

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Ярославский государственный университет им. П. Г. Демидова  
Кафедра нанотехнологий в электронике  
Центр коллективного пользования  
диагностики микро- и наноструктур

# СИЛОВАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

*Практикум*

*Рекомендовано*  
*Научно-методическим советом университета*  
*для студентов, обучающихся по направлению*  
*Электроника и нанoeлектроника*

Ярославль  
ЯрГУ  
2015

УДК 620.18(072)  
ББК В338.4я73  
С36

*Рекомендовано  
Редакционно-издательским советом университета  
в качестве учебного издания. План 2015 года*

Рецензент  
кафедра нанотехнологий в электронике  
ЯрГУ им. П. Г. Демидова

Составитель  
С. А. Кривелевич

**Силовая зондовая микроскопия** : практикум  
С36 / сост. С. А. Кривелевич ; Яросл. гос. ун-т им. П. Г. Демидова. — Ярославль : ЯрГУ, 2015. — 52 с.

В настоящем издании содержатся необходимые теоретические сведения об основных особенностях метода силовой зондовой микроскопии, описание порядка работы на микроскопе СММ- 2000 в режиме атомно-силовой микроскопии, задания и справочные материалы для выполнения лабораторных работ, рекомендации по их выполнению, список литературы, контрольные вопросы.

Предназначено для студентов, обучающихся по направлению 11.03.04 (210100.62) Электроника и нанoeлектроника (дисциплина «Физические методы диагностики наноструктур», цикл БЗ), очной формы обучения.

УДК 620.18(072)  
ББК В338.4я733

© ЯрГУ, 2015

## **Силовая зондовая микроскопия**

В настоящее время сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является одним из самых мощных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. Это широко распространенный и успешно применяемый инструмент для исследования свойств поверхности. Развитие СЗМ послужило одной из основ для создания новых методов в нанотехнологии — технологии создания структур с нанометровыми размерами. Практически ни одно исследование в области физики тонких пленок и физики поверхности не обходится без применения методов СЗМ.

Первым из семейства зондовых микроскопов был изобретен сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) (1981 г.). Он имел высокое, вплоть до атомарного, пространственное разрешение. Вслед за туннельным микроскопом в течение короткого времени были созданы атомно-силовой микроскоп (АСМ), магнитно-силовой микроскоп (МСМ), электросиловой микроскоп (ЭСМ), ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) и многие другие приборы, имеющие сходные принципы работы и называемые сканирующими зондовыми микроскопами.

Среди сканирующих микроскопов можно выделить группу силовых микроскопов, к которым в первую очередь относятся атомно-силовые микроскопы (АСМ), магнитно-силовые микроскопы (МСМ) и электросиловые микроскопы (ЭСМ).

### **Физические основы атомно-силовой микроскопии**

Работа атомно-силовых микроскопов основана на силовом взаимодействии между зондом и поверхностью. Для регистрации этого взаимодействия использую специальные датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце (рис. 1). Со стороны поверхности на зонд действуют силы, изгибающие консоль. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.

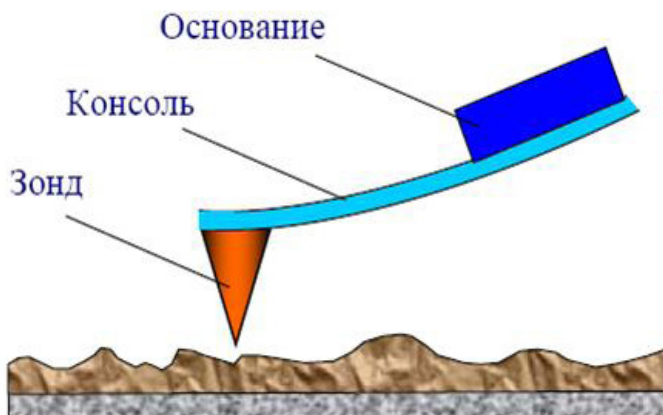


Рис. 1. Схематическое изображение датчика силового микроскопа

Основным типом взаимодействия между зондом и поверхностью является взаимодействие Ван-дер-Ваальса. Энергию такого взаимодействия для двух атомов, находящихся на расстоянии  $r$  друг от друга, аппроксимирует степенная функция, называемая потенциалом Леннарда — Джонса:

$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left( \frac{r_0}{r} \right)^6 + \left( \frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\} \quad (1)$$

Первое слагаемое в данном выражении описывает дальнodelствующее притяжение, обусловленное в основном диполь-дипольным взаимодействием атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях. Параметры  $r_0$  — равновесное расстояние между атомами,  $U_0$  — значение энергии в минимуме.

Используя потенциал Леннарда — Джонса, можно оценить силу взаимодействия зонда с поверхностью образца. Общая потенциальная энергия системы при этом получается путем суммирования энергий всех элементарных взаимодействий для каждого из атомов зонда и образца.

Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, вычисляется как градиент полученной суммарной энергии. В общем случае эта сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющую. Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет весьма сложный характер, однако основные черты данного взаимодействия сохраняются: зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание — на малых. Поэтому качественный вид взаимодействия «зонд — образец» аналогичен виду, представленному на рис. 2.

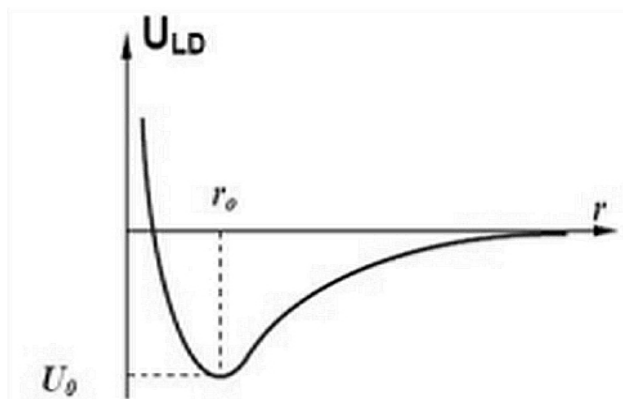


Рис. 2. Качественный вид потенциала Леннарда — Джонса

Получение изображений рельефа поверхности в АСМ-микроскопах обеспечивается путем регистрации малых изгибов упругой консоли зондового датчика. Для этой цели широко используют оптические методы. В качестве источника излучения обычно используются полупроводниковые лазеры, а в качестве позиционно-чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды. Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника.

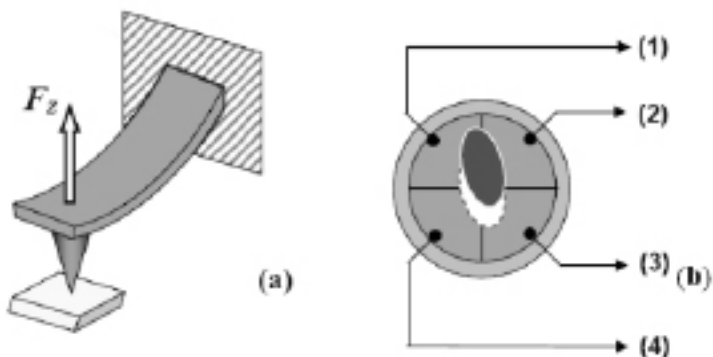


Рис. 3. Качественное соответствие между изгибом консоли (а) зондового датчика и изменением положения пятна засветки (b) на фотодиоде

Основной регистрируемый оптической системой параметр — это деформация изгиба консоли под действием Z-компонент сил притяжения или отталкивания ( $FZ$ ). Такая регистрация обеспечивается следующим образом. Обозначим исходные значения фототока в соответствующих секциях фотодиода через  $I_{01}$ ,  $I_{02}$ ,  $I_{03}$ ,  $I_{04}$ , а через  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $I_3$ ,  $I_4$  — значения токов после изменения положения консоли, разностные токи с различных секций фотодиода  $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$  будут однозначно характеризовать величину и направление изгиба консоли зондового датчика АСМ. Действительно, разность токов вида

$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4) \quad (2)$$

будет пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца. Если деформации кручения консоли по тем или иным причинам являются несущественными, то секции 1, 2 и 3, 4 соответственно можно соединить попарно.

Величина  $\Delta I_z$  используется в качестве входного параметра в электронной системе управления атомно-силового микроскопа. Система обратной связи (ОС), при этом обеспечивает  $\Delta I_z = const$  с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента,

который поддерживает изгиб консоли  $\Delta Z$  равным величине  $\Delta Z_0$ , задаваемой оператором.

При сканировании образца в режиме  $\Delta Z = \text{const}$  зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на Z-электрод сканера записывается в память компьютера в качестве рельефа поверхности  $Z = f(x, y)$ . Пространственное разрешение АСМ определяется радиусом закругления зонда и чувствительностью системы, регистрирующей отклонения консоли. В настоящее время реализованы конструкции АСМ, позволяющие получать атомарное разрешение при исследовании поверхности образцов.

Зондирование поверхности в атомно-силовом микроскопе производится с помощью специальных зондовых датчиков, представляющих собой упругую консоль — кантилевер (cantilever) с острым зондом на конце. Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются в основном из тонких слоев легированного кремния,  $\text{SiO}_2$  или  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании — держателе. На другом конце консоли располагается собственно зонд в виде острой иглы. Радиус закругления АСМ зондов составляет  $1 \div 50$  нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления. Угол при вершине зонда —  $10 \div 20^\circ$ . Силу взаимодействия зонда с поверхностью  $F$  можно оценить с помощью закона Гука:

$$F = k \cdot \Delta Z, \quad (3)$$

где  $k$  — жесткость кантилевера;  $\Delta Z$  — величина, характеризующая его изгиб.

Коэффициенты жесткости кантилеверов  $k$  варьируются в диапазоне  $10^{-3} \div 10$  Н/м в зависимости от используемых при их изготовлении материалов и геометрических размеров. В атомно-силовой микроскопии применяются в основном зондовые датчики двух типов — с треугольным кантилевером, образованным двумя балками, и с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения. Кантилеверы первого типа называются **V-образными**, а кантилеверы второго типа — **I-образными**. Общий вид зондовых датчиков с V-образными и I-образными кантилеверами представлен на рис.4.

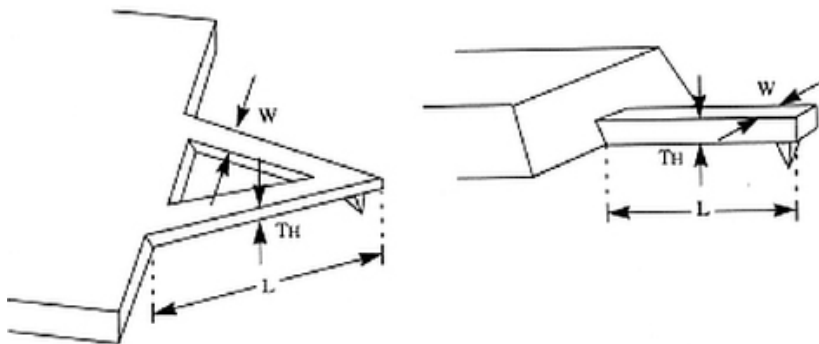


Рис. 4. Общий вид зондовых АСМ датчиков с V-образными (а) и I-образными (b) кантилеверами

Иногда зондовые датчики АСМ имеют несколько кантилеверов различной длины и различной конфигурации (а значит, и различной жесткости) на одном основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа. Зондовые датчики с **V-образными кантилеверами** имеют при тех же размерах большую жесткость и, следовательно, с большей силой воздействуют на образец и имеют более высокие резонансные частоты. И те и другие датчики широко применяются в квазистатических и в колебательных АСМ-методиках.

### ***Контактная атомно-силовая микроскопия***

Условно методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ можно разбить на три большие группы: контактные квазистатические, «полуконтактные» и бесконтактные колебательные. В контактных квазистатических методиках острие зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом в системе преобладают силы отталкивания. Силы отталкивания, действующие со стороны образца на зонд, уравниваются силой упругости консоли. Использование при работе АСМ в таких режимах кантилеверов с относительно малыми коэффициентами жесткости позволяет



обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

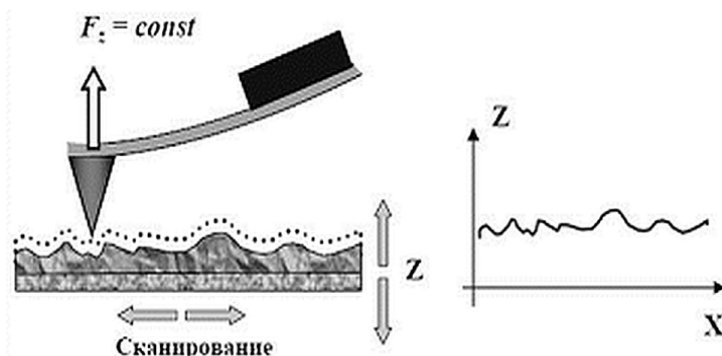


Рис. 5. Формирование изображения рельефа поверхности при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

В квазистатическом режиме АСМ изображение рельефа исследуемой поверхности формируется либо при постоянной силе взаимодействия зонда с поверхностью, либо при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью образца. При сканировании образца в режиме  $F_z = const$  система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 4). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подаваемое на Z-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа часто применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью ( $Z = const$ ). В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте  $Z_{cp}$  над образцом, при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли  $\Delta Z$ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. АСМ-изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

Одним из недостатков контактных АСМ-методик является непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это может приводить к поломке зондов и разрушению поверхности образцов в процессе сканирования. Кроме того, контактные методики практически плохо подходят для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты.

Помимо получения изображений рельефа поверхности, с помощью атомно-силовых микроскопов можно изучать особенности локального силового взаимодействия зонда с поверхностью и на основании получаемых результатов судить о свойствах поверхности различных образцов. С этой целью снимаются так называемые кривые подвода зонда к поверхности и кривые отвода. Фактически изучаются зависимости величины изгиба кантилевера  $\Delta Z$  (силы взаимодействия зонда с поверхностью) от координаты  $z$  при сближении зондового датчика и образца. Аналогичные измерения проводятся при удалении зонда от поверхности. При приближении к поверхности образца зонд попадает в область действия сил притяжения. Это вызывает изгиб кантилевера в направлении к поверхности. В этой области может наблюдаться явление скачка зонда к поверхности, обусловленное наличием большого градиента сил притяжения вблизи поверхности. Для потенциала типа Леннарда — Джонса область больших градиентов силы притяжения составляет  $Z^* \sim 1$  нм. Для наблюдения эффекта скачка зонда к поверхности необходимо, чтобы жесткость выбранного кантилевера была меньше, чем максимум производной силы по координате  $z$ . При дальнейшем сближении зондового датчика и образца зонд начинает испытывать отталкивание со стороны поверхности и кантилевер изгибается в другую сторону. Наклон кривой  $\Delta Z = f(z)$  на этом участке определяется упругими свойствами образца и кантилевера. Если взаимодействие зонда и образца абсолютно упругое, то зависимость изгиба кантилевера от расстояния до поверхности, регистрируемая на обратном ходе, совпадает с зависимостью, получаемой на прямом ходе. Для пластичных образцов, таких как пленки

органических материалов, биологические структуры и др., а также для образцов, на поверхности которых находятся адсорбированные слои различных материалов, кривые  $\Delta Z = f(z)$  имеют более сложный характер. В этом случае на вид зависимости существенное влияние оказывают эффекты капиллярности. При подводе зондового датчика к образцу происходит смачивание зонда жидкостью, содержащейся на поверхности образца. При этом на границе контакта зонда с жидкостью формируется мениск. На зонд, погруженный в жидкость, действует дополнительная сила поверхностного натяжения. Это приводит к тому, что при отводе зондового датчика точка отрыва кантилевера от поверхности такого образца смещается в область больших  $Z$ .

На рис. 6 схематически показаны кривые подвода — отвода для упругого образца в вакууме и образца, содержащего на поверхности слой жидкости. В последнем случае на зависимостях наблюдается гистерезис.

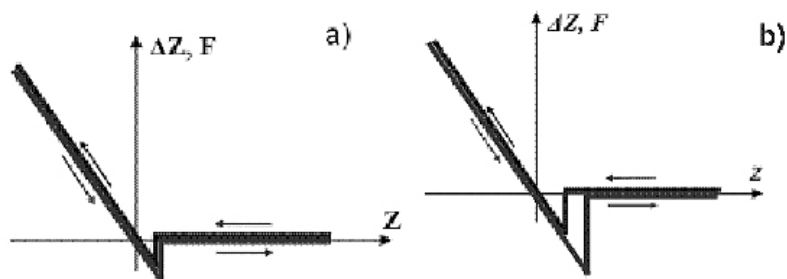


Рис. 6. Схематическое изображение кривых подвода и отвода зонда для случаев «чистого» упругого образца (а), и образца, на поверхности которого имеется адсорбированный слой жидкости (б)

Таким образом, по виду зависимостей  $\Delta Z = f(z)$  можно судить о характере взаимодействия зонда с поверхностью, исследовать локальную жесткость в различных точках образца, изучать распределение сил адгезии на поверхности образцов.

Для получения зависимостей  $\Delta Z = f(z)$  при работе кантилевера в контактном режиме применяются специальные системы

управления АСМ. Как правило, система управления состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Цифровая часть содержит в основном цифро-аналоговые (ЦАП) и аналого-цифровые (АЦП) преобразователи. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП-Х и ЦАП-У служат для формирования строчных и кадровых разверток. Из сказанного ясно, что система управления должна содержать петлю обратной связи (ОС). Петля обратной связи обычно состоит из фотодиода, предварительного усилителя, конструктивно расположенного в измерительной головке АСМ, схемы сравнения, высоковольтного усилителя и пьезопреобразователя, регулирующего величину изгиба кантилевера, а следовательно, силу взаимодействия зонда с поверхностью. В системе также имеются электронные ключи, предназначенные для ее конфигурирования.

Перед началом работы оператор юстирует оптическую схему системы регистрации отклонения кантилевера таким образом, чтобы ток с различных секторов фотодиода был равным, а его величина максимальной. Затем устанавливается напряжение, пропорциональное рабочему значению отклонения кантилевера  $\Delta Z$ , которое будет поддерживаться постоянным системой обратной связи. После этого включается система сближения зонда и образца. При этом управляющее напряжение подается на двигатель перемещения по вертикали, обычно шаговый пьездвигатель. В начальном состоянии напряжение в петле обратной связи (пропорциональное разности токов между вертикальными секторами фотодиода) меньше, чем значение, установленное оператором, и сканер максимально вытянут в направлении зонда. При подходе образца к зонду кантилевер изгибается, появляется разностный ток с фотодиода, и система сближения переходит к процедуре точной установки образца. В этом режиме происходит дальнейшее движение образца к зонду с помощью двигателя и одновременное отодвигание его с помощью сканера (ОС поддерживает постоянным изгиб кантилевера) до тех пор, пока плоскость поверхности образца не достигнет положения, соответствующего середине динамического диапазона перемещений сканера. После этого микроскоп готов к работе.

## **Колебательные методики в атомно-силовой микроскопии**

Для исследования мягких и пластичных образцов часто применяются колебательные АСМ-методики, основанные на регистрации параметров взаимодействия колеблющегося кантилевера с поверхностью. Данные методики позволят существенно уменьшить механическое воздействие зонда на поверхность в процессе сканирования. Кроме того, развитие колебательных методик существенно расширило арсенал возможностей АСМ по измерению различных свойств поверхности. Как упоминалось ранее, колебательные методики реализуются в полуконтактном и бесконтактном режимах. В бесконтактном режиме кантилевер совершает вынужденные колебания с малой амплитудой порядка 1 нм. Источником колебаний обычно является пьезовибратор, на котором закрепляется основание кантилевера. При приближении зонда к поверхности на кантилевер со стороны образца начинает действовать дополнительная сила  $F_{PS}$ . При ван-дер-ваальсовом взаимодействии это соответствует той области расстояний между зондом и образцом, где действует сила притяжения. Если зонд АСМ находится на расстоянии  $z_0$  от поверхности, то в случае малых колебаний можно записать:

$$F_{PS} = F_{PS0} + \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \cdot z(t) \quad (4)$$

Это приведет к тому, что в правой части уравнения, описывающего вынужденные колебания кантилевера в диссипативной среде, появятся дополнительные слагаемые. Следствием появления этих слагаемых будут изменения амплитудно-частотных и фазо-частотных характеристик системы. Однако реально эти изменения будут не слишком велики. Поэтому регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый «полуконтактный» режим колебаний кантилевера (иногда его называют прерывисто-контактный, а в иностранной литературе — «intermittent contact» или «tapping mode» режимы).

При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10–100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния (рис. 7)).

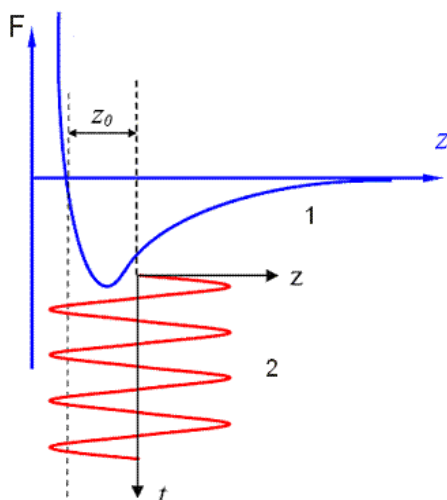


Рис. 7. Зависимость смещения кантилевера от времени в полуконтактном режиме — 2. Кривая 1 — зависимость силы взаимодействия кантилевера с поверхностью от расстояния

Взаимодействие кантилевера с поверхностью в «полуконтактном» режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности. Теория «полуконтактного» режима является весьма сложной, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима: амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически

взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

Сдвиг по фазе между колебаниями возбуждающего пьезоэлектрического вибратора и установившимися колебаниями кантилевера можно оценить, если рассмотреть процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, должна быть в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Таким образом, фазовый сдвиг колебаний кантилевера в «полуконтактном» режиме определяется энергией диссипативного взаимодействия зонда с поверхностью образца.

Формирование АСМ-изображения поверхности в режиме колебаний кантилевера происходит следующим образом. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте  $\omega$  (близкой к резонансной частоте кантилевера) с амплитудой  $A_\omega$ . При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне  $A_0$ , задаваемом оператором ( $A_0 < A_\omega$ ). Напряжение в петле обратной связи (на  $z$ -электроде сканера) записывается в память компьютера в качестве АСМ-изображения рельефа поверхности. Одновременно при сканировании образца в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывается в виде распределения фазового контраста.

## **Основы электросиловой и магнитно-силовой микроскопии**

### ***Электросиловая микроскопия***

Электросиловая микроскопия основана на регистрации сил электрического взаимодействия между зондом и образцом для получения информации о свойствах поверхности. В ней используются зондовые датчики, у которых зонды имеют проводящее покрытие, а образцы содержат достаточно тонкий слой изучаемого материала на хорошо проводящей подложке. Между

зондом и образцом подается постоянное смещение  $U_0$  и переменное напряжение  $U_- = U_1 \cdot \sin(\omega t)$ . Если тонкий слой на подложке представляет собой полупроводник или диэлектрик, то локальный потенциал поверхности образца отличается от потенциала подложки, так что существует распределение потенциала  $\varphi(x, y)$ . Напряжение между зондом и поверхностью образца можно представить в виде

$$U = U_0 + U_1 \sin(\omega t) - \varphi(x, y) \quad (5)$$

Система «зонд — образец» обладает некоторой электрической емкостью  $C$ , так что энергия такой системы может быть представлена в следующем виде:

$$E = \frac{CU^2}{2} \quad (6)$$

Z-компонента электрической силы взаимодействия зонда и образца в этом случае равна

$$F_z = -\frac{\partial E}{\partial z} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \quad (7)$$

Подставляя (5) в (7), можно убедиться, что сила взаимодействия имеет три составляющие:

постоянную составляющую

$$F_{z(\omega=0)} = -\left\{ \frac{1}{2} \left( (U_0 - \varphi(x, y))^2 + \frac{1}{2}U_1^2 \right) \right\} \times \frac{\partial C}{\partial z}; \quad (8)$$

составляющую на частоте  $\omega$

$$F_{z(\omega)} = -[(U_0 - \varphi(x, y)) \cdot U_1 \sin(\omega t)] \times \frac{\partial C}{\partial z}; \quad (9)$$

составляющую на частоте  $2\omega$

$$F_{z(2\omega)} = \left\{ \frac{1}{4}U_1^2 \cos(2\omega t) \right\} \times \frac{\partial C}{\partial z}. \quad (10)$$

Регистрация амплитуды колебаний кантилевера на частоте  $2\omega$  позволяет исследовать распределение вдоль поверхности величины  $C'_z(x, y)$  — производной от емкости по координате  $z$ . С помощью этого метода можно изучать локальные диэлект-



рические свойства приповерхностных слоев образцов. Для получения высокого разрешения в данной методике необходимо, чтобы электрическая сила в системе «зондовый датчик — образец» определялась в основном взаимодействием между зондом и поверхностью. Сила взаимодействия зонда с поверхностью на основе простой модели плоского конденсатора может быть представлена в виде

$$F_{ps} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{\pi R^2}{h^2}, \quad (11)$$

где  $\alpha$  — постоянная величина,  $R$  — характерный радиус закругления кончика зонда,  $h$  — расстояние «зонд — поверхность» (или толщина пленки диэлектрика на проводящей подложке). Типичные значения  $h$  составляют примерно 10 нм.

Поскольку сама величина  $\frac{\partial C}{\partial z}$  зависит от расстояния «зонд — образец», для исследования диэлектрических свойств образцов применяется двухпроходная методика. В каждой строке сканирования производится следующая процедура. На первом проходе с помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте, близкой к резонансной частоте  $\omega_0$ , и снимается АСМ-изображение рельефа в полуконтактном режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние  $z_0$ , между зондом и образцом подается переменное (на частоте  $\omega = \omega_0$ ) напряжение, и осуществляется повторное сканирование. На втором проходе датчик движется над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф образца.

Таким образом, итоговый ЭСМ-кадр представляет собой двумерную функцию  $C'_z(x, y)$ , характеризующую локальные диэлектрические свойства образца.

Поскольку в процессе сканирования локальное расстояние между зондовым датчиком и поверхностью в каждой точке постоянно, изменения амплитуды колебаний кантилевера на частоте  $2\omega$  будут связаны с изменением емкости системы «зонд — образец» вследствие изменения диэлектрических свойств образца. Регистрация сигнала на частоте  $\omega$  позволяет изучать распределение поверхностного потенциала  $\phi(x, y)$  (так называемый

метод Кельвина). Для этого при сканировании образца на втором проходе в каждой точке производится следующая процедура. С помощью перестраиваемого источника постоянного напряжения подбирается величина  $U_0$  таким образом, чтобы амплитуда колебаний кантилевера на частоте  $\omega$  становилась равной нулю. Это происходит в том случае, если выполняется равенство  $U_0 = \varphi(x, y)$  в данной точке поверхности.

### **Магнитно-силовая микроскопия**

Магнитно-силовой микроскоп (МСМ) предназначен для исследования локальных магнитных свойств образцов. Этот прибор представляет собой атомно-силовой микроскоп, у которого зонд покрыт ферромагнитным материалом с определенной удельной намагниченностью.

В общем случае описание взаимодействия зонда МСМ с полем образца  $\mathbf{H}(\mathbf{r})$  представляет собой достаточно сложную задачу. В качестве простейшей модели можно рассмотреть МСМ-зонд в виде одиночного магнитного диполя, характеризующегося магнитным моментом  $\mathbf{m}$ . Потенциальная энергия такой системы равна

$$w = -(\vec{m} \vec{H}) \quad (12)$$

В поле  $\mathbf{H}$  на магнитный диполь действует сила

$$\vec{f} = -\text{grad}(w) = \vec{\nabla}(\vec{m} \vec{H}) \quad (13)$$

и момент сил, равный

$$\vec{N} = [\vec{m} \vec{H}] \quad (14)$$

В однородном магнитном поле сила  $\mathbf{f} = 0$ , так что на диполь действует лишь момент сил, который разворачивает магнитный момент  $\mathbf{m}$  вдоль поля. В неоднородном поле диполь втягивается в область с большей напряженностью  $\mathbf{H}$ . В общем случае магнитный момент зонда МСМ можно представить как суперпозицию диполей вида

$$\vec{M}(\vec{r}) dV,$$

где  $\mathbf{M}$  — удельная намагниченность магнитного покрытия,  $dV$  — элементарный объем.

Тогда полная энергия магнитного взаимодействия зонда и образца может быть представлена в следующем виде:

$$W_{\text{маг}} = - \int_{V_p} \vec{M}(\vec{r}') \cdot \vec{H}(\vec{r} + \vec{r}') dV' \quad (15)$$

Здесь  $\vec{r}$  — радиус-вектор начала системы координат, связанной с острием зонда в лабораторной системе,  $\vec{r}'$  — радиус-вектор данного диполя в системе координат, связанной с острием зонда. Интегрирование проводится по магнитному слою зонда.

Отсюда сила взаимодействия зонда с полем образца равна

$$\vec{F} = - \text{grad} (W_{\text{маг}}) = \int_{V_p} \vec{\nabla} (\vec{M} \vec{H}) dV' \quad (16)$$

Соответственно Z-компонента силы:

$$F_z = - \frac{\partial W_{\text{маг}}}{\partial z} = \int_{V_p} \left( M_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + M_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + M_z \frac{\partial H_z}{\partial z} \right) dV' \quad (17)$$

Для получения МСМ-изображений образцов применяются квазистатические и колебательные методики. В квазистатических режимах магнитно-силовые изображения поверхности образцов, имеющих слабо развитый рельеф поверхности, получаются при сканировании в тех случаях, когда зондовый датчик перемещается над образцом на некотором расстоянии  $h = \text{const}$ . При этом величина изгиба кантилевера, регистрируемая оптической системой, записывается в виде изображения  $F(x, y)$ , представляющего собой распределение магнитного взаимодействия зонда с образцом.

Для магнитно-силовых исследований образцов с сильно развитым рельефом поверхности применяется двухпроходная методика. При этом в каждой строке сканирования производится следующая процедура. На первом проходе регистрируется атомно-силовое изображение рельефа поверхности в контактном или «полуконтактном» режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние  $z_o$  и осуществляется повторное сканирование. Расстояние  $z_o$  выбирается таким образом, чтобы сила Ван-дер-Ваальса была меньше силы магнитного взаимодействия. На втором проходе датчик перемещается над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф образца. Поскольку

в этом случае локальное расстояние между зондовым датчиком и поверхностью в каждой точке постоянно, изменения изгиба кантилевера в процессе сканирования будут связаны с неоднородностью магнитных сил, действующих на зонд со стороны образца. Таким образом, итоговый МСМ-кадр представляет собой двумерную функцию  $F(x,y)$ , характеризующую распределение силы магнитного взаимодействия зонда с образцом.

По сравнению с квазистатическими методиками колебательные методики в магнитно-силовой микроскопии позволяют реализовать большую чувствительность и получать более качественные МСМ-изображения образцов. Так же как и в случае колебательных АСМ-измерений, наличие градиента силы приводит к изменению резонансной частоты и к сдвигу амплитудно-частотных и фазо-частотных характеристик системы «зонд — образец». Данные изменения резонансных свойств системы используются для получения информации о неоднородном распределении намагниченности на поверхности образцов. В случае магнитного взаимодействия зонда с поверхностью сдвиг резонансной частоты колеблющегося кантилевера будет определяться производной по координате  $z$  от величины  $F_z$  :

$$F'_z = \frac{\partial F_z}{\partial z} = \int_{V_p} \vec{M}(\vec{r}') \frac{\partial^2}{\partial z^2} \vec{H}(\vec{r} + \vec{r}') dV' \quad (18)$$

Или в покомпонентном виде:

$$F'_z = \frac{\partial F_z}{\partial z} = \int_{V_p} \left( M_x \frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} + M_y \frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} + M_z \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} \right) dV \quad (19)$$

Для получения МСМ-изображений поверхности в колебательных режимах также используются двухпроходные методики. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте  $\omega$  **вблизи резонанса. На первом проходе** в «полуконтактном» режиме записывается рельеф поверхности. На втором проходе зондовый датчик движется над образцом по траектории, соответствующей рельефу, так что расстояние между ним и поверхностью в каждой точке равно величине  $z_0 = const$ , определяемой оператором. МСМ-изображение формируется посредством регистрации изменений амплитуды или фазы колебаний канти-

левера. Амплитуда и фаза колебаний кантилевера могут быть представлены (при условии, что вариации  $F'_z$  вдоль поверхности невелики) следующим образом:

$$A(F'_z) = A(F'_{z0}) + A'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z, \quad (20 \text{ а})$$

$$\varphi(F'_z) = \varphi(F'_{z0}) + \varphi'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z \quad (20 \text{ б})$$

Тогда изменения амплитуды и сдвиг фазы колебаний, связанные с вариациями градиента силы, будут равны

$$\Delta A = A(F'_z) - A(F'_{z0}) = A'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z, \quad (21 \text{ а})$$

$$\Delta \varphi = \varphi(F'_z) - \varphi(F'_{z0}) = \varphi'_{F'_z}(F'_z) \Big|_{F'_{z0}} \Delta F'_z \quad (21 \text{ б})$$

Коэффициенты перед  $\Delta F'_z$  определяют чувствительность амплитудного и фазового методов измерения. Максимум чувствительности достигается при вполне определенных частотах возбуждения кантилевера. Поэтому в конечном итоге контраст на МСМ-изображениях связан с распределением намагниченности в образце.

*Системы управления АСМ, ЭСМ, МСМ для колебательных методик обычно строятся следующим образом.* В схему управления входят электронные ключи, которые управляются напряжениями с выходного регистра и служат для конфигурирования системы управления. В схему входит также генератор, который формирует гармонические сигналы для возбуждения колебаний кантилевера. Величина амплитуды и значение частоты сигнала генератора задаются с помощью двухканального ЦАП. Механические колебания кантилевера возбуждаются с помощью пьезовибратора. Амплитуда и фаза этих колебаний детектируются с помощью синхронного детектора.

На первом этапе измеряются амплитудно-частотная (АЧХ) и фазо-частотная (ФЧХ) характеристики кантилевера в свободном состоянии (далеко от поверхности). Для этого соответствующий электронный ключ замыкается, и синусоидальное напряжение с генератора подается на пьезовибратор и одновременно в качестве опорного напряжения на синхронный детектор. Колебания кантилевера приводят к тому, что ток фотодиода будет содержать

переменную составляющую на частоте возбуждения. С помощью ЦАП-генератора формируется пилообразное управляющее напряжение, которое перестраивает частоту генератора в выбранном оператором диапазоне. Напряжение с фотодиода усиливается предварительным усилителем и подается на синхронный детектор. Амплитуда и фаза сигнала (синхронно с напряжением ЦАП-генератора) записываются с помощью АЦП в память компьютера. Затем АЧХ- и ФЧХ-характеристики визуализируются на экране монитора средствами компьютерной графики.

АСМ-изображения поверхности в бесконтактном и «полуконтактном» режимах колебаний кантилевера формируются следующим образом. С помощью генератора задается частота вынужденных колебаний кантилевера вблизи резонанса. Амплитуда этих колебаний детектируется с помощью синхронного детектора, и напряжение  $U$ , пропорциональное амплитуде, поступает на вход схемы сравнения. На другой вход схемы сравнения подается задаваемое оператором напряжение  $U_0$ , соответствующее амплитуде колебаний, которую должна поддерживать система обратной связи ( $U_0 < U$ ). При замыкании петли обратной связи сканер будет подвигать образец к зонду до тех пор, пока амплитуда колебаний кантилевера не уменьшится настолько, что напряжение  $U$  станет равным  $U_0$ . При сканировании образца амплитуда колебаний поддерживается на заданном уровне и управляющее напряжение в цепи обратной связи записывается в качестве АСМ-изображения в памяти компьютера. Как было показано, амплитуда колебаний изменяется за счет сдвига АЧХ, обусловленного градиентом силы взаимодействия зонда с поверхностью. Поэтому АСМ-изображение, получаемое при сканировании образца в режиме постоянной амплитуды колебаний кантилевера, представляет собой поверхность постоянного градиента силы, которая, в отсутствие электрических и магнитных взаимодействий, определяется силами Ван-дер-Ваальса и с большой точностью совпадает с рельефом поверхности. Одновременно с рельефом поверхности часто регистрируют фазу колебаний кантилевера. Это позволяет строить АСМ-изображения фазового контраста и анализировать упругие свойства поверхности при «полуконтактном» режиме колебаний кантилевера.

Исследования магнитных образцов проводятся с помощью специальных зондов с магнитным покрытием. Для получения магнитных изображений применяется двухпроходная методика. В каждой строке сканирования на первом проходе регистрируется рельеф поверхности в «полуконтактном» режиме колебаний кантилевера. На втором проходе обратная связь разрывается, и при сканировании с помощью соответствующего ЦАП зондовый датчик проводится над образцом на некоторой высоте по траектории, повторяющей рельеф данного участка поверхности. Поскольку среднее расстояние между зондом и образцом в каждой точке постоянно, изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера будут связаны только с изменением градиента магнитной силы, действующей между зондом и поверхностью.

Использование проводящих зондов позволяет исследовать локальные электрические свойства образцов методом ЭСМ. В этом случае переменное напряжение с генератора и постоянное напряжение с ЦАП опорного напряжения суммируются и подаются на зонд. Образец заземляется с помощью электронного ключа. Колебания кантилевера возбуждаются под действием периодической электрической силы между зондом и образцом. Амплитуда и фаза колебаний на частоте возбуждения и на удвоенной частоте детектируются с помощью синхронного детектора. При исследовании неоднородностей электрического взаимодействия зонда с образцом также применяются двухпроходные методики. На первом проходе регистрируется рельеф данного участка поверхности. На втором проходе зондовый датчик движется по траектории, соответствующей рельефу, на некотором расстоянии над поверхностью. При этом изменение амплитуды сигнала с фотодиода на удвоенной частоте записывается в память компьютера как распределение производной электрической емкости системы «зонд — образец»  $C'_z(x,y)$ . Для определения локального потенциала поверхности методом Кельвина в каждой точке сканирования постоянная составляющая напряжения изменяется с помощью ЦАП опорного напряжения до тех пор, пока амплитуда колебаний на частоте возбуждения (анализируемая компьютером) не станет равной нулю. Соответствующее данному условию напряжение записывается в память для формирования файла распределения поверхностного потенциала  $\phi(x,y)$ .

## Порядок выполнения работ в режиме атомно-силовой микроскопии на микроскопе СММ-2000

### *Установка кантилеверов на АСМ-столике*

В комплект микроскопа СММ 2000 входят предназначенные для работы в контактном режиме кантилеверы фирмы Veeco, США марки MSCT-AUHV или MSCT-AUNM. Они имеют пять консолей с одной стороны и одну консоль с другой стороны (см. рис. 8). Чем жёстче кантилевер, тем он сильнее прижимается к образцу и точнее описывает его рельеф, но увеличение жесткости кантилевера предполагает использование более жёстких образцов. Все консоли, за исключением балки В, являются V-образными. Балки характеризуются следующими значениями длины и жесткости: А — 180 мкм, 0,05 Н/м; В — 200 мкм, 0,02 Н/м; С — 320 мкм, 0,01 Н/м; D — 220 мкм, 0,03; Е — 140 мкм, 0,1 Н/м; F — 85мкм, 0,5Н/м.

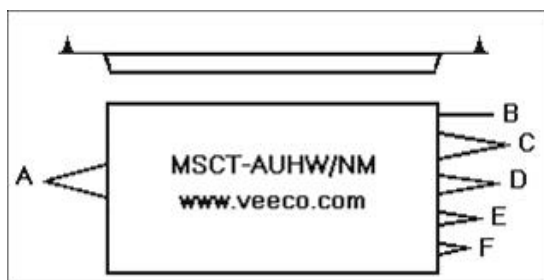


Рис. 8. Схематичное изображение кантилеверов MSCT-AU

В большинстве случаев в микроскопе СММ-2000 у кантилеверов MSCT-AUHV(NM) **используется балка А, а также балки С и D.** Балка В тоже может быть использована, но образцах с минимально развитым рельефом, т. к. она является I-образной и испытывает кручение при попадании её острия на боковые склоны объектов, из-за чего форма объектов искажается. Остальные балки практически не используются ввиду их малой длины



и связанных с этим трудностей в получении достаточно больших отклонений лазерного луча.

Для установки кантилевера на столик необходимо перевернуть АСМ-столик и положить его на мягкую прокладку (поролон или пористая резина толщиной 2–5 мм) полированными ножками вверх и открутить винт под треугольной пружиной, прижимающей кантилеверы (рис. 9) до тех пор, пока конец пружины не приподнимется над кантилевером на 0,3–0,5 мм.

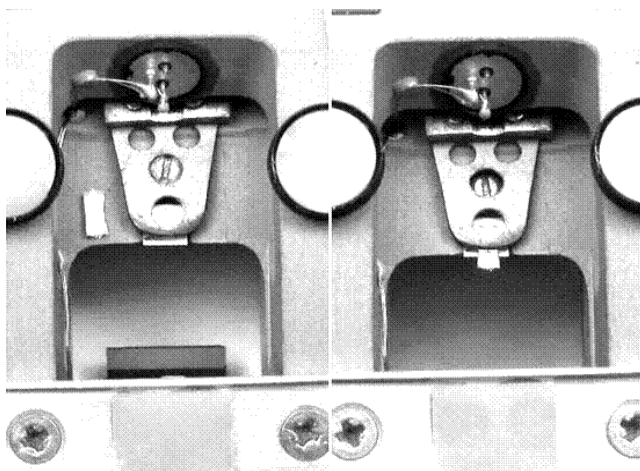


Рис. 9. Последовательность установки кантилевера под пружину на АСМ-столике. Слева кантилевер находится на площадке, справа — винт отжат и кантилевер помещен под пружину

Чистым пинцетом взять новый кантилевер и положить его зондами вверх на площадку АСМ-столика рядом с пружиной зажима кантилевера. Далее необходимо поместить кантилевер под пружину, не приподнимая его, так чтобы не обломить зонды с той стороны, которая заходит под пружину. Кантилевер надо разместить так, чтобы балки, находящиеся под пружиной, оказались примерно в центре отверстия в пружине. После установки кантилевера под пружиной надо закрутить отжимающий её винт, пока он не дойдет до конца. Винт вращается сначала с усилием, пока головка винта не отойдет от пружины. В этот момент пружина

зажмет кантилевер и далее винт вращается свободно, пока не дойдет до конца. В конце с небольшим усилием следует зафиксировать винт, чтобы он не перемещался при сканировании.

*Кантилеверы являются достаточно дорогими изделиями, изготавливаемыми методами современной нанотехнологии. Поэтому необходимо знать основные причины, по которым они могут выходить из строя.*

Повреждение балок кантилевера происходит достаточно редко. В основном это обусловливается неосторожными или неправильными действиями оператора при установке кантилевера на АСМ-столик. Повреждения и поломки балок могут происходить также во время подвода кантилевера к образцу при неправильной настройке АСМ-столика или неправильном закреплении образца, таком, что зонд при сканировании попадает на край образца. При попадании образца под прижимную пружину кантилевер, как правило, не ломается. Зонд может также получить повреждения и выйти из строя при сканировании образцов с сильно развитым рельефом, перепад высот и характерные латеральные размеры неровностей которого составляют несколько десятков нанометров. Попадание зонда на такие неровности при сканировании может просто привести к его отламыванию.

Основная же причина выхода из строя кантилевера — это загрязнение поверхности образца. Следует учитывать, что в «воздушных» микроскопах, каковым является и СММ-2000, на поверхности образца всегда есть слой адсорбированной жидкости. Если в этой жидкости имеются адсорбированные атомы, пылевые частицы, биологические объекты, то при сканировании происходит налипание на конец зонда всех этих загрязнений с образца. Из-за этого конец зонда уже не будет представлять собой часть сферической поверхности с радиусом 100–200 ангстрем, а будет являться некоторым комком, радиус кривизны которого может достигать единиц микрометров. Получаемые при этом кадры оказываются очень размытыми и характеризуются низким разрешением. Промывка образцов в органических растворителях, например в спирте или ацетоне, к положительным результатам не приводит. Образующаяся на поверхности образца при промывке

в органических растворителях плёнка загрязнений обычно имеет толщину в несколько сотен и даже тысяч ангстрем. Поэтому использовать такую промывку не следует, и при запылении образца лучше обдуть его поверхность сухим воздухом.

В АСМ-режиме, так же как и в СТМ-режиме, снизить влияние различных загрязнений помогает пассивация поверхности исследуемых образцов. Такую пассивацию можно осуществить с помощью магнетронного напыления тонкой плёнки из силицида вольфрама. При этом проще всего использовать в магнетроне вольфрамовую мишень с наклеенными проводящим клеем кусочками графита. Плёнка силицида вольфрама длительное время (более месяца) не окисляется, является сплошной и достаточно жёсткой (начиная с толщин 30–40 ангстрем), характеризуется малым средним размером зерен (около 5 ангстрем) и выравнивает заряд на поверхности образца благодаря достаточно высокой проводимости плёнки. Из-за малой толщины плёнки, гораздо меньшего радиуса закругления зондов кантилевера, и малой зернистости плёнки, не увеличивающейся со временем, не ухудшается разрешение. Все слабо связанные с поверхностью частицы и атомы, органические загрязнения и сами органические и биоорганические объекты закрываются этой плёнкой и не загрязняют зонды. Кроме того, из-за придания плёнкой жёсткости мягким органическим и биоорганическим объектам кантилевер не деформирует их и даёт менее искажённые из-за этого кадры. Если на поверхности образца имеются электрические домены (пьезокарамика, кварц), то из-за электростатических сил балка кантилевера может или отталкиваться с отрывом зонда от образца, или сильно притягиваться к образцу с опасностью разрушения кантилевера. Использовать АСМ-режим при исследовании таких образцов нельзя. Покрытие их проводящей плёнкой силицида вольфрама выравнивает электрические потенциалы на поверхности и позволяет использовать для исследования указанных образцов микроскоп, работающий как в СТМ-, так и в АСМ-режиме.

После установки кантилевера следует приступить к установке образца.

### ***Крепление образцов для работы в режиме АСМ***

Наиболее простым способом крепления образца является его наклеивание на двусторонний скотч, который входит в комплект поставки микроскопа. Наклеивать двусторонний скотч на держатель образца и снимать с него бумагу, защищающую его вторую (верхнюю) сторону, необходимо, когда держатель образца ещё не прикручен к сканеру, чтобы не прилагать каких-либо усилий к сканеру при этих операциях. Далее держатель надо прикрутить к сканеру и только после этого положить сверху и приклеить образец, слегка надавив на него вертикально вниз в нескольких точках по бокам образца. Образец желательно приклеивать так, чтобы та сторона, на расстоянии 1,5–2 мм от которой нужно исследовать образец, была расположена горизонтально к оператору и находилась на расстоянии 1–2 мм от центра держателя сканера. Это положение является оптимальным для исследования в АСМ-режиме, т. к. образец не должен заходить под пружину крепления кантилевера.

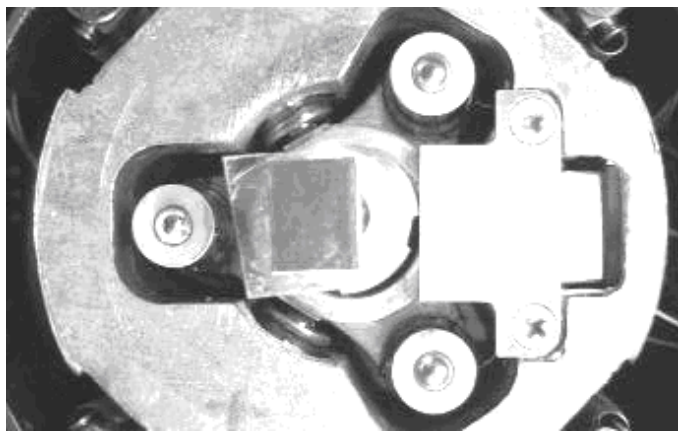


Рис. 10. Несимметричное закрепление образца на держателе для исследования в АСМ-режиме

При прикручивании держателя образца к сканеру, так же как и в случае СТМ, нельзя прилагать при этом боковых усилий к сканеру, т. к. он представляет собой тонкостенную хрупкую

пьезотрубку и может треснуть в основании. Держатель образца можно сначала положить винтом в выемку и потом начинать закручивать. В конце закрутки необходимо приложить небольшое дополнительное усилие. Таким образом обеспечивается надёжное сцепление держателя образца со сканером, необходимое для того, чтобы образец не перемещался относительно сканера при сканировании.

### ***Установка АСМ-столика***

После установки образца необходимо поднять ползун в максимально верхнее положение и проверить зазор между образцом и кантилевером на АСМ-столике. Для этого надо включить питание микроскопа включением окна управления микроскопом (SMM-2000N Control Panel), нажать на правую клавишу мыши и, удерживая её, щёлкнуть левой клавишей по кнопке «Park» в окне управления микроскопом. Микроскоп начнёт щёлкать, поднимая ползун. При этом надо следить за зазором между ползуном и стеклотекстолитовой планкой, ограничивающей его верхнее положение. Когда зазор становится минимальным (от 0,1 до 0,5 мм в разных микроскопах), надо остановить подъём кнопкой «Stop». В некоторых разновидностях микроскопа при достижении максимально верхнего положения подаётся короткий сигнал низкого тона и подъём останавливается автоматически. Если раздаётся длинный сигнал низкого тона и (или) ползун останавливается, нужно ещё раз повторить нажатие на кнопку «Park». После поднятия ползуна в максимально верхнее положение необходимо выключить микроскоп путём выхода из окна управления микроскопом (SMM-2000N Control Panel).

После поднятия ползуна надо установить АСМ-столик, опустив его двумя задними круглыми ножками на два задних шарика ползуна. Потом, контролируя расстояние между кантилевером и образцом, надо опустить столик передней частью на передний шарик ползуна. Зазор между кантилевером и образцом при поднятом ползуне должен составлять 0,3–1 мм (максимум 1,5 мм). Если указанные расстояния достигнуты, образец можно считать установленным.

Если зазор между кантилевером и образцом составляет более 1,5 мм, необходимо приподнять образец. Для этого надо снять столик, открутить держатель образца, снять с него образец и обязательно убрать скотч. Далее новым двусторонним скотчем следует приклеить к держателю образца промежуточную шайбу толщиной чуть меньше начального зазора между образцом и кантилевером. Затем на эту шайбу надо приклеить двусторонний скотч и снять с него бумагу, защищающую верхнюю сторону. После этого следует прикрутить держатель на сканер, положить сверху и снова приклеить образец. После этого следует установить АСМ-столик, как это было описано выше. При этом разъём от столика следует поместить за пределы окна микроскопа на покрашенную поверхность,

После установки столика можно взять разъём от столика (рукой или пинцетом) и воткнуть его в гнездо справа спереди в окне микроскопа. Белую точку на разъёме необходимо совместить с белой точкой на гнезде. Если разъём будет подключен неправильно, микроскоп работать не будет (не будет работать полупроводниковый лазер), но электроника микроскопа не пострадает. Затем следует проследить, чтобы пружинка-проволочка, идущая от разъёма, не была натянута или сжата, т. к. она в этом случае будет смещать столик относительно образца. Пружинку-проволочку можно слегка деформировать рукой или пинцетом. делать это следует осторожно, т. к. неосторожное обращение с пружинкой из пяти проводков, питающей АСМ-столик, может привести к её повреждению.

После установки столика надо поводить его в горизонтальной плоскости, не нажимая на столик сверху вниз во избежание проскальзывания ползуна вниз, и установить кантилевер над нужным местом на образце. Для визуального контроля положения кантилевера следует использовать микроскоп МБС-10. При этом образец не должен заходить под прижимающую кантилевер пружину, т. к. в этом случае кантилевер не будет касаться образца. Для осуществления визуального контроля положения образца следует оставлять небольшой зазор между краем образца и той стороной окна в АСМ-столике, из-под которой выходит кантилевер.

### ***Настройка оптической системы АСМ-столика***

Настройку оптической схемы АСМ-столика можно проводить с помощью вспомогательного экрана. Для этого надо вырезать небольшую полоску белой бумаги шириной 12–14 мм и длиной 50–70 мм и поместить ее под оси на АСМ-столике, прикрыв фотодиод на столике (рис. 11).

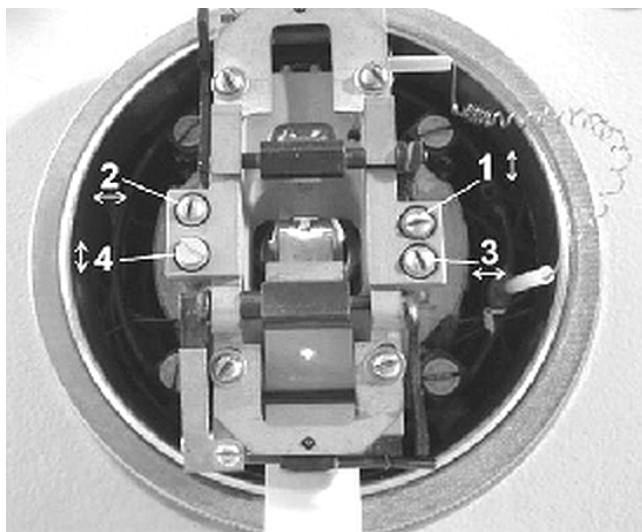


Рис. 11. Вид установленного, включенного и настроенного АСМ-столика со вспомогательным экраном

На полученном экране можно достаточно четко наблюдать отраженный от кантилевера луч лазера. Луч лазера, пройдя через фокусирующие линзы в теле АСМ-столика, сначала попадает на первое зеркало, которое поворачивается в вертикальной оси рычажком от винта 2. Далее луч идёт на второе зеркало, которое поворачивается в горизонтальной оси рычажком от винта 1, и далее попадает на обратную относительно игловок сторону кантилевера, покрытую золотом для наилучшего отражения света. Фокус лазера настроен не на самой балке кантилевера, а примерно в 0,5 мм от неё. Из-за этого, во-первых, на область балок

кантилевера падает достаточно широкий пучок света от лазера и, во-вторых, отразившийся от балки пучок расходится, имея центром расхождения мнимый фокус в 0,5 мм дальше балки, где бы луч сфокусировался при отсутствии балки. В результате на бумажке-экране, находящейся примерно в 50 мм от кантилевера, возникает увеличенное примерно в 100 раз изображение балок кантилевера, хорошо просматриваемое глазом и без какой-либо оптики или видеосистем. Отражённый от балки кантилевера свет проходит также два зеркала: одно поворотное в горизонтальной оси (винт 4) и второе поворотное в вертикальной оси (винт 3) — и попадает на четырёхсекционный фотодиод или на закрывающую его бумажку-экран.

Первая операция при настройке оптической системы АСМ-столика — это наведение луча от лазера на нужную балку на кантилевере. Для этого винтом 1 сначала надо перевести луч лазера на тело АСМ-столика, т. е. увести луч лазера от балок кантилевера сначала на тело кантилевера, а потом ещё на 0,5 мм дальше, на тело АСМ-столика.

Вращать винты на АСМ-столике следует, придерживая столик от смещения вбок и поворота, но не оказывая на него существенного давления, чтобы ползун не сместился вниз и кантилевер при этом не «въехал» в образец. Кроме того, не следует также давить отвёрткой и на винты во избежание того же смещения ползуна вниз. Желательно не давить отвёрткой на дно паза винта, а крутить винт касанием отвёртки боковых стенок паза.

Следует подчеркнуть, что питание лазера подводится к нему непосредственно от компьютера и не выключается при выключении окна управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel». Это сделано для возможности настройки столика без включения всех остальных цепей питания микроскопа. Но из-за того, что лазер имеет ограниченный 1 000 часами режим одномодовой работы (после этого он переходит в многомодовый режим и постепенно гаснет), необходимо после сканирования в АСМ-режиме снимать столик и обрабатывать полученные кадры без него.

Винтом 2 после этого надо поводить лучом лазера по телу кантилевера и установить его примерно по центру кантилеве-



ра, чтобы при дальнейшем перемещении луча к балкам-консолям он попал примерно на балки А или D. Так как самая длинная V-образная балка С у кантилеверов MSCT-AUHV(NM) находится немного левее центра, можно винтом 2 установить луч не на центр, а немного левее, с тем расчётом, чтобы луч попал на эту консоль при дальнейшем его перемещении в сторону балок.

Далее с помощью вращения винта 1 надо вести луч лазера в сторону балок, следя за экраном. Когда луч подойдет к краю тела кантилевера, отражение от этого края даст горизонтальное «зарезо» на экране. При дальнейшем смещении луча, когда он попадёт на них, над «зарезом» на экране возникнут одна или 2–3 «звёздочки». Это отражения от балок кантилевера. Если продолжать вращать винт 1 в том же направлении, «звёздочки» и «зарезо» исчезнут, т. к. луч уйдёт дальше них. Тогда надо повернуть винт 1 в обратную сторону и добиться нахождения на экране одной — двух «звёздочек».

Целесообразно в первую очередь навести луч сначала на балку С. Если «звёздочка» от этой балки будет находиться не в центре всего пятна отражения, надо постараться перевести её в этот центр, вращая винт 2. После этого нужно, вращая винт 1 в одну и другую сторону, добиться наиболее яркого и хорошо сфокусированного пятнышка.

Четыре секции фотодиода, каждая размером 1 × 1 мм, в микроскопе СММ-2000 попарно объединены. Объединены попарно две верхних секции и две нижних секции соответственно. При таком соединении итоговым сигналом от фотодиода будет разность между суммарными фототоками двух верхних и двух нижних секций. Поэтому для того, чтобы сигнал от перемещения отражения от балки был сильным, надо, чтобы эта «звёздочка» была не слишком большой по высоте. Тогда, если отраженный свет будет попадать в центр фотодиода, смещение «звёздочки» будет приводить одновременно к уменьшению интенсивности света на одной паре и к увеличению интенсивности на второй паре фотодиода. Итоговый разностный сигнал будет при этом в два раза больше, чем изменения яркости на каждой паре в отдельности.

Так как от фотодиода берётся разностный сигнал с почти одинаковых его площадей, общая засветка от комнатного света в первом приближении вполне допустима, т. к. вычитается сама из себя. Однако при необходимости получения повышенного разрешения желательно внешнюю засветку свести к минимуму.

После получения нужной формы «звёздочки» — отражения от балки — её нужно направить примерно в центр фотодиода. Для этого экран-бумажку немного вынимают так, чтобы он заслонял только половину фотодиода. Винтом 3 перемещают «звёздочку» примерно в центр в горизонтальном направлении. Высокой точности в положении «звёздочки» добиваться не надо, т. к. для сигнала из-за попарного объединения верхних и нижних секций фотодиода безразлично, в каком месте по горизонтали «звёздочка» будет пересекать среднюю горизонтальную линию фотодиода вверх или вниз. При горизонтальном нацеливании «звёздочки» на фотодиод важно лишь, чтобы на фотодиод попала наиболее яркая и узкая по вертикали часть «звёздочки».

После этого винтом 4 сдвигают «звёздочку» в вертикальном направлении так, чтобы половина «звёздочки» попала на экран-бумажку, граница которого совпадает с серединой фотодиода. Этого точно также делать не надо, т. к. более точная настройка этого вертикального «нацеливания» производится по числам на дисплее после включения АСМ-режима.

После ручной настройки АСМ-столика следует ещё раз проконтролировать его положение в горизонтальной плоскости относительно образца и скорректировать его в случае необходимости. АСМ-режим нечувствителен к электромагнитным помехам, поэтому крышку головки микроскопа можно не закрывать.

### ***Подготовка микроскопа СММ-2000 к сканированию в режиме АСМ***

Закончив ручную настройку АСМ-столика, надо включить режим АСМ и настроить АСМ-столик с помощью панели управления. Для этого включают окно управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel» и кнопками «Mode» в правой верхней части этого окна устанавливают «F»-режим АСМ (рис. 12).

Под надписью «Mode» вместо параметров СТМ-режима появляются параметры АСМ-режима. Следует пользоваться только двумя параметрами:  $F(nN)$  и  $F0(nN)$ . Поскольку измерения проводятся в контактной моде и в системе преобладают силы отталкивания, знак в параметре должен быть всегда «+». Остальные параметры не следует изменять, как это показано на рис. 12.

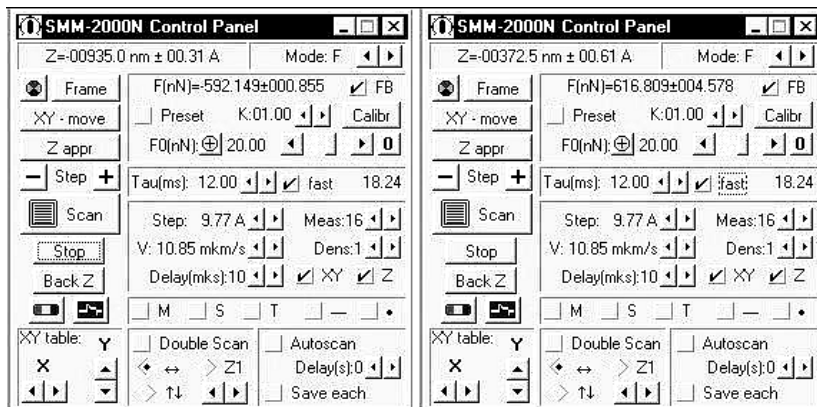


Рис. 12. Окно управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel» в режиме АСМ. Слева — состояние до подвода зонда (предварительно установлено значение  $F0 \sim 700$ ), справа — состояние сразу после подвода

Параметр  $F(nN)$  — это сигнал с фотодиода АСМ-столика, соответствующий углу изгиба нажимающего на образец кантилевера и силе нажима зонда на образец для конкретной балки определённой жёсткости.

Параметр  $F0(nN)$  — это смещение сигнала с фотодиода АСМ-столика, задаваемое оператором, которое при включённой кнопке «FB» (должна быть всегда включена) должно поддерживаться на постоянном уровне после подвода зонда к образцу. Это смещение соответствует определённому изгибу нажимающего на образец кантилевера и поддерживаемой на постоянном уровне силе нажима иглы на образец для конкретной балки определённой жёсткости. Обычно используют значения  $F0(nN)$  от 5 до 30. Чем меньше  $F0(nN)$ , тем меньше сила нажима на образец

и тем хуже будет отслеживание рельефа образца, однако эти малые значения  $F_0(nN)$  нужно использовать на образцах, не обладающих высокой твердостью.

После ручной настройки АСМ-столика значение  $F(nN)$  может находиться в любой точке своего диапазона примерно от  $-1\ 800$  до  $+1\ 800$ . Эти края диапазона соответствуют насыщению фотосигнала  $F(nN)$  при смещении «звёздочки» из центра фотодиода на расстояние около  $0,1$  мм. Так как визуально точно настроиться «звёздочкой» на центр нельзя, нужно ещё раз подстроить вертикальное нацеливание «звёздочки» на фотодиод по сигналу  $F(nN)$ . Для этого, придерживая АСМ-столик, сначала надо покрутить винт 4 в одну и другую сторону и найти по сигналу  $F(nN)$  точку перехода «звёздочки» через центр фотодиода. При этом  $F(nN)$  будет резко (за  $0,5$ – $2$  оборота винта) переходить из одного края диапазона в другой, примерно с  $+1\ 800$  на  $-1\ 800$ . Когда значение  $F(nN)$  будет превышать примерно  $+600$  ( $+700$ ) (при  $F_0(nN) = 20$ ), значение  $Z(nm)$ -координаты сканера в окне управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel» переключится также с «минус максимума» на «плюс максимум». Это значит, что работающая система поддержания постоянного уровня сигнала (в случае АСМ-силы нажима зонда  $F_0$ ) приняла изменение сигнала  $F(nN)$  как реальное изменение силы нажима больше некой заданной величины и старается уменьшить этот нажим, полностью отведя сканер вниз, от иглы. Это говорит о правильной работе системы поддержания постоянного уровня сигнала. Целесообразно при каждой настройке АСМ-столика это проверять.

После этого с помощью того же винта 4 надо установить значение  $F(nN)$  так, чтобы оно попадало в диапазон значений от  $-1\ 000$  до  $-400$ . Шум установленного сигнала  $F(nN)$  будет значительным из-за флуктуаций в воздухе. Вблизи образца воздух будет почти неподвижен («привязан к образцу»), и шум сильно уменьшится. Но вблизи образца луч лазера, попадающий на балки кантилевера, будет попадать и на образец. Отражаясь от образца, часть светового потока будет попадать на фотодиод, смещая его сигнал  $F(nN)$  в положительную область. Именно по этой причине следует устанавливать сигнал  $F(nN)$  до подвода

к образцу не в нуль, а немного в отрицательную область, чтобы не возникало необходимости подстраивать смещение этого сигнала вблизи образца при подводе зонда. Дополнительная подстройка винтов в АСМ-столике на этом заканчивается.

### ***Сканирование в АСМ-режиме***

Подвод зонда к образцу в АСМ-режиме осуществляется так же, как и в СТМ-режиме. Выбирается рамка (Frame или по имеющемуся кадру), делается нацеливание на первую точку кадра (XY move) и включается подвод (Zappr). Микроскоп начинает щёлкать. В это время надо следить, чтобы АСМ-столик не смещался из-за вибраций подвода в сторону и не «наезжал» пружиной поджима кантилевера на образец. Можно попробовать компенсировать вручную боковой уход столика во время подвода зонда. Если в начальном состоянии зонд находился далеко от образца, может потребоваться повторный запуск подвода (Zappr) при его остановке и подаче длинного сигнала высокого тона. При успешном подводе из микроскопа раздаётся характерный для АСМ-режима сигнал, а из компьютера — обычный и для СТМ-режима короткий сигнал высокого тона. После этого можно по необходимости подстроить значение  $Z(nm)$  сканера шагами Step зонда («+» или «-») и запустить сканирование кнопкой «Scan».

Перед началом сканирования имеет смысл дополнительно проверить систему поддержания заданного значения сигнала (в АСМ-режиме — сигнала  $F_0$ ). Если задано значение  $F_0(nN) = 20$ , при подведённом зонде на  $F(nN)$  должно поддерживаться значение 20, умноженное на некий коэффициент пропорциональности. Чаще всего значение этого коэффициента около 30 (при  $K = 1$ ), т. е. если задано  $F_0(nN) = 20$ , то при подведённом зонде на  $F(nN)$  должно поддерживаться значение около 600. Если изменить значение  $F_0(nN)$ , должно наблюдаться пропорциональное изменение реально поддерживаемого сигнала  $F(nN)$ .

Перед началом сканирования полезно также проверить значение сигнала  $F(nN)$  вблизи образца после подвода. Для этого надо нажать кнопку «Back» один или несколько раз,  $Z(nm)$  сканера

должно стать при этом равным «минус максимум», что соответствует отходу зонда от образца. Значение  $F(nN)$  при этом и будет значением  $F(nN)$  вблизи образца. Отклонение этого значения от нуля можно достаточно просто учесть. Если, например, значение  $F(nN)$  вблизи образца было равно  $-600$ , точка поддержания этого сигнала  $F(nN) = +600$ , что соответствует изгибу балки  $F_0(nN) = 20$ , то для поддержания  $F(nN) = +600$  балка должна сначала согнуться на 20 и обнулить  $F(nN) = -600$ , а потом согнуться ещё на 20, чтобы довести  $F(nN)$  до  $+600$ . Т. е. если нужно назначить ещё большее значение изгиба и нажима балки при сканировании, чем это возможно диапазоном задания  $F_0(nN)$ , можно за счёт настройки АСМ-столика делать значение  $F(nN)$  заведомо отрицательным, причём каждые  $-30$  при настройке  $F(nN)$  будут приводить к дополнительной единице  $F_0(nN)$ .

Сканирование в АСМ-режиме можно вести при несколько других параметрах, чем в СТМ-режиме. АСМ-зонд при сканировании находится в контакте с образцом, и нет необходимости выполнять сканирование на минимальных шагах, чтобы не столкнуть с образцом, как это делается в СТМ-режиме. Поэтому можно в несколько раз увеличить шаг *Step*. Это сильно увеличит скорость сканирования и уменьшит время снятия кадра. Однако лучше увеличивать скорость сканирования, изменяя значения «*V*», а потом уже увеличением шага *Step*. При этом следует следить за качеством кадра, поскольку качество прорисовки объектов может ухудшаться на большой скорости сканирования.

Другое существенное отличие режима АСМ от СТМ-режима — это иное оптимальное быстродействие системы поддержания обратной связи. В АСМ-режиме можно достичь возбуждения системы поддержания постоянного сигнала только при очень малых значениях  $\tau = 4\text{--}5\text{ мс}$ . При увеличении  $\tau$  на один — два шага получаемое значение  $\tau$  всё равно останется очень малым. Такое высокое быстродействие как раз и необходимо для отслеживания рельефа на больших скоростях. Таким образом, АСМ-кадр большой площади снимается гораздо быстрее СТМ-кадра такой же площади.

Все остальные параметры сканирования, а также дополнительные возможности при сканировании (*Autoscan*, *Double Scan*,

Stop, Step, изменения палитр и т. д.) в АСМ-режиме подстраиваются и используются так же, как и в СТМ-режиме.

Хотя время получения больших кадров в АСМ-режиме меньше, чем в СТМ, из-за гораздо большего радиуса зондов, разрешение, которое можно ожидать от АСМ-режима, как минимум на порядок меньше разрешения, получаемого в режимах СТМ.

### **Комплексные исследования рельефа и морфологии поверхности на микроскопе СММ-2000**

Известно, что в процессе облучения поверхности твёрдых тел ионами средних энергий ( $\sim 10$  кэВ) образуются различные типы микрорельефа. Среди них существует так называемый волнообразный микрорельеф, получивший в иностранной литературе название «ripple structure». Именно к этому типу микрорельефа проявлялось возрастающее внимание с конца 1980-х гг. Интерес к нему был связан в первую очередь с применением для исследований метода вторично-ионной масс-спектрометрии (ВИМС). В 1988 г. были опубликованы результаты исследования, в котором было обнаружено повышение уровня эмиссии вторичных ионов  $O_2^+$  и  $As^+$  на определенной стадии распыления (глубине от исходной поверхности) монокристаллов  $Si$  и  $GaAs$  пучком ионов  $O_2^+$  с энергией  $2,5 \div 8$  кэВ. С помощью техники растровой электронной микроскопии (РЭМ) авторы установили корреляцию указанного изменения эмиссии с формированием волнообразного микрорельефа. Волнообразный микрорельеф представляет собой структуру на поверхности, квазипериодическую в направлении плоскости падения ионного пучка с ориентацией гребней волн перпендикулярно данной плоскости. Стало ясно, что микрорельеф поверхности, инициируемый ионной бомбардировкой, является негативным фактором послойного ВИМС-анализа, ограничивающим разрешение по глубине. В работах, направленных на изучение данного микрорельефа, с позиций метода ВИМС использовали пучки ионов  $O_2^+$ ,  $Cs^+$  и  $N_2^+$ ,

а также материалы *Si*, *GaAs*, *AlGaAs*, являющиеся традиционными объектами ВИМС-анализа. С развитием методов сканирующей зондовой микроскопии для обнаружения микрорельефа стали использовать метод сканирующей туннельной микроскопии.

Однако в дальнейшем были получены данные, которые показывали, что метод СТМ имеет ограничения при исследовании полупроводниковых образцов, содержащих скрытые диэлектрические слои, в частности образцов кремния со скрытыми слоями боросиликатного стекла. На первом этапе в режиме СТМ на микроскопе СММ-2000 исследовали поверхность растра, полученного в результате ионного травления при послойном ВИМС-анализе, вблизи его, растра, края (рис. 13, 14).

**Size: [ 25.31  $\mu\text{m}$  x 25.31  $\mu\text{m}$  x 1.97  $\mu\text{m}$ ] [163 x 163 p t] ————— 5.000  $\mu\text{m}$**

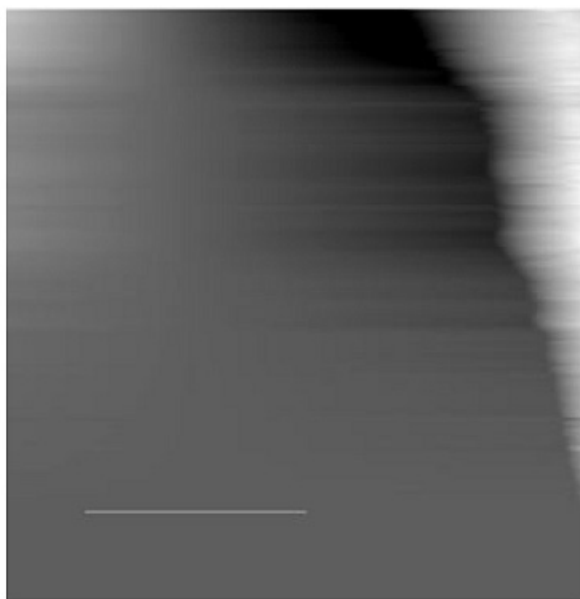


Рис. 13. Морфология поверхности растра  
( $U$ (напряжение «зонд — образец») = 2500 mV,  
 $I_0$  (туннельный ток) = 4 nA)



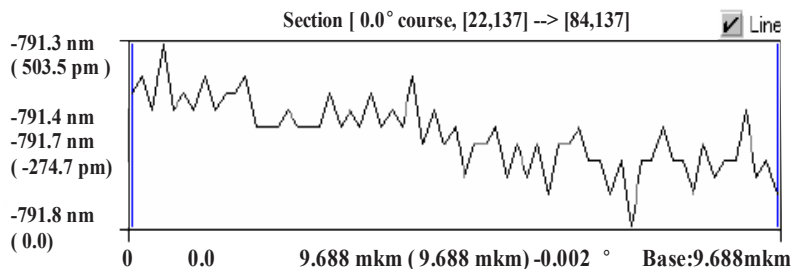


Рис. 14. Сечение поверхности вдоль линии, показанной на рис. 13

На полученных кадрах было хорошо видно, что в результате ионного травления микрорельеф не образовывался, и все неровности наблюдались только вблизи края раstra, а ближе к середине раstra высота неровностей не превышала нескольких сотен nm. Контрольные измерения проводили на исходной поверхности, не подвергавшейся ионному травлению. Неожиданно было обнаружено, что получаемые контрольные изображения представляют весьма развитую поверхность с высотой неровностей 100–200 nm (рис. 15, 16).

Size: [ 7.500 mkm x 7.500 mkm x 426.0 n m] [97 x 97 pt] |—————| 3.000 mkm

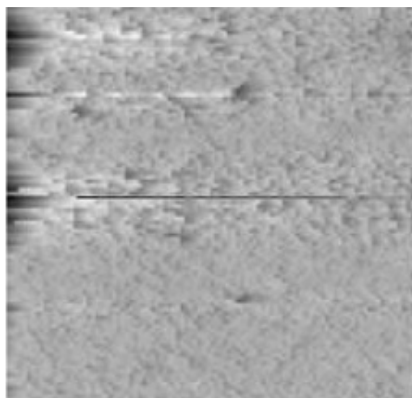


Рис. 15. Морфология исходной поверхности  
( $U = 2500$  mV,  $I_0 = 4$  nA)

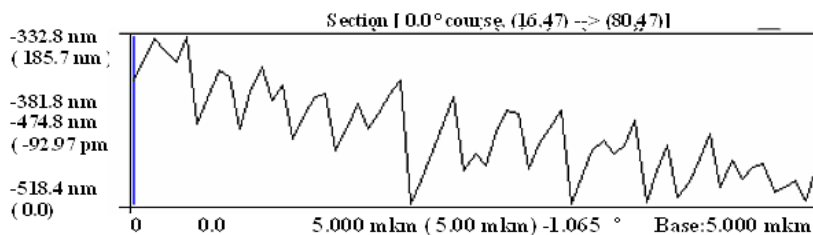


Рис. 16. Сечение поверхности вдоль линии, показанной на рис. 15

Поскольку этот результат не согласовался с результатами ВИМС-анализа, возникло предположение, что наблюдаемый рельеф является ложным. Для проверки этого предположения были получены изображения ещё при двух значениях напряжения «зонд — образец» (рис. 17, 18, 19, 20).

Size: [ 7.500 mkm x 7.500 mkm x 1.722 mkm] [97 x 97 pt] { 3.000 mkm

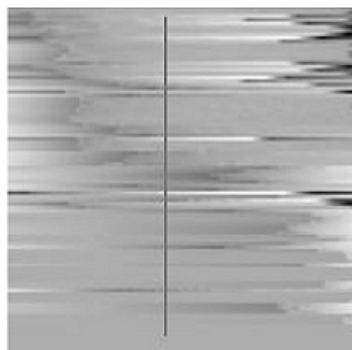


Рис. 17. Морфология исходной поверхности  
( $U = 1250 \text{ mV}$ ,  $I_0 = 4 \text{ nA}$ )

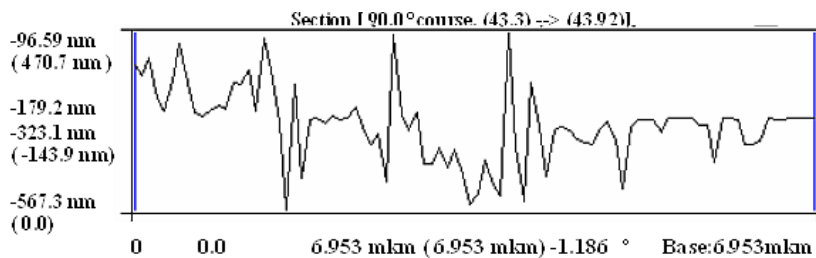


Рис. 18. Сечение исходной поверхности вдоль линии, показанной на рис. 17

Size: [ 7.500 mkm x 7.500 mkm x 426.0 n m] [97 x 97 pt] | 3.000 mkm

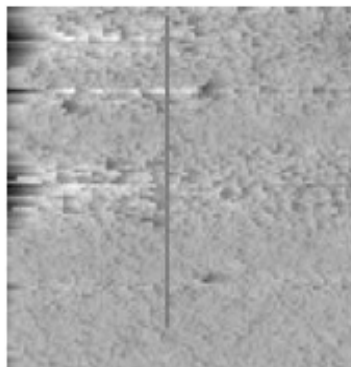


Рис. 19. Морфология исходной поверхности  
( $U = 5000$  mV,  $I_0 = 4$  nA)

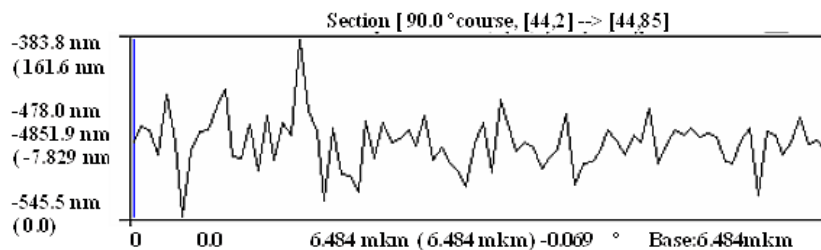


Рис. 20. Сечение поверхности вдоль линии, показанной на рис. 19

Было обнаружено, что морфология поверхности и высота неровностей зависят от величины приложенного напряжения. Этот результат являлся прямым подтверждением предположения о ложности наблюдаемого рельефа. Появление такого ложного рельефа могло быть связано с изменением тока утечки через скрытый слой боросиликатного стекла.

Однако дальнейшие исследования ВАХ в различных точках образца показали, что появление ложного рельефа не связано с током утечки, а является следствием перезарядки ёмкости в RC-цепочке, образованной сопротивлением растекания отсеченного слоя полупроводника и ёмкостью скрытого диэлектрического слоя. Действительно, система «зонд — образец» (рис. 21), может быть заменена эквивалентной схемой, показанной на рис. 22.

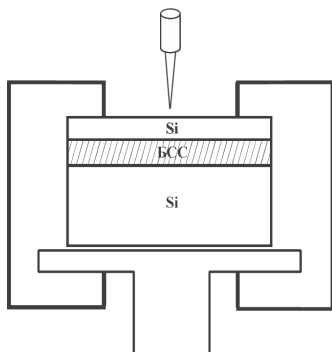


Рис. 21. Система «зонд — образец»

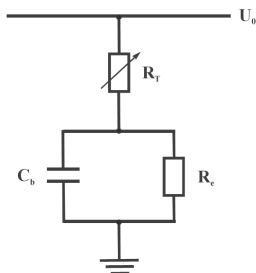


Рис. 22. Эквивалентная схема системы «зонд — образец»:  $U_0$  — напряжение,  $R_t$  — сопротивление туннельного промежутка,  $R_e$  — сопротивление растекания,  $C_b$  — ёмкость скрытого слоя

Легко показать, что зависимость напряжения на ёмкости скрытого слоя  $U$  от времени описывается уравнением:

$$\frac{dU}{dt} + \frac{1}{C_b} \left( \frac{U}{R_T} + \frac{U}{R_e} \right) = \frac{U_0}{R_T C_b} \quad (22)$$

Решение этого уравнения имеет вид:

$$U = U_0 \frac{R_e}{R_T + R_e} \left( 1 - e^{-\frac{t}{R^* C_b}} \right), \quad (23)$$

где

$$R^* = \frac{R_T R_e}{R_T + R_e} \quad (24)$$

Тогда зависимость туннельного тока от времени в начальный момент будет описываться выражением:

$$I(t) = \frac{U_0}{R_T} \left( \frac{R_T}{R_T + R_e} + \frac{R_e}{R_T + R_e} e^{-\frac{t}{R^* C_b}} \right) \quad (25)$$

Пояснить образование ложного рельефа можно следующим образом. Пусть в начальный момент времени величина туннельного промежутка точно соответствует заданной величине туннельного тока. Однако при проведении измерений этой величины возникнет определённая задержка, поэтому измеренная величина тока, как видно из (25), окажется несколько меньше заданной, и сканер начнёт приближать зонд к образцу, уменьшая величину туннельного промежутка. В результате измеренный уровень поверхности окажется ниже истинного. За счёт этого на одном из последующих шагов в начальный момент времени величина туннельного тока будет больше назначенной, и сканер начнёт удалять зонд от образца. Последовательность таких событий можно интерпретировать как возникновение автоколебаний, в результате которых на получаемых кадрах может появиться ложный рельеф.

Проведенные после этого исследования поверхности образцов со скрытым слоем боросиликатного стекла в режиме АСМ показали, что в этом режиме ложный рельеф не наблюдается. Приведенный пример показывает, что при изучении объектов

с помощью сканирующей зондовой микроскопии желательно использовать различные режимы и методики, т. е. проводить комплексные исследования, поскольку исследования в комплексе повышают достоверность получаемых результатов и позволяют исключать неожиданно возникающие артефакты.

## **Калибровка микроскопа СММ-2000**

Калибровку микроскопа СММ-2000 необходимо проводить с периодичностью один раз в год либо через каждые 1 000 часов работы с включенным микроскопом. Такая необходимость связана с деградацией пьезокоэффициентов сканера как по истечении времени, так и при приложении напряжений к нему в процессе эксплуатации. Для калибровки сканера можно использовать любые структуры, эталонные образцы, меры с известными линейными размерами, кадры которых можно получить в АСМ-или СТМ-режимах.

Лучше всего использовать стандартную меру, на которой имеются структуры известных размеров и по длине, и по ширине, и по высоте.

Такая мера входит в полный комплект микроскопа СММ-2000. На ней имеется область 2'2 мм (рис. 23) с протравленными круглыми ямками глубиной 180 нм с трапецеидальным сечением.

Периоды структуры, образованной ямками, равны 4 мкм как по направлению X, так и по направлению Y. При проведении измерений меру желательно расположить на сканере так, чтобы ямки на итоговом кадре образовывали ряды, параллельные направлениям X и Y. Мера покрыта проводящей золотой плёнкой и допускает измерения в СТМ-режиме, но для калибровки лучше использовать режим АСМ, т. к. в этом режиме неровности рельефа сглаживаются и усредняются.



Рис. 23. Вид стандартной меры, входящей в комплект микроскопа СММ-2000

После сканирования по полученному кадру (рис. 24), используя метод построения сечений, измеряют средний период ямок по  $X'$  и средний период ямок по  $Y'$ , а также среднюю глубину ямок по  $Z'$ . При этом известно, что истинные значения соответствующих параметров равны  $X_0$ ,  $Y_0$ ,  $Z_0$ .

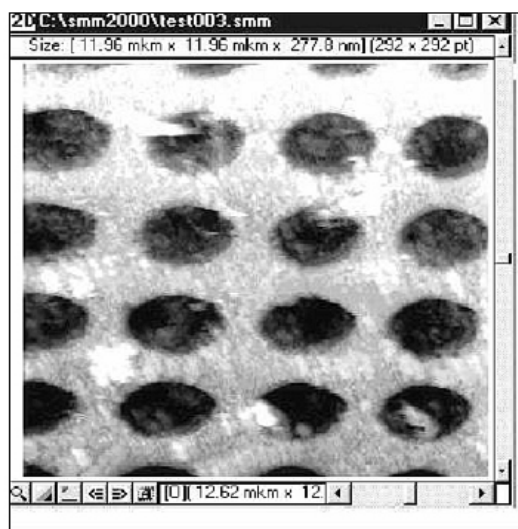


Рис. 24. Кадр, полученный с области калибровки меры

Числа, которые отражают текущую калибровку микроскопа, находятся в файле параметров микроскопа (smm2000n.par). Это размер поля сканирования по X (DACX scale), размер поля сканирования по Y (DACY scale), диапазон сканера по Z (DACZ scale), диапазон измерений рельефа каналом Z1 (числа channel max value и channel min value) и диапазон измерений рельефа каналом Z2 (числа channel max value и channel min value).

Эти числа следует изменить в соответствии со следующими формулами:

$$(\text{новое DACX scale}) = (\text{старое DACX scale}) \times (X0 / X')$$

$$(\text{новое DACY scale}) = (\text{старое DACY scale}) \times (Y0 / Y')$$

$$(\text{новое DACZ scale}) = (\text{старое DACZ scale}) \times (Z0 / Z')$$

$$(\text{новое channel max value Z1}) = (\text{старое channel max value Z1}) \times (Z0/Z')$$

$$(\text{новое channel min value Z1}) = (\text{старое channel min value Z1}) \times (Z0/Z')$$

$$(\text{новое channel max value Z2}) = (\text{старое channel max value Z2}) \times (Z0/Z')$$

$$(\text{новое channel min value Z2}) = (\text{старое channel min value Z2}) \times (Z0/Z')$$

Изменять числа надо в каком-либо простом редакторе, не нарушающем структуру формата, например Notepad, при выключенной программе Scan Master.



### ***Контрольные вопросы***

1. Какие методы сканирующей зондовой микроскопии можно отнести к силовым?

2. Объясните принцип действия атомно-силовых микроскопов. Как сила Ван-дер-Ваальса зависит от расстояния между взаимодействующими атомами?

3. Каким образом получают изображение поверхности в АСМ? Какие параметры регистрирует оптическая система микроскопа?

4. Опишите основные особенности работы микроскопов в контактном, бесконтактном и полуконтактном режимах.

5. Какие свойства поверхности можно изучать с помощью электросиловых и магнитно-силовых микроскопов?

6. Какие кантилеверы используют в АСМ? Какие кантилеверы входят в комплект микроскопа СММ-2000?

7. Перечислите основные причины, приводящие к разрушению кантилеверов.

8. Опишите порядок закрепления образцов на сканере микроскопа СММ-2000 при работе в режиме АСМ.

9. Опишите порядок установки АСМ-столика в микроскопе СММ-2000.

10. Каким образом осуществляют настройку оптической системы АСМ-столика в микроскопе СММ-2000?

11. Как часто и каким образом осуществляют калибровку микроскопа СММ-2000?

## Литература

1. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений / В. Л. Миронов. — Нижний Новгород : Институт физики микроструктур, 2004. — 110 с.

2. Логинов, Б. А. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия : пособие по работе на микроскопе СММ-2000 / Б. А. Логинов. — М. : ГОУ МИФИ (ГУ), 2007. — 92 с.

3. Сканирующая туннельная микроскопия : методические указания / сост. С. А. Кривелевич, М. О. Насонова. — Ярославль : ЯрГУ, 2012. — 40 с.

4. Панов, В. И. Сканирующая туннельная микроскопия и спектроскопия поверхности / В. И. Панов // Успехи физических наук. — 1988. — Т. 155, № 1. — С. 155–158.

5. Эдельман, В. С. Сканирующая туннельная микроскопия / В. С. Эдельман // Приборы и техника эксперимента. — 1989. — № 5. — С. 25–49.

6. Эдельман, В. С. Развитие сканирующей туннельной и силовой микроскопии / В. С. Эдельман // Приборы и техника эксперимента. — 1989. — № 1. — С. 24–42.

7. Быков, В. А. Сканирующая зондовая микроскопия для науки и промышленности / В. А. Быков, М. И. Лазарев, С. А. Саунин // Электроника : наука, технология, бизнес. — 1997. — № 5. — С. 7–14.

8. Володин, А. П. Новое в сканирующей микроскопии / А. П. Володин // Приборы и техника эксперимента. — 1998. — № 6. — С. 3–42.

9. Неволин, В. К. Основы туннельно-зондовой нанотехнологии : учебное пособие / В. К. Неволин. — М. : МГИЭТ (ТУ), 1996. — 91 с.

10. Рыков, С. А. Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и наноструктур / С. А. Рыков. — СПб. : Наука, 2001. — 53 с.

11. Бахтизин, Р. З. Физические основы сканирующей зондовой микроскопии / Р. З. Бахтизин, Р. Р. Галлямов. — Уфа : БашГУ, 2003. — 82 с.

## Оглавление

|   |           |
|---|-----------|
| Силовая зондовая микроскопия.....   | 3         |
| Физические основы атомно-силовой микроскопии.....   | 3         |
| <i>Контактная атомно-силовая микроскопия.....</i>   | <i>8</i>  |
| <i>Колебательные методики в атомно-силовой микроскопии.....</i>                             | <i>13</i> |
| Основы электросиловой и магнитно-силовой микроскопии.....                                   | 15        |
| <i>Электросиловая микроскопия.....</i>  | <i>15</i> |
| <i>Магнитно-силовая микроскопия.....</i>  | <i>18</i> |
| Порядок выполнения работ в режиме атомно-силовой<br>микроскопии на микроскопе СММ-2000..... | 24        |
| <i>Установка кантилеверов на АСМ-столике.....</i>   | <i>24</i> |
| <i>Крепление образцов для работы в режиме АСМ.....</i>                                      | <i>28</i> |
| <i>Установка АСМ-столика.....</i>   | <i>29</i> |
| <i>Настройка оптической системы АСМ-столика.....</i>  | <i>31</i> |
| <i>Подготовка микроскопа СММ-2000 к сканированию<br/>в режиме АСМ.....</i>                  | <i>34</i> |
| <i>Сканирование в АСМ-режиме.....</i>   | <i>37</i> |
| Комплексные исследования рельефа и морфологии<br>поверхности на микроскопе СММ-2000.....    | 39        |
| Калибровка микроскопа СММ-2000.....   | 46        |
| Контрольные вопросы.....  | 49        |
| Литература.....   | 50        |

Учебное издание

# **СИЛОВАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ**

Составитель

**Кривелевич** Сергей Александрович

Практикум

Редактор, корректор М. Э. Левакова  
Верстка Е. Б. Половковой

Подписано в печать 04.08.15. Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>.

Усл. печ. л. 3,02. Уч.-изд. л. 2,6.

Тираж 30 экз. Заказ

Оригинал-макет подготовлен  
в редакционно-издательском отделе ЯрГУ.

Ярославский государственный университет  
им. П. Г. Демидова.

150000, Ярославль, ул. Советская, 14.