
**ИССЛЕДОВАНИЯ, ПРИБОРЫ, МОДЕЛИ
И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ**

УДК 621.385.833 + 531.783.3

© И. В. Быков

**МЕТОДИКА ПОТОЧЕЧНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ РЕЛЬЕФА,
СИЛ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ И ЛОКАЛЬНЫХ СВОЙСТВ:
НОВЫЙ ПОДХОД ДЛЯ КОМПЛЕКСНОГО АНАЛИЗА
В АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

В работе обсуждается применение атомно-силовой микроскопии (АСМ) для биологических, медицинских и других задач. Предложена методика поточечных измерений рельефа, сил взаимодействия и локальных свойств объектов. Так как латеральное движение зонда происходит вне контакта с изучаемой поверхностью, то влияние боковых сил полностью исключается. Описываются принцип работы, возможности и преимущества методики. Экспериментально подтверждается возможность комплексного подхода к изучению в АСМ.

Кл. сл.: атомно-силовая микроскопия, АСМ, силовая кривая, адгезия, упругие свойства, топография

ВВЕДЕНИЕ

Успехи современной науки неразрывно связаны с созданием новых приборов, методик измерения, требуют новых подходов к решению разного рода задач. В последнее время существенно возросла роль атомно-силовой микроскопии (АСМ) в био-медицинских исследованиях. Решаются проблемы изучения клеточных структур, мембран, протеинов, вирусов, бактерий, тканей, нанопорошков и частиц. Причем АСМ позволяет изучать не только рельеф поверхности наноструктур, но локальные свойства и взаимодействие между нано-объектами. Изучение подобных объектов методами АСМ представляет ряд сложностей из-за того, что зонд механически взаимодействует с поверхностью и относительно большая сила взаимодействия может привести к деформации образца. Обычно объект значительно мягче по свойствам, слабо зафиксирован на подложке или требует наличия жидкой среды.

К основным методикам АСМ по измерению рельефа можно отнести контактную и полуконтактную методику [1, 2]. В первой сканирование происходит зондом, находящимся в контакте с поверхностью под действием сил отталкивания, давление иглы на образец при этом довольно сильное. В полуконтактной методике за счет того, что колеблющийся на резонансной частоте зонд взаимодействует с образцом только в нижней точке своей траектории взаимодействие можно считать значительно более "мягким". Тем не менее для некоторых задач влияние даже таких малых латеральных сил все равно остается критичным, особенно для порошков и других плохо связанных с поверхно-

стью объектов [3]. Кроме того, существует бесконтактная методика, которая обеспечивает сохранность поверхности при сканировании, однако для получения хорошего пространственного разрешения требуются особые условия. Помимо этого, она обладает сложностями в организации работы обратной связи [4, 5].

Также разработан ряд методик для изучения характера взаимодействия и действующих сил. В "Jumping mode"-методике под управлением цифрового процессора (DSP) зонд совершает циклы из подводов и отводов в каждой точке, осуществляя перемещение в плоскости сканирования на некотором фиксированном расстоянии от поверхности. При этом измеряются рельеф и некоторые свойства [6–8]. Методика "Force Volume" строит силовые кривые в каждой точке, записывая их целиком, с возможностью дальнейшей их обработки. "Pulsed mode" [9] записывает только конкретный участок кривой, соответствующий отрыву зонда от поверхности. "Lift mode"-методика основана на измерении сил взаимодействия на определенной высоте с предварительным сканированием топографии. Другая возможность — это автоматическое построение карт распределения сил, характеризующих особенности взаимодействия [10]. Кроме того, существует стандартная АСМ-методика "Force Modulation", позволяющая изучать локальную жесткость материалов [11].

МЕТОД И ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ

Предложенная методика поточечных измерений позволяет одновременно измерять рельеф поверхности образца и ряд физических свойств, та-

ких как упругие, адгезионные, электростатические, магнитные и другие свойства. Отличительной особенностью является то, что в данной методике отсутствуют боковые силы (shear forces), т. к. латеральное движение зонда происходит вне контакта с изучаемой поверхностью, что является важным для мягких и плохо зафиксированных объектов. Регистрация сигнала силы схожа с контактной методикой измерения. А именно измеряются статические изменения сигнала отклонения балки кантилевера путем детектирования смещения лазерного пятна на фотодиоде. То есть сигналом, контролирующим взаимодействие, является отклонение кантилевера (DFL), пропорциональное нормальной силе. Никакой обратной связи не используется.

Механизм работы методики поточечных измерений заключается в следующем: в каждой точке зонд сближается с образцом до появления определенного взаимодействия, далее отводится на некоторую величину в область неконтакта с поверхностью и только после этого происходит перемеще-

ние зонда в плоскости сканирования в следующую точку. Под определенным взаимодействием понимается заранее predetermined сила, соответствующая, например, моменту касания с поверхностью, и т. п. Затем зонд снова сближается, отводится и так далее, перемещаясь по растру, как в стандартном режиме сканирования АСМ-методик. Таким образом, полностью исключается влияние "бокового" воздействия на образец. Важным фактором является то, что благодаря использованию маломощных емкостных датчиков по всем трем осям все перемещения зонда относительно образца обладают высокой точностью позиционирования.

Движение в единичном цикле начинается из точки 1 (рис. 1). В этом положении можно получить информацию о наличии каких-либо дальноточечных сил, например магнитных или электростатических. Далее зонд сближается с поверхностью до момента, когда сигнал DFL уменьшается вследствие капиллярных сил и сил Ван-дер-Ваальса. В результате балка зонда изгибается

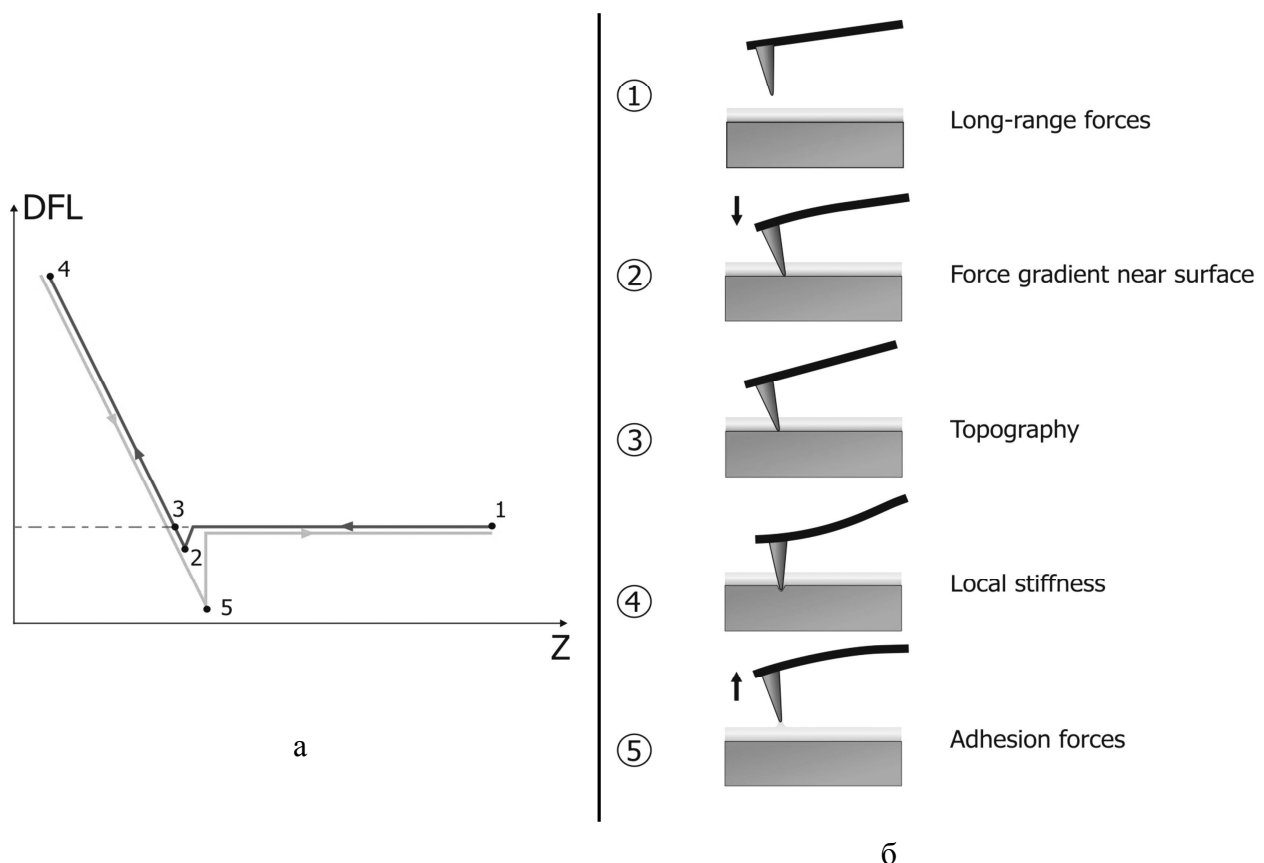


Рис. 1. Принцип работы и возможности поточечной методики.
 а — график "отклонение зонда—расстояние" в единичном цикле;
 б — положения кантилевера в точках графика (а)

вниз и кончик иглы начинает касаться поверхности (точка 2). В этот момент жесткость зонда соответствует градиенту сил у поверхности образца. Соответственно можно судить о наличии этих сил и величине их градиента. При дальнейшем сближении зонд попадает в точку 3, балка при этом не деформирована. Запомнив эту точку, можно судить о рельефе образца. Затем зонд продолжает сближаться, находясь постоянно в контакте с поверхностью и изгибаясь вверх до некоторого значения DFL (или силы в нН), которое задается заранее (точка 4). В этом положении можно сделать оценку упругих свойств образца. Для повышения точности оценки, а также в случае многослойных структур можно запомнить несколько точек на данном участке (от точки 3 до точки 4). Если же основным приоритетом для нас является сохранность образца и получение качественного рельефа, а не упругие характеристики образца, то точка 4 (предельное давление на образец) должна быть расположена как можно ближе к точке 3. Из точки 4 начинается отвод в точку 5. Чтобы уменьшить влияние гистерезиса, используются емкостные датчики в Z-направлении. При этом наклонные участки подвода и отвода почти совпадают. В точке 5 балка изогнута вниз, соответственно можно получить оценку адгезионных сил. Затем зонд отводится на расстояние, рассчитанное предварительно, чтобы поместить зонд в область неконтакта с поверхностью, и движение по Z при этом прекращается. Расстояние должно быть достаточным, чтобы выйти из потенциала адгезионных сил. Далее сканер осуществляет перемещение зонда в плоскости XY в следующую точку, и начинается очередной цикл по Z. Таким образом, общий массив полученных данных равен

$(\text{Кол-во_точек_по_X}) \times (\text{Кол-во_точек_по_Y}) \times$
 $\times (\text{Кол-во_точек_запомненных_для_каждой_XY-}$
 $\text{точки_в_цикле_подвода_и_отвода}).$

С целью ускорения процесса и избежания повреждения образца во время перемещения зонда в плоскости сканирования вместо фиксированного значения величины отвода используется автоматически рассчитанное (предсказанное) с учетом предыдущих точек. Таким образом, в каждой точке величина отвода будет разная с учетом наклона и особенностей рельефа конкретной области, и не будет необходимости вручную подбирать этот параметр для каждого нового образца. По сути процесс измерения схож с измерением силовых кривых по сетке, однако с одним существенным отличием — запоминается при этом не вся кривая, а только определенные ее точки. То есть в итоге для каждой точки на образце мы получаем несколько значений пар (отклонение кантилевера)—(выдви-

жение трубки пьезосканера) (DFL—Z), соответствующих физическим свойствам.

Рельеф образца рассчитывается из усредненного значения положения Z-трубки пьезосканера, при котором величина нормальной силы начинает возрастать. Адгезионные свойства определяются по минимальному значению сигнала отклонения зонда при отрыве иглы от поверхности. Далее величина этого отклонения вычитается из уровня нулевой силы (состояние кантилевера вдали от образца в данной точке) и пересчитывается с учетом предварительной калибровки в силу. Характеристика упругих свойств рассчитывается из наклона кривой DFL—Z, после того когда игла вошла в контакт с поверхностью.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Что касается измерения рельефа поверхности, то сравнение поточечной с контактной и полуконтактной методиками было подробно описано в работе [12]. Были проведены измерения калибровочной решетки, латексных шариков, клеток крови и подтверждено, что поточечная методика является абсолютно неразрушающей и нисколько не уступает в пространственном разрешении.

В данной работе мы рассмотрим поточечную методику как подход для комплексного анализа микро- и наноструктур. Измерение контраста упругих и адгезионных сил одновременно с рельефом позволяет получить нам более полную картину об исследуемой поверхности.

Была измерена загрязненная поверхность кремниевой решетки с периодом 3 мкм, размер области 8×8 мкм, количество точек 128×128 . Высота выбранного объекта (частица размером 2 мкм) порядка 90–100 нм. Рельеф поверхности прописан с высокой точностью и без видимых дефектов (рис 2, а). Контраст упругих сил рассчитывается из наклона силовой кривой вблизи точки касания, в противном случае нужно учитывать вклад деформаций и внутренних напряжений. Из рис. 2, б, следует, что наш объект отличается по жесткости от кремния, а именно мягче, чем сама решетка. Следует заметить, что количественная оценка требует как предварительной калибровки системы, так и последующей обработки полученных данных [13], также она зависит от начальной настройки регистрирующей системы (положение лазерного пятна на балке зонда существенно влияет на чувствительность измерений).

Контраст адгезионных сил (рис. 2, в) также выявляет различие: силы, обусловленные адгезионным взаимодействием, значительно меньше в области нахождения частицы. В качестве измеряемой величины используется максимальное отклонение

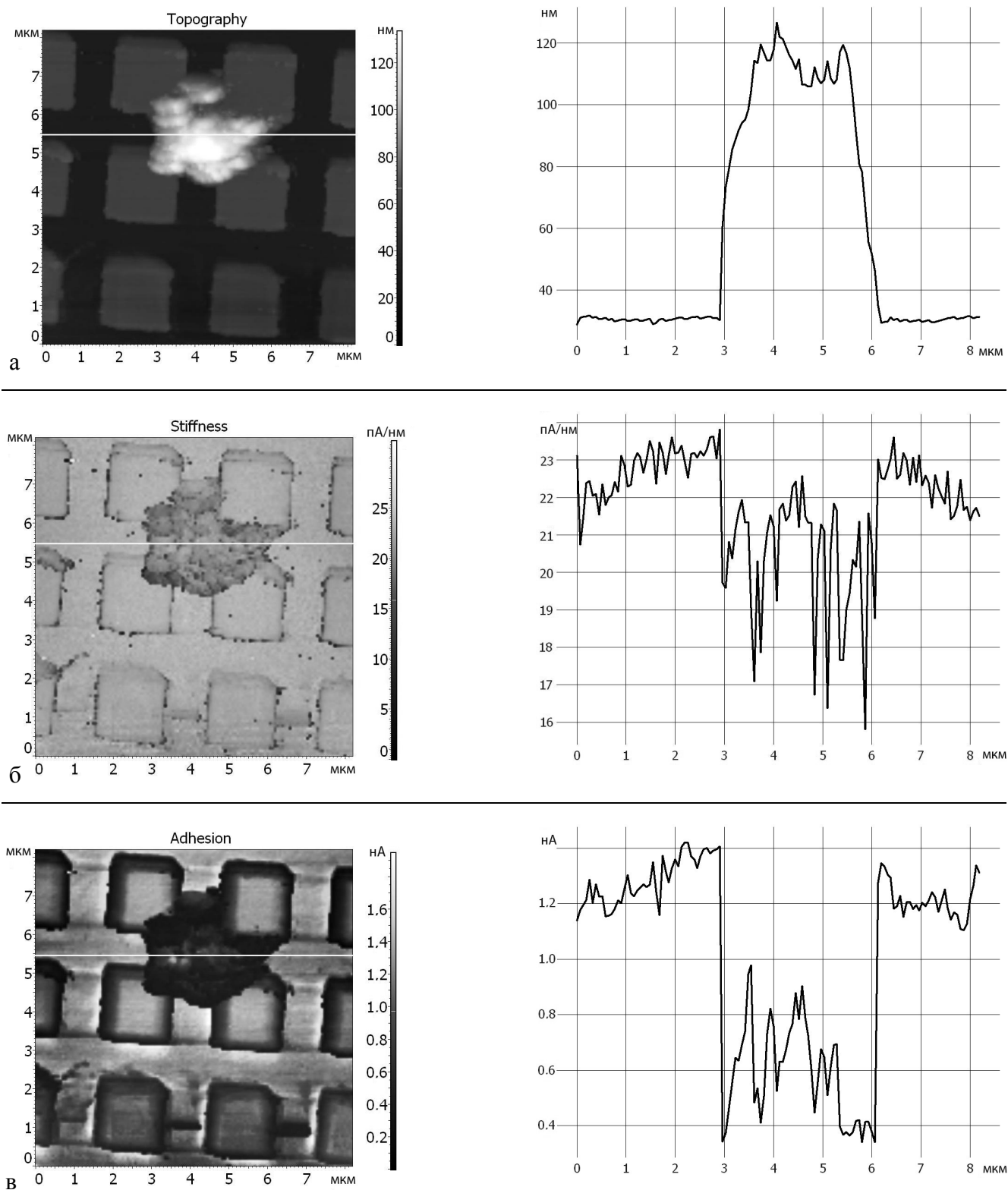


Рис. 2. 2D-изображение и поперечное сечение по выбранной линии кремниевой решетки, полученное с помощью поточечной методики.

а — рельеф, б — контраст упругих сил, в — контраст адгезионных сил. Размер области сканирования 8×8 мкм

балки кантилевера при отводе зонда от поверхности образца. Грубая оценка адгезионных сил может быть сделана из закона Гука в предположении линейной зависимости силы от смещения зонда относительно образца по оси Z. Для зонда с жесткостью 0.1 Н/м с учетом конкретных условий (влажность, зонд, образец) мы имеем приблизительно 5.5 нН на поверхности кремния и 3 нН на частице. Таким образом, наша частица обладает меньшей жесткостью и меньшей гидрофильностью по сравнению с кремнием.

Из-за достаточно большой высоты ступенек решетки на контрасте упругих и адгезионных сил присутствует вклад топографии (хорошо видны квадраты), при анализе им следует пренебречь.

Все измерения проводились на СЗМ типа Ntegra компании NT-MDT с использованием зондового датчика CSG10.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложенная методика поточечных измерений позволяет нам добиться минимального воздействия на поверхность образца. Благодаря полному контролю над силой взаимодействия появляется возможность изучать даже очень мягкие и плохо зафиксированные объекты с высоким разрешением на воздухе и в жидкости без их деформации. Кроме того, измерение ряда физических свойств одновременно с рельефом делает эту методику перспективной с точки зрения комплексного анализа в решении многих биологических задач методами АСМ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. Н. Новгород: Изд-во ИФМ РАН, 2004.
2. *Binnig G., Quate C.F., Gerber Ch.* Atomic Force Microscope // *Phys. Rev. Lett.* 1986. V. 56, N 9. P. 930–933.
3. *Moreno-Herrero F., de Pablo P.J., Colchero J., et al.* The Role of Shear Forces in Scanning Force Microscopy: a Comparison Between the Jumping Mode and Tapping Mode // *Surface Science*. 2000. V. 453. P. 152–158.
4. *Albrecht T.R., Grütter P., Horne D., Rugar D.* Frequency Modulation Detection Using High-Q Cantilevers for Enhanced Force Microscope Sensitivity // *Appl. Phys.* 1991. V. 69. P. 668–673.
5. *Martin Y., Williams C.C., Wickramasinghe H.K.* Atomic Force Microscope – Force Mapping and Profiling on a sub 100-Å Scale // *J. Appl. Phys.* 1987. V. 61. P. 4723–4729.
6. *Pablo P.J., Colchero J., Gómez-Herrero J., Baró A.M.* Jumping Mode Scanning Force Microscopy // *Appl. Phys. Lett.* 1998. V. 73, N 22. P. 3300–3302.
7. *Moreno-Herrero F., Colchero J., Gómez-Herrero J., Baró A.M.* Atomic Force Microscopy Contact, Tapping, and Jumping Modes for Imaging Biological Samples in Liquids // *Phys. Rev. E*. 2004. V. 69, N 3 (031915). [9 pages].
8. *Michel J.P., Ivanovska I.L., Gibbons M.M., et al.* Nanoindentation Studies of Full and Empty Viral Capsids and the Effects of Capsid Protein Mutations on Elasticity and Strength // *PNAS*. 2006. V. 103, N 16. P. 6184–6189.
9. *Rosa A., Weilandt V., Hild V., Marti O.* The Simultaneous Measurement of Viscoelastic, Electrostatic and Adhesive Properties by SFM: Pulsed Force Mode Operation // *Meas. Sci. Technol.* 1997. V. 8, N 1. P. 1333–1338.
10. *Быков И.В., Быков В.А.* Режимы притяжения и отталкивания в полуконтактном методе атомно-силовой микроскопии. Автоматизированные способы оптимизации работы в режиме притяжения // *Изв. вузов. Материалы электрон. техники*. 2008. № 1. С. 75–77.
11. *Maivald P., Butt H.J., Gould S.A.C., et al.* Using Force Modulation to Image Surface Elasticities with the Atomic Force Microscope // *Nanotechnology*. 1991. V. 2, N 2. P. 103–106.
12. *Быков И.В.* Поточечные измерения рельефа, сил взаимодействия и локальных свойств в атомно-силовой микроскопии // *Известия вузов. Материалы электронной техники*. 2008. № 4. С. 62–66.
13. *Salerno M., Bykov I.* Mapping Adhesion Forces and Calculating Elasticity in Contact-Mode AFM // *Microscopy and Analysis (UK)*. 2006. V. 20, N 2. P. S5–S8.

ЗАО "Нанотехнологии-МДТ", Москва

Материал поступил в редакцию 7.10.2009.

POINT MEASUREMENTS OF TOPOGRAPHY, INTERACTION FORCES AND LOCAL PROPERTIES: NEW APPROACH TO THE COMPLEX ANALYSIS IN ATOMIC FORCE MICROSCOPY

I. V. Bykov

Joint-Stock Company "Nanotechnology-MDT", Moscow

We discuss the use of atomic force microscopy (AFM) in biology, medicine, etc. The point measurement technique for relief, interaction forces and local properties study is suggested. The influence of shear forces is totally eliminated because lateral movement of the probe occurs without contact with the surface. The principle of operation, possibilities and advantages of the method are described. The experimental data confirm the possibility of complex approach to AFM study.

Keywords: atomic-force microscopy, AFM, force curve, adhesion, elastic properties, topography