07,13,12

Измерение силы удара зонда атомно-силового микроскопа, работающего в режиме амплитудной модуляции

© Б.О. Щербин [1], А.В. Анкудинов [1,2], А.В. Киюц [3], О.С. Лобода [3]

[1] Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий механики и оптики,
Санкт-Петербург, Россия
[2] Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия
[3] Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: Alexander.ankudinov@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 22 июля 2013 г.)

Рассмотрен способ исследований силового взаимодействия в динамических режимах атомно-силового микроскопа. Проведены прямые измерения максимальной силы удара в режиме амплитудной модуляции. Выявлено согласие результатов аналитических расчетов с численным моделированием и более чем полуторакратное отличие от данных эксперимента. Проанализированы основные факторы, влияющие на результаты.

Работа поддержана грантами РФФИ № 12-01-00815-а и 12-08-00389-а, а также проектом У.М.Н.И.К.

1. Введение

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) [1] хорошо приспособлена для изучения поверхности образца: его рельефа, локальных электрических, магнитных, механических, трибологических свойств [2]. Исследования возможны в обычных условиях, вакууме, жидкости, в том числе агрессивной, при контролируемых вариациях температуры, внешних магнитных, электрических, оптических полей [3]. Дальнейшее совершенствование АСМ идет в направлении уменьшения разрушающего воздействия и продолжительности измерений, а также повышения количественного уровня данных [4–6].

Существует несколько режимов работы атомно-силового микроскопа. Статический, контактный режим [3] считается количественным и быстрым, но наиболее разрушающим ввиду неполного контроля сил трения [3]. Квазистатические, поточечные спектроскопические методики, такие как „силовое пространство“ (force volume) [7] и „количественная наномеханика“ (peak force quantitative nanomechanics) [8], позволяют уменьшить вклад сил трения, но за счет быстродействия. Минимизировать трение без относительной потери времени удается в динамических режимах амплитудной модуляции (режим прерывистого контакта, tapping mode) [9] и частотной модуляции (бесконтактный режим) [10]. Режим частотной модуляции считается количественным, для него разработана достаточно полная аналитическая теория [11], оптимально он реализуется в вакуумных условиях. К исследованиям на воздухе и, в особенности, в жидкости лучше приспособлен режим амплитудной модуляции. Для количественной оценки силового воздействия в режиме амплитудной модуляции используют численное моделирование, также применяют несколько приближенных аналитических подходов [12–14].

Ранее проводились непосредственные измерения средней силы взаимодействия в динамических режимах. Для этого использовались опорный кантилевер с известной жесткостью и дополнительная оптическая система детектирования его отклонений [15] либо более простая схема с опорным пьезокантилевером [16]. Для количественного контроля деформации образца в ходе получения АСМ-изображения важнее не средняя за период сила, а максимальная, пиковая сила. Прямо определять максимальную силу недавно стало возможным с помощью торсионных кантилеверов [17]. Используя такой кантилевер, очень быструю схему регистрации, а также специальный алгоритм выделения полезного сигнала, можно измерять высокочастотные силовые зависимости [17,18], аналогичные стандартным статическим силовым кривым контактного режима.

Цель настоящей работы состояла в рассмотрении относительно более простого, альтернативного способа исследования максимальной силы взаимодействия в динамических АСМ-режимах. Были изготовлены специальные устройства с измеримой жесткостью, представляющие собой наномостики над микропорой. С их помощью в режиме амплитудной модуляции измерялись изменения силы удара, вызванные приращением амплитуды. Экспериментальные результаты сопоставлялись с оценкой величины силы, полученной с помощью приближенного подхода, рассмотренного в работе [14], а также с данными численного моделирования.

2. Теоретический анализ АСМ режима частотной модуляции

В статическом контактном АСМ-режиме сила взаимодействия пропорциональна отслеживаемому углу отклонения кантилевера от равновесия и его коэффициенту

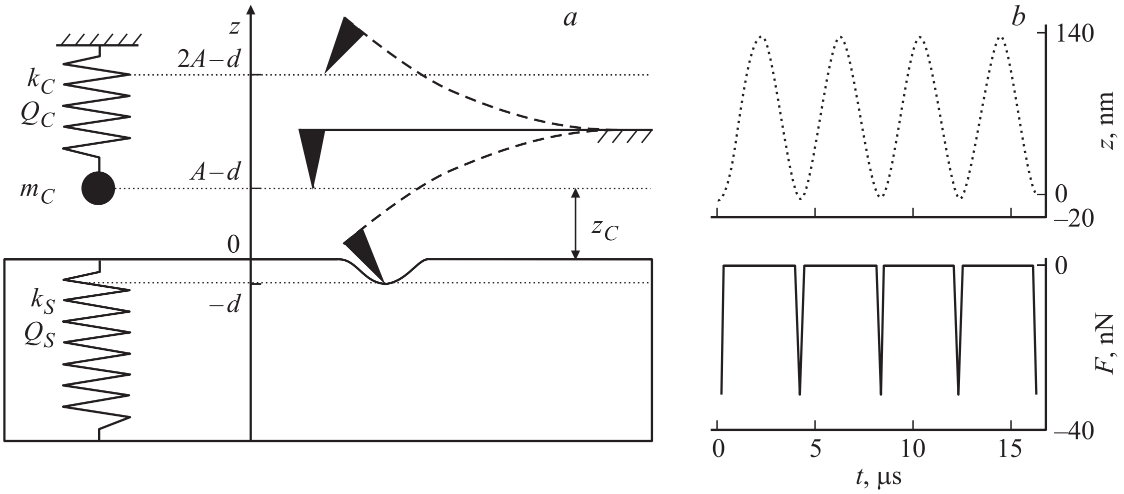

Рис. 1. *a*) Механическая модель для описания режима АМ: кантилевер (пружина с точечной массой m_C, добротностью Q_C, жесткостью k_C и положением равновесия z_C) взаимодействует с образцом (безмассовая пружина с жесткостью k_S и добротностью Q_S деформируется на глубину $-d$). *b*) Пример данных численного расчета: зависимости координаты и силы от времени. Параметры расчета режима АМ и взаимодействия зонда с образцом: $f = f_0 = 247.2$ KHz, $A_0 = 100$ nm, $\xi = 0.7$, $Q_C = 242$, $k_C = k_S = 12$ N/m, $Q_S = 24$.

жесткости k_C. В динамических режимах, частотной модуляции (ЧМ) и амплитудной модуляции (АМ), определить максимальную (пиковую) силу взаимодействия принципиально сложнее, так как кантилевер вибрирует вблизи поверхности и лишь малую долю периода контактирует с ней (рис. 1).

В режиме ЧМ кантилевер самовозбуждается на резонансной частоте f, а сигналом обратной связи служат изменения этой частоты Δf [10–12]. Амплитуда возникающих осцилляций поддерживается с помощью обратной связи неизменной, а фаза внешнего возбуждения всегда отличается от фазы колебаний кантилевера ровно на $\pi/2$. Обычно амплитуда осцилляций A_0 существенно больше диапазона действия сил зонд–образец F_{TS}, и энергия осцилляций $k_C A_0^2/2$ значительно превышает энергию взаимодействия. В этом случае сдвиг частоты Δf может быть определен [11,12] по классической теории возмущений

$$\frac{\Delta f}{f_0} = -\frac{\langle F_{TS} z\rangle}{k_C A_0^2}, \tag{1}$$

где f_0 — частота невозмущенного резонанса кантилевера, z — расстояние от зонда до поверхности, которое принимает отрицательные значения при деформации образца (рис. 1). Для вычислений пользуются более универсальным соотношением, содержащим так называемый „нормализованный сдвиг частоты в пределе больших амплитуд“ $\gamma(d)$ [11,12]:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{\gamma(d)}{k_C A_0^{3/2}}.$$

Вид $\gamma(d)$ определяется только ходом потенциала взаимодействия и минимальным расстоянием от зонда до поверхности d. Явные зависимости $\gamma(d)$ были получены для степенного, обратного степенного и экспоненциального типа взаимодействия [11,12].

Табл. 1 помогает устанавливать связь сдвига частоты в режиме ЧМ с деформацией и силой при степенном законе взаимодействия. Например, при гармоническом взаимодействии (образец в виде пружины жесткости k_S, которая сжимается зондом на глубину d) сдвиг частоты на Δf происходит при следующей максимальной силе и деформации:

$$F_{\max} = \left(\frac{3\pi k_C\sqrt{k_S}}{2\sqrt{2}}\frac{\Delta f}{f_0}\right)^{2/3} A_0, \quad d_{\max} = F_{\max}/k_S. \tag{2}$$

В общем случае степенного закона с показателем m сила с амплитудой связана нелинейно: $F_{\max} \sim A_0^{3m/(2m+1)}$. Поэтому линейность силы по амплитуде, следующая из (2), может служить в эксперименте индикатором гармонического закона взаимодействия.

3. Теоретический анализ АСМ-режима амплитудной модуляции

В режиме АМ частота возбуждения постоянна и обычно выбирается чуть меньше или равной значению невозмущенного резонанса f_0, а сигналом обратной связи служат изменения амплитуды вынужденных колебаний кантилевера $A_0 - A$. Чтобы использовать достижения аналитической теории режима ЧМ при описании режима АМ, была предложена „простая интуитивная модель“ [14]. В этой модели нормализованный сдвиг частоты зависит не от амплитуды A_0 свободного резонанса вдали от поверхности, а от рабочей амплитуды A,

Таблица 1. Нормализованный сдвиг частоты при степенном законе взаимодействия

Параметр	Сила			
	адгезии	гармоническая	модель Герца	общий вид
$F(d)$	$-F_A$	$k_S d$	$\frac{4}{3}K\sqrt{(R)}d\sqrt{d}$	Cd^m
$\gamma(d)$	$-\frac{\sqrt{2}}{\pi}F_A\sqrt{d}$	$\frac{2\sqrt{2}}{3\pi}k_S d\sqrt{d}$	$\frac{\sqrt{2}}{4}K\sqrt{R}d^2$	$\frac{1}{\sqrt{2\pi}}\frac{\Gamma(m+1)}{\Gamma(m+3/2)}Cd^{m+1/2}$

Примечание. $\Gamma(m+1)=m!$; $\Gamma(m+3/2)=\sqrt{\pi}(2m+1)!!/2^{m+1}$; $\frac{1}{K}=\frac{1-\nu_S^2}{E_S}+\frac{1-\nu_P^2}{E_p}$; $\frac{1}{R}=\frac{1}{R_S}+\frac{1}{R_P}$; E_S, E_P, ν_S, ν_P, R_S, R_P — модули Юнга, коэффициенты Пуассона, радиусы кривизны образца (S) и зонда (P).

установившейся вблизи поверхности,

$$\frac{\Delta f}{f_0}=\frac{\gamma(d)}{k_C A^{3/2}}, \tag{3}$$

которая в свою очередь связана со сдвигом резонанса и A_0 формулой Лоренца

$$A=A_0\frac{f/f_0}{\sqrt{Q_C^2(f/f_0-f_0/f)^2+1}}, \tag{4}$$

где Q_C — добротность резонанса кантилевера. В формуле Лоренца (4) отношение частот можно выразить через добротность и параметр рассогласования $\xi=A/A_0$:

$$\left(\frac{f_0}{f}\right)^2=1-\frac{1}{2Q_C^2}+\sqrt{\frac{(\xi^2-1)}{Q_C^2}+\frac{1}{4Q_C^4}}. \tag{5}$$

Считая добротность резонанса большой (в обычных условиях она составляет несколько сотен и возрастает в вакууме до нескольких тысяч), а также используя приближенное соотношение $(f/f_0)^2\approx 1+2\Delta f/f_0$, верное для малых Δf, упростим (5)

$$\frac{\Delta f}{f_0}\approx\frac{\sqrt{\xi^{-2}-1}}{2Q_C}. \tag{6}$$

С помощью табл. 1, формул (3) и (6) вычислим максимальную силу и деформацию в режиме AM при гармоническом законе взаимодействия

$$d_{\max}\cong 1.405\sqrt[3]{(\xi-\xi^3)k_C^2/Q_C^2k_S^2}A_0,$$

$$F_{\max}\cong 1.405\sqrt[3]{(\xi-\xi^3)k_S k_C^2/Q_C^2}A_0. \tag{7}$$

Соотношения (7) следуют также из аналитического решения, полученного в [13] (формулу (10a) этой работы нужно преобразовать для случая резонансного возбуждения).

4. Численное моделирование

Режим AM был исследован численно с использованием модели работы [19]. Один цикл вынужденных осцилляций раскладывался на два промежутка: зонд не касается поверхности и зонд в контакте с ней. Кантилевер описывался пружиной жесткости k_C с точечной массой m, а образец — пружиной без массы жесткости k_S (рис. 1, *a*). Трение в системе задавалось добротностью Q_C и Q_S для кантилевера и образца соответственно. Потенциал консервативных сил, который испытывает зонд в такой модели, записывается следующим образом:

$$V(z)=V_C(z)+V_S(z)$$

$$=\frac{k_C}{2}(z-z_C(t))^2+\frac{k_S}{2}z^2[1-\Theta(z)], \tag{8}$$

где $\Theta(z)$ — ступенчатая функция Хевисайда.

Пьезоактюатор, на котором закреплен кантилевер (на схеме рис. 1, *a* его роль выполняет линия закрепления пружины k_C), синусоидально вибрирует с амплитудой a на частоте f, и результирующее выражение для его движения $z_C(t)$ имеет вид

$$z_C(t)=z_C+a\cos(2\pi ft)=z_C=a\cos(\omega t). \tag{9}$$

В общем виде вынужденное движение кантилевера $z(t)$ в потенциале (8) задается следующим уравнением:

$$z''(t)+\left[\gamma_C+\gamma_S\big(1-\Theta(z)\big)\right]z'(t)+\omega_C^2\big(z(t)-z_C\big)$$

$$+\omega_S^2\big(1-\Theta(z)\big)z(t)=a\omega_C^2\cos(\omega t), \tag{10}$$

где $\gamma_i=\omega_i/Q_i$, $i=(k_i/m)^{1/2}$, $i=c,s$ (c — кантилевер, s — образец).

Для численного решения (10) использовалась программа, написанная на языке C^{++}, реализующая метод Адамса четвертого порядка. Пример данных, по которым определялась максимальная сила, представлен на рис. 1, *b*. Результаты численного моделирования практически не зависели от добротности образца, если она не выбиралась близкой к единице. Численные эксперименты при возбуждении точно на частоте резонанса позволили пронаблюдать зависимости $F_{\max}\sim k_S^{1/3}k_C^{2/3}$ и $F_{\max}\sim Q_C^{-2/3}$, подтверждающие верность выражения (7).

5. Результаты измерений и их анализ

Для экспериментальной проверки теории и моделирования были изготовлены специальные образцы с нанотрубками, подвешенными над микропорами. В качестве источника нанотрубок использовался гидросиликат магния $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$, существующий в природе как минерал хризотил; хризотил также умеют синтезиро-

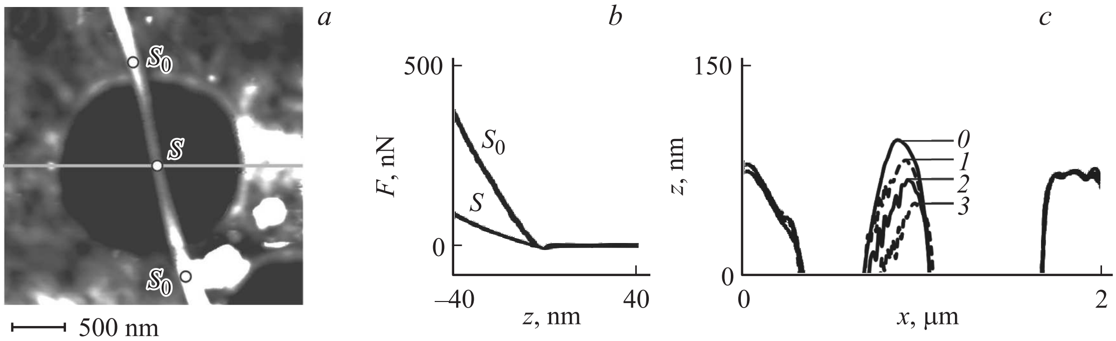

Рис. 2. *a*) Тоновое АСМ-изображение с наномостиком из наносвитка хризотила над порой в трековой лавсановой мембране. Параметры режима АМ: $f = f_0 = 247.2$ KHz, $A_0 = 50$ nm, $\xi = 0.7$, $k_C = 12$ N/m. *b*) Силовые зависимости в центре наномостика и на краю поры. *c*) Профили высоты наномостика, измеренные в режиме АМ с разными значениями $A_0 = 50$ nm (*0*), 100 (*1*), 150 (*2*) и 200 nm (*3*).

вать из соответствующих реагентов в гидротермальных условиях [20]. Магниевая и кремниевая подрешетки хризотила не согласованы по периоду, и для компенсации упругих напряжений кристаллам выгодно расти в форме наносвитков. Отдельные наносвитки можно выделить из дезинтегрированных образцов минерала или из синтезированного порошка. Согласно данным атомно-силовой и просвечивающей электронной микроскопии, внутренний диаметр наносвитка составляет около 5 nm, а внешний — около 30 nm, длина может достигать нескольких микрометров в случае синтезированного и нескольких миллиметров в случае минерального хризотила. Водная суспензия минерального хризотила осаждалась на трековую мембрану из лавсана с характерным диаметром пор 0.8 μm. Часть наносвитков перекрывала поры, и получались мостики-пружинки (рис. 2, *a*), которые использовались для определения максимальной силы взаимодействия в АСМ-режиме АМ.

Сначала вдоль выбранного мостика, не переходя из режима АМ в контактный, измеряли стандартные силовые кривые (рис. 2, *b*). По крутизне кривой S в выбранных точках на мостике, средней крутизне кривых S_0 в точках снаружи поры и жесткости зонда k_C, откалиброванной по стандартному алгоритму [21], определялась локальная жесткость

$$k_S = k_C \frac{S}{(S_0 - S)}. \qquad (11)$$

На следующем шаге детектировалась серия АСМ-изображений мостика над порой при одинаковом рассогласовании $\xi = A/A_0 = 0.7$, но при четырех различных амплитудах A_0. На каждом изображении анализировались профили высоты вдоль сечений через пору с мостиком и выбирался профиль с максимальным прогибом мостика относительно поверхности мембраны, прилегающей к поре. Затем проверялось совпадение положения выбранного сечения с окрестностью точки минимальной жесткости мостика $k_S^{\min}$. Сравнивая четыре итоговых профиля (рис. 2, *c*) в области максимального прогиба, измеряли деформации мостика при увеличении A_0 от 50 до 100, 150 и 200 nm и вычисляли пропорциональные деформации и $k_S^{\min}$ изменения максимальной силы.

Результаты экспериментов с четырьмя аналогичными мостиками сведены в табл. 2. Там же приведены данные численного моделирования и расчета по формуле (7), использующие экспериментально измеряемые параметры: k_C, $k_S^{\min}$ и Q_C. Резонансные кривые измерялись на высоте A_0 над поверхностью, когда зонд ее еще не касается, добротность Q_C рассчитывалась по отношению частоты резонанса к его ширине на уровне 0.707. Резонансные кривые имели форму контура Лоренца, результирующая величина добротности практически не зависела от амплитуды для значений A_0 в диапазоне от 10 до 200 nm. При выборе A_0 больше 200 nm кривые искажались из-за появления нелинейности в оптической системе регистрации отклонений кантилевера [22]. Для значений A_0 меньше 10 nm контакт с образом становился нестабильным. Резонансные кривые детектировались также на рабочем расстоянии A. В этом случае вершина кривой получалась отсеченной на высоте $A < A_0$, но вне сегмента отсечения ее форма слабо отличалась от контура, измеренного на расстоянии A_0. В численном моделировании добротности образца и кантилевера полагались равными: $Q_S = Q_C$.

Согласно данным табл. 2 (см. также ее нижнюю часть), теоретические и модельные вариации максимальной силы практически совпадают, а экспериментальные значения превосходят их более чем в 1.5 раза.

Рассмотрим ряд факторов, влияющих на теоретический и экспериментальный результат. Используя данные табл. 1 и формулы (3) и (6), получим выражение для деформации с учетом вклада силы адгезии

$$d^{3/2} - \frac{3}{2}\frac{F_A}{k_S} d^{1/2} - d_{\max}^{3/2} = 0. \qquad (12)$$

Это уравнение решается точно. Рассмотрим, однако, его приближенный корень в виде $d^* = d_{\max} + d_A$, где $d_{\max}$ соответствует соотношениям (7), а возмущение d_A мало по сравнению с ним. После подстановки в (12) получаем $d_A \approx F_A/k_S$. В этом приближении максимальная сила не изменится: $F^* = k_S d^* - F_A \approx F_{\max}$. На силовых кривых рис. 2, *b* горизонтальный участок, где нет взаимодействия, сменяется наклонным участком, отвечающим

Таблица 2. Сравнение эксперимента с теорией

Объект (Параметры эксперимента)	ΔA_0, nm	Изменение максимальной силы, nN		
		Эксперимент	Моделирование	Формула (7)
Наномостик 1 ($k_C = 6.4$ N/m, $Q_C = 154$, $k_S^{\min} = 1.6$ N/m)	50	$\Delta F_{11}^E = 18 \pm 4^A$	$\Delta F_{11}^S = 8$	$\Delta F_{11}^T = 7$
	100	$\Delta F_{12}^E = 26 \pm 5$	$\Delta F_{12}^S = 15$	$\Delta F_{12}^T = 14$
	150	$\Delta F_{13}^E = 34 \pm 7$	$\Delta F_{13}^S = 23$	$\Delta_{13}^t = 21$
Наномостик 2 ($k_C = 12$ N/m, $Q_C = 208$, $k_S^{\min} = 0.8$ N/m)	50	$\Delta F_{21}^E = 12 \pm 2$	$\Delta_{21}^S = 7$	$\Delta F_{21}^T = 7$
	100	$\Delta F_{22}^E = 22 \pm 4$	$\Delta F_{22}^S = 14$	$\Delta F_{22}^T = 14$
	150	$\Delta F_{23}^E = 35 \pm 7$	$\Delta F_{23}^S = 22$	$\Delta F_{23}^T = 21$
Наномостик 3 ($k_C = 12$ N/m, $Q_C = 242$, $k_S^{\min} = 12.1$ N/m)	50	$\Delta F_{31}^E = 16 \pm 3$	$\Delta_{31}^S = 15$	$\Delta F_{31}^T = 15$
	100	$\Delta F_{32}^E = 37 \pm 7$	$\Delta F_{32}^S = 31$	$\Delta F_{32}^T = 31$
	150	$\Delta F_{33}^E = 58 \pm 12$	$\Delta F_{33}^S = 47$	$\Delta F_{33}^T = 46$
Наномостик 4 ($k_C = 12$ N/m, $Q_C = 280$, $k_S^{\min} = 4.1$ N/m)	50	$\Delta F_{41}^E = 14 \pm 3$	$\Delta_{41}^S = 10$	$\Delta F_{41}^T = 10$
	100	$\Delta F_{42}^E = 31 \pm 6$	$\Delta F_{42}^S = 20$	$\Delta F_{42}^T = 20$
	150	$\Delta F_{43}^E = 46 \pm 9$	$\Delta F_{43}^S = 30$	$\Delta F_{43}^T = 29$

Усредненные значения, отнесенные к теоретическим	ΔA_0, nm	$100 \cdot \frac{1}{4}\sum_{i=1}^{4}\left(\frac{\Delta F_{ij}^{ES}}{\Delta F_{ij}^{T}}\right)$, %	
		Эксперимент	Моделирование
	50	170 ± 55^B	104 ± 6^B
	100	155 ± 25	101 ± 3
	150	155 ± 20	105 ± 3

Примечание. Буквой A помечена ошибка измерений из-за неопределенности калибровки k_C, буквой B — среднеквадратичное статистическое отклонение, $i = 1, 2, 3, 4$ — номер наномостика, $j = 1, 2, 3$ нумерует соответствующие приращения амплитуды $\Delta A_0 = 50, 100, 150$ nm.

за отталкивающее взаимодействие. Область минимума, соответствующая отрицательным силам притяжения, на кривых практически не заметна. Статистический анализ силовых кривых, измеренных на наномостиках, показал, что $F_A = 5.9 \pm 2.1$ nN. Сила адгезии в разы и для больших амплитуд A_0 на порядок меньше вариаций максимальной силы, занесенных в табл. 2. Таким образом, в эксперименте выполняется требование малости $d_A/d_{\max}$, и вклад сил адгезии не существен.

Численная и аналитическая оценки силы зависят от добротности кантилевера, ($F_{\max} \sim Q_C^{-2/3}$). Гипотетическое уменьшение добротности в 2 раза по сравнению со значениями, приведенными в табл. 2, позволяет согласовать результаты. Такое уменьшение требует двукратного увеличения средних за период потерь энергии осцилляций возле поверхности. На рабочем расстоянии потери из-за трения кантилевера о воздух снижаются, так как они пропорциональны квадрату амплитуды колебаний [23]. Необходимые дополнительные потери энергии могут возникнуть только при неупругом взаимодействии зонда с образцом. Известно, что при выключенном внешнем возбуждении энергия осциллятора $E = k_C A^2/2$ каждый период уменьшается на величину $\Delta E = 2\pi E/Q_C$ [24]. Для параметров кантилевера в случае трубки 1 из табл. 2 и $A_0 = 50$ nm получим $\Delta E \approx 3 \cdot 10^{-16}$ J. Если использовать для максимальной силы значение $F = 10$ nN, то такие же дополнительные потери энергии ($\Delta E^* \sim FS$) могут появиться при периодической пластической деформации наномостика $S = 30$ nm. Для экспериментальной оценки потерь мы анализировали стандартные силовые кривые, которые детектировались не только в прямом (нагрузка) (рис. 2, *b*), но и в обратном направлении (разгрузка), см. также работу [25]. Наблюдался незначительный гистерезис между нагрузкой и разгрузкой (шириной не более 5 nm). Соответствующие такому гистерезису потери малы (при характерном уровне нагрузки 10 nN $\Delta E^* < 5 \cdot 10^{-17}$ J), что дает основания считать значения добротности в табл. 2 достаточно достоверными.

Отличие эксперимента от теории на 50% и более наблюдается с достаточной точностью. Ранее было показано [26], что жесткость наномостика можно измерить с ошибкой около 25%, обусловленной главным образом выбранным методом калибровки жесткости кантилевера. В табл. 2 использованы значения статической жесткости наномостиков, определенные по силовым зависимостям, на детектирование которых затрачивалось несколько секунд. В режиме AM зонд контактирует с образцом примерно десятую часть периода колебаний [12] (см., в частности, импульсы силы на рис. 1, *b*), т.е. время взаимодействия составляет доли микросекунд. Поэтому, строго говоря, сила взаимодействия пропорциональна динамической, высокочастотной жесткости наномостика. Теория и результаты измерений согласуются при динамической жесткости в 2 раза меньше статической. В принципе еще большее (в 4 раза) изменение жесткости наномостика можно ожидать, если при статической нагрузке его концы защемлены на краях поры, но лишь опираются на края при динамическом воздействии (см. в [27] задачу о слабом изгибе балки в зависимости от условий закрепления ее концов). Важно исследовать в связи с этим вариации жесткости хризотиловых наномостиков с частотой воздействия при изменении условий окружения (роль относительной влажности), способа нанесения хризотила на мембрану (например, из спиртового раствора). Для способа АСМ-измерений жесткости наномостиков возможность контролировать условия закрепления имеет отдельную ценность, поскольку способ применяется для определения модуля Юнга нанотрубок различных материалов [28].

6. Заключение

С помощью специальных образцов с наномостиками над микропорами проведены измерения максимальной силы взаимодействия в АСМ-режиме амплитудной модуляции. С помощью теоретического подхода работы [14] выведено аналитическое выражение для максимальной силы в этом режиме при отталкивающем гармоническом законе взаимодействия. Выполнено численное моделирование максимальной силы в режиме амплитудной модуляции, полученные данные количественно согласуются с теорией. Выявлено отличие результатов эксперимента от полученных теоретически и с помощью моделирования более чем на 50%. Проанализированы основные факторы, влияющие на результаты: роль сил адгезии, точность определения добротности кантилевера, точность измерения статической жесткости наномостика, возможное несовпадение его статической и динамической жесткости.

Предложенные образцы с наномостиками представляются перспективными для калибровки АСМ-режимов амплитудной и частотной модуляции, количественной наномеханики, динамических режимов с торсионными кантилеверами.

Результаты работы можно использовать при прогнозировании максимальной силы и деформации не только при гармоническом законе взаимодействия зонда с образцом. Для примера, выясним амплитуду осцилляций кантилевера в АСМ-режиме АМ, обеспечивающую неразрушающее исследование мягких биологических нанообъектов, таких как комплексы белков и/или ДНК. Можно показать, в рамках модели Герца, что деформация ДНК будет сопоставима с ее нанометровым радиусом R_{DNA}, если амплитуда осцилляций заметно превысит $A_0 \sim R_{\mathrm{DNA}} \sqrt[3]{Q_C^2 E_{\mathrm{DNA}}^2 R_{\mathrm{DNA}} k_C^{-2}}$. Радиус кривизны и модуль Юнга материала зонда не влияют на результат, когда они велики по сравнению с соответствующими параметрами нанообъекта. Взяв для оценки значение модуля Юнга ДНК $E_{\mathrm{DNA}} = 10^8$ Pa и параметры кантилевера из табл. 2, получаем $A_0 \sim 1$ nm. В обычных условиях работа умеренно жесткого кантилевера на столь малых амплитудах затруднена из-за нестабильности колебаний вблизи поверхности образца, покрытой пленкой адсорбатов (в основном водой). Поэтому при АСМ-исследовании структуры ДНК применяют не только малые амплитуды и рассогласование, близкое к единице, но и более жесткие зонды [29].

Список литературы

[1] G. Binnig, C.F. Quate, C. Gerber. Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).
[2] B. Bhushan. Scanning probe microscopy in nanoscience and nanotechnology. Springer, Heidelberg (2010). 710 p.
[3] В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. ИФМ РАН, Ниж. Новгород (2004). 110 с.
[4] S.C. Minne, G. Yaralioglu, S.R. Manalis, J.D. Adams, J. Zesch, A. Atalar, C.F. Quate. Appl. Phys. Lett. **72**, *18*, 2340 (1998).
[5] T. Sulchek, R. Hsieh, J.D. Adams, G.G. Yaralioglu, S.C. Minne, C.F. Quate, J.P. Cleveland, A. Atalar, D.M. Adderton. Appl. Phys. Lett. **76**, *11*, 1473 (2000).
[6] F. Giessibl, C.F. Quate. Physics Today. **59**, *12*, 44 (2006).
[7] M. Radmacher, J.P. Cleveland, M. Fritz, H.G. Hansma, P.K. Hansma. Biophys. J. **66**, 2159 (1994).
[8] B. Pittenger, N. Erina, C. Su. Bruker Application Note **128** (2011).
[9] Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller, V.B. Elings. Surf. Sci. Lett. **290**, L688 (1993).
[10] T.R. Albrecht, P. Grutter, D. Horne, D. Rugar. J. Appl. Phys. **69**, 668 (1991).
[11] F.J. Giessibl. Rev. Mod. Phys. **75**, *3*, 949 (2003).
[12] R. Garcia, R. Perez. Surf. Sci. Rep. **47**, 197 (2002).
[13] L. Nony, R. Boisgard, J.P. Aime. J. Chem. Phys. **111**, 1615 (1999).
[14] H. Bielefeldt , F.J. Giessibl. Surf. Sci. **440**, L863 (1999).
[15] C. Su, L. Huang, K. Kjoller. Ultramicroscopy **100**, 233 (2004).
[16] S.C. Fain, jr., K.A. Barry, M.G. Bush, B. Pittenger, R.N. Louied. Appl. Phys. Lett. **76**, *7*, 930 (2000).
[17] O. Sahin, S. Magonov, C. Su, C.F. Quate, O. Solgaard. Nature Nanotechnology **2**, *8*, 507 (2007).
[18] O. Sahin, N. Erina. Nanotechnology **19**, 445 717 (2008).
[19] J.P. Spatz, S. Sheiko, M. Moller, R.G. Winkler, P. Reineker, O. Marti. Nanotechnology **6**, 40 (1995).
[20] Э.Н. Корыткова, Л.Н. Пивоварова, О.Е. Семенова, И.А. Дроздова, В.Ф. Повинич, В.В. Гусаров. ЖНХ **52**, *3*, 388 (2007).
[21] J.E. Sader. J. Appl. Phys. **84**, 64 (1998).
[22] T.E. Schaffer. J. Appl. Phys. **91**, *7*, 4739 (2002).
[23] J.P. Cleveland, B. Anczykowski, A.E. Schmid, V.B. Elings. Appl. Phys. Lett. **72**, *20*, 2613 (1998).
[24] Р. Фейнман, Р. Лейтон, М. Сэндс. Фейнмановские лекции по физике. Т. 2. Пространство. Время. Движение. Мир, М. (1965). С. 144.
[25] J. Tamayo, R. Garcia. Appl. Phys. Lett. **73**, *20*, 2926 (1998).
[26] И.А. Няпшаев, Б.О. Щербин, А.В. Анкудинов, Ю.А. Кумзеров, В.Н. Неведомский, А.А. Красилин, О.В. Альмяшева, В.В. Гусаров. Наносистемы: физика, химия, математика **2**, *2*, 48 (2011).
[27] Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теоретическая физика. Т. 7. Теория упругости. Наука, М. (1987). С. 116.
[28] B. Wu, A. Heidelberg, J.J. Boland. Nature Mater. **4**, 525 (2005).
[29] D. Klinov, B. Dwir, E. Kapon, N. Borovok, T. Molotsky, A. Kotlyar. Nanotechnology **18**, 225 102 (2007).