сканирования, обусловленные конечной скоростью работы обратной связи. Их величина зависит от скорости сканирования, петлевого коэффициента усиления, характера рельефа. Если во время сканирования регистрировать сигнал ошибки обратной связи, то эти отклонения будут хорошо видны. Получившееся изображение содержит практически всю потерянную при снятии топографии информацию. Используя результаты сканирования в режиме топо-графии и в

режиме регистрации ошибки обратной связи, можно точнее восстанавливать топографию поверхности.

4.3 Режим снятия изображения сил.

Работа АСМ с использованием обратной связи приводит к увеличению уровня шумов, частичной потере информации о топографии поверхности или ограничению скорости сканирования. В некоторых случаях оказывается полезным использование режима сканирования при котором обратная связь отключается, положение пьезосканера по Z фиксируется, а регистрируемым сигналом становится непосредственно сигнал рассогласования в фотодиоде. Это режим постоянной высоты ($Z=\text{const}$). В этом случае сила прижатия кантилевера к поверхности изменяется в процессе сканирования. Однако, если образец достаточно жесткий, получаемое изображение хорошо отражает топографию поверхности. Используя результаты снятия зависимости прогиба кантилевера от расстояния между зондом и образцом, можно пересчитать регистрируемый ток в линейные размеры. Однако нужно помнить, что при больших отклонениях от нулевого положения зависимость разностного сигнала рассогласования от перемещения зонда становится нелинейной. Примерный диапазон линейности зависит от кантилевера: чем короче кантилевер, тем меньше диапазон. Динамика отслеживания поверхности в этом режиме ограничена частотными свойствами кантилевера, а не обратной связи. Резонансные частоты кантилеверов значительно выше характерной частоты обратной связи, которая составляет единицы килогерц. Это дает возможность сканировать с более высокими скоростями

4.3.1 Режим регистрации ошибки обратной связи.

Ошибка обратной связи, возникающая при сканировании в режиме топографии, содержит дополнительную информацию о топографии. Она может быть использована для более точного восстановления рельефа.

Однако этот режим можно рассматривать как промежуточный между режимом постоянной силы и постоянной высоты, если отрегулировать скорость отработки обратной связи так, чтобы она отслеживала пологие изменения рельефа и не успевала отслеживать крутые. Тогда во время пересечения зондом небольших неоднородностей сканирование будет происходить при почти постоянной длине пьезосканера. В результате на изображении будут слабо проявляться медленные изменения рельефа и с высоким контрастом - резкие. Это может быть полезно для отыскания мелких неоднородностей на большом поле на фоне крупных пологих особенностей рельефа.

4.3.2 Измерение боковых сил

Во время сканирования по $+X$ или $-X$ возникает дополнительная крутильная деформация кантилевера. Она обусловлена моментом сил, действующих на

острие иглы. Угол кручения при небольших отклонениях пропорционален боковой силе. Измерительная система микроскопа позволяет регистрировать кручение кантилевера. Луч лазера, отраженный от кантилевера, получает в этом случае дополнительное смещение в боковом направлении (Рис.6). В этом случае регистрируется сигнал $(A+B) - (C+D)$. Для измерения боковых сил АСМ работает в режиме поддержания постоянной силы, т.е. как при снятии топографии.

При движении по плоской поверхности, на которой присутствуют участки с разным коэффициентом трения, угол кручения будет изменяться от участка к участку (Рис.7).

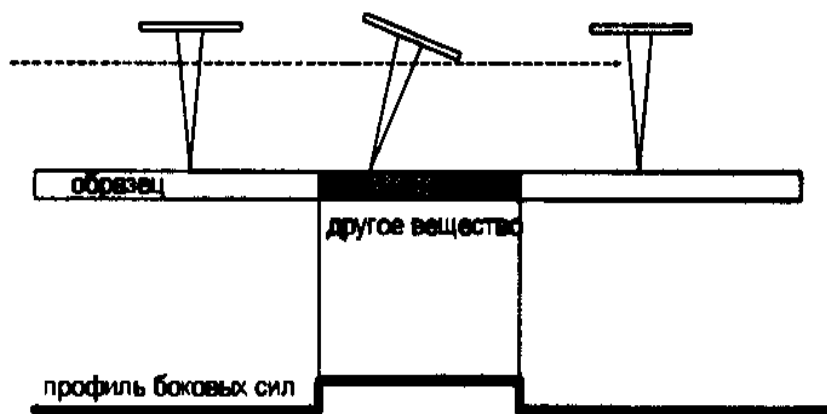


Рис.7

Это позволяет говорить об измерении локальной силы трения. Если присутствует рельеф, то такая интерпретация невозможна (Рис, 8).

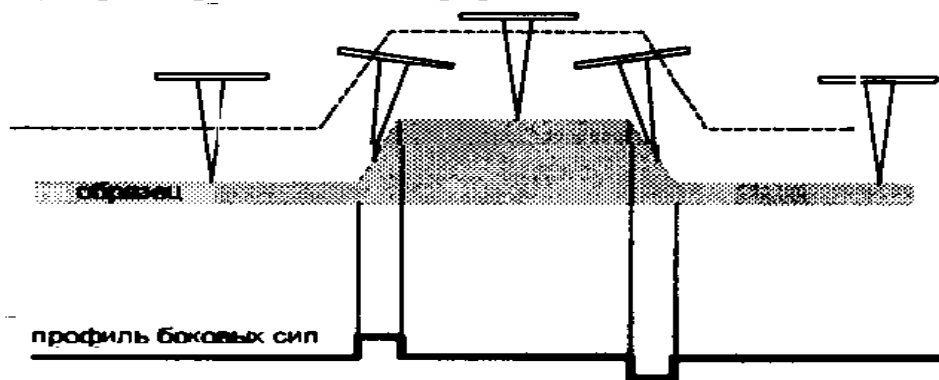


Рис.8

Тем не менее, этот вид измерений позволяет получать изображения, на которых хорошо видны мелкие особенности рельефа, и облегчать их поиск. В режиме измерения боковых сил легко получать атомарное разрешение на слюде и некоторых других слоистых материалах.

Следует отметить, что при измерении топографии с атомарным разрешением получается атомарный рельеф до нескольких ангстрем, тогда как реальный рельеф составляет доли ангстрема. Такая большая величина рельефа объясняется влиянием крутильной деформации кантилевера из-за неидеальности

региструющей системы - кручения кантилевера воспринимается как его продольный изгиб. Это возникает например даже при очень небольшом угле поворота фотодиода относительно направления движения луча при продольном изгибе кантилевера.

5. Вибрационные и модуляционные методы измерений

На базе различных принципов зондовой микроскопии были разработаны многочисленные методы получения информации о свойствах поверхности, использующие вибрацию зонда или образца или модуляцию параметра.

Использование вибрации или модуляции на достаточно высокой частоте позволяет, с одной стороны, регистрировать дифференциальные характеристики, поддерживая постоянные средние значения величин, а с другой стороны - значительно уменьшать величины шумов с частотной зависимостью $1/f$ (где f - частота) за счет переноса спектра сигнала из области вблизи 0 Гц в область высоких частот.

В числе общих преимуществ отдельных вибрационных методов можно назвать, во-первых, использование резонансных свойств системы, что позволяет существенно повысить чувствительность по сравнению со статическим измерением, а во-вторых, уменьшение сил взаимодействия, в частности, боковых, между зондом и поверхностью в бесконтактном (полуконтактном) режимах. В СТМ-режиме вибрация образца или иглы позволяет модулировать туннельный зазор и, детектируя изменения туннельного тока, получать сигнал dI/dz , дающий информацию о локальной высоте потенциального барьера для электронов (локальной работе выхода). Модуляция туннельного напряжения u в СТМ - режиме позволяет регистрировать сигнал dI/dz , определяемый локальной спектральной плотностью состояний.

В АСМ режиме вибрация образца и регистрация амплитуды отклика кантилевера дает информацию о локальной жесткости образца. Детектирование амплитуды и/или фазы колебаний кантилевера, возбуждаемого ньеозоэлементом, позволяет сканировать в бесконтактном и полуконтактном режиме рельеф поверхности даже таких образцов, которые нельзя исследовать в контактном режиме ввиду того, что они легко деформируются или разрушаются иглой кантилевера. Эти режимы позволяют также использовать кантилеверы с тонкими и очень острыми иглами, которые в контактном режиме сами легко разрушаются.

Режим спектроскопии

В режиме спектроскопии модулируется туннельное напряжение и между образцом и иглой, и регистрируется амплитуда отклика туннельного тока на эту модуляцию. При этом постоянная составляющая туннельного напряжения остается неизменной, и обратная связь поддерживает постоянное среднее

значение туннельного тока. Таким образом, результат измерения представляет собой производную dI/dU в заданной точке вольт-амперной характеристики. Поскольку форма вольт-амперной характеристики определяется в первую очередь энергетическим спектром объемных и поверхностных электронных состояний иглы и образца, этот режим и получил название режима спектроскопии.

В режиме спектроскопии, как и в режиме измерения локальной высоты барьера, важно, чтобы обратная связь успевала с высокой точностью поддерживать постоянным среднее значение I (если усилитель работает не в логарифмическом режиме), поскольку на многих образцах изменение среднего значения I из-за неровностей рельефа может привести к гораздо большим отклонениям амплитуды колебаний туннельного тока, чем изменение свойств поверхности.

5.1 АСМ-методы

К числу вибрационных методов АСМ относятся бесконтактный, полуконтактный режим и режим локальной жесткости.

Бесконтактным режим

Бесконтактный режим обеспечивает измерение Ван-дер-Ваальсовых электронных, магнитных сил вблизи поверхности, причем сила взаимодействия может быть очень малой (порядка 10^{-12} Н), что позволяет исследовать очень чувствительные или слабо связанные с поверхностью объекты, не разрушая, и не сдвигая их.

Вкладыш - держатель кантилевера (Рис.9) содержит пьезокерамическую пластинку, вибрации которой передаются кантилеверу и возбуждают его колебания на требуемой частоте, которая во всех разновидностях этого метода выбирается в пределах одного из резонансных пиков на амплитудно-частотной характеристике (АЧХ).

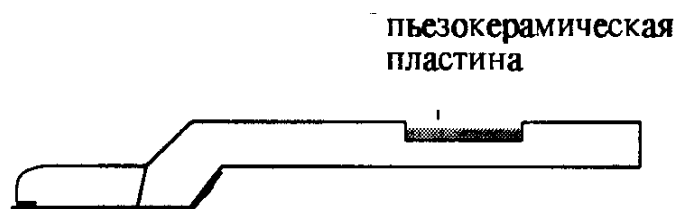


Рис. 9

Возбуждающий сигнал формируется цифровым синтезатором, содержащим высокостабильный кварцевый генератор, что позволяет поддерживать частоту сигнала с относительной точностью не хуже 10^{-5} - 10^{-6} . Переменная составляющая сигнала с четырехсекционного фотодиода, обусловленная колебаниями

кантилевера, усиливается и попадает на вход синхронного детектора, который можно формировать:

сигнал, пропорциональный амплитуде основной частоты или одной из гармоник. сигнал сдвига фазы (колебаний кантилевера относительно возбуждающего сигнала.

либо сигнал произведения амплитуды на эт или соб сдвига фазы. Любой из перечисленных сигналов может быть включен в петлю обратной связи.

Вблизи поверхности образца вибрирующий с малой амплитудой кантилевер попадает в неоднородное силовое поле. Наличие градиента силы приводит к частотному сдвигу резонансного пика. Поэтому в случае возбуждения сигналом фиксированной частоты амплитуда и фаза колебаний кантилевера в неоднородном поле меняется.

Если обратная связь в процессе сканирования меняет положение зонда по нормали к образцу поддерживая амплитуду, либо фазу колебаний кантилевера постоянной (режим топографии), то результатом записи сигнала на выходе ОС в процессе сканирования является поверхность постоянного градиента силы.

Можно регистрировать изменения амплитуды либо фазы колебаний в процессе сканирования, не меняя расстояние между зондом и основанием образца (режим постоянной высоты). Возможен также режим, предусматривающий предварительное сканирование, топографии в контактном или полуконтактном режиме, после чего производится повторное сканирование по тому же участку с поддержанием заданного удаления зонда от поверхности в каждой точке сканирования с регистрацией амплитуды либо фазы. Этот режим позволяет отделить информацию о магнитных и электрических свойствах поверхности от топографических данных, т.к. Ван-дер-Ваальсово притяжение кантилевера и поверхности остается практически неизменным при повторном сканировании, поскольку расстояние между зондом и поверхностью не меняется, и, значит изменение амплитуды и фазы колебаний вызывается другими дальнедействующими силами - электрическими либо магнитными.

Минимально возможное расстояние между иглой кантилевера и поверхностью образца в бесконтактном режиме определяется, с одной стороны, свойствами иглы кантилевера и поверхности, а с другой стороны - жесткостью балки кантилевера. Если по мере приближения зонда к поверхности по достижении некоторого расстояния между ними окажется, что градиент силы притяжения иглы к образцу превысил жесткость балки кантилевера, то кантилевер "прилипнет" к поверхности. Поэтому минимальная рабочая дистанция должна превышать это критическое расстояние. Наиболее значительной причиной притяжения являются, как правило, капиллярные эффекты, которые, к тому же, обладают большим собственным гистерезисом. Но и в отсутствие капиллярных явлений, например, в случае несмачиваемых поверхностей, эффект "залипания" может наблюдаться из-за электростатических, магнитных и даже Ван-дер-Ваальсовых сил притяжения. Поэтому чем выше жесткость кантилевера тем меньше может быть рабочее расстояние, и тем большего разрешения можно

достичь (при удалениях, соизмеримых, или превышающих радиус кривизны кантилевера), хотя при этом возрастает и сила взаимодействия. Возможна также ситуация, когда градиент сил притяжения не превосходит жесткости кантилевера вплоть до касания иглы и поверхности, т.е. вплоть до сближения крайних атомов зонда и образца в область отталкивающего потенциала, и, значит, рабочее расстояние может быть сколь угодно малым. Такая ситуация является переходной между бесконтактным и полуконтактным режимом.

Полуконтактный режим

Характерной особенностью полуконтактного режима является то, что большую часть периода колебаний кантилевер не касается поверхности и вообще относительно слабо взаимодействует с образцом. И только при сближении иглы с поверхностью вплоть до попадания в область отталкивающего потенциала взаимодействие резко усиливается, и при этом соударении кантилевер теряет избыток энергии, накопленный за остальную часть периода. В зависимости от характера взаимодействия может меняться сдвиг фазы основной гармоники колебаний относительно возбуждающего сигнала и амплитуда и фаза высших гармоник. Базовым же эффектом является ограничение амплитуды колебаний на уровне, примерно равном расстоянию между вершиной иглы в свободном состоянии кантилевера и поверхностью образца. Т.е., грубо говоря, кантилевер может растачиваться только до касания поверхности образца и не дальше. В полуконтактном режиме, в отличие от бесконтактного, жесткость кантилевера может быть меньше, чем максимальный градиент сил притяжения вблизи поверхности. Избавиться же от "залипания" иглы можно путем увеличения амплитуды колебаний кантилевера до такого значения при котором сила со стороны балки кантилевера, отрывающая иглу от поверхности, превышает притяжение иглы к поверхности. В бесконтактном режиме это невозможно, поскольку там амплитуда должна быть мала по сравнению с расстояниями, на которых заметно меняется градиент сил.

Режим измерения жесткости.

В режиме измерения локальной жесткости сигнал модуляции подается на 2-обкладку пьезотрубки. При этом игла кантилевера касается поверхности, и вибрация образца передается кантилеверу. Измеряемой величиной является амплитуда колебаний балки кантилевера. Коэффициент передачи колебаний образца в колебания балки кантилевера пропорционален отношению жесткости системы игла-поверхность в данной точке к жесткости балки. В одном предельном случае абсолютно гибкого кантилевера с жесткой иглой на жестком образце, колебания пьезотрубки полностью передаются балке. В другом предельном случае очень жесткого кантилеверана гибком или легко деформируемом образце и/или при мягкой игле колебания трубки приводят лишь к деформации поверхности и иглы, тогда как балка остается неподвижной. Следует помнить, что жесткость системы игла-образец зависит не только от

модулей Юнга соприкасающихся поверхностей, но и от их геометрии, в частности, от радиусов кривизны. Наибольшая жесткость в области контакта достигается в случае поверхностей равных по величине кривизны, но противоположного знака, т.е., в случае контакта круглого острия иглы с круглой впадиной того же радиуса.

Поэтому режим измерения локальной жесткости будет контрастировать ступеньки на образце, показывать небольшие бугорки как области с пониженной жесткостью, даже если они состоят из того же материала, что и весь образец.

6.Схема взаимодействия компонентов СЗМ

На (Рис.10) схематично изображены составляющие компоненты присущие СЗМ; исследуемый образец,

игла ССМ,

кантилевер ССМ,

система регистрации отклонения кантилевера,

сканер, чье перемещение в плоскости задает сканирование, а вертикальное перемещение по оси Z управляется обратной связью,

движитель с системой грубого подвода, обеспечивающий подведение образца к зонду в зону рабочего диапазона сканера,

- процессор,

- блок питания,

- рабочая станция.

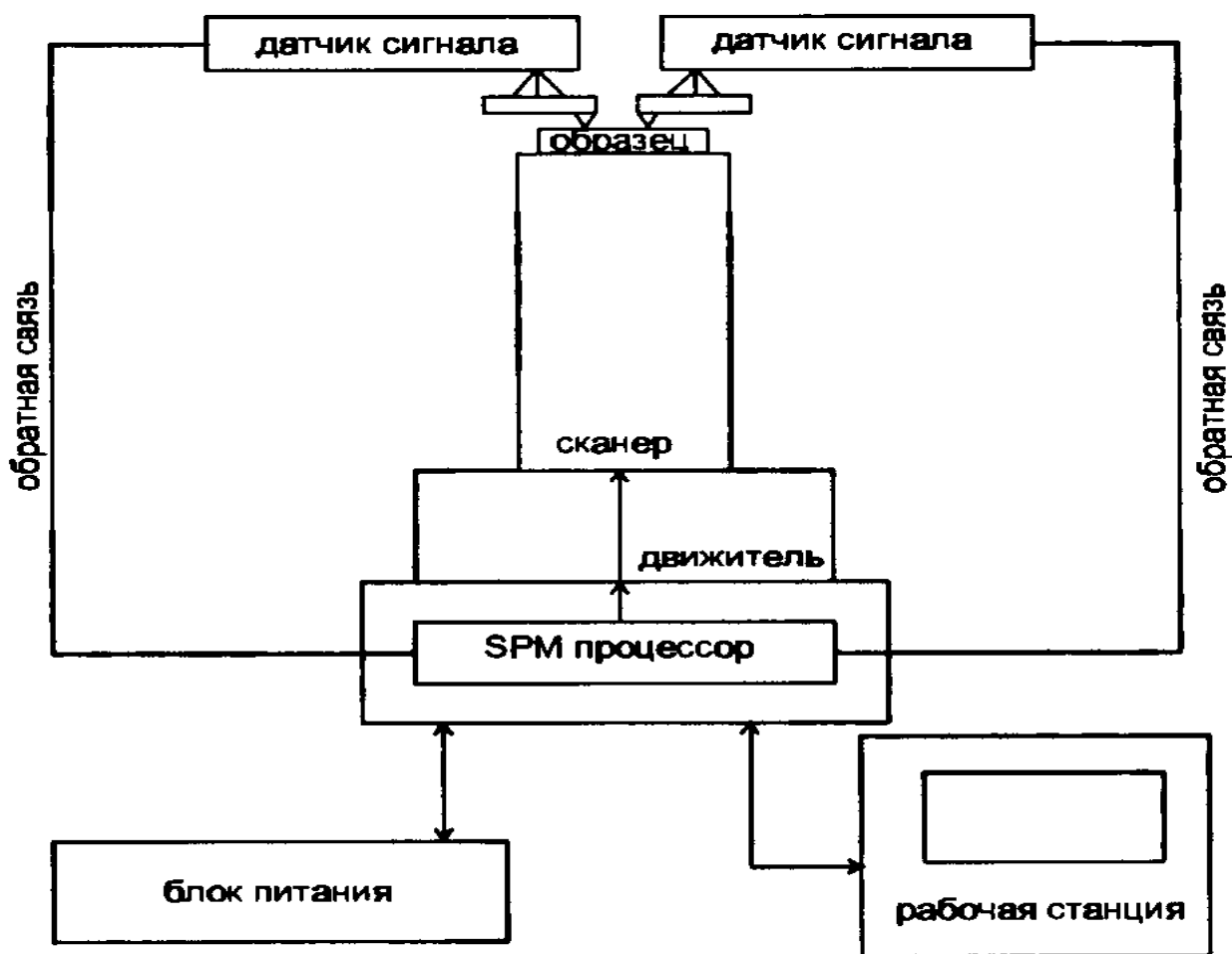


Рис. 10

Схема регистрации отклонения кантилевера

В ССМ корпорации МДТ использована оптическая схема регистрации отклонений кантилевера (Рис.11), которая, являясь относительно несложной, позволяет регистрировать суб-ангстремные отклонения кантилевера. Источником является полупроводниковый лазер $\lambda = 670 \text{ нм}$, $P = 0,9 \text{ мВт}$, луч которого фокусируется на зеркальной поверхности кантилевера в районе острия. Отраженный от кантилевера свет попадает на четырехсекционный фотодиод, усиленный разностный сигнал от которого позволяет определять угловое отклонение кантилевера с точностью менее 0.1 нм , что обеспечивает разрешение по вертикали 0.1 нм .

7. Формирование и обработка СЗМ изображений

7.1 Процесс сканирован

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), а затем переходит на следующую строку (кадровая развертка) (рис. 19). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра – двумерного массива целых чисел a_{ij} (матрицы). Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов ij соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилась запись информации.

Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер 2^n (в основном 256×256 и 512×512 элементов). Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При 3D визуализации изображение поверхности строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (рис. 20). При этом удается подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D СЗМ изображений. При 2D визуализации каждой точке поверхности ставится в соответствие цвет. Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности.

Локальные СЗМ измерения, как правило, сопряжены с регистрацией зависимостей исследуемых величин от различных параметров. Например, это зависимости величины электрического тока через контакт зонд-поверхность от приложенного напряжения, зависимости различных параметров силового взаимодействия зонда и поверхности от расстояния зонд-образец и др. Данная информация хранится в виде векторных массивов или в виде матриц $2 \times N$. Для их визуализации в программном обеспечении микроскопов предусматривается набор стандартных средств изображения графиков функций.

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На рис. 21 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

7.2 Методы построения и обработки изображений

При изучении свойств объектов методами сканирующей зондовой микроскопии основным результатом научного поиска являются, как правило, трехмерные изображения поверхности этих объектов. Адекватность интерпретации изображений зависит от квалификации специалиста. Вместе с тем, при обработке и построении изображений используется ряд традиционных приемов, о которых следует знать при анализе изображений. Сканирующий зондовый микроскоп появился в момент интенсивного развития компьютерной техники. Поэтому при записи трехмерных изображений в нем были использованы цифровые методы хранения информации, разработанные для компьютеров. Это привело к значительному удобству при анализе и обработке изображений, однако пришлось пожертвовать фотографическим качеством, присущим методам электронной микроскопии. Информация, полученная с помощью зондового микроскопа, в компьютере представляется в виде двумерной матрицы целых чисел. Каждое число в этой матрице, в зависимости от режима сканирования, может являться значением туннельного тока, или значением отклонения или значением какой-то более сложной функции. Если показать человеку эту матрицу, то никакого связного представления об исследуемой поверхности он получить не сможет. Итак, первая проблема - это преобразовать числа в вид, удобный для восприятия. Делается это следующим образом. Числа в исходной матрице лежат в некотором диапазоне, есть минимальное и максимальное значения. Этому диапазону целых чисел ставится в соответствие цветовая палитра. Таким образом, каждое значение матрицы отображается в точку определенного цвета на прямоугольном изображении. Строка и столбец, в которых находится это значение, становятся координатами точки. В результате мы получаем картину, на которой, например, высота поверхности передается цветом – как на географической карте. Но на карте обычно используются лишь десятки цветов, а на нашей картине их сотни и тысячи. Для удобства восприятия точки, близкие по высоте, должны передаваться сходными цветами. Может оказаться, и, как правило, так всегда и бывает, что диапазон исходных значений больше, чем число возможных цветов. В этом случае происходит потеря информации, и увеличение количества цветов не является выходом из положения, так как возможности человеческого глаза ограничены. Требуется дополнительная обработка информации, причем в зависимости от задач

обработка должна быть разной. Кому-то необходимо увидеть всю картину целиком, а кто-то хочет рассмотреть детали. Для этого используются разнообразные методы [7].

7.3 Вычитание постоянного наклона

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено несколькими причинами. Во-первых, наклон может появляться вследствие неточной установки образца относительно зонда; во-вторых, он может быть связан с температурным дрейфом, который приводит к смещению зонда относительно образца; в-третьих, он может быть обусловлен нелинейностью перемещений пьезосканера. На отображение наклона тратится большой объем полезного пространства в СЗМ кадре, так что становятся не видны мелкие детали изображения. Для устранения данного недостатка производят операцию вычитания постоянного наклона. Для этого на первом этапе методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая плоскость

$P^{\text{пл}}(x,y)$, имеющая минимальные отклонения от рельефа поверхности $Z = f(x,y)$ затем производится вычитание данной плоскости из СЗМ изображения. Вычитание целесообразно выполнять различными способами в зависимости от природы наклона.

Если наклон в СЗМ изображении обусловлен наклоном образца относительно зонда, то целесообразно произвести поворот плоскости на угол, соответствующий углу между нормалью к плоскости \bar{n} и осью Z ; при этом координаты поверхности $Z = f(x,y)$ преобразуются в соответствии с преобразованиями пространственного поворота. Однако при данном преобразовании возможно получение изображения поверхности в виде многозначной функции $Z = f(x,y)$. Если наклон обусловлен термодрейфом, то процедура вычитания наклона сводится к вычитанию Z – координат плоскости из Z – координат СЗМ изображения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P^{\text{пл}}_{ij}$$

Это позволяет сохранить правильные геометрические соотношения в плоскости X, Y между объектами в СЗМ изображении.

В результате получается массив с меньшим диапазоном значений, и мелкие детали изображения будут отражаться большим количеством цветов, становясь более заметными.

7.4 Устранение искажений, связанных с неидеальностью сканера

Неидеальность свойств сканера приводит к тому, что СЗМ изображение содержит ряд специфических искажений. Частично неидеальности сканера, такие как неравноправность прямого и обратного хода сканера (гистерезис), крип и нелинейность пьезокерамики компенсируются аппаратными средствами и выбором оптимальных режимов сканирования. Однако, несмотря на это, СЗМ изображения содержат искажения, которые трудно устранить на аппаратном уровне. В частности, поскольку движение сканера в плоскости образца влияет на положение зонда над поверхностью, СЗМ изображения представляют собой суперпозицию реального рельефа и некоторой поверхности второго (а часто и более высокого) порядка.

Для устранения искажения такого рода методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая поверхность второго порядка $P^{(2)}(x,y)$, имеющая минимальные отклонения от исходной функции $Z = f(x,y)$, и затем данная поверхность вычитается из исходного СЗМ изображения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P^{(2)}_{ij}$$

Еще один тип искажений связан с нелинейностью и неортогональностью перемещений сканера в плоскости X , Y . Это приводит к искажению геометрических пропорций в различных частях СЗМ изображения поверхности. Для устранения таких искажений производят процедуру коррекции СЗМ изображений с помощью файла коэффициентов коррекции, который создается при сканировании конкретным сканером тестовых структур с хорошо известным рельефом.

7.5 Фильтрация СЗМ изображений

Шумы аппаратуры (в основном, это шумы высокочувствительных входных усилителей), нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений могут быть удалены программными средствами [6].

7.6 Медианная фильтрация

Хорошие результаты при удалении высокочастотных случайных помех в СЗМ кадрах дает медианная фильтрация. Это нелинейный метод обработки изображений, суть которого можно пояснить следующим образом. Выбирается

рабочее окно фильтра, состоящее из $n \times n$ точек (для определенности возьмем окно 3×3 , т.е. содержащее 9 точек)

В процессе фильтрации это окно перемещается по кадру от точки к точке, и производится следующая процедура. Значения амплитуды СЗМ 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. Таким образом, мощные случайные выбросы и провалы при такой сортировке всегда оказываются на краю сортируемого массива и не войдут в итоговое (отфильтрованное) изображение. При такой обработке по краям кадра остаются нефигурные области, которые отбрасываются в конечном изображении .

7.7 Методы восстановления поверхности по ее СЗМ изображению

Одним из недостатков, присущих всем методам сканирующей зондовой микроскопии, является конечный размер рабочей части используемых зондов. Это приводит к существенному ухудшению пространственного разрешения микроскопов и значительным искажениям в СЗМ изображениях при сканировании поверхностей с неровностями рельефа, сравнимыми с характерными размерами рабочей части зонда.

Фактически получаемое в СЗМ изображение является «сверткой» зонда и исследуемой поверхности. Процесс «свертки» формы зонда с рельефом поверхности проиллюстрирован в одномерном случае на.

Частично данную проблему позволяют решить развитые в последнее время методы восстановления СЗМ изображений, основанные на компьютерной обработке СЗМ данных с учетом конкретной формы зондов. Наиболее эффективным методом восстановления поверхности является метод численной деконволюции, использующий форму зонда, получаемую экспериментально при сканировании тестовых (с хорошо известным рельефом поверхности) структур . Следует отметить, что полное восстановление поверхности образца возможно лишь при соблюдении двух условий: зонд в процессе сканирования коснулся всех точек поверхности, и в каждый момент зонд касался только одной точки поверхности. Если же зонд в процессе сканирования не может достигнуть некоторых участков поверхности (например, если образец имеет нависающие участки рельефа), то происходит лишь частичное восстановление рельефа. Причем, чем большего числа точек поверхности касался зонд при сканировании, тем достовернее можно реконструировать поверхность.

На практике СЗМ изображение и экспериментально определенная форма зонда представляет собой двумерные массивы дискретных значений, для которых производная является плохо определенной величиной. Поэтому вместо вычисления производной дискретных функций на практике при численной деконволюции СЗМ изображений используется условие минимальности

расстояния между зондом и поверхностью при сканировании с постоянной средней высотой.

В этом случае за высоту рельефа поверхности в данной точке можно принять минимальное расстояние между точкой зонда и соответствующей точкой поверхности для данного положения зонда относительно поверхности. По своему физическому смыслу данное условие эквивалентно условию равенства производных, однако оно позволяет проводить поиск точек касания зонда с поверхностью более адекватным методом, что существенно сокращает время реконструирования рельефа.

Для калибровки и определения формы рабочей части зондов используются специальные тестовые структуры с известными параметрами рельефа поверхности. Виды наиболее распространенных тестовых структур и их характерные изображения, полученные с помощью атомно-силового микроскопа.

Калибровочная решетка в виде острых шипов позволяет хорошо прописывать кончик зонда, в то время как прямоугольная решетка помогает восстановить форму боковой поверхности. Комбинируя результаты сканирования данных решеток, можно полностью восстанавливать форму рабочей части зондов.

8. Современные СЗМ

1) Сканирующий зондовый микроскоп SM-300

Предназначен для изучения морфологических особенностей и структуры порового пространства. SM-300 снабжен встроенным микроскопом оптического позиционирования, который избавляет от необходимости бесконечного поиска области, представляющей интерес. Цветное оптическое изображение выборки, с небольшим увеличением, отображается на компьютерном мониторе. Перекрестие на оптическом изображении соответствует позиции электронного луча. Используя перекрестие, можно произвести быстрое позиционирование, чтобы задать область, представляющую интерес для анализа растровым

Рис. 28. СЗМ SM-300 электронным микроскопом. Блок оптического позиционирования оснащен отдельным компьютером, что обеспечивает его аппаратную независимость от сканирующего микроскопа.

ВОЗМОЖНОСТИ SM - 300

Гарантируемая разрешающая способность 4 нм

Уникальный оптический позиционирующий микроскоп (дополнительно)

Интуитивно понятное программное обеспечение Windows ®

Полностью компьютерное управление растровым микроскопом и построением изображений

Стандартный телевизионный вывод с обработкой цифрового сигнала

Компьютерное управление системой низкого вакуума (опция)

Все исследования, выполняются на одном положении оси аппликата (12 мм)
Элементный рентгеновский микроанализ в режимах низкого и высокого вакуума (дополнительно)

Возможность работы в условиях нормального комнатного освещения

Исследование непроводящих образцов без их предварительной подготовки

Разрешающая способность 5.5 нм в режиме низкого вакуума

Программное управление переключением режимов

Выбираемый диапазон вакуума камеры 1.3 – 260 Па

Вывод изображения на экран компьютерного монитора

Последовательный V-обратно рассеянный датчик Робинсона

2) Сканирующий зондовый микроскоп высокого разрешения Supra50VP с системой микроанализа INCA Energy+Oxford.

Прибор (рис. 29) предназначен для проведения исследований во всех областях материаловедения, в области нано- и биотехнологий. Прибор позволяет работать с образцами большого размера, кроме того он поддерживает режим работы в условиях переменного давления для исследования непроводящих образцов без подготовки. Рис. 29. СЗМ Supra50VP

ПАРАМЕТРЫ:

ускоряющее напряжение 100 В – 30 кВ (катод с полевой эмиссией)

макс. увеличение до $\times 900000$

сверхвысокое разрешение – до 1 нм (при 20 кВ)

вакуумный режим с переменным давлением от 2 до 133 Па

ускоряющее напряжение – от 0.1 до 30 кВ

моторизованный столик с пятью степенями свободы

разрешение EDX детектора 129 эВ на линии Ca(Mn), скорость счета до 100000 имп/с

3) LEO SUPRA 25 модернизированный микроскоп с «GEMINI» колонной и с полевой эмиссией (рис.30).

– Разработан для исследований в области наноанализа

– Можно подключать как EDX, так и WDX системы для микроанализа

– Разрешение 1.5 нм на 20 кВ, 2 нм на 1 кВ.

Заключение

За прошедшие годы применения зондовой микроскопии позволило достичь уникальных научных результатов в различных областях физики, химии и биологии.

Если первые сканирующие зондовые микроскопы были приборами-индикаторами для качественных исследований, то современный сканирующий зондовый микроскоп – это прибор, интегрирующий в себе до 50 различных методик исследования. Он способен осуществлять заданные перемещения в системе зонд-образец с точностью до 0,1%, рассчитывать форм-фактор зонда, производить прецизионные измерения достаточно больших размеров (до 200

мкм в плоскости сканирования и 15 – 20 мкм по высоте) и, при этом, обеспечивать субмолекулярное разрешение.

Сканирующие зондовые микроскопы превратились в один из наиболее востребованных на мировом рынке классов приборов для научных исследований. Постоянно создаются новые конструкции приборов, специализированные для различных приложений.

Динамичное развитие нанотехнологии требует все большего и большего расширения возможностей исследовательской техники. Высокотехнологичные компании во всем мире работают над созданием исследовательских и технологических наноконструкций, объединяющих в себе целые группы аналитических методов, таких как: спектроскопия комбинационного рассеяния света, люминесцентная спектроскопия, рентгеновская спектроскопия для элементного анализа, методы оптической микроскопии высокого разрешения, электронной микроскопии, техники фокусированных ионных пучков. Системы приобретают мощные интеллектуальные возможности: способность распознавать и классифицировать изображения, выделять требуемые контрасты, наделяются возможностями по моделированию результатов, а вычислительные мощности обеспечиваются использованием суперкомпьютеров.

Разрабатываемая техника имеет могучие возможности, но конечной целью ее использования является получение научных результатов. Овладение возможностями этой техники само по себе является задачей высокой степени сложности, требующей подготовки высококлассных специалистов, способных эффективно пользоваться этими приборами и системами.

Список литературы

Неволин В. К. Основы туннельно-зондовой технологии / В. К. Неволин, – М.: Наука, 1996, – 91 с.

Кулаков Ю. А. Электронная микроскопия / Ю. А. Кулаков, – М.: Знание, 1981, – 64 с.

Володин А.П. Сканирующая микроскопия / А. П. Володин, – М.: Наука, 1998, – 114 с.

- Сканирующая зондовая микроскопия биополимеров / Под редакцией И. В. Яминского, – М.: Научный мир, 1997, – 86 с.
- Миронов В. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В. Миронов, – М.: Техносфера, 2004, – 143 с.
- Рыков С. А. Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов / С. А. Рыков, – СПб: Наука, 2001, – 53 с.
- Быков В. А., Лазарев М. И. Сканирующая зондовая микроскопия для науки и промышленности / В. А. Быков, М. И. Лазарев // Электроника: наука, технология, бизнес, – 1997, – №5, – с. 7 – 14.