

## 2. АНАЛИЗ РЕЛЬЕФА И СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ. СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

### 2.1. Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью приготовленных специальным образом зондов в виде игл. Рабочая часть таких зондов (острие) имеет размеры порядка десяти нанометров. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0,1-10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат различные типы взаимодействия зонда с поверхностью. Так, работа туннельного микроскопа основана на явлении протекания туннельного тока между металлической иглой и проводящим образцом; различные типы силового взаимодействия лежат в основе работы атомно-силового, магнитно-силового и электросилового микроскопов.

Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром  $P$ . Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость параметра  $P$  от расстояния зонд - образец  $P = P(z)$ , то данный параметр может быть использован для организации системы обратной связи (ОС), контролирующей расстояние между зондом и образцом. На рис. 36 схематично показан общий принцип организации обратной связи сканирующего зондового микроскопа.

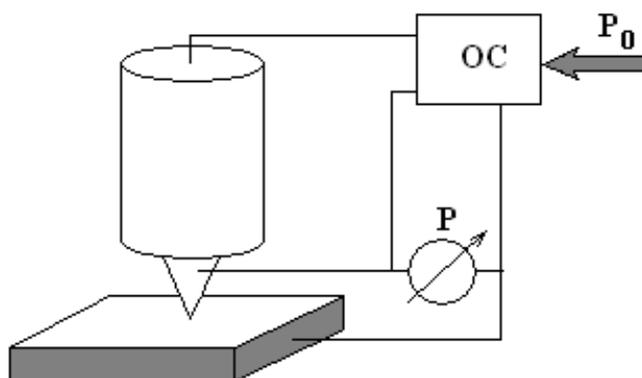


Рис. 36. Схема организации системы обратной связи зондового микроскопа

Система обратной связи поддерживает значение параметра  $P$  постоянным, равным величине  $P_0$ , задаваемой оператором. Если расстояние зонд - поверхность изменяется (например, увеличивается), то происходит изменение (увеличение) параметра  $P$ . В системе ОС формируется разностный сигнал, пропорциональный величине  $\Delta P = P - P_0$ , который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент (ИЭ). Исполнительный элемент обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его, до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Таким образом можно поддерживать расстояние зонд - образец с высокой точностью. В существующих зондовых микроскопах точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины  $\sim 0,01$  Å. При перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия  $P$ ,

обусловленное рельефом поверхности. Система ОС обрабатывает эти изменения, так что при перемещении зонда в плоскости  $X$ ,  $Y$  сигнал на исполнительном элементе оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Для получения СЗМ изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца. При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе, пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка), и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, и затем СЗМ изображение рельефа поверхности  $Z = f(x, y)$  строится с помощью средств компьютерной графики. Наряду с исследованием рельефа поверхности зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и многие другие.

## 2.2. Сканирующие элементы зондовых микроскопов

Рабочее расстояние зонд - образец контролируется с помощью специальных манипуляторов - сканирующих элементов (сканеров). На манипуляторах устанавливаются кантилеверы. Сканирующие элементы зондовых микроскопов изготавливаются из пьезоэлектриков - материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезо-электрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле.

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьезоэлементы (рис. 37). Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Electroды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры.

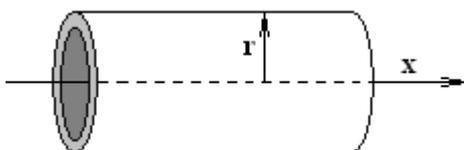


Рис. 37. Трубчатый пьезоэлемент

Соединение трех трубок в один узел (рис. 38) позволяет организовать прецизионные перемещения зонда микроскопа в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Такой сканирующий элемент называется триподом. Его недостатками являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции. На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации.

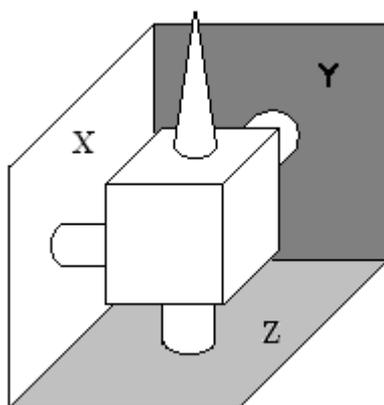


Рис. 38. Трипод

Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том

месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противоположные стороны.

Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом, осуществляется сканирование в плоскости  $XOY$ . Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси  $Z$ . Таким образом, можно реализовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы часто имеют более сложную конструкцию, однако принципы их работы остаются теми же самыми.

Широкое распространение получили также сканеры на основе биморфных пьезоэлементов. Биморф представляет собой две пластины пьезоэлектрика, склеенные между собой таким образом, что векторы поляризации в каждой из них направлены в противоположные стороны (рис. 39). Изгиб биморфа под действием электрических полей положен в основу работы биморфных пьезосканеров. Объединяя три биморфных элемента в одной конструкции, можно реализовать трипод на биморфных элементах.

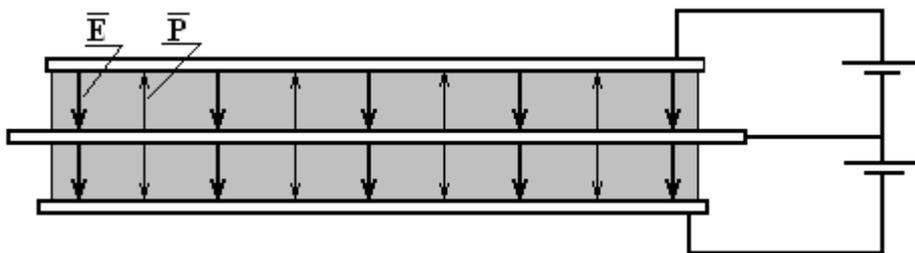


Рис. 39. Устройство биморфного пьезоэлемента

### 2.2.1. Нелинейность пьезокерамики

Несмотря на ряд технологических преимуществ перед кристаллами, пьезокерамики обладают некоторыми недостатками, отрицательно влияющими на работу сканирующих элементов. Одним из таких недостатков является нелинейность пьезоэлектрических свойств. На рис. 40 в качестве примера приведена зависимость величины смещения пьезотрубки в направлении  $Z$  от величины приложенного поля. В общем случае (особенно при больших управляющих полях) пьезокерамики характеризуются нелинейной зависимостью деформации от поля (или от управляющего напряжения). Таким образом, деформация пьезокерамики является сложной функцией внешнего электрического поля.

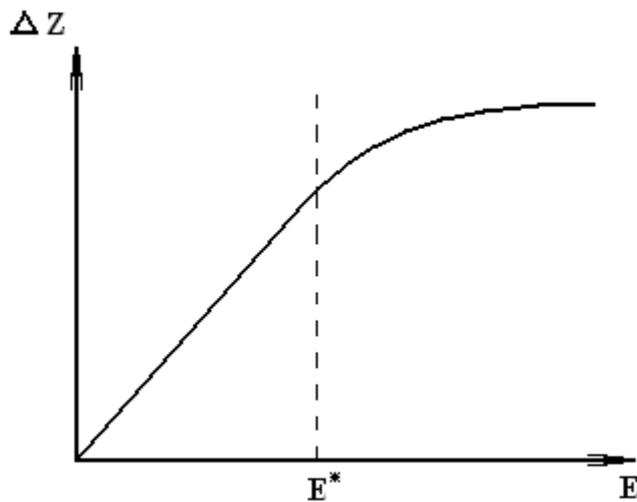


Рис. 40. Схематическое изображение зависимости смещения керамики от величины приложенного электрического поля

### 2.2.2. Крип пьезокерамики

Другим недостатком пьезокерамики является так называемый крип (*creep* - ползучесть) - запаздывание реакции на изменение величины управляющего электрического поля. На рис. 41 схематично показаны временные диаграммы изменения управляющих полей и соответствующих смещений сканера по оси  $Z$  и в плоскости  $XOY$ .

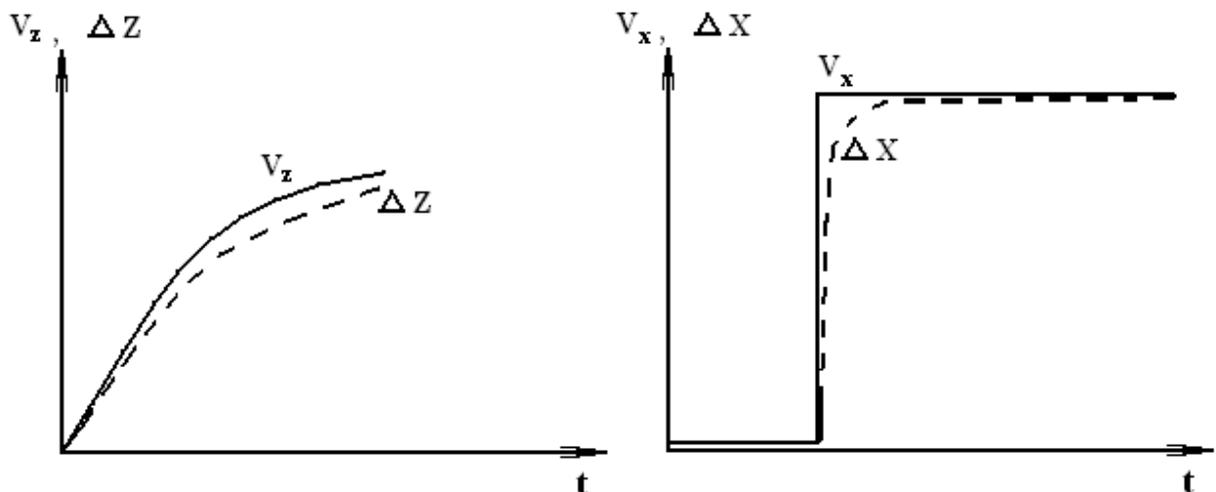


Рис. 41. Схематические временные диаграммы изменения управляющего поля на  $Z$ -электродах цепи обратной связи и на  $X$ -электроре в процессе сканирования

Крип приводит к тому, что в СЗМ изображениях наблюдаются геометрические искажения, связанные с этим эффектом. Для уменьшения влияния крипа керамики применяются временные задержки в указанных процессах, позволяющие частично скомпенсировать запаздывание сканера.

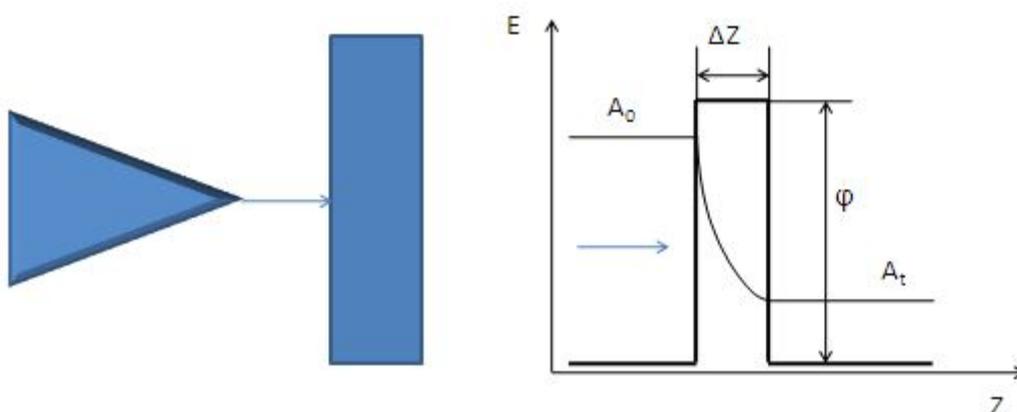
### 2.2.3. Гистерезис пьезокерамики

Еще одним недостатком пьезокерамики является неоднозначность зависимости удлинения от направления изменения электрического поля (гистерезис). Это приводит к тому, что при одних и тех же управляющих напряжениях пьезокерамика оказывается в различных точках траектории в зависимости от направления движения. Для исключения искажений СЗМ изображений, обусловленных гистерезисом пьезокерамики, регистрацию информации при сканировании образцов производят только на одной из ветвей зависимости.

### 2.3. Сканирующая туннельная микроскопия

Принцип работы сканирующих туннельных микроскопов основан на явлении туннелирования электронов через узкий потенциальный барьер между металлическим зондом и проводящим образцом во внешнем электрическом поле.

В сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) зонд подводится к поверхности образца на расстояние в несколько ангстрем. При этом образуется туннельно-прозрачный потенциальный барьер, величина которого определяется в основном значениями работы выхода электронов из материала зонда и образца. При качественном рассмотрении барьер можно считать прямоугольным с эффективной высотой, равной средней работе выхода материалов (рис. 42).



$A_0$  – амплитуда волновой функции электрона, движущегося к барьеру;  
 $A_t$  – амплитуда волновой функции электрона, прошедшего сквозь барьер;  $\Delta Z$  – ширина барьера

Рис. 42. Схема туннелирования электронов через потенциальный барьер в туннельном микроскопе

В процессе туннелирования участвуют в основном электроны в окрестностях уровня Ферми ( $E_F$ ). В случае контакта двух металлов (рис. 43) плотность туннельного тока ( $j$ ) в одномерном приближении при условии малости напряжения смещения ( $eV \ll \phi^*$ ) можно оценить как

$$j_t = j_0(V) e^{-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\phi^*} \Delta Z}, \quad (28)$$

$$\text{где, } j_0 = \frac{e}{2\pi h (\Delta Z)^2}; \quad (29)$$

$\phi^*$  - средняя работа выхода электрона.

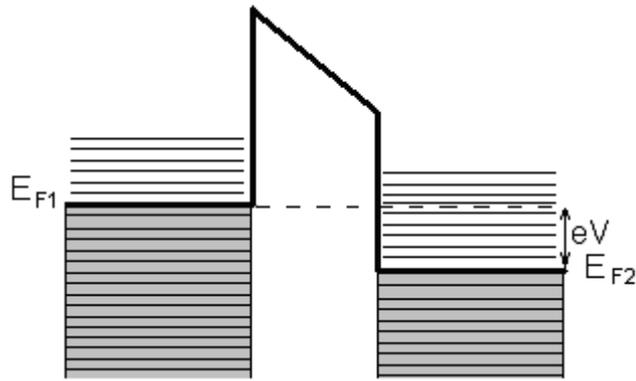


Рис. 43. Энергетическая диаграмма туннельного контакта двух металлов

Величина  $j_0(V)$  считается независимой от расстояния зонд – образец. Типичное значение работы выхода - около 4 эВ, так что при изменении  $\Delta Z$  на 1 ангстрем величина тока меняется на порядок. Реальный туннельный ток не является одномерным, однако экспоненциальная зависимость тока от расстояния зонд-образец сохраняется и в более сложных моделях.

Для больших напряжений смещения справедлива формула Фаулера-Нордгейма для полевой эмиссии электронов в вакуум

$$J = \frac{e^3 V^2}{8\pi h \phi^* (\Delta Z)^2} e^{\left[ \frac{8\pi \sqrt{2m} (\phi^*)^{2/3} \Delta Z}{3ehV} \right]} \quad (30)$$

Экспоненциальная зависимость туннельного тока от расстояния позволяет осуществлять регулирование расстояния между зондом и образцом с высокой точностью.

Изображение рельефа получают двумя путями:

1) режим постоянного туннельного тока, в котором при перемещении зонда его высота регулируется относительно поверхности для поддержания постоянства туннельного тока;

2) для исследования атомарно гладких поверхностей используется получение СТМ изображения поверхности в режиме постоянства высоты зонда. В этом случае для формирования изображения используют изменение силы туннельного тока.

### 2.3.1. Туннельная спектроскопия

Сканирующий туннельный микроскоп позволяет получать вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта зонд – поверхность в любой точке поверхности и исследовать локальные электрические свойства образца. Для характерных напряжений на туннельном контакте порядка 0,1-1 В и туннельных токов на уровне 0,1-1 нА сопротивление туннельного контакта по порядку величин составляет  $10^8$ - $10^{10}$  Ом. Как правило, сопротивление исследуемых в СТМ образцов существенно меньше сопротивления

туннельного контакта, и характер ВАХ определяется в основном свойствами небольшой области образца вблизи туннельного контакта.

Характер туннельной ВАХ существенно зависит от энергетического спектра электронов в образце. На рис. 44 приведена энергетическая диаграмма туннельного контакта двух металлов.

В туннельном токе участвуют в основном электроны с энергиями вблизи уровня Ферми. При прямом смещении (рис. 44) электроны туннелируют из заполненных состояний зоны проводимости зонда на свободные состояния зоны проводимости образца. При обратном смещении электроны туннелируют из образца в зонд. Величина туннельного тока определяется напряжением смещения, коэффициентом прозрачности барьера и плотностью состояний вблизи уровня Ферми.

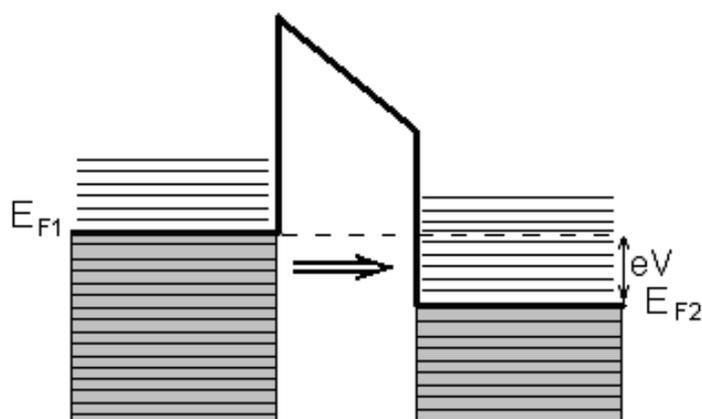


Рис. 44. Энергетическая диаграмма контакта двух металлов

Исследования локальных туннельных спектров различных материалов проводят, как правило, в условиях высокого вакуума (поскольку туннельный ток очень чувствителен к состоянию поверхности исследуемых образцов) и при низких температурах (так как тепловые возбуждения сильно размывают особенности в электронных спектрах).

#### 2.3.1.1. ВАХ контакта металл-металл

Туннелирование электронов через барьер между двумя металлами рассматривалось во многих работах задолго до появления СТМ.

Как было показано выше, для малых напряжений смещения зависимость туннельного тока от напряжения линейная, и проводимость туннельного контакта определяется в основном параметрами барьера (формула 28).

При очень высоких напряжениях форма барьера будет сильно изменяться, и ток будет описываться формулой Фаулера-Нордгейма. Типичная ВАХ, наблюдаемая для туннельного контакта металл - металл, изображена схематически на рис. 45.

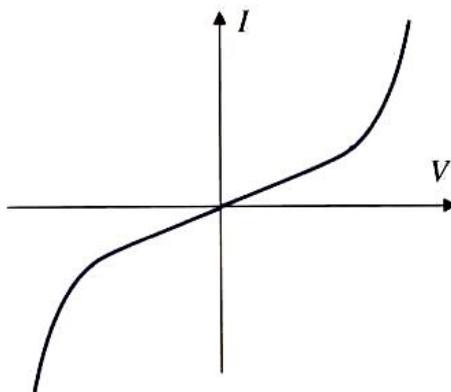


Рис. 45. Характерный вид ВАХ туннельного контакта металл - металл

Как видно из рис. 45, вольт-амперная характеристика туннельного контакта металл - металл нелинейна и, как правило, практически симметрична.

### *2.3.1.2. ВАХ контакта металл - полупроводник*

Полупроводниковые образцы имеют более сложную структуру энергетического спектра электронов (рис. 46).

Наличие запрещенной зоны и примесных уровней в спектре полупроводниковых материалов делает ВАХ туннельного контакта металл – полупроводник сильно нелинейной. Существенный вклад в туннельный ток дают также поверхностные состояния и уровни энергии, связанные с адсорбированными на поверхности чужеродными атомами. Поэтому исследования локальных туннельных спектров полупроводниковых материалов проводят в условиях высокого вакуума. Неконтролируемое присутствие на поверхности адсорбированных атомов сильно усложняет интерпретацию получаемых в эксперименте туннельных спектров. Кроме того, тепловые возбуждения приводят к значительному уширению дискретных уровней энергии, соответствующих локализованным состояниям, а также сильно размывают положение краев зоны проводимости и валентной зоны.

Туннельные спектры позволяют определить положения краев зоны проводимости и валентной зоны относительно уровня Ферми, а также идентифицировать спектральные пики, связанные с примесными состояниями внутри запрещенной зоны полупроводников.

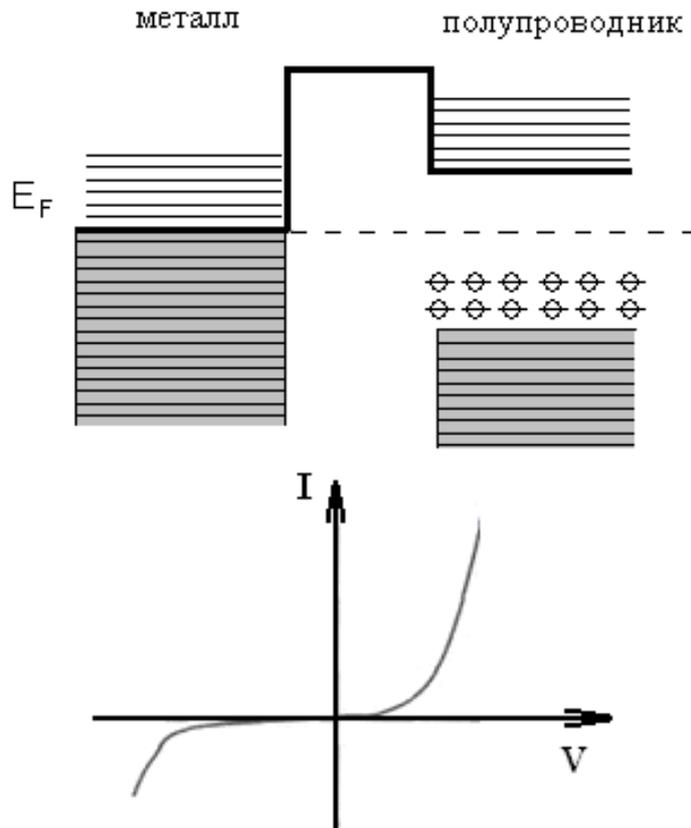


Рис. 46. Энергетическая диаграмма и ВАХ туннельного контакта металл - полупроводник

### 2.3.1.3. ВАХ контакта металл - сверхпроводник

В сверхпроводящих материалах при температурах ниже критической происходит фазовый переход, сопровождающийся перестройкой энергетического спектра электронов. При низких температурах электроны образуют так называемые куперовские пары и конденсируются на уровне, отстоящем на величину  $\Delta$  от зоны проводимости. Энергетическая диаграмма контакта металл - сверхпроводник приведена на рис. 47.

При прямом смещении туннельный ток через контакт возникает только при напряжениях  $eV > \Delta$ . Для простоты, считаем барьер тонким, так что на нем не происходит падения потенциала. В этом случае электроны из зонда туннелируют на свободные состояния сверхпроводящего образца.

При обратном смещении картина туннелирования немного сложнее. Поскольку при туннелировании энергия системы сохраняется, то процесс туннелирования в этом случае происходит следующим образом: куперовская пара расщепляется, при этом один электрон уходит с потерей энергии на свободное состояние вблизи уровня Ферми металла, а второй, приобретая энергию  $\Delta$ , переходит на возбужденное состояние в спектре сверхпроводника. Таким образом, вольт-амперная характеристика туннельного контакта металл - сверхпроводник при температуре  $T = 0$  содержит две ветви при  $|eV| > \Delta$  (рис. 48). Соответствующая плотность состояний в спектре сверхпроводника приведена на рис. 48.

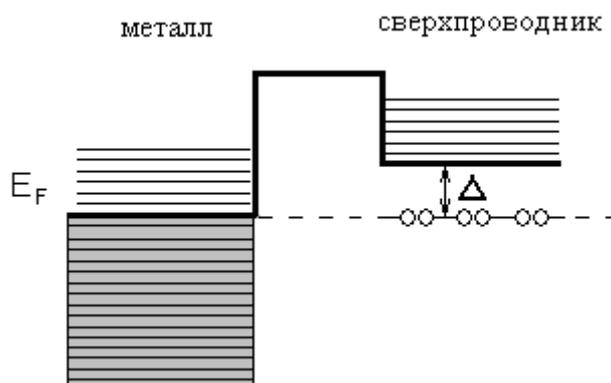


Рис. 47. Энергетическая диаграмма контакта металл - сверхпроводник

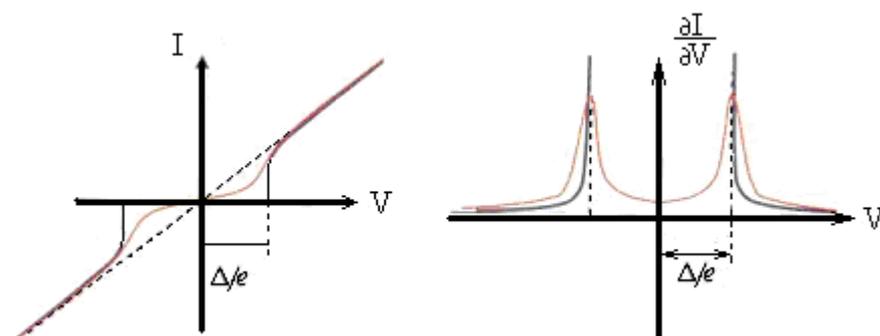


Рис. 48. ВАХ контакта металл - сверхпроводник и плотность состояний сверхпроводника при  $T=0$

При температурах, отличных от нуля, энергетический спектр сверхпроводника частично размывается, так что в реальных вольт-амперных характеристиках спектральные особенности сверхпроводников выражены менее четко.

Одним из приложений сканирующей туннельной микроскопии и спектроскопии является исследование неоднородности электрических свойств образцов сложного состава. В этом случае совместный анализ морфологии поверхности и вольт-амперных характеристик, снятых в различных точках поверхности, позволяет судить о распределении различных фаз на поверхности композитных структур, исследовать корреляции между технологическими параметрами их получения и электронными свойствами. В частности, снимая ВАХ в различных точках поверхности, можно исследовать распределение сверхпроводящей фазы в образцах неоднородного состава.

## 2.4. Атомно-силовая микроскопия

В основе работы атомно-силового микроскопа (АСМ) лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце (рис. 49). Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.



Рис. 49. Схематическое изображение зондового датчика

Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса. Наиболее часто энергию Ван-дер-Ваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии  $r$  друг от друга, аппроксимируют степенной функцией - потенциалом Леннарда-Джонса

$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left( \frac{r_0}{r} \right)^6 + \left( \frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}. \quad (31)$$

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

Потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом. Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца.

Тогда для энергии взаимодействия получаем

$$W_{PS} = \iint_{V_P V_S} U_{LD}(r - r') n_P(r') n_S(r) dV dV', \quad (32)$$

где  $n_S(r)$  и  $n_P(r')$  - плотности атомов в материале образца и зонда. Соответственно сила, действующая на зонд со стороны поверхности, может быть вычислена следующим образом

$$\bar{F}_{PS} = -grad(W_{PS}). \quad (33)$$

В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную составляющие. Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, однако основные черты данного взаимодействия сохраняются - зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых.

Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рис. 50).

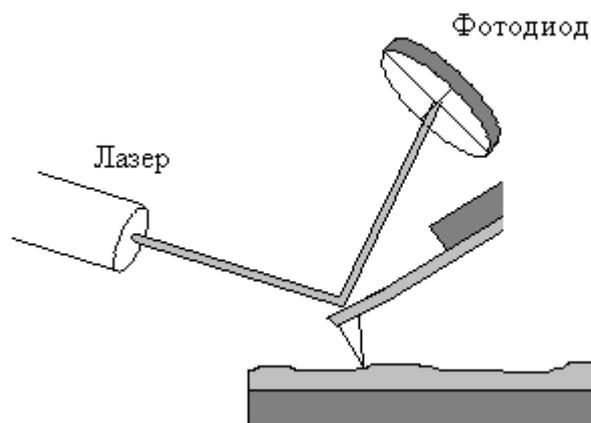


Рис. 50. Схема оптической регистрации в АСМ

Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. В качестве позиционно-чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды.

Основные регистрируемые оптической системой параметры - это деформации изгиба консоли под действием  $Z$ -компонент сил притяжения или отталкивания ( $F_z$ ) и деформации кручения консоли под действием латеральных компонент сил ( $F_L$ ) взаимодействия зонда с поверхностью.

При сканировании образца в режиме  $\Delta Z = const$  зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на  $Z$ -электроре 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.

Методы атомно-силовой микроскопии подразделяют на контактные квазистатические и бесконтактные колебательные.

В контактных квазистатических методах острие зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравновешиваются силой упругости консоли. В этом случае используют кантилеверы с малым коэффициентом жесткости.

При исследовании бесконтактным колебательным методом поддерживается либо бесконтактный, либо полуконтактный режим колебаний кантилевера. В первом случае кантилевер совершает вынужденные колебания порядка 1 нм, а расстояние до поверхности оценивается по силе Ван-дер-Ваальсовых взаимодействий с ней. Во втором случае кантилевер колеблется вблизи резонанса с амплитудой порядка 10-100 нм. Кантилевер подводится к поверхности таким образом, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца.

При сканировании образца регистрируются изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Пример АСМ изображения приведен на рис. 51.

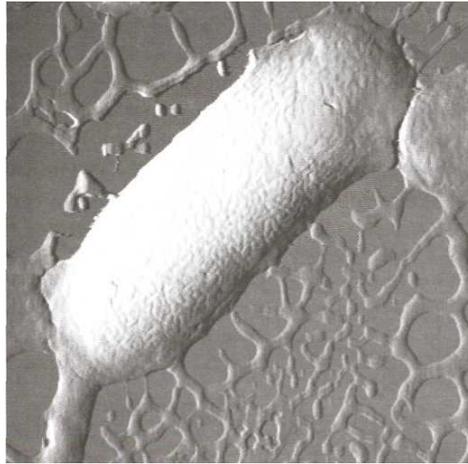


Рис. 51. АСМ-изображение бактерии E. Colli штамма HB101

## 2.5. Электросиловая микроскопия

В электросиловой микроскопии (ЭСМ) для получения информации о свойствах поверхности используется электрическое взаимодействие между зондом и образцом.

Рассмотрим систему, состоящую из зондового датчика, у которого зонд имеет проводящее покрытие, и образца, представляющего собой тонкий слой материала на хорошо проводящей подложке.

Система зонд - образец обладает некоторой электрической емкостью  $C$ , так что энергия такой системы может быть представлена в виде

$$E = \frac{CU^2}{2}. \quad (34)$$

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

$$F_{PS} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{\pi R^2}{h^2}, \quad (35)$$

где  $\alpha$  - постоянная величина;  $R$  - характерный радиус закругления кончика зонда;  $h$  - расстояние зонд - поверхность (или толщина пленки диэлектрика на проводящей подложке). С другой стороны, сила, действующая на кантилевер со стороны образца

$$F_{PS} = -\frac{1}{2}U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \cong -\frac{1}{2}\alpha U^2 \frac{LW}{H^2}, \quad (36)$$

где  $\alpha$  - постоянная величина;  $L$  - длина кантилевера;  $W$  - ширина кантилевера;  $H$  - расстояние до поверхности (определяется размерами зонда). Из условия  $F_{PS} > F_{CS}$  следует

$$h < \sqrt{\frac{\pi R^2 H^2}{LW}}. \quad (37)$$

Отсюда для типичных значений параметров зондовых датчиков ( $L \sim 100$  мкм,  $W \sim 30$  мкм,  $H \sim 30$  мкм,  $R \sim 10$  нм) можно получить следующую оценку

$$h < 10_{\text{нм}}. \quad (38)$$

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. 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. Таким образом, итоговый ЭСМ кадр представляет собой двумерную функцию  $C'_z(x,y)$ , характеризующую локальные диэлектрические свойства образца. Детектирование сигнала на частоте  $\omega$  позволяет изучать распределение поверхностного потенциала  $\varphi(x,y)$ . 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  $U_0 = \varphi(x,y)$  в данной точке поверхности.

## 2.6. Магнитно-силовая микроскопия

Магнитно-силовой микроскоп (МСМ) представляет собой атомно-силовой микроскоп, у которого зонд покрыт слоем ферромагнитного материала с удельной намагниченностью  $\overline{M}(\overline{r})$  (рис. 52).

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

$$w = -(\overline{m}\overline{H}). \quad (39)$$

В общем случае магнитный момент зонда МСМ можно представить как суперпозицию диполей вида

$$\overline{M}(r)dV, \quad (40)$$

где  $\overline{M}$  - удельная намагниченность магнитного покрытия,  $dV$  - элементарный объем.

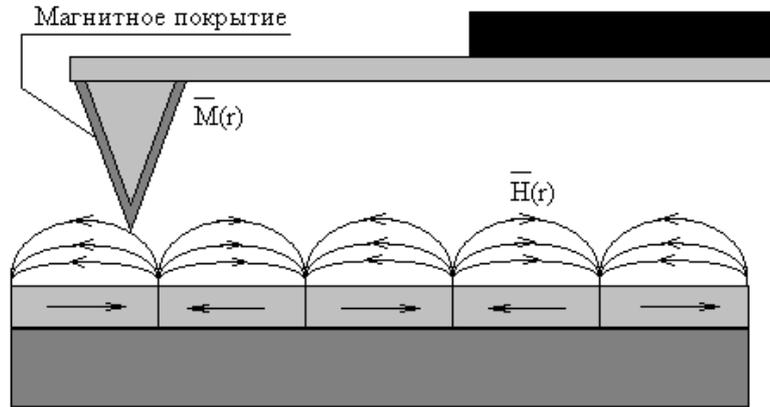


Рис. 52. Зонд МСМ в магнитном поле образца

Сила взаимодействия зонда с полем образца

$$F = -grad(W_{mag}) = \int_{V_p} \overline{\nabla}(\overline{M}\overline{H})dV'. \quad (41)$$

Соответственно Z-компонента силы

$$F = -\frac{\partial W_{mag}}{\partial z} = \int_{V_p} \left( M_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + M_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + M_z \frac{\partial H_z}{\partial z} \right) dV'. \quad (42)$$

Для получения МСМ изображений образцов применяются квазистатические и колебательные методики.

### 2.6.1. Квазистатические методики МСМ

МСМ изображение поверхности образцов, имеющих слабо развитый рельеф поверхности, получают следующим образом. Во время сканирования зондовый датчик перемещается над образцом на некотором расстоянии  $h = const$ . При этом величина изгиба кантилевера, регистрируемая оптической системой, записывается в виде МСМ изображения  $F(x,y)$ , представляющего собой распределение силы магнитного взаимодействия зонда с образцом.

Для МСМ исследований магнитных образцов с сильно развитым рельефом поверхности применяется двухпроходная методика. На первом проходе снимается АСМ изображение рельефа в контактном или «полуконтактном» режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние  $z_0$ , и осуществляется повторное сканирование. Расстояние  $z_0$  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 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.

### 2.6.2. Колебательные методики МСМ

Применение колебательных методик в магнитно-силовой микроскопии позволяет реализовать большую (по сравнению с квазистатическими методиками) чувствительность и получать более качественные МСМ изображения образцов.

Для получения МСМ изображения поверхности используется двухпроходная методика. 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 кантилевера.

Контраст на МСМ изображениях связан, в конечном итоге, с распределением намагниченности в образце. Экспериментальное МСМ изображение упорядоченного массива магнитных частиц эллиптической формы приведено на рис. 53.

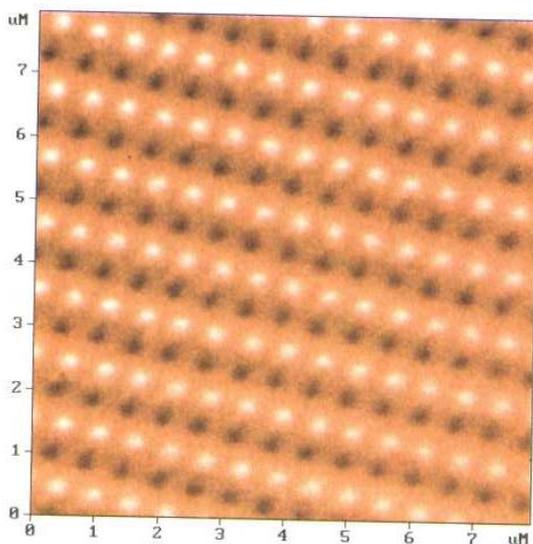


Рис. 53. МСМ изображение массива магнитных частиц, сформированных методом интерференционного лазерного отжига пленок Fe-Cr

### 2.7. Ближнепольная оптическая микроскопия

Традиционные методы получения оптических изображений объектов имеют существенные ограничения, связанные с дифракцией света. Одним из основополагающих законов оптики является существование так называемого дифракционного предела, который устанавливает минимальный размер ( $R$ )

объекта, изображение которого может быть построено оптической системой при использовании света с длиной волны  $\lambda$

$$R = \frac{\lambda}{2n}, \quad (43)$$

где  $n$  - показатель преломления среды. Для оптического диапазона длин волн предельный размер составляет величину порядка 200-300 нм. В ближнепольной оптической микроскопии (БОМ) используются другие принципы построения изображения объекта, которые позволяют преодолеть трудности, связанные с дифракцией света, и реализовать пространственное разрешение на уровне 10 нм и лучше.

В основе работы ближнепольного оптического микроскопа используется явление прохождения света через субволновые диафрагмы, которые представляют собой отверстия с диаметром много меньше длины волны падающего излучения (рис. 54).

При прохождении света через субволновое отверстие наблюдается ряд особенностей. Электромагнитное поле в области диафрагмы имеет сложную структуру. Непосредственно за отверстием на расстояниях  $Z < 100a$  располагается так называемая ближняя зона, в которой электромагнитное поле существует в основном в виде эванесцентных (не распространяющихся) мод, локализованных вблизи поверхности диафрагмы. В области расстояний  $Z > 100a$  располагается дальняя зона, в которой наблюдаются лишь излучательные моды.

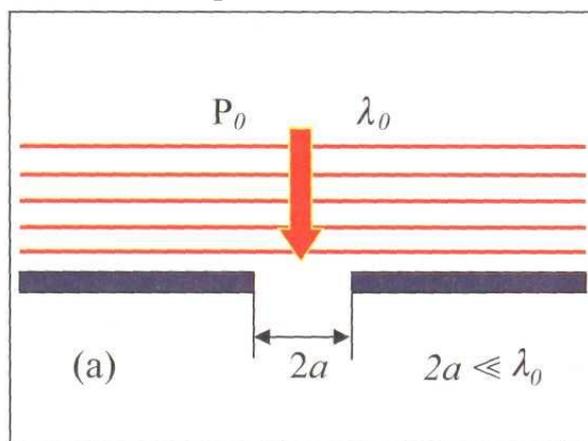


Рис. 54. Прохождение света через отверстие в экране с субволновой апертурой

Оценки показывают, что для излучения с длиной волны порядка 500 нм и диафрагмы с отверстием  $\sim 5$  нм мощность излучения в дальней зоне составляет по порядку величин  $10^{-10}$  от мощности падающего излучения. Если поместить исследуемый объект непосредственно за отверстием в ближней зоне, то вследствие взаимодействия эванесцентных мод с образцом часть энергии электромагнитного поля переходит в излучательные моды, интенсивность которых может быть зарегистрирована оптическим фотоприемником. Таким образом, ближнепольное изображение формируется при сканировании исследуемого образца диафрагмой с субволновым отверстием и регистрируется в виде распределения интенсивности оптического излучения в зависимости от положения диафрагмы. Контраст на БОМ изображениях определяется процессами

отражения, преломления, поглощения и рассеяния света, которые, в свою очередь, зависят от локальных оптических свойств образца.

На практике используются несколько конструктивных схем ближнепольного оптического микроскопа. Основные конфигурации БОМ показаны схематично на рис. 55. Наиболее часто реализуется схема, в которой оптическое излучение лазера локализуется в пространстве с помощью волоконного зонда. Такая схема позволяет получить максимальную мощность излучения в области субволнового отверстия и проводить исследование образцов как на отражение (рис. 55а), так и на просвет (рис. 55б). Для увеличения чувствительности излучение, отраженное от образца или прошедшее сквозь образец, собирается на фотоприемнике с помощью фокусирующего зеркала или линзы. Кроме того, данная конфигурация БОМ широко используется в экспериментах по ближнепольной оптической литографии.

В экспериментах, когда требуются высокие уровни оптической накачки, реализуется схема, в которой мощное лазерное излучение направляется на исследуемую структуру, а прием осуществляется с помощью ближнепольного зонда (рис. 55в, 55г).

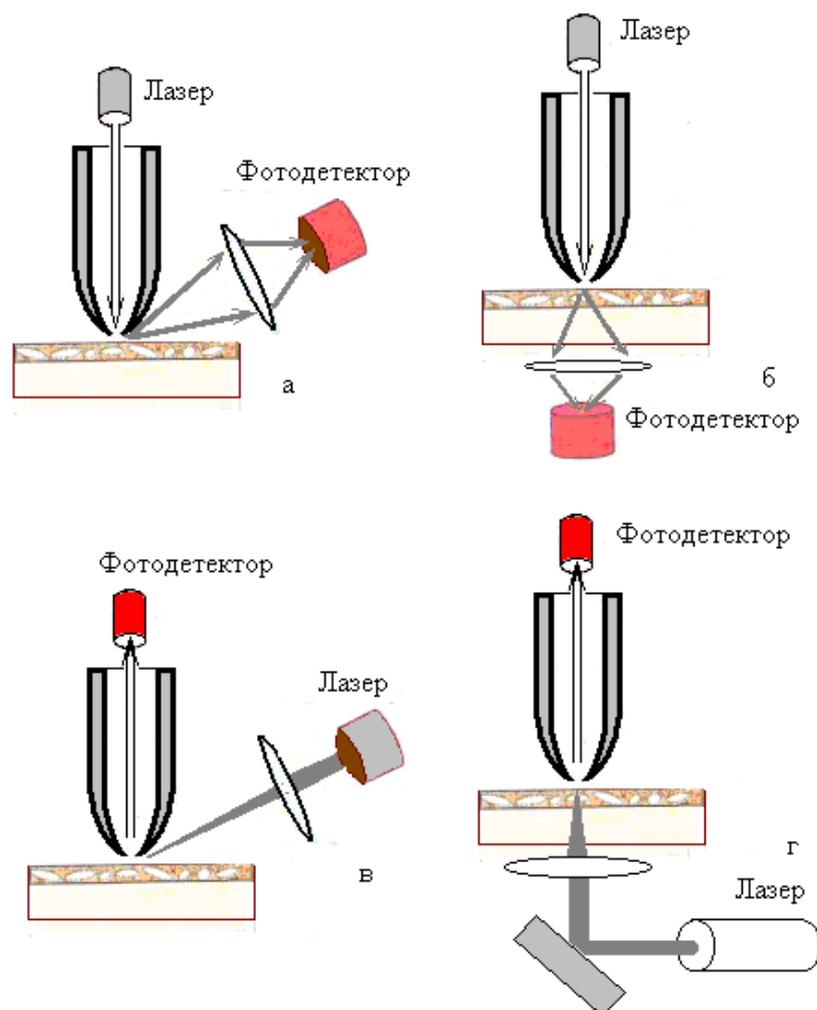


Рис. 55. Возможные конфигурации ближнепольного оптического микроскопа

## 2.8. Формирование и обработка СЗМ изображений

Изображение получается следующим образом: зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а затем в обратном направлении, затем переходит на следующую строку. Движение зонда осуществляется небольшими шагами. Регистрация информации происходит, как правило, в прямом проходе. Полученная информация хранится в виде СЗМ-кадра, представляющего собой матрицу, каждый элемент которой хранит информацию об измеряемой функции, зависящей от конкретного метода.

Информация, сохраненная в первичном СЗМ-кадре, содержит в себе полезный сигнал, постоянную составляющую, постоянный наклон и осложнен: шумом аппаратуры, нестабильностью контакта зонд - образец, шумами, связанными с внешними вибрациями.

Большая часть искажений устраняется программными методами.

Как правило, СЗМ-изображения содержат постоянную составляющую, не несущую полезную информацию, и отражает точность подвода образца в середину динамического диапазона перемещений сканера по оси z. Постоянную составляющую можно вычистить программно.

Изображения поверхности могут иметь общий наклон, который может быть обусловлен неточностью установки образца, температурным дрейфом, нелинейностью перемещений пьезосканера. Для устранения общего наклона программно производят вычитание плоскости из СЗМ-изображения.

Шумы аппаратуры, нестабильность контакта зонд - образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ-изображения наряду с полезной информацией имеют шумовую составляющую, которая также устраняется оператором при помощи набора фильтров в процессе обработки СЗМ-изображений.

### Вопросы для самопроверки

1. Опишите процессы, происходящие на поверхности кристалла.
2. Опишите основополагающий принцип для методов РФЭС, ЭОС и РФА.
3. Какова взаимосвязь рентгеновской флуоресценции и оже-эффекта?
4. Опишите аппаратное оформление метода РФЭС.
5. Опишите аппаратное оформление метода ЭОС.
6. Опишите аппаратное оформление метода РФА.
7. Предскажите положение и интенсивность рентгеновских спутников от немонахроматического магниевого источника для 1s подуровня углерода.
8. Предскажите положение и интенсивность рентгеновских спутников для 4f подуровня платины при использовании немонахроматического алюминиевого источника.
9. Как различить спектры от немонахроматического и монохроматического рентгеновского источника с алюминиевым анодом?
10. Объясните, почему мультиплетное расщепление с участием первичного электрона на s-подуровне выражено меньшим числом пиков в спектре, чем с участием первичного электрона на p-подуровне.

11. В каких случаях фотоэлектронный пик s-подуровня может иметь тонкую структуру?
12. В каких случаях оже-серия может иметь тонкую структуру?
13. Зависят ли кинетические энергии оже-электронов от энергии источника и типа падающего излучения?
14. Чем можно объяснить наличие нескольких компонент в оже-серии отдельного элемента?
15. Какими методами сканирующей зондовой микроскопии вы воспользуетесь для анализа морфологии поверхности, для анализа доменной структуры поверхности?