

**Метод нерезонансной прыжковой атомно-силовой микроскопии
для исследования сегнетоэлектрических свойств мягких образцов**

А.С. Калинин^{1,2}, А.М. Маловичко², А.А. Попов^{1,2}, А.А. Быков^{2,3}, В.А. Быков^{1,2}

¹Московский физико-технический институт (государственный университет)

²NT-MDT Spectrum Instruments

³Национальный исследовательский университет МИЭТ

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) является одним из ведущих методов анализа свойств поверхности в области современной нанотехнологии и биотехнологии. Работа атомно-силового микроскопа основана на непосредственном взаимодействии острия зонда размером в единицы нанометров с поверхностью образца [1]. Это позволяет работу в широком диапазоне температур от криогенных [2] до сотен градусов Цельсия, проведение исследований в контролируемой атмосфере, а также в жидкости. Кроме того, это дает возможность реализации уникальных методов анализа поверхности с нанометровым пространственным разрешением: численное измерение механических свойств и потенциала поверхности, картирование проводимости, диэлектрической проницаемости, магнитных сил, температуры поверхности образца и многих других.

Одним из уникальных методов АСМ является микроскопия пьезоотклика – измерение механического отклика сегнетоэлектрика при подаче напряжения на острие кремниевого зонда с проводящим покрытием. Метод позволяет картирование доменной структуры сегнетоэлектриков с пространственным разрешением, ограниченном размером острия зонда (на уровне 20-50 нм), а также построение петель гистерезиса [3]. Недостатком данной методики является постоянный контакт зонда с поверхностью при переходе между точками измерения, что ограничивает область применения методики образцами, которые не могут быть деформированы зондом в процессе измерения. Однако всё большее число научных публикаций последних лет посвящено открытию и исследованию сегнетоэлектрических свойств широкого класса тонких полимерных пленок [4], в том числе возможности их применения в качестве энергонезависимой памяти [5], а также сегнетоэлектрических свойств био-объектов на молекулярном уровне. Примером могут служить исследования молекул коллагена (основного строительного опорно-двигательного аппарата) [6] и пептидных нанотрубок [7].

Электромеханический отклик в живых системах на молекулярном уровне – один из основ функционирования живых организмов, поэтому актуальной задачей является развитие методов анализа таких систем. Данный доклад посвящен новому принципу реализации микроскопии пьезоотклика, которая позволяет измерение мягких образцов без их деформации и разрушения при переходе между точками измерения. Метод является развитием нерезонансной прыжковой АСМ – новой методики АСМ, основанной на регистрации и обработке сигнала перемещения зонда в режиме реального времени в процессе модуляции расстояния зонд-образец по синусоидальному закону. Процесс получения изображения в данной методике состоит из циклов порядка 0,5 мс, соответствующих одной точке изображения. За цикл зонд проходит несколько ключевых положений: находится вдали от образца в поле дальнедействующие силы, попадает в область действия адгезионных и капиллярных сил со стороны образца, попадает в область механического взаимодействия с образцом, выходит из области действия адгезионных и капиллярных сил, возвращается в исходное положение вдали от образца. Благодаря современной элементной базе удалось разработать электронику, позволяющую регистрацию кривых положения зонда и их обработку в режиме реального времени, что позволяет за одно измерение получать следующие

свойства образца: геометрию поверхности, распределение электростатических и магнитных сил, работы адгезии зонда к образцу, проводимости, карту модуля Юнга образца. Использование техники оконных измерений, при котором сигнал может измеряться и подаваться в строго заданном промежутке времени одного цикла измерений и реализация высокоскоростных цифровых синхронных детекторов позволила создание приложения нерезонансной прыжковой АСМ для исследования сегнетоэлектриков – прыжковой микроскопии пьезоотклика.

Метод позволяет подачу переменного напряжения на острие зонда непосредственно в момент контакта с поверхностью и регистрацию амплитуды и фазы колебаний сегнетоэлектрического образца вследствие попадания в электрическое поле зонда. Картирование амплитуды и фазы колебаний дают непосредственную информацию о доменной структуре образца. Благодаря отводу зонда в каждом цикле измерения, не происходит деформации образца при переходе к новой точке измерения, что позволяет измерение био-объектов без их разрушения. Кроме того данная методика работает как на воздухе, так и в жидкости, в том числе с контролируемой температурой, что позволяет исследование био-объектов без изъятия их естественной среды. Работа метода была апробирована при измерении пептидных нанотрубках дифенилаланина, а также неотожженных тонких пленок поливинилиденфторида.

Литература

1. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. – М.: Техносфера, 2004. 384 с.
2. *Prokop H. et al.* Mapping the electrostatic force field of single molecules from high-resolution scanning probe images // *Nature Communications*. 2016. V. 7, P. 11560-11567
3. *Nanoscale characterisation of ferroelectric materials: scanning probe microscopy approach / ed. by A Marin, A. Gruverman.* New York: Springer, 2013. 281 с.
4. *K. S. Ramadan, S. Evoy.* A review of piezoelectric polymers as functional materials for electromechanical transducers // *Smart Materials and Structures*. 2014. V. 23, N. 3. P. 33001-33027
5. *Timothy J. Reece et al.* Nonvolatile memory element based on a ferroelectric polymer Langmuir–Blodgett film // *Applied Physics Letters* V. 2003. 82. N. 1. P. 142-144
6. *Minary-Jolandan, M., Yu, M.-F.* Uncovering Nanoscale Electromechanical Heterogeneity in the Subfibrillar Structure of Collagen Fibrils Responsible for the Piezoelectricity of Bone // *ACS Nano*. 2009. V. 3, N. 7. P. 1859-1863.
7. *Andrei Kholkin, Nadav Amdursky, Igor Bdikin, Ehud Gazit, Gil Rosenman* Strong piezoelectricity in bioinspired peptide nanotubes // *ACS Nano*. 2010. V. 4, N 2. P. 610-614.