____ ЛАБОРАТОРНАЯ ____ ТЕХНИКА

УДК 53.084+53.068

УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ И РАСШИРЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ МАНИПУЛЯТОРА НА ОСНОВЕ ЗОНДА АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА, РАБОТАЮЩЕГО В "ГИБРИДНОЙ" МОДЕ

© 2019 г. А. А. Жуков

Институт физики твердого тела РАН Россия, 142432, Черноголовка Московской обл., ул. Академика Осипьяна, 2 e-mail: azhukov@issp.ac.ru Поступила в редакцию 03.10.2018 г. После доработки 03.10.2018 г. Принята к публикации 03.12.2018 г.

Усовершенствована система детектирования прижима острия манипулятора основанного на использовании зонда атомно-силового микроскопа, работающего в "гибридной" моде. Усовершенствование системы детектирования позволило не только получать топографические изображения поверхностей в данной моде с вертикальными шумами, меньшими 10 нм, но также применить данный манипулятор для перемещения микрокапель по поверхности подложки. Предложен и реализован метод перемещения нанопроводов при помощи потока жидкости, создаваемого острием атомно-силового микроскопа.

DOI: 10.1134/S0032816219030303

введение

Острие атомно-силового микроскопа (а.с.м.) [1], которое можно перемещать с нанометровой точностью, широко используется в качестве манипулятора. Острием перемещают не только нанопроволоки или нанотрубки [2], но и капли жидкости [3], используя острие в качестве очень острого пера для "письма". При использовании а.с.м. в таком качестве, как правило, используется стандартная статическая контактная мода [4, 5]. Однако в случае специально приготовленного кантилевера [6] динамическая мода, а именно tapping mode, также может быть успешно применена.

В [7] была предложена новая мода работы а.с.м. Данная мода является "гибридной", так как, являясь, с одной стороны, статической контактной модой (острие а.с.м. в данной моде не отрывается от поверхности), а с другой стороны, поскольку система обратной связи в данной моде отслеживает амплитуду колебаний кварцевого резонатора, является динамической. В статье [7] приведены также некоторые примеры использования двухзондового манипулятора, работающего в данной моде для перемещения нанопроволок, исследования сил адгезии, измерения проводимости и т.д. Однако представленные в ней примеры полученных изображений топографии демонстрировали шум в вертикальном направлении порядка 100 нм. Полученные изображения

невозможно было использовать для оценки результатов манипуляции с нанопроводами [7].

В данной статье предложено решение проблемы стабилизации системы обратной связи для "гибридной" моды. Усовершенствование работы обратной связи позволило успешно расширить возможности манипулятора. Приведены примеры его использования для перемещения микрокапель жидкости. Кроме того, демонстрируется возможность перемещения нанопроводов потоком жидкости, создаваемым зондом а.с.м.

ИЗМЕРЕНИЕ ТОПОГРАФИИ В "ГИБРИДНОЙ" МОДЕ

Основная идея при реализации предложенной "гибридной" моды иллюстрирована схематически на рис. 1. Острие а.с.м. крепится к кварцевому резонатору под углом. Угол между поверхностью подложки и осью острия составляет всего 20–30°. Такой способ крепления зонда позволяет ему обратимо изгибаться, при этом острие зонда остается на поверхности во время всего периода осцилляции кварцевого резонатора [7]. По мере придавливания зонда к поверхности подложки амплитуда осцилляций кварцевого резонатора уменьшается. Величина амплитуды осцилляций используется в данной моде в качестве сигнала обратной связи, как в стандартной динамической моде.

х. мкм



Рис. 1. Схема крепления зонда при реализации "гибридной" моды а.с.м. *1* – положение зонда в наивысшей позиции при колебании кварцевого осциллятора, *2* – положение зонда в самой низкой позиции.

Основной проблемой для получения устойчивого сигнала обратной связи стала "перерегулировка" системы, поскольку отклик пьезотрубки, отвечающей за вертикальное позиционирование зонда, отличается от стандартного более чем на порядок [7], что не позволило успешно использовать блоки электроники для а.с.м. компаний NT-MDT или Nanoscan Technology.

Стандартным решением проблем перерегулировки является уменьшение добротности системы, состоящей из острия и кварцевого резонатора. Понижение добротности может быть осуществлено как подачей дополнительного сигнала на осциллятор со сдвигом фазы [8], так и механическим способом. Нами был выбран второй вариант решения проблемы. Длина острия была увеличена до 3 мм. Кроме того, при необходимости капля клея БФ-2 помещалась на один из "зубцов" кварцевого резонатора. Таким образом, добротность системы снижалась до необходимых значений Q = 20 - 30. Дальнейшее снижение добротности приводило к неприемлемому значению отношения сигнал/шум в системе детектирования сигнала кварцевого резонатора.

Пример топографического изображения, полученного для добротности системы Q = 22 и резонансной частоты кварцевого резонатора с прикрепленным острием $f_0 = 16800$ Гц, представлен на рис. 2а. Объектом сканирования являлась нанопроволока InAs Ø75 нм. Сечение данного изображения, выполненного вдоль черной линии (см. рис. 2а), представлено на рис. 2б. Видно, что характерный шум в вертикальном направлении не превышает 10 нм. Таким образом, подобное топографическое изображение может быть использовано для определения местоположения нанопроволок после процесса манипуляций.

Следует отдельно отметить, что "гибридная" мода а.с.м. крайне удобна для измерения электронного транспорта, поскольку острие а.с.м. все время находится на поверхности образца, и, кроме того, изготовленное из PtIr-проволоки оно позволяет пропускать достаточно большой измерительный ток (1 мкА) [7]. Для гальванической



Рис. 2. а — изображение топографии нанопровода InAs Ø75 нм, полученное после искусственного понижения добротности резонанса до Q = 22; **б** — сечение, выполненное вдоль отмеченной на изображении **а** черной линии (шум в вертикальном направлении составляет <10 нм).

развязки острия от контактов кварцевого резонатора к острию проводят дополнительную медную или золотую проволоку. Это приводит к дополнительному понижению добротности системы до требуемых значений Q = 20-30, что повышает устойчивость системы обратной связи и, кроме того, воспроизводимость транспортных измерений.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАНИПУЛЯТОРА ДЛЯ ПЕРМЕЩЕНИЯ МИКРОКАПЕЛЬ

Улучшение стабильности в работе системы обратной связи манипулятора позволило расширить область его применения. В данном разделе будут приведены примеры использования вольфрамового зонда манипулятора для перемещения микрокапель жидкости по поверхности подложки SiO_2 . В качестве жидкости были использованы нелетучие тяжелые фракции, содержащиеся в изопропиловом спирте ("Компонент-Реактив", ТУ 6-09-07-1718-91). В данном разделе не ставится задача подробным образом исследовать форму капель или силу поверхностного натяжения в них. В данном случае тяжелые фракции используются только как удобный объект для демонстра-

ЖУКОВ



Рис. 3. Манипуляции с микрокаплями жидкости острием зонда а.с.м.: $\mathbf{a} - \mathbf{b}$ – перемещение капли жидкости, собранной под острием а.с.м.; $\mathbf{r} - \mathbf{e}$ – процесс сбора капли под острием а.с.м. и ее освобождение поднятым зондом – размер и форма капли в \mathbf{r} и \mathbf{e} совпадают (отмечены овалами), что означает сохранение объема капли при такой манипуляции; $\mathbf{w} - \mathbf{u}$ – процедура разделения большого "озера", отмеченного овалом, на два малых.

ции возможностей усовершенствованной "гибридной" моды а.с.м. (рис. 3).

Изображения на рис. За–Зв демонстрируют возможность перемещения капли жидкости, захваченной острием а.с.м. Можно отметить, что перемещение капли не приводит к возникновению какого-либо следа от нее на поверхности подложки SiO₂, т.е. при перемещении капли удается сохранить ее объем.

На рис. 3г—3е показаны процесс захвата и освобождение капли острием а.с.м. На рис. 3д видно, что капля практически полностью захватывается острием. Размер растекшегося "озера" жидкости до сбора ее острием и после поднятия острия совпадает. Это указывает на то, что объем капли остается практически постоянным и при данной манипуляции.

С использованием указанных выше манипуляций удается создать "озеро" достаточно большого объема, собирая отдельные капли жидкости по поверхности подложки. Рис. 3ж—3и демонстрируют возможность разделения такого "озера" на две отдельные капли. Представленная процедура разделения "озера" состоит из двух этапов. На первом этапе перемещением зонда "озеру" придается вытянутая форма (рис. 33). На втором этапе зонд, опустившийся с одной стороны "озера", собирает только часть имеющегося объема жидкости (рис. 3и). Таким образом, процесс разделения капли оказывается законченным.

Отметим, что успешное применение "гибридной" моды а.с.м. для перемещения капель жидкости связано в том числе с изменением геометрии используемого острия. На этой особенности "гибридной" моды следует остановиться более подробно (см. рис. 4).

На рис. 4а схематически изображены острие и лежащая на подложке капля жидкости. Острие находится достаточно далеко от поверхности. На рис. 4б показан момент, когда острие только коснулось поверхности. Острие все еще прямое. На рис. 4в изображено острие, прижатое к поверхности, величину его изгиба контролирует система обратной связи а.с.м. Следует отметить, что площадь поверхности острия, смачиваемого жидкостью в изогнутом состоянии, примерно на порядок больше, чем площадь в случае, когда острие



Рис. 4. Схематическая иллюстрация влияния изгиба острия зонда на площадь смачивания зонда и форму капли жидкости: **a** – острие зонда находится далеко от поверхности; **б** – острие зонда в момент касания поверхности, зонд прямой; **в** – прижим зонда контролируется системой обратной связи, зонд изогнут, площадь смачиваемой поверхности зонда значительно (более чем на порядок) увеличена.

прямое (см. рис. 4б и 4в). Таким образом, изогнутое острие оказывается более приспособлено для перемещения капель жидкости по поверхности образца. Освобождение капли жидкости острием проходит в обратном порядке от рис. 4в к рис. 4а, т.е. острие сначала существенно уменьшает площадь, которую смачивает жидкость (рис. 4б), и только после этого отрывается от поверхности, оставляя объем капли практически неизменным (см. рис. 3Γ -3е).

Рассмотренная особенность "гибридной" моды демонстрирует ее определенное преимущество по сравнению с иными модами а.с.м. для манипулирования микрокаплями жидкости [9–13].

ПЕРЕМЕЩЕНИЕ НАНОПРОВОЛОКИ InAs ПОТОКОМ ЖИДКОСТИ

В данном разделе мы продемонстрируем, что благодаря изменению геометрии острия удается аккумулировать на нем такой объем жидкости, что его освобождение способно переместить нанопровод InAs с характерным диаметром 100 нм и длиной 5–6 мкм.

Процедура создания потока жидкости при помощи зонда а.с.м. состоит из следующих этапов. На первом этапе необходимо сформировать "озеро" необходимого объема, так как было описано выше (см. рис. 3ж—3и). Его результат представлен на рис. 5а, большая капля собрана острием и подведена близко к нанопроволоке InAs.

Следующий этап заключается в высвобождении всего объема жидкости (рис. 56) и аккуратном сборе жидкости медленным опусканием острия (рис. 5в), после чего процедура высвобождения жидкости повторяется (рис. 5г–5е). Итогом данной процедуры является перемещение нанопроволоки InAs (сравните положения нанопроволоки на рис. 5а и 5е).

В настоящее время перемещение нанопроволоки при помощи потока жидкости, сформированного зондом а.с.м., не является в достаточной мере контролируемым. Однако демонстрация возможности такой манипуляции важна, поскольку манипуляции такого рода, видимо, являются наиболее безопасными для нанопроволок,



Рис. 5. Процедура перемещения нанопровода InAs потоком жидкости, сформированным зондом а.с.м. Овалом отмечена нанопроволока.

поскольку прямой механический контакт между перемещаемым объектом и зондом а.с.м. отсутствует.

Все изображения были получены при помощи оптического микроскопа с фокусным расстоянием 3 мм. Использование оптического микроскопа позволяет удобно проводить процедуры манипулирования, отслеживая как сами процедуры, так и их результаты в реальном времени. Отработка предложенного метода перемещения нанопроводов потоком жидкости, а также расширение возможности сканирования с использованием "гибридной" моды а.с.м. в жидкостной среде являются в настоящее время первостепенными задачами по расширению возможностей двухзондового манипулятора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, продемонстрированы возможности усовершенствованной системы обратной связи "гибридной" моды а.с.м.: удалось на порядок уменьшить величину шумов в вертикальном направлении при сканировании топографии, а также применить наноманипулятор для перемещения микрокапель жидкости. Кроме того, продемонстрирована возможность перемещения нанопроводов потоком жидкости, сформированным зондом а.с.м. Перемещение нанопровода по поверхности подложки может быть осуществлено без прямого механического контакта между нанопроводом и зондом а.с.м.

Авторы выражают признательность H. Hardtdegen и Th. Schaepers (Peter Gruenberg Institut (PGI-9), Juylich, Germany) за предоставленные нанопровода InAs, а также благодарят РФФИ (РФФИ 17-02-00454а и РФФИ 13-02-12127 офи-м), программы РАН и программу поддержки ведущих научных школ за оказанную финансовую поддержку.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Binnig G., Quate C.F., Gerber C. // Phys. Rev. Lett. 1986. V. 56. P. 930. doi.org/10.1103/PhysRev-Lett.56.930
- Conache G., Gray S., Bordag M., Ribayrol A., Fröberg L.E., Samuelson L., Pettersson H., Montelius L. // J. Phys.: Conf. Series. 2008. V. 100. P. 052051. doi.org/10.1088/ 1742-6596/100/5/052051
- O'Connell C.D., Higgins M.J., Marusic D., Moulton S.E., Wallace G.G. // Langmuir. 2014. V. 30. P. 2712. doi.org/ 10.1021/la402936z
- Piner R.D., Zhu J., Xu F., Hong S., Mirkin Ch.A. // Science. 1999. V. 283. P. 661. doi.org/10.1126/science. 283.5402.661
- Ginger D.S., Zhang H., Mirkin C.A. // Angewandte Chemie International Edition. 2004. V. 43. P. 30. doi.org/10.1002/anie.200300608
- 6. *Fang A., Dujardin E. Ondarcuhu Th.* // Nano Letters. 2006. V. 6. P. 2368. doi.org/10.1021/nl061694y
- Zhukov A.A., Stoliarov V.S., Kononenko O.V. // Rev. Scient. Instrum. 2017. V. 88. P. 063701. doi.org/10.1063/ 1.4985006
- Ctistis G., Frater E.H., Huisman S.R., Korterik J.P., Herek J.L., Vos W.L., Pinkse P.W.H. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2011. V. 44. P. 375502. doi.org/10.1088/0022-3727/44/37/375502
- Xia Y., Whitesides G.M. // Annu. Rev. Mater. Sci. 1998.
 V. 28. P. 153. doi.org/10.1146/annurev.matsci.28.1.153
- Thorsen T., Maerkl S.J., Quake S.R. // Science. 2002. V. 298. P. 580. doi.org/10.1126/science.1076996
- Delamarche E., Bernard A., Schmid H., Michel B., Biebuyck H. // Science. 1997. V. 276. P. 779. doi.org/ 10.1126/science.276.5313.779
- 12. Calvert P. // Chem. Mater. 2001. V. 13. P. 3299. doi.org/10.1021/cm0101632
- Belaubre P., Guirardel M., Garcia G., Pourciel J.B., Leberre V., Dagkessamanskaia A., Trevisiol E., Francois J.M., Bergaud C. // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 82. P. 3122. doi.org/10.1063/1.1565685