

УДК 681.2+539.2

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ДОБРОТНОСТИ КАМЕРТОННОГО ДАТЧИКА НА КАЧЕСТВО ИЗМЕРЕНИЙ В АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Нгуен Тхи Хонг¹, Во Тхань Тунг², С. А. Чижик²

¹ *Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, Минск, Беларусь.
E-mail: hoahonganhrang_1002@yahoo.com*

² *Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, ул. П. Бровки 15, Минск, Беларусь.
E-mail: votungbeo@gmail.com*

Описывается влияние добротности Q на измерения, проводимые в силовой спектроскопии. Отмечаются особенности и влияние добротности Q на стабильность, чувствительность и разрешение. Обсуждаются результаты измерений методом силовой спектроскопии, полученные в полуконтактном и латерально-силовом режимах.

Введение

Известно, что кварцевый кристалл может использоваться в качестве акустического датчика [1], а также в качестве датчика в силовой микроскопии [2–4]. Высокое значение механической характеристики добротности Q делает такие датчики чувствительными к поперечной силе (латеральная сила, «shear force») и силе трения. Их преимущество состоит в том, что амплитуда колебаний, зависящая от пьезоэлектрического эффекта кристалла кварца, определяет измеряемый электрический сигнал, который пропорционален внешним силам. При этом точность такой методики оказывается сравнимой с точностью в атомно-силовой микроскопии (АСМ). Кристаллы кварца используются как силовые датчики в ближнеполевой оптической микроскопии [2, 3], атомно-силовой микроскопии [4] и магнитно-силовой микроскопии [5].

В последнее время методики латерально-силовой микроскопии применяются для получения изображений материалов в воздухе, жидкой окружающей среде и высоком вакууме [4, 6, 7]. В более ранних работах исследовалось поведение кварцевого камертона, установленного на атомно-силовом микроскопе, в двух режимах: полуконтактном и латеральном [8, 9]. Полученная зависимость характеристик колебаний в режиме динамической силовой спектроскопии от среднего расстояния острие – образец необходима для понимания и анализа работы системы кантилевер – поверхность под воздействием динамических сил камертона АСМ при высоких амплитудах его колебаний с целью достижения высоких стабильности и разрешения при получении изображений. Данные спектроскопии представляют собой результат непосредственного измерения средней амплитуды колебаний камертона, которая зависит от расстояния острие – образец и частоты возбуждающих колебаний.

В данном исследовании представлена разработка системы с кварцевым камертоном для получения изображений образцов в воздушной среде на базе метода атомно-силовой микроскопии. Описывается также влияние системы управления добротностью на изменение силовой кривой, зависимость результатов силовой спектроскопии от среднего расстояния острие – образец. Особенности и влияние системы управления добротностью на стабильность, чувствительность, и разрешение сравниваются для двух режимов: полуконтактного и латерально-силового. Для доказательства возможности

работы камертона в двух режимах исследовались амплитудные и фазовые изображения.

Методика эксперимента

Кварцевые камертоны, использовавшиеся в эксперименте, имели следующие характеристики: $f_{bare}^0 = 32768$ Гц – номинальная резонансная частота, $Q_{bare} = 9500$ – добротность и $k = 12$ Н/м – жесткость [9] (рис. 1). Вольфрамовое острие, полученное методом электрохимического травления, приклеено к концу кварцевого камертона эпоксидным клеем. Эпоксидный клей обладает сильными адгезивными свойствами, а низкая интенсивность испарения летучих элементов позволила осуществить сушки так, что масса клея стала ничтожно мала. Описание технической реализации при использовании механической и электрической систем управления атомно-силовым микроскопом NT-207 (ОДО «Микротестмашины», Беларусь) представлено в [10].

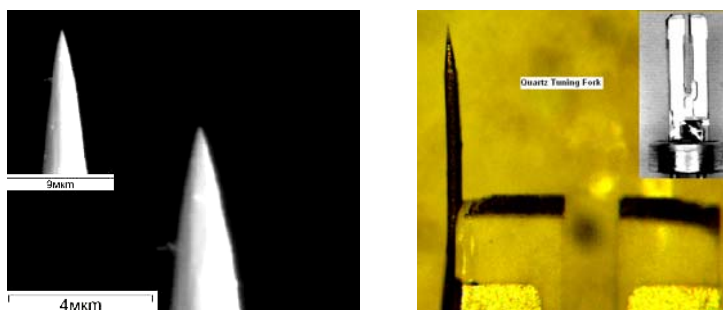


Рис. 1. СЭМ–изображение и фотография оптической микроскопии вольфрамового острия с радиусом около 80 нм, прикрепленного к кварцевому камертону

В эксперименте используется система управления добротностью на основе кварцевого камертона [11], использующего цепь стандартного операционного усилителя для преобразования тока камертона в напряжение ($I-V$) (рис. 2) [12]. Изменяя частоту колебаний камертона f и одновременно записывая соответствующее напряжение V , можно определить зависимость между частотой f и выходным напряжением V . При резонансе амплитуда колебаний камертона максимальна и соответствует максимальному значению (пику) выходного напряжения на кривой $f-V$. Таким образом может быть определена резонансная частота. На схеме, приведенной на рис. 2, верхний преобразователь тока в напряжение детектирует пьезоэлектрический ток, который зависит от колебаний камертона, а также дополнительные паразитные токи. Нижний операционный усилитель (*Op-Amp*) не всегда необходим. Однако он присутствует для исключения токов паразитной емкости (C_0 и другой емкости проводов). Этот преобразователь позволяет вычитать паразитные токи, что достигается регулированием емкости подстроечного конденсатора вблизи резонанса камертона.

Для исследования режима закрытого контура фазовый сдвиг и коэффициент обратной связи регулировались до сближения острия с поверхностью образца. Вначале использовалось очень малое значение коэффициента обратной связи и начальный сдвиг фазы устанавливался таким образом, чтобы сигнал, поступающий на вход сумматора сигналов, находился в фазе с сигналом обратной связи. В эксперименте система

работает в режиме отрицательной обратной связи и выходной сигнал усилителя $I-V$ уменьшен. Дальнейшее увеличение коэффициента обратной связи позволяет получать еще более низкий сигнал до тех пор, пока не будет достигнута желаемая добротность системы Q .

Кривые зависимости амплитуды колебаний камертона от расстояния между острием и образцом регистрируются в процессе подвода острия к поверхности образца и его отвода до расстояния, при котором взаимодействие острие – образец незначительно. Изменения амплитуды колебаний камертона записывались при различных значениях добротности (при использовании системы управления добротностью) и изменяющемся расстоянии острие – образец. Кроме того, исследована методика динамической спектроскопии, а по результатам построена кривая силовой спектроскопии.

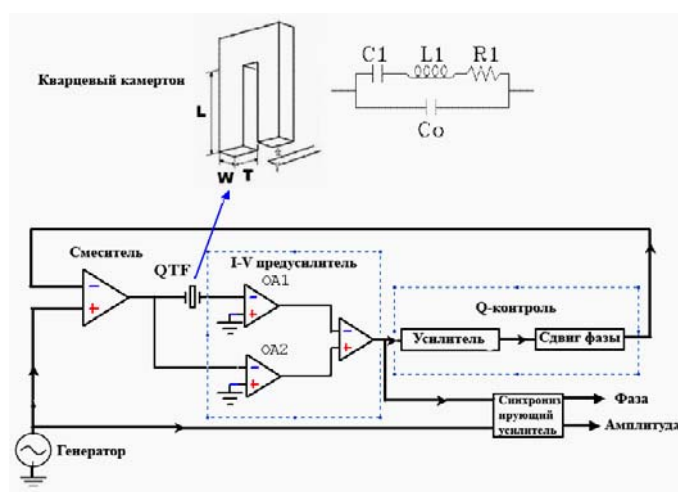


Рис. 2. Схема предварительного усилителя $I-V$ на основе кварцевого камертона с системой управления добротностью

Результаты исследований и их обсуждение

Для определения динамического расстояния кварцевого камертона силового датчика с системой управления добротностью и провести сравнение между двумя режимами (нормальным и латеральным), регистрировались силовые кривые при нормальных условиях. В двух режимах работы кварцевого камертона на основе АСМ НТ-206 выполнены измерения зависимости амплитуды от среднего расстояния острие – образец как функции расстояния для образцов полиэтилена и оксида алюминия. Изначально были заданы определенные значения для рабочей амплитуды колебаний острия (приблизительно 85–90% от максимальной амплитуды), затем устанавливались необходимые параметры.

Исследовалось влияние начального значения добротности камертона Q_0 на изменение его амплитуды в латерально-силовом режиме. Для этого выбраны три интервала значения добротности Q_0 : высокое (> 5000), среднее ($\sim 4000-4500$) и низкое (< 3000). Результаты (рис. 3) показывают, что для обоих материалов имеет место зависимость: уменьшение начальной добротности Q_0 приводит к увеличению угла наклона кривой амплитуда – расстояние между образцом и острием. Кроме того, ширина гистерезисных циклов довольно мала для низких значений Q_0 . При

уменьшении значения добротности $Q_0 = 7267$ до эффективной величины $Q_0 = 2619$ изменение сигнала амплитуды ($\Delta A / \Delta z$) при использовании системы управления добротностью выше, чем изменение ее сигнала без использования данной системы. По сравнению с сигналом без применения системы управления добротностью наблюдается значительное улучшение качества и устойчивости сигналов, амплитуда уменьшается непрерывно. В особенности, при низком значении добротности ($Q \approx 2000$) амплитуда показывает короткое время отклика. Устойчивая форма графиков при уменьшении добротности без изменения угла наклона кривой при самом низком значении добротности ($Q \approx 2000$) говорит о высокой стабильности сигнала амплитуды камертона латерального силового датчика. Согласно результатам, датчик камертона, работающий в режиме силовой обратной связи, имеет высокую чувствительность и дает хорошее разрешение.

Наблюдалось заметное различие результатов при исследовании различных материалов. В то время как изменение угла наклона кривой зависимости амплитуды от расстояния между образцом и острием для полиэтилена довольно медленное, кривые амплитуды для оксида алюминия (Al_2O_3) показывают гораздо более резкий наклон. Таким образом можно говорить о новом методе определения свойств поверхности различных материалов: "твердые" они или "мягкие".

Для понимания сути зависимости изменения добротности Q при подводе острия к поверхности, сделаны некоторые предположения для двух классов материалов. Для образца алюминия свойства поверхности довольно равномерные, и он имеет твердую структуру. При латерально-силовом режиме острие горизонтально колеблется и резко входит в область влияния атомных сил. Поэтому изменение кривых взаимодействия с образцом оксида алюминия довольно резкое. С другой стороны, поверхность полиэтилена не имеет напряженной структуры и не отличается гладкостью. В данных примерах роль атомных сил не может быть объяснена однозначно. При подводе острия к более "мягкому" образцу не наблюдается резких изменений под воздействием сил со стороны поверхности. Это может оказаться очень полезным для исследований свойств поверхности для различных типов образцов.

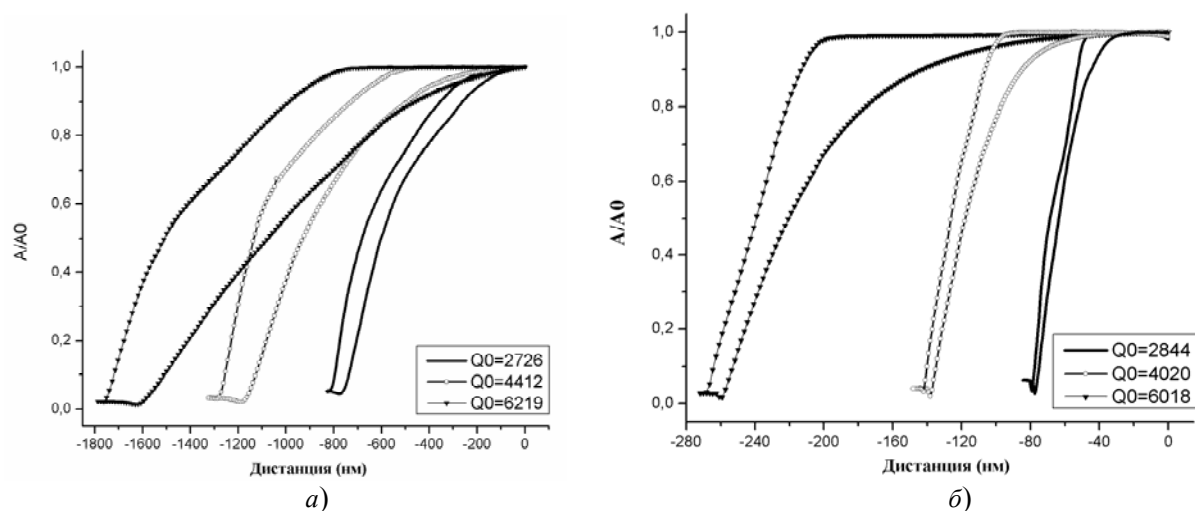


Рис. 3. Силовая кривая камертона с вольфрамовым острием при различных значениях добротности Q в латеральном режиме процесса подвода – отвода для образцов полиэтилена (а) и оксида алюминия (б)

Аналогично эксперименту в латерально-силовом режиме с применением системы управления добротностью выполнены исследования при работе в полуконтактном режиме для различных значений добротности. С помощью системы управления добротностью первоначальное значение добротности $Q \approx 7000$ уменьшено до эффективной величины $Q \approx 2000$.

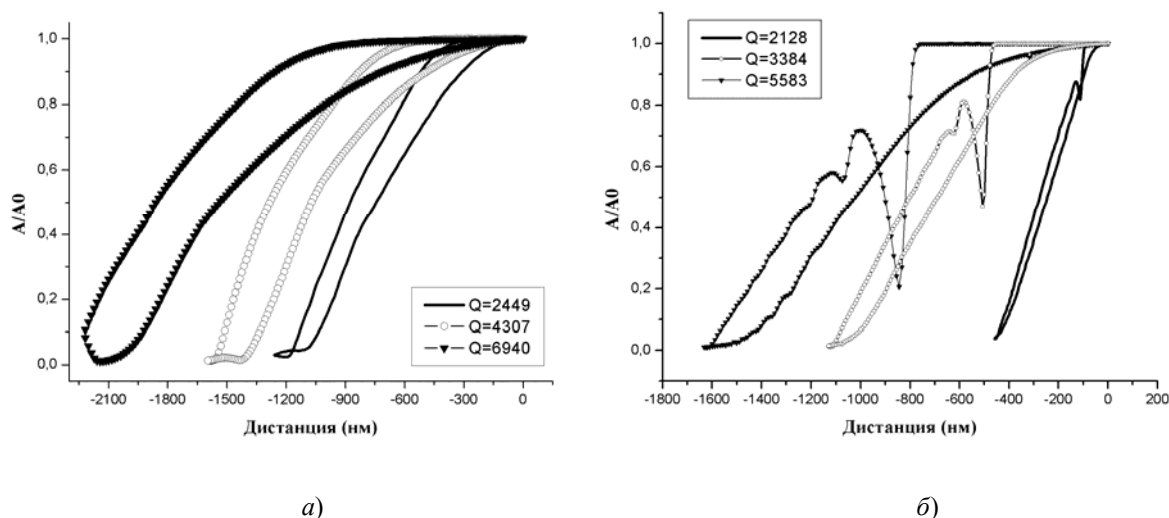


Рис. 4. Силовая кривая камертона с вольфрамовым острием при различных значениях добротности Q в полуконтактном режиме процесса подвода – отвода для образцов полиэтилена (а) и оксида алюминия (б)

При рассмотрении влияния результатов спектроскопии для полиэтилена (рис. 3, а) на кривых, полученных при различной добротности Q , наблюдается значительная разница. Чем выше начальное значение добротности Q , тем меньше угол наклона кривых спектроскопии. Ширина петли гистерезиса довольно невелика. Согласно результатам, в случае использования "мягких" материалов сигнал системы управления добротностью будет лучше при низкой добротности, что совпадает с данными, полученными в [13].

На рис. 4, б показано различие в изменениях амплитуды для оксида алюминия. В начале работы в полуконтактном режиме существует особое положение острие – образец, при котором происходит внезапное уменьшение амплитуды, стремящейся к нулю, а затем такое же резкое увеличение. Уменьшение добротности при помощи системы управления добротностью приводит к не столь резкому падению амплитуды вблизи нулевого значения.

Заключение

Представлены результаты атомно-силовой микроскопии при использовании кварцевого камертона с системой управления добротностью в латерально-силовом и полуконтактном режимах. Показано, что применение техники управления добротностью позволяет значительно уменьшено добротность Q . Дано более ясное понимание процессов взаимодействия острие – образец с целью улучшения результатов, получаемых с помощью датчиков с низкой добротностью. Предложен

новый метод для исследования и качественной идентификации свойств поверхностей материалов в наномасштабе.

Авторы благодарят профессора Джонатана Мапса из Университета штата Миннесота Дулуть (США) и профессора Чан Суан Хоаи из Вьетнамской академии науки и техники (Вьетнам) за полезные обсуждения.

Работа выполнена в рамках задания 1.09 ГНТП «Научные приборы».

Литература

1. Guethner P., Fischer U., Dransfeld K. Scanning near-field acoustic microscopy // *Appl. Phys. B. Photophys. Laser Chem.*, В 48. 1989. Pp. 89.
2. Karrai K. and Grober R.D., Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes // *Appl. Phys. Lett.* 1995. 66. Pp. 1842–1844.
3. Karrai K., Grober R.D. *Ultramicroscopy*, 61 (1995) 197.
4. Giessibl F.J. High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork // *Appl. Phys. Lett.* 1989. 73. Pp. 3956–3958.
5. Kim K., Seo Y., Jang H., Chang S., Hong M. // *Nanotechnology*. 17 (2006) 201.
6. Martin Y., William C.C., Wichramasinger H.K. Atomic force microscope force mapping and profiling on a sub 100-Å scale // *J. Appl. Phys.* 1987. 61. Pp. 4723.
7. Han W., Lindsay W.M., Jing T. // *Appl. Phys. Lett.* (1996) 69. 4111.
8. Vo T.T., Chizhik S.A., Chikunov V.V., Truong V.C., Nguyen T.V., Tran X.H. Atomic force microscopy (AFM) using a quartz tuning fork // *Proc. 1st IWOFFM–3rd IWONN Conference, Hanoi, Vietnam.* Pp. 365–367.
9. Vo T.T., Chizhik S.A., Chikunov V.V., Nguyen T.V., and Tran X.H. Influence of additional mass on quartz tuning fork in dynamic operation mode // *Proc. of 7th Int. Methodological aspects of scanning probe microscopy 2006, BelSPM-7, Belarus.* Pp. 88–92.
10. <http://microtm.com/nt206/nt206r.htm>
11. Maps J. Summary NASA Grant NAG2-1474 (2002).
12. Vo T.T., Chizhik S.A. Quartz tuning fork atomic force microscopy using quality-factor control // *Proc. of Nanomeeting. 2007, Belarus.* Pp.535–538.