

---

## 4. Артефакты в сканирующей зондовой микроскопии

Содержание

<b>4. АРТЕФАКТЫ В СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ.....</b>	<b>4-1</b>
4.1. ЦЕЛИ РАБОТЫ.....	4-2
4.2. ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ ПРЕПОДАВАТЕЛЯ.....	4-2
4.3. СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ.....	4-2
4.4. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ.....	4-23
4.5. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ.....	4-24
4.6. ЗАДАНИЕ.....	4-24
4.7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.....	4-28
4.8. ЛИТЕРАТУРА.....	4-28

*Лабораторная работа была разработана Санкт-Петербургским государственным университетом информационных технологий механики и оптики и Нижегородским Государственным Университетом им. Н.И. Лобачевского*

## **4.1. Цели работы**

1. Изучение источников артефактов в сканирующей зондовой микроскопии.
2. Исследование основных характеристик пьезоэлектрической керамики и СЗМ сканера.
3. Определение формы зонда и разрешения СЗМ.

## **4.2. Информация для преподавателя<sup>1</sup>**

Работа состоит из двух частей, выполняемых на двух занятиях (по 4 часа). Первая часть работы заключается в исследовании основных характеристик сканера по тестовому образцу TGX1. Вторая часть работы заключается в определении формы зонда по изображению тестового образца TGT1, электрохимическая перезаточка (или изготовление нового зонда) и повторное определение формы зонда.

Образцы для исследования: тестовые образцы TGX1 и TGT1.

## **4.3. Содержание работы**

Изучение основных характеристик пьезокерамики и сканера (резонансная частота, диапазон перемещений, нелинейность, гистерезис, ползучесть, температурный дрейф). Исследование основных характеристик сканера по тестовому образцу TGX1;

Влияние геометрии зонда на разрешение СЗМ при отображении различных поверхностных особенностей. Определение формы зонда по тестовой решетке TGT1, электрохимическая перезаточка зонда и повторное получение СЗМ изображения зонда.

### **Артефакты в сканирующей зондовой микроскопии**

Целью микроскопического исследования твердых тел, в том числе и методами сканирующей зондовой микроскопии, является получение увеличенного изображения поверхности. Идеальный микроскоп позволяет получать истинное изображение поверхности. Любое измерение, в результате которого получается изображение, отличающееся от истинной поверхности образца, является артефактом.

Все аналитические методы исследования содержат артефакты. Исторически, с развитием инструментальной техники и методик исследования, артефакты становились более понятными и минимизировались изменениями в конструкции оборудования, методологии или при интерпретации данных.

---

<sup>1</sup> Прибор NanoEducator полноценно работает только в учетной записи пользователя «Администратор компьютера».

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) также не лишена артефактов. Если они непонятны, то исследователь не может правильно интерпретировать получаемые СЗМ данные. Это приводит к множеству нежелательных последствий, таких как неспособность правильно оценивать работу прибора и неправильное использование результатов эксперимента. Если артефакты хорошо изучены и выявлена причина их появления, СЗМ данные могут быть правильно интерпретированы, а полученная информация использована с уверенностью.

Существует много источников СЗМ артефактов. Целью данной лабораторной работы является изучение источников артефактов на СЗМ изображениях и их правильная интерпретация.

## Основные компоненты СЗМ, вызывающие артефакты

### 1 Пьезоэлектрическая керамика

Для контролируемого перемещения иглы на сверхмалых расстояниях в СЗМ используются пьезоэлектрические двигатели. Их задача – обеспечить прецизионное механическое сканирование зондом исследуемого образца путем перемещения зонда относительно неподвижного образца или перемещения образца относительно неподвижного зонда.

Работа большинства пьезоэлектрических двигателей, применяемых в современных СЗМ, основана на использовании обратного пьезоэффекта, который заключается в изменении размеров пьезоматериала под действием электрического поля. Механизм пьезоэффекта можно проследить на простой модели, имитирующей структуру кварца  $\text{SiO}_2$  (Рис. 4-1). Положительные ионы кремния в решетке  $\text{SiO}_2$  чередуются с отрицательными ионами кислорода. В недеформированной ячейке центры положительных и отрицательных зарядов совпадают (Рис. 4-1 а). Если к металлическим электродам, расположенным на противоположных гранях кристалла кварца, приложить внешнее электрическое напряжение так, как указано на Рис. 4-1 б, то ионы смещаются, приводя к деформации кристаллической решетки.

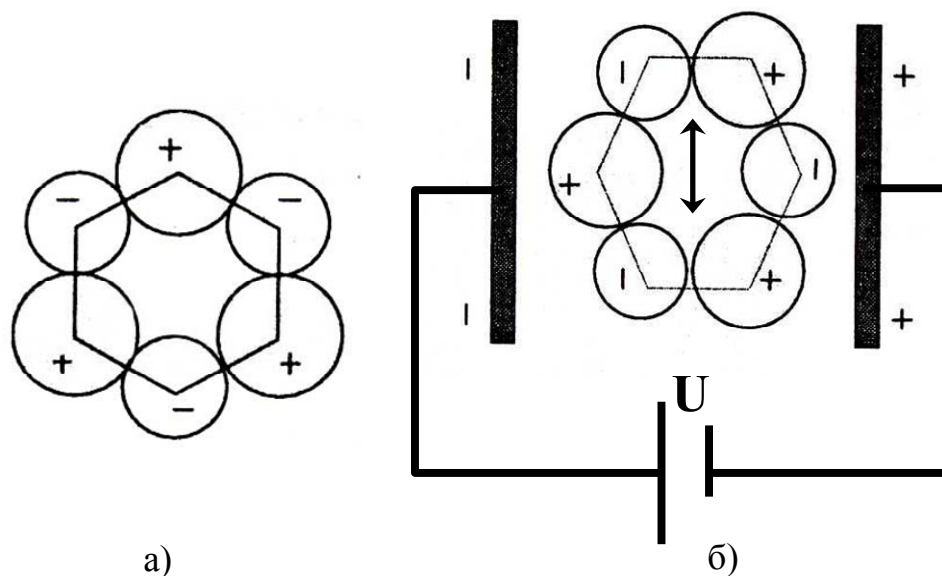


Рис. 4-1. Схема структуры кварца (а) и возникновения обратного пьезоэлектрического эффекта (б)

В СЗМ, как правило, в качестве пьезоматериала используется не кристаллические материалы, вроде кварца, а пьезокерамика, обладающая более высоким пьезомодулем. Пьезокерамика представляет собой совокупность сегнетоэлектрических монокристаллических зерен с типичным размером  $0.5 \div 50$  мкм.

Основой большинства применяемых в СЗМ пьезокерамик [Лит. 4-1, Лит. 4-2] является состав  $PbZr_{1-x}Ti_xO_3$  (цирконат-титанат свинца, ЦТС) с различными добавками. В качестве добавок используются Nb, Sn, Bi, La – в качестве легирующих добавок (менее 5%) и Sn, Ba, La – в качестве модифицирующих (более 5%) примесей. Стандартным методом получения пьезокерамики является метод спекания порошков заданного состава при атмосферном давлении. Существует также метод горячего прессования под давлением до  $200 \text{ кг/см}^2$ . Этот метод позволяет получить керамику с плотностью, превышающей 99,9% от теоретически достижимой, и обладающую свойствами, близкими к свойствам кристаллических образцов.

В неполяризованной керамике зерна и, соответственно, полярные оси их доменов ориентированы хаотично, что обуславливает квазиизотропное поведение электрических, пьезоэлектрических и других характеристик керамики. Для получения требуемых свойств, например, наличия обратного пьезоэффекта, необходимо однородно ориентировать полярную ось во всем объеме материала при помощи внешнего электрического поля. Этот процесс, называемый поляризацией, заключается в нагреве материала до температур выше температуры Кюри  $T_c$  и последующем охлаждении в присутствии внешнего электрического поля до комнатных температур. После снятия внешнего электрического поля дипольные моменты доменов остаются ориентированными в одном направлении, т.е. в материале возникает остаточная поляризация. При использовании пьезокерамики, осуществлять ее нагрев выше точки Кюри нельзя, т.к. при этой температуре пьезокерамика деполяризуется и пьезоэффект больше не наблюдается.

Удлинение закрепленной с одного конца пьезопластинки (Рис. 4-2) определяется выражением:

$$\Delta l = l \frac{U}{h} d_{31}, \quad (1)$$

где  $l$  – длина пластины,  $h$  – толщина пластины,  $U$  – электрическое напряжение, приложенное к электродам, расположенным на гранях пьезопластины,  $d_{31}$  – пьезомодуль материала.

Пьезомодуль  $d_{31}$ , определяющий преобразование напряжения в перемещение в продольном направлении, обычно равен  $30\text{-}350 \cdot 10^{-12}$  м/В. Например, при значении  $d_{31}=200$  м/В ( $2 \text{ \AA}/\text{В}$ ), используя пластинку длиной  $l=20$  мм, толщиной  $h=0,5$  мм, можно обеспечить механические смещения  $\Delta l$  в диапазоне  $0\text{-}2,4$  мкм при изменении управляющего напряжения  $U$  от 0 до 300 В. Большие коэффициенты пьезомодуля важны для меньших габаритов сканеров и меньших управляющих напряжений.

Максимальная величина деформации пьезоматериала, определяющая максимальное поле сканирования, ограничивается значением напряженности электрического поля, при котором возникает электрический пробой материала. Минимальный шаг или точность перемещений в основном определяется шумами управляющего электрического напряжения, уровнем механических вибраций и термодрейфа.

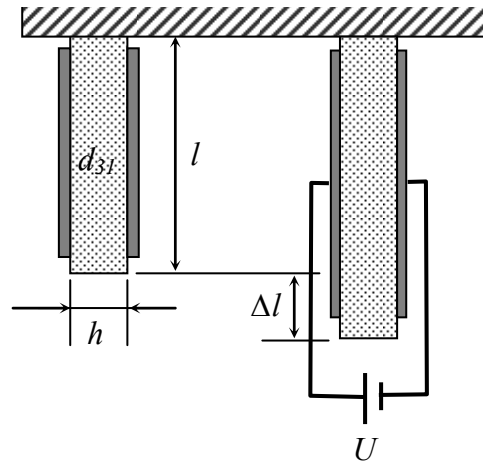


Рис. 4-2. Удлинение закрепленной с одного конца пьезопластинки

Среди основных характеристик пьезокерамик, применяемых в СЗМ, можно выделить:

- Малая потребляемая мощность и отсутствие тепловыделения;
- Неизменность пьезомодуля  $d_{31}$  при низких температурах, вплоть до гелиевых (4,2 К), что важно для низкотемпературных СЗМ;
- Температура Кюри – 170÷350°C;
- Коэффициент теплового расширения керамики составляет  $\beta=1\div 10\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , при этом значение имеет не столько сам коэффициент, сколько малая разность этих коэффициентов  $\Delta\beta$  для керамики и материала, используемого вместе с ней в конструкции (например, сталь) для уменьшения температурных дрейфов;
- Малые габариты, высокая жесткость и, как следствие, высокие резонансные частоты (желательно  $> 10 \text{ кГц}$ ), необходимые для защиты от вибраций. Высокая резонансная частота позволяет так же повысить скорость сканирования, т.е. уменьшить время получения СЗМ данных;
- Применимость в различных средах и сверхвысоком вакууме, т.к. они химически не активны, и не создают электромагнитных полей.

Несмотря на преимущества пьезокерамик, применяемых в качестве микропозиционеров, они обладают так же и рядом недостатков.

Идеальная пьезоэлектрическая керамика деформируется линейно с приложенным напряжением в соответствии с выражением (1), и при увеличении напряжения и при его уменьшении, как показано на Рис. 4-3.

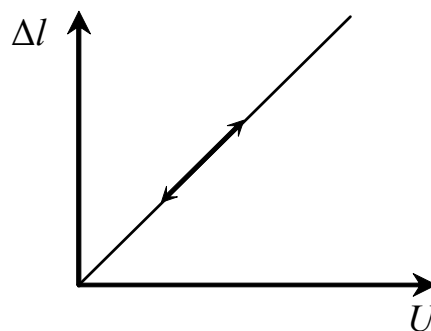


Рис. 4-3. Смещение идеальной пьезокерамики с приложенным напряжением

На практике, пьезоэлектрическая керамика не ведет себя в соответствии с линейной моделью, показанной на Рис. 4-3. При работе со сканерами на основе пьезокерамики необходимо принимать во внимание ряд свойств этого материала:

### а) Нелинейность

Реальная пьезокерамика деформируется нелинейно с приложенным напряжением (Рис. 4-4), т.е. удлинение является некоторой функцией от приложенного напряжения:

$$\Delta l = f(U). \quad (2)$$

Нелинейность обусловлена увеличением пьезомодуля на 10÷20 % с ростом приложенного напряжения.

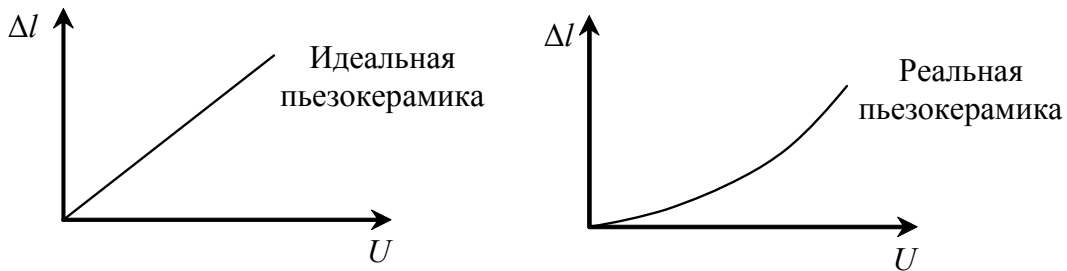


Рис. 4-4. Нелинейность механической деформации пьезокерамики

В случае получения изображений малых участков поверхности, сравнимых с межатомными расстояниями, этот недостаток не так существен: во-первых, неидеальность поведения невелика ввиду малости диапазона развертки, а во-вторых, большинство важных геометрических параметров, например длины связей, хорошо известны заранее из результатов измерений другими методами.

Однако при получении изображений более крупных объектов, например структур, изготовленных методами микротехнологии, нелинейные эффекты могут создавать значительные искажения. Нелинейность пьезокерамики приводит к тому, что объекты одинакового размера в начале и в конце сканируемого изображения будут иметь различные размеры.

### б) Гистерезис

Это тип нелинейного поведения, при котором имеет место неоднозначная зависимость удлинения от направления изменения электрического напряжения (Рис. 4-5). Кроме того, благодаря гистерезису керамика может не достигать своей начальной длины после одинакового изменения электрического напряжения в одну и в другую сторону.

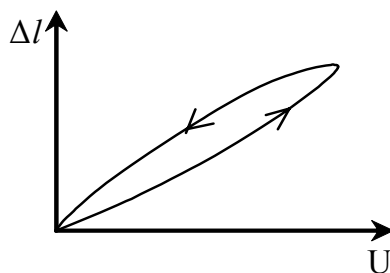


Рис. 4-5. Гистерезис пьезокерамики

Величина гистерезиса обычно составляет 10% и зависит от состава пьезоэлектрического материала и его структуры.

Гистерезис СЗМ сканера приводит к сдвигу областей сканирования (и, соответственно СЗМ-изображений), получаемых при прямом и обратном перемещениях. Поэтому, для исключения искажений СЗМ-изображений поверхности образца, связанных с гистерезисом, следует проводить измерения только при прямом или только при обратном ходе сканера.

### в) Ползучесть

Крип пьезокерамики (creep – ползучесть) проявляется в медленном дрейфе в направлении последних предшествующих перемещений или замедленном во времени механическом смещении после быстрого изменения напряжения. После приложения ступеньки напряжения может наблюдаться также продолжение смещения в виде, изображенном на Рис. 4-6 (дребезг пьезокерамики).

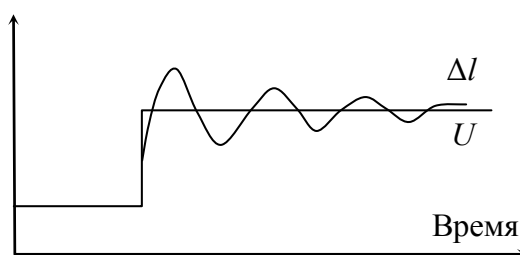


Рис. 4-6. Ползучесть и дребезг пьезокерамики

Ползучесть пьезокерамики проявляется в искажении начального участка скана при больших площадях и скоростях сканирования, т.е. когда напряжение, приложенное к пьезоматериалу, изменяется достаточно быстро. Ползучесть также приводит к сдвигу особенности на СЗМ изображении в повторных сканах. Влияние ползучести уменьшается при уменьшении скорости сканирования, а также после «тренировки» сканера. На практике, заметив искажения на СЗМ-изображении, связанные с ползучестью, следует через некоторое время остановить сканирование и повторить его заново. После такой «тренировки» искажения на СЗМ-изображении, проявляющиеся, например, в виде загиба вертикальных линий, на повторном кадре, как правило, уменьшаются. Понятно, что ползучесть проявляется при резком смещении сканера в требуемую начальную точку сканирования, поэтому в алгоритмах управления сканером исключают резкие скачки управляющего напряжения и вводят временные задержки, учитывающие ползучесть.

### г) Температурный дрейф

Случайные изменения температуры, всегда существующие в лаборатории, приводят к изменению длины элементов конструкции и относительному смещению зонда и образца. Например, при изменении температуры на  $\Delta T=1^\circ\text{C}$ , пьезотрубка длиной  $l=20$  мм с коэффициентом линейного температурного расширения  $\beta=2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , изменит свою длину на  $\Delta l=\beta l \Delta T=40 \text{ \AA}$ .

Плавный температурный дрейф вдоль координаты  $Z$  в процессе сканирования приводит к наклону плоскости образца на СЗМ-изображении. Изменение же линейных размеров вдоль координат  $X$  и  $Y$ , приводящее к взаимному сдвигу зонда и образца в плоскости образца, вызывает изменение масштабов изображения. В целом, эти искажения похожи на искажения, вызванные ползучестью керамики.

## 2. СЗМ сканеры

Конструкции из пьезокерамик, обеспечивающие перемещение по трем координатам  $x$ ,  $y$  (в латеральной плоскости образца) и  $z$  (по вертикали), называются сканерами. Существует несколько типов сканеров, наиболее распространенными из которых являются треногий и трубчатый (Рис. 4-7).

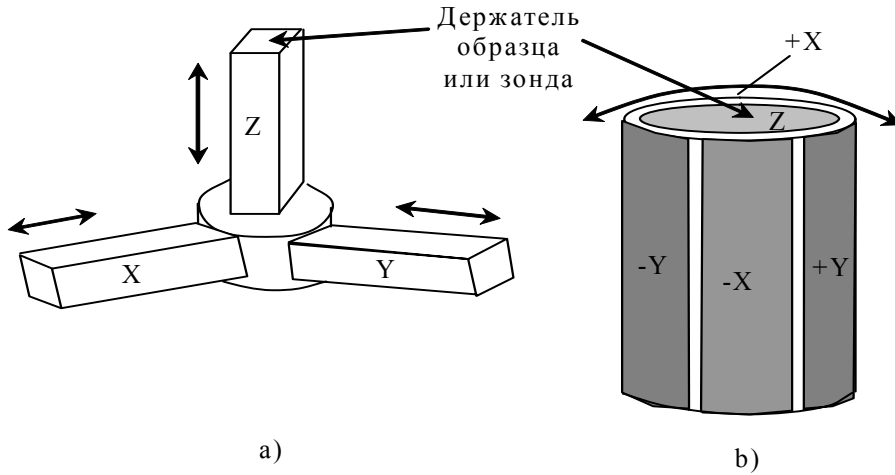


Рис. 4-7. Треногий сканер (а) движется при сканировании по дуге окружности в  $z$ -направлении. Трубчатый сканер (б) описывает сложную гиперболическую функцию. Эти эффекты приводят к изгибным искажениям на СЗМ изображениях

В треногом сканере перемещения по трем координатам обеспечивают расположенные в ортогональную структуру три независимые пьезокерамики.

Когда на  $x$  и  $y$  керамику при сканировании подается напряжение, геометрия сканера заставляет зонд, укрепленный на конце  $z$ -пьезокерамики, выходить из плоскости образца. Таким образом, на  $z$ -пьезокерамику должно подаваться напряжение для поддержания зонда в обратной связи с образцом. Это приводит к изображению, которое кажется изогнутым, даже когда фактическая поверхность образца полностью плоская (Рис. 4-7 а).

В треногом сканере  $Z$ -пьезокерамика и соответственно закрепленный на ее конце зонд, движется при сканировании по дуге окружности (плоскости второго порядка). Эта дуга определяется физическими размерами треноги и не меняется при изменении скорости сканирования. Это искажение может быть легко удалено из полученного изображения левелингом второго порядка (Рис. 4-8).

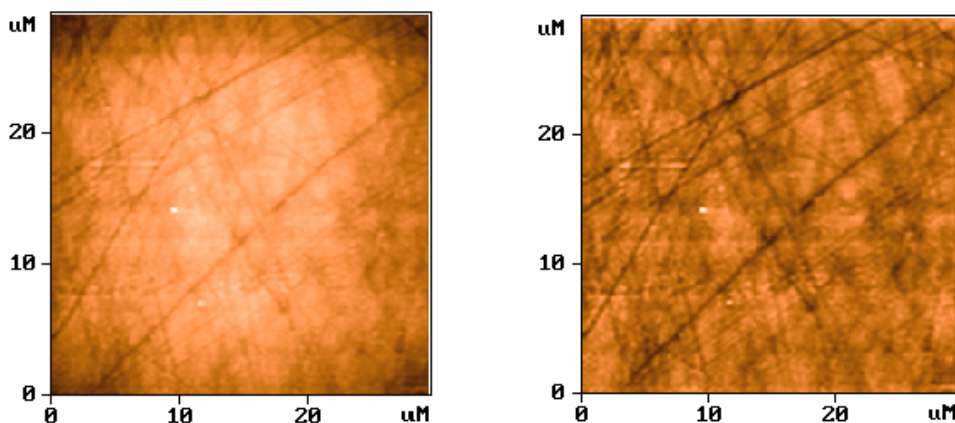


Рис. 4-8. Вычитание плоскости второго порядка из СЗМ изображения



Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или сжатия трубки по оси  $z$ . Электроды, управляющие перемещениями трубки в  $x$  и  $y$  направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки (Рис. 4-7 б). Для изгиба трубки в направлении  $X$ , на  $+X$  керамику подается напряжение для удлинения одной из ее сторон. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении  $Y$ . Движение в  $Z$  направлении генерируется подачей напряжения на электрод в центре трубки.

Диапазон сжатия или растяжения трубки в  $z$  направлении пропорционален длине трубки, в то время как изгиб в  $x$  и  $y$  направлениях пропорционален квадрату длины. Как следствие, сканеру может не хватить диапазона перемещений в  $z$  направлении, чтобы измерить большие детали при сканировании большой площади, особенно если образец не выровнен точно перпендикулярно трубке.

Трубчатый сканер производит изгибное искажение большего порядка, чем треногий. Поскольку величина гистерезиса увеличивается при увеличении скорости и диапазона сканирования, форма и величина изгиба изменяется со скоростью сканирования и размером скана. Для того чтобы исправить изгиб на изображении, вызванный трубчатым сканером, должна использоваться программная коррекция (левелинг) более высокого порядка, которая может приводить к другим искажениям.

#### а) Методы линеаризации характеристик сканеров

Существует несколько способов коррекции нелинейности и других свойств пьезокерамики в сканирующих зондовых микроскопах.

Наиболее надежный, но и наиболее дорогостоящий, подход к решению этой проблемы заключается в прямом измерении мгновенного положения сканера и коррекции нелинейности в реальном времени посредством цепи обратной связи. В качестве датчиков смещения могут использоваться емкостные или тензодатчики, фотодетекторы или оптические интерферометры.

В методе оптической коррекции [Лит. 4-3] (Рис. 4-9) на пьезоэлектрическом трубчатом сканере располагаются две взаимно перпендикулярные лопасти, в каждой из которых имеется узкая щель. По разные стороны от каждой лопасти установлены светодиод и дифференциальный фотодетектор. Светодиод освещает щель широким пучком света. При перемещении сканера щель перемещается относительно фотодетектора, так что по его поверхности перемещается узкая полоска света. Разность фототоков, создаваемых полоской света в двух секциях фотодетектора, преобразуется предусилителем в выходное напряжение, пропорциональное смещению сканера. Смещения сканера в направлениях  $x$  и  $y$  измеряются отдельными схемами.

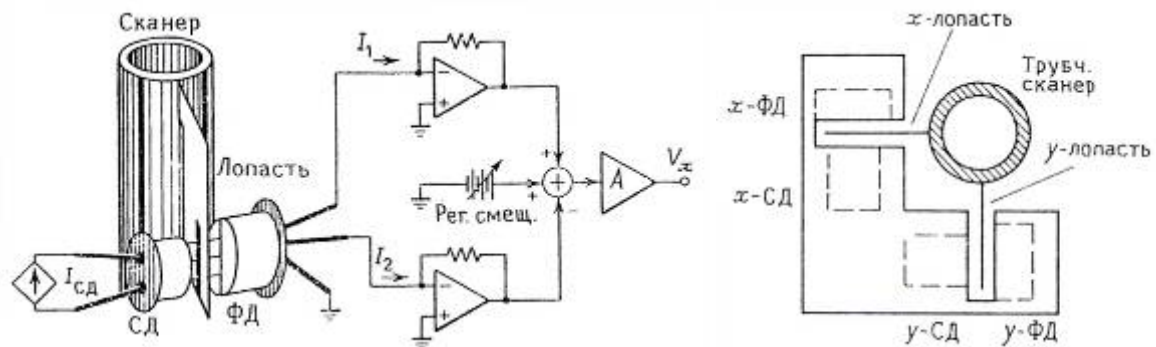


Рис. 4-9. Схема одного канала оптического датчика смещения (слева) и геометрия двухкоординатного детектора (справа): СД – светодиод, ФД – фотодетектор

При использовании емкостных датчиков [Лит. 4-4] две пластины конденсатора располагаются на сканере и на фиксированном расстоянии вблизи сканера. При движении сканера определяется изменение емкости между этими двумя пластинами, обусловленное изменением площади контакта, и соответствующее смещение сканера.

При использовании тензодатчиков [Лит. 4-5] измеряется электросопротивление проводника в результате его деформации (тензорезистивный эффект). Изменение сопротивления тензорезисторов, расположенные на  $x$ ,  $y$  и  $z$  пьезокерамиках в сканере пропорционально смещению сканера.

Второй, более простой способ, заключается в использовании нелинейных напряжений возбуждения пьезокерамики, так чтобы результирующее смещение сканера было приблизительно линейным. Для этого СЗМ сканер должен быть предварительно откалиброван, т.е. найдена функция (2) зависимости смещения от приложенного напряжения. Калибровка сканера осуществляется с использованием образцов с периодическими структурами заранее известных размеров (тест-объектов).

### б) Резонансные частоты сканеров

Важной характеристикой СЗМ сканера является его резонансная частота. В конструкциях современных микроскопов приходится идти на компромисс между величиной максимального поля обзора сканирующего элемента и его резонансной частотой.

Сканеры с жесткой конструкцией, т.е. высоким значением резонансной частоты, во-первых, лучше защищены от влияния внешних вибраций и, во-вторых, позволяют с достаточной точностью отслеживать за сигналами в достаточно широкой частотной полосе. Это дает возможность устанавливать высокую скорость сканирования, уменьшая тем самым время, необходимое для получения информации. Уменьшение времени сканирования заданной области с одной стороны удобно, а с другой стороны, имеет принципиальное значение, поскольку при этом уменьшается вредное влияние температурных дрейфов.

Оценим собственную резонансную частоту сканера в виде пьезотрубки, воспользовавшись выражением для частоты основной гармоники поперечных колебаний в плоскости  $X_Z$  стержня с одним жестко закрепленным концом:

$$\omega = \frac{1}{2\pi} \frac{(1,875)^2}{l^2} \sqrt{\frac{EI_Y}{m}}, \quad (3)$$

где  $I_Y(z)$  – погонный момент инерции относительно оси  $z$ ,  $l$  – длина,  $m$  – масса,  $E = c^2 \rho$  – модуль Юнга,  $c$  – скорость звука в пьезоматериале,  $\rho$  – плотность пьезокерамики.

Для полого цилиндра длиной  $l$ , радиусом  $R$  и толщиной стенки  $h$ , имеем:

$$I_Y = \frac{\pi R^4}{2} \left[ 1 - \left( \frac{R-h}{R} \right)^4 \right].$$

Подставляя  $l = 30$  мм,  $h = 1$  мм,  $R = 6$  мм,  $c = 3,3 \cdot 10^3$  м/сек,  $\rho = 7$  г/см<sup>2</sup>, получим  $\omega \approx 12,3$  КГц.

Из формулы (3) видно, что увеличение диапазона перемещений сканера за счет увеличения его длины приводит к квадратичному уменьшению его резонансной частоты.

Понятно также, что в случае крепления образца на сканере, его масса должна быть небольшой по сравнению с массой сканера, в противном случае будет заметным уменьшение резонансной частоты.

Резонансную частоту сканера можно также измерить экспериментально, поэтому в случае сканеров сложной конфигурации, когда математический расчет представляет собой достаточно сложную задачу, пользуются данными, полученными экспериментально.

### 3. СЗМ зонды

Существует много видов СЗМ зондов, различающихся различной геометрией. Важно использовать в эксперименте соответствующий зонд для того, чтобы отобразить интересующие особенности на поверхности образца.

Одним из видов АСМ зондов является пирамидка из нитрида кремния с квадратным основанием со сторонами приблизительно 5 мкм длиной (Рис. 4-10). Кантилеверы с зондами получают путем напыления  $\text{Si}_3\text{N}_4$  в ямки травления от дислокаций на поверхности  $\text{Si}$  (100), литографией и последующим травлением подложки. Отношение сторон (высоты к основанию) определяется геометрией ямки травления и составляет приблизительно 1:1, с радиусом кончика около  $20 \div 50$  нм.

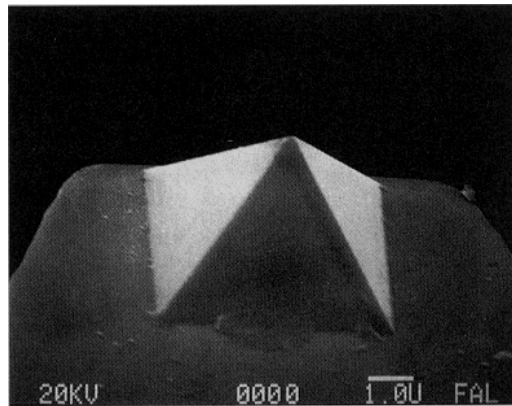


Рис. 4-10. Изображение пирамидального АСМ зонда в просвечивающем электронном микроскопе

Для изготовления кремниевых АСМ зондов конической формы (Рис. 4-11) применяется достаточно сложный технологический процесс, включающий в себя операции фотолитографии, ионной имплантации, химического и плазменного травления.

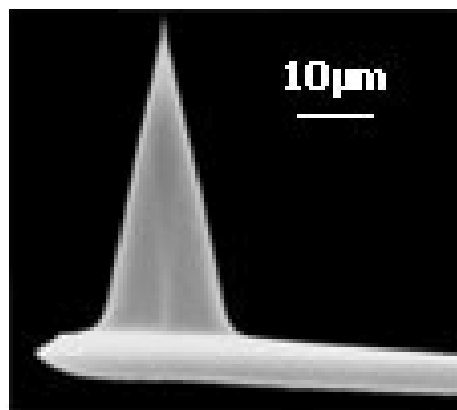


Рис. 4-11. Изображение конического АСМ зонда в просвечивающем электронном микроскопе

Основные этапы одной из возможных технологий изготовления представлены на Рис. 4-12 [Лит. 4-6]. Для изготовления зондовых датчиков (кантилевер с расположенным на его кончике зондом) используются пластины кристаллического кремния ориентации (110). На поверхность пластины осаждается тонкий слой фоторезиста (Рис. 4-12, этап 2). Затем фоторезист экспонируется через фотошаблон, и часть фоторезиста удаляется посредством химического травления. Далее проводится имплантация ионов бора, так что ионы проникают на глубину порядка 10 мкм в область кремния, не защищенную фоторезистом (этап 3). После этого фоторезист смывается в специальном травителе, и затем проводится термический отжиг пластины, в результате которого атомы бора встраиваются в кристаллическую решетку кремния. Кремний, легированный бором, образует так называемый стоп-слой, который останавливает процесс травления для некоторых селективных травителей. Затем на обратной стороне пластины вновь проводится фотолитография, в результате которой формируется слой фоторезиста точно над областью, имплантированной бором. После этого пластина покрывается тонким слоем  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (этап 4). Затем проводится селективное травление фоторезиста, причем в процессе растворения фоторезист набухает и срывает расположенную непосредственно над ним тонкую пленку  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (этап 5). Пластина кремния протравливается насквозь до стоп-слоя с помощью селективного травителя, который взаимодействует с кремнием и не взаимодействует с легированным кремнием и слоем  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (этап 6). После этого  $\text{Si}_3\text{N}_4$  смывается, и на обратной стороне пластины в легированной области методом фотолитографии формируются островки из фоторезиста (этап 7,8). Затем проводится травление кремния, в результате которого получаются столбики кремния под островками фоторезиста (этап 9). Далее с помощью плазменного травления из столбиков кремния формируются иглы (этап 10,11).

Получающиеся в результате заострения плазменным травлением зонды имеют коническую форму с радиусом основания  $3\div 6$  мкм, и высотой  $10\div 30$  мкм (что дает отношение сторон  $3\div 5:1$ ). Радиус кончика составляет приблизительно  $10\div 20$  нм.

В результате данных технологических операций изготавливается целый набор зондовых датчиков на одной кремниевой пластине. Для проведения электрических измерений на зонд наносятся проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti,  $\text{W}_2\text{C}$  и др.). В магнитных АСМ датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

Для проведения специальных измерений особо узких углублений/щелей используются специальные виды зондов, называемых вискерными (“Whisker type”) или супертипами (Рис. 4-13). Эти зонды имеют очень острые кончики с большим отношением сторон, позволяющие им проникать в узкие углубления, в то время как стандартные зонды не могут измерить дно и почти вертикальные боковые стенки. Типичные размеры составляют: длина  $1.5\div 2$  мкм, отношение сторон  $> 10:1$ , и радиус кончика 10 нм.

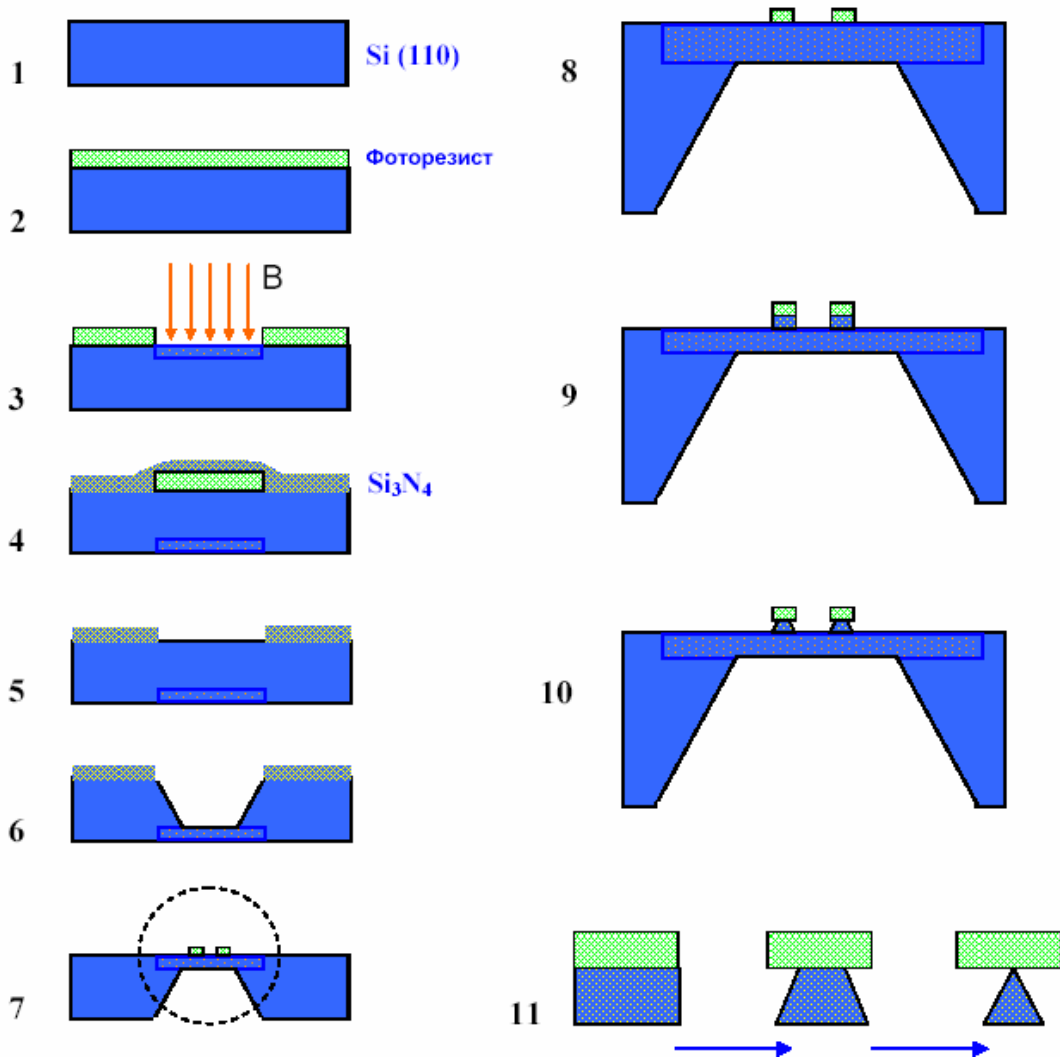


Рис. 4-12. Основные этапы изготовления кремниевых АСМ зондов

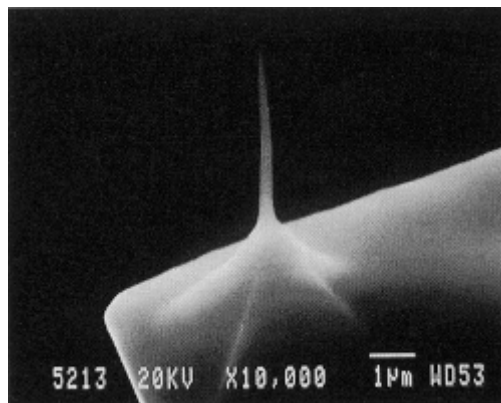


Рис. 4-13. Изображение длинного тонкого АСМ суперзонда в просвечивающем электронном микроскопе

Зонды для СТМ как правило изготавливаются из тонкой вольфрамовой проволочки. Для изготовления острых зондов с большим отношением сторон, эти проволоки затачивают с использованием процесса электрохимического травления. Отношение сторон составляет обычно 5:1 с радиусом кончика порядка 10 нм.

При получении атомных изображений сканируется относительно малый диапазон на плоской поверхности, поэтому общая геометрия зонда не критична для этого применения. Применяемая в этом случае методика изготовления СЗМ зондов – перерезывание проволоки с помощью обыкновенных ножниц. Перерезывание производится под углом порядка 45 градусов с одновременным натяжением проволоки на разрыв. При перерезывании происходит пластическая деформация проволоки в месте резки и обрыв ее под действием растягивающего усилия. В результате в месте разреза формируется вытянутое острие с неровным (рваным) краем с многочисленными выступами (волоконками), один из которых и оказывается рабочим элементом СЗМ зонда, который будет участвовать в процессе туннелирования (Рис. 4-14).

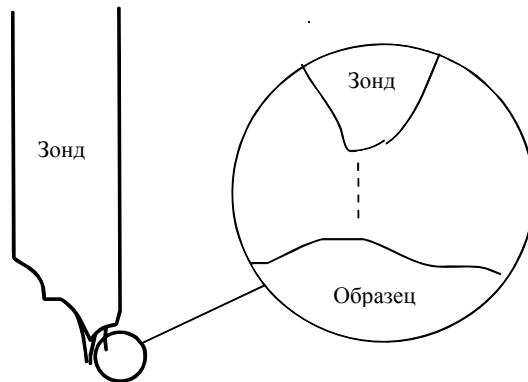


Рис. 4-14. Микроскопические волокна на конце механически обрезанной проволоки эффективны для получения атомного изображения в СЗМ. Только атомы внизу ближнего к поверхности образца волокна участвуют в туннелировании электронов

Артефакты, связанные с зондом, возникают на СЗМ изображении неизбежно. Взаимодействие между геометрией зонда и поверхностью образца показано на Рис. 4-15.

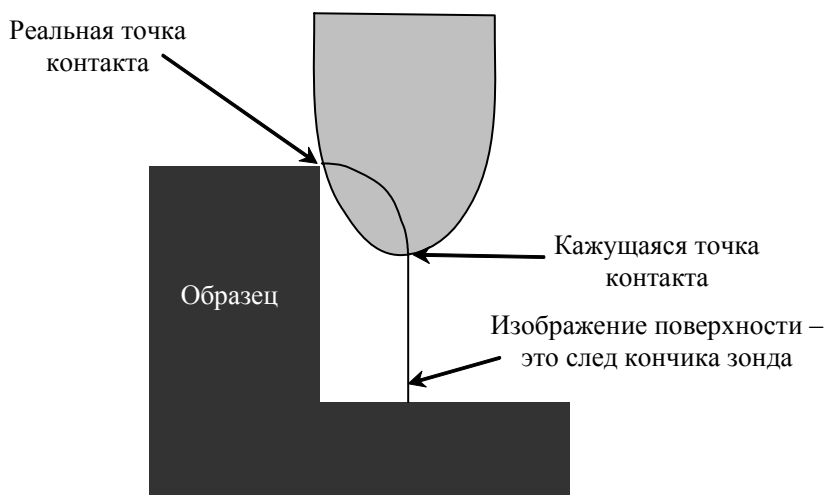


Рис. 4-15. Кажущаяся точка контакта СЗМ зонда с образцом зависит как от геометрии зонда, так и от геометрии отображаемой поверхностной особенности образца

Однако знание геометрии зонда позволяет минимизировать это влияние при интерпретации полученных изображений, а так же использовать зонды, наиболее подходящие для отображения интересных особенностей исследуемого образца.

### а) Искажения особенностей типа ступеньки/канавки

При отображении резких особенностей геометрия зонда очень важна. Зонд с большим радиусом начинает взаимодействовать с поверхностными особенностями задолго до того, как центральная ось зонда достигает особенности. Это можно видеть на примере отображения ступеньки, показанном на Рис. 4-16. После того, как зонд начинает взаимодействовать с особенностью, он очерчивает округленную форму, а не острый край.

Если используется зонд пирамидальной формы, будет казаться, что ступенька имеет угол, равный углу зонда. Таким образом, для отображения этих особенностей, отношение сторон зонда является критичным. Зонды с большим отношением сторон будут вносить наименьшие искажения.

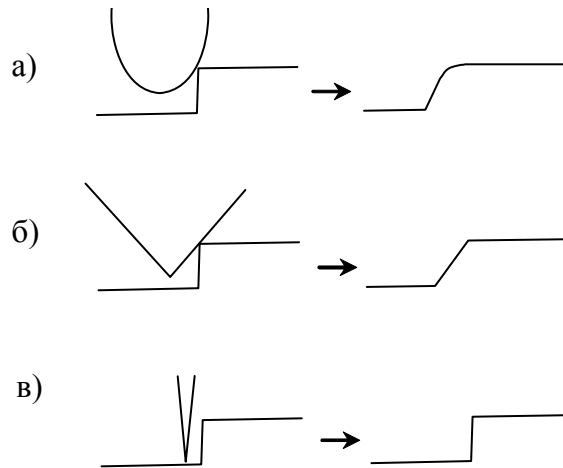


Рис. 4-16. При отображении ступеньки, геометрия зонда является критичной. Закругленные зонды создают изображения, которые кажутся округленными (а). Зонды с малым отношением сторон производят наклонные ступеньки (б). Для получения изображений, наиболее близко соответствующих поверхности образца, требуются зонды с большим отношением сторон (в)

При отображении глубоких особенностей, типа канавок, это становится еще более важным. Дно этих особенностей может быть отображено только при использовании длинных и тонких зондов. Зонды с малыми отношениями сторон не будут достигать дна этих особенностей, как показано на Рис. 4-17.

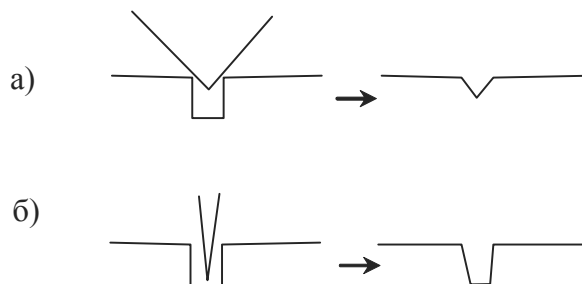


Рис. 4-17. Зонды с малым отношением сторон не достигают дна канавки (а). Эти особенности могут быть отображены только длинными и тонкими зондами (б)

### б) Искажения особенностей типа выпуклости

При отображении малых выпуклостей на плоской поверхности (например, квантовых точек) заостренность используемого зонда драматически влияет на ширину изображения. Как показано на Рис. 4-18, зонд с большим радиусом начинает взаимодействовать с особенностью задолго до того, как центральная ось зонда коснется образца. Изображение

будет значительно шире, чем реальная поверхность образца. При этом высота будет измерена правильно, независимо от геометрии зонда. Зонды для этого типа образцов должны быть острыми, хотя они не обязательно должны быть длинными, как при отображении глубоких или резких особенностей.

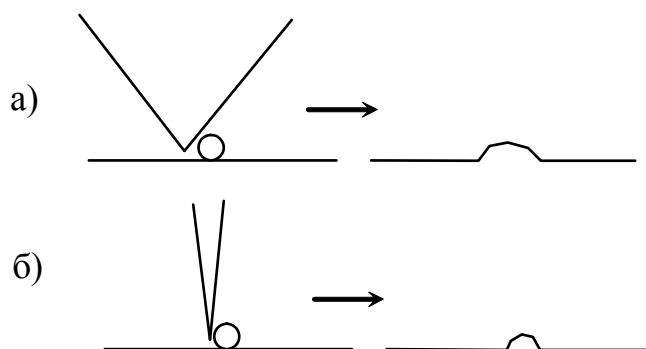


Рис. 4-18. При отображении очень мелких деталей на поверхности, тупые зонды приводят к намного более широким изображениям, чем реальный образец (а). При использовании острых зондов, ширина изображения более близко соответствует реальной ширине деталей (б). В обоих случаях высота особенностей воспроизводится точно

#### в) Загрязнение зонда

Если кончик СЗМ зонда загрязнен, например, прилипшими осколками с поверхности образца, результирующее изображение будет изменяться, как правило, происходит размазывание отображаемых деталей. В некоторых случаях загрязнение может улучшать разрешение. Например, при отображении графита с помощью СТМ с атомным разрешением, зонд может подбирать графит с поверхности. Туннелирование электронов в этом случае происходит между атомами графита (углерода) на зонде и на поверхности образца.

#### г) Разрушение зонда

Иногда в процессе получения изображения твердых образцов или неосторожного обращения с зондом может происходить частичное разрушение зонда, приводящее, например, к раздвоению кончика зонда (Рис. 4-19). При использовании такого зонда на получающемся изображении будет наблюдаться сдвоенное изображение каждой особенности на поверхности образца.

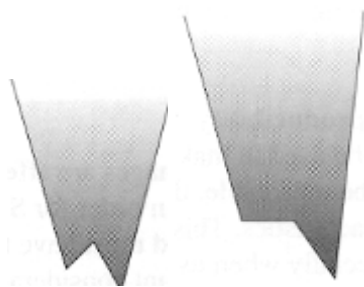


Рис. 4-19. Раздвоенный кончик зонда будет удваивать отображаемые особенности на поверхности образца, т.к. в получении изображения попеременно будут участвовать оба кончика



**д) Угол между зондом и образцом**

Если зонд располагается под углом к поверхности образца, отличным от  $90^\circ$ , получающееся изображение будет искаженным. При отображении особенности, которая имеет равные углы с каждой стороны, одна сторона будет казаться более крутой, чем другая, как показано на Рис. 4-20.

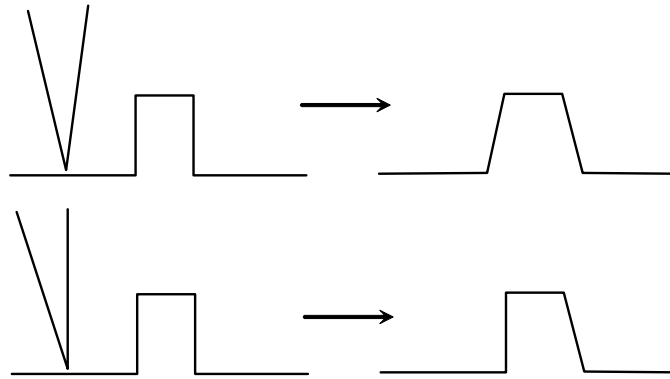


Рис. 4-20. Артефакты на изображении могут быть вызваны углом между зондом и образцом

**е) Методы восстановления формы поверхности по ее СЗМ изображению**

Во всех описанных случаях наблюдаются искажения в СЗМ изображениях при сканировании поверхностей с неровностями рельефа, сравнимыми с характерными размерами рабочей части зонда. Фактически СЗМ изображения являются сверткой формы поверхности исследуемого образца и зонда, который используется для отображения поверхности.

Частично данную проблему позволяют решить развитые в последнее время методы восстановления СЗМ изображений, основанные на компьютерной обработке СЗМ данных с учетом конкретной формы зондов [Лит. 4-7, Лит. 4-8]. Наиболее эффективным методом восстановления поверхности является метод численной деконволюции, использующий форму зонда, получаемую экспериментально при сканировании тестовых (с хорошо известным рельефом поверхности) структур.

Для калибровки и определения формы рабочей части зондов используются специальные тестовые структуры с известными параметрами рельефа поверхности. Виды наиболее распространенных тестовых структур и их характерные изображения, полученные с помощью атомно-силового микроскопа представлены на Рис. 4-21 и Рис. 4-22. Калибровочная решетка в виде острых пиков (массив перевернутых АСМ зондов) позволяет хорошо прописывать кончик зонда, в то время как прямоугольная решетка помогает восстановить форму боковой поверхности. Комбинируя результаты сканирования данных решеток, можно полностью восстанавливать форму рабочей части зондов.

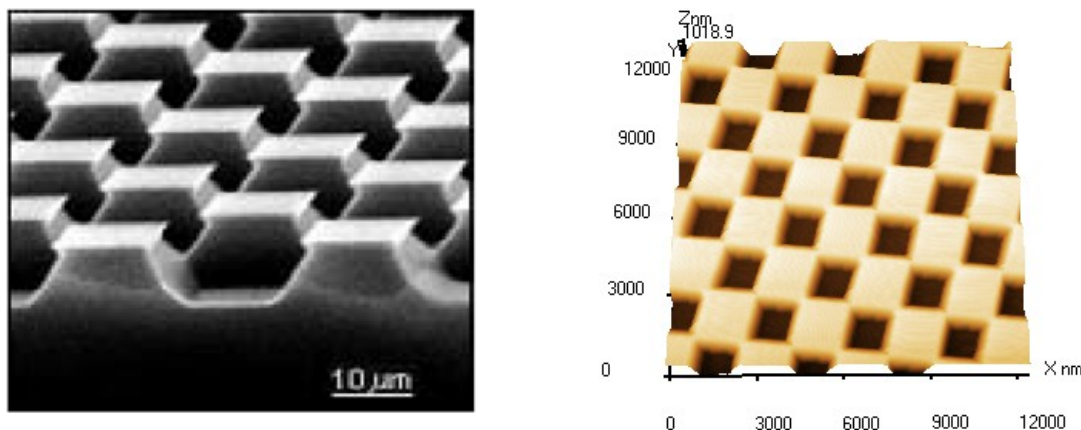


Рис. 4-21. Электронно-микроскопическое (слева) и АСМ, полученное на приборе NanoEducator (справа), изображения прямоугольной калибровочной решетки TGX1

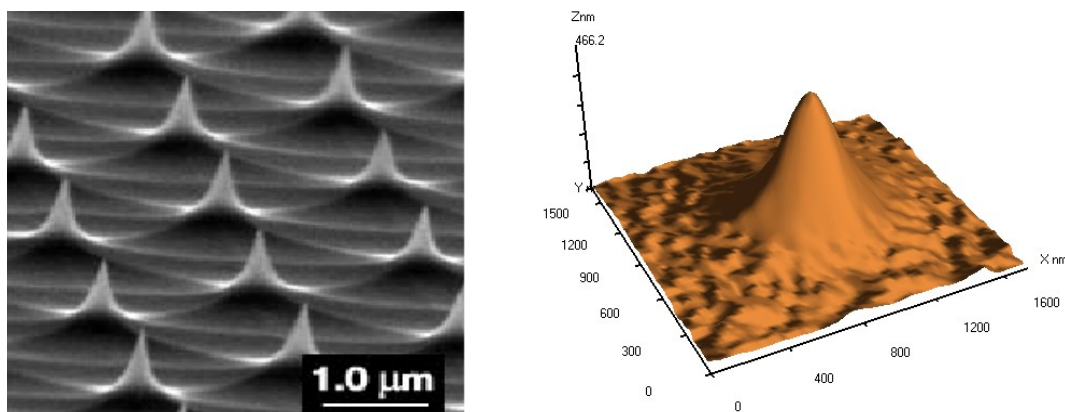


Рис. 4-22. Электронно-микроскопическое изображения калибровочной решетки TGT1 в виде массива острых пиков (слева) и АСМ изображение одного пика (зонда), полученное на приборе NanoEducator (справа)

### ж) Устройство для изготовления зондов для прибора NanoEducator

В сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator используются универсальные зонды для АСМ и СТМ, представляющие собой заостренный конец вольфрамовой проволоки. Устройство для травления игл (УТИ), предназначенное для восстановления затупившегося или изготовления нового СЗМ зонда методом электрохимического травления, показано на Рис. 4-23.

Принцип действия УТИ основан на том, что при протекании электрического тока между раствором щелочи и помещенным в нее металлом происходит электрохимический процесс травления металла, при котором атомы металла переходят в раствор.

УТИ, показанное на Рис. 4-23, работает следующим образом. Отрезок вольфрамовой проволоки 1 закреплен на держателе 8, который перемещается вверх и вниз по вертикали вручную при помощи винта 3. Вращая винт 3, проволоку опускают в кольцо 2 до нужной глубины. Кольцо изготовлено из нихромовой проволоки и в процессе травления не участвует. Предварительно на кольцо 2 вешается капля 5-ти процентного раствора КОН или NaOH. После этого включается источник переменного или постоянного электрического напряжения 6, обозначенный буквой V. Происходит процесс перетравливания вольфрамовой проволоки и образования острой иглы. Оператор

наблюдает за процессом травления в оптический микроскоп 7. Освещение обеспечивается подвижным светодиодным осветителем 4. Все элементы конструкции закреплены на основании 5. После окончания травления иглу 1 вместе с держателем 8 поднимают в верхнее положение и вынимают. Технические характеристики устройства для травления игл приведены в таблице 1.

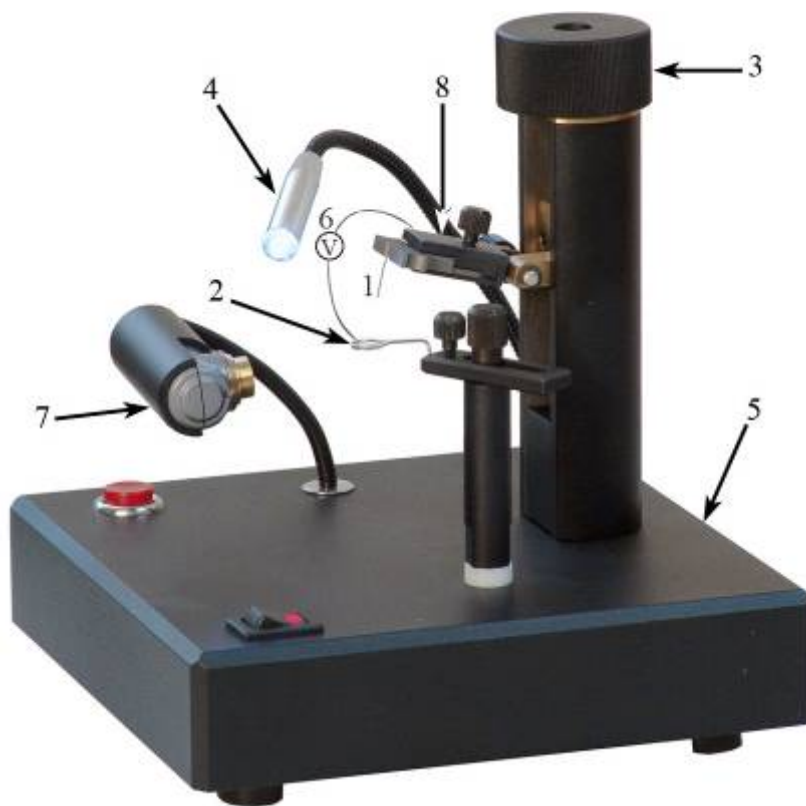


Рис. 4-23. Конструкция устройства для травления игл для S3M NanoEducator  
 1 – отрезок вольфрамовой проволоки; 2 – кольцо; 3 – винт перемещения по вертикали;  
 4 – подвижный светодиодный осветитель; 5 – основание;  
 6 – источник переменного электрического напряжения; 7 – микроскоп; 8 – держатель

Табл. 1. Технические характеристики УТИ.

Типичный радиус закругления кончика иглы	0.2 мкм
Материал заготовки иглы: вольфрамовая проволока диаметром	0.1 мм
Диапазон перемещения по вертикали	25 мм
Источник напряжения	6÷9 В / 0.5 А переменного тока
Увеличение оптического микроскопа	× 20
Время травления иглы	Не более 2 мин

### з) Методика восстановления затупившегося зонда

Если зонд затупился, нужно осуществить его «подтравливание» в соответствии со следующим алгоритмом:

1. Подключите УТИ к адаптеру, входящему в комплект поставки, подключите адаптер к электрической сети 220 В.

2. Убедитесь, что режим травления выключен (не горит красная лампочка на выключателе).
3. Поверните кольцо 2 в сторону от держателя 8 на установке УТИ.
4. Вставьте датчик с зондом в держатель 8.
5. Установите, держатель с датчиком в такое положение, чтобы зонд 1 был в вертикальном положении.
6. Поднимите винтом 3 держатель 8 с датчиком в верхнее положение так, чтобы кончик зонда 1 был выше кольца 2.
7. Поверните кольцо 2 так, чтобы оно оказалось под зондом 1.
8. Отрегулируйте положение оптического микроскопа так, чтобы кольцо 2 было в фокусе микроскопа (Рис. 4-24).



Рис. 4-24. Изображение в оптическом микроскопе УТИ кольца и кончика зонда

9. Поверните кольцо 2 в прежнее положение и навесьте на него каплю 5% раствора КОН из чашки Петри, как показано на Рис. 4-25. Прикоснитесь поверхностью жидкости к кольцу и опустите чашку вниз. На кольце образуется капля раствора.

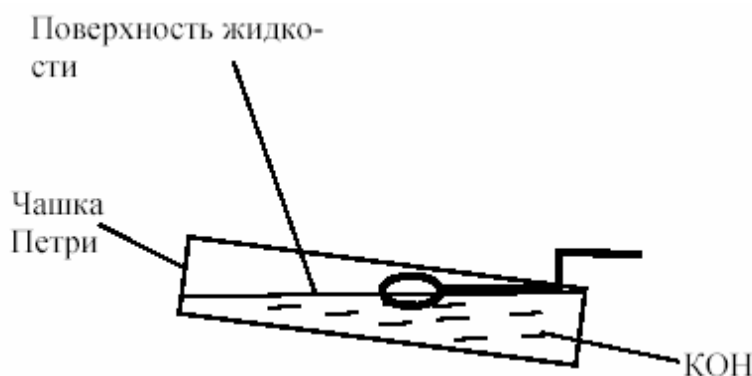


Рис. 4-25. Навешивание капли щелочи на кольцо

10. Снова поверните кольцо под зонд 1, и опустите кончик зонда в середину капли (Рис. 4-26), вращая винт 3, до тех пор, пока игла не коснется поверхности щелочи. В оптическом микроскопе будет виден образовавшийся с иглой мениск (Рис. 4-26).

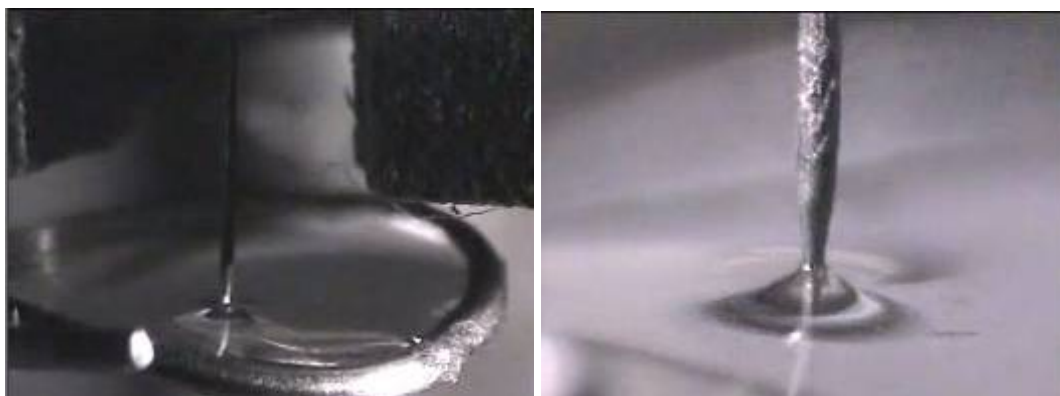


Рис. 4-26. При касании кончика иглы поверхности жидкости образуется мениск

11. Слегка поднимите острие так, чтобы самый ее кончик был выше основной поверхности жидкости, но мениск сохранялся. Это необходимо для того, чтобы в процессе травления участвовал только кончик зонда, который касается мениска.
12. Включите процесс травления выключателем. При этом загорится лампочка на выключателе, и жидкость начнет «кипеть» (Рис. 4-27). После того, как кончик иглы, касающийся мениска, перетравится, поверхность щелочи потеряет электрический контакт с зондом и процесс «кипения» прекратится (Рис. 4-27).



Рис. 4-27. Процесс «кипения» при протекании электрического тока между поверхностью щелочи и зондом (слева) и момент прекращения «кипения» при перетравливании кончика зонда (справа)

13. Выключите травление.
14. Поднимите держатель с датчиком при помощи винта 3.
15. Выньте датчик с готовым зондом из держателя.
16. Промойте кончик зонда водой и просушите его.
17. Вставьте датчик в физический узел и проверьте наличие резонансного пика согласно инструкции по работе с СЗМ. Если пик имеет недостаточную амплитуду, повторно просушите зонд, т.к. остатки влаги могут электрически шунтировать электроды пьезоэлемента.
18. Если травление больше осуществляться не будет, снимите кольцо со щелочью и промойте его водой.
19. Отключите УТИ от электрической сети.

### и) Методика изготовления нового зонда

1. Для изготовления нового зонда возьмите универсальный датчик взаимодействия с имеющимся в нем острием. Осторожно извлеките старую иглу из пьезотрубки при помощи пинцета, вращая ее вокруг своей оси пинцетом. Осторожно с помощью иголки очистите, если это необходимо, кончик пьезотрубки от оставшегося там клея.
2. Отрежьте от мотка вольфрамовой проволоки кусок длиной 10÷15 мм (Рис. 4-28).

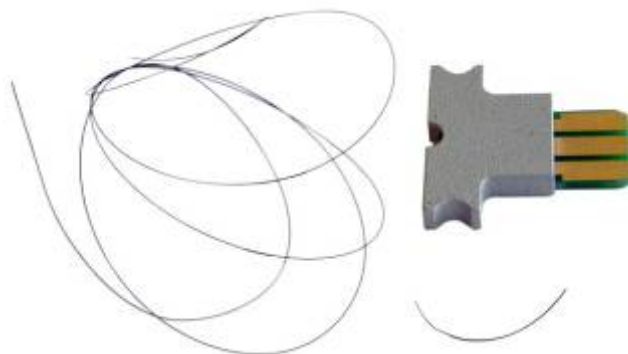


Рис. 4-28. Заготовка для изготовления нового зонда

3. Согните пинцетом кончик заготовки так, как показано на Рис. 4-29. Загнутый кончик по размерам должен быть чуть больше внутреннего диаметра пьезотрубки.



Рис. 4-29. Загнутый кончик заготовки для нового зонда

4. Осторожно вставьте загнутый кончик заготовки в пьезотрубку (Рис. 4-30). Он должен жестко зафиксироваться в пьезотрубки за счет упругости проволоки.

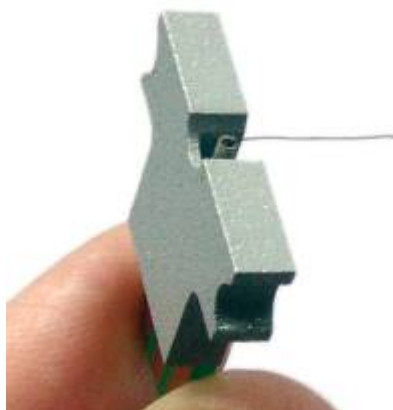


Рис. 4-30. Кончик заготовки вставлен в пьезотрубку

5. Подключите УТИ к адаптеру, входящему в комплект поставки, подключите адаптер к электрической сети 220 В.
6. Убедитесь, что режим травления выключен (не горит красная лампочка на выключателе).
7. Поверните кольцо 2 в сторону от держателя 8 на установке УТИ (см. Рис. 4-23).
8. Вставьте датчик с заготовкой для нового зонда в держатель 8.

9. Установите, держатель с датчиком в такое положение, чтобы заготовка 1 была в вертикальном положении.
10. Поднимите винтом 3 держатель 8 с датчиком в верхнее положение так, чтобы конец заготовки 1 был выше кольца 2.
11. Поверните кольцо 2 так, чтобы оно оказалось под заготовкой 1.
12. Отрегулируйте положение оптического микроскопа так, чтобы кольцо 2 было в фокусе микроскопа (Рис. 4-24).
13. Поверните кольцо 2 в прежнее положение и навесьте на него каплю 5% раствора КОН из чашки Петри, как показано на Рис. 4-25. Прикоснитесь поверхностью жидкости к кольцу и опустите чашку вниз. На кольце образуется капля раствора.
14. Снова поверните кольцо под проволоку 1 и опустите проволоку в каплю. При этом она полностью проколет каплю щелочи.
15. Установите зазор между каплей и нижней поверхностью датчика приблизительно 2-5 мм. При этом длина будущей иглы будет около  $5\div 7$  мм.
16. Включите процесс травления выключателем. При этом загорится лампочка на выключателе и жидкость начнет «кипеть» (Рис. 4-27).
17. Наблюдая за процессом травления в микроскоп, периодически выключайте травление выключателем и наблюдайте за утоньшением вольфрамовой проволоки внутри капли.

По мере травления толщина перетравливаемой области становится настолько малой, что происходит разрыв заготовки за счет веса нижней части. При этом нижняя часть падает, что автоматически разрывает электрическую цепь и останавливает процесс травления.



**ВНИМАНИЕ!** Внимательно следите за процессом травления и немедленно выключите выключатель после падения нижней части заготовки 1.

18. Поднимите держатель с датчиком при помощи винта 3.
19. Выньте датчик с готовым зондом из держателя.
20. Промойте кончик зонда водой и просушите его.
21. Вставьте датчик в физический узел и проверьте наличие резонансного пика согласно инструкции по работе с СЗМ. Если пик имеет недостаточную амплитуду, повторно просушите зонд, т.к. остатки влаги могут электрически шунтировать электроды пьезоэлемента.
22. Если травление больше осуществляться не будет, снимите кольцо со щелочью и промойте его водой.
23. Отключите УТИ от электрической сети.

#### **4.4. Методические указания**

Прежде чем приступить к работе на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator следует изучить руководство пользователя прибора.

## 4.5. Техника безопасности

Прибор управляется напряжением 220 В. Эксплуатацию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator производить в соответствии с ПТЭ и ПТБ электроустановок потребителей напряжением до 220 В.

## 4.6. Задание

### Часть 1

1. Измерение резонансной частоты сканера.
  - 1.1. Закройте программу NanoEducator и выключите электронный блок.
  - 1.2. Выньте зондовый датчик из гнезда измерительной головки, если он установлен. Снимите образец, если он установлен на держателе.
  - 1.3. Отсоедините от головки кабель, по которому подаются управляющие сканером напряжения от блока управления к измерительной головке.
  - 1.4. Присоедините вместо него специальный переходной кабель к разъему измерительной головки. Вторым концом кабеля со вставкой вставьте в гнездо вместо датчика взаимодействия. Этот кабель предназначен для подведения напряжения развертки с генератора для измерения амплитудно-частотной характеристики сканера, подобно тому, как это осуществляется при измерении АЧХ зондового датчика. Схема измерения АЧХ сканера показана на Рис. 4-31. На пьезоэлемент Z сканера подается напряжение с генератора. Механические колебания приводят к возникновению электрических зарядов на пьезоэлементе оси X сканера, этот сигнал усиливается и поступает в измерительную схему.

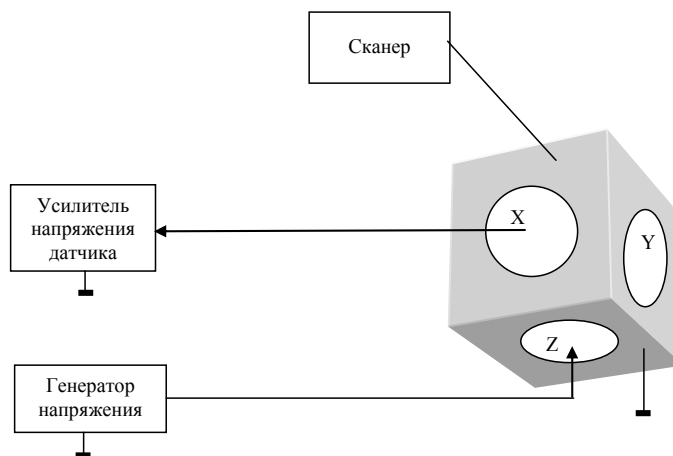



Рис. 4-31. Схема измерения амплитудно-частотной характеристики сканера

- 1.5. Включите электронный блок и запустите управляющую программу прибора NanoEducator. Выберите режим сканирующего силового микроскопа (ССМ).
- 1.6. Нажмите на панели инструментов кнопку . Войдите в режим **Manual**. Нажмите кнопку **RUN**. В результате производится измерение амплитудно-частотной характеристики колебаний, возникающих в сканере подобно тому, как это происходит в датчике силового взаимодействия.





- 1.7. Определите по полученной АЧХ пик, соответствующий сканеру. Изменяйте величину возбуждающего напряжения с генератора, при этом должна меняться высота резонансного пика сканера. Если этого не происходит, то попробуйте поискать пик, соответствующий резонансному колебанию сканера, в другом частотном интервале. По умолчанию измерение амплитуды колебаний происходит в интервале частот от 3 до 17 кГц (при установленном переключателе **Frequency Range** в положении 10). Измерьте графики зависимости амплитуды колебаний от частоты при положениях переключателя **Frequency Range** на значениях 2 и 50. Сохраните АЧХ в том частотном интервале, в котором присутствует резонансный пик колебаний сканера.
  - 1.8. Исследуйте влияние веса образца на резонансную частоту сканера, на котором он установлен. Для этого установите на держатель образец весом более одного грамма (например, монету). Масса монет достоинством в 10 копеек – 2.0 г; 5 копеек – 2.5 г; 50 копеек – 2.90 г; 1 рубль – 3.30 г; 2 рубля – 5.20 г.
  - 1.9. Повторите измерение резонансной частоты сканера с грузом. Вследствие увеличения массы колебательной системы резонансный пик сканера может сместиться в другой частотный интервал, однако форма максимума не изменится. Сохраните АЧХ в том частотном интервале, в котором присутствует резонансный пик колебаний сканера. Сравните полученные результаты.
  - 1.10. Закройте программу NanoEducator и выключите электронный блок.
  - 1.11. Отсоедините переходный кабель от гнезда датчика взаимодействия и от разъема измерительной головки. Подсоедините вместо него кабель, по которому подается напряжение на сканер от электронного блока.
2. Определение нелинейности сканера по тестовой решетке TGX1.
    - 2.1. Установите на держатель образца тестовую решетку TGX1.
    - 2.2. Установите в гнездо измерительной головки зондовый датчик.
    - 2.3. Запустите управляющую программу прибора NanoEducator. Выберите режим сканирующего силового микроскопа (ССМ).
    - 2.4. Определите амплитудно-частотную характеристику зондового датчика и установите рабочую частоту.
    - 2.5. Осуществите сближение зонда с образцом с помощью винта ручного подвода до расстояния примерно 1 мм.
    - 2.6. Осуществите захват взаимодействия при значениях:
      - **Amplitude Suppression = 0,3;**
      - **Feed Back Loop Gain = 3.**
    - 2.7. Откройте окно сканирования. Задайте необходимые параметры сканирования, исходя из предварительных сведений об исследуемом образце.
    - 2.8. Получите СЗМ изображение поверхности образца. Сохраните полученные результаты.

- 2.9. Повторите измерение топографии, передвинув выбранное поле сканирования (при нажатой правой кнопке мыши) на другой участок доступной области сканирования **Area**. При резком переходе в другую область или изменении размеров области сканирования наблюдается характерный «загиб» картинка, связанный с ползучестью пьезокерамики сканера. Подождите около двух минут, пока результаты сканирования не станут воспроизводиться с минимальными искажениями, после чего перезапустите сканирование. Сохраните полученное изображение.
  - 2.10. Определите для полученных изображений точность калибровки сканера по осям X, Y и Z как отклонение периода и высоты элементов тестовой решетки от их номинальных значений.
  - 2.11. Определите для полученных изображений нелинейность сканера как отклонение в процентах периода дифракционной решетки, измеренных по первому и последнему периоду на линиях вдоль оси X (оси быстрого сканирования) и оси Y.
  - 2.12. Оцените для полученных изображений отклонение угла квадратов решетки от 90 градусов.
3. Исследование термодрейфа.
- 3.1. Не выходя из обратной связи, получите СЗМ изображение на горизонтальном участке тестовой решетки TGX1 на площади не более одного квадратного микрометра.
  - 3.2. Сохраните полученное изображение и зафиксируйте время, когда получена картинка. Заметьте на изображении характерную особенность, по сдвигу которой на повторном скане можно будет определить величину термодрейфа.
  - 3.3. Повторите сканирование через несколько минут, не изменяя параметров сканирования. Сохраните полученное изображение и зафиксируйте время, когда получена картинка.
  - 3.4. Найдите на повторном скане замеченную характерную особенность. Сравнивая координаты одного и того же места на образце, полученные через разные промежутки времени, определите скорость взаимного дрейфа зонда и образца по осям X и Y (нм/с).
  - 3.5. Оцените возможную величину термодрейфа теоретически при изменении температуры, произошедшей за время эксперимента. Сравните вычисленные результаты с экспериментальными.

## Часть 2

4. Определение формы зонда по тестовой решетке TGT1.
- 4.1. Установите на держатель образца исследуемый образец – тестовую решетку TGT1.
  - 4.2. Установите зондовый датчик в гнездо измерительной головки прибора NanoEducator. Лишь слегка затяните прижимающий винт.
  - 4.3. Запустите управляющую программу прибора NanoEducator. Выберите режим сканирующего силового микроскопа (ССМ).

- 4.4. Произведите настройку датчика на резонанс. Рекомендуется устанавливать величину амплитуды, задаваемой генератором, минимальной (вплоть до нуля) и не более **50 mV**. При недостаточной величине амплитуды ответных колебаний зонда ( $<1 \text{ V}$ ) рекомендуется увеличить коэффициент **AM Gain**. Если на графике есть несколько пиков, попытайтесь уменьшить амплитуду дополнительных пиков, подбирая степень прижатия датчика винтом фиксации.
  - 4.5. Осуществите сближение зонда с образцом с помощью винта ручного подвода до расстояния примерно 1 мм.
  - 4.6. Нажмите кнопку  панели управления прибором и выберите  в появившемся выпадающем меню. Увеличьте в окне **Options** значение **Integrator delay** (время, необходимое для вытягивания сканера на полный диапазон при включении следящей системы) до 1000 мс, что позволит осторожно осуществлять сближение. Установите значение **Amplitude Suppression** равным приблизительно 0,2. Эта предосторожность нужна на случай захвата взаимодействия на вершине или склоне иглы на тестовом объекте, где работа следящей системы может быть неустойчивой.
  - 4.7. Осуществите сближение, нажав кнопку **RUN**. После захвата взаимодействия (появится надпись ОК) уменьшите величину взаимодействия до значения 0,1. Убедитесь, что величина *Z* не уменьшается.
  - 4.8. Откройте окно сканирования, нажав в меню кнопку **Scan**. Задайте необходимые параметры сканирования. Для тестового образца TGT1 скорость сканирования рекомендуется установить не более 1000 nm/s, шаг сканирования – меньше, чем ожидаемая величина радиуса закругления кончика зонда ( $<100 \text{ nm}$ ).
  - 4.9. Получите топографию поверхности образца. Сохраните полученное СЗМ изображение.
  - 4.10. Осуществите отвод зонда от поверхности образца сначала в автоматическом режиме **Rising**, а потом вручную на безопасное расстояние.
  - 4.11. Выньте датчик с зондом из гнезда измерительной головки прибора NanoEducator.
5. Электрохимическая перезаточка зонда.

Осуществите электрохимическую перезаточку или изготовление нового зонда в соответствии с описанной выше методикой.
  6. Повторное определение формы зонда по тестовой решетке TGT1.
    - 6.1. После перезаточки или изготовления нового зонда осуществите повторное определение формы зонда по тестовой решетке TGT1 в соответствии с п. 4 на стр. [4-26](#).
    - 6.2. Постройте на одном графике профили линии через вершинку зонда до и после перезаточки. Сравните полученные результаты.
    - 6.3. Оцените разрешение при сканировании зондом ступеньки высотой 10, 100 и 300 нм, как расстояния между реальной и кажущейся точкой контакта зонда ступеньки (Рис. 4-15), которое пропорционально диаметру зонда на высоте ступеньки.

## 4.7. Контрольные вопросы

1. Что такое прямой и обратный пьезоэффект? Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта на примере кварца и принцип действия пьезоэлектрического двигателя.
2. Объясните возможные артефакты, вносимые пьезокерамикой: нелинейность, гистерезис, ползучесть, температурный дрейф. Каковы способы борьбы с ними?
3. Какие виды сканеров Вы знаете? Назовите виды искажений, вносимые сканерами в СЗМ изображение.
4. Перечислите основные виды зондов, используемых в СЗМ, и способы их изготовления.
5. Опишите идеальный СЗМ зонд. Какие искажения способны вызвать зонды при отображении различных поверхностных особенностей?
6. Опишите устройство для изготовления СЗМ зондов для прибора NanoEducator. Расскажите о методе электрохимического травления.

## 4.8. Литература

- Лит. 4-1. А.А. Ерофеев, С.В. Бойцов, Т.А. Поплевкин. Пьезокерамические микроманипуляторы для сканирующего туннельного микроскопа. *Электронная промышленность*, 1991, № 3, стр. 54.
- Лит. 4-2. А.П. Володин, А.Е. Панич. Применение пьезокерамических материалов ПКР в низкотемпературных сканирующих туннельных микроскопах. *Приборы и техника эксперимента*, 1989, № 5, с. 188.
- Лит. 4-3. R.C. Barrett, C.F. Quate. Optical Scan-Correction System Applied to Atomic Force Microscopy. *Rev. Sci. Instrum.* 62(6), 1393 (1991). Имеется перевод на русский язык: Р. Барретт, К. Куэйт. Оптическая система коррекции раstra для атомно-силового микроскопа. *Приборы для научных исследований*, 1991, № 6, с. 3.
- Лит. 4-4. J.E. Griffith, G.L. Miller, C.A. Green. A Scanning Tunneling Microscope with a Capacitance- Based Position Monitor. *J. Vac. Sci. Technol.* В 8(6), 2023 (1990).
- Лит. 4-5. Mizutani et. Al. A Piezoelectric-Drive Table and its Applications to Microgrinding of Ceramic Materials. *Precision Engineering.* 12(4), 219 (1990).
- Лит. 4-6. В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. ИФМ РАН – г. Н. Новгород, 2004 г. – 110 с.
- Лит. 4-7. P.M. Williams, K.M. Shakesheff et al. – Blind reconstruction of scanning probe image data. // *J. Vac. Sci. Technol.* В 14 (2) p. 1557-1562 (1996).
- Лит. 4-8. А.А. Бухараев, Н.В. Бердунов, Д.В. Овчинников, К.М. Салихов – ССМ метрология микро- и наноструктур. // *Микроэлектроника*, т. 26, № 3, с. 163 -175 (1997).