УДК 53.084.2

# ЗОНД ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ ТОКОВ ИОННОЙ ПРОВОДИМОСТИ

А.О. Голубок, В.В. Левичев, В.Н. Матыжонок, А.В. Стовпяга

Создан пьезорезонансный датчик с микрозондом на основе стеклянной пипетки для сканирующей микроскопии токов ионной проводимости. Измерена резонансная частота и добротность датчика в воздушной и жидкой средах. Для улучшения латерального разрешения микрозонда на торце пипетки с помощью фокусированного ионного пучка сформирован нановыступ. С использованием тестовой решетки продемонстрировано пространственное разрешение микрозонда с нановыступом. Сделан вывод о возможности использования микрозонда в жидкой среде с одновременной работой в полуконтактной силовой моде и в моде измерения ионных токов.

Ключевые слова: сканирующая микроскопия токов ионной проводимости, микропипетка.

### Введение

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является одним из основных инструментов нанотехнологий. С помощью СЗМ решают разнообразные задачи, связанные с исследованием и модификацией объектов различной природы как в вакууме, так и в газообразных и жидких средах. Широкий спектр задач обусловливает возникновение различных методик, учитывающих специфику природы исследуемых образцов и окружающей среды. Для исследования с субмикронным разрешением мягких материалов, находящихся в растворе электролита, была разработана методика, получившая название сканирующей микроскопии токов ионной проводимости (СМТИП) [1]. С помощью методики СМТИП получают карту ионных токов, протекающих над поверхностью образца, используя стеклянную микропипетку в качестве зонда. СМТИП позволяет визуализировать мягкие биологические объекты, функционирующие в жидкой среде с ионной проводимостью, а также поры в искусственных мембранах. Используя СМТИП, можно получить детальную информацию о 3D структуре образца и важные данные о функционировании биологических клеток [2]. Изучение кинетики и пространственного распределения ионных токов в клеточных мембранах дает возможность регистрировать биологические процессы в реальном времени. Исследование потока ионов, проходящих через поры в искусственных мембранах, позволяет получить экспериментальные данные, необходимые для создания технологий электрохимических топливных элементов и диализа.

Целью данной работы явилось создание и исследование зонда для СМТИП, позволяющего измерять ионные токи с одновременной визуализацией поверхности в полуконтактной силовой моде. Для улучшения пространственного разрешения зонда в полуконтактой силовой моде была поставлена задача формирования на торце стеклянной микропипетки с помощью технологии фокусированного ионного пучка (ФИП) острия с нанометровыми размерами. В настоящее время технология ФИП широко используется для микро- и наномодификации различных материалов. Обычно для этой цели используются сфокусированные в тонкий пучок ионы галлия. Визуализация процесса обработки наноострия возможна за счет одновременного сканирования области обработки электронным пучком. Такая технология реализуется в двухлучевом микроскопе-литографе «Zeiss Crossbeam 1540 XB», использованном в данной работе.

# Принцип работы СМТИП

Принцип работы СМТИП показан на рис. 1 [3].

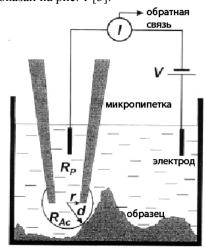


Рис. 1. Схема работы сканирующего микроскопа токов ионной проводимости

Зондовый датчик для СМТИП представляет собой микропипетку, заполненную электролитом. Микропипетка помещается над поверхностью не проводящего ионный ток образца, погруженного в раствор электролита. В качестве электролита может выступать физиологический раствор, в котором функционируют биологические клетки. При приближении кончика микропипетки к поверхности образца ток уменьшается вследствие уменьшения зазора между пипеткой и образцом, через который протекают ионы. Ионный ток измеряется усилителем и используется в качестве сигнала обратной связи для следящей системы автоматического управления перемещением сканера в направлении, перпендикулярном к поверхности образца. С помощью отрицательной обратной связи поддерживается постоянное расстояние между вершиной микропипетки и исследуемым образцом.

# Эксперимент

Конструкция датчика для сканирующего зондового микроскопа представляет собой модификацию пьезорезонансного датчика силового взаимодействия [4]. К свободному концу пьезотрубки приклеена стеклянная микропипетка [5]. Для создания микропипеток использовались стеклянные капилляры из боросиликатного стекла с внутренним диаметром 0,4 мм и внешним диаметром 1,2 мм. Вытяжка капилляров проводилась на лазерной установке, представленной на рис. 2.

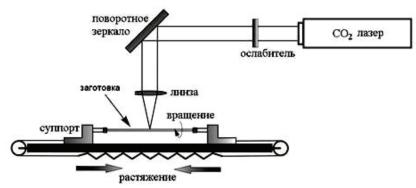
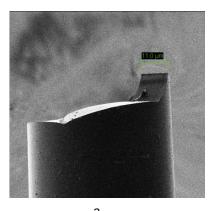


Рис. 2. Схема установки для лазерной вытяжки микрозондов

В данной схеме использовался CO<sub>2</sub> лазер с поперечным разрядом. Расходимость лазерного излучения составила 4 мрад при диаметре пучка 6 мм, мощность излучения – до 20 Вт. Излучение лазера поворотным зеркалом направляется на установку, проходит ZnSe линзу с просветляющим покрытием (фокусное расстояние 75 мм) и падает на заготовку. Линза имеет возможность перемещаться вдоль оптической оси, поэтому заготовка может обрабатываться как в фокусе лазерного пучка, так и за ним. Часть лазерного излучения поглощается, в результате чего температура небольшой зоны заготовки увеличивается и происходит постепенное расплавление зоны воздействия. Для обеспечения равномерности прогрева заготовки к захватам суппортов подводится вращающий момент от электродвигателя. Скорость вращения двигателя, а, следовательно, и заготовки, можно регулировать в диапазоне скоростей от 0 до 10 оборотов/с. К концам заготовки прикладывается растягивающее механическое усилие, что приводит к образованию зондов в результате разрыва заготовки в точке воздействия лазерного излучения.



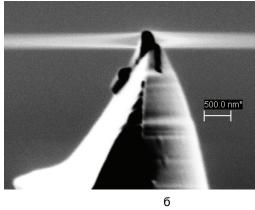


Рис. 3. Электронно-микроскопические изображения (двухлучевой микроскоп-литограф «Zeiss Crossbeam 1540 XB»): а – исходное острие микропипетки (ширина выступа ~110 мкм), б – формирование нановыступа (ширина ~200 нм) с помощью ФИП, горизонтально пересекающего верхнюю часть изображения

Исходная микропипетка, полученная с помощью технологии лазерной вытяжки, имела плоский торец с достаточно большим диаметром — около 11 мкм (рис. 3, а). В результате ионной обработки по технологии ФИП (30 кВ, 300 пА) на торце микропипетки формировался выступ с шириной менее 200 нм (рис. 3, б).

#### Результаты и обсуждение

Тестирование зонда проводилось в C3M «NanoEducator». Резонансные кривые имели вид, аналогичный кривым, полученным нами ранее [5], и имели резонансную частоту в диапазоне 4,9–7 к $\Gamma$ ц при добротности Q=20,6–26,0.

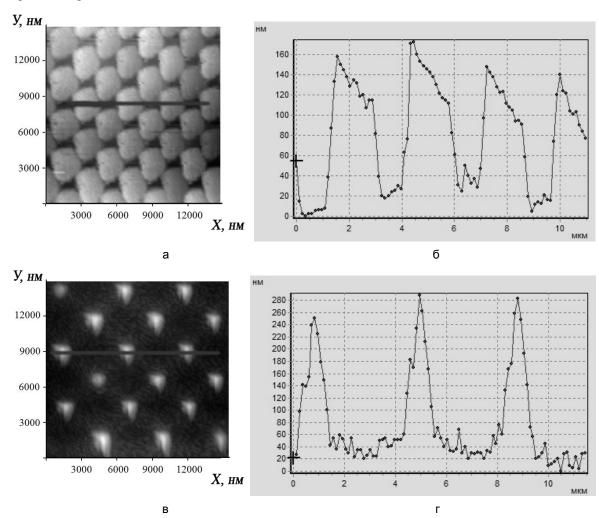


Рис. 4. СЗМ-изображения (СЗМ «NanoEducator») тестовой решетки ТGТ и их поперечные сечения, полученные в полуконтактной силовой моде: а, б – зонд в виде микропипетки после лазерной вытяжки; в, г – зонд в виде микропипетки с нановыступом

На рис. 4 представлены СЗМ-изображения тестовых решеток и их поперечные сечения, полученные в СЗМ «NanoEducator» в полуконтактной силовой моде с использованием микропипетки с плоской вершиной (11 мкм) (рис. 4, а, б) и микропипеткой с нановыступом, полученный с помощью технологии ФИП (рис. 4, в, г). Сравнение этих изображений, а также их поперечных сечений показывает, что на рис. 4, в, и 4, г, наблюдается значительное улучшение пространственного разрешения. Вместе с тем пространственное разрешение, достигнутое на рис. 4, а, и 4, б, значительно лучше того, которое можно было бы ожидать от применения зонда с внешним диаметром около 11 мкм. Наблюдаемое в эксперименте пространственное разрешение можно связать с присутствием на торце микропипетки острого выступа с характерным размером значительно меньше 11 мкм, который случайно образовался в процессе лазерной вытяжки.

#### Заключение

Таким образом, применение технологии ФИП позволяет контролируемым образом создавать нановыступ на торце микропипетки, используемой в качестве зонда в СМТИП.

Исследование зонда с помощью тестовой решетки показало, что он обеспечивает пространственное разрешение, аналогичное пространственному разрешению, достигаемому в полуконтактной силовой моде при использовании стандартного вольфрамового зонда, заостренного методом электрохимического травления. Добротность пьезорезонансного датчика со стеклянной микропипеткой близка к добротности датчика с вольфрамовым зондом. Жидкая среда не уменьшает добротность датчика по сравнению с добротностью, получаемой в воздушной среде.

На основании приведенных результатов исследования можно сделать вывод о возможности применения пьезорезонансного датчика с зондом-микропипеткой для измерения пространственного распределения токов ионной проводимости вблизи поверхности образца, находящегося в жидкой проводящей среде, с одновременной визуализацией поверхности в полуконтактной силовой моде с высоким пространственным разрешением.

Работа поддержана грантом Министерства образования и науки № 2.1.2/4187 «Многофункциональные нанозонды для сканирующей зондовой микроскопии, спектроскопии и литографии (СЗМ-С-Л): концепция, технология, характеризация, применение». Исследования выполнены в НОЦ-НТ СПБГУ ИТМО на двухлучевом микроскопе-литографе «Zeiss Crossbeam 1540 XB».

## Литература

- 1. Ying L., Bruckbauer A., Zhou D., Gorelik J., Shevchuk A. // Phys. Chem. Chem. Phys. -2005.  $-\cancel{N}$ 2.  $-\cancel{P}$ 2.  $-\cancel{P}$ 2.  $-\cancel{P}$ 3.  $-\cancel{P}$ 4.  $-\cancel{P}$ 5.  $-\cancel{P}$ 6.
- 2. Bruckbauer A., Ying L., Rothery A., Zhou D., Shevchuk. A. // Journal AM. CHEM. SOC. 2002. № 124. P. 8810–8812.
- 3. Shevchuk A. et al., Simultaneous Measurement of Ca2+ and Cellular Dynamics: combined Scanning Ion Conductance and Optical Microscopy to Study Contracting Cardiac Myocytes // Biophysical Journal. 2001. V. 81. P. 1759–1764.
- 4. Голубок А.О., Васильев А.А., Керпелева С.Ю., Котов В.В., Сапожников И.Д, Датчик локального силового и туннельного взаимодействия в сканирующем зондовом микроскопе // Научное приборостроение. − 2005. − Т. 15. − № 1. − С. 62−69.
- 5. Голубок А.О., Левичев В.В., Пинаев А.Л., Стовпяга А.В., Исследование пьезорезонансного датчика локального силового взаимодействия сканирующего зондового микроскопа с зондом в виде микропипетки // Научно-технический вестник СПбГУ ИТМО. − 2009. № 3(61). С. 59–62.

Голубок Александр Олегович

- Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, доктор физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, зав. кафедрой, golubok@ntspb.ru

Левичев Вадим Вячеславович

Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, кандидат физ.-мат. наук, преподаватель, levichev vadim@mail.ru

Матыжонок Виктор Николаевич Санкт-Петербургский государственный университет информа-ционных технологий, механики и оптики, аспирант, victoor@yandex.ru

Стовпяга Александр Владимирович Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, аспирант, sanja100v@mail.ru