

Немкаева Р.Р.,  
Мухаметкаримов Е.С.,  
Алпысбаева Б.Е.

**Сравнение методик атомно-силовой микроскопии при исследовании аморфных углеродных пленок**

Nemkayeva R.R.,  
Mukhametkarimov Y.S.,  
Alpysbayeva B.Ye.

**Comparison of atomic-force microscopy methods during the study of amorphous carbon films**

Немкаева Р.Р.,  
Мухаметкаримов Е.С.,  
Алпысбаева Б.Е.

**Аморфты көміртекті қабықшаларды зерттеуге арналған атомдық күштік микроскопия әдістемелерін салыстыру**

В работе представлены результаты исследования аморфной углеродной пленки методами атомно-силовой микроскопии. Рассмотрены принципы основных методик измерений и параметры, определяющие латеральное разрешение и разрешение по оси z, а также особенности различных типов зондов. Проведено сравнение и выявлены особенности применения полуконтактной и контактной методик при исследовании мягких пленок с низкой адгезией. Показано, что при выборе метода сканирования атомно-силовой микроскопии всегда необходимо учитывать множество факторов – в первую очередь, это особенности образца и информация, которую необходимо извлечь в результате измерений. Если образец достаточно жесткий и необходимо провести точные измерения, то рекомендуется использовать мягкий зонд с длинной балкой в контакте. В случае «сложных» образцов – мягких, с сильно развитой поверхностью и плохой адгезией, применяется метод полуконтакта. Рассмотрен метод измерения толщины пленки и проведен анализ погрешности с учетом выбранного режима измерений. Погрешность измерений толщины с использованием полуконтактного зонда и контактной методики составила 15 нм. В то же время, полуконтактный метод позволил без повреждения поверхности исследуемого образца получить четкое изображение и корректно оценить глубину царапины.

**Ключевые слова:** атомно-силовая микроскопия, полуконтактная и контактная методики, адгезия пленки, измерение толщины, выбор метода, погрешность.

The paper presents study results of amorphous carbon film using atomic-force microscopy. Principles of main measuring techniques and parameters, determining lateral resolution and resolution by z axis, as well as special features of different tips are considered. Comparison and application peculiarities are performed for semi-contact and contact modes when study soft films with low adhesion. It is shown, that choosing scanning method of atomic-force microscopy it is always required to take many factors into consideration – firstly, the sample peculiarities and information to be obtained as a result of measurements. In case of sufficiently hard sample and necessity to perform precise measurements, it is recommended to use soft probe with long cantilever in contact mode. In case of «difficult» samples – soft, with extended surface and low adhesion, semicontact mode is used. Method for measurement of film's thickness is considered and analysis of accuracy depending on measuring mode is performed. Error of measurement of thickness using semicontact probe in contact mode averaged 15 nm. At the same time, semicontact mode allows to obtain fine image without surface damages and correctly assess the depth of a scratch.

**Key words:** atomic-force microscopy, semicontact and contact modes, film's adhesion, thickness measurements, choose of method, error of measurements

Берілген жұмыста аморфты көміртекті қабықшаларын атомдық-күштік микроскопия әдістерімен зерттеу нәтижелері келтірілген. Негізгі зерттеу әдістемелердің принциптері мен латеральді көрсеткішті және z өсі бойынша көрсеткіштерді анықтайтын параметрлер, сонымен қатар бірнеше типті зондтардың ерекшеліктері қарастырылған. Төменгі адгезиялы жұмсақ қабықшаларды зерттеуге арналған жартылай жанамалы және жанамалы әдістемелерді қолдану ерекшеліктері салыстырылды. Атомдық-күштік микроскопия зерттеу әдісін таңдаған кезде бірнеше факторларды ескеру қажет екені көрсетілген – бірінші кезекте, үлгінің ерекшеліктері мен өлшеу нәтижесінде алыну керек мәлімет. Егер алынған үлгі мейлінше қатты болса және дәлірек өлшеулер жүргізу керек болса, жанамасында ұзын балкалы жұмсақ зондты пайдалану ұсынылады. «Күрделі» үлгі жағдайында болса, яғни жұмсақ, күрделі дамыған бетті және әлсіз адгезиялы болса жартылай жанамалы әдіс қолданылады. Қабықша қалыңдығын өлшеу әдісі қарастырылған, сонымен қатар таңдап алынған өлшеу режимін ескере отырып қателіктер талдауы жүргізілген. Жартылай жанамалы және жанамалы зондты қолдану кезінде өлшенген қалыңдықтың қателігі 15 нм құрады. Сол мезетте, жартылай жанамалы әдіс зерттелініп отырған үлгінің бетін зақымға келтірмесіз анық бейнесін алуға және сызат қалыңдығын дәл бағалауға мүмкіндік берді.

**Түйін сөздер:** атомдық-күштік микроскопия, жартылай жанамалы және жанамалы әдістемелер, қабықша адгезиясы, қалыңдықты өлшеу, әдісті таңдау, қателік.

## СРАВНЕНИЕ МЕТОДИК АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ АМОΡФНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК

### Введение

Известно, что оптический и электронный микроскопы способны генерировать двумерные изображения поверхности образца, с увеличением порядка 1.000х крат для оптического микроскопа, и несколько сотен тысяч крат (100.000х) для электронного микроскопа.

Однако, эти микроскопы не способны измерять образец в вертикальном направлении, без предварительного создания скола или среза – высоту (например, частиц) или глубину (кратеры, отверстия, углубления) особенностей рельефа исследуемого образца.

Атомно-силовой микроскоп (АСМ), который использует острый зонд для исследования особенностей поверхности в ходе растрового сканирования, способен отображать топографию поверхности с очень высоким увеличением, до 1.000.000х. Кроме того, измерение в АСМ ведется в трех измерениях, горизонтальная плоскость x-y и вертикальная z составляющая. Разрешение в z-направлении обычно выше, чем в направлении x-y.

Стандартной единицей, используемой при измерениях на атомно-силовом микроскопе, является нанометр. Увеличение в АСМ это отношение актуального размера детали рельефа к размеру этой детали, изображенной на экране компьютера [1].

В случае изображения сверх высокого разрешения, общее поле зрения может составлять 100 нм. В этом случае увеличение на 500 мм экране компьютера выражается следующим образом:  $\text{увеличение} = 500 \text{ мм} / (100 \text{ нм} * 1 \text{ мм} / 1.000.000 \text{ нм}) = 5.000.000\text{х}$ .

Атомно-силовой микроскоп имеет два измерения разрешения; в плоскости измерения и в направлении перпендикулярном поверхности.

Разрешение в плоскости x-y зависит от геометрии зонда, который используется для сканирования. В общем случае, чем острее зонд, тем выше разрешение АСМ изображения.

Вертикальное разрешение в АСМ определяется относительными колебаниями зонда над поверхностью. Источниками колебаний являются акустический шум, колебания пола, термические колебания. Для получения максимального вертикаль-

ного разрешения требуется минимизировать все колебания инструмента.

При сканировании образца с помощью АСМ на поверхность действует постоянная сила через зонд на конце кантилевера. Измерение этой силы с помощью кантилевера в АСМ проводят двумя методами. В первом методе напрямую измеряется отклонение кантилевера. Во втором методе, кантилевер колеблется и измеряется изменение параметров колебаний (частота, фаза).

#### *Режим отклонения*

Используя систему обратной связи в АСМ, возможно производить сканирование образца с фиксированным отклонением кантилевера. Благодаря тому, что отклонение кантилевера прямо пропорционально силе, действующей на поверхность, в течение сканирования на поверхность действует постоянная сила. Такой режим сканирования часто называют контактным.

#### *Колебательный режим*

Кантилевер в АСМ может совершать колебания с помощью пьезоэлектрической керамики. Когда колеблющийся кантилевер приближается к поверхности, происходит изменение амплитуды и фазы колебаний. Эти изменения могут быть измерены и соотнесены с силой на поверхности. Данный метод имеет несколько названий, включая безконтактный режим и метод прерывистого

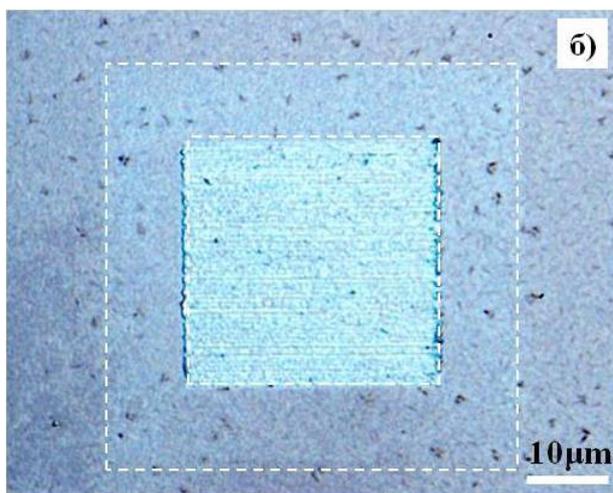
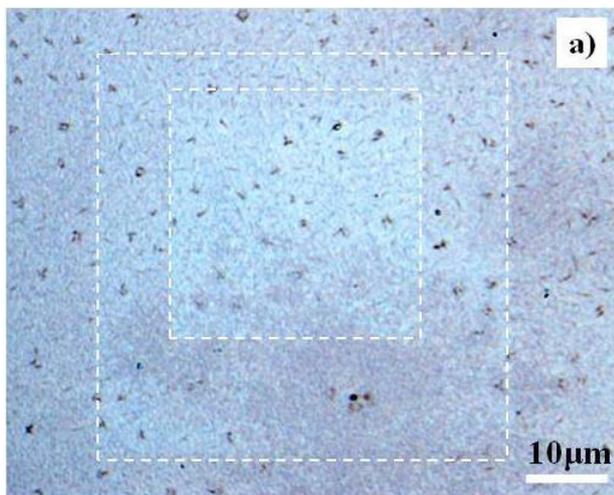
контакта. Важно, что зонд при этом не простукивает поверхность, потому что может сломаться или повредить образец.

Выбор определенного метода сканирования обусловлен рядом факторов, в частности, особенностями образца и информацией, которую необходимо получить в результате измерений.

### **Эксперимент и обсуждение результатов**

В данной работе пленка аморфного углерода, модифицированная атомами серебра, была исследована методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на установке Solver Spectrum (NT-MDT) в полуконтактном и контактном режимах.

На рисунке 1 представлены оптические микрофотографии поверхности пленки после АСМ сканирования различными методами. Сканирование проводилось с применением полуконтактного зонда типа NSG10 в два этапа: 1) скан 30x30 мкм в полуконтакте (рис. 1а) и в контакте (рис. 1б); 2) контрольный скан 50x50 мкм в полуконтакте. Отчетливо видно, что в отличие от полуконтактного метода применение контактной методики привело к существенному изменению поверхности, что говорит о значительной мягкости и слабой адгезии материала.



**Рисунок 1** – Оптические микрофотографии углеродной пленки после сканирования а) в полуконтакте; б) в контакте

Контрольное сканирование площади 50x50 микрон показало, что при контакте происходит частичное разрушение поверхности исследуемого материала, что показано на АСМ изо-

бражении на рисунке 2. Изучение поперечного сечения данного скана позволило установить, что глубина царапин от зонда на поверхности образца составила примерно 15 нм. При работе

АСМ в контактном режиме обычно используют кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости, что позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец. Несмотря на то, что контактный режим с использованием контактных зондов считается самым чувствительным, у него имеются ограничения. Недостаток контактных АСМ методик

состоит в непосредственном механическом взаимодействии зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов в процессе сканирования. Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты [2].

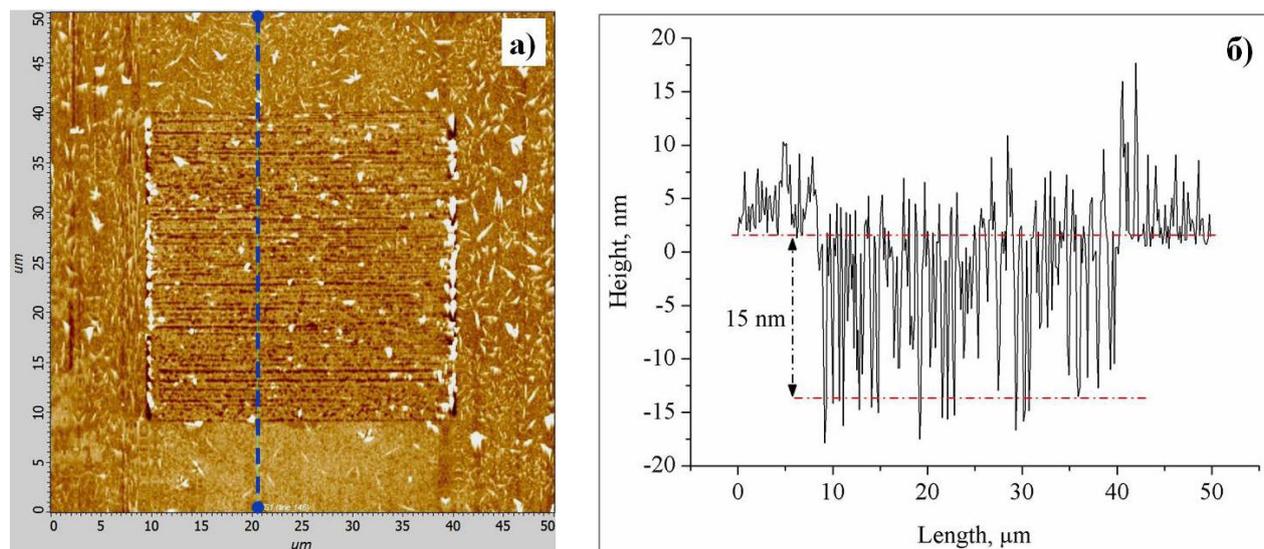


Рисунок 2 – а) АСМ изображение и б) профиль поперечного сечения измененной поверхности образца (вдоль синей пунктирной линии)

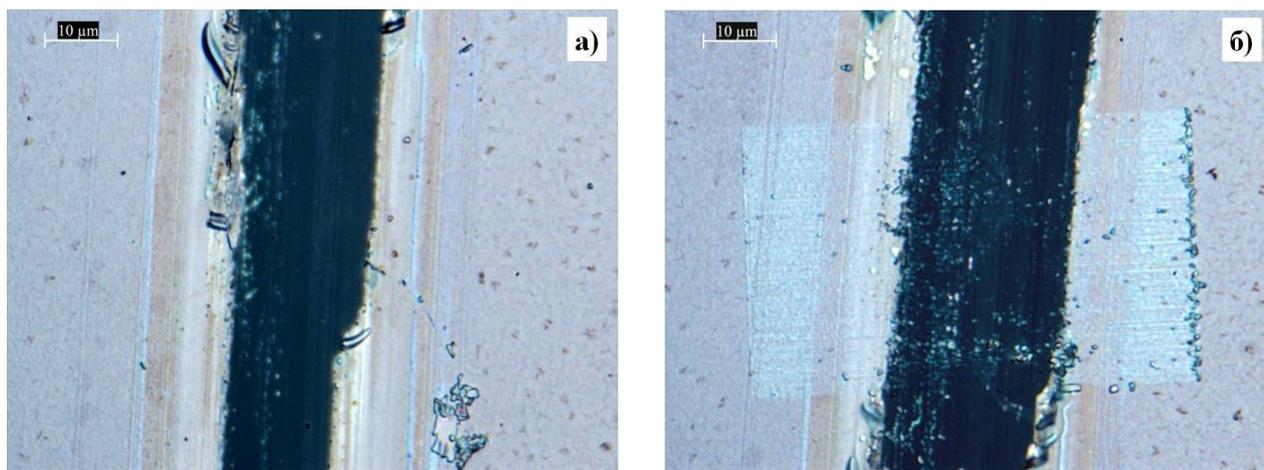
Известно, что полуконтактные зонды являются универсальными, т.е. их можно применять как в полуконтактном, так и в контактном режимах. Кроме того, применяя такой тип зондов, можно, не отводясь от требуемой области и не меняя зонда, исследовать образец различными методиками, получив при этом максимальное количество информации, в частности, фазовый контраст. Для сравнения, типичный полуконтактный зонд (NSG10) имеет длину кантилевера 95 мкм и жесткость 11,8 Н/м, в то время как длина стандартного контактного кантилевера (CSG10) составляет 225 мкм, а жесткость 0,11 Н/м. При этом радиус закругления зонда для обоих типов кантилеверов составляет 10 нм.

В данной работе также была проведена оценка толщины исследуемой пленки различными методиками. Для этого тонким пинцетом формировалась царапина на всю глубину образца, на оптическом микроскопе находилась наиболее подходящая область, и далее проводилось сканирование данной области с помощью атомно-силового ми-

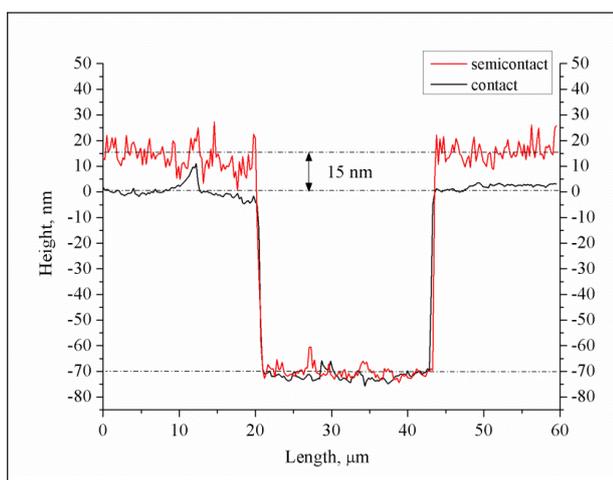
кроскопа. На рисунке 3 представлены оптические микрофотографии области царапины на пленке после сканирования полуконтактным (рис.3а) и контактными (рис.3б) методами. Как и в предыдущем случае, в результате контактного сканирования наблюдается изменение поверхности.

Изучение профиля поперечного сечения данных сканов, представленного на рисунке 4, позволило оценить погрешность измерения толщины исследуемой пленки. Так, толщина пленки, измеренная полуконтактной методикой, составила 85 нм (красная линия), а результаты контактного измерения показали значение 70 нм (черная линия), что объясняется повреждением верхнего слоя образца.

Таким образом, можно сказать, что погрешность измерений толщины с использованием полуконтактного зонда и контактной методики составила 15 нм. В то же время, полуконтактный метод позволил без повреждения поверхности исследуемого образца получить четкое изображение и корректно оценить глубину царапины.



**Рисунок 3** – Оптические микрофотографии царапины на пленке после сканирования а) в полуконтакте; б) в контакте



**Рисунок 4** – Профиль поперечного сечения АСМ скана царапины на углеродной пленке

### Заключение

При выборе метода сканирования в атомно-силовой микроскопии всегда необходимо учитывать множество факторов – в первую очередь, это особенности образца и информация, которую необходимо извлечь в результате измерений. Если образец достаточно жесткий и необходимо провести точные измерения, то рекомендуется использовать мягкий зонд с длинной балкой в контакте. В случае «сложных» образцов – мягких, с сильно развитой поверхностью и плохой адгезией, применяется режим полуконтакта.

В данной работе пленка аморфного углерода, модифицированного атомами серебра, исследовалась двумя методами. В результате экспериментов, были подобраны оптимальные условия для изучения особенностей поверхности пленки и измерения ее толщины.

### Литература

- 1 General tutorial: Atomic force microscopy. [www.pacificnanotech.com](http://www.pacificnanotech.com)
- 2 Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. – РАН, г.Нижний Новгород, 2004. – 114 с.

### References

- 1 General tutorial: Atomic force microscopy. [www.pacificnanotech.com](http://www.pacificnanotech.com)
- 2 V.L. Mironov Osnovy skaniruyushchey zondovoy mikroskopii. – RAN, g.Nizhniy Novgorod, 2004. – 114 s. (in russ).