

## Измерения контактной жесткости в атомно-силовом микроскопе

© А.В. Анкудинов,<sup>1</sup> М.М. Халисов<sup>2</sup><sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия<sup>2</sup> Институт физиологии им. И.П. Павлова РАН,  
199034 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: alexander.ankudinov@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 3 апреля 2020 г.

В окончательной редакции 3 апреля 2020 г.

Принято к публикации 3 апреля 2020 г.

Предложен способ повышения точности наномеханических измерений в атомно-силовом микроскопе. Для описания контактного взаимодействия кантилевера с образцом использована аналитическая модель, учитывающая: защемлен зонд кантилевера или скользит по поверхности образца, геометрические и механические характеристики образца и кантилевера, их взаимное расположение. В предположении скольжения разработан фильтр для корректировки сигналов контактной жесткости и деформации, измеряемых на образце с развитым рельефом. Применение фильтра проиллюстрировано на изображениях, полученных в атомно-силовом микроскопе с режимом визуализации на базе поточечной регистрации силового квазистатического взаимодействия зонда кантилевера с образцом.

**Ключевые слова:** атомно-силовая микроскопия, кантилевер, скользящий контакт зонд—образец, распределение деформации.

DOI: 10.21883/JTF.2020.11.49989.117-20

## Введение

В атомно-силовой микроскопии (АСМ) сила взаимодействия зонда с образцом определяется по силовым кривым. В новых режимах АСМ — гибридном, Hybrid, (NT—MDT SI), PeakForce QNM (Bruker), fast force volume mapping (Asylum Research) — по этим кривым определяются высота рельефа образца и, например, его локальные механические свойства. Существенное влияние на форму силовой кривой может оказывать трение в контакте зонд—образец. Если зонд кантилевера скользит по поверхности, на него действует только нормальная сила. Такая сила изгибает консоль кантилевера, угол изгиба вдоль нее растет монотонно [1]. Когда зонд защемляется на образце значительной силой трения, действующей вдоль поверхности, то консоль может прогнуться (угол прогиба меняется не монотонно) [1,2]. В большинстве АСМ-приборов деформации кантилевера регистрируют методом оптического рычага (ОР). Профиль угла отклонения консоли не контролируется, определяется только его значение в одной точке на консоли, в фокусе лазера ОР. Поэтому система управления микроскопа не отличает изгиб от прогиба [3,4], что приводит к ошибочным измерениям амплитуды и направления силы взаимодействия. В схеме ОР измеряются два параметра: углы изгиба,  $\alpha$ , и кручения,  $\beta$ , консоли в выбранной точке (рис. 1). Этого не хватает для определения трех проекций вектора смещения точки контакта или приложенной силы. Лишь недавно появилась коммерчески доступная схема регистрации деформаций кантилевера [5], сочетающая

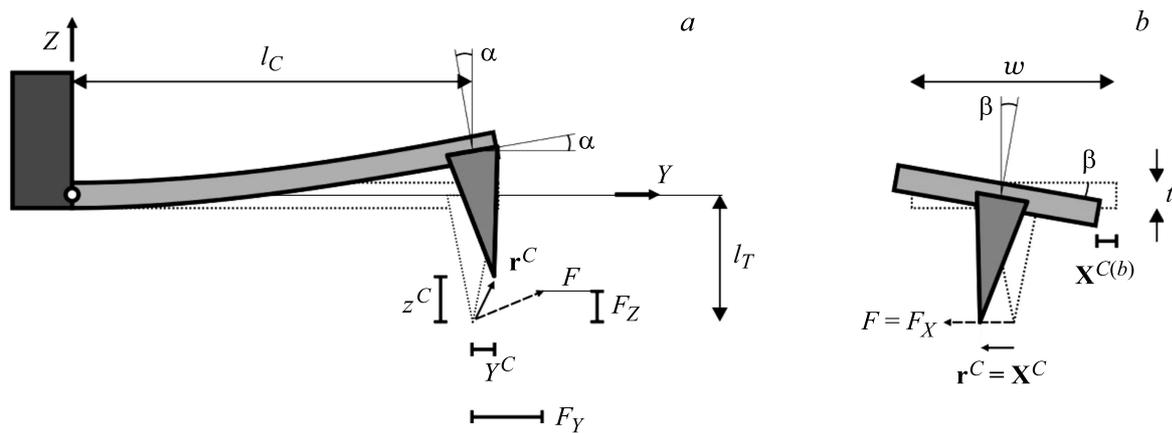
ОР с интерферометром для измерений недостающего третьего параметра — вертикального смещения точки фокуса лазера интерферометра, выбранной на консоли.

В АСМ по относительному наклону  $\sigma = S/S_0$  ( $S_0$  — средний наклон силовых кривых на условно бесконечно жестком и плоском образце,  $S$  — наклон в выбранной на образце точке) и изгибной жесткости консоли  $k_C$  можно вычислить кажущуюся локальную жесткость  $k_A$ :

$$k_C/k_A = \kappa_A^{-1} = \sigma^{-1} - 1. \quad (1)$$

Связь (1) отвечает простейшей модели взаимодействия кантилевера с образцом в виде двух последовательно соединенных пружин. Не учитывается: защемлен или скользит зонд по образцу, деформация самого зонда, локальный наклон образца и анизотропия его механических свойств, геометрические характеристики и расположение кантилевера над образцом. Строго говоря, вместо локальной нормальной жесткости контакта зонд—образец  $k_S$  уравнение (1) связывает значения  $\sigma$  с кажущимися параметрами  $k_A$  или  $k_C$ .

Ранее [6] для повышения точности АСМ-измерений  $k_S$  была предложена более сложная аналитическая модель статического взаимодействия кантилевера в контакте с образцом, которая учитывает перечисленные выше факторы. В АСМ со схемой ОР были измерены углы изгиба и кручения консоли в ответ на смещения в трех ортогональных направлениях тестового образца, контактирующего с зондом. Измерения хорошо согласовывались с моделированием. Для определения жесткости контакта зонд—образец в случае скользящего контакта



**Рис. 1.** „Идеальный кантилевер“: *a* — изгиб консоли силой  $F$  с компонентами  $F_Y, F_Z$ . И свободный конец консоли, и закрепленный на нем недеформируемый зонд отклоняются на угол  $\alpha$ . Кончик зонда смещается не параллельно  $F$ , вдоль вектора  $r^C$  с компонентами  $Y^C, Z^C$ . *b* — сила  $F = F_X$  закручивает консоль на угол  $\beta$  и изгибает на расстояние  $X^{C(b)}$ . Сумма смещений кончика, вектор  $r^C = X^C$ , параллельна  $F$ . Обозначены характеристики: ширина —  $w$ , толщина —  $t$ , длина —  $l_C$  консоли; высота зонда —  $l_T$ ; оси —  $Y, Z$  системы координат кантилевера.

на горизонтальном образце без рельефа в (1) был введен поправочный коэффициент.

В настоящей работе модель [6] использована в предположении скользящего контакта. Разработан корректирующий фильтр, аналитическое преобразование для вычислений величины  $k_S$ , и соответствующей деформации, по измеренным значениям  $\sigma$  и высоты рельефа, а также характеристикам кантилевера. Показана явная зависимость преобразования от величины полярного угла локальной нормали к поверхности, которая обосновывает способ идентификации скользящего контакта АСМ-зонд–образец по росту кажущейся деформации на крутых склонах рельефа образца [7,8].

### 1. Теория

На рис. 1 рассмотрено устройство прямоугольного кантилевера, его геометрические характеристики, реакция на силу, приложенную к кончику зонда. Деформации зонда нет, анализируется так называемый „идеальный кантилевер“ [6]. Введем параметры:  $\lambda = l_T/l_C$  — отношение высоты зонда к длине консоли,  $k_C$  — жесткость консоли,  $\psi = Y/l_C$  — нормированная координата точки фокуса АСМ-лазера ОР. Запишем связь угла изгиба консоли  $\alpha$ , измеряемого схемой ОР, с компонентами  $Y^C$  и  $Z^C$  вектора смещения „идеального кантилевера“, а именно кончика его недеформируемого зонда,  $r^C$  [6]:

$$\alpha(\psi, r^C) = l_C^{-1}[\psi(3\psi - 2)Y^C/\lambda + 6\psi(1 - \psi)Z^C]. \quad (2)$$

Уравнение содержит также зависимость от  $\psi$ , которая отвечает за профиль угла изгиба консоли „идеального кантилевера“ при заданных фиксированных смещениях кончика зонда.

Для расчета профиля угла изгиба консоли реального кантилевера надо учесть распределение деформации в системе консоль–зонд–образец (рис. 2, *a*).

В каждой подсистеме: консоль, „идеальный кантилевер“,  $C$  (cantilever); зонд  $T$  (tip); образец  $S$  (sample), — действует обобщенный закон Гука. Симметричные, положительно определенные тензоры жесткости  $C_{i,j}, T_{i,j}, S_{i,j}$  с ненулевыми детерминантами связывают компоненты вектора приложенной в точке контакта силы  $F_i^{C,T,S}$  и компоненты вектора деформации подсистемы  $r_j^{C,T,S}$ . Тензоры податливости отвечают за обратную связь. Например, для „идеального кантилевера“  $F_i^C = C_{i,j}r_j^C$  и  $r_i^C = C_{i,j}^{-1}F_j^C$ . Матричные элементы, например  $C_{i,j}^{-1}$  в системе координат  $XYZ$  (рис. 2), имеют вид, см. также [6]:

$$C^{-1} = k_C^{-1} \begin{pmatrix} 2\lambda^2 + \delta^2 & 0 & 0 \\ 0 & 3\lambda^2 & 3\lambda/2 \\ 0 & 3\lambda/2 & 1 \end{pmatrix}, \quad (3)$$

где  $\delta = t/w$  — отношение толщины к ширине консоли (рис. 1, *b*).

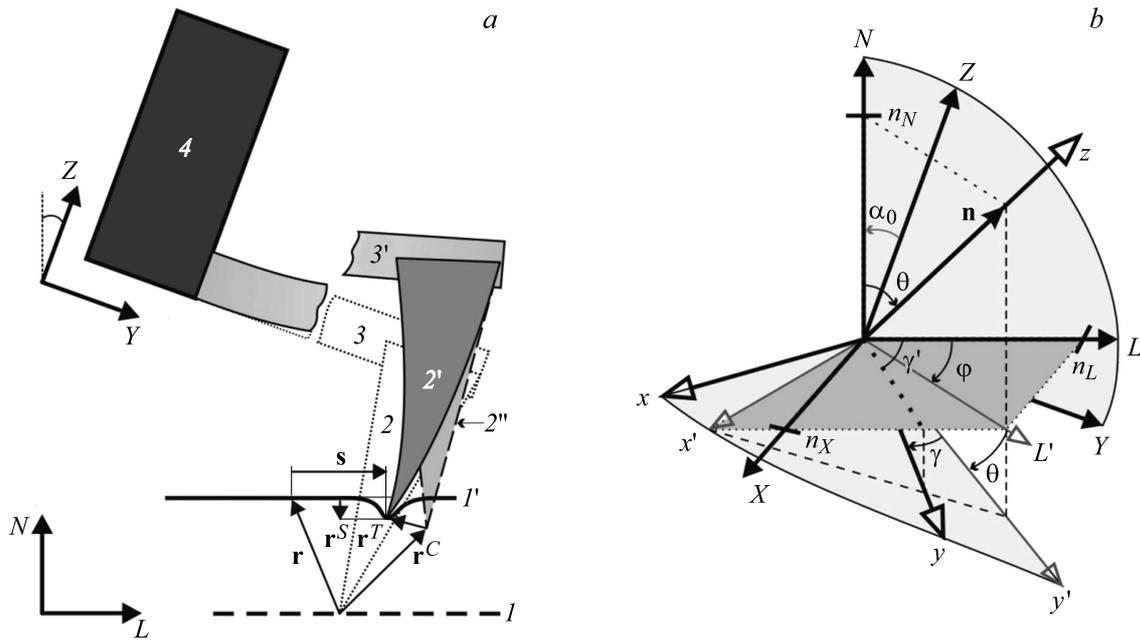
Если аппроксимировать зонд усеченным конусом с осью, перпендикулярной консоли, то матрица  $T_{i,j}^{-1}$  будет диагональной в системе координат  $XYZ$ :

$$T^{-1} = k_C^{-1} \begin{pmatrix} \kappa_{Tl}^{-1} & 0 & 0 \\ 0 & \kappa_{Tl}^{-1} & 0 \\ 0 & 0 & \kappa_{Tn}^{-1} \end{pmatrix}, \quad (4)$$

где  $\kappa_{Tl} = k_{Tl}/k_C$  и  $\kappa_{Tn} = k_{Tn}/k_C$ ,  $k_{Tl}$  — это жесткость зонда на изгиб,  $k_{Tn}$  — его нормальная жесткость, вдоль высоты конуса, см. также [6].

Когда с кончиком зонда контактирует сплошной механически анизотропный образец, тензор податливости имеет диагональный вид в системе  $xyz$  (рис. 2, *b*).

$$S^{-1} = k_C^{-1} \begin{pmatrix} \kappa_x^{-1} & 0 & 0 \\ 0 & \kappa_y^{-1} & 0 \\ 0 & 0 & \kappa_z^{-1} \end{pmatrix}, \quad (5)$$



**Рис. 2.** *a* — деформации АСМ-кантилевера и контактирующего с ним образца. Начальное состояние: образец (1) касается зонда (2), сила взаимодействия — нуль, консоль (3) не изогнута. Конечное состояние: образец (1') перемещен вдоль вектора  $\mathbf{r}$ , деформировался сам,  $\mathbf{r}^S$  деформировал зонд (2'),  $\mathbf{r}^T$ , и консоль (3'),  $\mathbf{r}^C$ ; недеформируемый держатель кантилевера (4) неподвижен; условно недеформируемый зонд оказывается в положении (2''). Обозначены: вектор проскальзывания контакта,  $\mathbf{s}$ , угол установки кантилевера,  $\alpha_0$ . *b* — системы координат: кантилевера,  $XYZ$ ; сканера,  $XLN$ ; образца, в локальной области,  $xyz$ , нормаль  $\mathbf{n}$  к области.  $XYZ$  переводится в  $XLN$  поворотом вокруг оси  $X$  на угол  $\alpha_0$ . Три поворота переводят  $XLN$  в  $xyz$ : 1) на угол  $\varphi$  ( $XLN \rightarrow x'L'N$ ), 2) на угол  $\theta$  ( $x'L'N \rightarrow x'y'z$ ), 3) на угол  $\gamma$  ( $x'y'z \rightarrow xyz$ ). Проекция оси  $y$  на плоскость сканирования  $XL$  составляет с осью  $L$  угол  $\gamma'$ ,  $\tan \gamma' = \tan(\gamma' - \varphi) / \cos \theta$ . Проекции  $n_X, n_L$  и  $n_N$ , углы  $\theta, \varphi$  и  $\gamma'$  определяются по данным топографии.

где  $\kappa_{x,y,z} = k_{x,y,z} / k_C$ ,  $k_z = k_S$  — локальная нормальная жесткость контакта зонд–образец,  $k_x$  и  $k_y$  — локальные жесткости сдвига в соответствующих направлениях.

Энергия всей системы выражается через квадратичные формы тензоров жесткости  $\mathbf{C}$ ,  $\mathbf{T}$  и  $\mathbf{S}$ :

$$W = 1/2 \sum_{i,j} (C_{i,j} r_i^C r_j^C + T_{i,j} r_i^T r_j^T + S_{i,j} r_i^S r_j^S). \quad (6)$$

В начальном состоянии 3/2/1 (рис. 2, *a*) деформаций нет; энергия, квадратичная форма (6) в минимуме. Если с помощью АСМ-сканера сместить держатель образца на фиксированный вектор  $\mathbf{r} = (X, L, N)$  относительно держателя кантилевера, то в каждой подсистеме возникнут деформации:  $\mathbf{r}^C, \mathbf{r}^T$  и  $\mathbf{r}^S$ . В конечном состоянии равновесия 3'/2'/1' (рис. 2, *a*) девять компонент этих векторов должны быть координатами условного минимума квадратичной формы (6).

Пусть контакт скользит в плоскости  $xy$  системы координат образца рис. 2, *b* (на рис. 2, *a* показано скольжение в плоскости  $XL$ ), см. также [6]. Тогда условный минимум определяется голономной связью для  $z$ -компонент деформаций консоли, образца и зонда:

$$z^C + z^T - z^S = z = (\mathbf{r}, \mathbf{n}). \quad (7)$$

Например, при измерении силовых кривых сканер движется вертикально,  $\mathbf{r} = (0, 0, N)$ , следовательно,

$z = N \cos \theta$ . С учетом (7) минимум энергии будет решением системы из восьми уравнений для восьми неизвестных, [6]. Запишем без вывода вектор решения  $\mathbf{r}^C$ :

$$\mathbf{r}^C = (x^C, y^C, z^C) = N \cos \theta (C_{zx}^{-1}, C_{zy}^{-1}, C_{zz}^{-1}) / (C_{zz}^{-1} + T_{zz}^{-1} + S_{zz}^{-1}). \quad (8)$$

Согласно (5)  $S_{zz}^{-1} = \kappa_z^{-1} = k_S^{-1}$ , а остальные элементы тензоров в (8) выражаются в системе  $xyz$  через компоненты (3) и (4), записанные в системе  $XYZ$ . Нужно для этого преобразование  $XYZ \rightarrow xyz$  дает комбинация поворотов (рис. 2, *b*). Обратное преобразование  $xyz \rightarrow XYZ$  позволяет через компоненты  $\mathbf{r}^C$  выразить деформации  $Y^C$  и  $Z^C$ , определяющие угол изгиба консоли в выражении (2).

Комбинация (8) и (2) дает отношение угла изгиба консоли  $\alpha(\psi, \mathbf{r}^C)$  к вертикальному перемещению сканера  $N$ . Получается модельный наклон силовой кривой  $S$ . Если взять  $k_S^{-1} = 0$  и направить ось  $z$  вертикально,  $\mathbf{n} \parallel \mathbf{N}$ , (рис. 2, *b*), то моделируется  $S_0$ . Поэтому можно записать

$$\alpha(\psi, \mathbf{r}^C) / \alpha(\psi, \mathbf{r}^C|_{k_S^{-1}=0, \mathbf{n} \parallel \mathbf{N}}) = \sigma. \quad (9)$$

С помощью (9)  $k_S$  выражается через относительный наклон силовых кривых  $\sigma$ , углы  $\theta$  и  $\varphi$ , характеризующие локальный рельеф образца, угол установки держателя

Коэффициенты  $A, B, C$  в уравнениях (11a)–(12)

$A = [(1 + \kappa_{Tn}^{-1})a_0^2 + (3\lambda^2 + \kappa_{TI}^{-1})b_0^2 - 3\lambda a_0 b_0][(2 - \psi)a - 2\lambda b]/[(2 - \psi)a_0 - 2\lambda b_0]$			
$B = (1 + \kappa_{Tn}^{-1})a^2 + (3\lambda^2 + \kappa_{TI}^{-1})b^2 - 3\lambda ab + (2\lambda^2 + \delta^2 + \kappa_{TI}^{-1})N_X^2$			
$C = 1/(1 + N_X^2 + N_L^2) = \cos^2 \theta$			
$a = \cos \alpha_0 - N_L \sin \alpha_0$	$a_0 = \cos \alpha_0$	$b = \sin \alpha_0 + N_L \cos \alpha_0$	$b_0 = \sin \alpha_0$

кантилевера  $\alpha_0$ , параметры кантилевера  $\lambda, \delta, k_C$  и зонда  $k_{Tn}, k_{TI}$ . Определение параметра жесткости зонда на сдвиг  $k_{TI}$  по петлям трения было рассмотрено в [6]. Если линейно связать  $k_{Tn}$  с  $k_{TI}$ , то все три переменных и семь параметров в  $k_S$  ( $\sigma, \theta, \varphi, \psi, \alpha_0, \lambda, \delta, k_C, k_{Tn}, k_{TI}$ ) оказываются заданными.

Например, переменные углы  $\theta$  и  $\varphi$  (рис. 2, b), характеризующие нормаль в точке интереса на образце, вычисляются по данным АСМ-топографии. Высота рельефа  $N = N(X, L)$  зависит от координат  $X$  и  $L$  в плоскости сканирования. Производные  $N(X, L)/\partial X = N_X$  и  $N(X, L)/\partial L = N_L$  в точке  $(X, L, N)$  определяют компоненты  $\mathbf{n}$  и искомые  $\varphi$  и  $\theta$ :

$$\mathbf{n} = (-N_X, -N_L, 1)/\sqrt{1 + N_X^2 + N_L^2},$$

$$\cos \varphi = -N_L/\sqrt{N_X^2 + N_L^2}, \quad \cos \theta = 1/\sqrt{1 + N_X^2 + N_L^2}.$$

(10)

В зависимость для  $k_S$  не входит четвертая переменная, угол  $\gamma$ . Согласно рис. 2, b, переход  $x'y'z \rightarrow xyz$  осуществляется поворотом вокруг оси  $z$  на угол  $\gamma$ . Так как матричный элемент  $S_{zz}^{-1}$  в (5) инвариантен к таким вращениям, в качестве системы координат образца выбрана  $x'y'z$ , что сократило число переменных.

С помощью системы компьютерной алгебры Mathcad был определен аналитический вид зависимости  $\kappa_S^{-1}$  ( $\kappa_A^{-1}, N_X, N_L, \psi, \alpha_0, \lambda, \delta, \kappa_{Tn}^{-1}, \kappa_{TI}^{-1}$ ):

$$\kappa_S^{-1} = CA\sigma^{-1} - CB = C(A\kappa_A^{-1} + A - B), \quad (11a)$$

см. также выражения для коэффициентов в таблице. Для горизонтального образца без рельефа  $N_X = N_L = 0$ . С помощью таблицы получаем  $A = B = A_0, C = 1$  и (11a) в виде  $\kappa_S = A_0^{-1}\kappa_A$ . Предложенный в [6] поправочный коэффициент совпадает с  $A_0^{-1}$ .

Уравнение (11a) можно рассматривать как корректирующее преобразование, фильтр для вычислений нормальной относительной податливости образца  $\kappa_S^{-1}$  по измеренным значениям  $\kappa_A^{-1}$  и данным топографии рельефа, а также характеристикам кантилевера. При АСМ-сканировании с постоянной силой взаимодействия произведение силы на  $k_C^{-1}\kappa_S^{-1}$  дает корректные значения локальной деформации образца. Учитывая ее в высоте рельефа, можно уточнить значения  $N_X$  и  $N_L$ , а потом применить (11a) для следующего приближения  $\kappa_S^{-1}$ . Эта процедура уместна на мягком образце, таком как

живая клетка, когда измеренные при АСМ-сканировании деформация и высота рельефа сопоставимы.

С другой стороны,

$$\kappa_A^{-1} = \kappa_S^{-1}/CA - 1 + B/A. \quad (11б)$$

Это уравнение удобно для моделирования АСМ-сигнала. Возьмем, к примеру, мягкий модельный образец постоянной податливости,  $\kappa_S^{-1} \gg 1$ . Поскольку  $B/A \sim 1$ , (11б) переходит в приближительное равенство

$$\kappa_A^{-1} \approx \kappa_S^{-1}/CA \sim \cos^{-2} \theta. \quad (12)$$

Такая зависимость  $\kappa_A^{-1}$  от  $\theta$ , полярного угла локальной нормали к поверхности, означает, что измеряемый в АСМ сигнал деформации (он пропорционален  $\kappa_A^{-1}$ ) должен возрастать на крутых склонах мягкого однородного образца. Это следствие обосновывает способ идентификации скольжения АСМ-зонда по образцу, предложенный ранее [7,8].

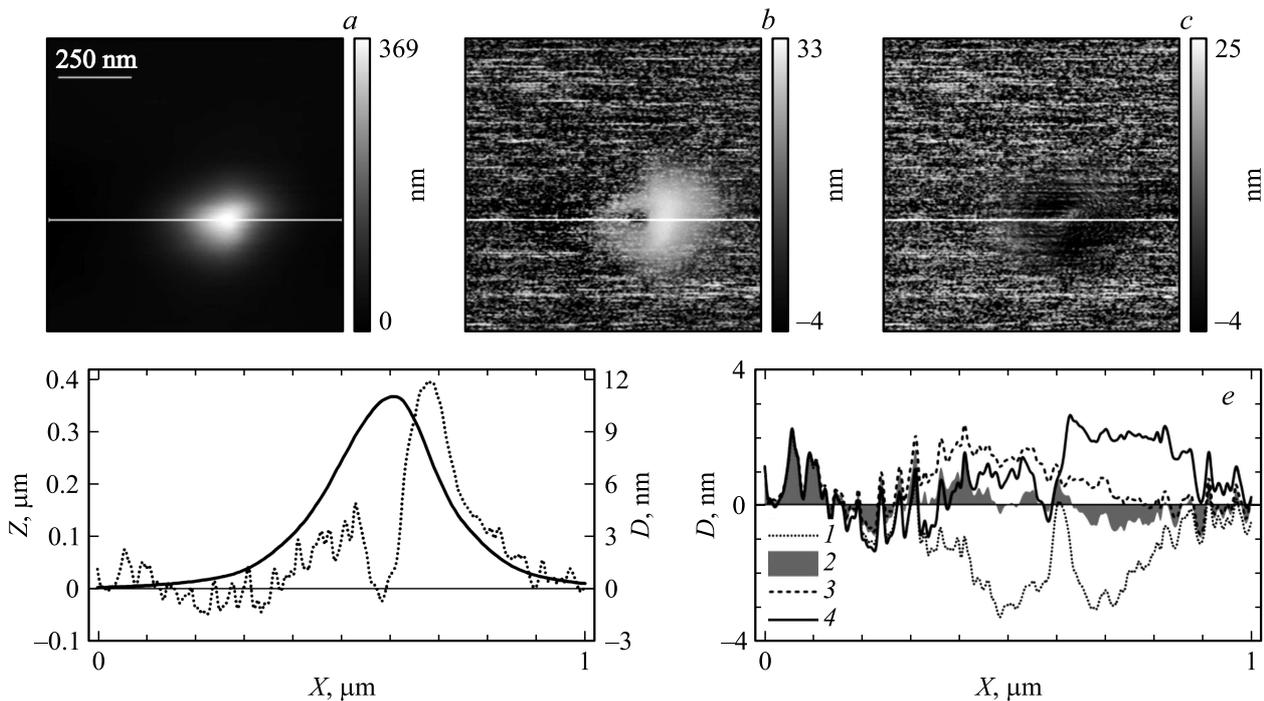
## 2. Эксперимент

С помощью атомно-силового микроскопа BioScope Catalyst (Bruker, США) исследовались два тестовых образца. Измерения велись в режиме АСМ PeakForce QNM, позволяющем одновременно визуализировать сигналы высоты рельефа образца, деформации и рассогласования (ошибки регулирования пиковой силы). Сигналы определялись автоматически алгоритмом анализа силовых кривых, встроенным в программу сканирования. Обработка результатов измерений осуществлялась с помощью программ для визуализации и анализа данных сканирующей зондовой микроскопии NanoScope Analysis v1.80, Gwyddion 2.55 и системы компьютерной алгебры Mathcad15.

Для вычисления значений  $N_X$  и  $N_L$  в программе Gwyddion к данным изображений рельефа образцов применялся горизонтальный или вертикальный фильтр Собеля. Кроме того, нормировался автоматически детектируемый, пропорциональный пиковой силе сигнал деформации  $D_E$ , используя следующее выражение:

$$D = D_E F_{SetPoint} / (F_{SetPoint} + F_{Error}), \quad (13)$$

где  $D$  — нормированное значение деформации,  $F_{SetPoint}$  — заданное значение пиковой силы, а  $F_{Error}$  — локальное отклонение от  $F_{SetPoint}$ . Нормировка нужна



**Рис. 3.** *a* — тоновая топография острия решетки TGT1. Карты сигнала деформации: *b* — нормированного исходного; *c* — после оптимальной коррекции предложенным в работе фильтром; *d* — профили высоты (сплошная кривая) и деформации (точечная) вдоль сечений сигналов на *a* и *b*; *e* — профили скорректированной деформации: 1,  $k_{TI} = 10 \text{ N/m}$ ; 2,  $k_{TI} = 32 \text{ N/m}$ , сечение на *c*; 3,  $k_{TI} \rightarrow \infty$ ; 4, исходной, умноженной на  $(\cos \theta)^2$ . Параметры: PeakForce QNM режим; пиковая сила — 60 nN, частота вертикального зондирования — 1 kHz, амплитуда — 50 nm; сканирование — справа налево с частотой — 0.4 Hz; кантилевер — FMG01, угол установки держателя кантилевера  $\alpha_0 = 10^\circ$ ,  $k_C = 2.76 \text{ N/m}$  (метод тепловых шумов),  $\lambda = 12.5/225$ ,  $\delta = 2.5/32$ .

для корректного вычисления кажущейся относительной податливости  $\kappa_A^{-1} = k_C D / F_{SetPoint}$ . Полученные массивы значений  $N_X$ ,  $N_L$  и  $D$  загружались в программу Mathcad для обработки по формуле (11a).

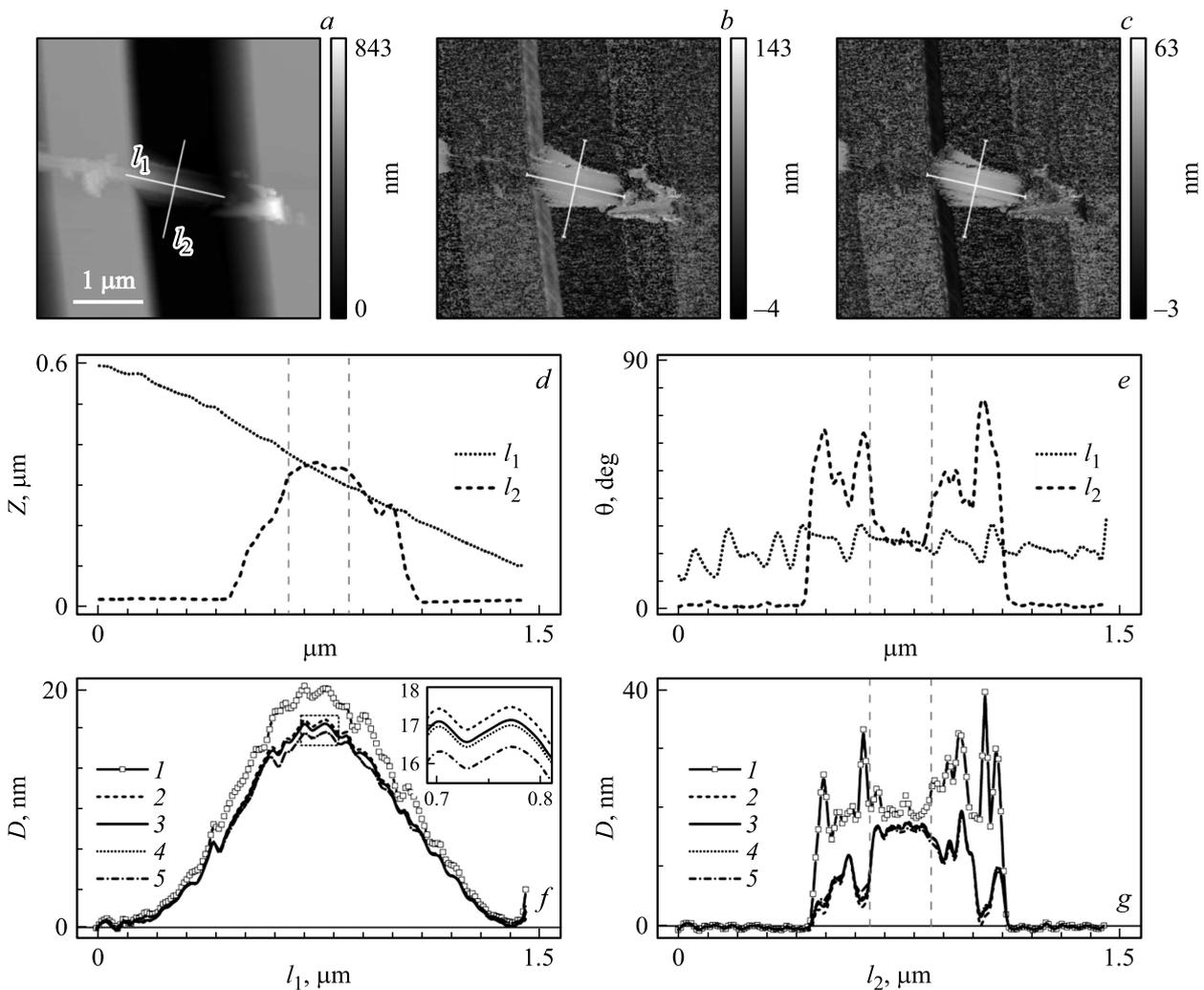
Результаты АСМ-исследования тестового образца TGT1 (НТ-МДТ СИ, Россия) приведены на рис. 3. TGT1 — это периодический массив острых кремниевых иглол с углом при вершине  $50 \pm 10^\circ$  (полярный угол —  $\theta \approx 65^\circ$ ,  $\cos^{-2} \theta \approx 6$ ). Если предположить, что контактная жесткость зонд–острие существенно меньше жесткости консоли, то вокруг острия на АСМ-изображении сигнала кажущейся деформации должно быть симметричное гало. На рис. 3, *b* гало наблюдается, но асимметричное. Сопоставление профилей высоты и кажущейся деформации на рис. 3, *d* показывает, что точно на вершине острия деформация не детектируется.

В этих измерениях вдоль горизонтальной стороны кадра была ось  $Y$  кантилевера FMG01, его держатель располагался слева. С учетом наклона держателя консоль составляла с левой и правой сторонами острия не равные углы — примерно  $75$  и  $55^\circ$  соответственно, что качественно объясняет асимметрию гало в сигнале кажущейся деформации.

На рис. 3, *c* показаны результаты оптимальной фильтрации сигнала деформации,  $k_{TI}^{opt} = 32 \text{ N/m}$ . Варьировался один параметр зонда,  $k_{TI}$ , второй был связанным:

$k_{Tn} = 40k_{TI}$ . Такой коэффициент пропорциональности выбран по оценкам нормальной и сдвиговой жесткости АСМ-зонда, [6]. Оптимальная фильтрация обеспечивала на всем изображении минимум среднеквадратичного отклонения скорректированной деформации. Изображение на рис. 3, *c* и профиль 2 на рис. 3, *e* показывают достаточно симметричный сигнал вокруг острия со средним нулевым значением деформации. Для  $k_{TI} < k_{TI}^{opt}$  (профиль 1 рис. 3, *e*) вокруг острия наблюдается отрицательная деформация, лишняя, в рамках модели для фильтра, физического смысла. Когда  $k_{TI} \rightarrow \infty$  (профиль 3 рис. 3, *e*) область вокруг и само острие показывают положительную деформацию, 1–2 nm, сопоставимую с шумом. Если коррекция учитывает только вклад полярного угла (профиль 4 рис. 3, *e*), то сигнал падает почти на порядок, но гало остается асимметричным. В дальнейшем, опираясь на эти результаты, оптимальной считалась фильтрация с минимальным среднеквадратичным отклонением скорректированной деформации.

На рис. 4 показаны результаты АСМ-исследования наномостика, образованного нанотубулярным гидросиликатом [9] над углублением решетки TGZ03 (НТ-МДТ СИ, Россия). По величине деформации мостика от известной нагрузки можно рассчитать модуль Юнга материала [10,11]. Как отмечалось в [11], на результат расчета критически влияет не только



**Рис. 4.** *a* — тоновая топография наномостика. Карты сигнала деформации: *b* — нормированного исходного, *c* — после оптимальной коррекции. *d* — профили высоты вдоль и поперек наномостика, см. линии сечений на *a*; *e* — профили полярного угла, соответствующие сечениям на *a*. *f* и *g* — профили деформации вдоль и поперек наномостика. Исходный сигнал — *1*. После коррекции: *2*,  $k_{Tl} = 4 N/m$ ; *3*,  $k_{Tl} = 12 N/m$ , сечение на *c*; *4*,  $k_{Tl} \rightarrow \infty$ ; *5*, после умножения на  $(\cos \theta)^2$ . В правом верхнем углу *f* вставка с увеличенным изображением хода скорректированных сигналов в максимуме. Вертикальные пунктирные линии на *d*, *e* и *g* отмечают края наномостика на поперечных сечениях. Параметры: 10 nN, 1 kHz, 150 nm; справа налево, 0.2 Hz; FMG01,  $\alpha_0 = 10^\circ$   $k_C = 2.384 N/m$ ,  $\lambda = 12.5/225$ ,  $\delta = 2.5/32$ .

максимальная амплитуда, но и форма профиля деформации наномостика при фиксированной нагрузке. В частности, в [11] предложен алгоритм определения условий закрепления наномостика по форме профиля деформации. Изображение с наномостиком (рис. 4, *a*), профили высоты и угла  $\theta$  вдоль наномостика, сечения  $l_1$  (рис. 4, *d, e*) показывают, что последний наклонен примерно на  $25^\circ$ . Рис. 4, *f* с поведением деформации вдоль наномостика показывает, что сигнал после коррекции уменьшается примерно на 15%. Как следствие, на 15% увеличивается определяемый модуль Юнга,  $E$ . Минимальная жесткость наномостика  $k_{\min} = (10/17)N/m$ , диаметр  $d = 35 \text{ nm}$  (слабо заметное двосоние изображения на рис. 4, *a* вызвано несовершенством формы АСМ-зонда, электронная микроско-

пия показала, что мостик одинарный), длина пролета  $l = 1300 \text{ nm}$ . Если он заземлен на решетке, расчет дает  $E = k_{\min} l^3 / (3\pi d^4) \cong 90 \text{ GPa}$ , величину, характерную для материала наномостика [11].

Интересно выяснить условия закрепления, изучая профиль сигнала деформации, взятый поперек наномостика. Если наномостик опирается на решетку, то при соскакивании зонда с наномостика сигнал деформации должен возрастать. На рис. 4, *g* края наномостика отмечены вертикальными пунктирными линиями. Вне линий сигнал исходной деформации (профиль *1*) заметно больше, чем между ними. Однако скорректированные профили дают обратную картину. Поэтому сделанное предположение, скорее, не верно. Для более точного вывода требуется применить алгоритм, предложенный в [11].

Стоит добавить, что скорректированные профили 2–4 на рис. 4,  $f$  практически совпадают и лишь незначительно отличаются от профиля 5. Это ожидаемый результат, так как минимальная жесткость наномостика почти на порядок меньше жесткости примененного кантилевера, а в профиле 5 учтен вклад  $(\cos \theta)^{-2}$ , и остался лишь незначительный вклад от  $\alpha_0$ .

## Заключение

Для скользящего контакта АСМ-зонда по поверхности с произвольным рельефом разработан фильтр коррекции сигналов контактной жесткости зонд-образец, деформации, а также высоты рельефа.

Фильтр использован для обработки сигнала деформации в двух тестовых АСМ-экспериментах. Для сохранения простоты величина деформации образца считалась пропорциональной силе нагрузки, уравнение (13). При необходимости учесть нелинейности в зависимости силы от деформации следует фильтровать сигналы дифференциальной жесткости или дифференциальной податливости.

Показана эффективность применения фильтра для совершенствования АСМ-измерений методом испытаний на изгиб модуля Юнга наномостиков, не лежащих в плоскости сканирования.

Результаты работы важны для повышения точности наномеханических АСМ-измерений, в частности, в исследованиях мягких объектов, таких как живые клетки.

## Финансирование работы

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, грант № 19–13–00151.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Sarid D. Exploring Scanning Probe Microscopy with MATHEMATICA. Second edition. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2007. 310 p.
- [2] Анкудинов А.В., Халисов М.М., Пенниайнен В.А., Подзорова С.А., Тимошук К.И., Крылов Б.В. // Письма в ЖТФ. 2018. Т. 44. Вып. 15. С. 38–45.  
DOI: 10.21883/PJTF.2018.15.46438.17351  
[Ankudinov A.V., Khalisov M.M., Penniaynen V.A., Podzorova S.A., Timoshchuk K.I., Krylov B.V. // Tech. Phys. Lett. 2018. Vol. 44. P. 671–674.  
DOI: 10.1134/S1063785018080035]
- [3] Fujisawa S., Ohta M., Konishi T., Sugawara Ya., Morita S. // Rev. Sci. Instrum. 1994. Vol. 65. N 3. P. 644–647.  
DOI: 10.1063/1.1145131
- [4] Kawakatsu H., Bleuler H., Saito T., Hiroshi K. // Jpn. J. Appl. Phys. 1995. Vol. 34. Pt. 1. N 6B. P. 3400–3402.  
DOI: 10.1143/JJAP.34.3400

- [5] Asylum Research Quantifies the „Last Axis“ in Atomic Force Microscopy. [Электронный ресурс] 09.02.2018. URL: <https://www.oxford-instruments.com>
- [6] Ankudinov A.V. // Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics. 2019. Vol. 10. N 6. P. 642–653.  
DOI: 10.17586/2220-8054-2019-10-6-642-653
- [7] Тимошук К.И., Халисов М.М., Пенниайнен В.А., Крылов Б.В., Анкудинов А.В. // Письма в ЖТФ. 2019. Т. 45. Вып. 18. С. 44–47. DOI: 10.21883/PJTF.2019.18.48238.17878 [Timoshchuk K.I., Khalisov M.M., Penniaynen V.A., Krylov B.V., Ankudinov A.V. // Tech. Phys. Lett. 2019. Vol. 45. N 9. P. 947–950. DOI: 10.1134/S1063785019090293]
- [8] Автореф. канд. дис. Тимошук К.И. Методики исследования мягких объектов в атомно-силовой микроскопии. Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики. СПб., 2019. 18 с.
- [9] Krasilin A.A., Nevedomsky V.N., Gusarov V.V. // J. Phys. Chem. 2017. Vol. 121. N 22. P. 12495–12502.  
DOI: 10.1021/acs.jpcc.7b03785
- [10] Salvétat J.-P., Kulik A.J., Bonard J.-M., Briggs G.A.D., Stockli T., Metenier K., Bonnamy S., Beguin F., Burnham N.A., Forro L. // Adv. Mater. 1999. Vol. 11. P. 161–165. DOI: 10.1002/(SICI)1521-4095(199902)11:2<161::AID-ADMA161>3.0.CO;2-J
- [11] Ankudinov A.V. // Semiconductors. 2019. Vol. 53. N 14. P. 1891–1899. DOI: 10.1134/s1063782619140021