

Исследование структуры и свойств

Физические методы исследования и контроля

УДК 620.187:539.25

ДИАГНОСТИКА ПОВЕРХНОСТИ С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕЙ СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ (ОБЗОР)

© А. А. Бухараев, Д. В. Овчинников, А. А. Бухараева¹

Статья поступила 2 декабря 1996 г.

Работа посвящена использованию сканирующих силовых микроскопов (ССМ) для диагностики поверхности: микрорельефа, трибологических, электрических и магнитных характеристик, имеющих большое практическое значение в современных микро- и нанотехнологиях. Кратко изложены принципы работы и конструктивные особенности ССМ. Рассмотрены механизмы силового взаимодействия микрозонда ССМ с поверхностью, лежащие в основе диагностики различных свойств поверхности, а также влияние внешней среды и условий измерений на достоверность получаемых результатов. Дан сравнительный анализ достоинств и недостатков ССМ, в частности при использовании его как метрологического инструмента. Приведен компьютерный метод реконструкции экспериментальных ССМ-изображений поверхности, существенно повышающий точность определения линейных размеров поверхностных структур.

Последнее десятилетие в экспериментальной физике характеризуется интенсивным развитием принципиально новых микроскопических методов изучения поверхности с нанометровыми и атомарным пространственным разрешением. В настоящее время они объединены под общим названием — сканирующая зондовая микроскопия (scanning probe microscopy). Этот термин относится к любым типам микроскопов, в которых изображение формируется за счет перемещения (сканирования) острого микрозонда (иглы) над исследуемой поверхностью. Родоначальником таких приборов является сканирующий туннельный микроскоп (СТМ), использованию которого для диагностики поверхности был посвящен наш предыдущий обзор [1]. Однако в последние годы все более широкое применение находит другой вид зондовых микроскопов — сканирующие силовые микроскопы (ССМ). Это название включает в себя несколько типов микроскопов, работа которых основана на регистрации в процессе сканирования силового взаимодействия с поверхностью иглы, прикрепленной к упругому элементу (сенсору). Игла ССМ может касаться поверхности (контактный режим измерений) или

находиться на расстоянии в несколько нанометров от нее (бесконтактный режим). Иногда такие микроскопы называют еще атомно-силовыми (АСМ), подчеркивая тем самым, что эти приборы регистрируют очень малые силы ($10^{-8} - 10^{-13}$ Н), характерные для межатомного взаимодействия [2]. Этим они принципиально отличаются от обычных профилометров, в которых сила взаимодействия зонда с поверхностью превышает 10^{-4} Н.

Главное преимущество ССМ по сравнению с СТМ — возможность получения с нанометровым и атомарным разрешением изображения поверхности как проводящих, так и непроводящих материалов. Кроме того, в отличие от СТМ тонкие непроводящие пленки оксидов и адсорбатов, покрывающие поверхности твердых тел на воздухе, не препятствуют работе ССМ. Это позволяет успешно проводить ССМ-измерения в атмосферных условиях.

По многим своим параметрам ССМ превосходит и растровые электронные микроскопы (РЭМ), которые до сих пор наиболее широко используются для диагностики поверхности. Отличительной особенностью ССМ, кроме более высокого разрешения, является возможность получения трехмерного изображения поверхности, визуализация ее электрических, магнитных, трибологических и других характеристик.

Отмеченные достоинства ССМ, а также его сравнительная дешевизна, компактность, низкая энергоемкость, высокая степень компьютеризации привели к тому, что этот прибор удивительно быстро (буквально в

¹ Казанский физико-технический институт им. Е. К. Завойского КНЦ РАН.

Работа поддержана РФФИ (проект № 96-02-16323) и Госкомитетом РФ по науке и технологиям в рамках программ "Перспективные технологии и устройства микро- и нанoeлектроники" (проект № 143/57/4) и "Физика твердотельных наноструктур" (проект № 1-073/4).

течение нескольких лет) стал широко использоваться для диагностики и исследования поверхности [2–11]. Вызвано это также и тем, что с переходом в область субмикронных и нанометровых масштабов новые современные технологии требуют соответствующего диагностического приборного обеспечения. В первую очередь это относится к субмикронной электронике, где ССМ все шире используется для экспресс-контроля процессов литографии [9, 11]. Современные методы сверхплотной магнитной и оптической записи информации, различные технологии обработки поверхности, включая нанесение тонкопленочных покрытий, также нуждаются в подобных методах диагностики.

Перспективность широкомасштабного использования ССМ вызывает, на наш взгляд, необходимость, используя собственный опыт работы с ССМ и результаты других исследователей, познакомить широкий круг специалистов с основными принципами работы ССМ, его достоинствами и недостатками при решении наиболее актуальных прикладных задач диагностики поверхности. Это является основной целью настоящего обзора. Авторы не ставили перед собой задачу охватить все публикации на эту тему, число которых уже давно перевалило за тысячу. Обзор основан на работах, наиболее ярко отражающих современные возможности ССМ, а также на оригинальных исследованиях, проводимых в Казанском ФТИ им. Е. К. Завойского в течение последних двух лет на сканирующем силовом микроскопе Р4-SPM, разработанном российской фирмой "Нанотехнология МДТ" (г. Зеленоград)*. При работе с литературой использовалась компьютерная база данных SPM-KFTI, созданная авторами обзора и включающая около 3000 публикаций за последние 10 лет, посвященных различным аспектам сканирующей зондовой микроскопии.

Основные принципы работы и конструктивные особенности ССМ

Одним из главных элементов ССМ является кантилевер, который представляет собой микрозонд в виде упругой консоли (рис. 1), на свободном конце которой закреплена острая игла. Для того, чтобы кантилевер изгибался под действием сверхмалых сил, действующих на иглу при ее взаимодействии с поверхностью, необходимо, чтобы жесткость гибкой консоли была минимальна. В то же время резонансная частота собственных колебаний кантилевера ν_0 должна быть максимально высокой, иначе в нем легко будут возбуждаться собственные колебания за счет возвратно-поступательных перемещений иглы относительно образца при построчном сканировании поверхности с частотой до 20 Гц, необходимых для достаточно быстрого получения изображения (не более 1 мин при максимальном поле сканирования), или под действием внешних вибраций. Резонансная частота кантилевера определяется выраже-

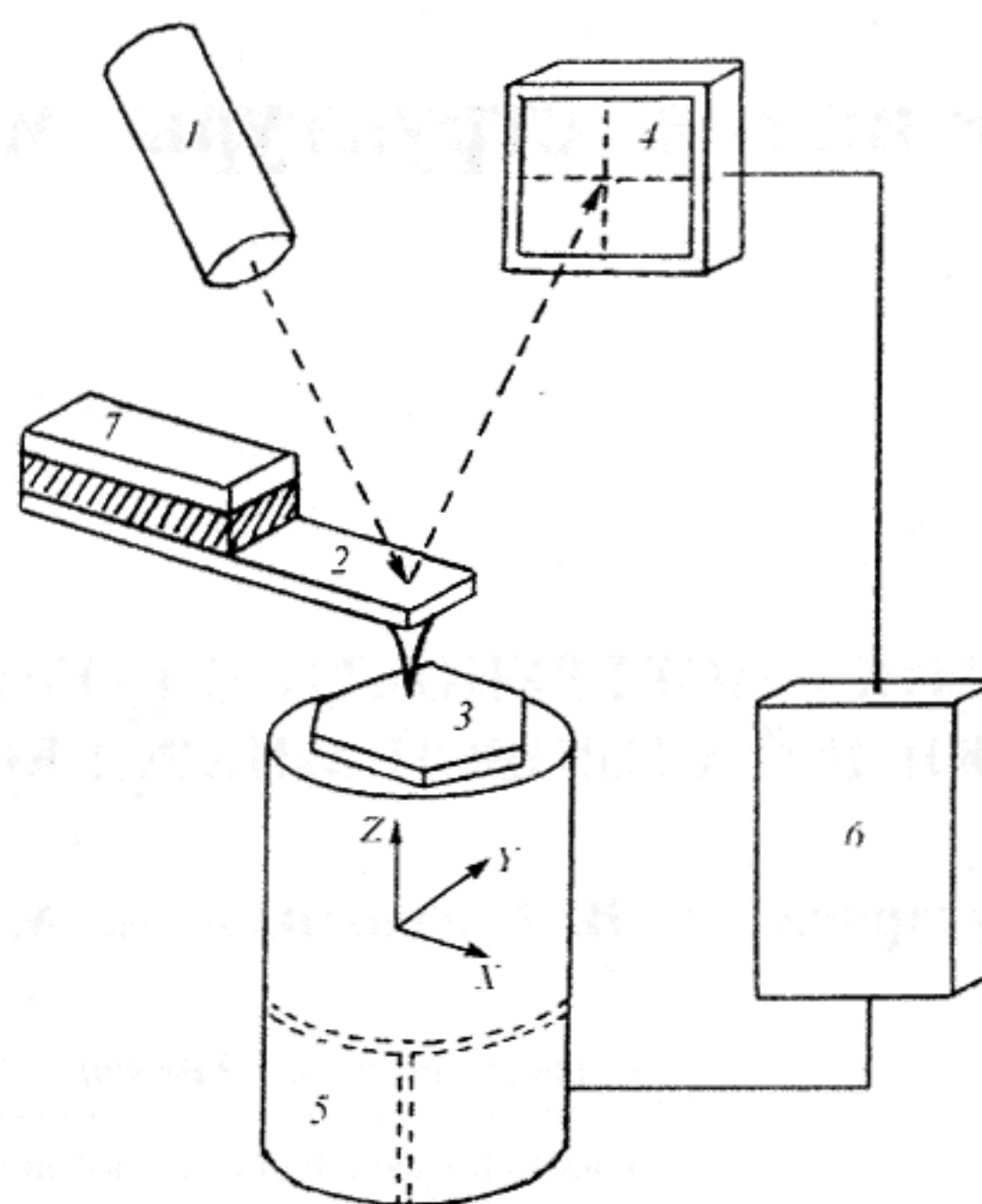


Рис. 1. Схема блока сканирования ССМ с регистрацией отклонения кантилевера по отклонению отраженного лазерного луча: 1 — лазер; 2 — кантилевер с иглой; 3 — образец; 4 — фотодиод; 5 — трубчатый пьезосканер; 6 — блок обратной связи; 7 — биморфный пьезоэлемент

нием $\nu_0 = \frac{1}{2\pi} (k/m_{eff})^{1/2}$, где k — жесткость кантилевера, а m_{eff} — его эффективная масса, включающая массу гибкой консоли и иглы [2]. Выполнить одновременно оба условия для k и m_{eff} можно, лишь максимально понизив массу кантилевера, а следовательно, и его размеры, поэтому длина кантилевера не превышает нескольких сот микрон, а масса — не более 10^{-10} кг [2, 7].

Для первых ССМ кантилеверы изготавливались из металлической проволоки или фольги толщиной в сотые доли миллиметра. Загнутый кончик такого микрозонда заострялся методом электрохимического травления так же, как и для игл СТМ [1, 4, 7, 12]. Такие же иглы, но изготовленные из ферромагнитных металлов, успешно использовались в ССМ, регистрирующих магнитное силовое взаимодействие иглы с поверхностью [13]. В ряде случаев в качестве иглы на кончик гибкой консоли из фольги крепилась микрочастица кристалла (например, алмаза [4]).

В настоящее время для получения кантилеверов широко применяются методы фотолитографии и анизотропного химического травления, хорошо освоенные в микроэлектронике. За счет неодинаковой скорости химического травления вдоль различных кристаллографических направлений в Si удается получать гибкие консоли толщиной от 0,4 до 1,5 мкм и формировать на них иглы пирамидальной или конической формы [14–16]. В качестве материалов для изготовления кантилеверов используются также SiO_2 и Si_3N_4 . Длина консоли лежит в пределах 50–200 мкм, ширина — от 5 до 50 мкм. Обычно гибкая часть кантилевера имеет прямоугольную фор-

* Более подробно о сканирующем силовом микроскопе Р4-SPM см. в разделе "Реклама. Объявления".

му, но часто для снижения влияния боковых сил, вызывающих деформацию кручения, консоли кантилевера придают V-образную форму. Задавая нужную длину, ширину и форму гибкой части кантилевера, можно менять его жесткость от 10^{-3} до 10 Н/м, ν_0 — от 3 до 120 кГц [16]. Важной характеристикой, отражающей резонансные свойства кантилевера и влияющей на чувствительность ССМ, особенно при работе в бесконтактном режиме, является добротность колеблющегося кантилевера Q . С увеличением Q чувствительность ССМ возрастает. Значение Q определяется материалом, из которого изготовлен кантилевер, его геометрическими параметрами и средой, в которую он помещен. У одного и того же кантилевера добротность может меняться от 10^4 в вакууме до 500 на воздухе и 20 – 30 в жидкой среде [17]. Для визуализации магнитных характеристик поверхности на иглу кантилевера наносят тонкий слой ферромагнитного металла (Fe, Ni, Co) [18] или ферромагнитных сплавов (CoPtCr , $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) [19].

Высота иглы на кончике консоли кантилевера не превышает нескольких микрон. Игла также может быть сформирована из Si, SiO_2 или Si_3N_4 . Существуют технологии формирования металлических игл с помощью напыления Nb или W через микроотверстия [16]. Угол при вершине иглы может меняться от 70 до 22° , а радиус закругления кончика иглы R_t — от 100 до 5 нм. Иглы с минимальными углами при вершине и минимальными R_t дают наиболее достоверные ССМ-изображения поверхности.

При изучении с помощью ССМ электрических характеристик поверхности используются проводящие кантилеверы из низкоомного Si [20]. Изготовление проводящих игл для работы в контактном режиме представляет определенную проблему, поскольку обычно используемое для улучшения проводимости напыление дополнительного металлического слоя (например, Au или Ti) толщиной 20 – 40 нм не позволяет получать достаточно долговечные проводящие зонды. При многократном сканировании проводящий слой на кончике иглы разрушается, кроме того, напыление приводит к заметному увеличению R_t . Наиболее удачными оказались алмазные иглы [21] или иглы с алмазным покрытием [22, 23]. Для повышения проводимости таких игл они дополнительно имплантируются ионами B^+ или P^+ .

Силовое взаимодействие иглы с поверхностью приводит к упругому смещению (изгибу) кантилевера от положения равновесия. Поскольку при измерении очень малых сил межатомного взаимодействия такое смещение может составлять всего лишь доли ангстрема, принципиально важными для ССМ являются методы регистрации положения кантилевера. В первых ССМ для этого использовали СТМ, игла которого размещалась сверху над кантилевером, тыльная сторона последнего была покрыта тонким слоем Au [2, 4]. За счет поддержания туннельного контакта между иглой СТМ и металлической поверхностью кантилевера отклонение последнего можно было в принципе определять с точностью до 10^{-2} нм, однако из-за плохих динамических

характеристик и нестабильности туннельного контакта, очень чувствительного к адсорбатам, загрязняющим поверхность кантилевера, этот метод не получил широкого распространения.

В настоящее время существует около десятка методов высокоточной регистрации сил взаимодействия кантилевера с поверхностью. Основными параметрами, характеризующими их чувствительность, являются минимальные значения силы (F_m) или градиента силы (F'_m), которые регистрируются ССМ. Довольно часто чувствительность оценивают по спектральной плотности шумов измерительного тракта в виде минимально регистрируемого среднеквадратичного отклонения кантилевера в данном частотном диапазоне [24, 25].

Относительно прост и поэтому, видимо, наиболее распространен метод, основанный на регистрации отклонения сфокусированного луча полупроводникового лазера, отраженного от кончика кантилевера [6, 11, 26, 27]. Именно на таком принципе основана оптическая система регистрации смещений кантилевера в используемом нами силовом микроскопе P4-SPM (см. рис. 1). В микроскопах такого типа отраженный пучок света падает в центр двух- или четырехсекционного фотодиода, включенного по дифференциальной схеме. В простейшем случае двухсекционного фотодиода регистрируется вертикальное отклонение кантилевера в виде разностного сигнала рассогласования от двух окон фотодиода. С помощью четырехсекционного фотодиода можно регистрировать не только вертикальный изгиб, но и тангенциальную составляющую изгиба кантилевера (деформацию кручения), возникающую под действием боковых сил в плоскости образца (например, сил трения, направленных параллельно траектории движения иглы). Последние наиболее сильно проявляются при сканировании в контактном режиме в направлении, перпендикулярном длинной оси кантилевера. Однако из-за того, что кантилевер, как правило, расположен под углом $10 - 20^\circ$ к поверхности образца, силы трения приводят к заметному изгибу кантилевера и при сканировании вдоль направления, совпадающего с его осью (по оси X на рис. 1).

Построчное перемещение (сканирование) иглы кантилевера вдоль поверхности образца осуществляется с помощью пьезосканера, представляющего собой обычно трубку из пьезокерамики, на поверхность которой нанесены три пары разделенных электродов (см. рис. 1). Под действием приложенных к пьезотрубке напряжений U_x и U_y она изгибается, обеспечивая тем самым перемещение кантилевера относительно образца по осям X и Y , под действием напряжения U_z — сжимается или растягивается, что позволяет изменять расстояние игла — образец. При сканировании в контактном режиме используются два метода регистрации микрорельефа [11]. В первом случае (режим “постоянной силы”) разностный сигнал от фотодиода через цепь обратной связи преобразуется в U_z и подается на трубчатый пьезосканер. В зависимости от того, выступ или впадина встречается на пути иглы, пьезотрубка сжимается

или растягивается по оси Z так, что кантилевер почти не смещается от положения равновесия. Измеряемым сигналом является напряжение U_z , управляющее длиной пьезотрубки. Такой режим обеспечивает минимальное постоянное давление иглы порядка 10^{-9} Н как на выступах, так и в углублениях поверхности и используется при изучении мягких поверхностей или поверхностей с развитым микрорельефом.

Во втором случае (режим "постоянной высоты") обратная связь отключена, поэтому при сканировании длина пьезотрубки остается неизменной, а в ССМ регистрируется непосредственно разностный сигнал фотодиода, пропорциональный реальному отклонению кантилевера, взаимодействующего с неровностями поверхности. Такой метод используется преимущественно при исследовании кристаллографически атомно-плоских поверхностей при полях сканирования нанометрового масштаба. Благодаря более высокой чувствительности и малоинерционности этот метод позволяет получать ангстремное разрешение [7, 15].

Дифференциальный метод регистрации отклонения отраженного лазерного луча в принципе позволяет регистрировать отклонение кантилевера величиной всего 10^{-2} нм [6, 7], однако в реальных экспериментах из-за различных помех, в частности флуктуации на воздухе длины оптического пути лазерного луча, минимальное регистрируемое вертикальное смещение кантилевера составляет 0,1 нм, а минимальная регистрируемая сила — 10^{-9} Н. При этом обычно используются "мягкие" кантилеверы с жесткостью от 0,01 до 0,1 Н/м.

Среди других средств регистрации отклонения кантилевера при измерениях в контактном режиме следует отметить емкостной [10, 24, 28] и пьезорезистивный [29, 30] датчики перемещений. Одно из главных преимуществ таких датчиков — их компактность, что позволяет разместить кантилевер вместе с датчиком на пьезосканере (рис. 2). Это особенно важно при решении прикладных задач, когда размеры исследуемых объектов могут превышать несколько сантиметров. Такие образцы нельзя закреплять на пьезосканере не только из-за их больших размеров, но и вследствие того, что с увеличением массы образца, прикрепленного к пьезотрубке, уменьшается резонансная частота механических колебаний сканирующего устройства ССМ и, как следствие, снижается помехозащищенность прибора от внешних вибраций и шумов.

В емкостном датчике одной из обкладок является металлизированная тыльная сторона кантилевера, отстоящая от другой (неподвижной) обкладки на 8–20 мкм [24]. При изгибе кантилевера зазор между обкладками меняется, в силу чего меняется и емкость конденсатора. Измеряя емкость, можно регистрировать не только вертикальное отклонение кантилевера, но и его деформацию кручения. Для этого противоположная кантилеверу неподвижная обкладка делится вдоль оси X на две изолированные части, образуя две емкости, которые изменяются по-разному при деформации кантилевера под действием боковых сил.

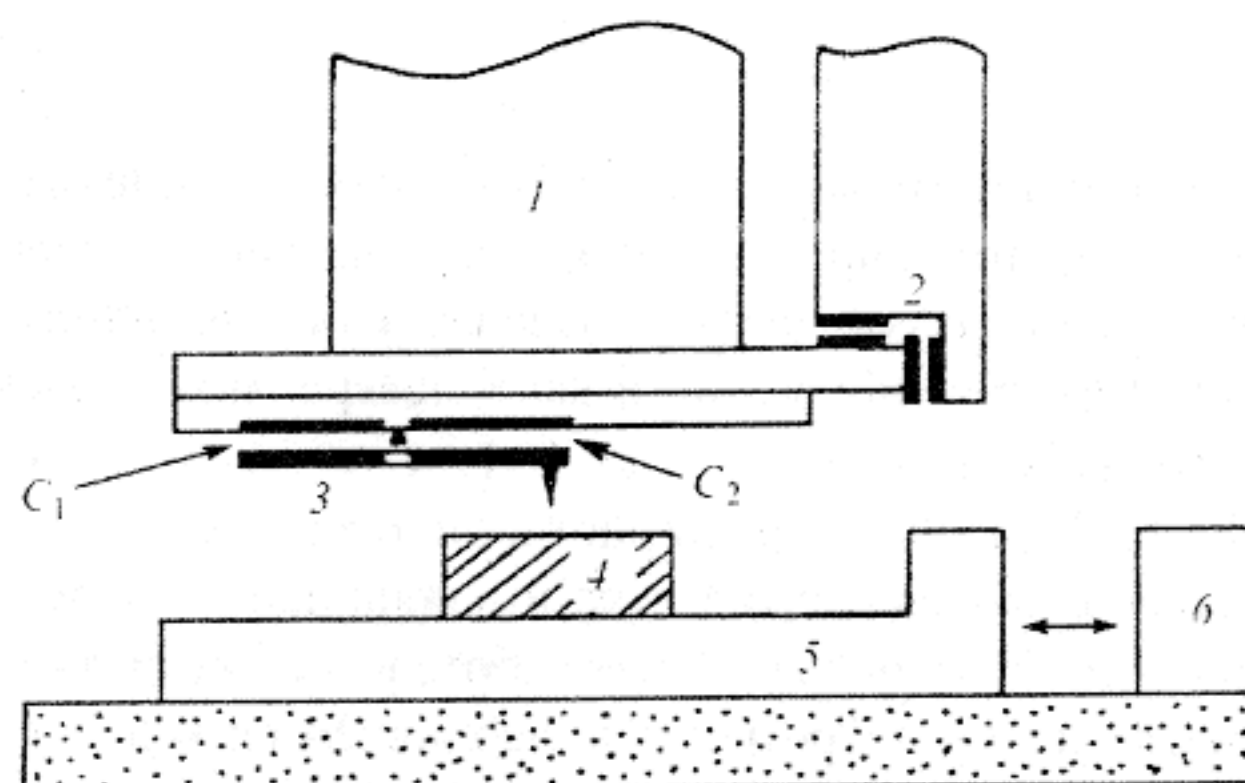


Рис. 2. Схема блока сканирования ССМ с независимыми датчиками перемещений: 1 — трубчатый пьезосканер; 2 — емкостные датчики положения пьезотрубки; 3 — емкостной датчик отклонения кантилевера; 4 — образец; 5 — прецизионное устройство перемещения образца; 6 — интерференционный датчик положения образца [10]

В другом типе емкостных датчиков кантилевер имеет вид коромысла с точкой опоры в средней части [10, 28]. Отклонение такого кантилевера приводит к противоположному изменению емкостей C_1 и C_2 (см. рис. 2). Регулируя напряжение, приложенное к его обкладкам, можно менять жесткость кантилевера, что, в частности, позволяет предотвращать описанное ниже явление прилипания к поверхности иглы кантилевера с малой жесткостью. Отличаясь малым уровнем шумов на низких частотах, емкостные датчики измеряют $F_m \sim 10^{-9}$ Н.

Еще более компактным, чем емкостной, является пьезорезистивный датчик перемещений, представляющий собой тонкий слой (0,5 мкм) кристаллического высоколегированного Si, сформированный на гибкой части высокоомного кремниевого кантилевера длиной от 25 до 400 мкм [29, 30]. При изгибе кантилевера в нем возникают упругие напряжения, растягивающие или сжимающие поверхностный слой низкоомного Si, который характеризуется сильным пьезорезистивным эффектом, т.е. меняет свое сопротивление току при деформации. При включении такого датчика в одно из плеч мостика Уитстона можно зарегистрировать отклонение кантилевера от $7 \cdot 10^{-2}$ до 10^{-2} нм в полосе частот от 10 до 10^3 Гц. Такие кантилеверы отличаются высокими жесткостью (5–100 Н/м) и ν_0 (40–800 кГц).

В качестве высокоточных датчиков перемещений в ССМ широко используются интерференционные оптические устройства [6, 12, 31–33]. Их достоинствами являются простота и точность калибровки вертикального отклонения кантилевера (без использования специальных калибровочных образцов с заранее известными высотами микрорельефа), а также нечувствительность к деформации кручения кантилевера, что позволяет разделять вклад вертикальных и боковых сил, действующих на иглу при сканировании [34, 35].

В гомодинном интерферометре лазерный луч отражается от кантилевера и интерферирует с частью пучка, отраженного от опорной пластины. Интерференционная

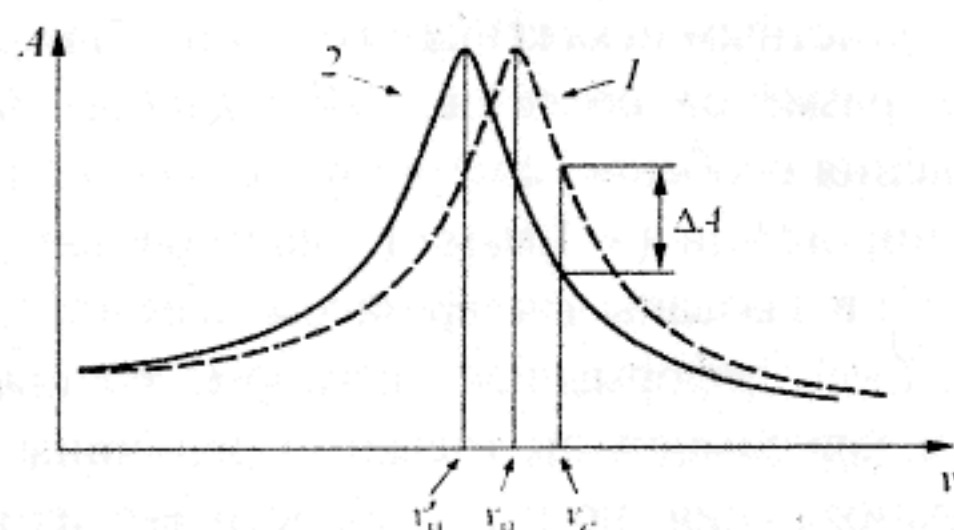


Рис. 3. Резонансная кривая колебаний кантилевера до (1) и после (2) силового взаимодействия с поверхностью образца

картина увеличивается до 20 мм в диаметре и проецируется на экран с узкой щелью, изображение которой фокусируется на фотодиоде [31]. Минимальная сила, детектируемая таким способом, составляет $F_m = 3 \cdot 10^{-9}$ Н, однако такой датчик не защищен от низкочастотных шумов. Использование оптических волокон в качестве световодов позволяет сократить длину оптического пути на воздухе до нескольких десятков микрометров и за счет этого значительно снизить уровень шумов [25, 32], спектральная плотность которых ($1,7 \cdot 10^{-4}$ нм/Гц^{1/2}) приближается к пределу, определяемому тепловыми шумами регистрирующей системы. В другой интерферометрической схеме [33] лазерный луч разделяется на два пучка (опорный и измерительный), которые распространяются по двум световодам и отражаются соответственно от основания и свободного конца кантилевера. По такой же схеме работает интерферометр, где опорный и измерительный пучки имеют взаимно перпендикулярную поляризацию, по относительному изменению фазы этих пучков регистрируется отклонение кантилевера [36]. Подобные методы значительно уменьшают чувствительность ССМ к флуктуациям длины оптического пути и интенсивности излучения лазера, что позволяет регистрировать отклонение кантилевера величиной всего 10^{-3} нм.

Перечисленные выше способы детектирования обычно используются при так называемых измерениях по постоянному току (dc mode), когда сила взаимодействия измеряется непосредственно по статическому отклонению кантилевера. Как правило, в этом режиме игла находится в контакте с образцом и отклонение кантилевера вызвано взаимным отталкиванием атомов кончика иглы и поверхности в результате перекрывания их электронных оболочек и кулоновского отталкивания ядер. Измеряемые силы лежат в пределах $10^{-4} - 10^{-8}$ Н. Для регистрации более слабых сил Ван-дер-Ваальса, электростатических или магнитных сил кончик иглы располагается на расстоянии 5 – 100 нм от поверхности. Сила взаимодействия в этих случаях составляет $10^{-8} - 10^{-14}$ Н. Для измерения таких малых сил необходимо понизить жесткость кантилевера, однако если градиент внешней силы превышает жесткость гибкой части микроронда, игла будет затягиваться поверхностью образца и удерживаться ею (эффект прилипания). Это не позволяет сохранять контролируемый нанометровый зазор между иглой и поверхностью. Преодолеть эту трудность можно, проводя измерения по переменному

току (ac mode), когда детектируется амплитуда, частота или фаза колебаний вибрирующего кантилевера, отличающегося достаточно высокой жесткостью ($k \geq 1$ Н/м) [6, 7]. Близкие к ν_0 колебания кантилевера в направлении по нормали к поверхности образца возбуждаются с помощью биморфного пьезоэлемента, к которому прикреплен кантилевер (см. рис. 1). При вибрации в силовом поле резонансная частота кантилевера изменяется, так как градиент силы, направленный по нормали к поверхности $\left(F' = \frac{\partial F}{\partial z}\right)$, изменяет эффективную жесткость кантилевера $k_{eff} = k - F'$. В случае притяжения $F' > 0$ и резонансная частота ν_0 смещается в сторону более низких значений $\nu'_0 = \frac{1}{2\pi} (k_{eff}/m_{eff})^{1/2}$. Таким образом, регистрируя изменение резонансной частоты, можно измерять градиент силы взаимодействия между иглой и поверхностью.

Большинство оптических устройств регистрации отклонений кантилевера могут работать в режимах постоянного и переменного тока. Наиболее чувствительным датчиком перемещений является гетеродинный интерферометр [12]. В нем сдвинутая по частоте часть пучка He – Ne лазера, сформированная высокочастотным брэгговским модулятором, интерферирует со сдвинутой по фазе частью пучка, отраженного от кантилевера. Собственный шум такого датчика намного меньше шума, связанного с тепловыми колебаниями самого кантилевера, который составлял 10^{-3} нм/Гц^{1/2}. Гетеродинный метод реализован только в режиме переменного тока.

Существуют методы прямого измерения частоты колебаний кантилевера [37], однако при работе на воздухе чаще используют методику “измерений на склоне” [7, 11, 13, 38], суть которой ясна из рис. 3. Вынужденные колебания кантилевера возбуждаются на фиксированной частоте ν_c , близкой к ν_0 . При этом оптическими или другими методами регистрируется амплитуда колебаний кантилевера A на частоте ν_c . Под действием сил притяжения резонансная частота ν_0 уменьшается до значения ν'_0 , что приводит к снижению амплитуды колебаний на частоте ν_c на величину ΔA . При сканировании с помощью цепи обратной связи и пьезотрубки поддерживается постоянное такое эффективное среднее расстояние игла — образец, чтобы амплитуда колебаний на частоте ν_c оставалась неизменной. В результате при движении вдоль поверхности сохраняется сдвиг частоты и игла описывает контур постоянных значений F' . Из теоретических оценок, приведенных в работах [13, 38] для минимально регистрируемого значения градиента силы $F'_m \sim \frac{k^{1/2}}{AQ^{1/2}\nu_0^{1/2}}$, следует, что

максимальная чувствительность достижима при использовании жестких игл с высокими значениями добротности и резонансной частоты. При типичных характеристиках $k = 1$ Н/м, $\nu_c = 10^5$ Гц, $Q = 100$, $A = 10$ нм на воздухе регистрируется $F'_m = 1,3 \cdot 10^{-4}$ Н/м. В вакууме,

когда Q возрастает до 10^4 , может быть достигнута чувствительность $F_m' > 10^{-5}$ Н/м [7]. Теоретические оценки показывают [39], что значение F_m , которое может быть зарегистрировано с помощью ССМ при комнатной температуре, составляет 10^{-15} Н. Подавление тепловых шумов при понижении температуры может поднять чувствительность ССМ еще на несколько порядков.

Промежуточное положение между контактным и бесконтактным занимает режим периодического кратковременного контакта иглы с поверхностью в процессе сканирования (tapping mode — метод “постукивания”) [11, 40, 41]. Такой режим достигается за счет увеличения амплитуды колебаний кантилевера с 10 до 50–100 нм. При таких амплитудах игла соприкасается с поверхностью в момент максимального отклонения кантилевера вниз от положения равновесия, что существенно изменяет частоту, фазу и амплитуду его колебаний. Эти изменения регистрируются так же, как в описанном выше бесконтактном методе измерений по переменному току. В некоторых ССМ периодическое касание иглой поверхности реализуется путем модуляции длины пьезотрубки, на которой закреплен образец [40]. В этом случае регистрируется величина отклонения кантилевера в момент касания с образцом. Режим “постукивания” характеризуется более высоким латеральным разрешением** по сравнению с режимом постоянного контакта иглы с образцом. Это объясняется тем, что на иглу при ее движении вдоль поверхности и кратковременном периодическом соприкосновении с образцом не действуют боковые силы трения, вызывающие дополнительный изгиб кантилевера. Кроме того, при кратковременном контакте менее вероятно повреждение иглы или перенос на ее кончик загрязнений с поверхности.

Как уже ясно из вышеизложенного, кроме кантилевера и устройства регистрации его смещения третьим основным элементом ССМ является пьезосканер, который обеспечивает сканирование поверхности иглой кантилевера и контролирует расстояние игла — образец. Работа таких сканеров достаточно подробно описана в нашем предыдущем обзоре [1]. Минимальное поле сканирования в ССМ — порядка 10×10 нм, именно при таких развертках на атомно-плоских участках слоистых кристаллов (например, пиролитический графит или слюда) сравнительно легко даже на воздухе можно получить ангстремное разрешение. Типичное максимальное поле сканирования — 10×10 мкм, время получения изображения — не превышает нескольких десятков секунд. В специализированных ССМ с быстрым сканированием изображение участка поверхности такого размера можно получить за 0,3 с [42]. В ССМ с пьезосканерами более сложных конструкций максимальное поле сканирования может достигать 100×100 мкм.

К сожалению, пьезокерамика, из которой изготавливаются сканеры, обладает целым рядом недостатков, при-

водящих к заметным искажениям горизонтальных и вертикальных размеров объектов, наблюдаемых в ССМ. Эти искажения особенно заметно проявляются при быстром сканировании (> 1 мкм/с) участков микронных размеров. Они вызваны гистерезисом пьезокерамики и ее нелинейной деформацией (изгибом, растяжением, сжатием) в зависимости не только от величины приложенного напряжения, но и от скорости его изменения [11]. Последний из перечисленных недостатков вызван так называемым криппом пьезокерамики, который обусловлен конечной скоростью поворота ее микроструктурных элементов в электрическом поле. Сканеры, использующие эффект электрострикции, лишены некоторых из этих недостатков, но зато обладают другими: у них деформация имеет сильную температурную зависимость и квадратично зависит от величины напряжения, поэтому они не нашли широкого применения [43].

Описанное в работе [1] использование тестовых периодических структур и последующая компьютерная корректировка функций развертки напряжений, управляющих сканированием, не всегда позволяют устранить искажения в ССМ-изображениях. Радикальным, хотя технически более сложным, средством является использование дополнительных независимых датчиков перемещений пьезотрубки и образца (см. рис. 2). В частности, для получения данных о горизонтальных перемещениях кантилевера, прикрепленного к пьезотрубке, могут быть использованы емкостные датчики. Лазерные интерферометры применяются для точного позиционирования образца относительно иглы кантилевера в горизонтальной плоскости, что необходимо при сканировании в заданных точках поверхности объектов больших размеров. Современные интерферометрические методы контроля и устройства перемещения на основе прецизионных шаговых двигателей позволяют позиционировать образец с точностью до нескольких нанометров на площади в несколько десятков квадратных сантиметров [10]. За счет компьютерной корректировки ССМ-изображений с использованием независимых точных данных о горизонтальных координатах кантилевера погрешность в определении размеров микронных поверхностных структур не превышает нескольких нанометров. Это особенно важно при использовании ССМ в качестве метрологического инструмента в современных твердотельных нано- и микротехнологиях.

Необходимо отметить также еще одно достоинство ССМ: управление сканированием и сбор информации в нем полностью компьютеризованы. Современное программное обеспечение по обработке трехмерных изображений (вращение, различные типы фильтрации и сглаживания, цветное оконтуривание, Фурье-анализ) позволяет оперативно получать на мониторе компьютера изображение поверхности в удобном и наглядном для пользователя виде.

Одним из существенных недостатков ССМ, вызванным ограниченным размером максимального поля сканирования, является определенная трудность в пози-

** Латеральное разрешение — горизонтальное разрешение или разрешение в плоскости.

ционировании иглы над нужным местом поверхности. Частично эта проблема снимается дополнительным оснащением современных ССМ оптическими микроскопами с телекамерами, позволяющими осуществлять первоначальное позиционирование иглы с точностью до десятков микрон. Еще более радикальным решением является размещение ССМ в РЭМ [42], однако при этом приходится мириться с недостатками растровой электронной микроскопии: необходимостью проведения измерений в вакууме и дополнительной подготовкой образцов.

Особенности силового взаимодействия микрозонд — образец при диагностике различных свойств поверхности

Диагностика поверхности с помощью ССМ основана на использовании различных видов силового взаимодействия кантилевера ССМ с поверхностью. Все они имеют электромагнитную природу, однако степень их вклада в величину воздействия неодинакова и существенно зависит от многих параметров, и в первую очередь от расстояния d между кончиком иглы и образцом, поэтому все силы можно разделить на короткодействующие и дальнодействующие. Под короткодействующими подразумеваются силы, возникающие при непосредственном перекрытии электронных оболочек атомов, расположенных на кончике иглы, и атомов, принадлежащих исследуемой поверхности. Величина короткодействующих сил быстро падает с увеличением d до нескольких ангстрем. Среди них определяющими являются силы взаимного отталкивания атомов иглы и поверхности при перекрытии их электронных оболочек и силы кулоновского отталкивания положительных ядерных зарядов из-за их неполного экранирования при деформации электронных оболочек сильно сблизившихся атомов [7]. При получении изображения с помощью такого типа сил принято говорить о контактном режиме работы ССМ. Благодаря этим силам игла не проникает в глубь образца, и при условии, что основной вклад во взаимодействие дает ближайший к поверхности атом заостренной иглы, кантилевер будет описывать контур электронной плотности атомов поверхности в виде так называемой атомной гофрировки поверхности.

Дальнодействующие силы, обусловленные ван-дер-ваальсовским (ВДВ), электростатическим или магнитным взаимодействием, характеризуются более слабой зависимостью от d и проявляются при величине зазора игла — образец от единиц до нескольких тысяч ангстрем, что позволяет исследовать поверхность с помощью ССМ в бесконтактном режиме. Существенно, что в дальнодействующее взаимодействие в силу его сравнительно слабого спада с увеличением d вносят вклад значительное число атомов, образующих кончик иглы кантилевера [7].

При анализе силового взаимодействия зонда с поверхностью в реальных условиях необходимо учитывать ряд особенностей, характерных для силовой микроско-

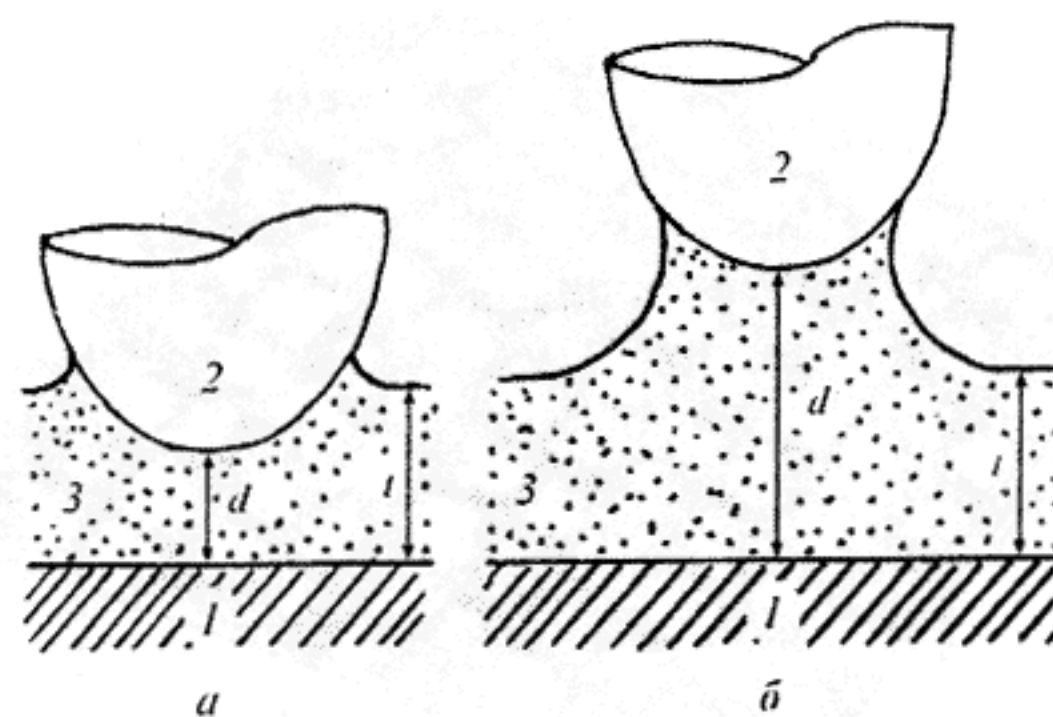


Рис. 4. Касание иглой поверхности адсорбированной водяной пленки (а) и конденсация паров воды под иглой (б) при ССМ-измерениях на воздухе

пии. Наиболее сильно сказывается влияние окружающей среды. Например, при измерениях на воздухе велика роль дополнительных дальнодействующих сил, возникающих из-за появления жидкого мостика между кончиком зонда и поверхностью (рис. 4), которые обычно называют силами капиллярного притяжения [7, 44]. В условиях атмосферной влажности такой мостик может быть сформирован двумя путями: прямым погружением иглы в тонкий слой смачивающей жидкости, присутствующей, как правило, на поверхности образцов на воздухе (при $d < t$) или за счет спонтанной капиллярной конденсации паров воды вблизи микроконтакта игла — поверхность (при $d > t$). Теоретические оценки показывают [44], что при касании водяной пленки (толщиной 5 нм) игла с $R_t = 100$ нм притягивается к поверхности с силой порядка $10^{-7} - 10^{-8}$ Н, дальнейшее погружение кончика иглы еще больше увеличивает притяжение. Именно с капиллярными силами в первую очередь связан эффект прилипания иглы ССМ к поверхности, упоминавшийся выше. Капиллярные силы нежелательны в большинстве случаев, так как не позволяют регистрировать другие, более слабые взаимодействия иглы с поверхностью (например, магнитные [45]). При работе в режиме “постукивания” для прокалывания водяной пленки игле необходимо развивать силу до 10^{-8} Н [11], что препятствует исследованию мягких материалов (полимерных сред, биологических объектов). Проблема решается путем погружения всего кантилевера в достаточно толстый слой жидкости, нанесенный на исследуемую поверхность.

Наличие жидкой среды в зазоре игла — поверхность позволяет регулировать и величину ВДВ взаимодействия иглы с поверхностью. При анализе ВДВ сил обычно кончик иглы, дающий основной вклад в дальнодействующее взаимодействие, достаточно хорошо аппроксимируется шариком с радиусом R_t , равным радиусу закругления кончика используемой иглы. ВДВ взаимодействие с поверхностью при этом описывается выражением $F = -\frac{A_{132} R_t}{6d^2}$, где A_{132} — постоянная Гамакера [44, 47, 48], которая содержит статическую диэлектрическую проницаемость и показатель преломления об-

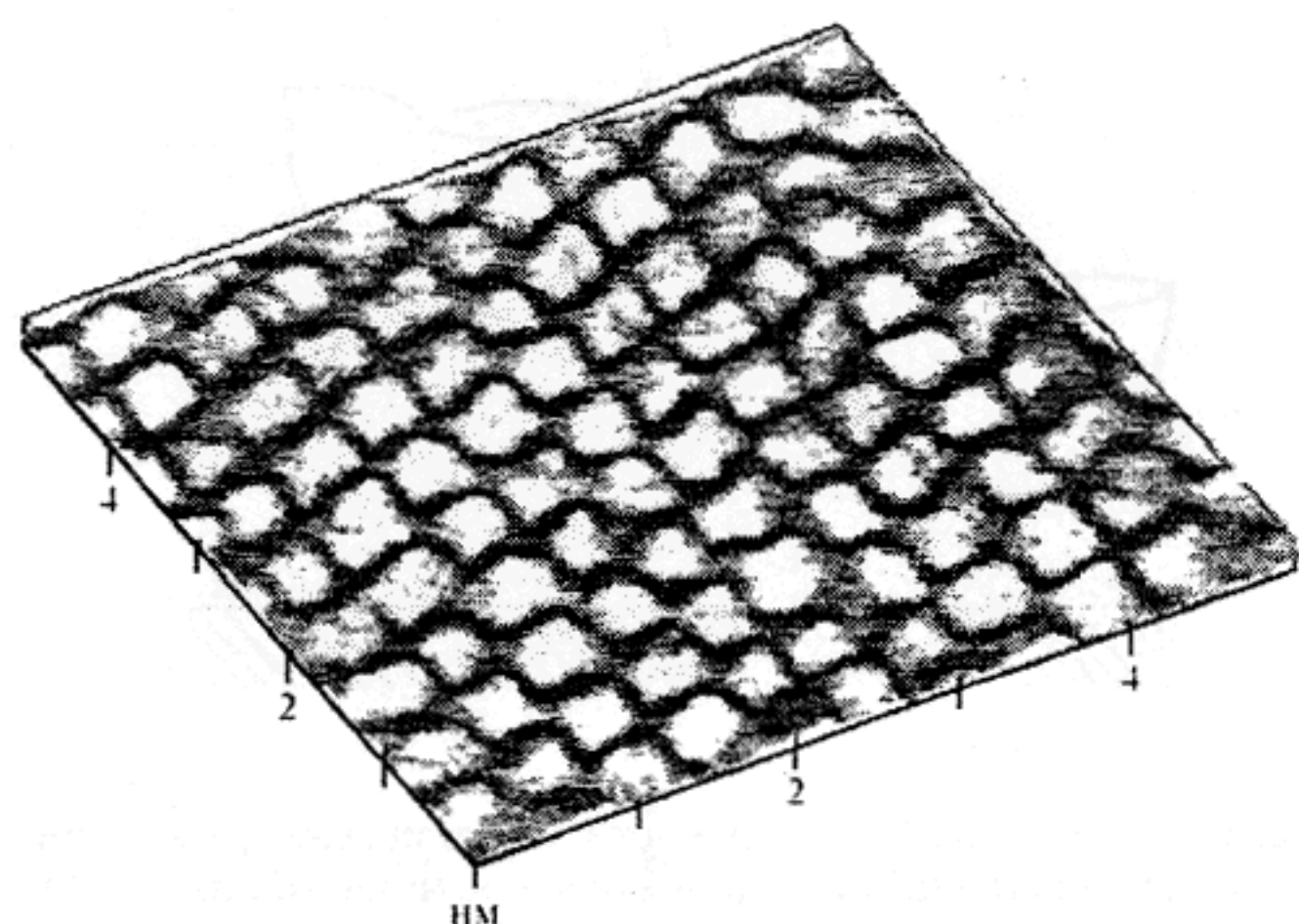


Рис. 5. ССМ-изображение поверхности слюды, полученное с помощью микроскопа P4-SPM-MDT

разца 1, иглы 2 и жидкости между ними 3 (см. рис. 4). Если значения диэлектрических характеристик жидкости занимают промежуточное положение между диэлектрическими характеристиками материалов, из которых изготовлены игла и образец, то $A_{132} < 0$ [47]. В этом случае ВДВ взаимодействие становится отталкивающим, а не притягивающим вследствие того, что ВДВ притяжение между поверхностью и иглой меньше, чем между поверхностью и жидкостью, занимающей объем, вытесненный иглой. Это аналогично тому, как деревянный шарик, помещенный в воду, отталкивается от нее в гравитационном поле Земли. Из вышеизложенного следует, что, подбирая буферную жидкую среду с подходящими диэлектрическими свойствами, можно добиться минимального силового взаимодействия между иглой и поверхностью. Например, для иглы из Si_3N_4 и слюды такой жидкостью является 1-метилнафталин [47]. В работе [46] показано, что за счет помещения кантилевера полностью в жидкость можно уменьшить силу ВДВ взаимодействия иглы с поверхностью с 10^{-8} до 10^{-11} Н.

Вообще говоря, ВДВ силы играют особую роль, так как они всегда вносят вклад по взаимодействию иглы с образцом. Это позволяет использовать их для получения изображения поверхности в бесконтактном режиме с разрешением в несколько нанометров [7]. Более высокого разрешения трудно достигнуть, так как из-за дальнедействующей природы таких сил, существенно превышающей атомный масштаб, во взаимодействии участвует большое число атомов иглы и поверхности. Подобно капиллярным, ВДВ силы часто превышают по величине другие, более слабые виды взаимодействий, затрудняя использование последних для диагностики поверхности, поэтому большое значение приобретает описанный выше метод уменьшения ВДВ взаимодействия путем погружения зонда в буферную жидкость. В частности, при контактных методах измерений для достижения атомного разрешения необходимо, чтобы с поверхностью взаимодействовало как можно меньше ато-

мов иглы. Для этого нужны максимально острые иглы и минимальное давление со стороны кантилевера на поверхность. Расчеты показывают, что в этом случае достижение атомного разрешения возможно при $F \leq 5 \cdot 10^{-9}$ Н [47]. Это ограничение вызвано другой характерной особенностью ССМ-измерений — упругой деформацией поверхности под иглой. По теоретическим оценкам [47], под действием ВДВ сил порядка 10^{-8} Н поверхность слюды при контакте с иглой из Si_3N_4 с $R_t = 50$ нм прогибается настолько, что радиус площади контакта превышает 3 нм. Это затрудняет получение атомарного разрешения из-за большого числа взаимодействующих атомов. Другими авторами показано [7], что при $F = 2 \cdot 10^{-7}$ Н первый атомный слой пиролитического графита прогибается на 0,2 нм, а при $F = 5 \cdot 10^{-7}$ Н игла может проколоть поверхность, что исключает возможность получения атомарного разрешения.

Тем не менее при взаимодействии иглы с поверхностью силой порядка $10^{-7} - 10^{-8}$ Н нами (с помощью микроскопа P4-SPM-MDT), а также многими другими исследователями были получены изображения поверхности слюды и пиролитического графита с атомарным разрешением. В частности, гексагональные кольца диаметром 0,52 нм из тетраэдров SiO_4 , образующих поверхностный слой слюды [49], дают приведенную на рис. 5 упорядоченную периодическую структуру, высота гофрировки которой равняется 0,8 нм. Изучению механизмов формирования ССМ-изображения с атомной гофрировкой посвящено большое число теоретических и экспериментальных работ [7, 50–55], однако пока еще полностью не ясно, почему можно наблюдать с атомарным разрешением поверхность некоторых диэлектриков, например ионных кристаллов [52].

Возможность наблюдения поверхности слоистых материалов с атомарным разрешением при наличии упругой деформации, когда очевидно, что с поверхностью взаимодействует не один, а несколько атомов иглы, объясняется третьей характерной особенностью ССМ-измерений: проявлением возникающих при сканировании сил трения, меняющихся в атомарном масштабе. Экспериментально это подтверждается появлением характерного пилообразного профиля при увеличении нагрузки на иглу с 10^{-8} до 10^{-7} Н при исследовании, например, поверхности MoS_2 [7]. Высота атомной гофрировки в этом случае возрастает с 0,15 до 0,5 нм, что существенно превышает расстояние между кристаллографическими плоскостями в MoS_2 . Роль сил трения становится более понятна из модельных представлений, основанных на теоретических расчетах [11, 53]. С увеличением числа атомов, взаимодействующих с поверхностью, нормальная к поверхности компонента сила F_z , действующая на кантилевер, остается практически неизменной, в то время как сила трения F_x существенно возрастает, что приводит к дополнительному изгибу кантилевера и значительному увеличению высоты сигнала пилообразной формы (рис. 6, а и б).

Одновременная регистрация вертикального отклонения и тангенциального изгиба кантилевера с помощью двух оптических датчиков перемещений [34, 35] позволяет независимо друг от друга регистрировать высоту рельефа и силу трения в каждой точке поверхности. Это не только повышает точность измерения высоты микрорельефа, но и открывает широкие возможности для изучения в нанометровом и ангстремном масштабе такой технически важной характеристики поверхности материалов, как износостойкость [49, 54]. Исключительная роль сил трения в силовой микроскопии привела к тому, что приборы, позволяющие регистрировать такие силы, выделились в отдельный вид микроскопов — сканирующие микроскопы сил трения, или, как их еще называют, микроскопы латеральных сил [35, 50, 51, 55, 56].

Природа сил трения на атомарном уровне еще не совсем ясна [53, 55]. Очевидно, однако, что ионные или ковалентные связи между атомами иглы и поверхности могут давать заметный вклад в латеральное силовое воздействие на иглу при сканировании. Формируя поверхность игл из соответствующих материалов, можно с помощью ССМ в принципе различать участки с разными химическими свойствами (рис. 6, *в* и *г*), т.е. визуализировать с нанометровым разрешением не только топографические, но и химические характеристики поверхности. Исследования в этом направлении еще только начинают развиваться [57, 58].

Расширение возможностей ССМ для диагностики поверхности зависит от того, насколько удастся разделить вклад сил различной природы в отклонение кантилевера от положения равновесия при статических измерениях или в изменение амплитуды, частоты или фазы его колебаний при динамических измерениях. Кроме латеральных сил, это относится также к диагностике электрических и магнитных свойств поверхности.

Наиболее простой способ визуализации электрических характеристик поверхности реализован с помощью сканирующего резистивного микроскопа, который представляет собой ССМ с проводящим кантилевером, работающий в контактном режиме и измеряющий в процессе сканирования одновременно микрорельеф и сопротивление растекания под иглой (или вольт-амперные характеристики) [21, 22, 59, 60]. Такой микроскоп наиболее часто используется для визуализации распределения концентрации легирующей электроактивной примеси в полупроводниках в диапазоне от 10^{14} до 10^{19} см $^{-3}$, например при изучении $p-n$ -переходов [59], или для визуализации на поверхности участков, имплантированных различными дозами ионов [23, 59]. Хотя предварительно поверхность полупроводника очищается от оксида (например, Si в 5%-ном водном растворе HF), для достижения устойчивого контакта иглы с поверхностью приходится использовать достаточно жесткие иглы ($k = 200$ Н/м), взаимодействующие с поверхностью с силой порядка $10^{-4} - 10^{-5}$ Н. Из-за этого радиус площади контакта, определяющий разрешение такого микроскопа, лежит в пределах 30 – 100 нм [59, 60]. Кроме того, из-за

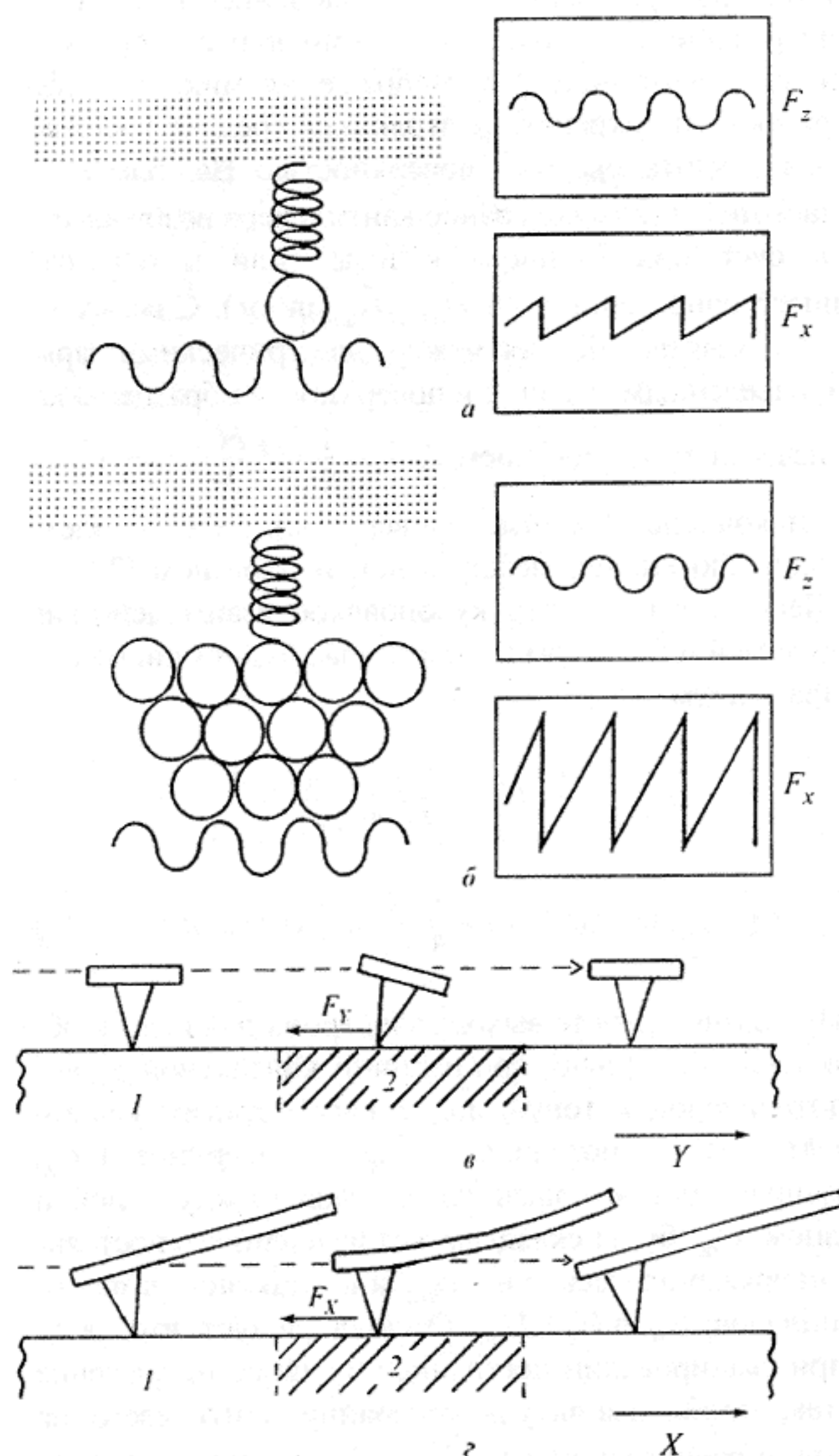


Рис. 6. Влияние сил трения на формирование ССМ-изображения при слабом (*а*) и более сильном (*б*) взаимодействии иглы с поверхностью; тангенциальный (*в*) и продольный (*г*) изгиб кантилевера при сканировании на плоском образце 1 участка с более высоким коэффициентом трения 2 [7, 11]

неодинаковой деформации поверхности при различной нагрузке на кантилевер и быстрого износа иглы при сканировании размер контакта игла — образец может меняться, что требует дополнительных усилий для получения достоверных количественных результатов о распределении внедренной примеси [21].

Многих этих недостатков лишен бесконтактный метод диагностики электронных свойств поверхности, основанный на дальнodelствующем электростатическом силовом взаимодействии между иглой и образцом [61 – 64]. На расстоянии в 50 нм это взаимодействие порядка 10^{-9} Н и может быть зарегистрировано при измерениях по переменному току [61]. В этом случае колебания кантилевера возбуждаются двумя способами. На частоте, близкой к собственной резонансной частоте кантилевера, с помощью биморфного пьезоэлемента амплитуда и частота таких колебаний определяются ВДВ взаимодействием с поверхностью. Использование описанного вы-

ше метода измерения амплитуды колебаний “на склоне” и поддержание ее постоянной с помощью цепи обратной связи позволяют получать изображения микрорельефа поверхности и сохранять постоянным среднее расстояние между кантилевером и поверхностью. На более низкой частоте $\omega = 2\pi\nu$ колебание кантилевера возбуждается за счет приложенного к игле (или к образцу) внешнего напряжения $U = U_{dc} + U_{ac} \sin(\omega t)$. Сила кулоновского взаимодействия между электрическими зарядами, наведенными на игле и поверхности образца, задается известным выражением $F_c = -\frac{1}{2} U^2 \frac{\partial C}{\partial z}$, где C — емкость конденсатора игла — поверхность, а U — электрический потенциал между иглой и образцом [27, 61, 64]. Легко показать, что кулоновское взаимодействие между иглой и образцом в этом случае будет описываться выражением

$$F_c = -\frac{1}{2} \left(U_{dc}^2 + \frac{1}{2} U_{ac}^2 \right) \frac{\partial C}{\partial z} - \frac{\partial C}{\partial z} U_{dc} U_{ac} \sin(\omega t) + \frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} U_{ac}^2 \cos(2\omega t). \quad (1)$$

При разной работе выхода электрона для иглы и образца, а следовательно, при наличии контактной разности потенциалов, которую можно рассматривать как дополнительный потенциал на поверхности U_s , постоянная составляющая потенциала между иглой и образцом U_{dc} будет складываться из внешнего постоянного напряжения смещения U_{off} и контактной разности потенциалов: $U_{dc} = U_s + U_{off}$. Отсюда следует, что, задавая при сканировании постоянное внешнее напряжение U_{off} так, чтобы амплитуда колебаний кантилевера на частоте ω равнялась нулю ($U_{off} = -U_s$), можно измерять распределение контактной разности потенциалов на поверхности образца, а при известной для зонда работе выхода — и работу выхода локального участка поверхности под иглой. Фактически такие измерения являются аналогом известного метода Кельвина для измерения работы выхода [65], поэтому микроскопы, работающие на этом принципе, называют сканирующими зондовыми микроскопами Кельвина (СЗМК) [27, 64].

Как известно, в невырожденных полупроводниках, у которых плотность поверхностных состояний сведена к минимуму специальной химической пассивацией, уровень Ферми, а следовательно, и работа выхода зависят от концентрации внедренной электроактивной примеси [64, 66]. Это позволяет использовать СЗМК для визуализации распределения донорной или акцепторной примеси в приповерхностных слоях. В работе [64] это показано на примере контактной площадки на поверхности Si, сформированной путем имплантации ионов бора через окно (размерами $2,5 \times 2,5$ мкм), полученное с помощью фотолитографии в защитном слое SiO_2 . Хотя существуют определенные проблемы с корректной калибровкой чувствительности этого метода при количественных измерениях, в работе [64] продемон-

стрирована возможность визуализации распределения концентрации внедренной примеси в интервале $10^{15} - 10^{20} \text{ см}^{-3}$ с погрешностью до 10% и латеральным разрешением 100 нм.

Протекание тока вдоль поверхности полупроводников приводит к дополнительному изменению поверхностного потенциала. С помощью СЗМК получена картина распределения потенциала на поверхности полупроводниковых элементов микросхем с точностью до нескольких милливольт и с латеральным разрешением 40 – 60 нм [27]. Непосредственная регистрация зависящих от времени поверхностных потенциалов, образующихся при протекании переменного тока вдоль сформированных на поверхности проводящих элементов микросхем, позволяет, используя бесконтактный режим работы СЗМК, регистрировать как аналоговые, так и цифровые сигналы от поверхности работающей микросхемы с временным разрешением до 1 нс и пространственным разрешением выше 1 мкм [67, 68].

Как видно из выражения (1), регистрируя амплитуду колебаний кантилевера на частоте 2ν , можно при сканировании контролировать изменение величины эффективной емкости игла — образец. Это представляет особый интерес для диагностики полупроводников, поскольку для них эффективная емкость C определяется емкостными характеристиками зазора игла — поверхность, диэлектрического слоя на полупроводнике и обедненного основными носителями тока приповерхностного слоя полупроводника. Поддерживая при сканировании постоянную величину зазора, можно контролировать диэлектрические покрытия [61, 69] и, что еще более важно, распределение легирующей электроактивной примеси, от которой напрямую зависит глубина обедненного слоя, а следовательно, и его емкость [70]. При этом часто используют вольт-фарадные измерения [62, 63], позволяющие контролировать уровень легирования в пределах $10^{15} - 10^{20} \text{ см}^{-3}$ с максимальным латеральным разрешением до 25 нм [71]. ССМ такого типа принято называть сканирующими емкостными микроскопами, и они уже нашли свое применение при контроле характеристик полевых транзисторов [62].

За счет высокой чувствительности ССМ, регистрирующего кулоновское взаимодействие порядка 10^{-12} Н , оказалось возможным на поверхности диэлектриков наблюдать заряженные локализованные области с зарядом, равным всего нескольким зарядам электрона [72 – 75]. Диэлектрик представляет собой обычно тонкую пленку из полиметилметакрилата, нанесенную на проводящую подложку, к которой подведено напряжение смещения. Электроны с иглы переносятся на поверхность диэлектрика при возникновении коронного разряда между иглой и образцом (за счет приложенного импульса напряжения [72]) либо просто путем касания поверхности металлической иглой кантилевера [73]. Для регистрации электростатического взаимодействия игла — заряд используется такой же динамический двухчастотный метод, как и в описанном выше микроскопе Кельвина. Подобным методом измерения потен-

циала заряженной области зарегистрирован сигнал, эквивалентный заряду всего лишь трех электронов [73]. Размер наблюдаемых областей локализации заряда составляет обычно несколько сот нанометров. Со временем из-за рекомбинации электронов такие области распадаются и сигнал от них уменьшается. В зависимости от числа локализованных электронов и скорости их рекомбинации заряженные участки поверхности могут существовать от нескольких часов до нескольких секунд [72, 74]. Фиксация зонда над заряженной областью позволяет наблюдать этот процесс в динамике. Именно в таком режиме на кривой, характеризующей спад кулоновского взаимодействия в течение нескольких секунд, наблюдались ступеньки, каждая из которых вызвана уменьшением общего заряда на величину, равную заряду одного электрона [74]. Кроме изучения рекомбинации и диффузии электронов, визуализация заряженных областей открывает возможность контролировать технически важные процессы разделения ионов и их диффузию под действием латеральных электрических полей в диэлектрических слоях, покрывающих проводящие элементы микросхем (стоки, истоки) [75].

В основе магнитной силовой микроскопии лежит дальнodelствующее взаимодействие магнитного зонда с локальным магнитным полем образца. Изображение формируется при сканировании иглы вдоль исследуемой поверхности на расстоянии 10 – 500 нм от нее и одновременном измерении силы магнитного взаимодействия или ее градиента как функции положения иглы. Магнитно-силовые микроскопы (МСМ) сразу вызвали интерес как приборы с большими потенциальными возможностями для диагностики магнитных характеристик поверхности с латеральным разрешением до 10 нм [13, 76, 77]. Конкурировать с ними по разрешающей способности в настоящее время могут лишь РЭМ с анализатором поляризации отраженных от поверхности электронов и сканирующие оптические микроскопы ближнего поля, использующие магнитно-оптический эффект Керра [78].

Как уже упоминалось, магнитные силы являются дальнodelствующими, поэтому предел пространственного разрешения в МСМ ниже, чем в случае ССМ, работающего в контактном режиме, поскольку в МСМ во взаимодействии участвует достаточно большое число атомов иглы и поверхности. Вследствие этого в МСМ-измерениях особое внимание уделяется параметрам используемых игл, так как для корректной интерпретации получаемых изображений требуется знание внутренней магнитной микроструктуры зонда. В общем случае необходима информация о доменной структуре иглы, т.е. о распределении локальной намагниченности, что является очень сложной проблемой, так как полный расчет основан на микромагнитной теории [13, 79, 80], в которой происходит учет свободной энергии в ферромагнитных материалах, содержащей достаточно сложные для вычисления составляющие. На практике применяют аппроксимацию магнитной структуры иглы какой-нибудь относительно простой геометрической фигурой, например усеченным конусом [81, 82] или пирамидой

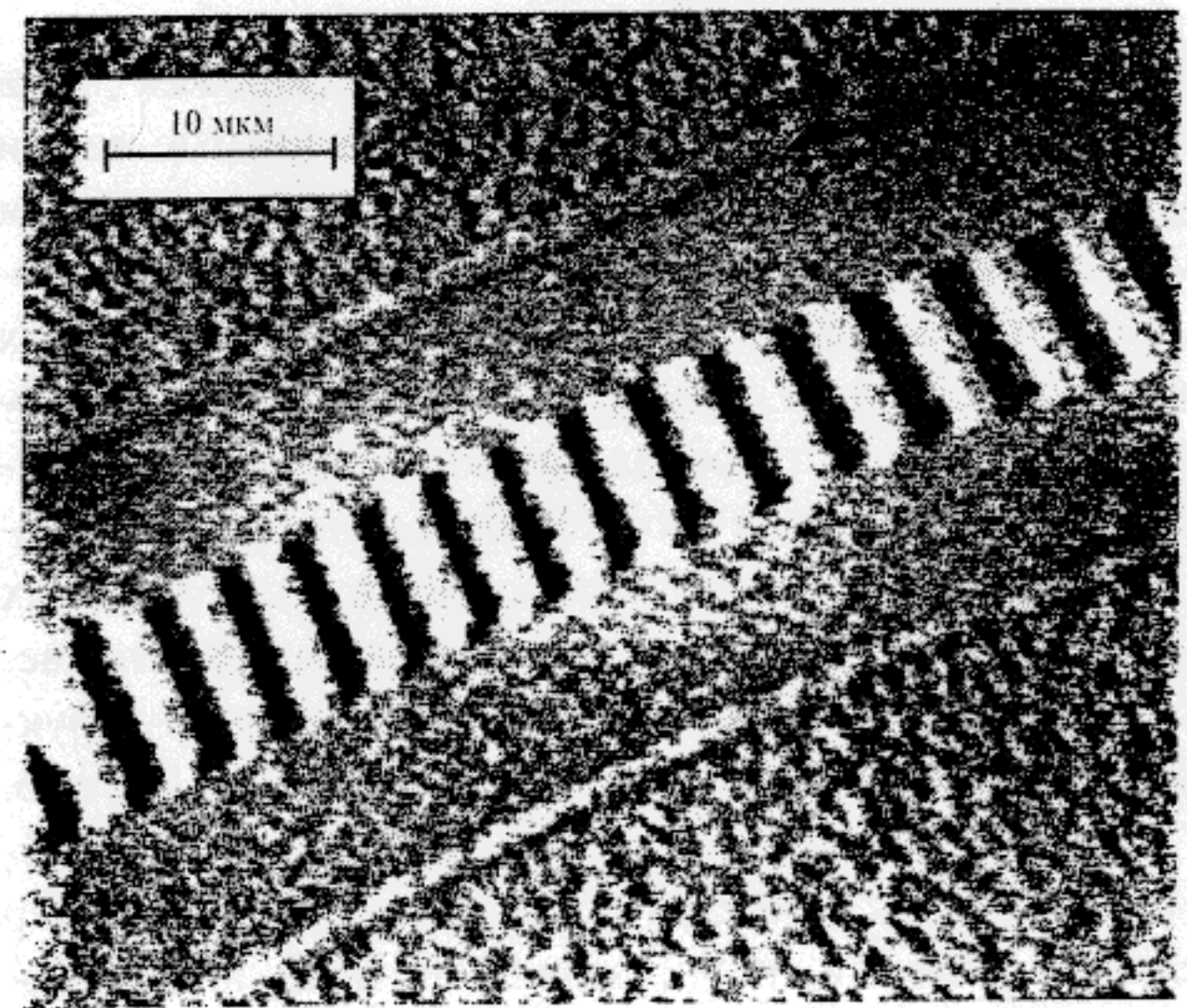


Рис. 7. Магнитное силовое изображение дорожки из отдельных битов на магнитном диске [84]

[83], и берут в расчет только самый кончик иглы, причем чаще всего рассматривают лишь один концевой домен [81 – 84]. Энергия магнитного взаимодействия между иглой и образцом определяется выражением

$$E = - \int \int \int \mathbf{m}_1(\mathbf{r}) \mathbf{H}(\mathbf{r}) d^3\mathbf{r}, \quad (2)$$

где $\mathbf{m}_1(\mathbf{r})$ — намагниченность иглы; $\mathbf{H}(\mathbf{r})$ — магнитное поле над образцом. Сила, действующая на иглу, рассчитывается по формуле $\mathbf{F} = -\nabla E$. Если знать распределение намагниченности $\mathbf{m}_2(\mathbf{r}')$ по поверхности образца, то его магнитное поле определяется как

$$\mathbf{H}(\mathbf{r}) = \int \int \int \left(\frac{3\mathbf{r}(\mathbf{r} \cdot \mathbf{m}_2(\mathbf{r}'))}{r^5} - \frac{\mathbf{m}_2(\mathbf{r}')}{r^3} \right) d^3\mathbf{r}', \quad (3)$$

а сила взаимодействия с иглой будет равна

$$\mathbf{F} = \nabla \int \int \int \int \int \int \left(\frac{3(\mathbf{m}_1(\mathbf{r}) \cdot \mathbf{r})(\mathbf{m}_2(\mathbf{r}') \cdot \mathbf{r})}{r^5} - \frac{\mathbf{m}_1(\mathbf{r}) \cdot \mathbf{m}_2(\mathbf{r}')}{r^3} \right) d^3\mathbf{r} d^3\mathbf{r}'. \quad (4)$$

Оценочные расчеты показывают, что типичные значения сил в МСМ $\sim 10^{-9} - 10^{-12}$ Н, а величины градиентов $\sim 10^{-2} - 10^{-4}$ Н/м, поэтому МСМ-измерения чаще всего проводят в колебательном режиме, обеспечивающем максимальную чувствительность, а игла при этом описывает контур постоянного градиента сил.

МСМ интенсивно используется для диагностики качества магнитных покрытий различных записывающих устройств и тонких магнитных пленок. Возможность получения изображений с высоким разрешением позволяет проводить анализ плотности записи информации современных магнито-записывающих устройств, например жестких дисков [84, 85], что особенно важно при создании новых технологий и покрытий для магнито-записывающей техники. На рис. 7 представлено МСМ-

изображение отдельных битов одной из дорожек диска на основе CoPtCr. Применяя внешние магнитные поля и получая подобные изображения, проводят исследования процессов перемагничивания или стирания информации, а построив гистерезисную петлю на основе данных исследования, можно получить такие параметры, как коэрцитивная сила, остаточная намагниченность и намагниченность насыщения [86]. Особый интерес представляет диагностика магнитных свойств сверхплотных носителей информации, например, в работе [87] приведены результаты МСМ-исследования доменной структуры магнито-оптических дисков с покрытием TbFeCo. При изучении доменной структуры в тонких многослойных пленках Co – Pd было показано, что средний размер отдельных доменов сильно зависит от толщины ферромагнитной пленки [88]. Однако МСМ позволяет исследовать не только доменную структуру намагниченной поверхности, но и тонкую структуру доменных стенок разных типов. Исследование, например, субмикронной магнитной структуры доменных стенок монокристаллических пленок железа [89] показало, что после предварительного намагничивания образца вдоль его легкой оси в поле 2000 Гс наблюдаются параллельные стенки блоховского типа толщиной 70 – 100 нм на расстоянии ~30 мкм друг от друга. В последнее время наблюдается повышенный интерес к ферромагнитным наночастицам из-за их исключительных магнитных характеристик [90 – 92], в связи с чем в печати появились данные о проведении МСМ-экспериментов с подобного рода объектами. Например, с помощью МСМ изучалась магнитная структура матрицы из магнитных островков с периодом $0,2 \times 0,4$ мкм на поликристаллической пленке Co (толщиной 20 нм), полученной методом электронно-лучевой литографии [93]. Было выяснено, что в полностью размагниченном состоянии частицы не являются однодоменными и обладают значительной неоднородной намагниченностью, однако после наложения сильного магнитного поля вдоль осей симметрии частиц большинство из них приходят в состояние однородной намагниченности.

Как уже говорилось выше, в методе МСМ во взаимодействии между иглой и магнитным полем поверхности образца участвует огромное число атомов, что резко снижает разрешающую способность. В 1992 г. был предложен новый подход на основе использования эффекта магнитного резонанса, позволяющий существенно повысить разрешающую способность МСМ. Этот метод получил название магнитная резонансная силовая микроскопия (МРСМ) [94]. Микрокантилевер силового микроскопа регистрирует магнитные силы, действующие на магнитные электронные или ядерные моменты атомов образца, намагниченность которого модулируется на резонансной частоте кантилевера стандартными магниторезонансными методами. За счет создания сильного внешнего градиента постоянного магнитного поля на образце (до 10^8 Т/м) лишь небольшая часть атомов образца, имеющих магнитные моменты, находятся в усло-

виях магнитного резонанса, что и позволяет получать изображения в принципе с очень высоким разрешением. Экспериментально уже подтверждена возможность регистрации электронного парамагнитного [95] и ядерного магнитного [96] резонансов с помощью силовой микроскопии. Первые экспериментальные изображения имели пространственное разрешение всего 2,6 мкм, однако оно уже на порядок выше полученного в традиционных ЯМР-томографах. Для повышения разрешающей способности МРСМ необходимы более высокие градиенты магнитного поля и чувствительность, достаточная для регистрации сил величиной $10^{-14} - 10^{-16}$ Н. Для этого предполагается использование сверхмалых кантилеверов, толщина упругой части которых составляет всего 20 нм, и высоких градиентов магнитного поля [94]. Приведенные также в работе [94] теоретические оценки показывают, что чувствительности в $8 \cdot 10^{-16}$ Н достаточно, чтобы зарегистрировать сигнал от магнитного момента одного электрона, при этом совсем не обязательно, чтобы он был локализован на поверхности образца, поскольку удовлетворяющее условиям резонанса магнитное поле может быть задано и на глубине нескольких нанометров от поверхности. Дальнейшее развитие экспериментальной техники, в частности понижение температуры измерений до 1 К, позволит, по мнению авторов работы [94], регистрировать с помощью подобной методики сигналы и от отдельных протонов. Это открывает исключительные возможности для исследования различных объектов, особенно биологических, молекулярная структура многих из которых еще не известна.

Использование ССМ в микро- и нанометрологии

Среди задач диагностики поверхности с помощью ССМ особое место занимают две проблемы, которые уже сейчас имеют большое практическое значение: измерение твердости сверхтонких защитных пленок, нанесенных на поверхность различных материалов [5, 43, 54, 97 – 100], и определение с высокой точностью горизонтальных и вертикальных размеров микро- и наноструктур [10, 101 – 108]. Объясняется это тем, что в нанометровом масштабе измерений решить эти задачи можно только с помощью ССМ.

В первом случае необходимо определить твердость покрытий толщиной менее 100 нм (например, углеродных пленок толщиной 30 нм, используемых для защиты поверхности современных магнитных дисков памяти [99]). Обычно для измерения микротвердости используются пирамидальные инденторы (зонды), которые с заданной силой вдавливаются в поверхность исследуемого материала. Отношение приложенной к индентору силы к площади поверхности сформированного им углубления характеризует локальную твердость материала [97, 99]. Для исключения влияния подложки при диагностике тонких пленок глубина проникновения индентора должна быть как минимум в 5 раз меньше толщины тестируемого покрытия [97]. Другие авторы считают, что глубина зондирования должна составлять

лишь 10% от толщины пленки [98]. Это означает, что при использовании алмазных инденторов с углом 80° при вершине для измерения твердости слоя толщиной 20 нм размер следа от зонда на поверхности не превысит нескольких нанометров, что исключает применение оптической микроскопии для оценки размеров отпечатка индентора на поверхности. Для большинства РЭМ подобные измерения также находятся за порогом их разрешающей способности.

Главным преимуществом ССМ для определения твердости поверхности, кроме высокого разрешения, является то, что с помощью одной и той же пирамидальной иглы, расположенной на конце кантилевера ССМ, вначале деформируют поверхность, воздействуя на нее с силой 10 – 200 мкН, а затем, уменьшив силу взаимодействия иглы с поверхностью до 10^{-6} – 10^{-8} Н, получают трехмерное изображение отпечатка индентора на поверхности. Зная упругие свойства кантилевера и сравнивая изображение одного и того же участка поверхности до и после взаимодействия с иглой, легко определить твердость покрытия в заранее выбранном месте. Подобные измерения, проведенные на полупроводниковых материалах [97], металлических и угольных пленках [99], показали, что с помощью ССМ можно получать углубления всего в 1 нм и таким образом изучать локальную твердость покрытий толщиной в 10 нм. ССМ применялся также для определения локальной твердости поверхности стекол [98] и полимеров [100]. Результаты, полученные с помощью ССМ для толстых пленок (100 нм), совпадают с данными о микротвердости поверхности, полученными другими методами [99]. Твердость кончика иглы, используемой в качестве индентора, должна быть существенно выше, чем твердость исследуемой поверхности, поэтому обычно используют алмазные иглы. Для получения необходимой силы для деформации поверхности применяются кантилеверы с жесткостью 45 – 200 Н/м. В некоторых случаях используют специальные пьезоустройства, позволяющие менять давление иглы на образец только за счет перемещения кантилевера, в то время как пьезотрубка используется лишь для получения изображения поверхности [54].

ССМ находит все более широкое применение для определения линейных размеров микронных и субмикронных структур, используемых в производстве элементной базы современной электроники [9, 10], а также для контроля качества поверхности мастер-дисков, применяемых в качестве штампов при производстве лазерных компакт-дисков [6]. Примером, иллюстрирующим возможности ССМ для решения подобных задач, являются ССМ-изображения периодических субмикронных структур (рис. 8), сформированных нами на поверхности кремния и стекла с помощью импульсного интерференционного лазерного испарения верхнего имплантированного слоя, обладающего значительно большим коэффициентом оптического поглощения, чем подложка [109, 110]. В имплантированном кварцевом стекле центрами поглощения света являются металлические частицы α -Fe, средний размер которых составляет де-

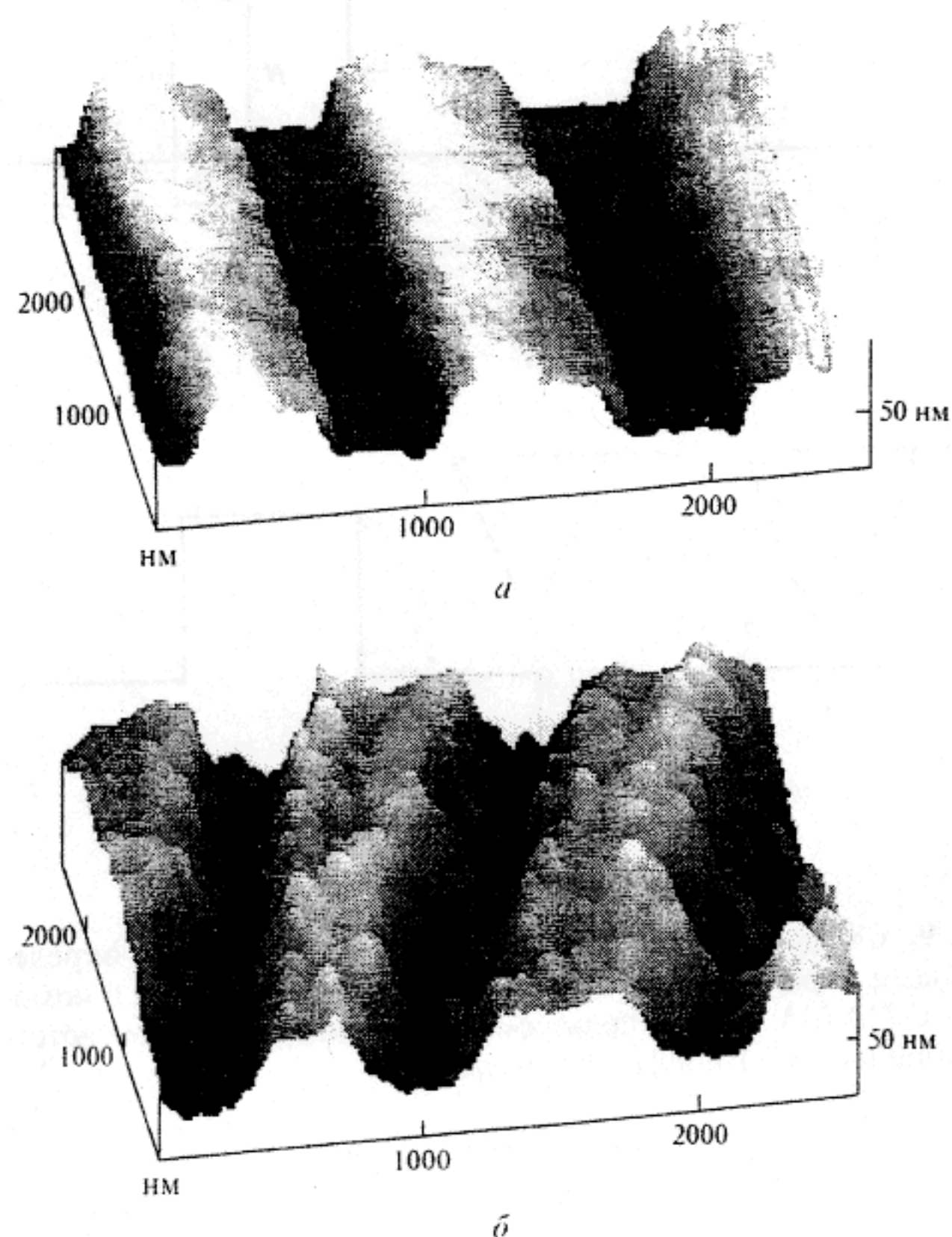


Рис. 8. ССМ-изображение периодической структуры, сформированной с помощью интерференционного лазерного испарения поверхности имплантированного кремния (а) и стекла (б) [109]

сятки нанометров, поэтому качество периодической структуры, сформированной на стекле, заметно хуже, чем на кремнии, у которого центры поглощения света имеют атомарный масштаб [109 – 111].

С практической точки зрения, кроме высокой точности при получении трехмерных изображений поверхности, главным достоинством ССМ является возможность оперативного контроля изделий без их разрушения, так как ССМ-измерения не требуют специальной подготовки образца и проводятся на воздухе в течение нескольких минут. Однако ССМ как метрологический инструмент не лишен недостатков. Ряд из них, как уже отмечалось выше, обусловлен нелинейным откликом пьезокерамики на величину и скорость изменения управляющего напряжения. Другой принципиальный недостаток вызван тем, что получаемое ССМ-изображение фактически является сверткой изображений зонда и рельефа поверхности, что приводит к значительным искажениям при отображении структуры поверхности, особенно в тех случаях, когда размеры кончика зонда соизмеримы с размерами элементов микрорельефа [101, 102]. Это затрудняет получение достоверных данных о реальных размерах ($L_1 - L_5$) поверхностных структур, как это видно из рис. 9. Из этого же рисунка видно, что для метрологии наилучшими являются иглы с минимальными R_t и углами при вершине иглы.

Многими авторами предпринимались усилия для решения задачи, обратной свертке, — деконволюции, с

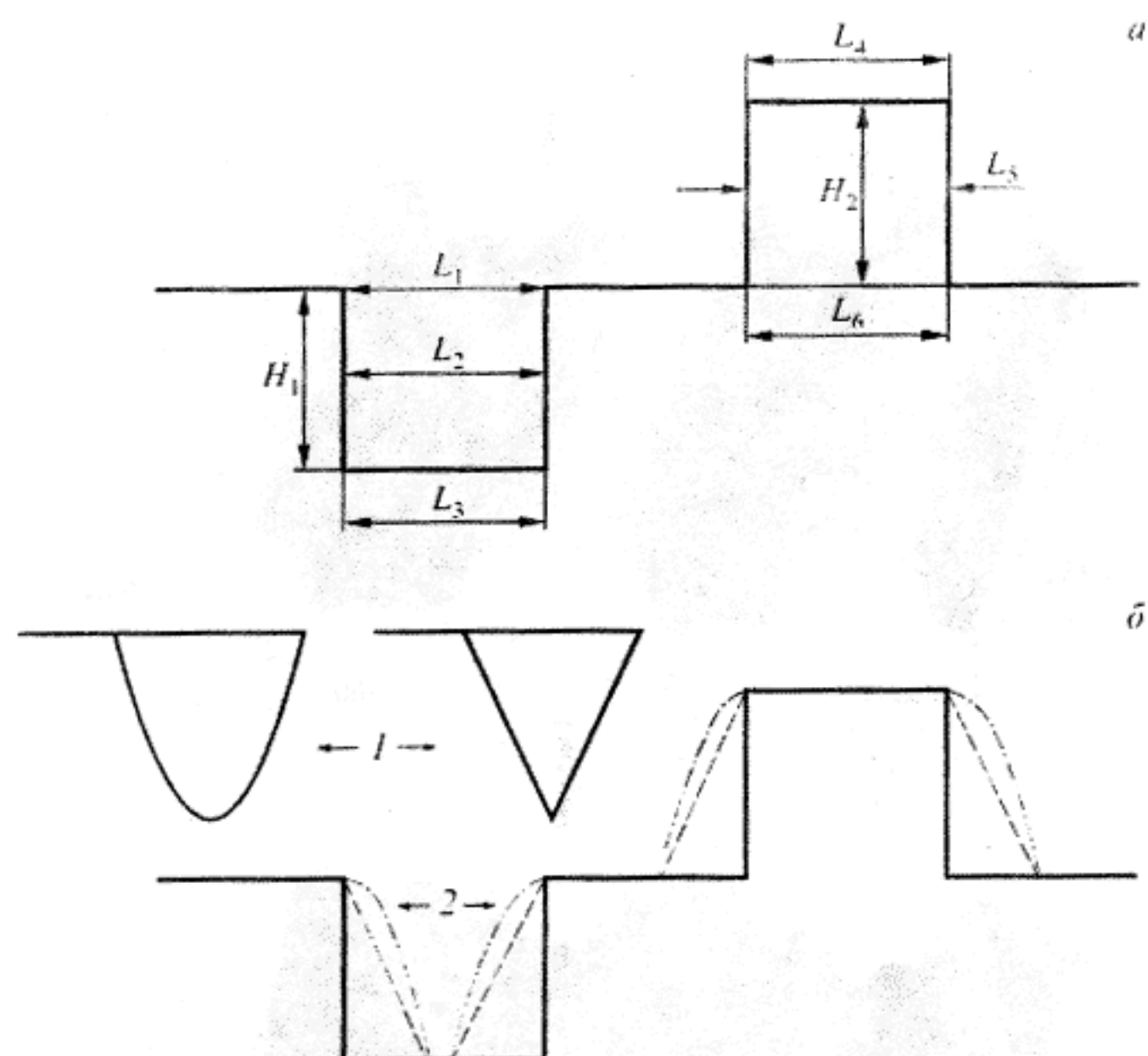


Рис. 9. Схема рельефной прямоугольной структуры с определяемыми параметрами (а) и имитация ее отображения с помощью ССМ (б): 1 — используемые ССМ-иглы; 2 — соответствующие им ССМ-профили рельефа

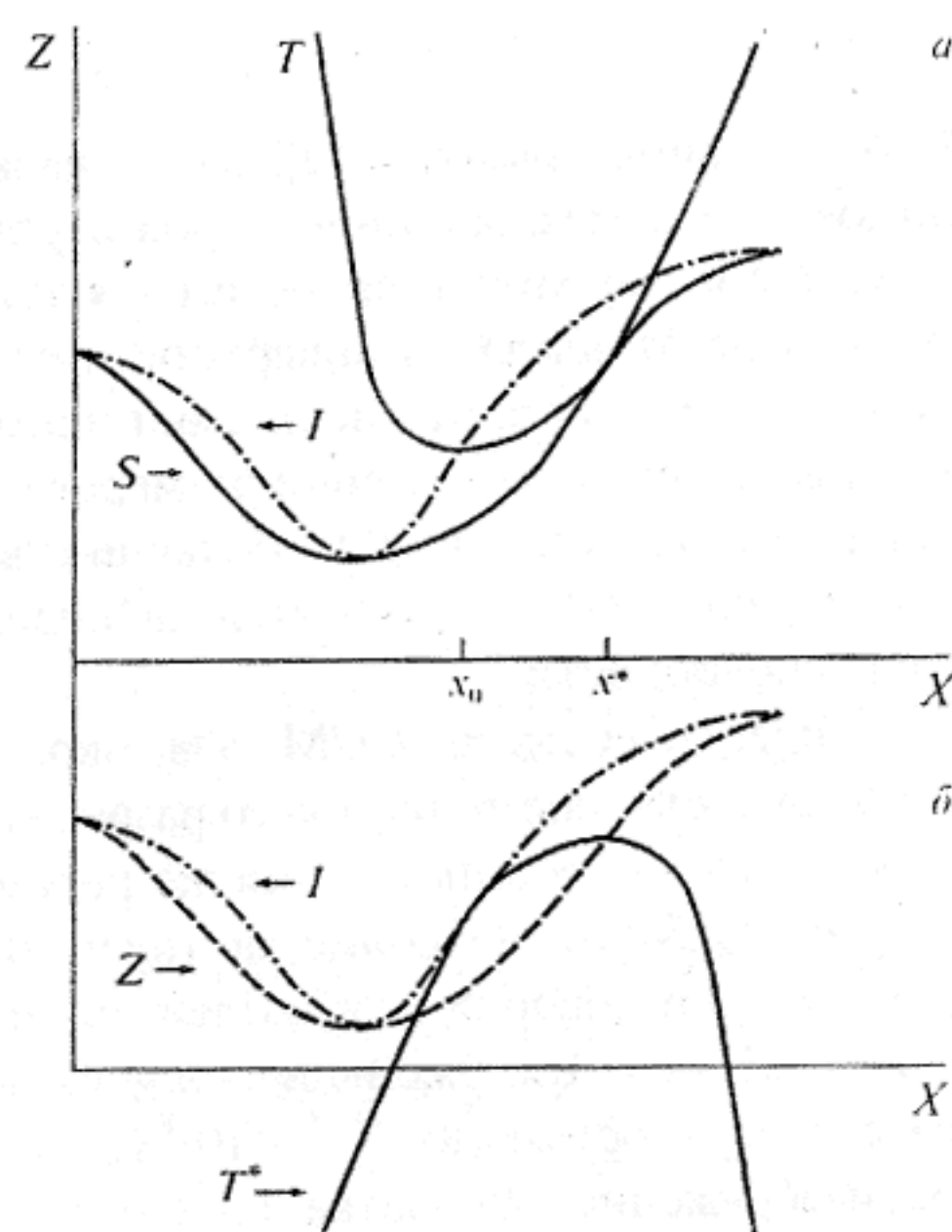
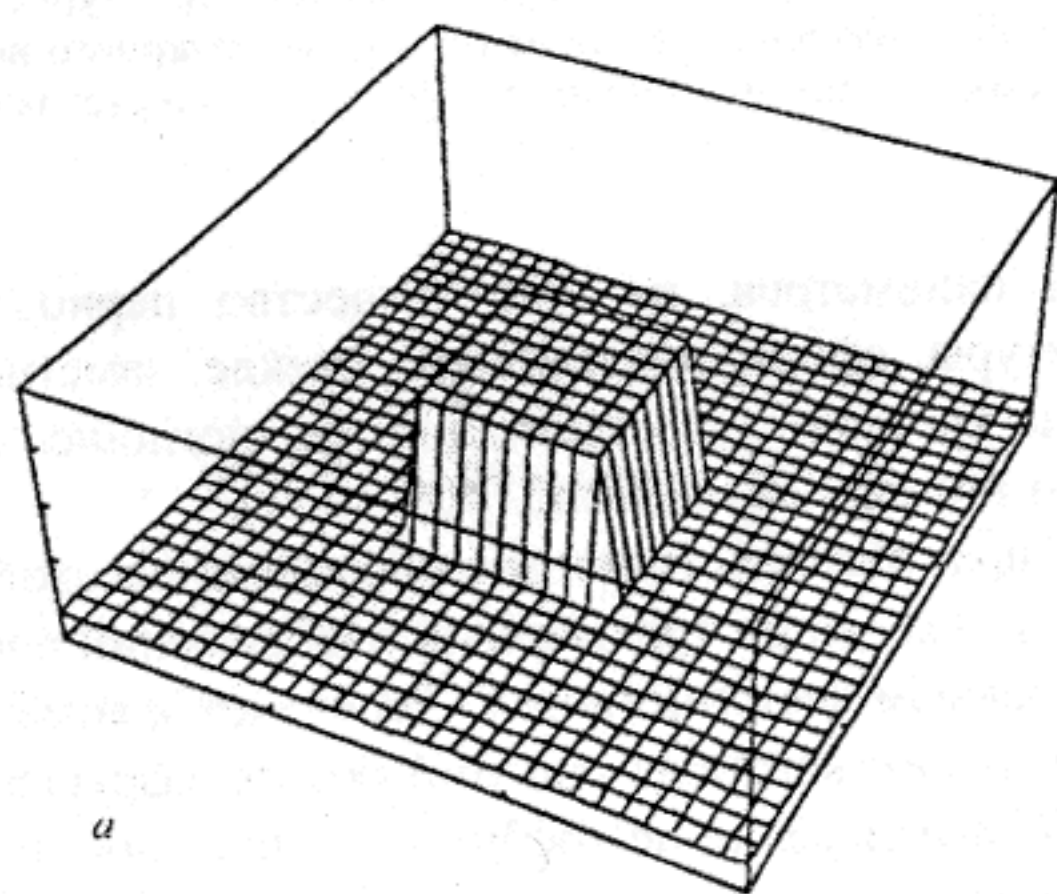
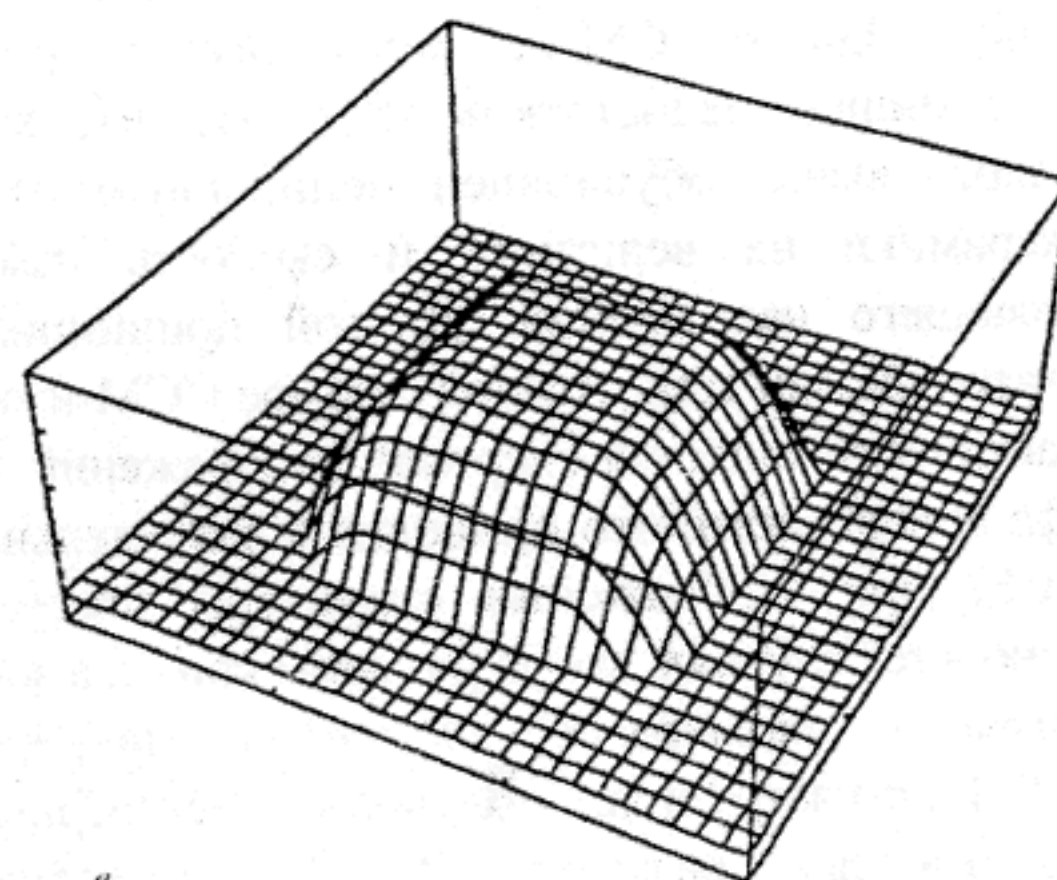


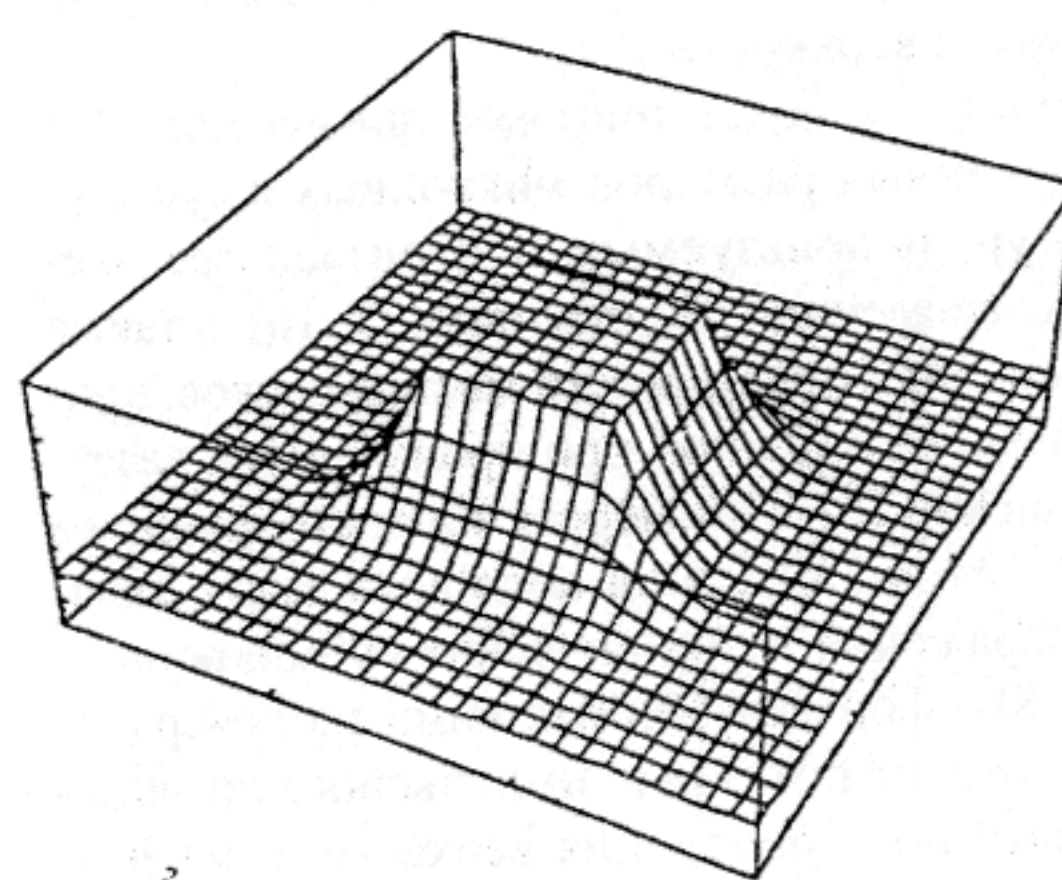
Рис. 10. Схемы получения ССМ-изображения иглой произвольной формы (а) и процедуры деконволюции (б): S — исходный профиль поверхности; T , T^* — профили иглы ССМ и инвертированной иглы; I — траектория иглы (ССМ-образ поверхности); Z — восстановленный с помощью деконволюции профиль поверхности



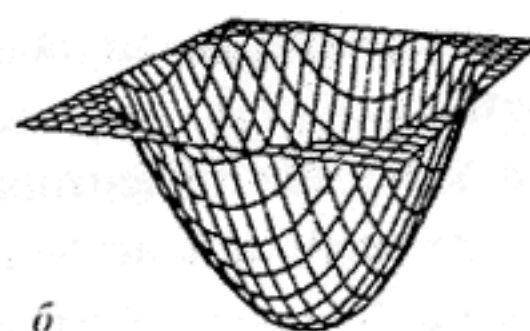
а



в



г



б

Рис. 11. Компьютерная имитация частичного восстановления изображения прямоугольного выступа путем деконволюции его ССМ-изображения: а — исходная поверхность; б — зонд ССМ; в — ССМ-изображение поверхности; г — восстановленное с помощью деконволюции изображение поверхности

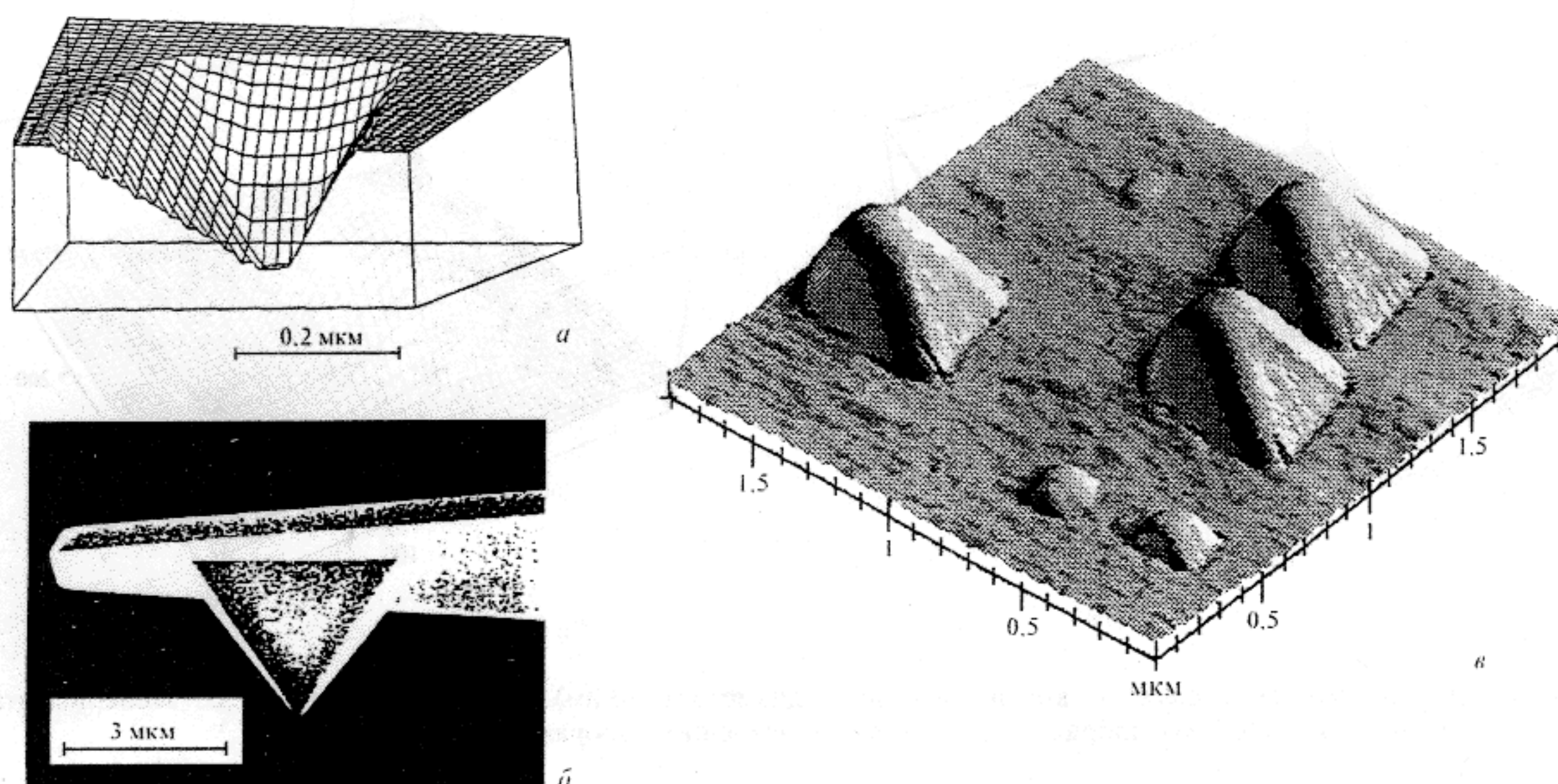


Рис. 12. Изображения иглы кантилевера, полученные путем деконволюции экспериментального ССМ-изображения сферических наночастиц: *а* — восстановленное методом деконволюции изображение кончика иглы; *б* — изображение кантилевера, полученное с помощью РЭМ; *в* — ССМ-изображение трех одинаковых частиц (размером 200 нм), используемых для реконструкции формы иглы

помощью которой из полученного экспериментального ССМ-изображения устраняются искажения, внесенные иглой, в результате чего оно максимально приближается к оригиналу [106, 107, 113 – 116].

Нами также в 1991 г. был предложен оригинальный алгоритм компьютерной деконволюции, позволяющий в значительной степени снизить подобные искажения, а в отдельных случаях полностью их устранить. Хотя первоначально этот метод был предназначен для корректировки СТМ-изображений, однако еще в большей степени он подходит для реконструкции изображений, полученных с помощью ССМ [1, 112]. Наиболее близкий к нашему алгоритм деконволюции был независимо предложен авторами работы [113]. Другие методы реконструкции поверхности [106, 107, 114 – 116], на наш взгляд, менее эффективны и требуют большего компьютерного времени для реконструкции поверхности.

Суть используемой нами процедуры численной деконволюции состоит в том, что на компьютере имитируется процесс получения ССМ-изображения, однако в отличие от обычной процедуры (рис. 10, *а*) при деконволюции уже полученное экспериментальное ССМ-изображение сканируется инвертированной иглой с обратной стороны так, как это представлено на схеме, приведенной на рис. 10, *б*. В результате кончик инвертированной иглы описывает траекторию (кривая Z), которая полностью совпадает с исходной поверхностью S при условии, что в процессе сканирования игла ССМ в каждый момент времени может соприкасаться только с одной точкой поверхности и, кроме того, при сканировании игла может коснуться любой точки поверхности. В остальных случаях, когда игла кантилевера при сканировании не может достигнуть некоторых участков поверхности, происходит лишь частичное восстановление поверхности (рис. 11). При этом, как показали наши

многочисленные эксперименты по компьютерному моделированию, чем относительно большего числа точек поверхности касался зонд при сканировании, тем с большей достоверностью происходит реконструкция поверхности при деконволюции.

Для восстановления изображения поверхности, очевидно, необходимо заранее знать форму и размеры иглы кантилевера ССМ. Обычно для этого используется РЭМ, однако решить эту проблему можно также с помощью ССМ, применяя тестовые образцы со специально созданными на их поверхности структурами известной формы и размеров [105, 108]. Нами для этого использовались сферические латексные шарики. Из рис. 12 хорошо видно, что ССМ-изображение латексных шариков (диаметром 200 нм) представляет собой свертку изображения сферы и пирамидальной иглы, использовавшейся в эксперименте. Для извлечения из этого ССМ-изображения формы иглы в компьютере также производится процедура деконволюции, однако в этом случае имитируется сканирование экспериментального изображения с обратной стороны изображением сферы, диаметр которой совпадает с высотой наблюдаемого на поверхности выступа. Полученное в результате такой процедуры изображение кончика иглы и ее параметры (угол при вершине пирамиды 72° и $R_t = 50$ нм) хорошо согласуются с данными, представленными фирмой "Park Scientific Instruments" — изготовителем используемого в эксперименте кантилевера (рис. 12, *а* и *б*).

Таким образом, перед началом исследования неизвестных структур, используя тестовые образцы, не снимая кантилевер с ССМ, можно получить информацию о размерах и форме иглы, а затем использовать ее для реконструкции ССМ-изображения исследуемых структур. В частности, на рис. 13 приведен пример восстановления изображения латексного шарика диаметром 90 нм.

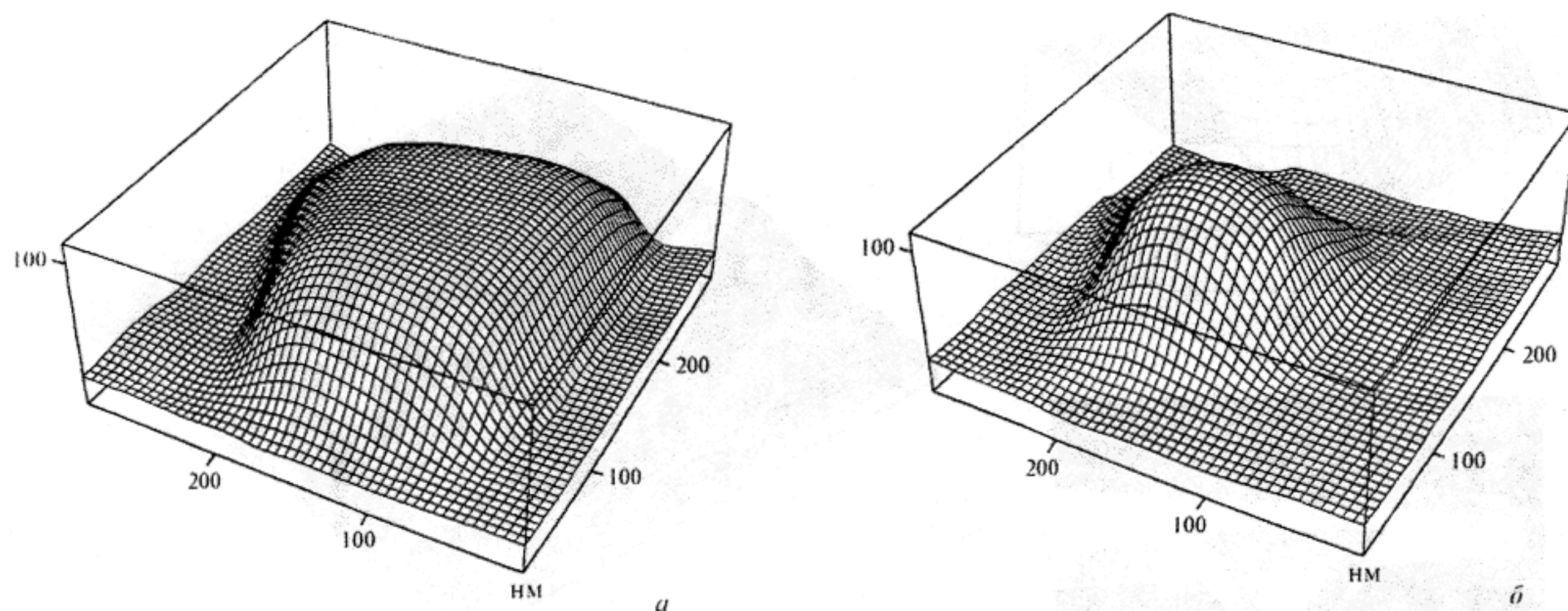


Рис. 13. Реконструкция изображения сферической наночастицы (диаметром 90 нм) путем деконволюции ее экспериментального ССМ-изображения: *a* — исходное ССМ-изображение; *б* — восстановленное изображение

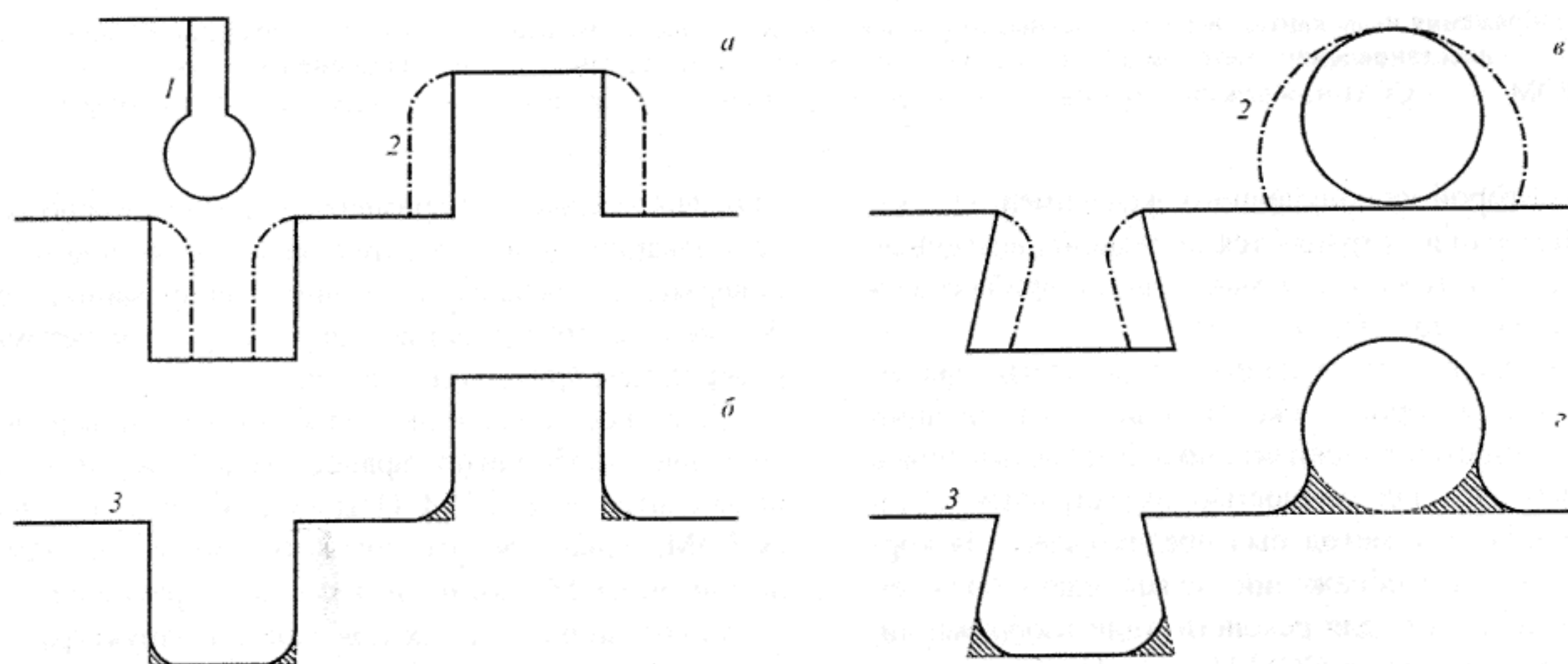


Рис. 14. Схема получения с помощью зонда-шарика ССМ-изображений прямоугольной рельефной структуры (*a*) и структур с отрицательным наклоном стенок (*б*). Компьютерная имитация восстановления их профилей методом деконволюции (*б, з*): 1 — зонд ССМ; 2 — ССМ-профиль поверхности (штрихпунктирная линия); 3 — восстановленный профиль (сплошная линия). Заштрихованы участки, где не произошло полного восстановления изображения

Видно, что после реконструкции его форма и, главное — размеры существенно ближе к оригиналу.

Проведенные нами многочисленные эксперименты по компьютерной имитации получения ССМ-изображений и восстановления изображения зондов ССМ и изучаемых структур показали, что эффективность такого метода деконволюции во многом зависит от формы кончика иглы ССМ. Для решения метрологических задач хорошим зондом ССМ может быть игла с нанометровым шариком на конце. Приведенные на рис. 14 примеры компьютерного восстановления изображения с помощью такого зонда подтверждает такое предположение. Из сравнения рис. 14 и рис. 9 видно, что хотя ССМ-профиль, полученный с помощью зонда-шарика, отличается от исходного намного больше, чем при использовании острой треугольной иглы, однако с помощью деконволюции можно получить восстановленный

профиль, значительно более близкий к оригиналу. При этом размеры L_2 и L_5 можно определить с такой же высокой точностью, как L_1 и L_4 , что в принципе невозможно сделать пирамидальным зондом.

Важно также, что с помощью зонда-шарика и процедуры деконволюции можно получить достоверные изображения структур с отрицательными наклонами стенок, что невозможно сделать даже самой острой треугольной иглой. Аналогом иглы с шариком на конце является реально используемая в ССМ тонкая игла, расширяющаяся книзу [9, 103]. При визуализации подобных структур в ССМ применяются более сложные алгоритмы перемещения зонда вдоль поверхности, в частности высокочастотная модуляция положения образца по нормали к поверхности и вдоль направления сканирования. Компьютерный контроль за изменением силы взаимодействия зонда

с поверхностью позволяет ССМ "почувствовать" участки с отрицательным наклоном и выбрать траекторию движения иглы зонда, предотвращающую повреждение зонда в таких местах [9, 103].

Приведенный выше анализ применения ССМ для изучения характеристик поверхности многих материалов показывает исключительную широту заложенных в этом приборе возможностей. Некоторые из методов ССМ-диагностики еще не нашли должного практического использования и находятся в стадии разработки, однако очевидно, что в ближайшем будущем они позволят получать данные, недоступные другим методам измерений. Принципиально важно, что регистрация различных характеристик поверхности происходит в нанометровом и атомарном масштабе измерений. Это не только обеспечивает рекордную разрешающую способность этого метода, но и является основой для дальнейшего более глубокого изучения и понимания многих практически важных процессов (трения, износа, эффектов смазки) на атомном и молекулярном уровне.

ССМ не лишен определенных недостатков, которые необходимо принимать во внимание при получении с его помощью различных характеристик поверхности, особенно количественных. Учет влияния внешних условий, в которых работает ССМ, использование тестовых образцов и методов компьютерной коррекции значительно повышают достоверность получаемых с его помощью результатов. В некоторых случаях, например при исследовании структур в широком масштабе увеличений, важно сочетание ССМ с оптическими и электронными методами визуализации поверхности.

В целом данный обзор позволяет говорить о перспективности использования ССМ для решения большого круга задач по диагностике различных свойств поверхности, в первую очередь в современных наукоемких технологиях, оперирующих в субмикронном и нанометровом масштабе измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бухараев А. А. / Заводская лаборатория. 1994. Т. 60. № 10. С. 15 – 25.
2. Binning G., Quate C. F., Gerber Ch. / Phys. Rev. Lett. 1986. V. 56. № 9. P. 930 – 933.
3. Gould S. A. C., Drake B., Prater C. B. et al. / Ultramicroscopy. 1990. V. 33. P. 93 – 98.
4. Heinzelmann H., Meyer E., Grutter P. et al. / J. Vac. Sci. and Technol. A. 1988. V. 6. № 2. P. 275 – 278.
5. Frommer J., Meyer E. / J. Phys.: Condens. Matter. 1991. V. 3. P. S1 – S9.
6. Sarid D., Elings V. / J. Vac. Technol. B. 1991. V. 9. № 2. P. 431 – 436.
7. Meyer E., Heinzelmann H. Scanning Force Microscopy (SFM): Scanning Tunneling Microscopy. II. / Eds. R. Weisendanger and H.-J. Guntherodt. — Berlin: Springer Verlag, 1992. P. 99 – 146.
8. Reihls K. / Thin Solid Films. 1995. V. 264. P. 135 – 140.
9. Vachet G., Young M. / Solid State Techn. 1995. V. 38. № 12. P. 57 – 62.
10. Griffith J. E., Grigg D. A. / J. Appl. Phys. 1993. V. 74. № 9. P. R83 – R109.
11. Park S.-I., Park S. How to Buy Scanning Probe Microscope / Booklet of the firm "Park Scientific Instruments" 1994. — 45 P.
12. Martin Y., Williams C. C., Wickramasinghe H. K. / J. Appl. Phys. 1987. V. 61. № 10. P. 4723 – 4729.
13. Grutter P., Mamin H. J., Rugar D. Magnetic Force Microscopy (MFM): Scanning Tunneling Microscopy. II. / Eds. R. Weisendanger and H.-J. Guntherodt. — Berlin: Springer Verlag, 1992. P. 153 – 207.
14. Albrecht T. R., Quate C. F. / J. Vac. Sci. Technol. A. 1988. V. 6. № 2. P. 271 – 274.
15. Akamine S., Barrett R. C., Quate C. F. / Appl. Phys. Lett. 1990. V. 57. № 3. P. 316 – 318.
16. Albrecht T. R., Akamine S., Carver T. E. et al. / J. Vac. Sci. Technol. A. 1990. V. 8. № 4. P. 3386 – 3396.
17. Dreier M., Anselmetti D., Richmond T. et al. / J. Appl. Phys. 1994. V. 76. № 9. P. 5095 – 5098.
18. Den Boef A. J. / Appl. Phys. Lett. 1990. V. 56. № 20. P. 2045 – 2047.
19. Grutter P., Rugar D., Mamin H. J. et al. / J. Appl. Phys. 1991. V. 69. № 8. P. 5883 – 5885.
20. Thomson R. E., Moreland J. / J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. V. 13. № 3. P. 1123 – 1125.
21. De Wolf P., Snauwaert J., Clarysse T. et al. / Appl. Phys. Lett. 1995. V. 66. № 12. P. 1530 – 1532.
22. Gaworzewski P., Roos B., Hoppner K. et al. / J. Appl. Phys. 1996. V. 79. № 1. P. 129 – 133.
23. Morita S., Sugawara Y., Fukano Y. / Jpn. J. Appl. Phys. 1993. V. 32. P. 2983 – 2988.
24. Neubauer G., Cohen S. R., McClelland G. M. et al. / Rev. Sci. Instrum. 1990. V. 61. № 9. P. 2296 – 2308.
25. Rugar D., Mamin H. J., Erlandsson R. et al. / Rev. Sci. Instrum. 1988. V. 59. № 11. P. 2337 – 2340.
26. Eng L. M., Jandt K. D., Descouts D. / Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. № 2. P. 390 – 393.
27. Vatel O., Tanimoto M. / J. Appl. Phys. 1995. V. 77. № 6. P. 2358 – 2362.
28. Miller G. L., Griffith J. E., Wagner E. et al. / Rev. Sci. Instrum. 1991. V. 62. № 3. P. 705 – 709.
29. Tortorese M., Barrett R. C., Quate C. F. / Appl. Phys. Lett. 1993. V. 62. № 8. P. 834 – 836.
30. Giessibl F. J., Trafas B. M. / Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. № 6. P. 1923 – 1929.
31. Erlandsson R., McClelland G. M., Mate C. M. et al. / J. Vac. Sci. Technol. A. 1988. V. 6. № 2. P. 266 – 270.
32. Rugar D., Mamin H. J., Guethner P. / Appl. Phys. Lett. 1989. V. 55. № 25. P. 2588 – 2590.
33. Nonnenmacher M., Vaez-Iravani M., Wickramasinghe H. K. / Rev. Sci. Instrum. 1992. V. 63. № 11. P. 5373 – 5376.
34. Fujisawa S., Ohta M., Konishi T. et al. / Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. № 3. P. 644 – 647.
35. Germann G. J., Cohen S. R., Neubauer G. / J. Appl. Phys. 1993. V. 73. № 1. P. 163 – 167.
36. Schonenberger C., Alvarado S. F. / Rev. Sci. Instrum. 1989. V. 60. № 10. P. 3131 – 3134.
37. Proksch R., Dan Dahlberg E. / Rev. Sci. Instrum. 1993. V. 64. № 4. P. 912 – 916.
38. Luthi R., Haefke H., Meyer K.-P., Meyer E. et al. / J. Appl. Phys. 1993. V. 74. № 12. P. 7461 – 7471.
39. Smith D. P. E. / Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. № 5. P. 3191 – 3195.
40. Hansma P. K., Cleveland J. P., Radmacher M. et al. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 13. P. 1738 – 1740.
41. Putman C. A. J., Van der Werf K. O., De Grooth B. C. et al. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 18. P. 2454 – 2456.
42. Barrett R. C., Quate C. F. / J. Vac. Sci. Technol. B. 1991. V. 9. № 2. P. 302 – 306.
43. Hues S. M., Draper F. C., Lee P. K., Colton R. J. / Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. № 5. P. 1561 – 1565.
44. Hartman U. Theory of Non-contact Force Microscopy: Scanning Tunneling Microscopy. III. / Eds. R. Weisendanger and H.-J. Guntherodt. — Berlin: Springer Verlag, 1993. P. 293 – 360.
45. Giles R., Cleveland J. P., Hansma P. K. et al. / Appl. Phys. Lett. 1993. V. 63. № 5. P. 617 – 618.

46. Xu L., Yao X., Zhang L. et al. / Phys. Rev. B. 1994. V. 49. № 4. P. 2875 – 2877.
47. Hutter J. L., Bechhoefer J. / J. Appl. Phys. 1993. V. 73. № 9. P. 4123 – 4129.
48. Бараш Ю. С. Силы Ван-дер-Ваальса. — М.: Наука, 1988. — 344 с.
49. Miyake S. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 65. № 8. P. 980 – 982.
50. Mate C. M., McClelland G. M., Erlandsson R. et al. / Phys. Rev. Lett. 1987. V. 59. № 17. P. 1942 – 1987.
51. Boef A. J. / Rev. Sci. Instrum. 1991. V. 62. № 1. № 88 – 92.
52. Shluger A. L., Rohl A. L., Gay D. H. et al. / J. Phys.: Condens. Matter. 1994. V. 6. P. 1825 – 1846.
53. Tomanek D. Theory of Atomic Force Friction: Scanning Tunneling Microscopy. III. / Eds. R. Weisendanger and H.-J. Guntherodt. — Berlin: Springer Verlag, 1993. P. 269 – 293.
54. Jiang Z. J., Lu C.-J., Bogy D. B. et al. / Thin Solid Films. 1995. V. 258. P. 75 – 81.
55. Ruan J.-A., Bhushan B. / J. Appl. Phys. 1994. V. 75. № 9. P. 5022 – 5035.
56. Overney R. M., Guntherodt H.-J., Hild S. / J. Appl. Phys. 1994. V. 75. № 3. P. 1401 – 1405.
57. Nakagawa T., Ogawa K., Kurumizawa T. et al. / Jpn. J. Appl. Phys. 1993. V. 32. P. L294 – L296.
58. McDermont M. T. Symposium "Scanning Probe Microscopies and Related Techniques for the Biological and Materials Sciences" / Abstracts — Scanning Microscopy International, Bethesda, USA — 1996. P. 3.
59. Shafai C., Thomson D. J., Simard-Normandin M. et al. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 3. P. 342 – 344.
60. De Wolf P., Clarysse T., Vandervorst W. et al. / J. Vac. Sci. Technol. B. 1996. V. 14. № 1. P. 380 – 384.
61. Martin Y., Abraham D. W., Wickramasinghe H. K. / Appl. Phys. Lett. 1988. V. 52. № 13. P. 1103 – 1105.
62. Williams C. C., Slinkman J., Hough W. P. et al. / Appl. Phys. Lett. 1989. V. 55. № 16. P. 1662 – 1664.
63. Huang Y. J., Slinkman J., Williams C. C. / Ultramicroscopy. 1992. V. 4. P. 298 – 303.
64. Henning A. K., Hochwitz T., Slinkman J. et al. / J. Appl. Phys. 1995. V. 77. № 5. P. 1888 – 1896.
65. Вудраф Д., Делчар Т. Современные методы исследования поверхности. — М.: Мир, 1989. — 568 с.
66. Зенгул Э. Физика поверхности. — М.: Мир, 1990. — 536 с.
67. Bridges G. E., Said R. A., Thomson D. J. / Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. № 11. P. 3378 – 3381.
68. Said R. A., Bridges G. E., Thomson D. J. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 11. P. 1442 – 1444.
69. Hudlet S., Jean M. S., Roulet B. et al. / J. Appl. Phys. 1995. V. 77. № 7. P. 3308 – 3314.
70. Батавин В. В., Концевой Ю. В., Федорович Ю. В. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур. — М.: Радио и связь, 1985. — 264 с.
71. Williams C. C., Hough W. P., Rishton S. A. / Appl. Phys. Lett. 1989. V. 55. № 2. P. 203 – 204.
72. Stern J. E., Terris B. D., Mamin H. J. et al. / Appl. Phys. Lett. 1998. V. 53. № 26. P. 2717 – 2719.
73. Terris B. D., Stern J. E., Rugar D. et al. / Phys. Rev. Lett. 1989. V. 63. № 24. P. 2669 – 2672.
74. Schonenberger C., Alvarado S. F. / Phys. Rev. Lett. 1990. V. 65. № 25. P. 3162 – 3164.
75. Domansky K., Leng Y., Williams C. C. et al. / Appl. Phys. Lett. 1993. V. 63. № 11. P. 1513 – 1515.
76. Володин А. П., Марчевский М. В., Хайкин М. С. / ПТЭ. 1991. № 2. С. 165 – 171.
77. Martin Y., Wickramasinghe H. K. / Appl. Phys. Lett. 1987. V. 50. № 20. P. 1455 – 1457.
78. Dahlberg E. D., Zhu J. G. / Physics Today. 1995. № 4. P. 34 – 40.
79. Браун У. Ф. Микромагнетизм. — М.: Наука, 1979. — 159 с.
80. Oti J. O. / IEEE Trans. Magn. 1993. V. 29. № 6. P. 2359 – 2364.
81. Hartman U. / Phys. Lett. A. 1989. V. 137. № 9. P. 475 – 478.
82. Schonenberger C., Alvarado S. F. / Z. Phys. B — Cond. Mat. 1990. V. 80. P. 373 – 383.
83. Wadas A., Grutter P. / Phys. Rev. B. 1989. V. 39. № 16. P. 12013 – 12017.
84. Rugar D., Mamin H. J., Guethner P. et al. / J. Appl. Phys. 1990. V. 68. № 1. P. 1169 – 1183.
85. Persch G., Strecker H. / Ultramicroscopy. 1992. V. 42 – 44. P. 1269 – 1274.
86. Gomez R. D., Mayergoyz I. D., Burke E. R. / IEEE Trans. Magn. 1995. V. 6. № 6. P. 3346 – 3348.
87. Kikukava A., Awano H., Hosaka S. / Appl. Phys. Lett. 1995. V. 67. № 10. P. 1480 – 1482.
88. Barnes J. R., O'Shea S. J., Welland M. E. et al. / J. Appl. Phys. 1994. V. 76. № 5. P. 2974 – 2980.
89. Proksch R., Foss S., Dahlberg E. D., Prinz G. / J. Appl. Phys. 1994. V. 75. № 10. P. 5776 – 5778.
90. Yan D. Y., Torre E. D. / J. Appl. Phys. 1989. V. 66. № 1. P. 320 – 327.
91. Бухараев А. А., Казаков А. В., Мананов Р. А., Хайбуллин И. Б. / ФТТ. 1991. Т. 33. № 4. P. 1018 – 1026.
92. Gangopadhyay S., Hadjipanayis G. C., Dale B. et al. / Phys. Rev. B. 1992. V. 45. № 17. P. 9778 – 9787.
93. New R. M., Pease R. F., White R. L. / J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. V. 13. № 3. P. 1089 – 1094.
94. Sidles J. A., Garbini J. L., Bruland K. J. et al. / Reviews of Modern Physics. 1995. V. 67. № 1. P. 249 – 265.
95. Zuger O., Rugar D. / J. Appl. Phys. 1994. V. 75. № 10. P. 6211 – 6216.
96. Zuger O., Hoen S. T., Yannoni C. S., Rugar D. / J. Appl. Phys. 1996. V. 75. № 4. P. 1881 – 1884.
97. Bhushan B., Knoinak N. V. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 13. P. 1653 – 1655.
98. Petzold M., Landgraf J., Futing M., Olaf J. M. / Thin Solid Films. 1995. V. 264. P. 153 – 158.
99. Persch G., Born Ch., Utesch B. / Appl. Phys. A. 1994. V. 59. P. 29 – 32.
100. Boschung E., Heuberg M., Dietler G. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 14. P. 1794 – 1796.
101. Grutter P., Zimmermann-Edling W., Brodbeck D. / Appl. Phys. Lett. 1992. V. 60. № 22. P. 2741 – 2743.
102. Westra K. L., Mitchell A. W., Thomson D. J. / J. Appl. Phys. 1993. V. 74. № 5. P. 3608 – 3610.
103. Martin Y., Wickramasinghe H. K. / Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. № 19. P. 2498 – 2500.
104. Griffith J. E., Marchman H. M., Miller G. L. et al. / J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. V. 13. № 3. P. 1100 – 1105.
105. Montelius L., Tegenfeldt J. O. / Appl. Phys. Lett. 1993. V. 62. № 21. P. 2628 – 2630.
106. Vesenska J., Miller R., Henderson E. / Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. № 7. P. 2249 – 2251.
107. Markiewicz P., Goh M. C. / Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. № 5. P. 3186 – 3190.
108. Atamny F., Baiker A. / Surface Science. 1995. V. 323. P. L314 – L318.
109. Bukharaev A. A., Janduganov V. M., Samarsky E. A. et al. / Appl. Surface Science. 1996. V. 103. № 1. P. 49 – 55.
110. Бухараев А. А., Лобков В. С., Яндуганов В. М. и др. / Оптика и спектроскопия. 1995. Т. 79. № 3. С. 417 – 425.
111. Бухараев А. А., Лобков В. С., Яндуганов В. М. и др. / Письма в ЖТФ. 1995. Т. 31. № 15. С. 72 – 76.
112. А. с. 4916118 СССР. Способ исследования поверхности твердого тела туннельным микроскопом / А. А. Бухараев, Ф. Ф. Губайдуллин, А. В. Назаров // Открытия. Изобретения. 1992. № 44. Патент № 1778820.
113. Keller D. J., Franke F. S. / Surface Science 1993. V. 294. P. 409 – 419.
114. Chicon R., Ortuno M., Abellan J. / Surface Science. 1987. V. 181. P. 107 – 111.
115. Reiss G., Scheider F., Vancea J. et al. / Appl. Phys. Lett. 1990. V. 57. № 9. P. 867 – 869.
116. Markiewicz P., Goh M. C. / Langmuir. 1994. V. 10. № 1. P. 5 – 7.