

NT-MDT

Spectrum Instruments



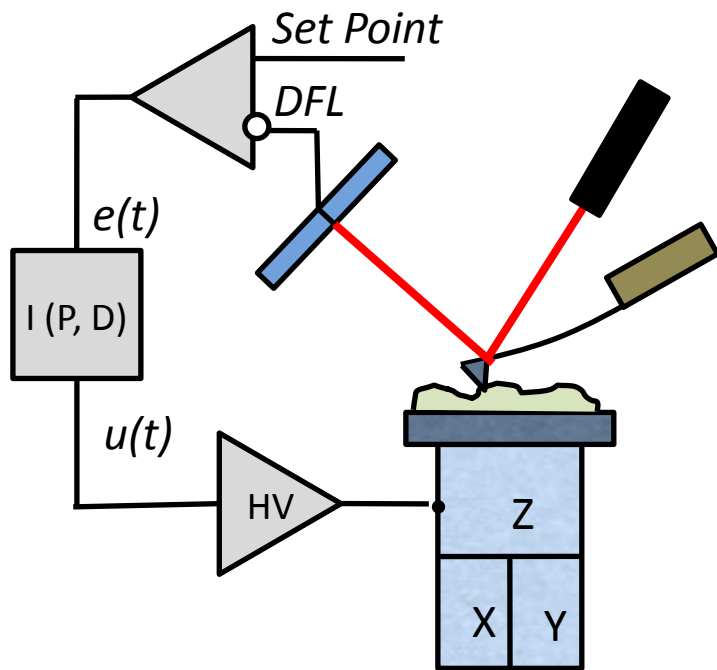
Автоматизация АСМ измерений при
помощи интеллектуальной системы
ScanTronic™

Вячеслав Поляков
директор по разработкам, к.т.н.

О чем мы будем говорить

- Введение
- Актуальность и мотивация для разработки ScanTronic™ и RapidScan™
- Автоматическая настройка параметров сканирования в полуконтактной АСМ: физические основы, принципы построения алгоритмов и примеры применений
- Быстрое сканирование в АСМ: технология RapidScan™
- Выводы

Intro: атомно-силовая микроскопия



- Измерение рельефа поверхности с (суб-) нанометровым пространственным разрешением
- Измерение распределения наномеханических, электрических, магнитных и других свойств поверхности с нанометровым пространственным разрешением (*"более 50 методик исследования"*)
- Возможность совмещения с оптическими методами исследования поверхности в УФ, видимом, ИК и ТГц диапазонах (АСМ-Раман, АСМ нано-ИК, ИК и ТГц р-СБОМ (s-SNOM))
- Возможность измерения в различных условиях (в вакууме, в жидкости, в контролируемой атмосфере, при различных температурах и т.д.)
- Поле зрения: до ≈ 100 мкм по XY; $\approx 10 \div 20$ мкм по Z
- Скорости сканирования: $1 \div 2$ Гц

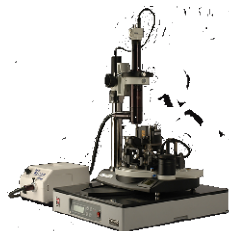
Intro: линейка продуктов НТ-МДТ СИ

СЗМ

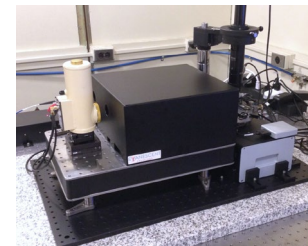
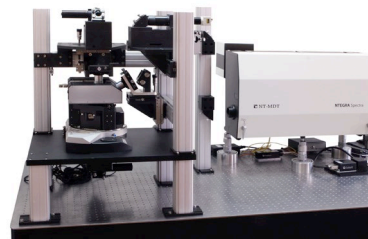
2011



2009



СЗМ-Раман / нано-ИК / TERS



SOLVER NANO

- Компактный настольный АСМ/СТМ для образовательных и исследовательских целей
- Полный набор АСМ/СТМ методов
- Профессиональный уровень качества результатов
- **ScanTronic™**

NEXT II

- АСМ/СТМ с исключительным уровнем автоматизации эксперимента
- Быстрый сканер метрологического уровня точности
- Изображения с предельным разрешением
- Полный набор АСМ/СТМ методов
- Hybrid Mode™
- **ScanTronic™**

NTEGRA II

- Модульный АСМ/СТМ высочайшего класса для широкого круга применений
- Низкие шумы и высокое разрешение
- Полный набор АСМ/СТМ методов
- Hybrid Mode™
- **ScanTronic™**

VEGA

- АСМ/СТМ с исключительным уровнем автоматизации эксперимента для исследования больших размеров (до 200 мм в диаметре) образцов
- Сверхвысокая стабильность
- Полный набор АСМ/СТМ методов
- Hybrid Mode™
- **ScanTronic™**

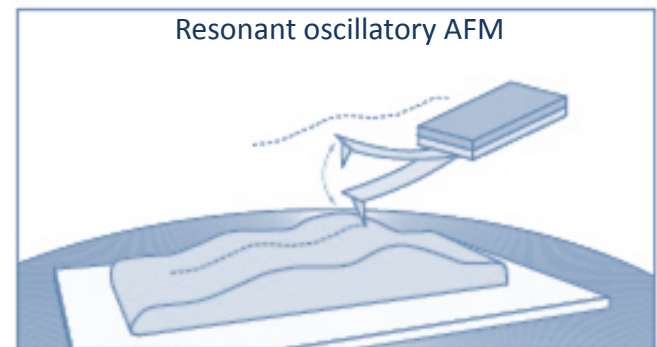
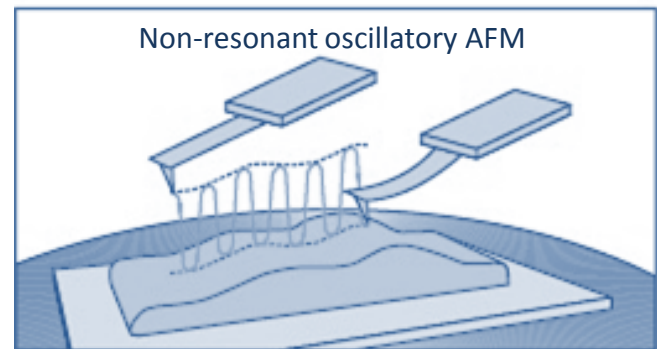
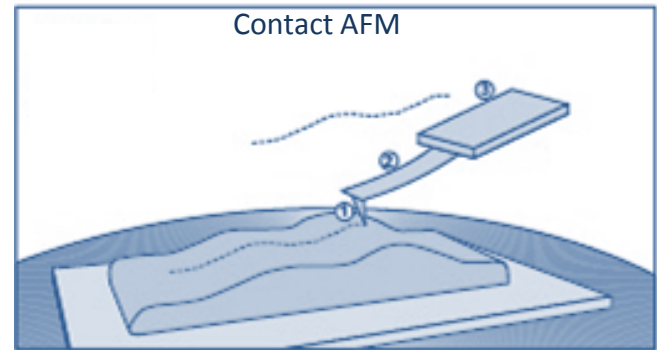
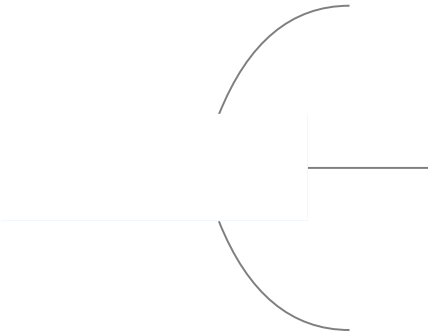
NTEGRA SPECTRA II

- Полный набор АСМ/СТМ методов
- Автоматическая настройка системы лазер-кантилевер-фотодиод
- Automated AFM laser, probe and photodiode
- Конфокальная рамановская / Флуоресцентная / Релеевская микроскопия
- Усиленное зондом ГКР (TERS)
- Оптимизированная для TERS-измерений система
- Hybrid Mode™

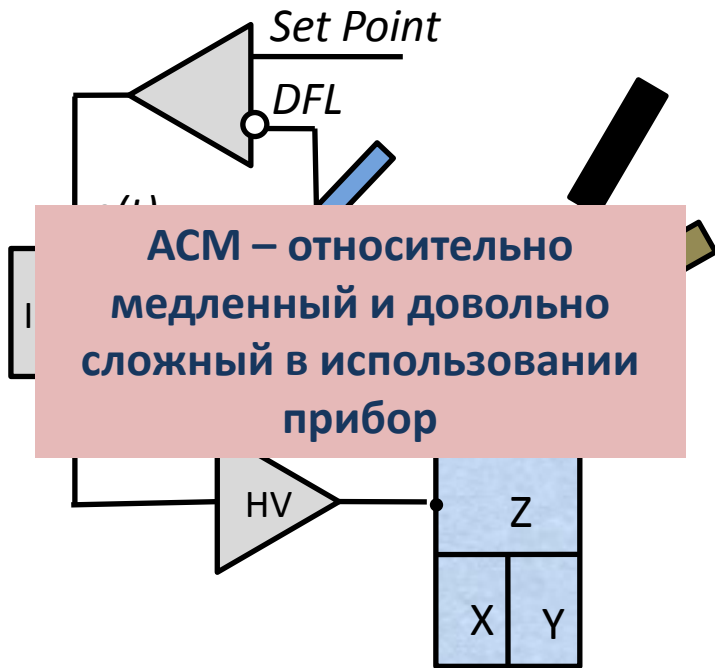
NTEGRA Nano IR

- ИК р-СБОМ система
- АСМ высокого разрешения
- Стабилизированный CO₂ лазер
- ТГц р-СБОМ система
- Hybrid Mode™

Intro: основные группы АСМ методов

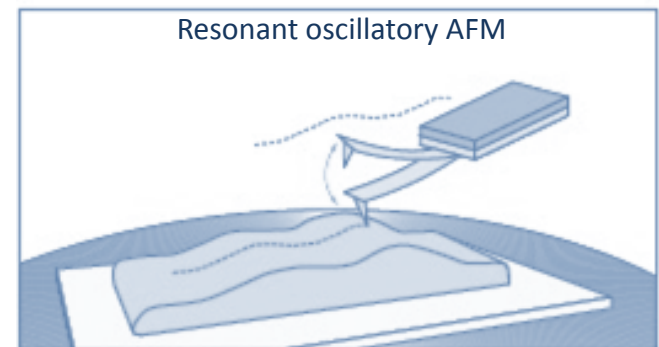
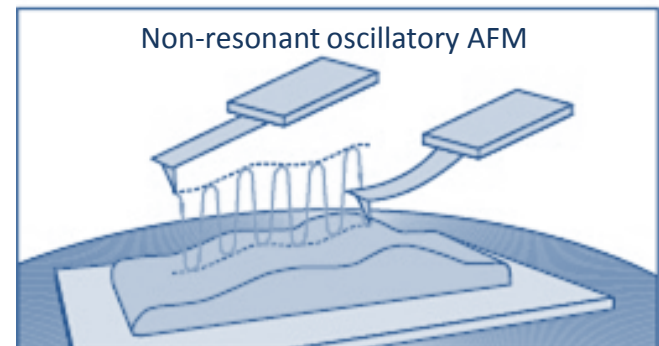
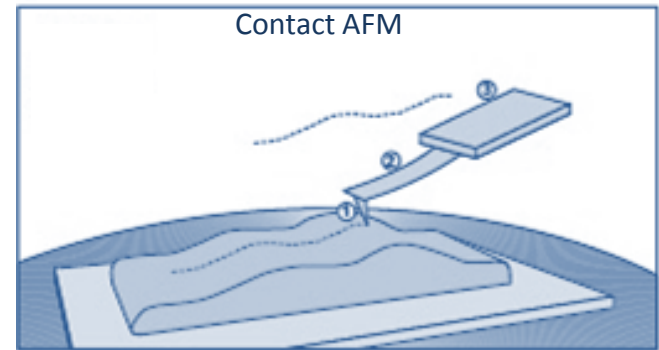


Мотивация: атомно-силовая микроскопия



- Измерение рельефа поверхности с (суб-) нанометровым пространственным разрешением
- **Поле зрения: до ≈ 100 мкм по XY; $\approx 10 \div 20$ мкм по Z**
- **Скорости сканирования: $1 \div 2$ Гц**
- **Измерение распределения наномеханических, электрических, магнитных и других свойств поверхности с нанометровым пространственным разрешением ("более 50 методик исследования")**
- Возможность совмещения с оптическими методами исследования поверхности в УФ, видимом, ИК и ТГц диапазонах (АСМ-Раман, АСМ нано-ИК, ИК и ТГц p-СБОМ (s-SNOM))
- Возможность измерений в различных условиях (в вакууме, в жидкости, в контролируемой атмосфере, при различных температурах и т.д.)

Мотивация: основные группы АСМ методов



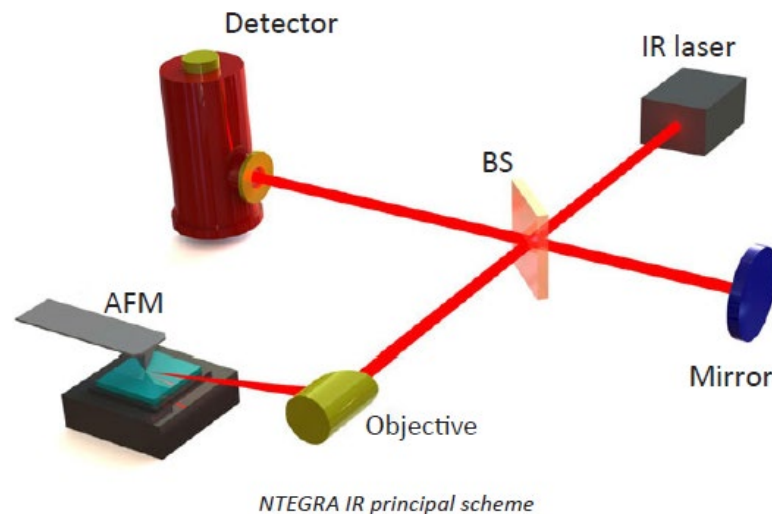
Полуконтактная АСМ:

около 90% публикаций, в которых используется атомно-силовая микроскопия

Мотивация: АСМ Вега



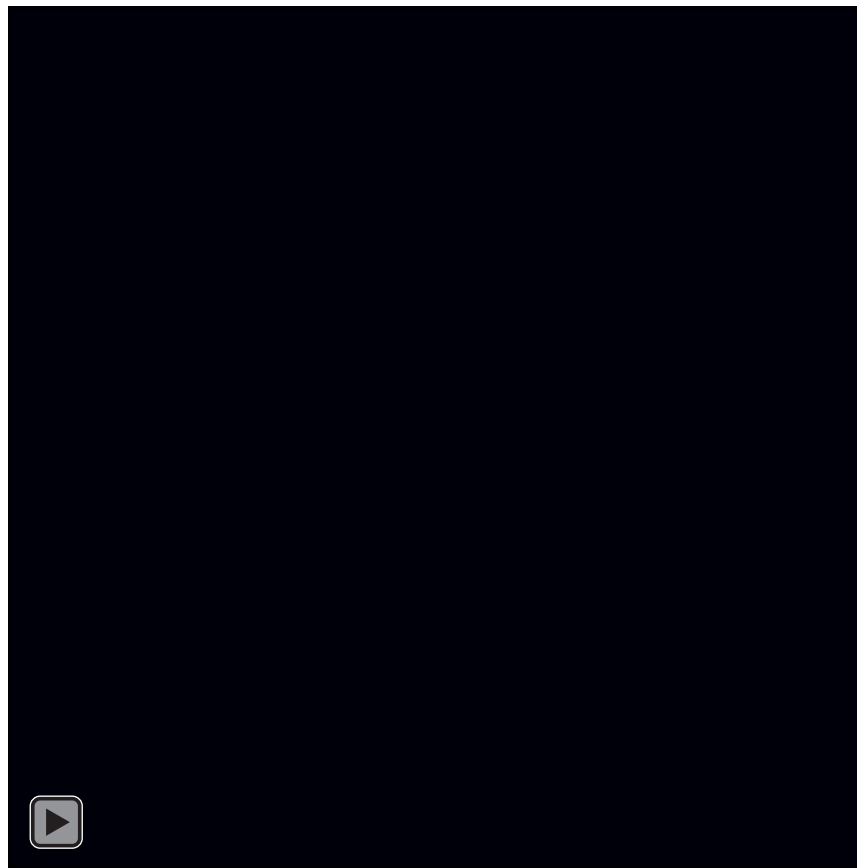
Мотивация: ИНТЕГРА nano-ИК



- ИК микро- и спектроскопия с пространственным разрешением на уровне 10 нм
- Широкий спектральный диапазон: 3-12 мкм
- Низкие тепловые дрейфы и высокий уровень стабильности сигналов
- Полный набор современных АСМ методов: микроскопия проводимости, микроскопия зонда Кельвина, емкостная микроскопия, магнитно-силовая микроскопия, силовая микроскопия пьезоотклика
- HybriD Mode™ – количественные наномеханические измерения
- Интеграция с микроскопией комбинационного рассеяния (опционально)

**Автоматическая настройка параметров сканирования
в полуконтактной АСМ:
физические основы, принципы построения алгоритмов
и примеры применений**

Полуконтактная АСМ (tapping mode)



Автоматическая настройка параметров сканирования

- A_0 – амплитуда колебаний кантилевера
- SP – рабочая точка
- k_i – коэффициент усиления интегральной обратной связи
- V_x – скорость сканирования
- LP – полоса фильтра низких частот
- k_p – коэффициент усиления пропорциональной обратной связи



Автоматическая настройка параметров сканирования

Ключевые параметры:

- A_0 – амплитуда колебаний кантилевера
- SP – рабочая точка
- k_i – коэффициент усиления интегральной обратной связи
- V_x – скорость сканирования

Другие влияющие параметры:

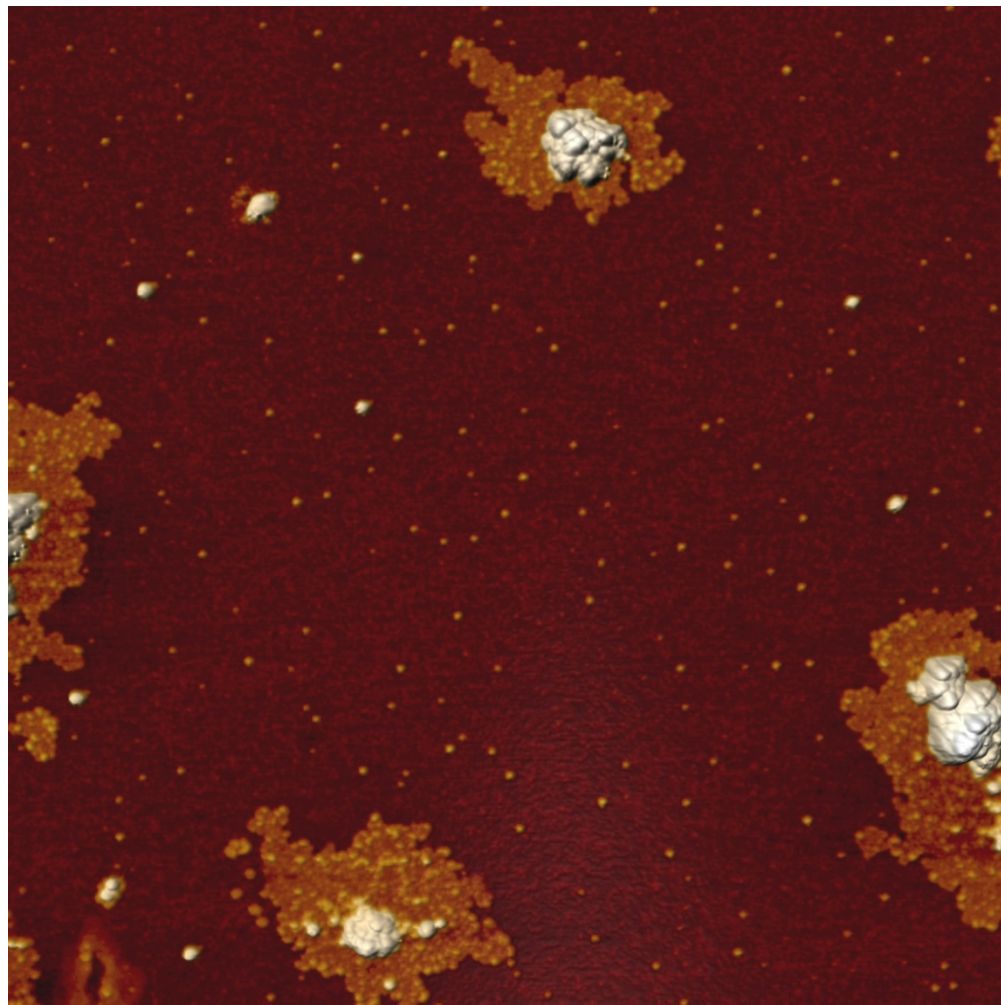
- LP – полоса фильтра низких частот
- k_p - коэффициент усиления пропорциональной обратной связи

Что известно (?):

- **Характеристики зонда:** резонансная частота, добротность
- Обратная оптическая чувствительность
- Некоторые характеристики образца (?)



Автоматическая настройка параметров сканирования



Фторалканы $F_{14}H_{20}$ на Si.
Размер скана 5×5 мкм

Автоматическая настройка параметров сканирования

Возможно ли **полностью автоматически настроить** параметры сканирования при работе в **полуконтактной АСМ** для измерения рельефа и фазового контраста

- Как работает система обратной связи в полуконтактной АСМ?
- Эффекты парашютирования
- Перескок мод в полуконтактной АСМ
- Как выбрать оптимальное значение коэффициента усиления обратной связи?

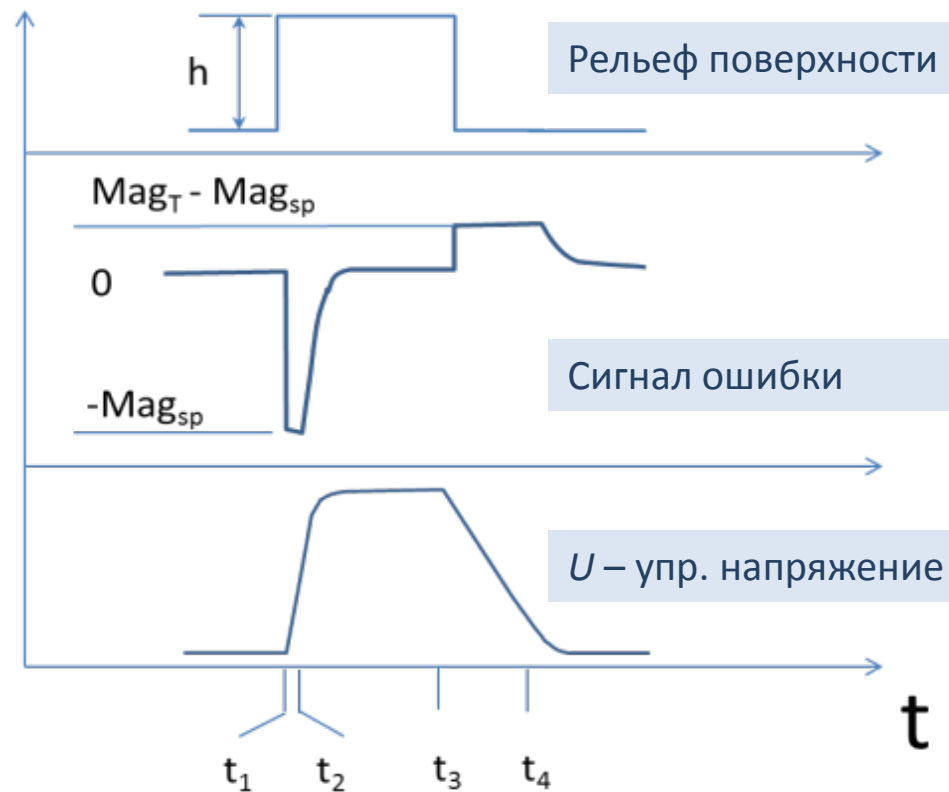
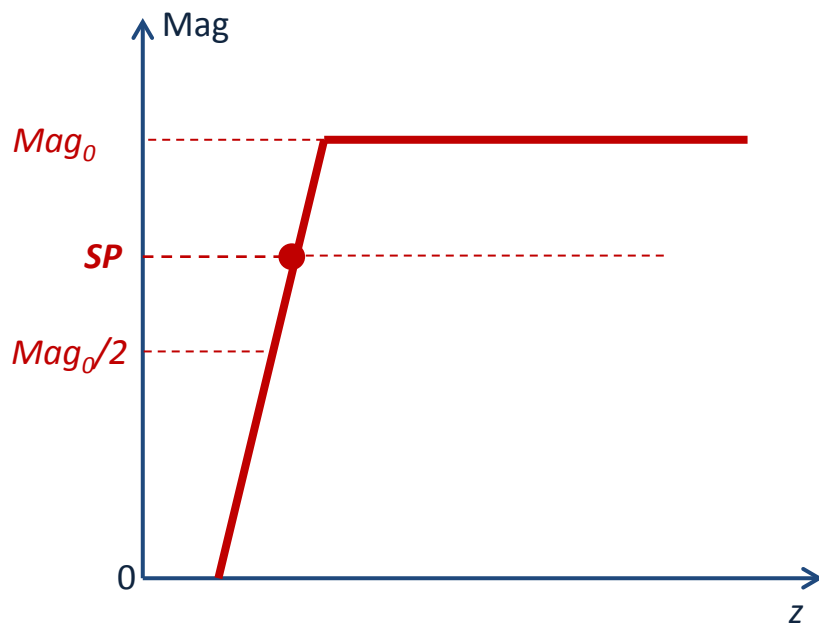
Какую целевую функцию выбрать при оптимизации параметров сканирования?

Эффекты парашютирования

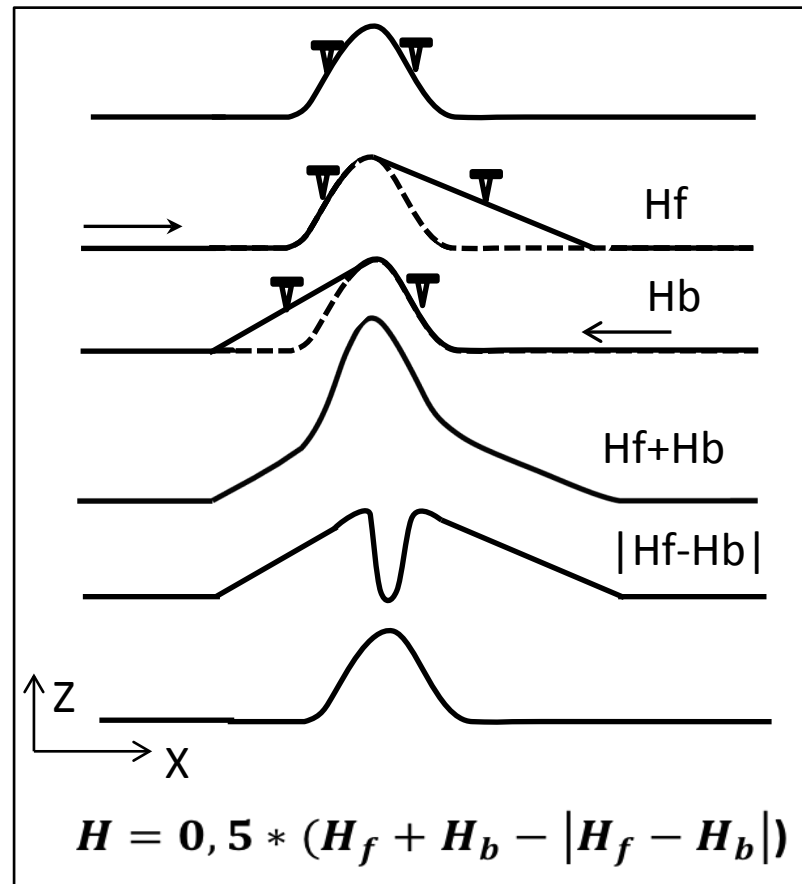
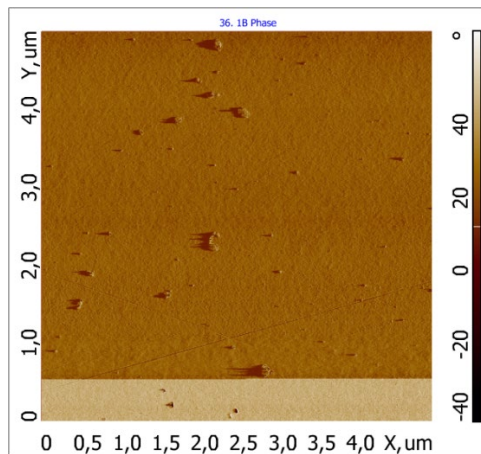
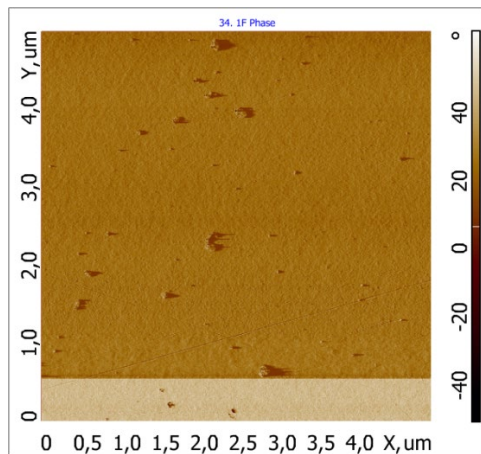
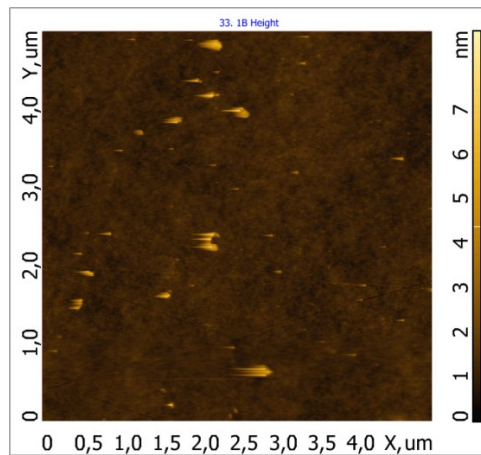
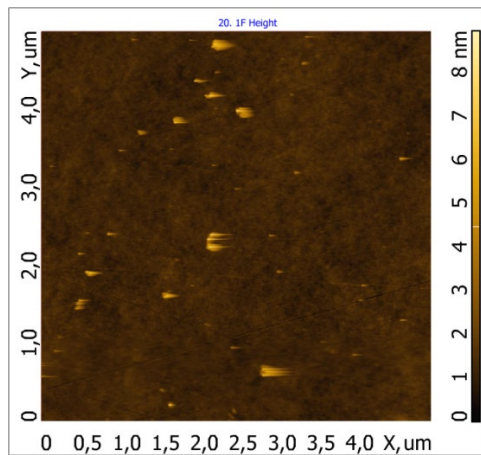
$$-SP \leq \varepsilon \leq Mag_0 - SP$$

$$\frac{dU}{dt} = k_i \cdot \varepsilon = k_i(Mag_0 - SP)$$

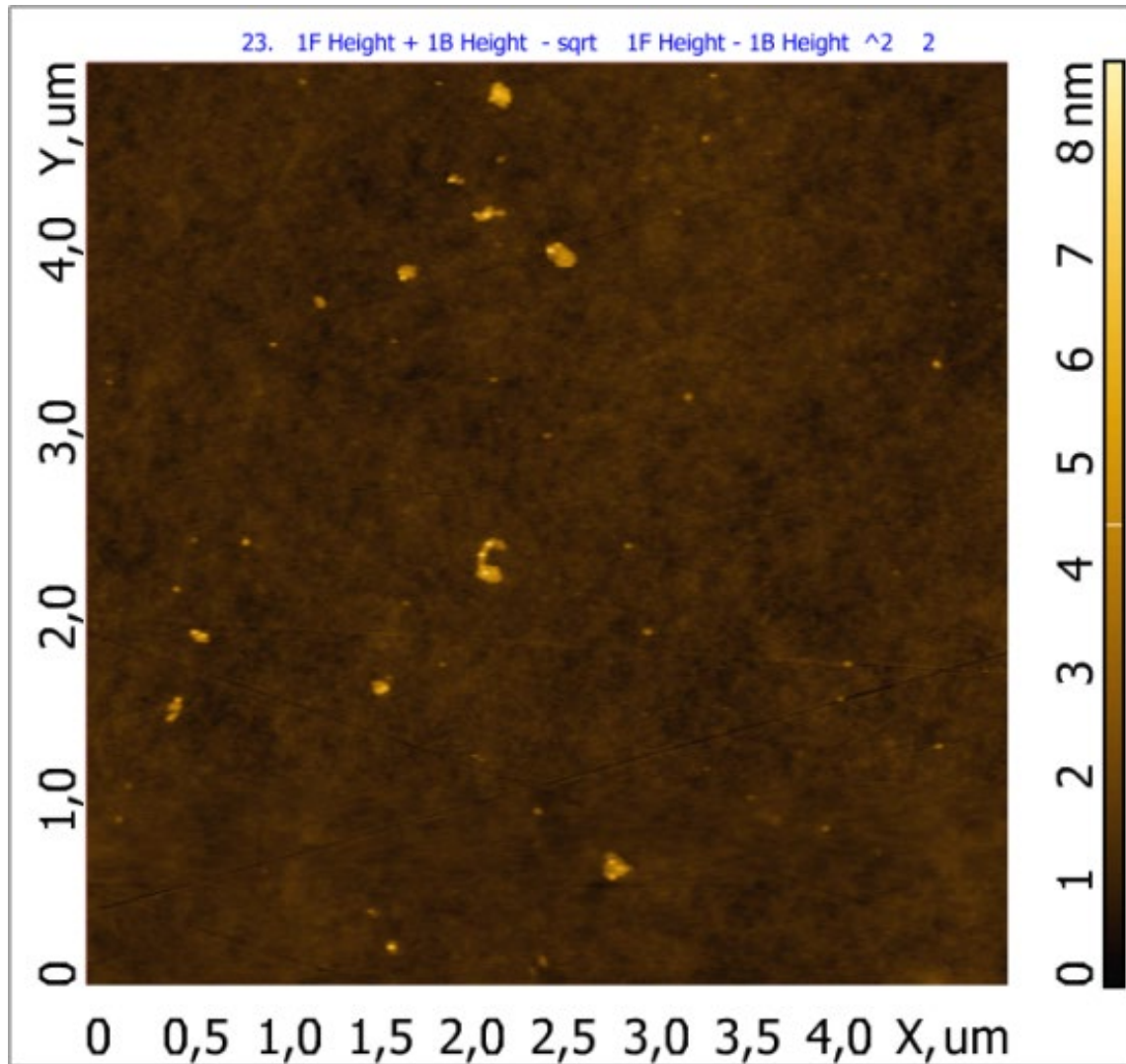
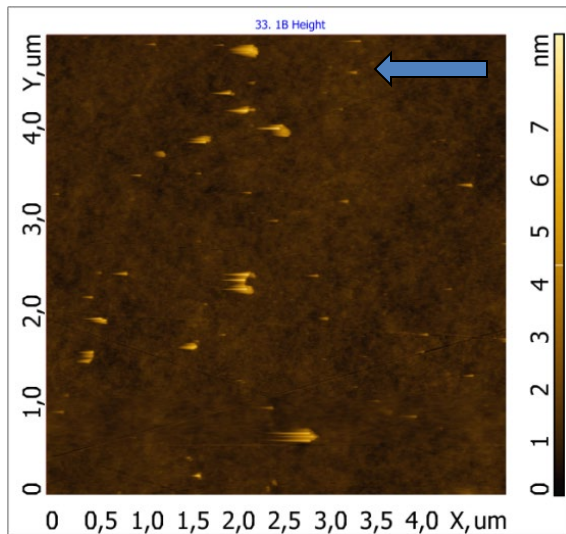
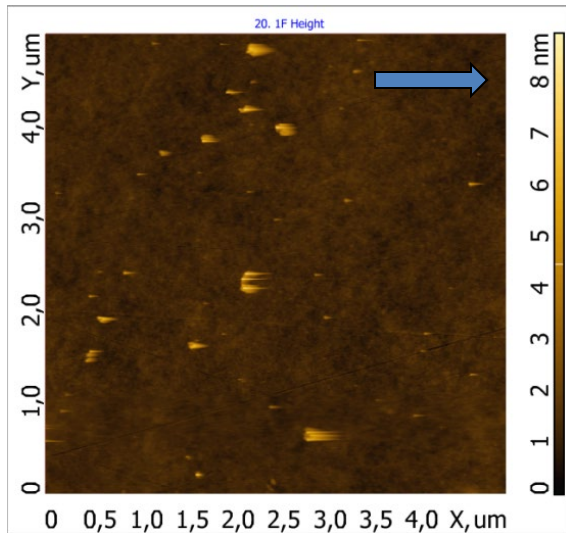
$$U = k_i(Mag_0 - SP) \cdot t + U_0 \quad t_3 < t < t_4$$



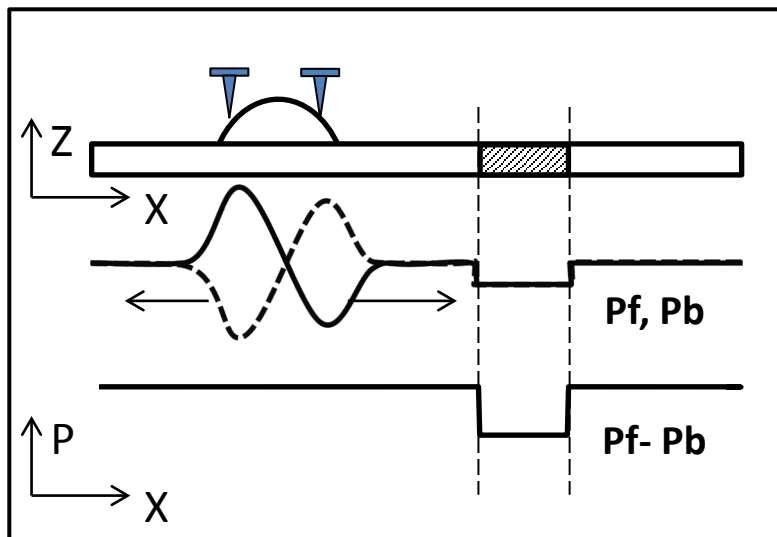
Эффекты парашютирования



Эффекты парашютирования

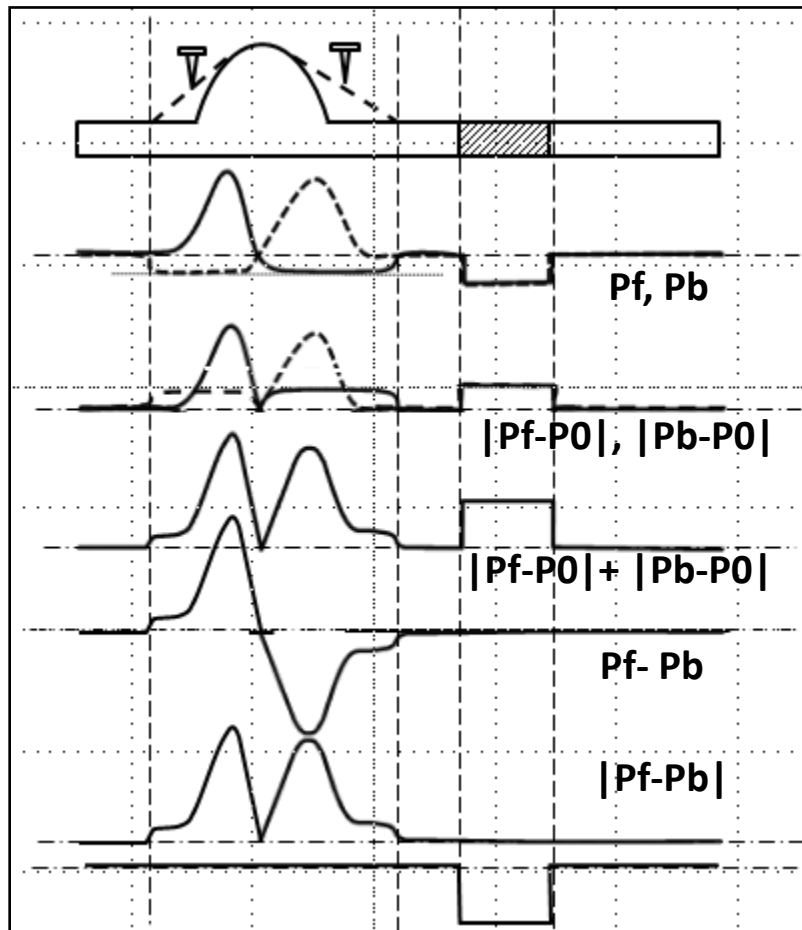


Эффекты парашютирования: фазовый контраст



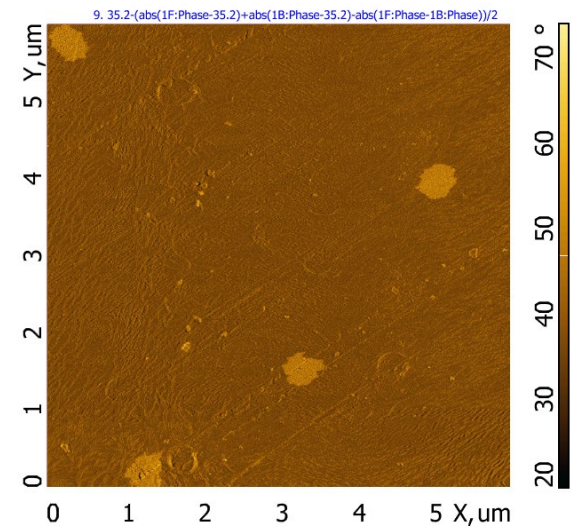
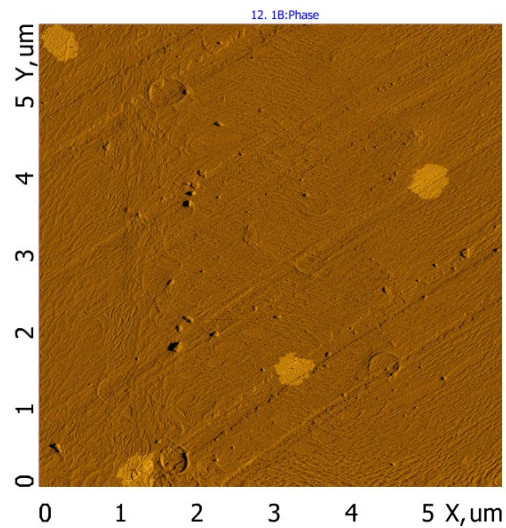
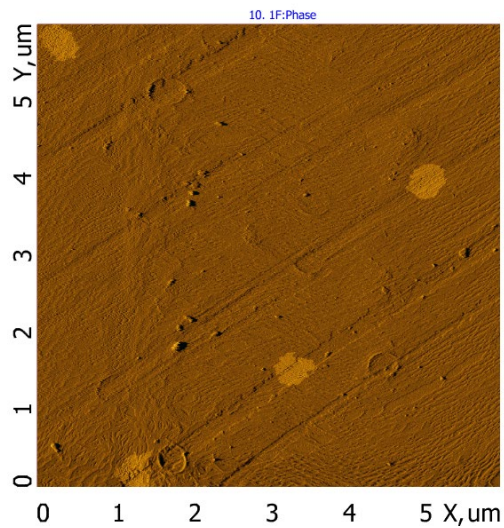
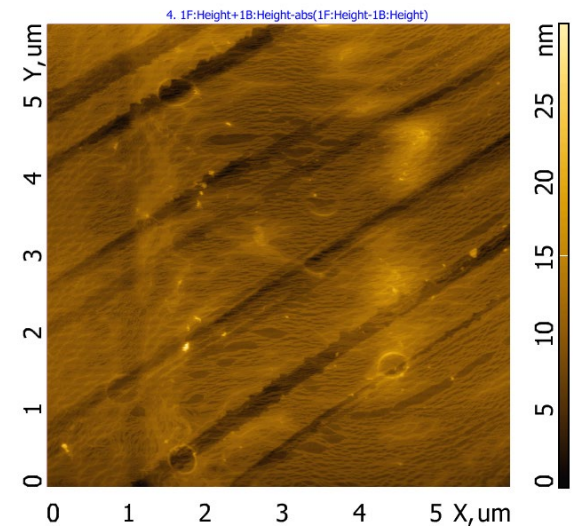
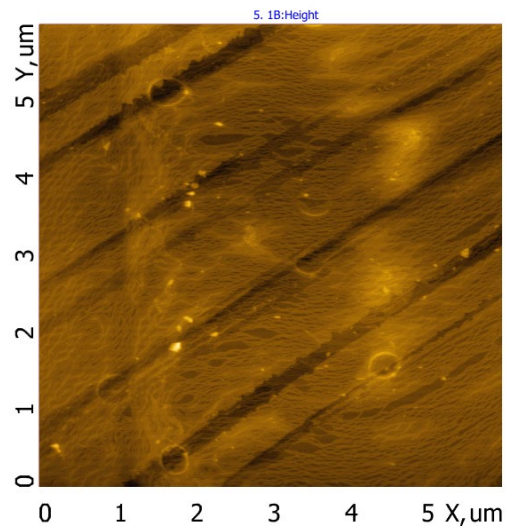
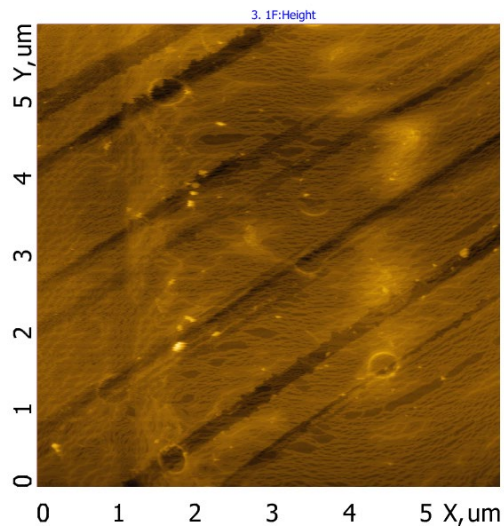
Сигнал фазы (при отсутствие парашютирования) и компенсация паразитного влияния рельефа

$$P_0 + 0.5 * [|P_f - P_b| - (|P_b - P_0| + |P_f - P_0|)]$$

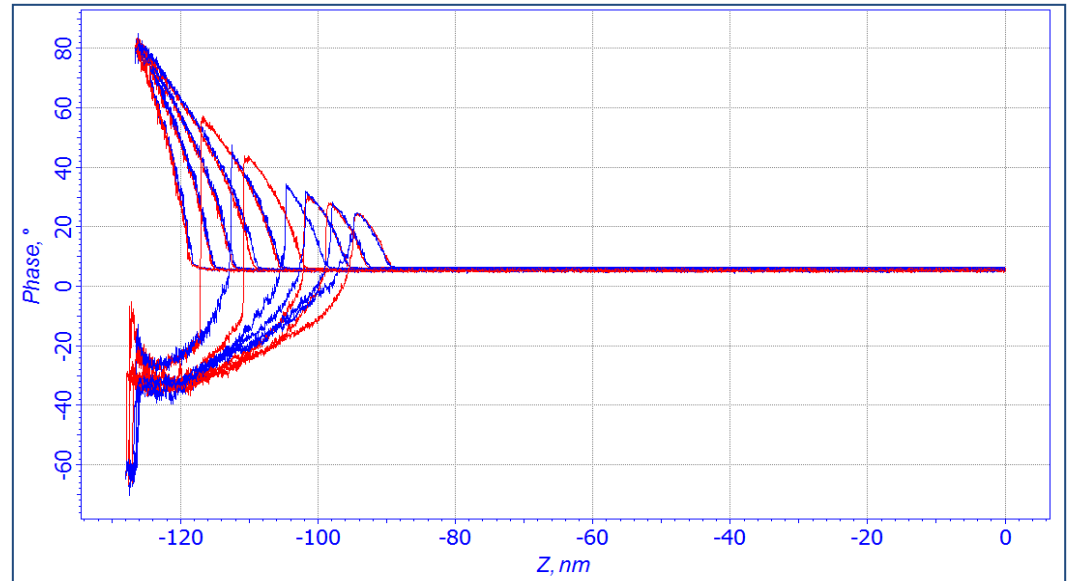
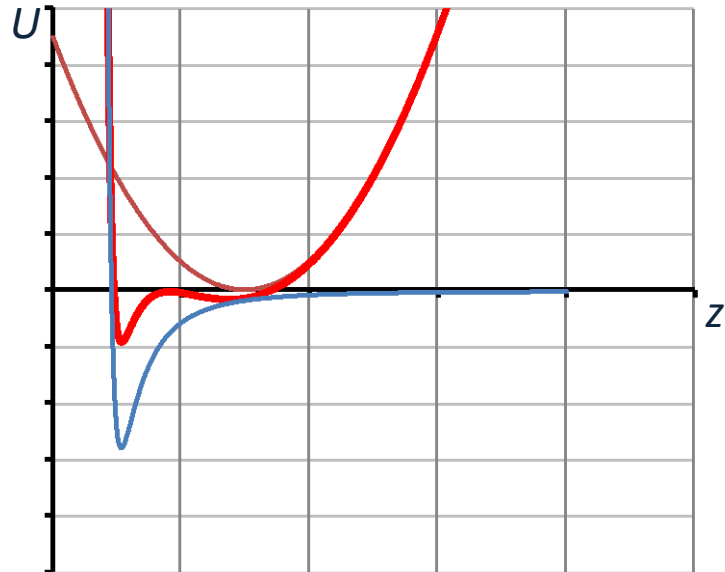
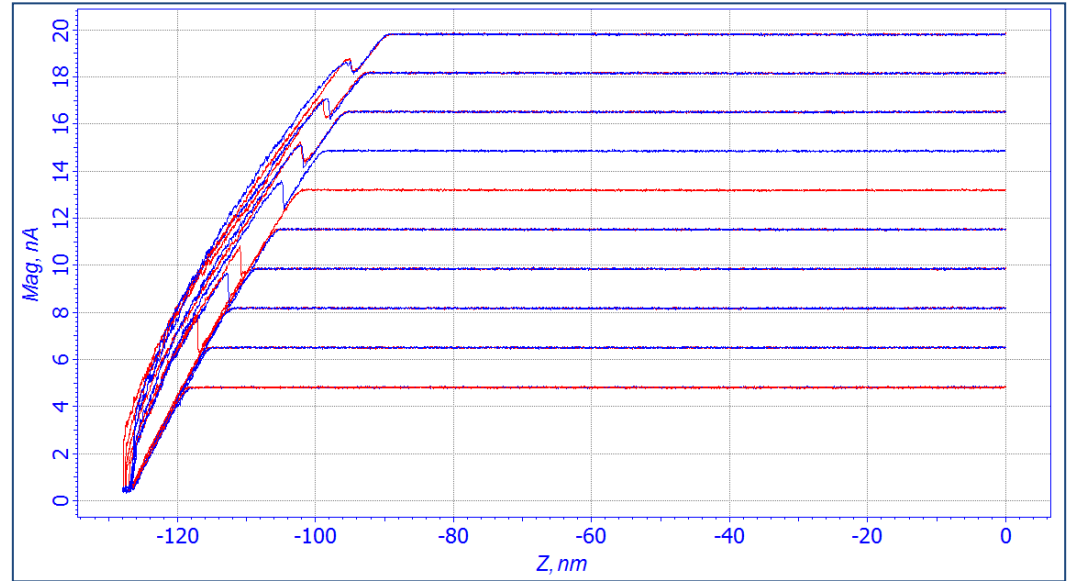


Компенсация эффекта парашютирования в сигнале фазы

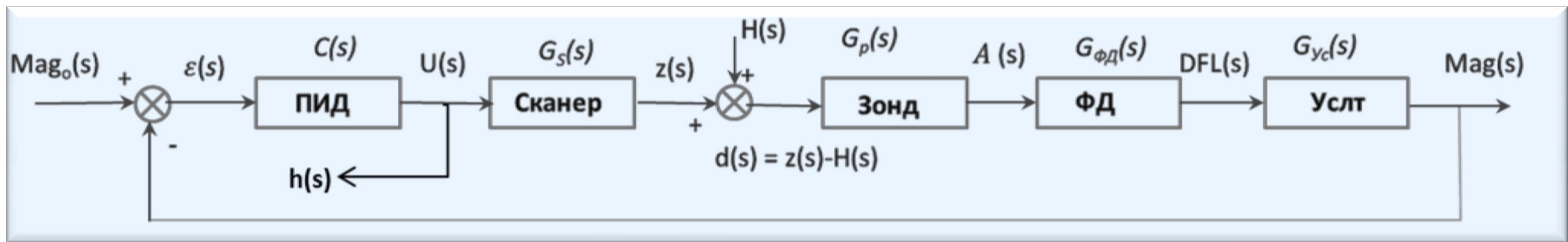
Эффекты парашютирования: фазовый контраст



Перескок мод в полуконтактной АСМ



Оптимизация коэффициента усиления ОС



$$\varepsilon = SP - Mag$$

$$\frac{dU}{dt} = k_i \cdot \varepsilon(t)$$

$$H = k_s U$$

$$Mag = k_p (H - h)$$

$$\tau_0 = \frac{1}{k_i k_p k_s}$$



$$V_x \tau_0 \cdot \frac{dH(x)}{dx} + H(x) = h(x)$$

$$\varepsilon[\text{nm}] = V_x \tau_0 \cdot \frac{dH(x)}{dx}$$

Оптимизация коэффициента усиления ОС

- Минимизировать ошибку
- Избегать перескока мод
- Избегать насыщения сигнала **Mag**

- Минимизация СКО сигнала **Mag**:

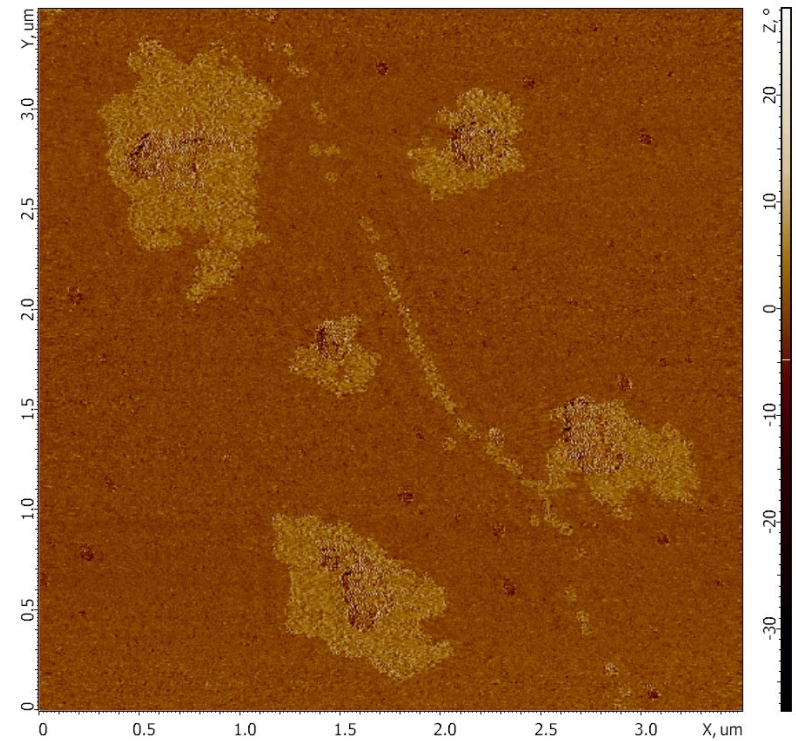
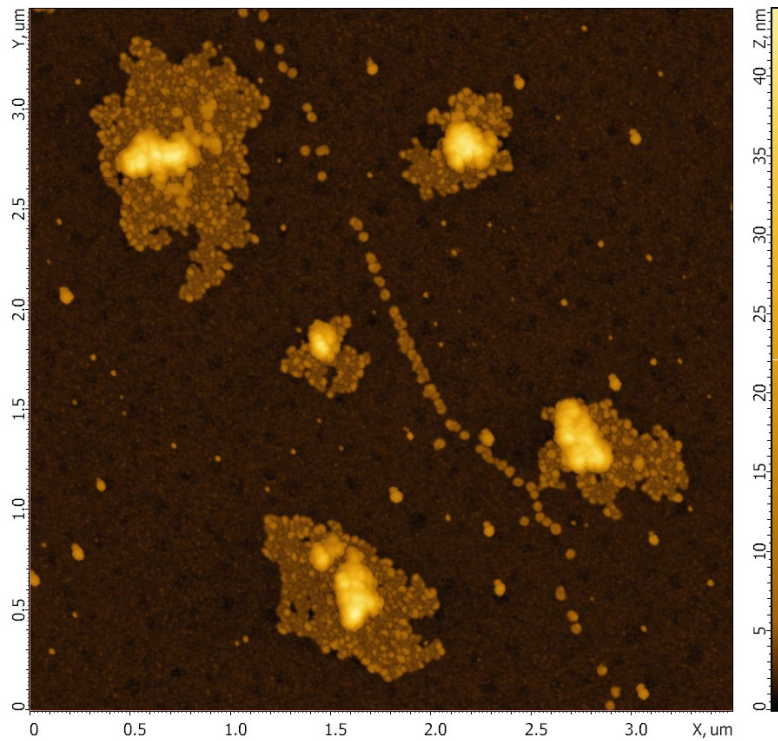
$$\varepsilon = \frac{\alpha}{k_i} + \beta k_i + \gamma k_i^2 + \delta$$

- Подбор амплитуды колебаний зонда так, чтобы не было перескока мод: контроль по фазе колебаний
- Уменьшение **SP** при насыщении сигнала **Mag** и уменьшение скорости сканирования, если уменьшение SP не помогло

$$\varepsilon[\text{nm}] = V_x \tau_0 \cdot \frac{dH(x)}{dx}$$

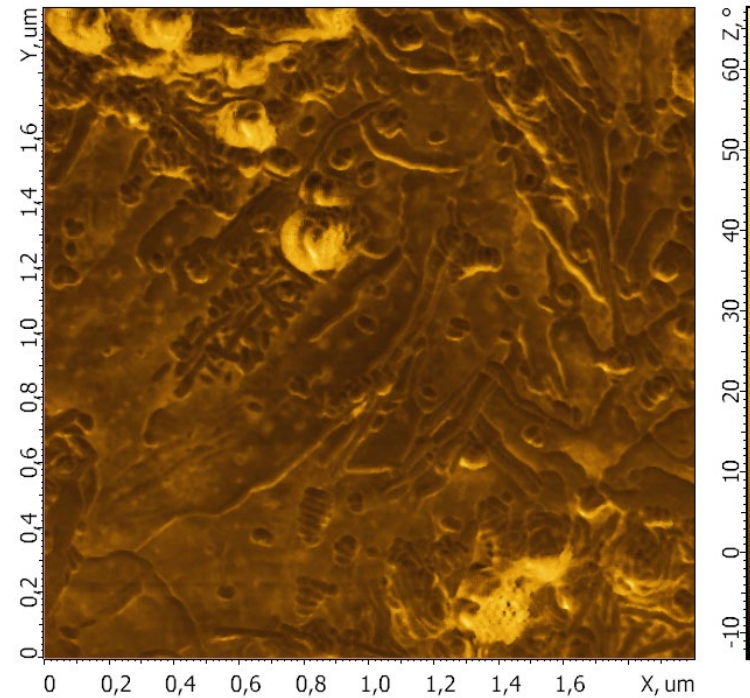
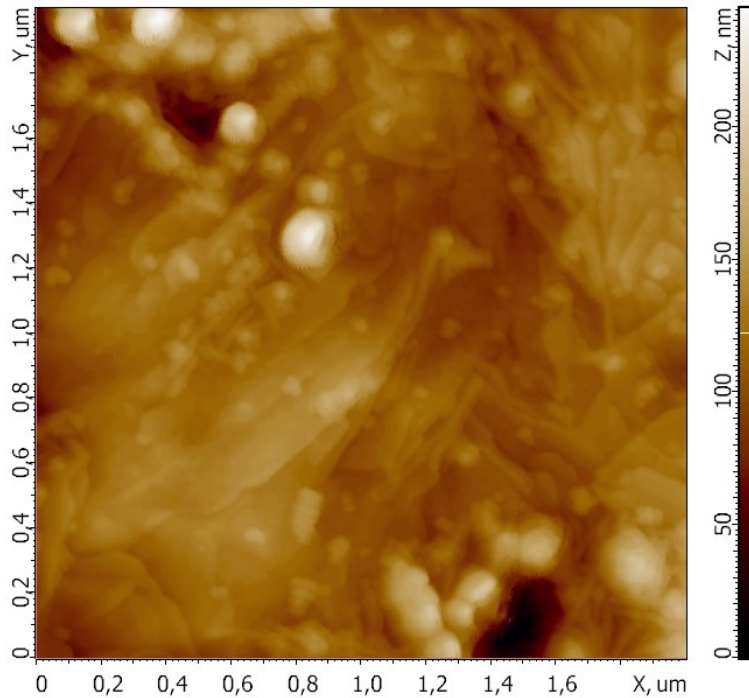


Scan Tronic: примеры применений



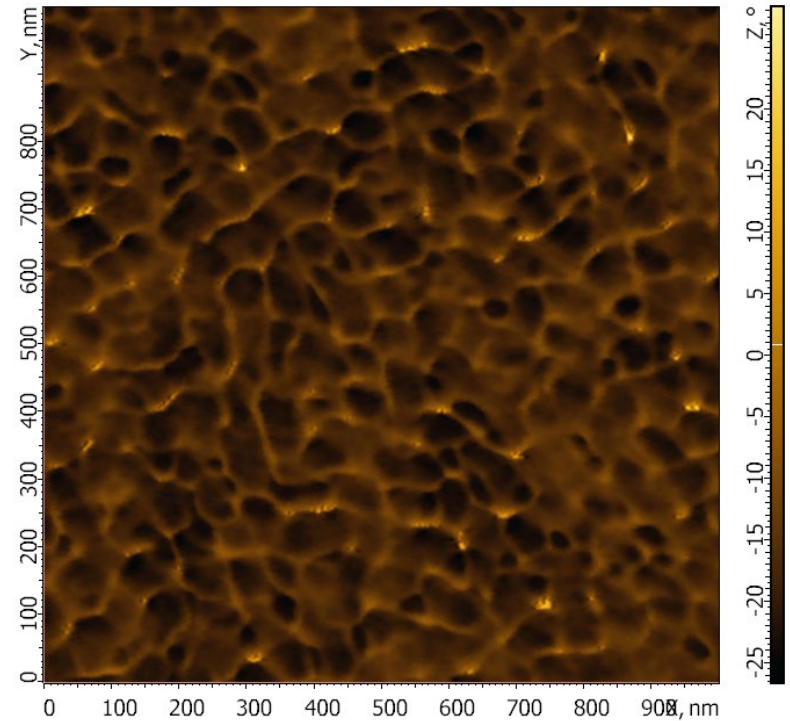
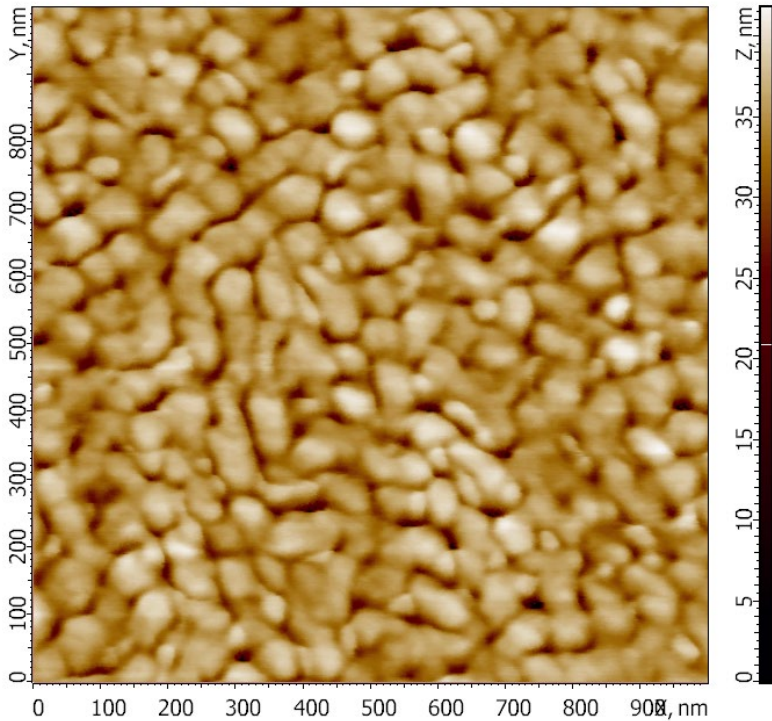
Фторалканы $F_{14}H_{20}$ на Si. Слева – рельеф, справа – фазовый контраст
Размер скана 3.5×3.5 мкм

Scan Tronic: примеры применений



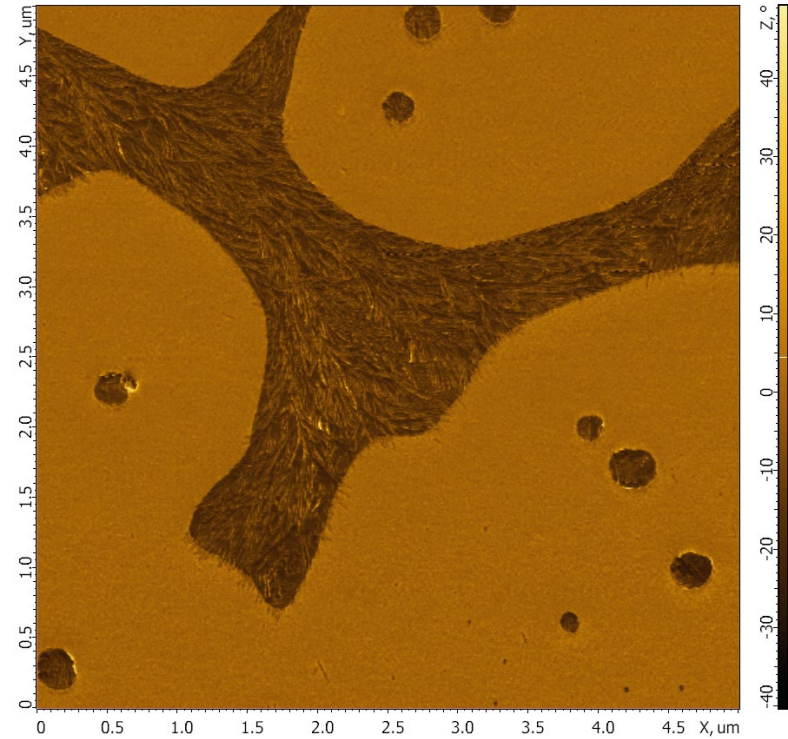
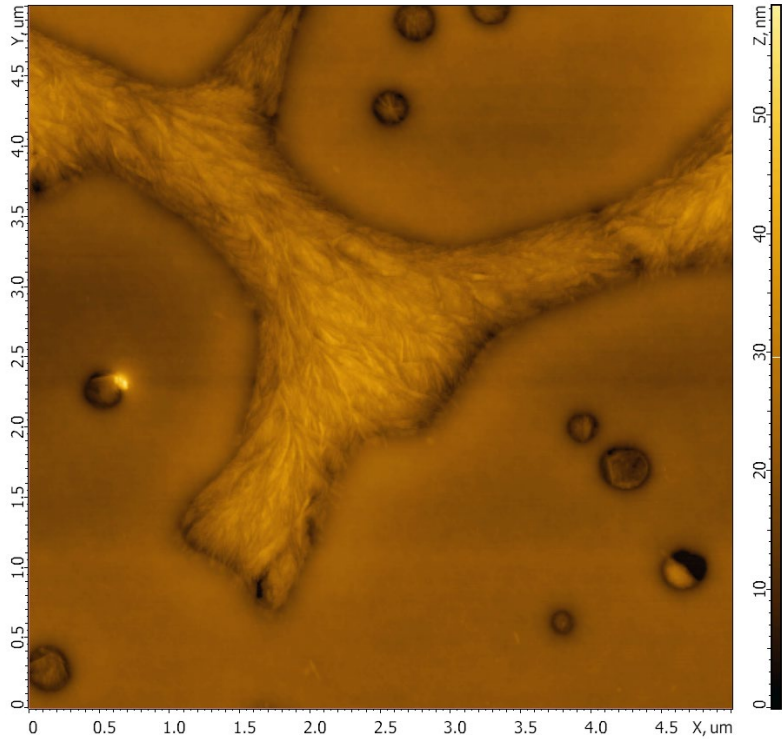
Полиэтилен высокой плотности. Слева – рельеф, справа – фазовый контраст
Размер скана 2×2 мкм

Scan Tronic: примеры применений



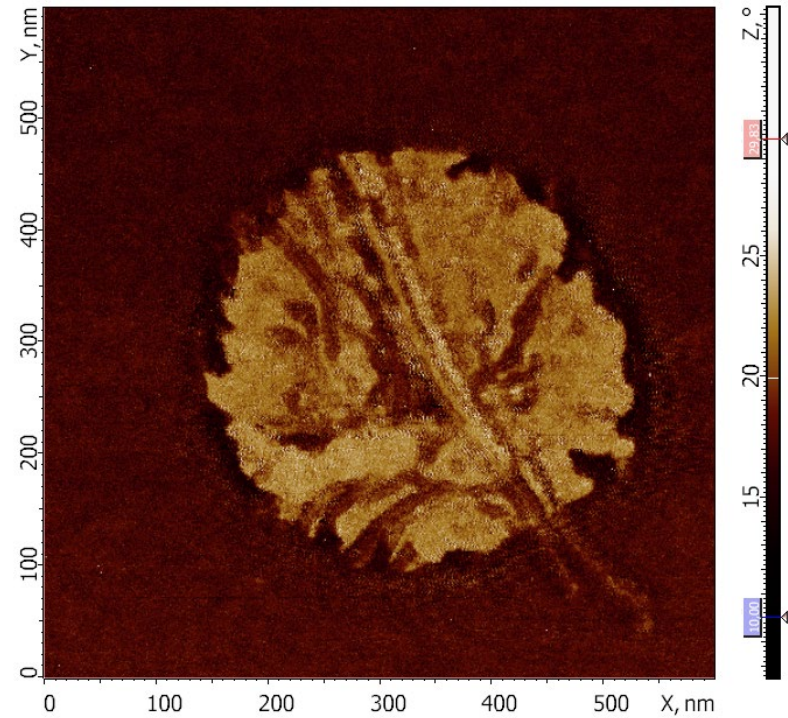
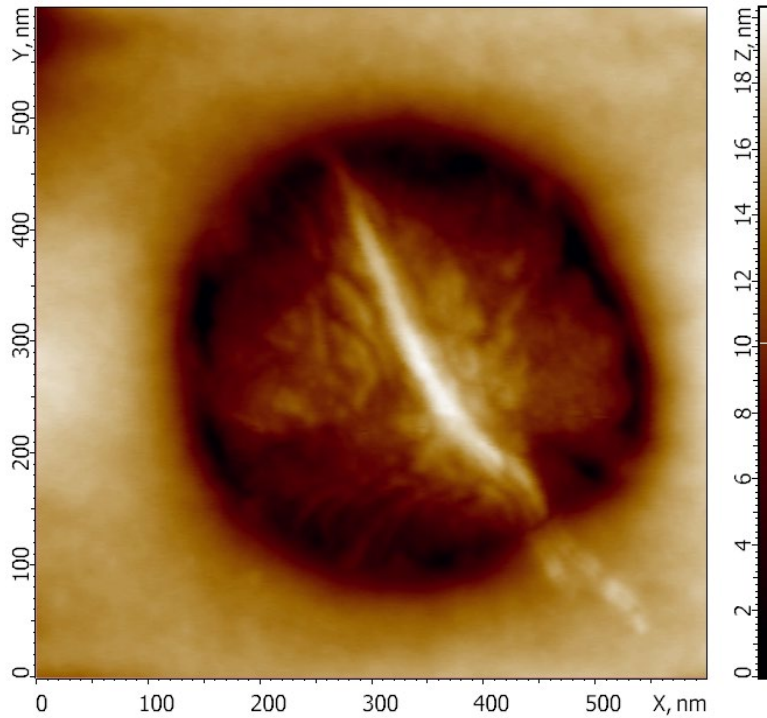
PS-b-PMMA. Слева – рельеф, справа – фазовый контраст
Размер скана 1×1 мкм

Scan Tronic: примеры применений



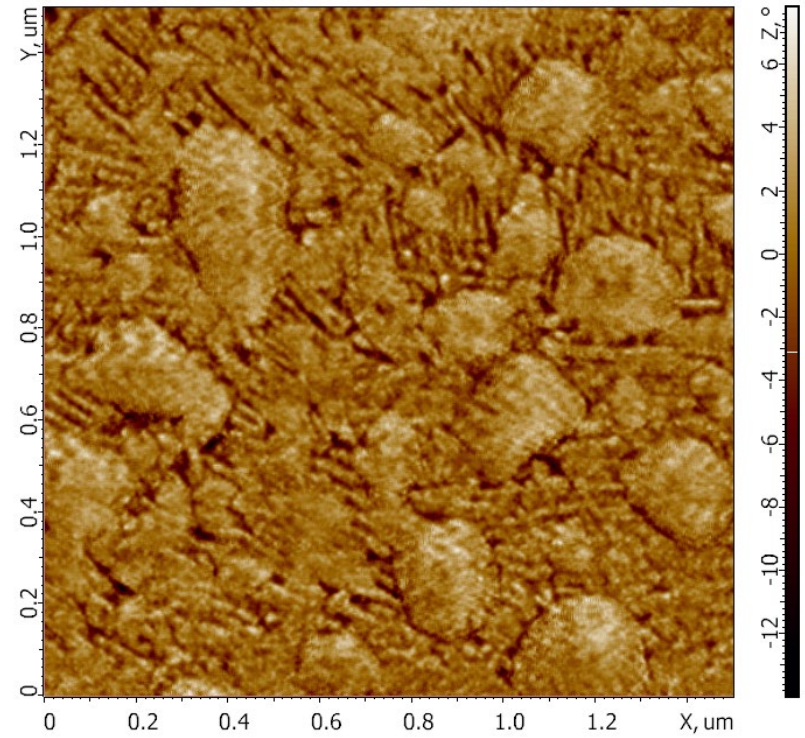
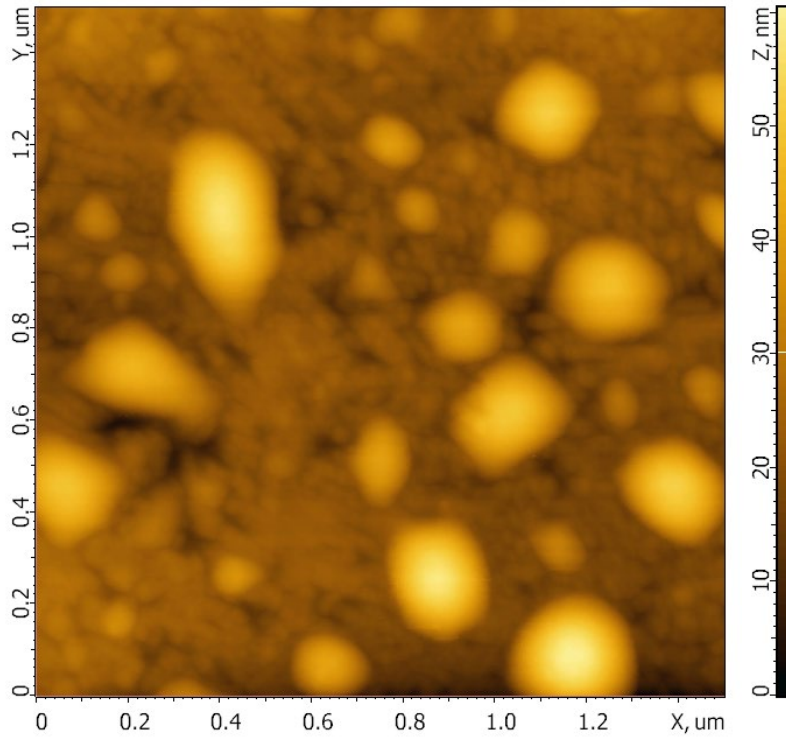
PVDF-sPS. Слева – рельеф, справа – фазовый контраст
Размер скана 5×5 мкм

Scan Tronic: примеры применений



PVDF-sPS. Слева – рельеф, справа – фазовый контраст
Размер скана 600×600 нм

Scan Tronic: примеры применений



TPV. Слева – рельеф, справа – фазовый контраст
Размер скана 1.5×1.5 мкм

Выбор начальных параметров для оптимизации

«Всё, что имеет начало, имеет и конец, Нео»

Пифия, к/ф Матрица

Долго настраивается...
Долго настраивается...
Долго настраивается...



Опять зонд сломался...
Опять зонд сломался...
Опять зонд сломался...

Была слишком высокая скорость...
Была слишком высокая скорость...
Была слишком высокая скорость...

Выбор начальных параметров для оптимизации

Topography, p-p, nm	Roughness	Stiffness	Stickiness	Charge
<20	Unknown	Unknown	Unknown	Unknown
20-50	Low	Low	Low	Low
50-100	Mid	Mid	Mid	Mid
100-250	High	High	High	High
250-500				
>500				

Buttons: Set as Actual, Set as Initials

Перед экспериментом

Scan procedure is over. Please, select the sample features and save adjuster's parameters

Sample features:

Roughness: Mid

Stiffness: Low

Stickiness: High

Static charge: Semiconductor

Comments:

tgz1

Save XML Save Excel Manual Save Excel

Buttons: Save, Cancel

После эксперимента

Выбор начальных параметров для оптимизации

Сохранение

ScanAdjusterD... — □ ×

Scan procedure is over. Please, select the sample features and save adjuster's parameters

Sample features:

Roughness: Mid

Stiffness: Low

Stickiness: High

Static charge: Semiconductor

Comments:
tgz1

Save XML Save Excel Manual Save Excel

Save Cancel

```
<Argument> 5.0</Argument>
5.0</LimMax>
0</LimMin>
</Step>
0</Default>
t> 0.0</StartDefault>
0.0</StartForw>

1.8</Argument>
</LimMax>
</LimMin>
</Step>
</Default>
0.0</StartDefault>
0</StartForw>

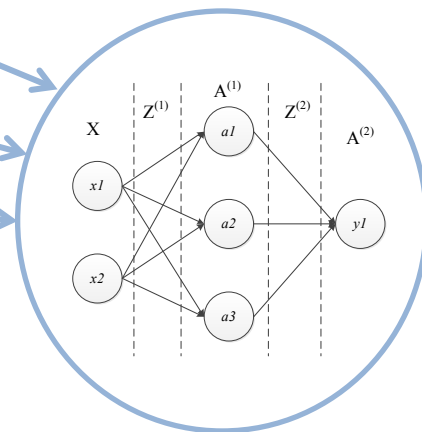
8112502</Range_Height>
931776705</MaxAngle_Height>
7082</r_Height>
312541</Angle_Height>
312594181</Rough_Height>
3913</R2_Mag>
5</perc_phase>
186785367</RMS_Height>
5</perc_L_Mag>

383565</Range_Height>
945258</r_Height>
033428</Angle_Height>
72</R2_Mag>
perc_phase>
479727</RMS_Height>
5</perc_L_Mag>
```

Обучение

Основано на методе обратного распространения ошибки с использованием алгоритма BFGS (Бройдена-Флетчера-Гольдфарба-Шанно)

Производится поиск минимума целевой функции, что возволяет настраивать веса синапсов оптимальным образом

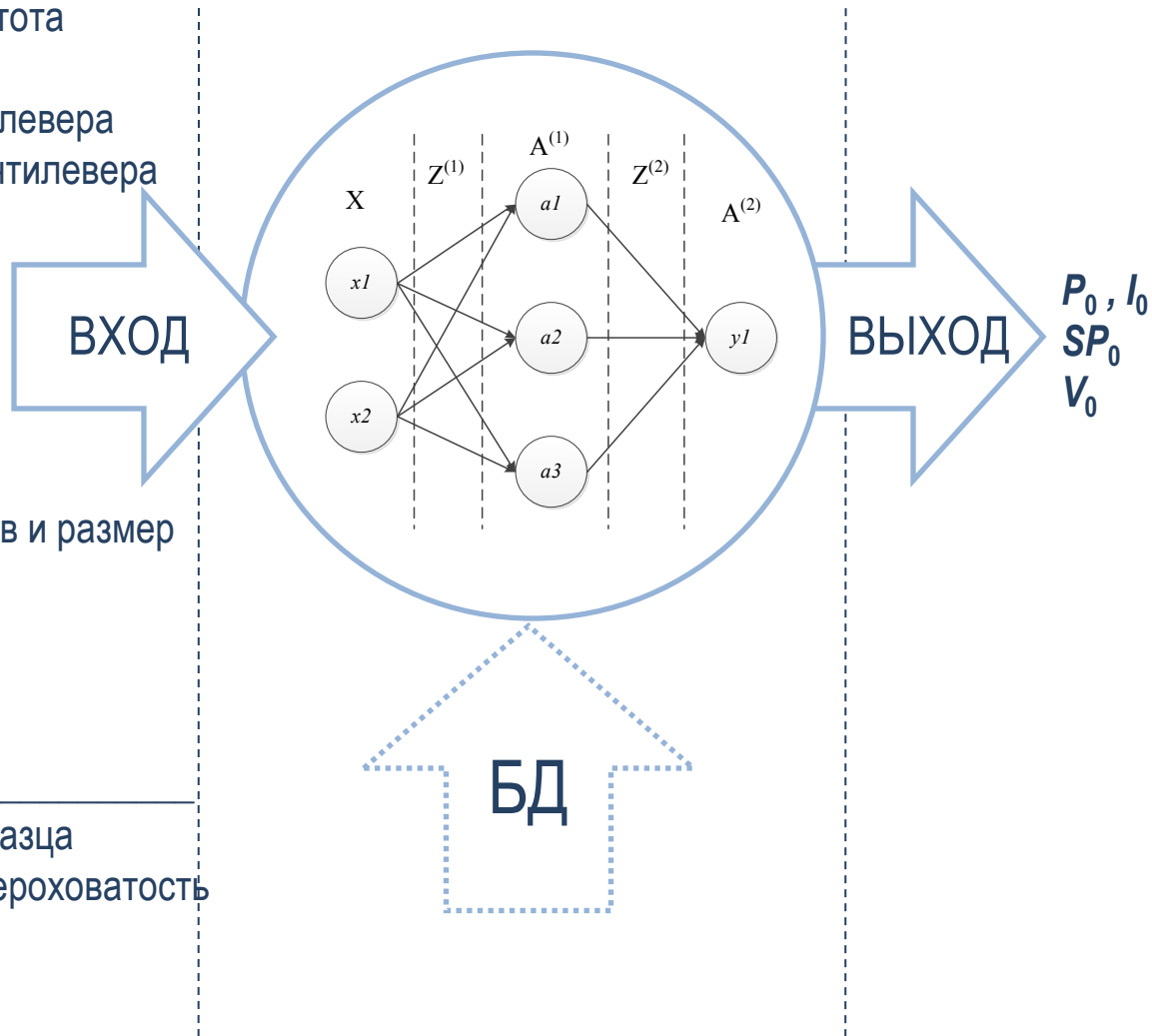


Setting initial parameters: machine learning

f – резонансная частота
кантилевера

K – жесткость кантилевера

Q – добротность кантилевера



Lx – кол-во пикселей и размер
скана

Характеристики образца
(липкость, заряд, шероховатость
и жесткость)

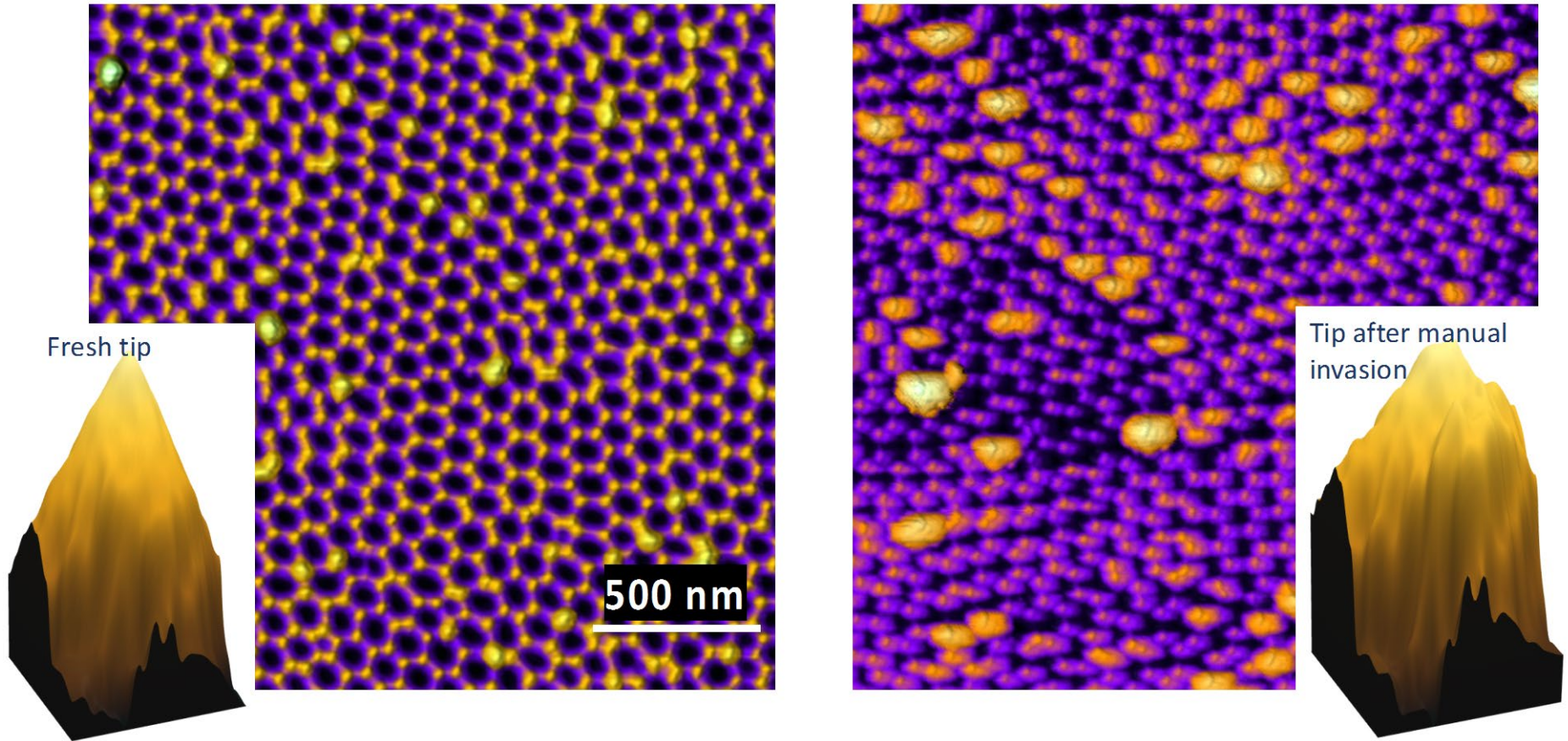
NT-MDT
Spectrum Instruments



Автоматизация АСМ измерений при
помощи интеллектуальной системы

ScanTronic™

Scan Tronic: примеры применений



Al_2O_3 - "Терка" для зондов.
Слева – рельеф, использован ScanTronic, справа – попытка ручной настройки параметров сканирования

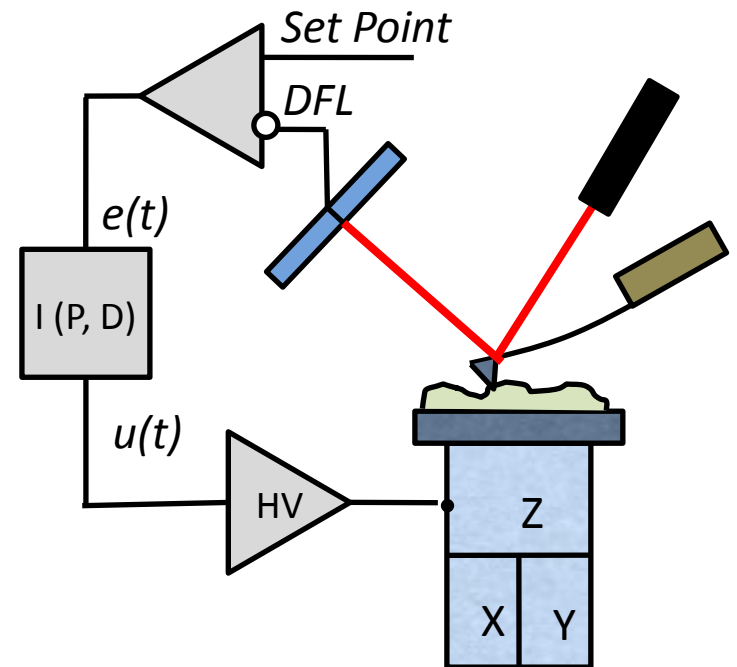


Быстрое сканирование

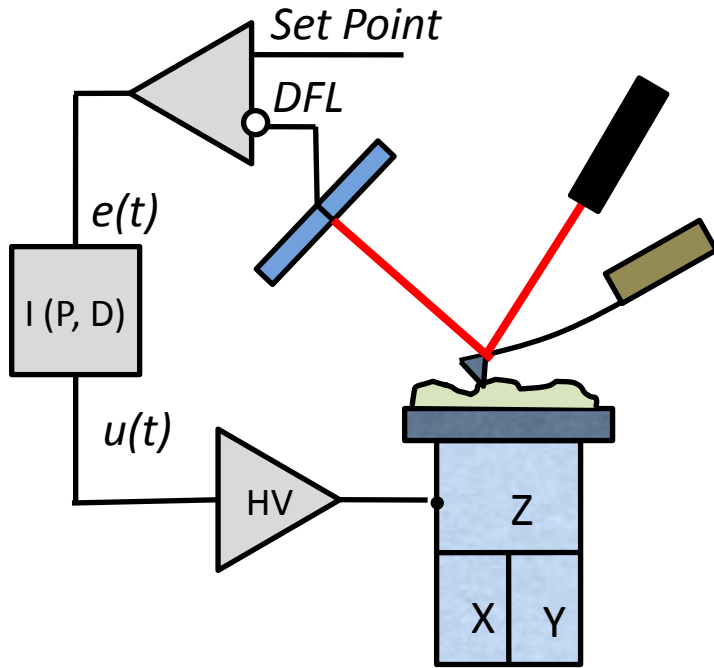
Rapid Scan

Быстрый АСМ: что это?

- **"High-speed AFM"** – так обычно называют быстрые АСМ с видео-разверткой, т.е. со скоростью сканирования порядка 10-100 кадров в секунду:
 - Маленький размер образца
 - Измерение только рельефа
 - Очень сложная работа и настройка
 - Маленькое поле зрения
- **"Fast scan AFM"** – так обычно называют быстрые АСМ с
 - Меньшим полем зрения (по сравнению с традиционными АСМ)
 - Скоростями сканирования порядка 10 строк в секунду

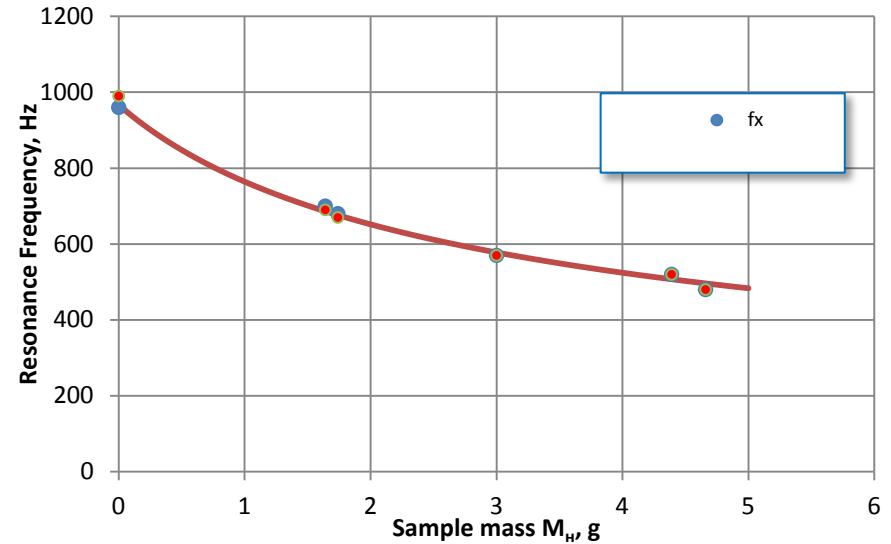


Быстрое сканирование

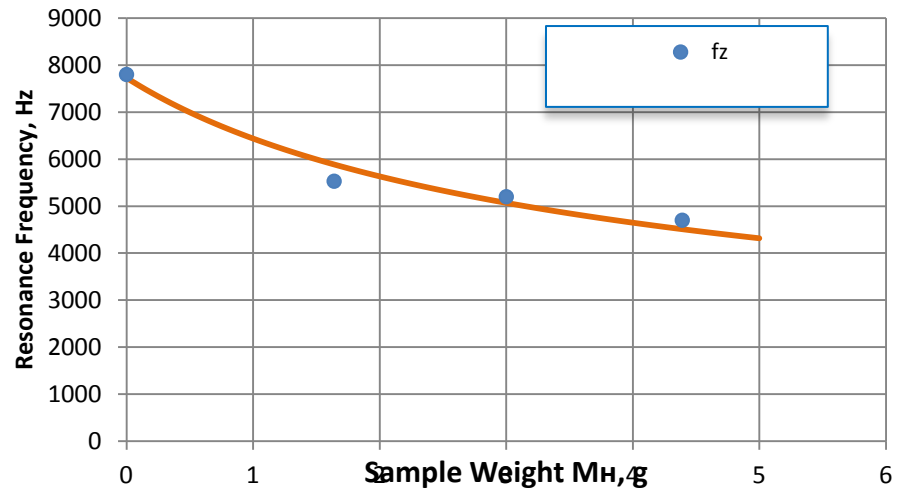


$$f_R = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{(M_0 + M_H)'}}$$

k – эффективная жесткость сканера,
 M_0 - эффективная масса сканера,
 M_H - масса нагрузки



Резонансная характеристика сканера (XY)

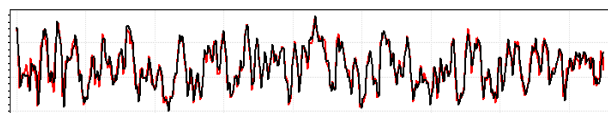
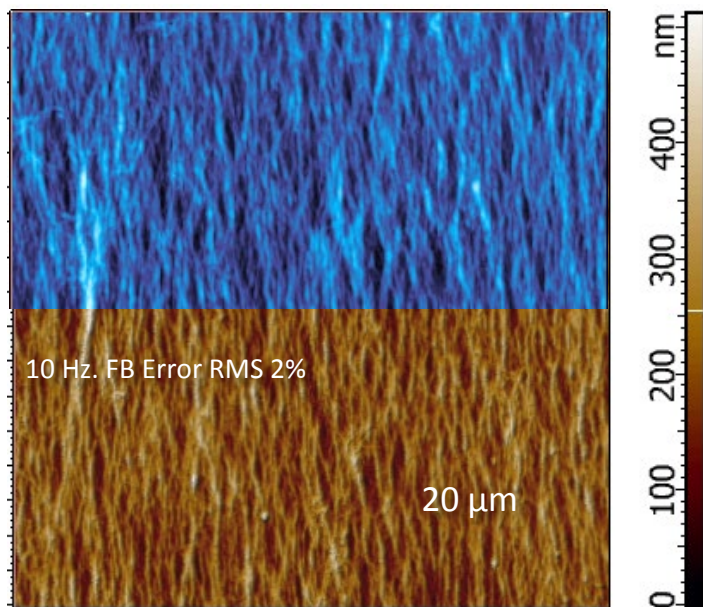


Резонансная характеристика сканера (Z)

Rapid Scan 100

Rapid Scan 100 - комбинация конструктивных и электронно-цифровых решений, позволяющая ускорить работу АСМ примерно на порядок, сохраняя 90 мкм поле обзора в плоскости.

Все оси сканера Rapid Scan 100 оснащены емкостными датчиками.



90×90×0,5 мкм изображение волокон коллагена при скоростях сканирования 1 и 10 Гц



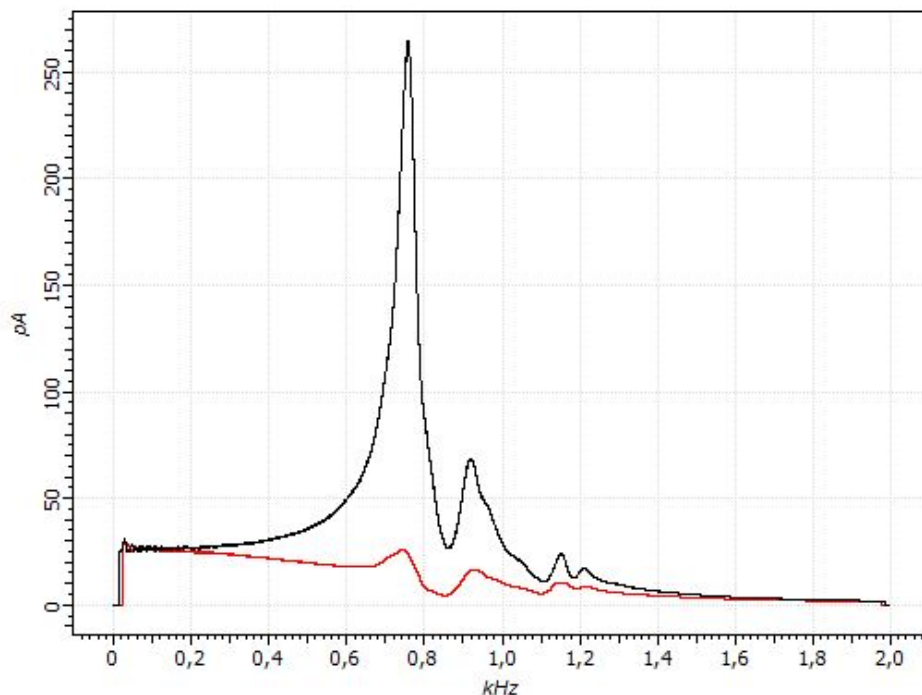
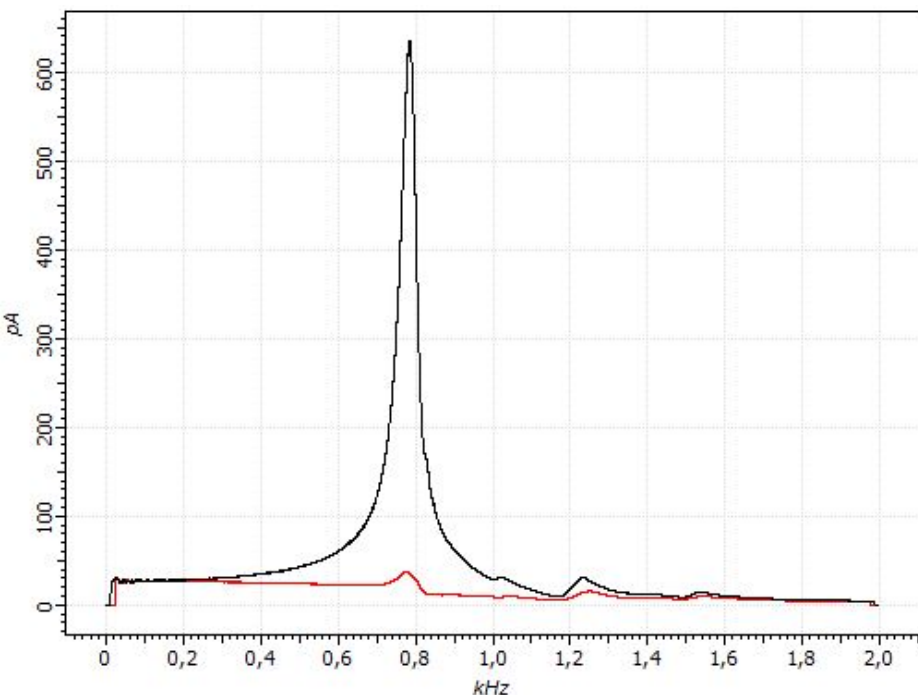
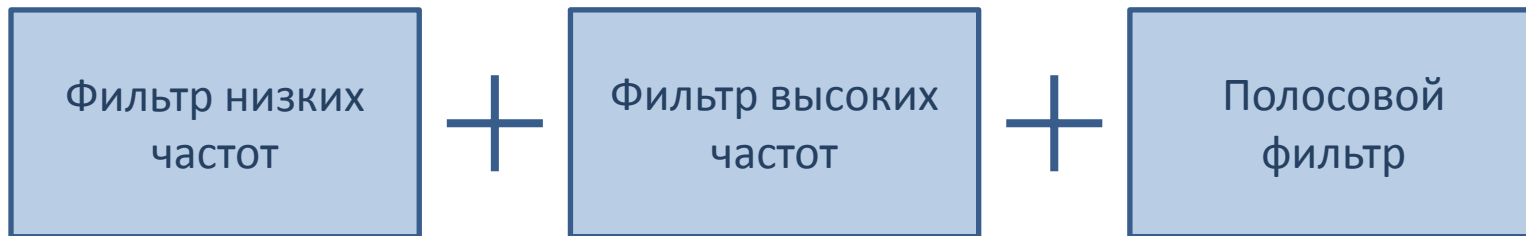
Rapid Scan 100

Rapid Scan 100 - комбинация конструктивных и электронно-цифровых решений, позволяющая ускорить работу АСМ примерно на порядок, сохраняя 90 мкм поле обзора в плоскости.

Все оси сканера Rapid Scan 100 оснащены емкостными датчиками.

Параметр	Значение
Диапазон сканирования (XYZ), мкм	90×90×4 ±10%
Тип датчиков положения (XYZ)	Емкостные
Размер образца, ø мм	15
Уровень шумов по вертикали, пм	30
Шум XY (Closed Loop), нм	0,1
Нелинейность, %	0,1
Резонансная частота (XY/Z), кГц	0,8/12
Активное подавление резонансов	+

Rapid Scan 100: подавление резонансов сканера



Подавление резонансов сканера по оси X (слева) и Y (справа) посредством цифровой фильтрации

Rapid Scan 100



Rapid Scan 100



Выводы

- **ScanTronic™** обеспечивает автоматическую настройку параметров сканирования в полуконтактном режиме АСМ для широкого круга образцов
- **ScanTronic™** позволяет избежать появления типовых артефактов в АСМ и значительно увеличивает качество получаемых АСМ изображений
- **ScanTronic™** заметно снижает расход кантилеверов любой лабораторией, работающей на АСМ
- Совместно со **ScanTronic™**, технология **RapidScan™** позволяет увеличить скорость сканирования АСМ приблизительно в 10 раз, сохраняя поле зрения в плоскости XY до 90 мкм

Благодарности

- **к.ф.-м.н. Юрий Александрович Бобров**
- **Павел Винар**
- **Андрей Олегович Груздев**
- **к.т.н. Станислав Игоревич Леесмент**



Спасибо!