

АТОМНО-СИЛОВЫЕ МИКРОСКОПЫ:

ПРОБЛЕМА ВЫБОРА

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был изобретен в 1986 году физиками компании IBM: Биннигом, Квейтом и Гербером (G.Binnig, C.Quate, C.Gerber). Главное назначение АСМ – получение топографических изображений поверхностей различного рода. Сегодня в мире существует около двадцати компаний, производящих такие приборы. Качество и цена микроскопов варьируются в широких пределах. Как из них выбрать нужный прибор? Об этом идет речь в статье.

ВВЕДЕНИЕ

АСМ (или AFM, другое название СЗМ – сканирующий зондовый микроскоп, или SPM – для расшифровки сокращений см. врезку) служит для получения изображений поверхностей различного рода: металлов, керамики, полимеров или биомолекул и живых клеток. Кроме того, АСМ существенно расширяет возможности экспериментатора при изучении механических, магнитных и электрических свойств материалов).

Сравнивая микроскопы, нужно разбираться в технических описаниях компаний-производителей, чтобы остановить свой выбор на устройстве, соответствующем предъявленным требованиям. В первую очередь следует установить, для каких целей будет использован прибор. Если химик-технолог, синтезирующий тонкие полимерные пленки, хочет, например, контролировать результаты своей работы при помощи АСМ, то ему не нужен микроскоп, сканирующий кадры 100×100 мкм и имеющий большие возможности для нанолитографии. Ему достаточно небольшого поля сканирования и простейших функций для определения механических характеристик образца. Глубокое понимание решаемой

задачи и существующих АСМ-методов поможет рационально распорядиться имеющимися средствами.

ФИЗИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ АСМ

Блок-схема АСМ приведена на рис.1. Для создания изображения (рельефа) поверхности образца АСМ использует зонд (с наконечником в виде острой иглы), который контактирует с образцом. Игла изготавливается из различных материалов (например, кремния или нитрида кремния) с радиусом кривизны 10 нм для Si и 20–60 нм для Si_3N_4 . Она прикреплена к гибкой консоли, или кантилеверу (cantilever), которая нагружается внешней силой со стороны закрепленного конца для создания определенного контактного давления. Игла огибает профиль поверхности образца, перемещаемого в горизонтальной плоскости с помощью пьезоманипуляторов по двум взаимно-перпендикулярным осям. При движении иглы ее верхний конец (свободный конец кантилевера) отклоняется по закону Гука. Это отклонение измеряется благодаря фиксации изменения (от некоторого нулевого) положения луча лазера, отражаемого от зеркала на конце кантилевера и принимаемого с помощью четырехсегментного массива фотодиодов (МФД).

Отклонение может быть вызвано механической контактной силой, силами атомного и молекулярного взаимодействия (силами Кулона и Ван-дер-Ваальса), капиллярными силами, силами электростатического взаимодействия, магнитными силами (характерными для магнитосилового микроскопа – MCM, или MFM) и т.д. В соответствии с этими вариантами возможны разные типы консолей. Методы измерения отклонения консоли при этом могут быть основаны на емкостных, резистивных, кондуктивных (на основе проводимости), магнитных, интерференционных и других типах датчиков.

Сигнал с МФД обрабатывается компьютером, который формирует сигнал обратной связи, подаваемый на пьезокерамический манипулятор, для регулировки расстояния между концом зонда (иглы) и образцом с целью поддержать постоянство силы взаимодействия между иглой и образцом. Уровень этой силы можно менять, используя консоли различной жесткости, что особенно важно в биологических приложениях АСМ.

ОСНОВНЫЕ РЕЖИМЫ СКАНИРОВАНИЯ И ВИЗУАЛИЗАЦИИ

Обычно компании-производители приводят список доступных микроскопу методов/режимов сканирования. Основных режимов сканирования два: контактный (СМ) и полуконтактный/резонансный (ТМ). Контактный режим используется для твердых образцов, полуконтактный/резонансный – для мягких, легко разрушаемых образцов. Независимо от решаемых задач, нужно выбирать микроскоп, реализующий оба эти режима, так как в контактном режиме трудно работать с мягкими образцами (в первую очередь с биологическими объектами и с мягкими пленками).

Дополнительные методы выявления деталей при сканировании в резонансном режиме (ТМ) – методы визуализации

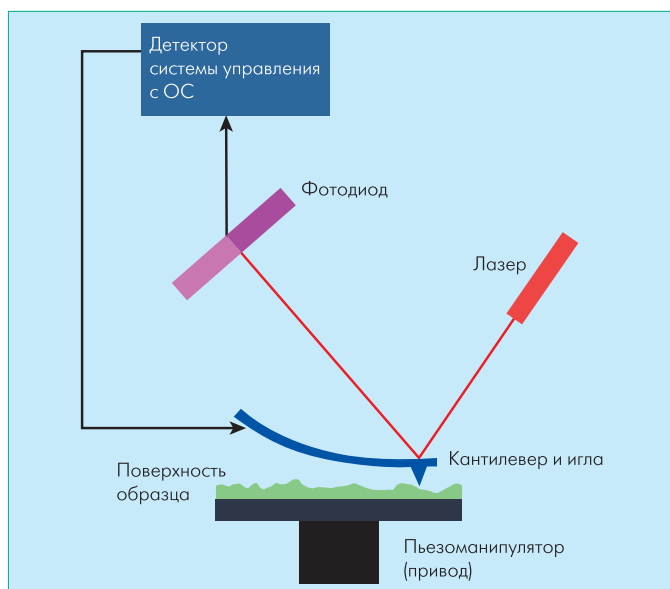


Рис. 1 Блок-схема АСМ

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

- AAFM** – Acoustic AFM – акустический режим силовой микроскопии
- AFM** – Atomic Force Microscope – атомно-силовой микроскоп (АСМ)
- AFM AC** – Atomic Force Microscope Alternating Current – резонансная атомно-силовая микроскопия
- AFM DC** – Atomic Force Microscope Direct Current – контактная атомно-силовая микроскопия
- AmI** – Amplitude Imaging – режим визуализации амплитуды колебаний кантилевера
- CAFM** – Conductance AFM – атомно-силовая микроскопия проводимости
- CM** – Contact Mode – контактный режим
- CSAFM** – Current Sensing AFM – АСМ с дополнительным измерением токов
- DC EFM** – Direct Current Electric Force Microscopy – электрическая силовая микроскопия на постоянном токе
- EAFM** – Electric AFM – электрический режим атомно-силовой микроскопии
- ECAFM** – Electrochemical Microscopy – электрохимическая АСМ
- EFM** – Electric Force Microscopy – электростатическая силовая микроскопия
- FDM** – Force-Distance Measurements – измерение силовых кривых
- FDS** – Force-Distance Spectroscopy – силовая спектроскопия
- FMM** – Force Modulation Microscopy – модуляционная силовая микроскопия
- FVM** – Force-Volume Measurements – измерение массива силовых кривых
- LFM** – Lateral Force Microscopy – микроскопия сил трения
- MAC** – Magnetic Alternating Current AFM – резонансный режим с магнитным возбуждением
- MFM** – Magnetic Force Microscopy – магнитная силовая микроскопия
- NSOM** – Near Field Optical Microscope – сканирующий оптический микроскоп ближнего поля
- PFS** – Picoforce Force Spectroscopy – силовая спектроскопия в диапазоне пикоНьютонов (пН)
- PhiI** – Phase Imaging – режим визуализации фазы колебаний кантилевера
- RAFM** – Resistance AFM – резистивный режим силовой микроскопии
- SCM** – Scanning Capacitance Microscopy – сканирующая емкостная микроскопия
- SPM** – Scanning Probe Microscopy – сканирующая зондовая микроскопия
- SPM** – Surface Potential Microscopy – микроскопия поверхностного потенциала
- SSRM** – Scanning Spreading Resistance Microscopy – сканирующая микроскопия сопротивления растекания
- SThM** – Scanning Thermal Mode – сканирующая микроскопия теплопроводности
- STM** – Scanning Tunnel Microscopy – сканирующая туннельная микроскопия
- TM** – Tapping Mode – полуконтактный/резонансный режим
- TUNA** – Tunneling AFM – туннельная атомно-силовая микроскопия
- VEECO** – Vacuum Electronic Equipment Company – компания вакуумного электронного оборудования

фазы (PhiI) и амплитуды (AmI). Режим трения (LFM) предназначен, главным образом, для химического анализа поверхности при необходимости идентифицировать вещества разной химической природы, имеющие схожий рельеф.

Все виды силовой микроскопии – силовые измерения по длине (FDM) и объему (FVM), пикосиловой спектроскопии (PFS) – предназначены для исследования механических свойств отдельных молекул или локальных механических свойств материалов. Заложенные в них методы сложны, поэтому их использование доступно только продвинутым экспериментаторам. Это относительно новое и постоянно развивающееся направление.

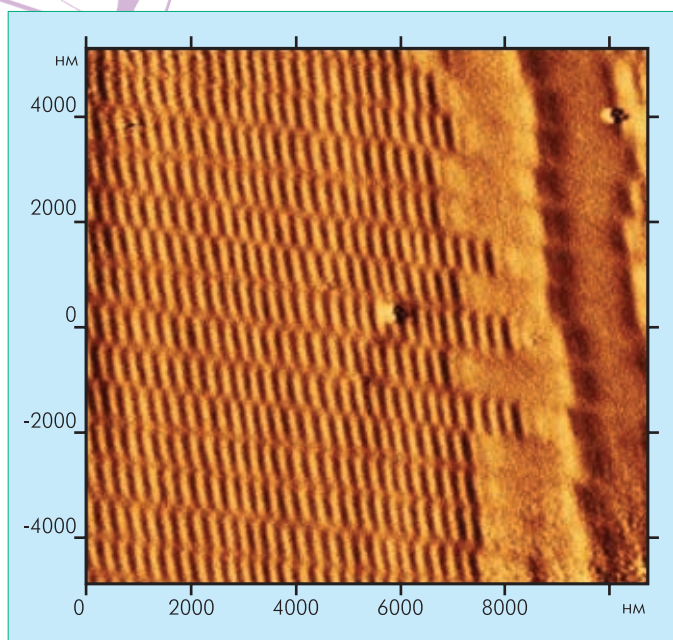


Рис.2 Жесткий диск (ЦПТ, FemtoScan)

Магнитная силовая микроскопия (MFM) предназначена для изучения магнитных свойств образца. Она позволяет визуализировать намагниченные области, границы магнитных доменов и т.п. На рис.2 приведено изображение жесткого диска, полученного в "магнитном режиме".

Электрический (EAFM), кондуктивный (CAFM) и резистивный (RAFM) режимы силовой микроскопии позволяют исследовать соответственно электрические свойства, проводимость и сопротивление образца. А емкостной режим сканирования (SCM) предназначен для определения емкости разных участков образца.

Сканирование в жидкости требуется для исследования роста кристаллов из раствора, для наблюдения биологических объектов в их естественной среде обитания.

Нанолитография – это совокупность методов и технологий, позволяющих наносить на поверхность рисунок субмикронных или нанометровых размеров. Соответствующая функция у разных микроскопов реализована совершенно по-разному. Чаще всего воспроизводится контурный рисунок из предложенного файла (рис.3). Эта функция микроскопов практически бесполезна. Однако именно в этом режиме мож-



Рис.3 Нанолитография. Исходный графический файл и изображение, полученное на поверхности (Asylum Research)

но, например, разрезать на части отдельные молекулы ДНК при помощи иглы микроскопа.

АТОМНОЕ РАЗРЕШЕНИЕ

Отдельно нужно сказать об атомном разрешении (рис.4). Если производитель указывает, что микроскоп дает атомное разрешение на графите или слюде, это значит, что производители когда-то смогли при тестировании увидеть соответствующие атомы на таком микроскопе. Воспроизводимость таких результатов – большой вопрос. Если микроскоп перегружен сложной электроникой, то, скорее всего, повторить эти результаты не удастся.

ТЕХНИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Просматривая технические описания микроскопов, хочется понять, какой из них лучше (то есть работает стабильно и дает четкие изображения). Выяснить это из документации, предлагаемой производителями, достаточно трудно. Во-первых, нет единой терминологии при описании АСМ, во-вторых, нет единых методик определения таких важных параметров, как, например, уровень шума микроскопа по вертикали и в плоскости образца.

Однако оценить качество сканирования можно. Для этого нужно внимательно изучать изображения, полученные на микроскопе. Как правило, производители стараются размещать на своих сайтах галерею изображений. У одних она больше, у других – меньше. Отсутствие галереи на сайте само по себе уже настораживает (так же, как и наличие в ней только сильно сжатых изображений, не позволяющих рассмотреть детали).

В описании нужно обращать внимание, прежде всего, на простые параметры, наиболее важные для оператора микроскопа:

- линейные размеры образцов, с которыми можно работать;
- максимальный размер поля сканирования;
- разнообразие основных режимов работы микроскопа.

По этим параметрам мы и попытаемся сравнить микроскопы, доступные на российском рынке (см. таблицу).

ОБЗОР МИКРОСКОПОВ

Обзор атомно-силовых микроскопов начнем с микроскопа компании VEECO (Nanoscope, США) (www.veeco.com). Эта компания представлена на рынке с 1945 года. Сначала она производила приборы для определения утечек газа, а сейчас – крупнейший производитель высокотехнологичного оборудования, в том числе АСМ, ранее выпускавшихся под торговой маркой Nanoscope компанией Digital Instruments.

Модельный ряд микроскопов очень разнообразен. В нем представлены приборы для исследования образцов больших размеров (до 200 мм в диаметре), приборы, ориентирован-

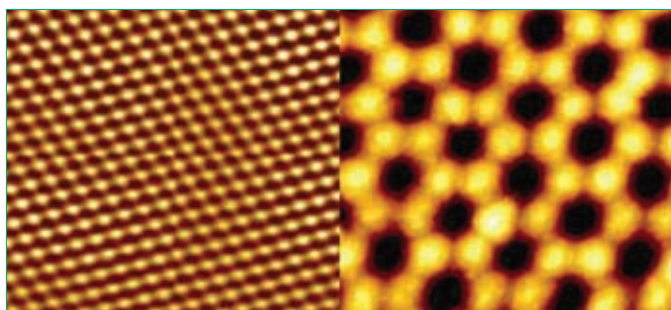


Рис.4 Атомное разрешение на графите (PSIA)

ные на сканирование с большой скоростью и на сканирование в жидкости.

Параметры универсального микроскопа Multimode 5 этой компании приведены в таблице.

Дополнительно АСМ позволяет работать с образцами при контролируемом нагреве и охлаждении от -35 до 60°C (или до 250°C при установке дополнительного оборудования).

Существует мнение, что лучшим из микроскопов компании VEECO был Nanoscope 3. Сейчас приборы стали значительно сложнее. Они содержат много дополнительной электроники, которая не только расширяет функциональные возможности, но и увеличивает уровень шума. Это, однако, не мешает им обеспечивать максимум удобства и получение хороших изображений.

Цены на микроскопы компании VEECO традиционно высоки. Сейчас компания стала выпускать "бюджетные" модели ценой порядка $60,000\text{\$}$. Такой является модель Caliber (см. таблицу).

Конкурент компании VEECO – компания Asylum Research (США, www.asylumresearch.com) – выделилась из компании Digital Instruments (DI, США) в 1998 году. В эту компанию ушли основные разработчики DI. Компания выпускает микроскопы, в которых объединены функции сканирующего атомно-силового и оптического (Nikon, Zeiss или Olympus) микроскопов. Технику АСМ при этом можно комбинировать с различными оптическими методами, в том числе с флуоресцентной микроскопией, что может быть полезно в биологических приложениях.

Основные параметры ее микроскопов смотри в таблице. Они допускают работу с образцами при контролируемом нагреве (до 80°C при точности $0,1^{\circ}\text{C}$ или до 300°C при точности $0,3^{\circ}\text{C}$).

Наиболее крупная российская компания, производящая АСМ – NT-MDT (Зеленоград, основана в 1991 году, www.ntmdt.ru) – работает под торговыми марками: Integra (Интегра), Solver (Солвер) и Smena (Смена). Она производит широкий модельный ряд приборов. Из указанного ряда наиболее универсальные приборы Integra и Solver. Характеристики Solver Pro-M и Smena приведены в таблице.

У микроскопа Solver Pro-M в процессе сканирования может перемещаться как образец, так и зонд; возможно также одновременное сканирование зондом и образцом (при их одновременном перемещении). При этом максимальное поле сканирования составляет $150 \times 150 \times 15$ мкм.

Smena – компактный, простой микроскоп, рассчитанный на широкий круг пользователей.

В последнее время компания NT-MDT разработала новый продукт Integra, который допускает размер скана до $200 \times 200 \times 20$ мкм, может работать в жидкости, а также использует управляемое охлаждение и нагревание. В нем воплощена концепция "Нанолaborатории", а сам продукт Integra имеет целый ряд специализированных опций: Прима, Аура, Максимус, Вита, Солярис, Томо, Спектра (подробнее см. раздел Products на сайте компании).

Компания "Центр перспективных технологий" (ЦПТ, www.nanoscopy.net) выпустила свой первый микроскоп в 1990 году. Это был первый российский туннельный микроскоп. Политика компании – поддержка низких цен на выпускаемую продукцию. Модельный ряд микроскопов здесь не столь велик, а базовая модель – FemtoScan 001 имеет характеристики, указанные в таблице. Микроскоп позволяет работать с контролируемым нагревом образцов (до 80°C при точности $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$). В предлагаемом компанией программном продукте предусмотрены специальные приложения для проведения измерений по сети Интернет. Эта особенность уникальна и полезна в целом ряде случаев.

Еще один российский производитель – компания/концерн "Наноиндустрия" (www.nanotech.ru) – производит только туннельный микроскоп модели "Умка" (см. характеристики в таблице).

Компания Agilent Technologies (www.agilent.com), бывшее подразделение компании Hewlett-Packard, сегодня (кроме прочего оборудования) выпускает и АСМ. В частности, есть две модели: Agilent 5500 и более дешевая Agilent 5100, которая обладает всеми основными возможностями модели 5500, см. таблицу.

Все микроскопы компании Agilent умеют сканировать в специальном режиме МАС. Это запатентованный компанией режим сканирования деликатных образцов в жидкости. Микроскоп оборудован не только стандартной (стационарной) ячейкой для жидкости, но и ячейкой для проточной жидкости. Предусмотрены различные держатели для образцов, например держатель для чашки Петри. Возможна также работа с образцами при контролируемом нагреве и охлаждении (от -35 до 250°C).

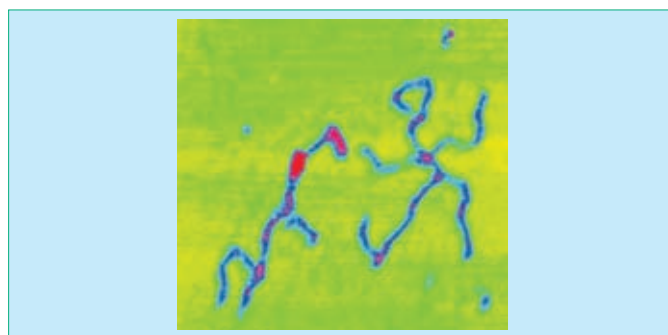


Рис.5 ДНК. Нуклеография (VEECO)

Параметры атомно-силовых микроскопов

VEECO Модель Multimode 5	Размер образца	Диаметр до 15 мм, высота до 5 мм
	Размер скана	125 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: Phi, LFM, MFM, FDM, FVM, SCM, EAFM, CAFM, RAFM, EFM, FMM, SPM, ECAFМ, TUNA, PFS и нанолитография
VEECO Модель Caliber	Размер образца	Не ограничен (сканирование зондом) или по диаметру до 50 мм; по высоте до 15 мм
	Размер скана	90 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: Phi, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, нанолитография
Asylum Research	Размер образца	Варьируется в зависимости от типа прибора
	Размер скана	90×90×16 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: Phi, FDM, нанолитография, наноманипуляция
NT-MDT Модель Solver-Pro-M	Размер образца	Не ограничен (сканирование зондом) или допускает размеры 40×10 мм
	Размер скана	3×3×2,6 мкм, 10×10×4 мкм или 50×50×5 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: Phi, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, STM, нанолитография
NT-MDT Модель Smena	Размер образца	Не ограничен или имеет размеры 100×100×20 мм (при фиксации зажимами)
	Размер скана	100×100×5 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: Phi, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, STM, нанолитография
ЦПТ Модель FemtoScan 001	Размер образца	Диаметр до 15 мм, высота до 5 мм
	Размер скана	15 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: Phi, LFM, MFM, FMM, EFM, FDM, STM, нанолитография
"Наноиндустрия" Модель "Умка"	Размер образца	8×8×2 мм
	Размер скана	5 мкм
	Режимы сканирования	STM, нанолитография
Agilent Модель 5100	Размер образца	21×30 мм
	Размер скана	9×9×2 мкм или 90×90×8 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: LFM, STM, MAC, AAFM, CSAFM
PSIA Модель XE-100	Размер образца	100×100×20 мм
	Размер скана	50×50×12 мкм или 100×100×12 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: Phi, LFM, MFM, FMM, EFM/DC-EFM, FDM, NSOM, SCM, SSRM, STM, SthM, нанолитография (возможен нагрев и охлаждение)
WITec Модель Alpha 300A	Размер образца	Большой
	Размер скана	100×100×20 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: Phi, MFM, нанолитография, наноманипуляция (возможен нагрев и охлаждение)
Micro Photonics Модели DS 95-50// DS 95-200	Размер образца	н/д
	Размер скана	50×50×2,7 // 200×200×15 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: LFM, MFM, EFM, AFM AC, AFM DC
Ampios Technology Модели Q-Scope// USPM	Размер образца	150×150×65 // 25×25×8 мм
	Размер скана	40×40×4; 80×80×8; 200×200×10 // 25×25×8; 40×40×4; 80×80×8 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, сканирование в жидкости, а также: LFM, MFM, EFM, FDS, STM, CAFM (возможен нагрев до 250°C)
Omicron	Размер образца	н/д
	Размер скана	6×6×1 мкм
	Режимы сканирования	Контактный, полуконтактный/резонансный, а также: LFM, MFM, EFM, AFM/STM-визуализация (возможен нагрев до 150°C)

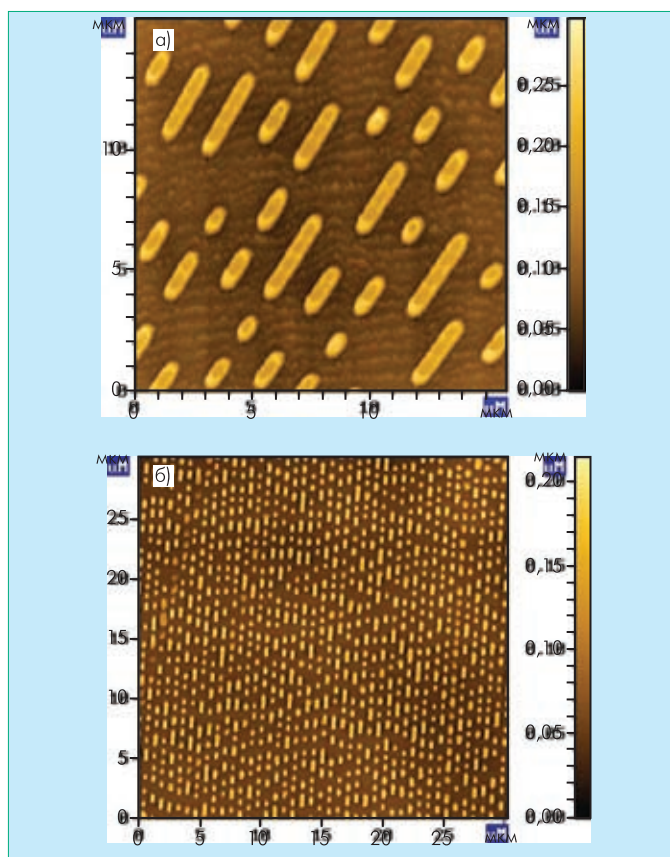


Рис.6 а) Поверхность CD-диска; б) поверхность DVD-диска (NT-MDT)

Еще одна компания, которую нужно отметить, – корейская PSIA (дочернее отделение компании Park Scientific Instruments, www.psiainc.com). Сегодня компания выпускает несколько типов микроскопов. Базовый микроскоп – XE-100. В микроскопе XE-150 увеличен допустимый размер образцов до $200 \times 200 \times 20$ мм и их вес – до 1 кг. Важно то, что файлы изображений микроскопа PSIA записываются в формате tiff, который конвертируется в форматы: png, jpeg и txt. Это дает возможность работать в любых системах обработки изображений и наблюдать изображения, используя простые программы просмотра.

В таблице также представлены модели АСМ ряда других производителей (WITec, Micro Photonics, Ampios Technology и Omicron). Эти модели можно встретить на нашем рынке.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Несколько слов о будущем АСМ. Этот микроскоп прост и удобен в эксплуатации. Как и всякий микроскоп, он полезен почти каждому экспериментатору. Он компактен и мог бы присутствовать во всех лабораториях. Однако цены, устанавливаемые мировыми производителями, препятствуют этому. Хочется надеяться, что со временем цены на рынке АСМ снизятся и эти приборы будут распространены повсеместно. ○