

СЗМ-КОМПЛЕКСЫ –

ИЗ НАСТОЯЩЕГО В БУДУЩЕЕ

Компания «НТ-МДТ» относится к числу тех, что стояли у самых истоков сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Сегодня в мире не осталось ни одного крупного производителя СЗМ, который просуществовал бы столь же долго и продолжал развиваться так же последовательно, как она. По этой причине историю развития СЗМ можно проследить на примерах из музея «НТ-МДТ». Однако помимо истории в статье также представлены тенденции развития СЗМ из настоящего в будущее и сформулировано направление вектора новейших научных разработок компании.

СЗМ ДЛЯ ШИРОКОГО КРУГА ИССЛЕДОВАНИЙ – КОНЦЕПЦИЯ НАНОЛАБОРАТОРИИ

После того, как возникло четкое понимание, что СЗМ дает возможность не только получать изображения наноразмерных объектов, но и проводить количественные измерения различных физических параметров, стала очевидной и принципиальная проблема дальнейшего развития – один и тот же прибор не может быть одинаково приспособлен для работы со всем разнообразием объектов.

Например, объекты клеточных биологов очень мягкие и легко подвергаются необратимому разрушению. Для работы с ними необходимы не только особые «щадящие» режимы СЗМ и специальные «мягкие» зонды, но и особые условия окружающей среды – жидкость, атмосфера с повышенным содержанием CO_2 . Алмазные кристаллы или сверхтвердые покрытия, напротив, слишком тверды, поэтому для изучения многих их характеристик обычные зонды и стандартные технические решения также не годятся.

Для определенных экспериментов требуется высокий вакуум, в каких-то случаях исследователей интересуют изменения, происходящие с образцом в ходе электрохимических превращений, для решения ряда задач образец необходимо нагреть или охладить. Таким образом, для успешной работы с любым «нестандартным» объектом исследователь должен иметь «нестандартный» высокоспециализированный СЗМ-прибор.

Поскольку «нестандартных» объектов существенно больше, чем «стандартных», в самом ближайшем будущем научное сообщество должно столкнуться и уже сталкивается с необходимостью огромного разнообразия узкоспециализированных вариантов СЗМ. Такое многообразие становится совсем уже невообразимым, если осознать, что для ответа на многие актуальные вопросы необходимо провести комплексное исследование образца не только с помощью СЗМ, но и другими методами – спектроскопическими, дифрактометрическими, электронно-микроскопическими.

«НТ-МДТ» стала первой компанией, идущей по пути разработки универсальной исследовательской платформы, в рамках которой можно относительно легко менять специализацию конкретного прибора путем замены и/или добавления отдельных модулей. Коммерческое имя платформы «ИНТЕГРА» указывает на возможность интеграции разных подходов. Так, нанолаборатория «ИНТЕГРА Прима» – универсальный СЗМ для решения наиболее типовых, «стандартных» задач. Функциональность этого исследовательского комплекса может быть расширена в одном из семи направлений.

«ИНТЕГРА АУРА» – ИЗМЕРЕНИЕ МАЛЫХ СИЛ

Добавление модулей, обеспечивающих низковакуумные условия, позволяет существенно повысить чувствительность двух- и многопроходных СМЗ-методик, цель которых – из-

мерение электрических или магнитных свойств образца. Это объясняется тем, что даже в относительном вакууме повышается добротность колебаний кантилевера, а значит, увеличивается чувствительность, надежность и достоверность при измерениях слабых сил. При переходе от атмосферного давления к вакууму 10^{-2} Торр уже обеспечивается почти 10-кратное возрастание добротности. При дальнейшем увеличении вакуума величина добротности быстро выходит на плато. Таким образом, с точки зрения повышения добротности кантилевера «ИНТЕГРА Аура» представляет собой оптимальное соотношение цена/качество, причем под ценой подразумевается не только собственно стоимость установки: по сравнению с высоковакуумными комплексами существенно меньшим оказывается время достижения необходимого уровня вакуума (в «ИНТЕГРА Аура» вакуум, обеспечивающий 10-кратное увеличение добротности, достигается всего за 1 мин), легче становится обслуживание.

«ИНТЕГРА МАКСИМУС» – АВТОМАТИЧЕСКИЙ СБОР БОЛЬШИХ МАССИВОВ ДАННЫХ

Для многих промышленных приложений принципиально важна возможность исследования больших образцов и накопления по заранее заданным алгоритмам больших массивов данных в автоматическом режиме. Это может быть контроль качества оптических элементов (например, исследование шероховатости поверхности линз), определение в заданных областях 100-мм кремниевой пластины ряда электрических параметров, тестирование большого массива микрообразцов полимерного материала для выбора желаемого сочетания механических свойств с целью оптимизации условий химического синтеза. Таким образом, отличительные черты данного направления развития – работа с большими образцами и сбор значительных массивов данных в автоматическом режиме.

«ИНТЕГРА ТЕРМА» – РЕШЕНИЕ ПРОБЛЕМЫ ТЕРМОДРЕЙФА

В любом зондовом микроскопе существует некоторый дрейф – неконтролируемое смещение зонда относительно образца. Оно возникает вследствие того, что в работающем приборе всегда существуют градиенты температуры. Неравномерное расширение или сжатие различных деталей устройства как раз и приводит к смещению зонда и образца с течением времени друг относительно друга. В хороших коммерческих СЗМ такой дрейф составляет 20–50 нм/ч. Его величина, кроме всего прочего, зависит от внешних условий – в термостабируемом помещении, где отсутствует циркуляция воздуха, она приближается к нижней границе диапазона. Такой дрейф не сказывается на результатах работы, если исследование

проводится на относительно большой площади. Однако при размере скана в несколько десятков нанометров для решения многих задач термодрейф становится критическим – прежде всего при длительных экспериментах. Получить единичное изображение можно меньше чем за минуту, смещение в несколько ангстрем, которое произойдет за это время, не сильно исказит картину. Однако, если на небольшом поле сканирования выбран некий характерный объект, например, наночастица, и необходимо с получасовыми интервалами получить несколько последовательных изображений именно ее, – такая задача не под силу обычным СЗМ. Существенно затруднены из-за дрейфов эксперименты, связанные с манипуляциями нанообъектами, а также процессы нанолитографии на малых полях. Влияние температурных дрейфов приобретает колоссальное значение, конечно, и в тех случаях, когда в процессе исследования нужно менять температуру образца. Диапазон неконтролируемых смещений при этом (в лучших коммерческих СЗМ-приборах) составляет 50–300 нм, т.е. при нагреве или охлаждении образца на 10°C нужно быть готовыми к дрейфу до 3 мкм.

Нанолaborатория «ИНТЕГРА Терма» была разработана как СЗМ со сниженным уровнем температурных дрейфов. За счет симметрии конструкции измерительного модуля, тщательного подбора материалов с учетом их коэффициентов теплового расширения, а также благодаря двойному контуру внутренней термостабилизации величина дрейфа при изменении температуры образца в «ИНТЕГРА Терма» составляет 10–15 нм/ $^{\circ}\text{C}$.

Понятно, что полностью избавиться от температурных дрейфов невозможно, однако уникальность конструкции данного СЗМ состоит в том, что при изменении температуры образец и зонд смещаются в нем сонаправленно. Температурное расширение/сжатие частей прибора в этом случае в гораздо меньшей степени влияет на качество СЗМ-измерений. Также существенно повысилась стабильность системы при долгосрочных экспериментах в условиях постоянной (комнатной) температуры – дрейф составляет всего 3–5 нм/ч. Таким образом, «ИНТЕГРА Терма» представляет еще одно направление развития СЗМ – обеспечение стабильности при работе на малых полях (меньше 100 нм) в течение долгого времени (часы).

«ИНТЕГРА ЛАЙФ» – РАБОТА С ЖИВЫМИ ОБЪЕКТАМИ

Традиционно биологи имели дело с оптической микроскопией. Поэтому «ИНТЕГРА Лайф», как специализированный прибор для клеточной биологии, представляет собой соединение мощного инвертированного оптического микроскопа с конденсором NA 0.55 и СЗМ. Кроме широкого выбора жидкостных ячеек – специализированных камер, обеспечивающих различные режимы работы в жидкой среде, – для биологических задач ключевое значение приобретает еще одно

принципиальное преимущество нанолaborатории, а именно – возможность для интеграции дополнительных методических подходов.

Так, функциональность оптического микроскопа можно существенно расширить путем превращения оптического микроскопа в лазерный конфокальный сканирующий микроскоп/спекроскоп. Универсальность СЗМ-платформы позволяет также легко заменить модули атомно-силовой микроскопии модулями ближнепольной оптической микроскопии, что позволяет исследовать оптические свойства объекта далеко за пределом дифракции.

«ИНТЕГРА СОЛЯРИС» – БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ ОПТИЧЕСКАЯ МИКРОСКОПИЯ

Сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ) – это возможность изучать оптические свойства образца (его способность отражать, пропускать, рассеивать свет) с пространственным разрешением в несколько десятков нанометров. В отличие от обычного оптического микроскопа, разрешение которого ограничено пределом дифракции (для синего света при соблюдении условия конфокальности около 170 нм), разрешение СБОМ определяется лишь размером апертуры оптического зонда – отверстия в металлическом покрытии на острие оптоволокна, по которому свет от лазера поступает к образцу. Если апертура слишком мала, оптический сигнал оказывается слишком слабым (например, потери в интенсивности света при прохождении через диафрагму диаметром 100 нм составляют примерно 4 порядка величины), если апертура велика – снижается пространственное разрешение метода. Практическим компромиссом, реализуемым, в частности, в нанолaborатории «ИНТЕГРА Солярис», является разрешение 30–50 нм в плоскости.

Именно с таким разрешением можно визуализировать неоднородность оптических свойств образца и даже проводить спектроскопические исследования. Правда, оптический сигнал при этом должен быть достаточно сильным (как, например, бывает в случае ярких флуоресцентных красителей).

«ИНТЕГРА ТОМО» – РЕКОНСТРУКЦИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В ОБЪЕМЕ (АСМ-ТОМОГРАФИЯ)

Фундаментальная особенность атомно-силового микроскопа (АСМ) состоит в том, что исследование образца происходит исключительно на поверхности. Чтобы иметь возможность изучать внутреннюю структуру объектов и задействовать при этом огромный арсенал АСМ-методик, на платформе «ИНТЕГРА» была создана Нанолaborатория «ИНТЕГРА Томо», в которой АСМ работает в паре с ультрамикротомом. Принцип АСМ-томографии состоит в следующем:

- ультрамикротом производит срез и тем самым подготавливает поверхность образца для исследования;

- к зафиксированному в держателе ультрамикротомом образцу подводится измерительный блок АСМ и осуществляется сканирование поверхности в одном из режимов атомно-силовой микроскопии;
- полученное изображение сохраняется;
- измерительный блок АСМ отводится и ультрамикротомом срезается ультратонкий (до 20 нм) слой материала образца;
- к освободившейся поверхности вновь подводится АСМ и получается следующее изображение. Такой цикл повторяется несколько раз;
- из накопленных АСМ-изображений (зная толщину срезаемого ультрамикротомом слоя) реконструируют трехмерную картину распределения наноразмерных неоднородностей в объеме образца.

Такой подход незаменим при исследовании сложных материалов, ценные характеристики которых обусловлены особенностями их объемной организации. В качестве примера можно привести материалы, в которых наночастицы, например, сажи и глины, встроены в трехмерную сеть из волокон полимера. В этом случае принципиально важно знать не только размер частиц, но и насколько равномерно они распределены в объеме полимерной матрицы. Другим примером может служить трехмерная структура пористых катализаторов, которую с помощью АСМ-томографии также можно реконструировать и изучать.

«ИНТЕГРА СПЕТРА» – СПЕКТРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ (ЗА ПРЕДЕЛОМ ДИФРАКЦИИ)

Нанолaborатория «ИНТЕГРА Спектра» (см. рисунок) изначально создавалась как измерительный комплекс, в котором один и тот же образец можно исследовать методами СЗМ, конфокальной микроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния (КР). В процессе разработки, однако, выяснилось, что решение задач по совмещению конфокального оптического микроскопа и СЗМ (уменьшение дрейфов в оптической части системы, позиционирование зонда в определенных зо-



Нанолaborатория «ИНТЕГРА Спектра»

нах светового пучка, повышение эффективности сбора оптических сигналов) открыло путь для принципиально новых возможностей.

НАНОЛАБОРАТОРИЯ «ИНТЕГРА СПЕКТРА»

Зонд с покрытым золотом острием, расположенный в фокусе светового пучка, может, в частности, выступать нанолокальным «усилителем» КР в приповерхностном слое образца. Сигнал КР в непосредственной близости от острия зонда оказывается во много раз больше, чем от других участков образца, освещаемых тем же пучком света. Напомним, что минимальный диаметр светового пятна в фокусе оптической системы ограничен дифракцией и не может быть меньше 170 нм, т.е. именно такое разрешение предельно для КР-спектроскопии с помощью конфокального оптического микроскопа. Зона локального усиления КР составляет от единиц до нескольких десятков нанометров вокруг острия зонда. Именно размером этой зоны определяется разрешение, с которым можно производить спектроскопию КР и картировать распределение интенсивности того или иного характеристического сигнала по поверхности образца (а значит получать данные о его химическом составе).

Таким образом, конвергенция подходов зондовой микроскопии и подошедших к физическому пределу возможностей оптической микроскопии позволила перешагнуть через этот предел и реализовать исследовательский комплекс для КР-спектроскопии с пространственным разрешением около 50 нм.

СЗМ ДЛЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО ПРОЦЕССА

В связи с бурным развитием и глубокой специализацией устройств СЗМ естественно возникает вопрос: кто будет работать с этим оборудованием? Время универсальных специалистов, способных разобраться в чем угодно и «объездить» прибор любой сложности, как это ни печально, уходит в прошлое. Сегодня любой исследовательский проект строго лимитирован не только бюджетом, но и временными ограничениями. По этим причинам потребность в молодых специалистах, уже имеющих практические навыки работы с СЗМ, ощущается исключительно остро. Однако оборудование для образовательного процесса – это еще одна ветвь эволюции СЗМ.

НАНОЭДЬЮКАТОР – КОНЦЕПЦИЯ КЛАССОВ «ПОД КЛЮЧ»

С точки зрения эффективности и конкурентоспособности образовательного учреждения ключевое значение имеет время, необходимое, чтобы поставить новый учебный курс «с нуля». Важно не только приобрести приборы, на которых будут обучаться студенты, но и переработать существующие программы теоретических курсов, подобрать наиболее показательные, «типовые» объекты для учебных исследований, разработать и апробировать методики проведения практических занятий.

Все эти соображения были учтены при разработке коммерческого продукта «НАНОЭДЬЮКАТОР – класс для практических учебных занятий в области нанотехнологий». В комплект поставки, кроме собственно СЗМ-устройств, входит учебное пособие по основам сканирующей зондовой микроскопии, методические рекомендации по проведению практикумов (с подробным описанием лабораторных работ), полный набор тестовых учебных образцов. Сами СЗМ-приборы (обычно класс укомплектовывается количеством рабочих мест кратным 5) характеризуются низкой ценой, простотой в использовании и устойчивостью к некомпетентности оператора («студентоустойчивостью»).

СЗМ ДЛЯ ШИРОКОГО КРУГА НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для проведения исследований на сложном оборудовании необходимы специализированные навыки и высокая квалификация. С целью облегчения адаптации молодых специалистов к работе на СЗМ был разработан СЗМ СОЛВЕР Некст, полная автоматизация которого является принципиальной и уникальной особенностью. Благодаря этому даже низкоквалифицированный оператор может использовать в своих исследованиях потенциал двух главных методов сканирующей зондовой микроскопии: СТМ и АСМ.

Полноценная автоматизация стала возможна благодаря разработке и внедрению целого ряда интеллектуальных систем, управляющих расположением образца, созданием вокруг него однородной среды, переключением между режимами сканирования, заменой измерительных головок, юстировкой оптической системы.

Все эти технические особенности принципиально важны. Они открывают дорогу к дальнейшему развитию зондовых микроскопов по пути автоматизации и указывают направление для создания роботизированных исследовательских комплексов по принципу «все в одном». Стратегический потенциал этой концепции получил высокую оценку экспертной комиссии, и прибору СОЛВЕР Некст была присуждена премия R&D 100 Award 2009.

Подводя итоги, можно сказать, что процесс развития СЗМ-оборудования миновал этап универсальных приборов и вошел в стадию специализации, вектор которой при создании СЗМ для научных исследований – максимальная гибкость в изменении «научной специальности» (в рамках нанолаборатории «ИНТЕГРА» задача решена за счет большого числа специализированных модулей, совместимых с единой общей платформой) и возможность интеграции с другими («не СЗМными») исследовательскими подходами.

Специализация оборудования для образовательного процесса идет по пути снижения стартового порога, с одной стороны, и упрощения СЗМ-приборов и обеспечения методической базы, – с другой.

