

ТЕХНОЛОГИИ

УДК 535.317.1

**АРТЕФАКТЫ ИЗМЕРЕНИЙ, ВНОСИМЫЕ ЗОНДОМ
АТОМНОГО СИЛОВОГО МИКРОСКОПА В ПРОЦЕССЕ СКАНИРОВАНИЯ**Н.Г. ЦИРКУНОВА¹, Л.В. КУХАРЕНКО², С.А. ЧИЖИК³, В.Е. БОРИСЕНКО¹¹Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
П. Бровки 6, 220013 Минск, Беларусь²Белорусский государственный медицинский университет
просп. Дзержинского, 83, 220116 Минск, Беларусь³Институт тепло-массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси
Платонова 38, 220072 Минск, Беларусь*Поступила в редакцию 28 декабря 2007*

Рассмотрены примеры и причины возникновения погрешностей метрических характеристик при изучении микро- и нанообъектов с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ). Показан процесс деградации острия зонда как при последовательном сканировании одного и того же участка поверхности образца, так и в ходе проведения только одного сканирования. На примере АСМ-изображений клеток крови — лейкоцитов, полученных зондом с двумя разноуровневыми остриями, показана возможность минимизации влияния формы острия зонда на объективность воспроизведения нанорельефа поверхности исследуемого образца.

Ключевые слова: сканирующая зондовая микроскопия, атомно-силовая микроскопия, деградация зонда, двойное острие.

Введение

Широкое использование сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), и в частности атомно-силовой микроскопии (АСМ), для исследования разного рода объектов: твердотельных наноструктур [1], интегральных микросхем, биологических объектов [2] требует оценки погрешности полученных метрических характеристик изучаемых структур. Особенно это актуально при измерении серии образцов, где важно установить закономерность в варьировании геометрических размеров структуры поверхности при изменении технологических параметров их формирования. Как правило, при проведении подобного рода сравнительных измерений, зонд АСМ стараются не менять. Один зонд может быть использован для проведения ограниченного числа измерений в контактном и в полуконтактном режимах, количество которых зависит от "твердости" исследуемых объектов. Как показывает практика, при измерении структур, размеры которых соизмеримы с радиусом закругления острия зонда, погрешность определения продольных размеров составляет более 50% и значительно возрастает с увеличением радиуса закругления зонда. Возникают трудности оценки погрешности измерения метрических характеристик и получения корректных АСМ-изображений структур "колодезного" типа.

Достаточно часто при проведении АСМ-эксперимента исследователи сталкиваются не только с процессом деградации острия зонда, но и с его сколом: образованием нескольких пиков, впоследствии выполняющих функции нескольких измерительных игл, расположенных на разных уровнях и с различными радиусами закругления [3]. В этом случае, например для двойного острия, “ощупывание” поверхности образца происходит сдвоенным зондом, что не может не отразиться на результатах измерений. В данной работе обобщаются экспериментальные данные серии АСМ-исследований как твердотельных структур, так и биологических клеток, в которых учтена геометрия острия зонда.

Экспериментальная часть

Для исследований использовали зондовую лабораторию NTEGRA Prima (Россия, Зеленоград, NT-MDT) с кремниевыми зондами, имеющими радиус закругления ~10 нм. Сканирование проводили в динамическом режиме. Сравнение параметров изображений проводили на тех элементах структуры, которые полностью отображены на рисунках. Это позволило исключить изменение сопоставляемых площадей элементов структуры в результате влияния гистерезиса пьезоэлемента. Данный гистерезис приводит к смещению отображаемой области в процессе повторного сканирования и, как следствие, к изменению площади элементов, находящихся у края. Для оценки радиуса закругления острия зонда использовали TGT структуру фирмы NT-MD (Россия, Зеленоград), представляющую собой отдельно расположенные конусообразные пики [4]. Типичные параметры каждого пика составляют: угол 22° и радиус закругления вершины ~10 нм.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлено АСМ-изображение тестовой решетки TGT, состоящее из трех совмещенных изображений, полученных в процессе последовательного сканирования одного и того же участка поверхности TGT структуры (серый цвет соответствует первому, светло-серый — второму, черный — третьему сканированию). Обнаружено, что каждое последующее сканирование дает больший латеральный размер тестовых пиков данной решетки по сравнению с предыдущим.

В таблице приведены значения площади поперечного сечения пиков тестовой решетки на высоте 320 нм. Для сравнения площади поперечного сечения выбрано пять полностью отсканированных конусообразных пиков. Нумерация в таблице соответствует нумерации пиков на рис. 1. Очевидно, что каждое последующее сканирование приводит к увеличению площади поперечного сечения пиков, что свидетельствует о деградации острия зонда.

Деградация острия зонда может наблюдаться при визуализации структур “колодезного” типа даже в процессе только одного сканирования. Это иллюстрируют данные, приведенные на рис. 2. На профиле сечения S2 (рис. 2,б), проведенном в начале процесса сканирования, геометрические размеры структур соответствуют техническому заданию на изготовление данной структуры. Геометрические размеры, исходя из профиля сечения S3, проведенного в конце сканирования, меньше исходных на 200 нм (рис. 2,в). В процессе сканирова-

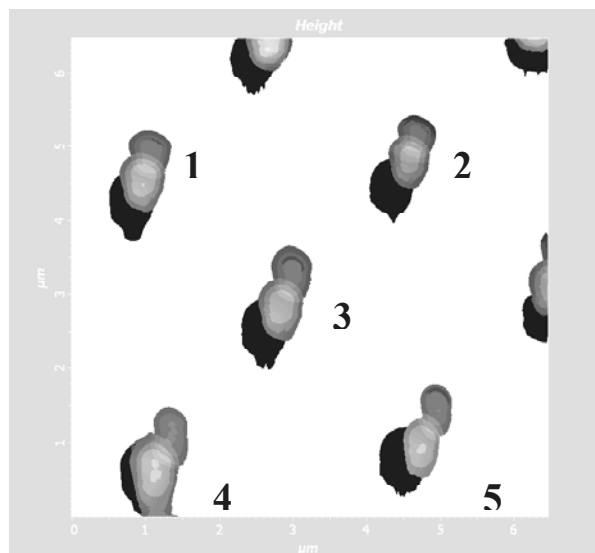


Рис. 1. АСМ-изображение тестовой решетки TGT, полученное при совмещении трех изображений, полученных в процессе последовательного сканирования одного и того же участка TGT структуры. 1–5 — те же, что и в таблице

ния, согласно вертикальному профилю сечения S1 (рис. 2,з), наблюдается уменьшение диаметра дна исследуемой структуры при получении одного изображения. При окне сканирования в 7 мкм и количестве точек 256, шаг сканирования составлял 27 нм. В данном случае мы не смогли получить более точное значение изменения визуализированных геометрических размеров дна структуры для точного описания процесса деградации зонда. Тем не менее, можно говорить о наличии этого явления.

Еще одним проявлением деградации острия зонда является образование двойной иглы. Острие зонда при соприкосновении с исследуемой поверхностью может скалываться, образуя несколько пиков, например, два острия вместо одного, как это показано на рис. 3. Образование сдвоенного острия может происходить за счет накопления механических напряжений как в технологическом процессе формирования зонда, так и за счет наличия дефектов в материале зонда. Интересным для анализа является случай двойного зонда, острия которого находятся на разных уровнях, что значительно усложняет интерпретацию получаемых АСМ-изображений.

Площадь поперечного сечения пиков тестовой решетки на высоте 320 нм, мкм²

№ пика	Цвет		
	серый	светло-серый	черный
1	0,170	0,207	0,221
2	0,191	0,224	0,244
3	0,190	0,226	0,246
4	0,221	0,277	0,322
5	0,237	0,295	0,349

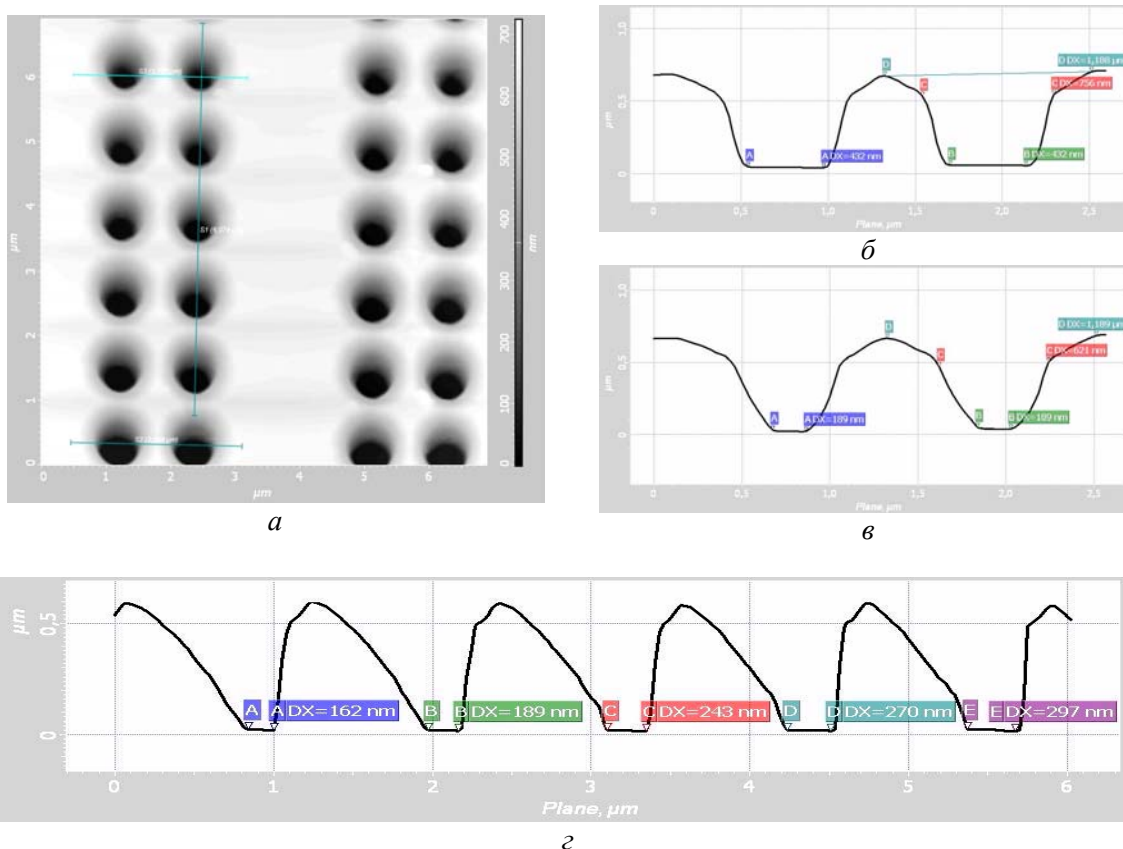


Рис. 2. АСМ изображение структуры "колодезного" типа на кремнии (а); профиль измеренный в начале процесса сканирования S2 (б); профиль измеренный в конце процесса сканирования S3 (в); вертикальный профиль сечения S1 (г)

На рис. 4 представлено АСМ-изображение клетки крови — лейкоцита — после воздействия индуктора апоптоза. Для апоптической клетки характерно наличие специфических морфологических признаков. Клетка крови обычно уменьшается в размерах в результате дегидратации и соответственно конденсации цитоплазмы, происходит конденсация хроматина и внутриклеточных органелл. Ядерные фрагменты вместе с содержимым цитоплазмы, включая органеллы, окружаются фрагментами плазматической мембраны. Можно предположить, что наблюдаемое на рис. 4 изменение морфологии поверхности лейкоцита соответствует апоптическому механизму гибели клетки. При более детальном рассмотрении полученного АСМ-изображения лейкоцита видны локальные выпуклости цитоплазматической мембраны в верхнем правом и нижнем левом углах клетки. По-видимому, под ними находятся остатки фрагментированного ядра.

Необходимо отметить, что на приведенном изображении визуализируются двойные локальные выпуклости с периодом 2 мкм. Более того, часть структуры, имеющая перепад высот более 100 нм, также повторяется. Исходя из этого, можно сделать вывод, что изображение получено двойной иглой, острия которой расположены на расстоянии 2 мкм друг от друга, и перепад высот составляет ~100 нм.

На рис. 5 представлено АСМ-изображение той же клетки после произведенной смены зонда. На данном изображении отсутствует дублирование локальных выпуклостей наружной мембраны. Кроме того, меньший радиус острия позволил разрешить более тонкие элементы мембраны и периферии клетки.

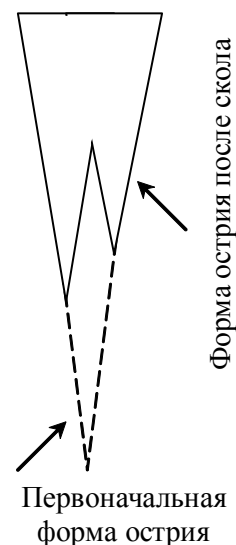


Рис. 3 Форма острия зонда

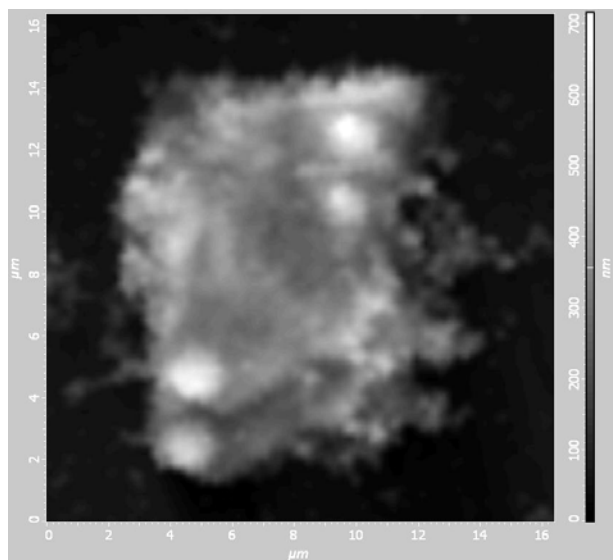


Рис. 4. АСМ-изображение лейкоцита, полученное при сканировании сдвоенной иглой

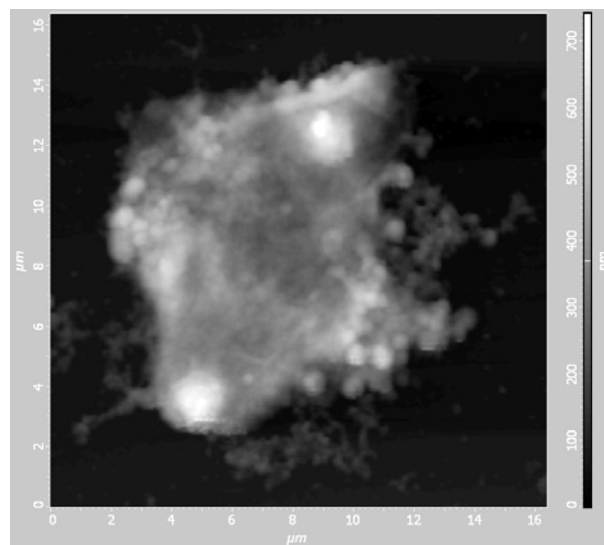


Рисунок 5. АСМ-изображение лейкоцита, полученное после смены зонда

Заключение

Проведенная работа позволяет сделать вывод, что при визуализации глубоких структур с вертикальными стенками необходимо оценивать форму острия зонда. Уменьшение скорости сканирования и увеличение коэффициента обратной связи позволяет повысить сохранность острия и, как следствие, избежать артефактов, связанных с деградацией острия зонда, получать повторяемые изображения исследуемых структур. Кроме того, для оценки погрешности полученных метрических характеристик различных структур следует осуществлять процесс скани-

рования, используя несколько зондов. Причем для каждого зонда необходимо проводить повторное сканирование одного и того же участка исследуемой поверхности со сменой направления сканирования. Проведение эксперимента со сменой зонда также позволяет оценить эффект формирования двойного острия и повысить достоверность получаемых АСМ-изображений, что особенно важно для исследования сложных биологических объектов.

MEASUREMENT ARTEFACTS BROUGHT BY PROBE OF ATOMIC FORCE MICROSCOPE DURING SCANNING

N.G. TSIRKUNOVA, L.V. KUKHARENKO, S.A. CHIZHIK, V.E. BORISENKO

Abstract

Origins and examples of metric errors during investigations of solids and biological objects with atomic force microscope (AFM) have been analyzed and presented. Degradation of the probe tip is shown to be the main reason for the artifacts observed. AFM images obtained with twinned tip are demonstrated as a striking artifact.

Литература

1. *Tsirkunova N.G., Leshok A.A., Sasinovich D.A.* // Physics, Chemistry and Application of Nanostructures / Ed. by V.E. Borisenko, S.V. Gaponenko, V.S. Gurin. (World Scientific, Singapore, 2007) P. 168–172.
2. *Kukhareno L.V. et al.* // Physics, Chemistry and Application of Nanostructures / Ed. by V.E. Borisenko, S.V. Gaponenko, V.S. Gurin. (World Scientific, Singapore, 2007). P. 155–159.
3. <http://chem.sci.gu.edu.au/spm/images/Artefact/artefact.htm>
4. <http://www.ntmdt.ru>