

КОНТАКТНАЯ СКАНИРУЮЩАЯ ОПТИЧЕСКАЯ МИКРОСКОПИЯ БЛИЖНЕГО ПОЛЯ

Д.А.Лапшин, В.Н.Решетов*, С.К.Секацкий¹⁾, В.С.Летохов

Институт спектроскопии РАН
142092 Троицк, Московская область, Россия

* Московский инженерно-физический институт
115409 Москва, Россия

Поступила в редакцию 6 января 1998 г.

Предложен и реализован новый метод сканирования в оптической микроскопии ближнего поля, применение которого позволяет работать в контакте с исследуемым образцом. Его использование делает возможным практическую реализацию идеи использования эффекта резонансной диполь-дипольной передачи энергии возбуждения от активного элемента микроскопа к образцу с целью кардинального улучшения разрешения оптической микроскопии ближнего поля.

PACS: 07.79.Fc, 62.30.+d

Для кардинального улучшения разрешения сканирующей оптической микроскопии ближнего поля (SNOM) частью авторов настоящего письма недавно было предложено использовать явление резонансного ферстеровского (диполь-дипольного) переноса энергии электронного возбуждения (в английской литературе Fluorescence Resonance Energy Transfer – FRET) от единичных флуоресцирующих центров, находящихся на острие "источника света" (активного элемента микроскопа) к исследуемому образцу [1]. При таком подходе пространственное разрешение определяется не размерами источника света (20 – 100 нм [2, 3]), а ферстеровским радиусом резонансного переноса энергии r_0 , который в типичном случае составляет 1 – 5 нм (см., например, обзор [4]). Более того, поскольку эффективность процесса переноса энергии близка к единице, если расстояние между донором и акцептором меньше r_0 , то и чувствительность предлагаемого FRET микроскопа должна быть лучше, чем у обычного оптического микроскопа ближнего поля.

Для того чтобы реализовать указанный метод микроскопии, необходимо сканировать активный элемент микроскопа на расстоянии, меньшем чем r_0 , от исследуемой поверхности, то есть практически в контакте с ней. По этой причине невозможно использовать широко применяемые в практике SNOM и хорошо разработанные методы контроля расстояния микроскоп – образец, базирующиеся на использовании эффекта "бокового трения" (shear force), поскольку как диапазон расстояний, так и амплитуда латеральных колебаний острия в данном случае составляет десятки нанометров и гораздо больше r_0 [2, 3]. Не представляется возможным использование и контактных методов, широко применяемых в практике "классической" атомно-силовой микроскопии, так как они, как правило, основываются на использовании очень мягких кантилеверов, которые не могут сканировать довольно массивные волоконные острия или тяжелые острия других типов, что необходимо для реализации предложенного метода FRET микроскопии [5]. Таким образом, необходима разработка нового метода зондовой микроскопии. Такая разработка представляется тем

¹⁾ e-mail: sekats@isan.troitsk.ru

более актуальной, что недавно нами были практически продемонстрированы острия, содержащие в районе вершины единичные флуоресцирующие центры (в настоящее время – F_2 -центры окраски на остриях LiF игл [6, 7]).

О реализации нового контактного метода контроля расстояния до исследуемого образца, пригодного для реализации FRET микроскопии, сообщается в настоящем письме. Разумеется, указанный метод может использоваться также и в других областях сканирующей микроскопии.

Общая схема фотонного сканирующего туннельного микроскопа (ФСТМ), использовавшегося в данной работе, приведена на рис.1. Ранее аналогичная схема использовалась нами при исследовании особенностей рассеяния света отражающей фазовой решеткой в области ближнего поля [8], в общих чертах (за исключением контактного пьезосенсора, см. ниже) она совпадает с обычно используемой схемой ФСТМ [2, 3] и не будет подробно обсуждаться. Исследуемый образец представлял из себя тонкую стеклянную пластинку, на одной стороне которой была литографически сформирована отражающая фазовая решетка, то есть нанесены полосы никеля шириной 3 мк, высотой 40 нм с общим периодом в 10 мк. Образец через находящуюся сверху призму освещается излучением He – Ne-лазера в условиях полного внутреннего отражения; при приближении заостренного конца волокна на расстояние, меньше или порядка длины волны света, к образцу условия полного внутреннего отражения нарушаются, часть энергии светового поля переходит в распространяющуюся в волокне моду и регистрируется ФЭУ, ко входу которого крепится противоположный конец волокна.

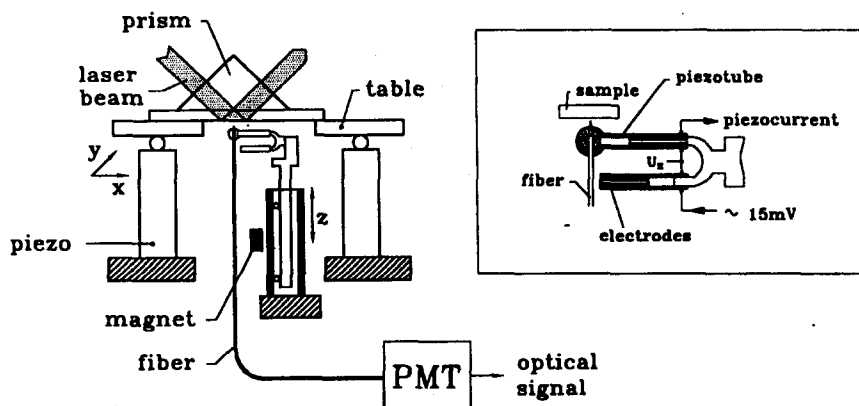


Рис.1. Схема сканирующего фотонного туннельного микроскопа, работающего в контактной моде. На врезке более подробно изображен контактный пьезосенсор, к которому крепится заостренный конец оптического волокна

Тонкий подвод и удержание контакта с поверхностью во время сканирования осуществляется посредством контактного пьезосенсора, представляющего собой два небольших пьезоцилиндра (длина 6 мм, диаметр – 1.3 мм), закрепленных на общем основании, образующих резонатор камертонного типа (см. врезку к рис.1). К одному из пьезоцилиндров салолом (Phenylil Salicilas) приклеивался заостренный конец волокна – так, чтобы свободным оставался лишь весьма короткий, длиной порядка 0.1 мм, кончик волокна. (Столь небольшая длина свободного конца волокна была необходима для того, чтобы обеспечить достаточно большую жесткость системы, см. ниже.) Внутренние электроды обеих пьезотрубок заземлялись, а внешние расщепля-

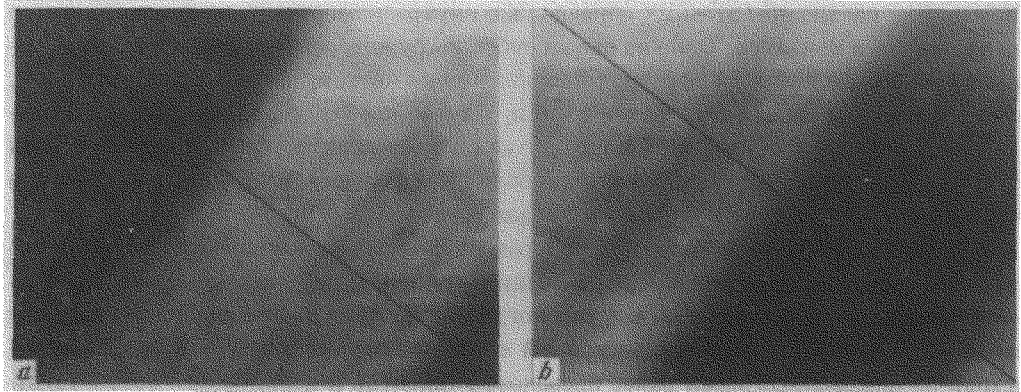
лись на две части, при этом их обращенные внутрь камертона части находились в электрическом контакте. Одна из пьезотрубок возбуждалась электрически посредством подачи на ее внешний электрод напряжения на частоте резонансных колебаний, которая в нашем случае составляла 13 кГц. Другая пьезотрубка, поскольку она связана с первой общим основанием и находится в хорошем акустическом контакте, при этом возбуждается акустически, что приводит к появлению на ее электродах тока и напряжения, обусловленных прямым пьезоэффектом.

При отсутствии контакта между концом острия и образцом как острие, так и пьезоцилиндры совершают свободные колебания в направлении, нормальном к исследуемой поверхности. В типичном случае, когда амплитуда управляющего напряжения равна 15 мВ, амплитуда этих колебаний составляет величину 7 – 8 нм (оценена, исходя из измеренных нами ранее пьезокоэффициентов и добротности соответствующего колебательного контура $Q \simeq 30$). При достижении контакта амплитуда колебаний (а следовательно, и пьезонапряжение) меняется, соответствующие изменения использовались нами в цепи обратной связи микроскопа при сканировании образца в горизонтальной плоскости – поддерживая указанную амплитуду при сканировании постоянной, можно прописать профиль исследуемой поверхности, аналогично “классическим” атомно-силовым микроскопам.

Отметим, что реально нами использовалась несколько более сложная схема регистрации изменений пьезонапряжения, чем описано выше, а именно, использовалась автогенераторная схема возбуждения резонансных колебаний камертона, при которой соответствующий колебательный контур является частью генератора электрических колебаний, в связи с чем при достижении контакта меняется не только амплитуда, но и частота резонансных колебаний, и оба канала (как амплитудный, так и частотный) могут использоваться в цепи обратной связи микроскопа. В описанных ниже экспериментах частотный канал не использовался и не будет обсуждаться подробно. Некоторые дополнительные сведения о пьезосенсорах подобного типа и механизмах их взаимодействия с поверхностью рассматривались в работе [9].

На рис.2 приведены (без всякой предварительной обработки и фильтрации) как топографическое (а), так и оптическое (b) изображения одного и того же участка исследуемой отражающей фазовой решетки. На обоих изображениях виден фрагмент металлического штриха, проявляющийся как темная (не пропускающая свет) полоса в оптическом изображении и как светлая (более высокая) полоса в топографическом изображении. Пространственное разрешение для обоих типов изображений можно оценить как ~ 0.5 мкм, что объясняется недостаточной остротой используемых волокон и не имеет существенного значения для иллюстрации рассматриваемых здесь принципов нового метода сканирующей оптической микроскопии ближнего поля.

Кривые подвода (зависимости регистрируемого сигнала от расстояния) приведены на рис.3. Из кривой с, относящейся к топографическому каналу, видно, что амплитуда колебаний острия остается неизменной вплоть до достижения контакта острие – поверхность, после чего она начинает быстро падать и уменьшается до величины, составляющей 10 % от первоначальной, при вертикальном перемещении сенсора в 360 нм. При использовании аналогичного сенсора с закрепленной на нем массивной тетраэдрической алмазной иглой величина соответствующего вертикального перемещения сенсора гораздо меньше – вся кривая подвода, аналогичная кривой с, занимает для алмазных острий область в 10 нм. Это связано с тем, что по мере пе-



topographic image

optical image

scan area $5.3 \cdot 4 \mu\text{m}^2$

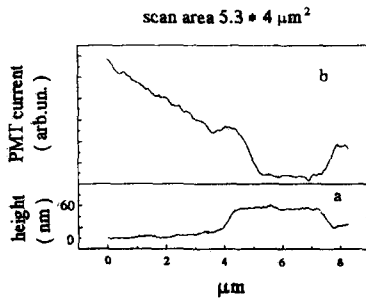


Рис.2. Топографическое (а) и оптическое (b) изображения отражающей фазовой решетки, площадь сканирования $5.3 \cdot 4 \mu\text{м}$. Снизу приведены сечения изображений вдоль диагонали

ремещения основания острия волокна к поверхности, волокно не только сжимается, но и изгибается, как и следует ожидать для длинного, тонкого и слегка наклоненного к поверхности (а последнее всегда в реальности имеет место) стержня [10]. Конец острия после достижения контакта более не отрывается от поверхности, и при изменении прижимающей силы происходит в первую очередь изменение степени изгиба. Таким образом, при сканировании острия вдоль поверхности конец волокна находится с ней в непосредственном механическом контакте.

Оптическая кривая подвода *a* в данном случае, благодаря хорошо известной экспоненциальной зависимости сигнала ФСТМ от расстояния острие волокна – поверхность [2, 3], может рассматриваться как независимый способ измерения расстояния. Указанная экспоненциальная зависимость действительно имеет место вплоть до точки касания острия с поверхностью (обозначена как *A* на рис.3а); при дальнейшем приближении скорость нарастания оптического сигнала замедляется (это особенно хорошо видно на производной кривой подвода – рис.3б), поскольку начинает обуславливаться "вторичными" факторами вроде увеличения площади контакта по мере увеличения силы прижима и т. д.

При исследованиях образцов поддерживалась амплитуда колебаний, составляющая ~ 0.9 от амплитуды свободных колебаний. Сила, действующая при этом на волокно и образец, оценивается как $\sim 10^{-4} - 10^{-5}$ Н. Приводя эту оценку, мы исходим из жесткости нашего колебательного контура в 10^4 Н/м, как это следует из

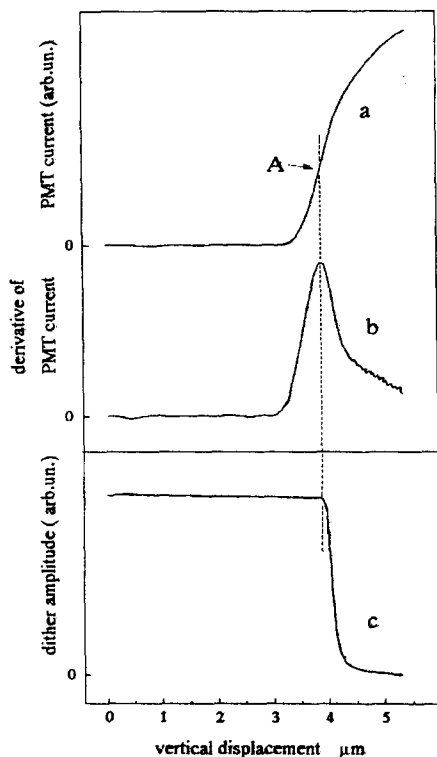


Рис.3. Кривые подвода: *a* – для оптического канала; *b* – ее производная; *c* – для топографического канала

упругих свойств, соответствующих изгибным колебаниям стеклянного конуса с радиусом кривизны острого конца ~ 0.5 мкм, углом при вершине ~ 0.1 рад и модулем Юнга $7 \cdot 10^{10}$ Н/м², наклоненном под углом ~ 0.1 рад к исследуемой поверхности²⁾. Указанная сила довольно велика и, по-видимому, может приводить к повреждению слишком "мягких" образцов. Вместе с тем в ряде случаев это обстоятельство может рассматриваться и как преимущество данного метода микроскопии, так как позволяет механически "расчистить" представляющий реальный интерес образец от всегда имеющегося на нем в реальных условиях тонкого слоя "мягкой" грязи.

В данном письме мы не останавливаемся подробно на обсуждении механизмов диссипации, ответственных за уменьшение амплитуды используемых нами *нормальных к поверхности* колебаний волокна. Отметим только, что рассматриваемый нами метод может быть использован и при чисто упругом характере взаимодействия волокно – поверхность в отсутствие всякого трения, например в условиях высокого вакуума или низких температур. Даже если изменение амплитуды колебаний и не будет достаточным, для сканирования в данном случае может быть использован частотный канал, основанный на изменении резонансной частоты пьезодатчика, включенного в автогенераторную схему (см. выше), при изменении чисто упругих свойств системы.

Таким образом, микроскоп ближнего поля, работающий в контакте с исследуемым образцом и обладающий способностью сканировать вдоль исследуемой поверх-

²⁾ Для грубых оценок можно воспользоваться формулами, приведенными для изгибных колебаний цилиндра в [10], подробный анализ будет опубликован позже.

ности довольно тяжелые активные элементы (в данном случае – длинные фрагменты оптического волокна), был успешно реализован. Это позволяет перейти к практическому созданию FRET микроскопов, которые, как ожидается, будут обладать уникальными для оптических микроскопов ближнего поля характеристиками. Разработанный микроскоп будет полезен также и в других областях микроскопии ближнего поля, в том числе и при работе в условиях низких температур, высокого вакуума, отсутствии достаточного свободного пространства для реализации классической shear force моды и т. д.

Авторы благодарны ЗАО НТЕ, Москва, за предоставление атомно-силового микроскопа, на базе которого был реализован описанный микроскоп ближнего поля. Работа была выполнена при частичной финансовой поддержке Министерства обороны США.

-
1. С.К.Секацкий, В.С.Летохов, Письма в ЖЭТФ **63**, 311 (1996).
 2. *Near Field Optics*, Eds. D.W.Pohl and D.Courjon,, Kluwer, Dordrecht, 1993.
 3. R.Kopelman and W.Tan, *Appl. Spectr. Rev.* **29**, 39 (1994).
 4. P.Wu and L.Brand, *Anal. Biochem.* **218**, 1 (1994).
 5. D.Sarid, *Scanning Force Microscopy*, Oxford Univ. Press, London, 1991.
 6. V.N.Konopskii, S.K.Sekatskii, and V.S.Letokhov, *Opt. Commun.* **132**, 251 (1996).
 7. С.К.Секацкий, В.С.Летохов, Письма в ЖЭТФ **65**, 441 (1997).
 8. D.A.Lapshin, V.I.Balykin, and V.S.Letokhov, *J. Mod. Opt.*, in press.
 9. К.В.Гоголинский, С.В.Новиков, В.Н.Решетов, Т.Н.Ульянова, в кн.: *Структура, фазовые превращения и свойства нанокристаллических сплавов*, под ред. Г.Г.Талуц и Н.И.Носкова, Екатеринбург, УрО РАН, 1997, с.102.
 10. Л.Д.Ландау, Е.М.Лифшиц, *Теория упругости*, М.: Наука, 1987, гл.2.