УДК 621.315.592

# А.А. Тихомиров

# ОСНОВЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ И МЕТОДЫ ЕЕ ПРИМЕНЕНИЯ В СОВРЕМЕННЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

В настоящее время нанотехнология переживает мощный рост. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является главным инструментом для осуществления исследований в этой сфере. В статье рассмотрены основные методы исследований, а также представлены примеры наиболее современного уникального оборудования для нанотехнологических исследований.

**Ключевые слова:** СЗМ, оборудование для нанотехнологий, НАНОФАБ, ИНТЕГРА.

Введение. В основе методов сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) лежит взаимодействие образца со сканирующим зондом – кантилевером (cantilever), диаметр острия которого составляет порядка 100 нм [1]. Это взаимодействие может быть токовым, ван-дер-ваальсовым, магнитным и другим. При пересчете этого взаимодействия на параметры поверхности можно получить такие ее параметры, как высота рельефа, распределение поверхностного заряда, сопротивления, магнитных свойств и многого другого.

**Особенности АСМ.** Существуют различные виды кантилеверов. Линейные размеры и форма указаны на рисунке 1.

Методы атомно-силовой микроскопии (ACM) подразумевают зависимость силы от расстояния между иглой и образцом, которая показана на рисунке 2 [1-3].



Рисунок 1 – Размеры и виды кантилеверов

Существует два дистанционных режима: 1) контактный режим и 2) неконтактный режим. В контактном режиме кантилевер поддерживается на расстоянии менее нескольких ангстремов от поверхности образца и межатомная сила, действующая между кантилевером и образцом, является силой отталкивания. В неконтактном режиме кантилевер поддерживается на расстоянии порядка десятых или сотых долей ангстрема от поверхности образца и межатомная сила, действующая между кантилевером и образцом, является силой притяжения (в основном в результате дальних ван-дер-ваальсовых взаимодействий) [2-3].

В режиме контактной ACM, известном также, как отталкивающий режим, игла ACM входит в мягкий "физический контакт" с образцом [1]. Игла крепится к концу кантилевера, имеющего низкую пружинную жесткость - ниже фактической пружинной константы силы, удерживающей атомы образца вместе. По мере того, как сканер плавно ведет иглу через образец (или образец под иглой), контактная сила вызывает изгиб кантилевера в соответствии с изменениями в топографии. Для получения более подробного представления об имеющих место явлениях следует обратиться к ван-дер-ваальсовой кривой на рисунке 2.

С правой стороны кривой атомы отделены один от другого большими расстояниями. По мере того, как атомы постепенно приближаются один к другому, они первоначально слабо притягиваются. Эта сила притяжения возрастает до тех пор, пока атомы не окажутся настолько близко друг от друга, что их электронные облака не начнут отталкиваться под воздействием электростатических сил. Это электростатическое отталкивание постепенно ослабляет силу притяжения по мере того, как разделяющее атомы расстояние продолжает уменьшаться. Сила падает до нулевого значения в тот момент, когда расстояние между атомами достигает нескольких ангстремов, т.е длины химической связи. В тот момент, когда вся ван-дер-ваальсовая сила станет положительной (отталкивающей), атомы входят в контакт.



Рисунок 2 – Кривая зависимости межатомной силы от расстояния

Наклон ван-дер-ваальсовой кривой очень крутой в отталкивающем или контактном режиме. В результате этого отталкивающая вандер-ваальсовая сила уравновешивает практически любую силу, пытающуюся прижать атомы ближе один к другому. В АСМ это означает, что, когда кантилевер прижимает иглу к образцу, кантилевер скорее сгибается, чем прижимает атомы иглы к атомам образца. Даже если вы разработаете очень жесткий кантилевер для того, чтобы воздействовать на образец значительными силами, межатомное расстояние между атомами иглы и образца вряд ли значительно сократится. Вместо этого может произойти деформация поверхности образца.

Помимо описанной выше отталкивающей ван-дер-ваальсовой силы в процессе работы АСМ в контактном режиме обычно присутствуют и две другие силы: капиллярная сила, вызываемая тонким слоем воды, который часто присутствует в окружающей среде, и сила, производимая самим кантилевером. Капиллярная сила возникает тогда, когда вода окружает иглу, создавая значительную силу притяжения (около 10<sup>-8</sup> Н), которая удерживает иглу в контакте с поверхностью. Величина капиллярной силы зависит от расстояния между иглой и образцом. Сила, производимая кантилевером, напоминает усилие сжатой пружины. Величина и направление действия (отталкивающая или притягивающая) силы кантилевера зависят от степени отклонения кантилевера и от его пружинной жесткости. Пока игла находится в контакте с образцом, величина капиллярной силы должна быть постоянной, так как расстояние между иглой и образцом практически несжимаемо. Кроме того, предполагается, что водяной слой достаточно однороден. Силой с переменной величиной в контактной АСМ является сила, производимая кантилевером. Результирующая сила, которую игла производит на образец, представляет собой сумму капиллярных и кантилеверных сил и должна уравновешиваться в контактной АСМ отталкивающей ван-дер-ваальсовой силой. Величина результирующей силы, производимой на образец, колеблется от 10<sup>-8</sup> Н (когда кантилевер отводится от образца примерно с той же силой, с какой вода тянет иглу вниз) до более типичного рабочего диапазона - от 10<sup>-7</sup> до 10<sup>-6</sup> Н.

Основные режимы атомно-силовой микроскопии показаны на рисунке 3.



#### Статический Динамический Многопроходный Рисунок 3 – Основные режимы АСМ

На основе описанных выше принципов работают и многие другие методы СЗМ. При использовании в качестве покрытия кантилевера металлической пленки (для магнитных методик ферромагнитного материала) между иглой и образцом подается некоторое напряжение, в то время как кантилевер перемещается над поверхностью, не касаясь ее. Кантилевер отклоняется при прохождении над статическими зарядами, как показано на рисунке 4.



## Рисунок 4 – Создание графического изображения локально заряженных областей на поверхности образца

Разновидности АСМ. Магнитная силовая микроскопия (МСМ) позволяет создать изобра-

жение пространственного изменения магнитных сил на поверхности образца. При использовании МСМ игла покрывается тонким ферромагнитным слоем. Система работает в неконтактном режиме, определяя изменения в резонансной частоте кантилевера, вызванные зависимостью магнитного поля от расстояния между иглой и образцом. МСМ может использоваться для формирования изображений естественных и специально созданных доменных структур в магнитных материалах.

Изображение, полученное с помощью магнитной иглы, содержит информацию как о топографии, так и о магнитных свойствах поверхности. То, какой эффект будет преобладающим, зависит от расстояния между иглой и поверхностью, так как межатомные магнитные силы сохраняются при большем удалении от иглы от образца, чем ван-дер-ваальсовая сила. По мере увеличения расстояния между иглой и образцом магнитные эффекты становятся очевидными. Одним из способов разделения магнитных и топографических эффектов является получение ряда изображений при различной высоте расположения иглы.

На похожих принципах работают многие другие методы СЗМ: микроскопия боковых сил, силовая модуляционная микроскопия, фазовая детекционная микроскопия и многие другие. Всего на базе основных методов разработано более 40 методик СЗМ. Сканы, получаемые с их помощью, представлены на рисунках 5 и 6.



Рисунок 5 – Поверхностный потенциал самоупорядоченной пленки



Рисунок 6 – Распределение емкости для двухкомпонентной LB пленки

Кроме исследовательских методов C3M включает в себя методы модификации свойств поверхности: топологии, заряда, химического состава.

Суть этих методов заключается в использовании кантилеверов с высокой жесткостью и

усиленного воздействия ими на образец теми или иными способами. Пример такой модификации (изменения поверхностного потенциала) показан на рисунке 7.



Рисунок 7 – Модификация поверхности с помощью АСМ

На основе силовой нанолитографии осуществляется манипуляция нанообъектами (рисунок 8).



Рисунок 8 – Манипуляция нанообъектами методами нанолитографии в определенном направлении



Рисунок 9 – ПЭМ изображение иглы DLC

В настоящее время существуют сверхострые кантилеверы с диаметром острия около 10 нм (рисунок 9), которые позволяют реализовывать измерения по методам СЗМ с чрезвычайно высоким разрешением (рисунок 10).



Рисунок 10 – Скан тестового образца ДНК на слюде, сделанный с помощью сверхострого кантилевера



Рисунок 11 – СЗМ, интегрированный с микротомом

Методы и приборы C3M находят применения во многих приложениях, становятся составными частями многих комплексных измерительных систем. Примерами могут служить C3M, интегрированный с микротомом, показанный на рисунке 11, объединенные ACM-, оптический микроскоп и 3D конфокальный Рамановский микроскоп (рисунок 12).



#### Рисунок 12 – Объединенные АСМ, оптический микроскоп и 3D конфокальный Рамановский микроскоп

Особое значение приобретает исследование оптических спектральных характеристик, позволяющих проводить изучение образцов на молекулярном уровне. Именно такого рода исследования позволяет проводить Зондовая НаноЛаборатория (ЗНЛ) ИНТЕГРА Спектра (рисунок 13), включающая в свой состав сканирующий конфокальный рамановский спектрометр (СКРС), измерительные головки сканирующего ближнепольного оптического микроскопа (СБОМ) и атомно-силового микроскопа (АСМ). Базируется ЗНЛ ИНТЕГРА Спектра на инвертированном оптическом микроскопе, в качестве которого используется микроскоп Olympus IX71. ЗНЛ ИНТЕГРА спектра позволяет реализовать последовательный ряд оптических методик исследований с обеспечением разрешения от долей микрометра до единиц нанометра: традиционную оптическую микроскопию, конфокальную лазерную микроскопию, ближнепольную оптическую микроскопию, безапертурную оптическую микроскопию. При этом СЗМ не только реализует практически полный набор методов силовой зондовой микроскопии с разрешением вплоть до атомарного, но и позволяет реализовать методику зондово– усиленной рамановской спектроскопии.



Рисунок 13 – ИНТЕГРА Спектра

Сверхвысоковакуумная модульная нанотехнологическая платформа «НАНОФАБ» (рисунки 14, 15) предназначена для использования в исследованиях, разработках и мелкосерийном производстве различного рода наноструктур, наноэлементов и устройств на их основе, реализованных в отдельных модулях. Наноустройства и наноструктуры, изготовленные на наноустановках технологических (комплексах) «НАНОФАБ», могут быть применены в наноэлектронике и нанофотонике, наномедицине и нанобиологии. при создании наноэлектромеханических устройств и систем и т.д. и т.п.

Платформа рассчитана на работу с пластинами диаметром 100 мм. Уникальной особенностью платформы является транспортная система. Прецизионные координатные столы позволяют перемещать образец с шагом 50 нм. Совмещение систем координат в каждом новом рабочем цикле системы (при перемещении образца из одного модуля в следующий) может осуществляться с точностью менее 0.5 мкм. Это дает возможность создавать сложные многокомпонентные 3D наноустройства путем проведения последовательных технологических операций нанометрового разрешения в различных модулях.

В случае создания системы с большим числом модулей используется кластерная организация комплекса, объединяющая модули в кластеры с помощью сверхвысоковакуумных радиальных роботов-раздатчиков. Подобный подход позволяет производить обработку образцов групповыми и локальными методами в параллельном режиме (т.е. максимально продуктивно использовать дорогостоящее оборудование). Кроме всего прочего, кластерная организация обеспечивает наиболее полную загруженность комплекса при проведении регламентных работ: при отключении одного из модулей остальная часть комплекса продолжает полноценно функционировать.



Рисунок 14 - НТК «НАНОФАБ-5», внешний вид

Нанотехнологические комплексы на базе платформы «НАНОФАБ» могут быть укомплектованы следующими модулями:

о сверхвысоковакуумные модули сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ);

о модули нанолокальных технологий на основе фокусированных ионных пучков:

о сверхвысоковакуумный модуль фокусированных ионных пучков (ФИП СВВ);

о сверхвысоковакуумный модуль локальной имплантации фокусированными ионными пучками (ФИП ЛИ);

о сверхвысоковакуумный модуль стимулированного осаждения/травления фокусированными ионными пучками (ФИП СОТ);

 сверхвысоковакуумные модули молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ);

о сверхвысоковакуумный модуль импульсного лазерного осаждения (ИЛО);

 сверхвысоковакуумный модуль газофазного осаждения (ГФО);

о модуль загрузки и подготовки образцов.



Рисунок 15 - Общий вид НТК «НАНОФАБ-9»

Целевое назначение комплексов. Нанотехнологические модульные комплексы «НАНОФАБ» предназначены для конфигурирования систем с требуемыми аналитическими и технологическими возможностями:

о для разработки и мелкосерийного производства 3-мерных схем наноэлектроники, дважды интегрированных схем на основе полупроводниковых соединений группы  $A_3B_5$ , в том числе с возможностью формирования гетероструктур с использованием принципов графоэпитаксии, в случае использования несоразмерных структур, типа  $\Sigma_{i=1}^{N}(A_{3(x)}A_{3(1-x)}B_{5(y)}B_{5(1-y)})_i$ , с нанометровыми конструктивно-технологическими ограничениями в трех пространственных измерениях;

о для разработки и мелкосерийного производства схем наноэлектроники на основе мезо- и наноструктур слоистых сверхпроводников и проводников с волной зарядовой плотности, в том числе для принципиально новых квантовых приборов на основе эффекта Джозефсона на самоорганизованных периодических структурах (эталоны Вольта, терагерцовые приемно-передающие модули, системы кубитов для организации квантовых компьютеров);

о для разработки и мелкосерийного производства интегральных схем наноэлектроники на кристаллах алмаза;

 для разработки и мелкосерийного производства интегрированных изделий нано- и микромеханики со встроенными сенсорами, системами обработки и передачи сигнала, исполнительными элементами;

о для разработки и производства шаблонов для нанопринтинга, в том числе для производства молекулярных сит для анализа генетической информации и протеомики.

## Библиографический список

1. Binnig G., Quate C.F., Gerber Ch. Atomic force microscope //Phys. Rev. Lett. - 1986. - v. 56,  $N_{2}$  9, P. 930 - 933.

2. *Бараш Ю.С.* Силы Ван-дер-Ваальса. М: Наука, - 1988. 344 с.

3. Saint Jean M., Hudlet S., Guthmann C., Berger J. Van der Waals and capacitive forces in atomic force microscopies //J. Appl. Phys. - 1999. - v. 86 (9), P. 5245-5248.