15

Измерения контактной жесткости в атомно-силовом микроскопе

© А.В. Анкудинов,[1] М.М. Халисов[2]

[1] Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
[2] 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, α, и кручения, β, 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:

$$k_C/k_A = \kappa_A^{-1} = \sigma^{-1} - 1. \tag{1}$$

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 σ с кажущимися параметрами κ_A или k_A.

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

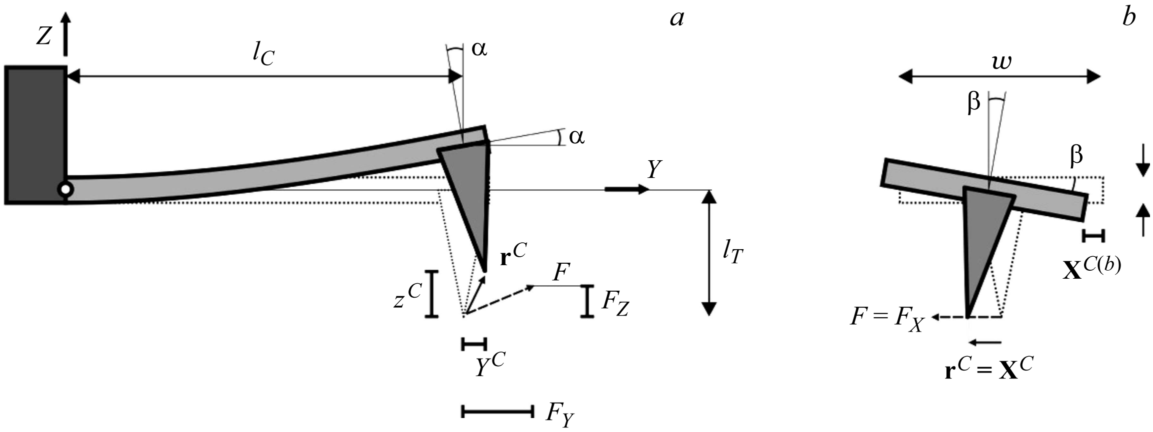

Рис. 1. „Идеальный кантилевер“: a — изгиб консоли силой F с компонентами F_Y, F_Z. И свободный конец консоли, и закрепленный на нем недеформируемый зонд отклоняются на угол α. Кончик зонда смещается не параллельно F, вдоль вектора $\mathbf{r}^C$ с компонентами Y^C, Z^C. b — сила $F = F_X$ закручивает консоль на угол β и изгибает на расстояние $X^{C(b)}$. Сумма смещений кончика, вектор $\mathbf{r}^C = \mathbf{X}^C$, 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 σ 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 α, измеряемого схемой ОР, с компонентами Y^C и Z^C вектора смещения „идеального кантилевера“, а именно кончика его недеформируемого зонда, $\mathbf{r}^C$ [6]:

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

Уравнение содержит также зависимость от ψ, 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]:

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

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:

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

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).

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

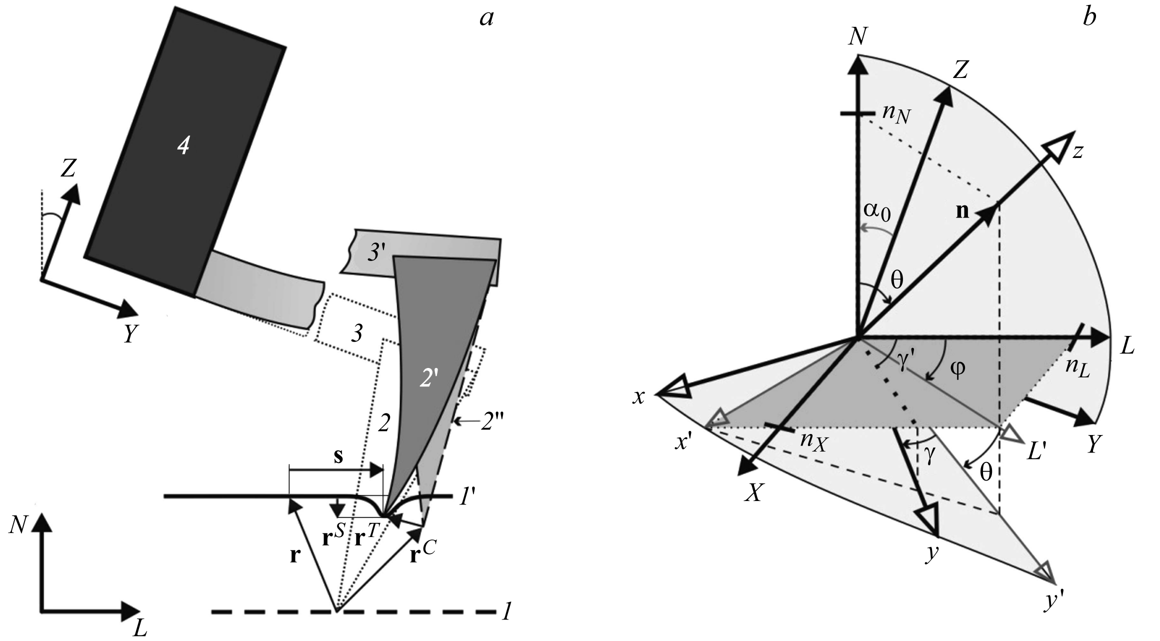

Рис. 2. a — деформации АСМ-кантилевера и контактирующего с ним образца. Начальное состояние: образец (1) касается зонда (2), сила взаимодействия — нуль, консоль (3) не изогнута. Конечное состояние: образец ($1'$) перемещен вдоль вектора $\mathbf{r}$, деформировался сам, $\mathbf{r}^S$ деформировал зонд ($2'$), $\mathbf{r}^T$, 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 держателя кантилевера, α_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 α_0. Три поворота переводят XLN в xyz: 1) на угол φ ($XLN \to x'L'N$), 2) на угол θ ($x'L'N \to x'y'z$), 3) на угол γ ($x'y'z \to xyz$). Проекция оси y на плоскость сканирования XL составляет с осью L угол γ', $\tan\gamma = \tan(\gamma'-\varphi)/\cos\theta$. Проекции n_X, n_L и n_N, углы θ, φ и γ' 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 $\mathbf{S}$:

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

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 двигается 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. Нужное для этого преобразование $XYZ \to xyz$ дает комбинация поворотов (рис. 2, b). Обратное преобразование $xyz \to XYZ$ 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

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

С помощью (9) k_S выражается через относительный наклон силовых кривых σ, углы θ и φ, характеризующие локальный рельеф образца, угол установки держателя

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

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

кантилевера α_0, параметры кантилевера λ, δ, k_C и зонда k_{Tn}, k_{Tl}. Определение параметра жесткости зонда на сдвиг k_{Tl} по петлям трения было рассмотрено в [6]. Если линейно связать k_{Tn} с k_{Tl}, то все три переменных и семь параметров в k_S $(\sigma, \theta, \varphi, \psi, \alpha_0, \lambda, \delta, k_C, k_{Tn}, k_{Tl})$ оказываются заданными.

Например, переменные углы θ и φ (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 φ и θ:

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

$$\cos\varphi = -N_L/\sqrt{N_X^2+N_L^2},\ \cos\theta = 1/\sqrt{1+N_X^2+N_L^2}. \tag{10}$$

В зависимость для k_S не входит четвертая переменная, угол γ. Согласно рис. 2, b, переход $x'y'z \to xyz$ осуществляется поворотом вокруг оси z на угол γ. 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 κ_S^{-1} $(\kappa_A^{-1}, N_X, N_L, \psi, \alpha_0, \lambda, \delta, \kappa_{Tn}^{-1}, \kappa_{Tl}^{-1})$:

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

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 (11а) в виде $\kappa_S = A_0^{-1}\kappa_A$. Предложенный в [6] поправочный коэффициент совпадает с A_0^{-1}.

Уравнение (11а) можно рассматривать как корректирующее преобразование, фильтр для вычислений нормальной относительной податливости образца κ_S^{-1} по измеренным значениям κ_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 (11а) для следующего приближения κ_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,

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

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 приблизительное равенство

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

Такая зависимость κ_A^{-1} от θ, полярного угла локальной нормали к поверхности, означает, что измеряемый в АСМ сигнал деформации (он пропорционален κ_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:

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

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

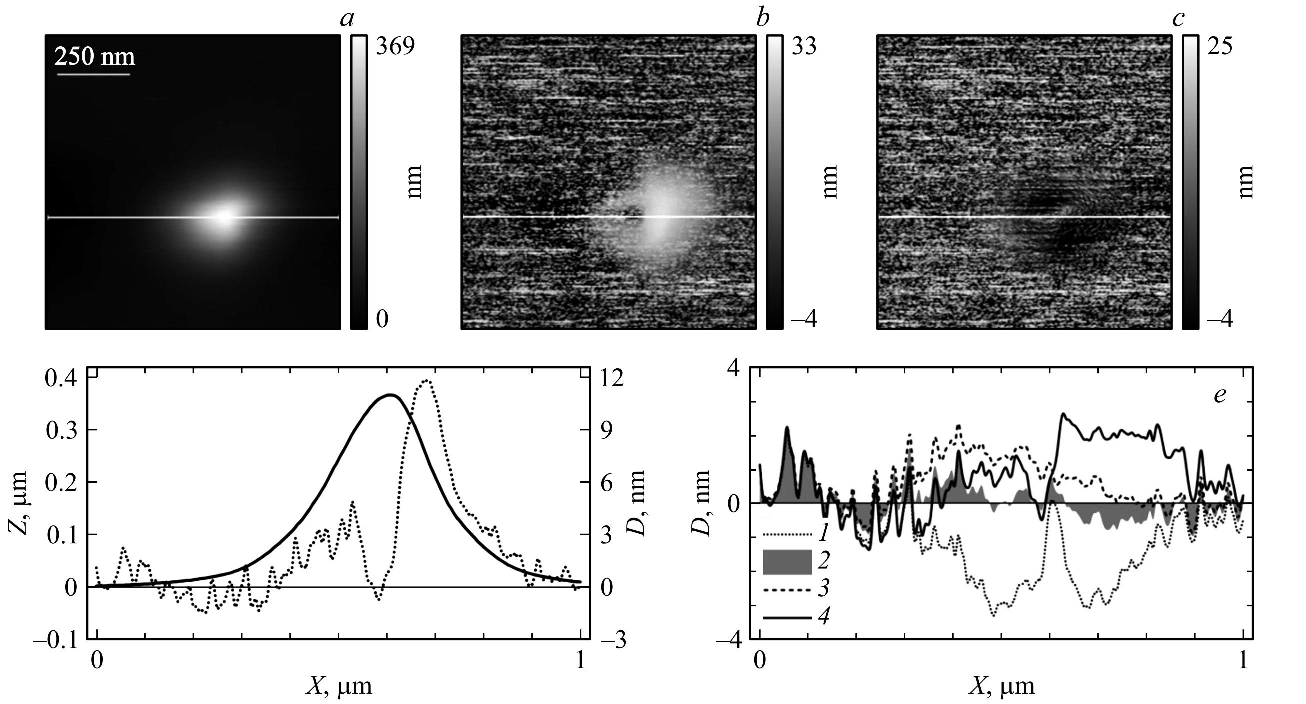

Рис. 3. a — тоновая топография острия решетки TGT1. Карты сигнала деформации: b — нормированного исходного; c — после оптимальной коррекции предложенным в работе фильтром; d — профили высоты (сплошная кривая) и деформации (точечная) вдоль сечений сигналов на a и b; e — профили скорректированной деформации: *1*, $k_{Tl} = 10\,N/m$; *2*, $k_{Tl} = 32\,N/m$, сечение на c; *3*, $k_{Tl} \to \infty$; *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 $\alpha_0 = 10^\circ$, $k_C = 2.76\,N/m$ (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 иголок 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° соответственно, что качественно объясняет асимметрию гало в сигнале кажущейся деформации.

На рис. 3, c показаны результаты оптимальной фильтрации сигнала деформации, $k_{Tl}^{\text{opt}} = 32N/m$. Варьировался один параметр зонда, k_{Tl}, второй был связанным: $k_{Tn} = 40k_{Tl}$. 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 $k_{Tl} < k_{Tl}^{\text{opt}}$ (профиль *1* рис. 3, e) вокруг острия наблюдается отрицательная деформация, лишенная, в рамках модели для фильтра, физического смысла. Когда $k_{Tl} \to \infty$ (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

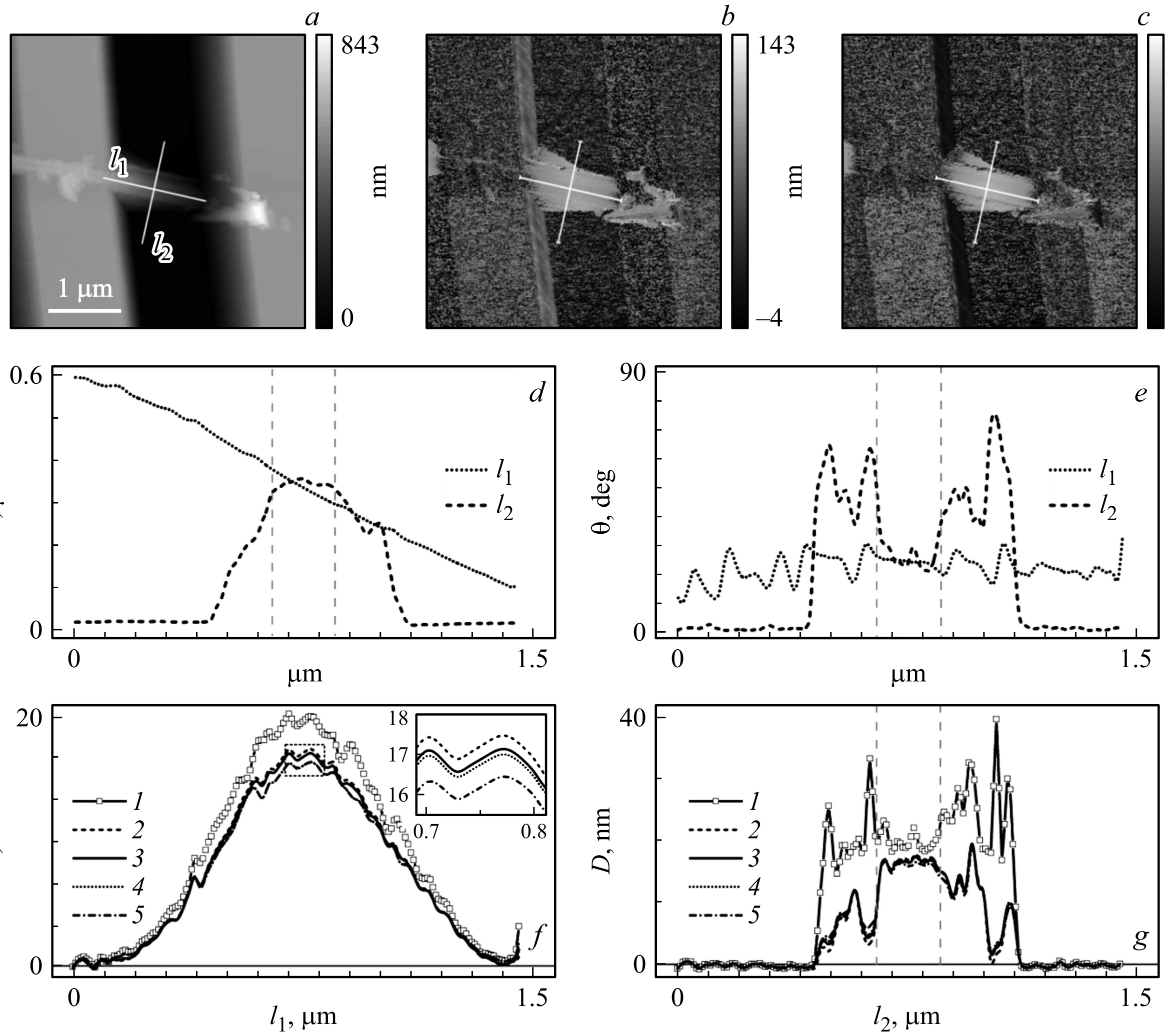

Рис. 4. *a* — тоновая топография наномостика. Карты сигнала деформации: *b* — нормированного исходного, *c* — после оптимальной коррекции. *d* — профили высоты вдоль и поперек наномостика, см. линии сечений на *a*; *e* — профили полярного угла, соответствующие сечениям на *a*. *f* и *g* — профили деформации 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*, $k_{Tl} \to \infty$; *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, $\alpha_0 = 10°$ $k_C = 2.384\,N/m$, $\lambda = 12.5/225$, $\delta = 2.5/32$.

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 θ вдоль наномостика, сечения l_1 (рис. 4, *d, e*) показывают, что последний наклонен примерно на 25°. 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 $d = 35$ nm (слабо заметное двоение изображения на рис. 4, *a* вызвано несовершенством формы АСМ-зонда, электронная микроскопия показала, что мостик одинарный), длина пролета $l = 1300$ nm. Если он защемлен на решетке, расчет дает $E = k_{\min} l^3/(3\pi d^4) \cong 90$ 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 α_0.

Заключение

Для скользящего контакта АСМ-зонда по поверхности с произвольным рельефом разработан фильтр корректировки 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., Пенniяйнен В.А., Подзорова С.А., Тимощук 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., Penniyaynen 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] *Тимощук К.И., Халисов М.М., Пенniяйнен 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., Penniyaynen 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. *Тимощук 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] *Salvetat 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