

УДК 620.3 (076.5)

ПРОЦЕДУРА НАНОТОМОГРАФИИ В АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Чижик С.А.¹, Махаммед Салем А.²¹Институт тепло-и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Республика Беларусь²Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь

Активное развитие нанотехнологий требует создания методов анализа не только структуры поверхности материалов в наномасштабе, но и оценки особенностей структурного строения тонких покрытий и других нанообъектов в подповерхностных слоях. Данная информация важна также при визуализации элементов субмикронной электроники и органелл биологических клеток. Известны подходы на базе сканирующего зондового микроскопа (СЗМ), когда многократно повторяемое сканирование сочетается с послойным удалением материала в зоне измерения и последующим восстановлением пространственной картины структуры материала [1]. Данный подход можно отнести к методу разрушающей СЗМ нанотомографии.

В ряде случаев более привлекательными являются методики неразрушающей нанотомографии, которая не приводит к повреждению изучаемого объекта. Нами предложен подход визуализации подповерхностной наноструктуры, неразрушающей нанотомографии, реализуемый в качестве новой процедуры для атомно-силового микроскопа (АСМ) [2]. Подход основывается на том, что механическое взаимодействие микроострия АСМ-зонда с образцом в контактном и жестком полуконтактном режимах приводит к локальному деформированию материалов. Поэтому изображения топографии и различных контрастов (латеральных сил, фазового сдвига) содержат информацию о глубине деформирования и являются чувствительными к толщине слоя «мягкого» материала, покрывающего «жесткое» включение. При соответствующем выборе параметров сканирования СЗМ может «видеть» данные включения, несмотря на то, что они покрыты слоем более податливого материала. Известны исследования, которые убедительно демонстрируют возможность визуализации подповерхностной структуры материалов, преимущественно полимерных композитов [3], если осуществить правильный выбор соответствующих режимов сканирования (operation parameters). При этом материал слоев деформируется упруго и не претерпевает необратимых изменений в процессе сканирования.

Нами предложена и реализована процедура многослойного сканирования, как специализированная методика автоматизированного получения набора АСМ-изображений для одной и той же области на поверхности образца при различных значениях рабочего параметра

Set-point. Каждый скан, полученный при фиксированном значении параметра Set-point, интерпретируется как слой. Изменение параметра Set-point при переходе от одного скана к другому означает, что система изменяет силу прижатия острия зонда к исследуемой поверхности. Данная методика при соответствующей математической обработке измеренных результатов может рассматриваться как томография поверхностных слоев [2].

В качестве объекта исследования было выбрано алмазоподобное покрытие (АПП) толщиной 0,3 мкм, сформированное на стали методом вакуумного дугового распыления. Метод нанесения покрытия приводит к существенно неоднородной структуре, сочетающей твердые кластеры углерода в твердом алмазоподобном состоянии (модуль упругости $E \approx 300$ ГПа), которые расположены на подложке случайным образом и фазу неструктурированного углерода ($E \approx 20$ ГПа), покрывающего (загрязняющего) поверхность.

В процессе сканирования регистрировались изображения топографии и фазового контраста.

Увеличение глубины деформирования исследуемого участка достигалось уменьшением

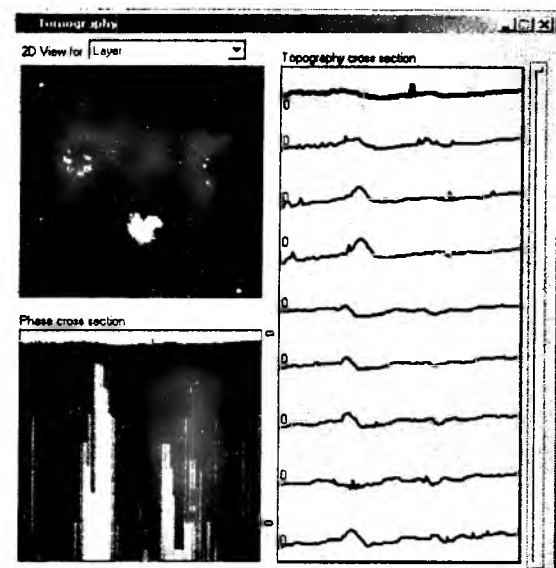
$$r_{sp} = \frac{A}{A_0}$$

параметра set-point в пределах от 1 до 0,2. Здесь A – амплитуда колебаний кантилевера зонда при сканировании, A_0 – амплитуда свободных колебаний зонда.

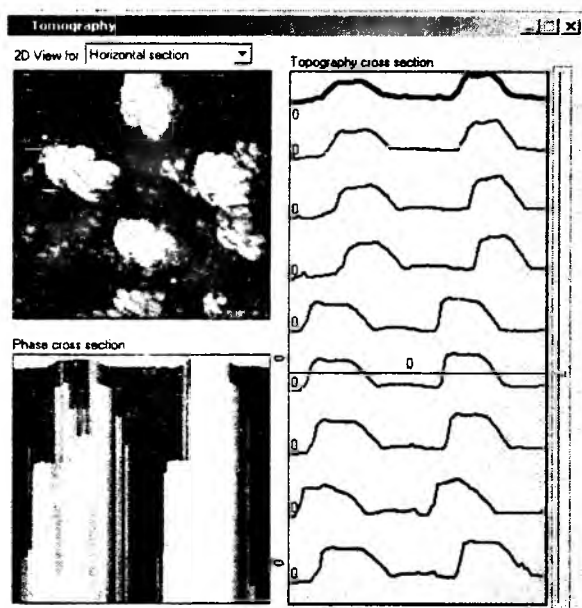
Серия изображений получалась по мере уменьшения r_{sp} (увеличение глубины деформирования), а также в обратном порядке: увеличение r_{sp} (уменьшение глубины). Полная восстанавливаемость изображений для соответствующих значений r_{sp} подтвердила неразрушающий характер измерений.

На рис. 1 показан результат компьютерной обработки данных послойного сканирования АПП с помощью ПО Surface View. Для различных сечений приповерхностного слоя выявлена внутренняя структура покрытия, содержащая ансамбль столбчатых алмазоподобных кластеров (белый цвет), скрытый слоем неструктурированного углерода (черный цвет). Отражается процесс слияния кластеров на глубине с образованием структур большей толщины. При этом имеет место фоновая структура из мелких кластеров.

В рассмотренном примере максимальная глубина «прощупывания» не превышала 100 нм.



А)



Б)

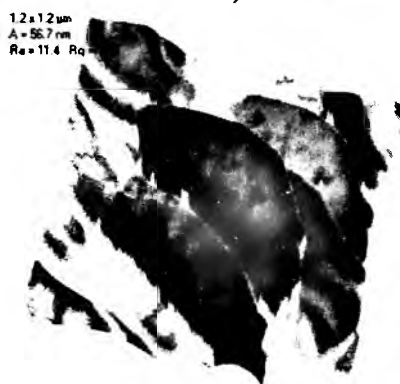
А) анализ участка без выхода «жестких» структур на поверхность; Б) анализ участка с выходом «жестких» структур на поверхность. Рисунок 1 – Результат представления данных СЗМ томографии: а) фазовый контраст для $r_{sp}=0.67$; б) вертикальное сечение согласно выбранному маркеру; с) послойное изменение топографии в выбранном сечении. Поле сканирование 7,2 мкм.

Показана также эффективность применения процедуры неразрушающей нанотомографии при исследовании клеточных органелл. На рис.2 приведен результат обнаружения внутренних полостей в нейронных окончаниях (синоптосомах), которые проявлялись как более мягкие участки на изображениях фазового контраста, но

выходят на топографическую поверхность в виде пузырьков наноразмера.



а)



б)

а) топография; б) изображение фазового контраста.

Рисунок 2 – АСМ изображение синоптосом

Таким образом можно заключить, что несмотря на интенсивное развитие АСМ, возможности метода еще далеко не исчерпаны. Во многих задачах наноматериаловедения метод АСМ не имеет равноценных альтернатив, хотя его метрологическое обеспечение пока имеет ограничения, в особенности применительно к наноккомпозитам.

1. Magerle R. Nanotomography. *Physical Review Letters*. 85, 13 (2000), 2749-2752.
2. Chizhik S.A., Shasholko D.I., Chikunov V.V. Nanotomography for surface layers by SPM // Proc. Int. Workshop «Scanning Probe Microscopy – 2003». Nizhny Novgorod. 2003. March 2-5. P. 46-48.
3. Stocker W., Beckmann J., Stadler R. and Rabe J., Surface Reconstruction of the Lamellar Morphology in a Symmetric Poly (styrene-*block*-butadiene-*block*-methylmethacrylate) Triblock Copolymer: A Tapping Mode Scanning Force Microscope Study, *Macromolecules* 29 (1996), 7502-7507.