

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
имени М. В. ЛОМОНОСОВА  
ФАКУЛЬТЕТ НАУК О МАТЕРИАЛАХ

МЕТОДИЧЕСКАЯ РАЗРАБОТКА

# **АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ**

Д.М. Иткис, Д.М. Цымбаренко

Москва 2011

# Содержание

1. Глава 1. Теоретические основы сканирующей зондовой микроскопии	3
1. Устройство и принцип работы сканирующего зондового микроскопа	3
2. Атомно-силовая микроскопия	6
3. Другие виды микроскопии	7
2. Глава 2. Инструкция по эксплуатации	10
1. Основные характеристики микроскопа NTEGRA	10
2. Основные правила безопасности	11
3. Основные блоки конструкции микроскопа NTEGRA	11
4. Требования к образцам измерения и их подготовка	12
5. Подготовка микроскопа к измерениям	13
6. Проведение измерений	22
1. Контактные методы	22
2. Полуконтактные методы	24
3. Метод отображения сопротивления растекания	25
4. Метод микроскопии пьезоотклика	26
3. Глава 3. Результаты измерений	29
4. Список литературы	36
5. Приложения	
1. Первичные результаты измерений	Приложение А
2. Копия лабораторного журнала	Приложение Б

# Глава 1. Теоретические основы сканирующей зондовой микроскопии

## Устройство и принцип работы сканирующего зондового микроскопа

Сканирующий зондовый микроскоп — это прибор, в котором исследование топографии (микрорельефа) и локальных свойств поверхности производится путем сканирования специальным зондом. В основе СЗМ лежат различного рода взаимодействия зонда с поверхностью образца. Для реализации определенного варианта микроскопии выбирают соответствующий зонд, обеспечивающий доминирование одного из видов взаимодействий над множеством других. Как правило зонды представляют собой острую иглу. Взаимодействие острия с поверхностью формирует СЗМ сигнал, при этом геометрические размеры острия (радиус его кривизны, длина) и геометрические параметры взаимодействия определяют максимальное разрешение, достижимое в данных условиях.

Принципиальная схема устройства сканирующего зондового микроскопа приведена на рисунке.

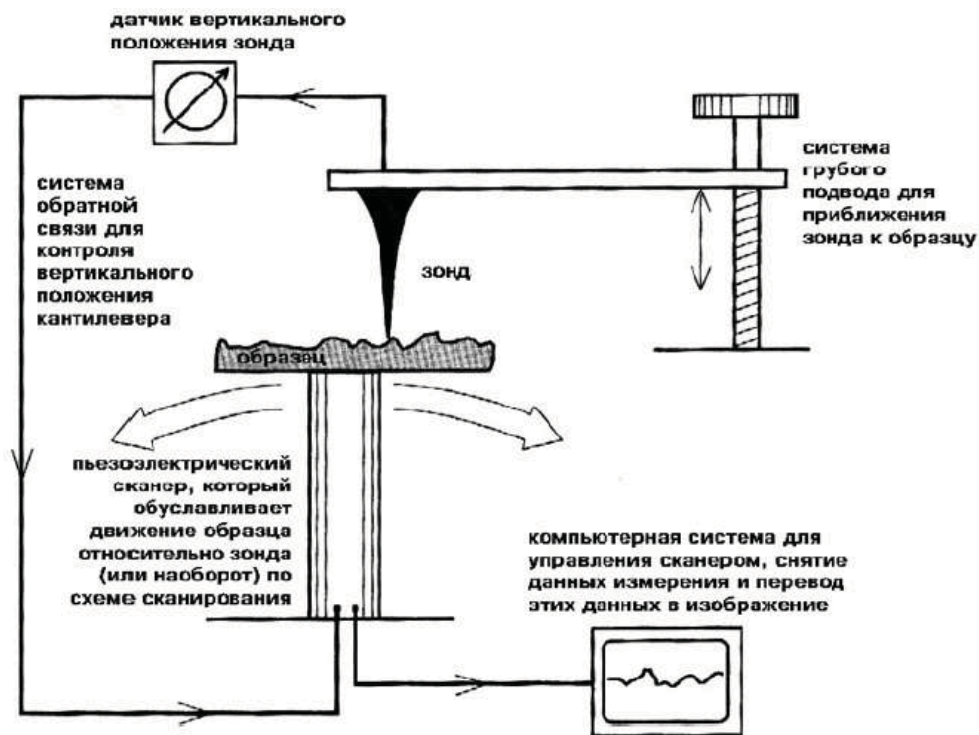
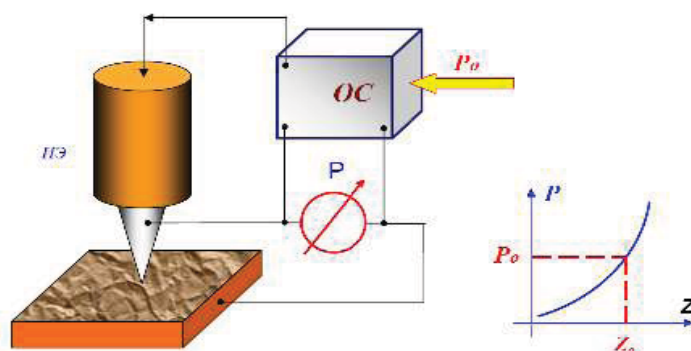


Рис.1.1. Схематическое изображение обобщенного варианта СЗМ

При сканировании образца зонд подводится к поверхности на расстояние  $0,1 - 10$  нм. При этом между кончиком иглы зонда и поверхностью образца возникает взаимодействие, которое регистрируется по изгибу/изменению колебаний кантилевера (в атомно-силовой микроскопии) или по величине туннельного тока (в сканирующей туннельной микроскопии). Если величина этого взаимодействия заметно зависит от расстояния между иглой и поверхностью, то регистрируемый сигнал может быть подан на петлю обратной связи, для реализации методов «постоянной силы» или непосредственно регистрироваться в качестве СЗМ сигнала для построения двумерных карт или спектров [1].

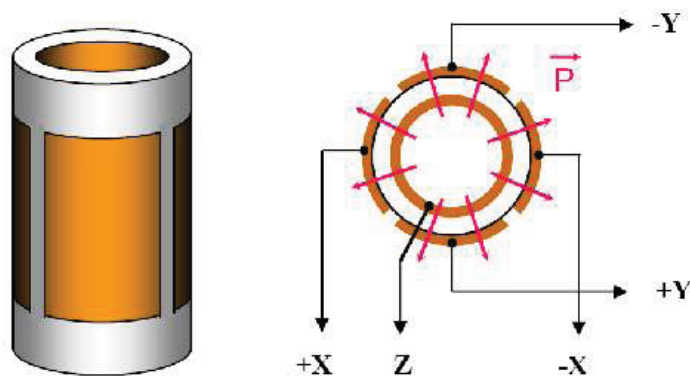
Рассмотрим общие принципы работы СЗМ. Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром  $P(z)$ . В заданной точке поверхности



**Рис.1.2.** Схема реализации петли обратной связи

величина этого параметра составляет  $P_0$ . При перемещении в соседнюю точку из-за изменения рельефа поверхности величина параметра взаимодействия изменяется до величины  $P_1$ , но параметр  $P(z)$  петель обратной связи поддерживается равным  $P_0$ , следовательно система обратной связи изменит  $z$ -координату зонда (расстояние игла-поверхность) на такую величину, чтобы  $P(z)=P_0$ . Из изменения  $z$ -координаты при сканировании получают информацию о рельефе поверхности. Таким образом можно поддерживать расстояние зонд-образец с высокой точностью. В существующих зондовых микроскопах точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины  $\sim 0.01$  Å.

В настоящее время существует два варианта сканирования: сканирование зондом и сканирование образцом. При сканировании зондом производится перемещение кантилевера с иглой над неподвижным образцом, при сканировании образцом — напротив — неподвижен кантилевер, а образец перемещается. Для прецизионного позиционирования образца или зонда используются пьезоэлектрические сканеры. Наибольшее распространение получили сканеры выполненные на одном трубчатом элементе (рис.1.3) [2].



**Рис.1.3.** Сканиер на трубчатом элементе

Такой сканер представляет собой полую трубку из радиально-поляризованной пьезоэлектрической керамики (например PZT). На внутреннюю и внешнюю поверхности нанесены проводящие электроды, причем на внешней поверхности электроды разделены на четыре сектора. Подавая напряжения на соответствующие электроды (обозначены на рисунке) можно осуществлять прецизионное перемещение зонда (или образца) в направлениях X, Y, Z. Причем в первом приближении величина перемещения пропорционально приложенному напряжению. Сканирование зондом или образцом производится путем его построчного перемещения (по оси X) с последующим переходом на следующую строку (по оси Y). Стоит, однако, учитывать, что в реальности деформация пьезокерамики является сложной функцией внешнего электрического поля, которая в случае малых полей может быть разложена в ряд:

$$u_{ij} = d_{ijk} E_k + \alpha_{ijkl} E_k E_l + \dots,$$

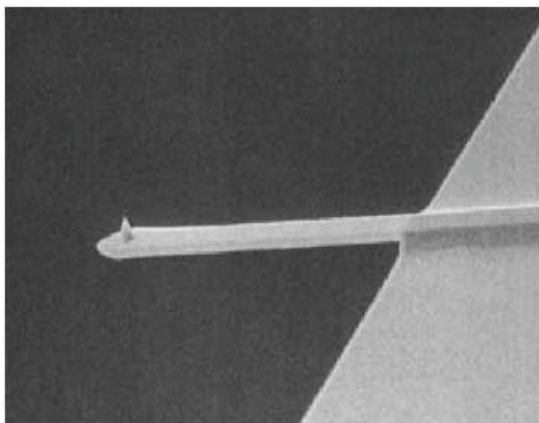
где  $d_{ijk}$  и  $\alpha_{ijkl}$  -линейные и квадратичные модули пьезоэлектрического эффекта. Другими недостатками пьезокерамики являются крип (состоит в запаздывании реакции на изменение электрического поля) и гистерезис (неоднозначность удлинения от величины электрического поля). Для устранения всех перечисленных аппаратных дефектов на пьезоэлектрическом сканере часто устанавливают независимые датчики перемещения. Применяются несколько разновидностей таких датчиков: оптические, емкостные и тезометрические. Эти датчики регистрируют реальное перемещение платформы. Управляющий блок микроскопа вычисляет разности между расчетным (ожидаемым) и реальным перемещениями по осям X и Y, которые выступают в качестве параметров петли обратной связи.

Теперь рассмотрим более подробно один из методов сканирующей зондовой микроскопии — атомно-силовую микроскопию.

## Атомно-силовая микроскопия

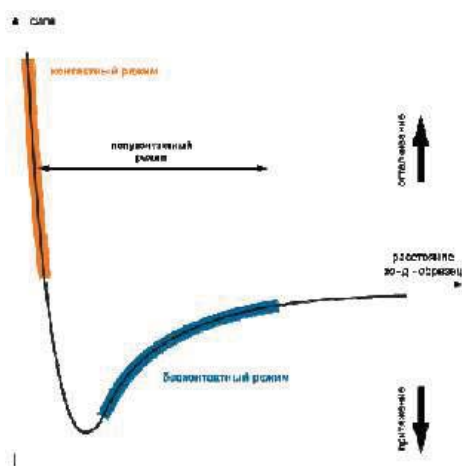
Методики атомно-силовой микроскопии (АСМ) позволяют исследовать поверхности практически любых образцов, в том числе, и не проводящих. Это выгодно отличает данный метод от различных вариантов электронной микроскопии и сканирующей туннельной микроскопии, где для выполнения обязательного условия проводимости поверхности часто приходится прибегать к напылению тонких слоев металла или углерода, что в значительной мере может приводить к деформации изучаемой поверхности. Кроме того, АСМ не требует вакуума и может исследовать образцы даже под слоем жидкости, что особенно важно для изучения биообъектов [3].

В АСМ зондирование поверхности образца производится при помощи кантилевера — упругой микроскопической балки (длинной 100-200 мкм), на свободном конце которой размещается игла (рис 1.4.).



*Рис.1.4. Фотография балки и иглы в электронном микроскопе*

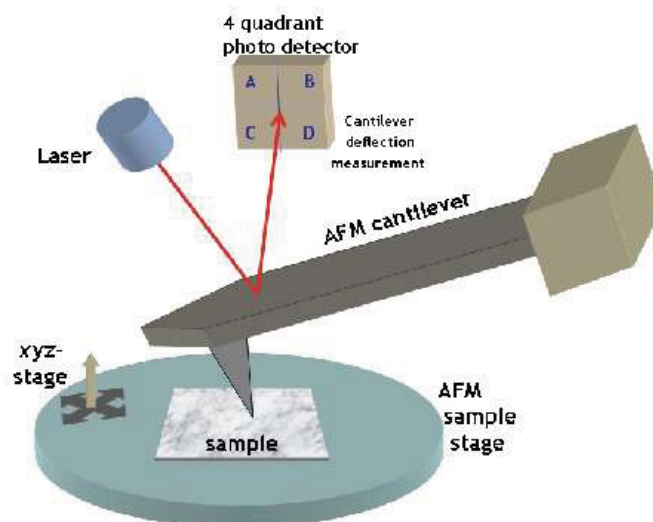
В методе АСМ существует несколько мод: контактная бесконтактная и полуконтактная (прерывистый контакт). Эти моды работают на разных участках кривой зависимости силы взаимодействия между иглой и поверхностью от расстояния (рис 1.5.)



*Рис.1.5. Зависимость взаимодействия игла-образец от расстояния*

В контактном режиме игла поддерживается на расстоянии нескольких ангстрем от поверхности образца, и сила, действующая между кантилевером и образцом, является силой отталкивания. В бесконтактном режиме кантилевер поддерживается на расстоянии порядка десятков или сотен ангстрем от поверхности образца и сила, действующая между кантилевером и образцом является силой притяжения (в основном, в результате дальних ван-дер-ваальсовых взаимодействий). Очень распространенной на сегодняшний день является полуконтактная АСМ (прерывистый контакт). В этом режиме возникают как силы притяжения, так и силы отталкивания между образцом и зондом, который колеблется вблизи поверхности. Силовое взаимодействие с поверхностью вызывает изгиб балки или изменение амплитуды ее колебаний.

Регистрацию положения балки наиболее часто производят с помощью оптической системы. Для этого, на обратную сторону кантилевера, имеющую, как правило, металлическое покрытие, наводят лазерный луч, отражение которого детектируют при помощи четырехсекционного светодиода (рис 1.6.).



*Рис.1.6. Оптическая система СЗМ микроскопа*

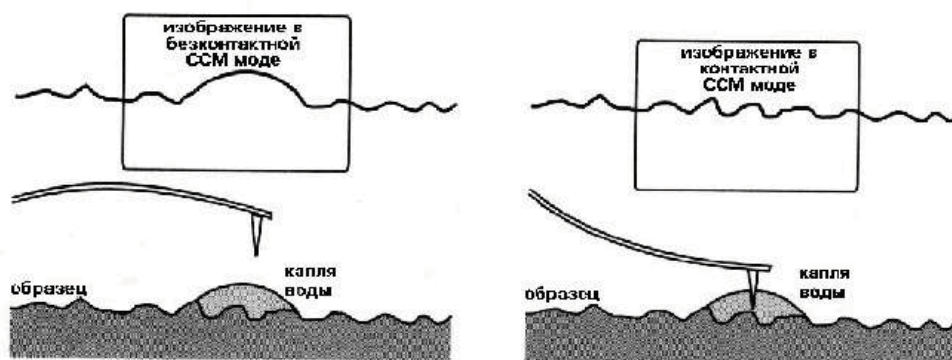
Такая схема позволяет регистрировать малые изменения в положении свободного конца кантилевера, причем использование четырехсекционного детектора позволяет разделить смещение по высоте Z (сигнал DFL) и в плоскости образца XY (сигнал LF).

В контактной моде зонд входит в мягкий “физический контакт” с образцом. Для измерений используются кантилеверы, имеющие низкую жесткость – ниже фактической константы силы, удерживающей атомы образца вместе. По мере того, как сканер плавно ведет иглу над образцом (или образец под иглой), контактная сила вызывает изгиб кантилевера в соответствии со своей топографией. Кроме отталкивающей силы обычно присутствуют и две другие силы: капиллярная сила, вызываемая тонким слоем воды, который практически всегда сорбируется из окружающей среды, и сила упругости

кантилевера.

В контактной АСМ применяют две методики: постоянной высоты (топографические данные извлекаются из измерения отклонения кантилевера) или постоянной силы (при этом отклонение кантилевера поддерживается постоянным за счет перемещения зонда или образца по оси Z, а топографические данные извлекаются из величины такого перемещения).

В бесконтактном режиме зонд поддерживается на расстоянии нескольких десятков-сотен ангстрем. Бесконтактная микроскопия позволяет исследовать мягкие образцы без разрушения их поверхности, которое иногда имеет место в контактной АСМ. Кроме того, бесконтактная мода может использоваться для исследования мономолекулярных сорбционных слоев. При сканировании таких образцов проявляются различия с контактной АСМ, которая проникает под слой сорбированной жидкости и отслеживает изменение рельефа жесткой подложки (рис.1.7).



*Рис.1.7. Различие контактной и бесконтактной моды сканирования [1]*

В полуконтактной моде конец кантилевера колеблется с частотой в несколько десятков-сотен килогерц и кончиком иглы постукивает по поверхности образца. Таким образом зонд «ощущает» отталкивающие силы лишь на доле периода своих колебаний, это приводит к тому, что амплитуда колебаний вблизи поверхности составляет единицы-десятки процентов от амплитуды колебаний свободного кантилевера (вдали от поверхности). В зависимости от этого режим съемки называют **жестким** или **мягким**.

Полуконтактная мода позволяет работать с более мягкими и легко разрушающимися материалами, такими как полимеры и биоматериалы и достигать при этом значительного разрешения. При изучении мягких образцов, конечно же, предпочтительно использовать гкий режим, задавая амплитуду около 90% от амплитуды колебаний кантилевера вдали от образца. Для построения топографической карты поверхности амплитуду колебаний кантилевера вблизи поверхности держат постоянной, подавая ее в качестве параметра в петлю обратной связи, управляющую расстоянием зонд-образец. Из данных о перемещении образца делаются выводы о рельефе поверхности, как это делается в случае контактной моды постоянной силы.



## ***Другие виды микроскопии***

Атомно-силовая микроскопия позволяет не только получать данные о рельефе поверхности, но и изучать ее локальные свойства. Существует целый ряд методик, использующих платформу атомносилового микроскопа для изучения механических, электрических и магнитных свойств поверхности на микро- и нано-уровнях. Как правило, такие дополнительные свойства изучают с помощью специальных кантилеверов — проводящих (для измерения электрических свойств) или магнитных (для исследования локальной магнитной структуры). Однако, кроме регистрируемого свойства часто требуется одновременно записывать и информацию о рельефе поверхности, для этого разработаны одно- и двухпроходные методики. Однопроходные методики основаны на временном разделении сигналов о рельефе поверхности и о ее локальном физическом свойстве. Двухпроходные методики в первом проходе строки позволяют получить информацию о рельефе поверхности, а во втором проходе следуя этому рельефу измерить локальное свойство [4].

*Микроскопия латеральных сил* (МЛС) – это метод, который вместе с топографической дает еще и информацию о локальных трибологических характеристиках – т.е. о трении в каждой точке исследуемой поверхности. Для этого в контактном режиме производятся измерения торсионного изгиба (скручивания) кантилевера, вызванного латеральными силами, действующими в плоскости образца, для построения контраста изображения. Именно для измерения торсионного изгиба кантилевера оптическая система микроскопа содержит четырехсекционный фотоприемник.

*Магнитная силовая микроскопия* (МСМ) позволяет создать изображение пространственного распределения магнитных полей на поверхности образца. В МСМ используются иглы, покрытые тонким ферромагнитным слоем. Система работает в полуконтактном или неконтактном режиме, определяя изменения в частоте или фазе колебаний кантилевера, вызванные зависимостью магнитного поля от расстояния между иглой и образцом. Существуют варианты количественной МСМ, позволяющей восстановить распределение намагниченности образца. Однако для такого восстановления требуется построение теоретических моделей и решение обратной задачи магнитостатики.

*Электростатическая силовая микроскопия* (ЭСМ) позволяет построить графическое изображение локально заряженных областей на поверхности образца. Для этого система подает напряжение между проводящей иглой и образцом, в то время как кантилевер перемещается над поверхностью, не касаясь ее. Как и МСМ, ЭСМ – это двухпроходная методика, позволяющая разделять топографию и контраст, основанный на заряде

поверхности. Более распространена бесконтактная ЭСМ, в которой при втором проходе кантилевер осциллирует и контраст строится на основании сдвига частоты или амплитуды колебаний.

*Сканирующая емкостная микроскопия (СЕМ)* создается графическое изображение пространственных изменений емкости. Как и в ЭСМ, в СЕМ между иглой и образцом на втором проходе включено напряжение. Кантилевер работает в неконтактном или полуконтактном режиме с постоянной высотой. Специальная схема используется для слежения за емкостью между иглой и образцом. Поскольку емкость зависит от диэлектрической проницаемости среды, находящейся между иглой и образцом, проведенные в режиме СЕМ исследования позволяют создать графическое изображение изменений в толщине диэлектрика на полупроводниковой подложке. Также СЭМ может использоваться, например, для графического изображения профилей распределения легирующих примесей в полупроводниках.

*Микроскопия пьезоотклика* – это направленная на изучение пьезоэлектриков контактная методика, в которой между образцом и проводящим зондом прилагается переменное напряжение смещения. В результате проявления обратного пьезоэффекта поляризованные домены на поверхности изучаемого образца начинают осциллировать, вызывая тем самым колебания кантилевера. Амплитуда этих колебаний и используется для формирования контраста. Для достижения лучших результатов частоту переменного напряжения, подаваемого на зонд, подбирают такой, чтобы амплитуда колебаний кантилевера была максимальной (фактически, подбирают резонансную частоту электромеханической системы «пьезоэлектрик – игла – кантилевер»).

Существует и спектроскопическая модификация микроскопии пьезоотклика. В ней делается развертка напряжения смещения и регистрируется электромеханический гистерезис.

## **Глава 2. Инструкция по эксплуатации прибора**

### ***Основные характеристики микроскопа NTEGRA***

Сканирующий зондовый микроскоп NTEGRA Aura производства компании NT-MDT (Зеленоград, Россия) представляет собой многопрофильную зондовую нанолaborаторию. Основные технические характеристики прибора в базовой комплектации приведены в таблице 1.

**Таблица 1.** Основные технические характеристики микроскопа NTEGRA [5]

Параметр	Значение
Чувствительность синхронного детектора по фазе	0.01 градуса в полосе 1 кГц
Чувствительность фазового детектора	0.04 градуса
Напряжение для управления сканером по XYZ	<b>-150В – +150В</b>
Шум RMS по XY в полосе 1000 Гц	0.4 ppm RMS (0.2 mV RMS)
Шум RMS по Z в полосе 1000 Гц	0.4 ppm RMS (0.2 mV RMS)
Диапазон установок частоты генератора	DC – 5 МГц
Полоса пропускания канала регистрации Deflection	1 кГц – 5 МГц
Полоса пропускания канала регистрации Lateral Force	1 кГц – 5 МГц
Возможность подавать модуляцию	на зонд (внешний выход), высоковольтные каналы X,Y, Z, Bias Voltage, внешний выход (2)
Вертикальные шумы при сканировании образцом	0.03 нм RMS
Горизонтальные шумы при сканировании образцом	0.2 нм RMS
Ошибка определения линейных размеров при сканировании образцом	±0.5%
Ошибка определения линейных размеров при сканировании зондом	±1.2%
Максимальный размер области сканирования иглой	100x100x10 мкм
Максимальный размер области сканирования образцом	50x50x5 мкм
Максимальный размер области двойного сканирования	150x150x15 мкм

### **Основные правила безопасности**

Сканирующий зондовый микроскоп NTEGRA использует высокое напряжение. Следует соблюдать правила безопасной работы с высоковольтными электроприборами.

Следует не допускать попадание жидкостей во внутренние части прибора.

Соединение электрических разъемов следует производить только при полностью отключенном питании прибора.

Оптическая система микроскопа использует лазерное излучение. Следует не допускать попадания лазерного луча в органы зрения.

### **Основные блоки конструкции микроскопа NTEGRA**

Сканирующий зондовый микроскоп NTEGRA состоит из следующих основных блоков:

- базовый блок
- набор измерительных головок
- сменные элементы: сканеры, держатели образца, температурные столики и т.п
- магнит
- система видеонаблюдения
- система виброизоляции
- защитный колпак



**Рис.2.1.** Основные блоки и системы NTEGRA: 1 – базовый блок; 2 – измерительная головка; 3 – система виброизоляции; 4 – система видеонаблюдения

Управление, контроль и сбор результатов измерений производится рядом электронных контроллеров, подключенных к персональному компьютеру. В их число входят:

- основной контроллер для проведения измерений;
- термоконтроллер;
- контроллер магнита.

Для работы с прибором на компьютере установлено специальное программное обеспечение Nova, которое осуществляет связь со всеми контроллерами, позволяет выбирать режимы работы прибора, производить измерения, визуализировать и сохранять результаты.

### **Требования к образцам измерения и их подготовка**

К образцам исследуемых методами сканирующей зондовой микроскопии предъявляется ряд общих требований, которые состоят в небольших геометрических размерах ( $< 100$  мм в плоскости и  $< 15$  мм по высоте) и массы (до 300 г) образца, достаточной гладкости (в пределах исследуемой области шероховатость не должна превышать 10 мкм) и возможности

жесткого закрепления горизонтальности исследуемой поверхности.

Эти общие требования дополняются требованиями конкретного режима измерения.

Для исследования методами контактной атомно-силовой микроскопии шероховатость образцов должна быть ниже: не более 100 нм (при исследовании методом постоянной силы) и не более 1-2 нм (при исследовании методом постоянной силы).

Для исследования методами сканирующей емкостной микроскопией и методом отображения сопротивления растекания образцы должны располагаться на хорошо проводящих подложках либо на проводящем подслое. Для исследования кривых пьезоэлектрического гистерезиса и выполнения пьезоэлектрической литографии также требуется наличие проводящего подслоя. Кроме того, поскольку вышеназванные методы осуществляют сканирование в контактном режиме на них распространяются требования гладкости контактных методов.

Для начала измерения образец следует надежно закрепить на держателе образца микроскопа с помощью механических прижимов, магнитного фиксатора либо при помощи двустороннего скотча (в этом случае нужно обеспечить релаксацию скотча в течение нескольких суток). В случае, если методика измерения требует осуществление электрического контакта с образцом, нужно обеспечить соответствующий электрических контакт.

## ***Подготовка микроскопа к измерениям***

Подготовку прибора к работе с использованием методов АСМ в общем случае можно разделить на следующие основные операции [5]:

Шаг 1 Электромеханическое конфигурирование

Шаг 2 Включение прибора

Шаг 3 Подготовка сканера к работе

Шаг 4 Выбор и установка кантилевера с зондом

Шаг 5 Настройка системы детектирования

После выполнения этих шагов, общих для всех АСМ методов, необходимо проделать операции, специфичные для конкретного АСМ метода (в т.ч. установка образца, подвод зонда к образцу, выбор параметров сканирования)

Ниже будут последовательно рассмотрены все общие шаги, а потом описаны операции для реализации различных АСМ методов.

Электромеханическое конфигурирование заключается в подключении нужных для данного измерения блоков микроскопа к базовому блоку и контролерам. В первую очередь такое конфигурирование касается установки сканера и измерительной головки. В микроскопе

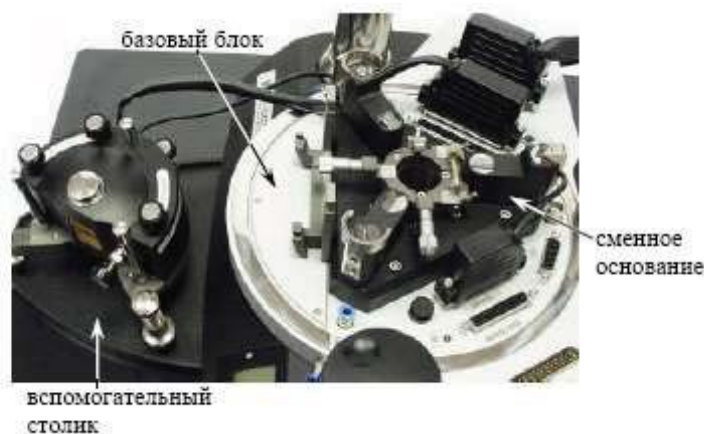
NTEGRA возможно осуществлять три типа сканирования: сканирование образцом (образец помещается на сканере, а зонд неподвижен), сканирование зондом (зонд установлен на сканере и движется над неподвижным образцом) и двойное сканирование (и зонд и образец расположены на сканерах и перемещаются в ходе сканирования).

Сканирование зондом является конфигурацией “по умолчанию” и не требует дополнительного конфигурирования. Кроме того, в сканер зонда встроены емкостные датчики перемещений, позволяющие проводить аппаратную коррекцию искажений, вызываемых неидеальностью сканера.

Для установки сканера и измерительной головки требуется:

установить сканер в позиционер механизма подвода, измерительную головку разместить на вспомогательном столике

подключить кабель измерительной головки к гнезду HEAD базового блока, а кабель от сканера — к гнезду SCAN+SENSOR.



**Рис.2.2.** Установка сканера и измерительной головки

Для сканирования при повышенных температурах (до 150°C) требуется установить термостол. Кабель термостолика следует подключить к разъему Т базового блока.



**Рис.2.3.** Установка термостолика

Перед включением электронных блоков микроскопа обязательно требуется включить

управляющий компьютер и запустить программное обеспечение Nova. После этого можно включить питание основного контролера. Если включение прошло успешно, то на экране монитора в левом нижнем углу появится зеленая «галочка».

Если планируется проводить сканирование образца при повышенной температуре, то необходимо включить термоконтроллер. Если планируется использовать внешнее магнитное поле, нужно включить питание контроллера магнита.

**ВНИМАНИЕ! При использовании магнита необходимо включить водяное охлаждение магнита, открыв водопроводный кран, к которому подключен магнит. Использование магнита без охлаждения неминуемо приведет к выходу магнита из строя.**

После включения необходимых контроллеров, включите систему виброизоляции и осветитель оптической системы.

Далее требуется подготовить программу к работе, для этого нужно загрузить файл с параметрами сканера, в котором содержатся калибровочные коэффициенты текущего сканера. Для этого нужно:

1. Нажать кнопку **Settings** в верхней строке.
2. В открывшемся меню выбрать **Calibrations**, затем **Load Calibrations**
3. В результате нажатия **Load Calibrations** откроется меню со списком PAR файлов, содержащихся в папке PARFiles. Названия файлов соответствуют определенным сканерам.
4. В открывшемся списке PAR файлов выбрать необходимый файл.

Прибор будет работать с данными параметрами до тех пор, пока вы не выйдете из программы.

Как уже было отмечено выше, в конфигурации «Сканирование зондом» используется встроенный в измерительную головку сканер, оснащенный емкостными датчиками. Включение датчиков производится нажатием кнопки Closed Loop.

При работе системы с включенными датчиками NTEGRA определяет фактическое положение сканера при помощи внешних датчиков. Система обратной связи подает на сканер напряжение, необходимое для его подвода к требуемой позиции. Таким образом, возможно линейное перемещение сканера. В связи с тем, что осуществляется измерение фактического положения сканера, система обеспечивает компенсацию собственной нелинейности сканера, гистерезиса, крипа, старения и перекрестных помех. Они могут снизить общую нелинейность системы до менее чем 1%. Кроме того, использование датчиков дает



возможность фокусироваться на интересующем вас элементе изображения, избегая при этом неприятностей, связанных с крипом.

#### *Выбор и установка кантилевера с зондом*

Свойства, которыми должен обладать кантилевер определяются режимом получения изображения и свойствами образца. Для контактного режима предпочтительнее использование мягких кантилеверов, так как они отклонения не деформируют поверхность образца. В неконтактном режиме жесткие кантилеверы с высоким значением резонансной частоты дают оптимальные результаты.

Для установки зондового датчика или его замены выполните следующие операции:

1. Возьмите сканирующую измерительную головку, переверните ее и поставьте в перевернутом положении на вспомогательном столике (вспомогательной платформе);
2. Поднимите прижимную пружину держателя зондового датчика. Для этого поверните вниз поворотный рычажок в открытое состояние при помощи пинцета. Рычажок имеет трапецевидную форму и расположен сбоку на корпусе держателя зонда;



*Рис.2.4. Установка кантилевера*

**ВНИМАНИЕ!** Следует приподнимать прижимную пружину только поворотом рычажка. Не отгибайте ее пинцетом или рукой, это может привести к необратимой деформации.

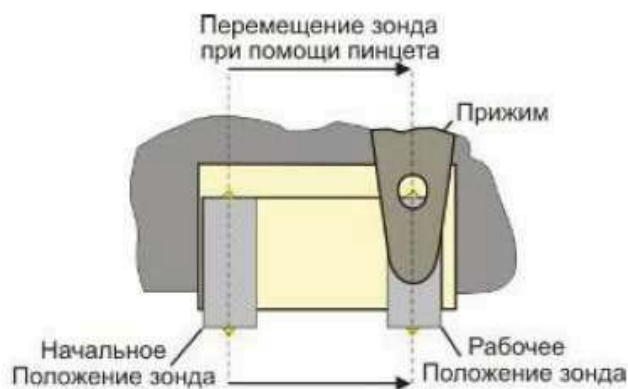
**ВНИМАНИЕ!** Держатель зонда крепится на сканере и слишком большие усилия, прилагаемые к держателю, способны вызвать повреждение сканера.

3. Возьмите зондовый датчик из коробочки пинцетом. Не переворачивайте чип, т.к. в коробочке чипы лежат остриями зондов вверх.
4. Перенесите зондовый датчик на полочку держателя и поместите его слева от рабочего места. Рабочее место находится в углу полочки под прижимом



держателя;

5. Передвиньте зондовый датчик на рабочее место пинцетом, как это схематически показано на рисунке;
6. После установки зондового датчика на рабочее место опустите прижимную пружину держателя для его фиксации. Для этого при помощи пинцета поверните рычажок в фиксирующее положение.



**Рис.2.5.** Фиксирование кантилевера

#### *Настройка системы детектирования*

Включение и выключение лазера производится при помощи кнопки Laser, расположенной справа в строке основных параметров. При загрузке программы, по умолчанию кнопка Laser находится во включенном состоянии. Для последующей настройки оптической системы откройте Окно настройки оптической системы посредством нажатия кнопки Aiming в строке операций.

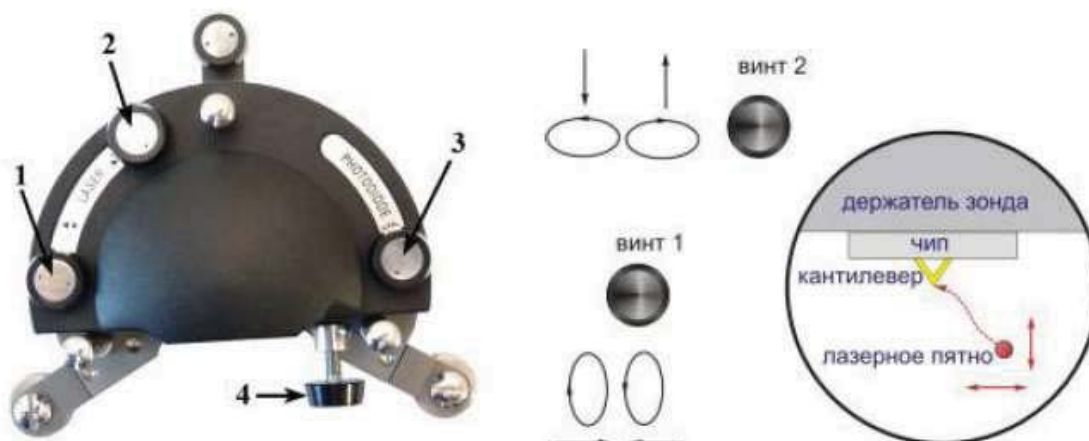
Окно настройки оптической системы состоит из расположенного слева индикатора положения лазерного пятна относительно секций фотодиода и таблицы, в которой отображаются текущие значения сигналов фотодиода.

Отображаемые сигналы соответствуют:

- DFL — разностному сигналу между верхней и нижней половинами фотодиода;
- LF — разностному сигналу между левой и правой половинами фотодиода;
- Laser — суммарному сигналу, поступающему со всех четырех секций фотодиода, и соответственно пропорциональному интенсивности лазерного излучения, отраженного от кантилевера.

Лазерный луч фокусируется в некоторой точке, находящейся в той же плоскости, в которой расположен кантилевер. Лазерный луч можно передвигать относительно кантилевера в горизонтальной плоскости при помощи винтов позиционирования лазера.

Задача настройки состоит в том, чтобы в результате перемещения лазерного луча при помощи винтов навести лазерное пятно на кончик кантилевера, как это схематически показано на рисунке.



**Рис.2.6.** Наведение лазера на свободный конец кантилевера

В измерительной головке имеется специальное зеркало для визуального наблюдения кантилевера и исследуемого образца. Зеркало закреплено на основании измерительной головки рядом с держателем зонда. Наблюдение производится через отверстие в цилиндрическом наконечнике сканера в направлении оси, образующей угол около 30 градусов с горизонтальной плоскостью (плоскостью образца).



**Рис.2.7.** Система зеркал для визуального наблюдения кантилевера и образца

При наведении лазерного луча предлагается придерживаться следующей последовательности действий:

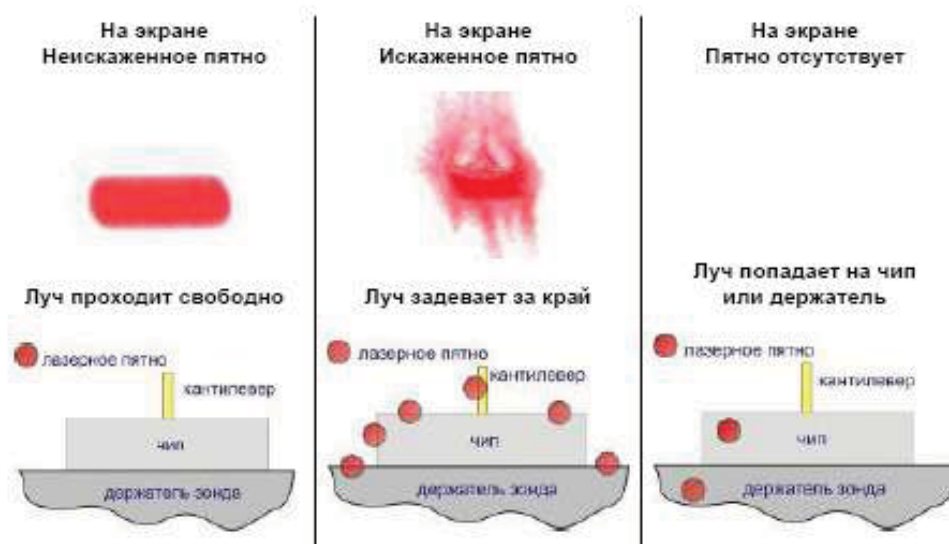
Во-первых, попытайтесь определить, где находится лазерное пятно. Воспользуйтесь наблюдением изображения прошедшего лазерного луча на экране. Для этого возьмите измерительную головку и приподнимите ее примерно на 10-15 см над листом бумаги, используя его в качестве экрана.



**Рис.2.8.** Лазерное пятно на экране

Возможны три случая:

- Наблюдается неискаженное изображение лазерного пятна на экране. Это означает, что лазерный луч не задевает ни кантилевер, ни чип зондового датчика
- Наблюдается искаженное изображение пятна. Это означает, что луч либо частично задевает какой-нибудь элемент конструкции, либо кантилевер. Следует заметить, что вид искажений может быть самым различным
- На экране не наблюдается изображение пятна. Это означает, что луч попадает на чип кантилевера или держатель зондового датчика и не проходит через головку.

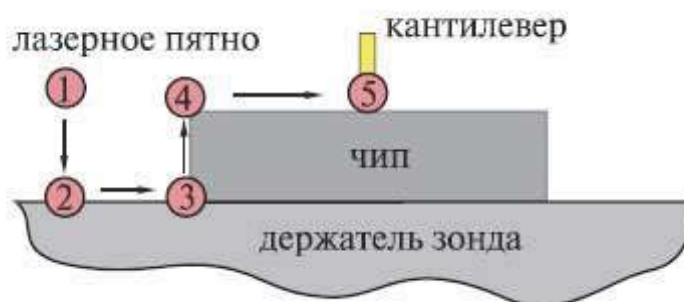


**Рис.2.9.** Определение положения лазера по изображению пятна на экране

Кроме того, конструкция измерительной головки позволяет визуально наблюдать кантилевер и прилегающие к нему элементы конструкции. Таким образом, можно определить, где примерно находится лазерный луч. Для наведения лазерного луча на кантилевер выполните следующие действия:

Вращением винта 2 добейтесь появления неискаженного лазерного пятна. В общем

случае лазерное пятно окажется в положении 1 (Рис.2.10).



**Рис.2.10.** Путь подвода лазера к кантилеверу

Вращая винт 2, перемещайте луч перпендикулярно переднему краю чипа до тех пор, пока лазерное пятно не исказится.

Вращая винт 1, перемещайте луч параллельно переднему краю чипа.

Возможны два варианта:

- Лазерное пятно движется по краю держателя: в этом случае при попадании на чип оно пропадет
- Лазерное пятно движется по краю чипа: в этом случае при попадании на кантилевер возникнет интерференционная картина. Лазерный луч находится у основания кантилевера. Переместите его по направлению к кончику кантилевера.



**Рис.2.11.** Интерференционные картины, возникающие при наведении лазера на конец кантилевера

При исчезновении пятна вращайте винт 2, перемещая лазерный луч к торцу чипа до тех пор, пока не появится лазерное пятно. Теперь лазерный луч находится на краю чипа.

Вращая винт 1, перемещайте луч по переднему краю чипа до появления интерференционной картины. Лазерный луч находится у основания кантилевера.

Переместите лазерный луч по направлению к кончику кантилевера, вращая винты 1, 2.

Обычно, как только удалось навести луч лазера на кантилевер, на индикаторе фотодиода появляются некоторые отличные от нуля показания. После наведения лазерного

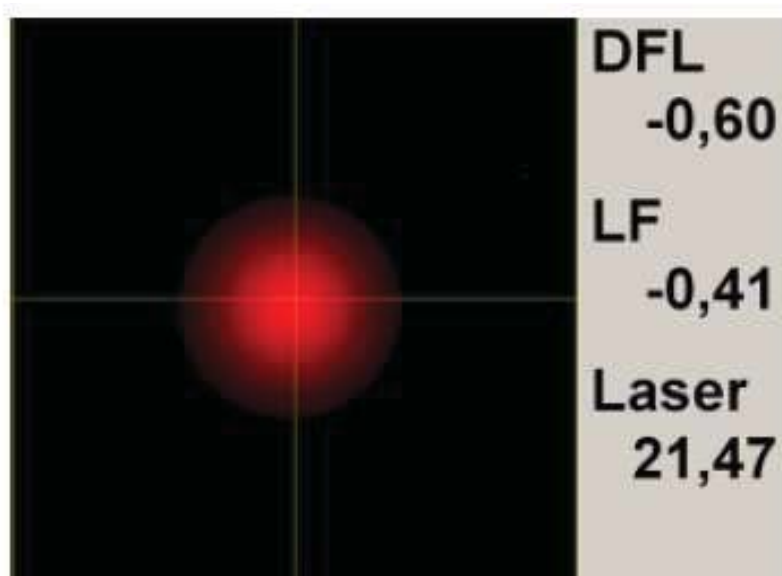
луча на кантилевер следует выполнить более точное наведение лазерного луча на кончик кантилевера по величине суммарного сигнала фотодиода:

1. Используя винты позиционирования лазера 1 и 2, чуть-чуть перемещая луч относительно кантилевера, настройтесь на максимальное значение суммарного сигнала фотодиода (Laser). Значение сигнала Laser должно находиться в диапазоне 20-50 нА.

2. Проверьте, что лазерный луч действительно попадает на кантилевер. Характерным признаком того, что лазерный луч попадает на кантилевер является то, что при вращении винта 1, а также винта 2 сначала в одну сторону, затем в другую значение сигнала Laser уменьшается.

При настройке необходимо так установить фотодиод относительно лазерного луча, чтобы последний, отражаясь от кантилевера, попадал в центральную часть фотодиода, одинаково освещая все четыре сегмента фотодиода; Перемещение фотодиода осуществляется при помощи двух винтов позиционирования фотодиода 3 и 4, расположенных на измерительной головке. При этом винт 4 соответствует Y перемещениям фотодиода (продольно оси кантилевера), а винта 3 – X перемещениям фотодиода (поперек оси кантилевера);

Используя винты 3 и 4, необходимо световое пятно на индикаторе фотодиода вывести в центр. При этом значения сигналов DFL и LF должны быть выведены в нуль, величина суммарного сигнала Laser должна оставаться достаточно большой;



**Рис.2.12.** Окно *Aiming* для подвода лазера в центр фотоприемника

Если какой-либо из этих сигналов при вращении соответствующего винта уменьшается до нуля, и при этом значение Laser также уменьшается, то необходимо этот винт вращать в противоположном направлении, при этом сигнал сначала будет увеличиваться, а затем снова

уменьшится до нуля, сигнал Laser увеличится до прежнего значения, и далее останется на этом же уровне.

Подготовка и установка образца – важный этап в проведении АСМ измерений. В зависимости от метода, образец следует готовить и крепить по-разному.

Наиболее просто подготовить образец, если нет необходимости использования внешнего магнитного поля и не планируется проведение визуализация электрофизических свойств. В этом случае образец может быть приклеен тонким двухсторонним скотчем к одной из стандартных подложек, которые могут быть закреплены в держателе. Для проведения измерений с субнанометровым вертикальным разрешением рекомендуется подождать несколько часов после приклеивания образца, чтобы скотч перестал «ползти». Как правило необходимости в такой точности нет, и можно преступать к подводу зонда и сканированию немедленно.

Если необходима визуализация электрофизических свойств образца, то требуется обеспечить электрический контакт образца с гнездом BV базового блока.

## ***Проведение измерений***

### **Контактные методы**

В данном разделе рассмотрены процедуры для проведения контактных измерений методами постоянной высоты, постоянной силы, микроскопии латеральных сил, модуляционной силовой микроскопии. Предполагается, что прибор подготовлен к работе, образец установлен.

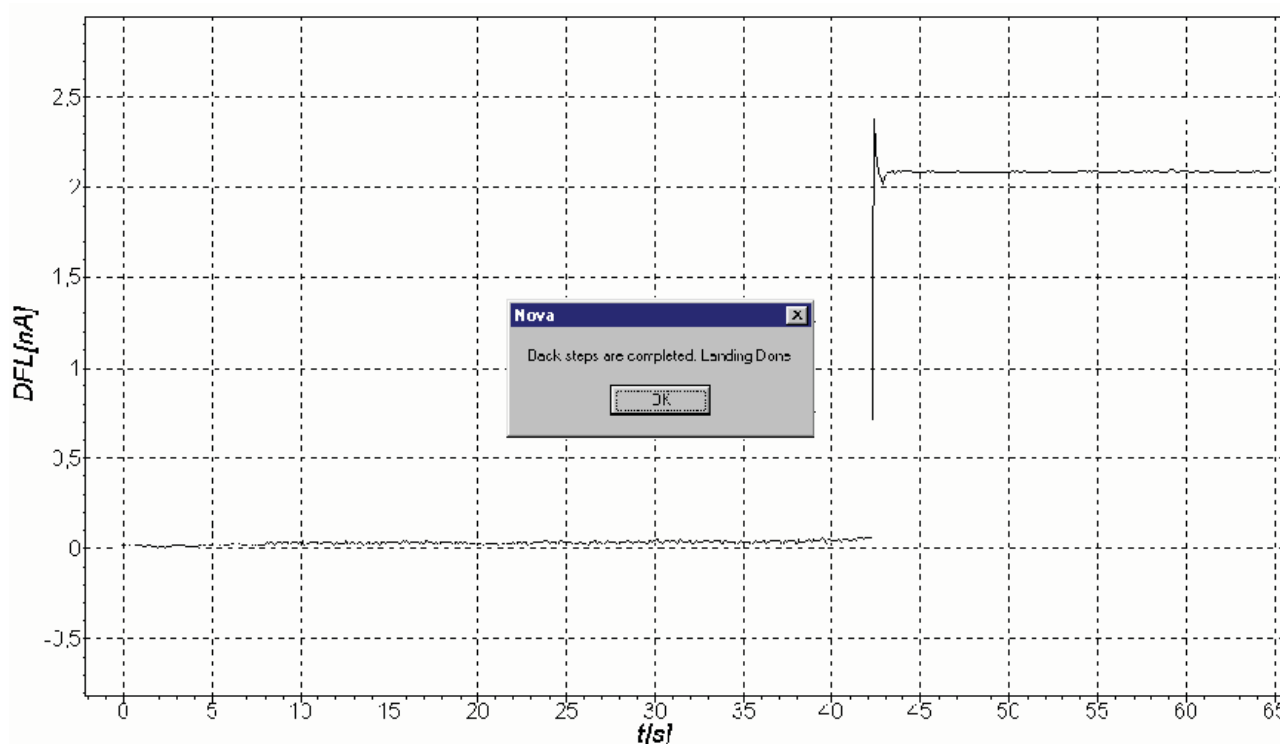
Для переключения прибора в контактный режим необходимо установить кнопку-переключатель выбора электронной конфигурации прибора (четвертая кнопка в главной строке) в состояние Contact.

Величина начального уровня сигнала DFL, соответствующего свободному, неизогнутому состоянию кантилевера, определяется тем, как фотоприемник установлен относительно отраженного от кантилевера луча. Нулевое значение сигнала DFL соответствует тому, что лазерное пятно находится посередине между верхней и нижней половинами фотодиода, и площадь пятна одинаково распределена между ними. Величину начального уровня сигнала DFL можно регулировать при помощи винта 4 на измерительной головке в результате механического перемещения фотодиода в поперечном направлении относительно лазерного луча, отраженного от кантилевера. Наблюдая за уровнем сигнала на индикаторе во вкладке Aiming, установите при помощи винта 4 начальный уровень сигнала DFL близким к нулю.



Для подвода кантилевера к образцу и приведения их в контакт откройте окно Approach путем нажатия на кнопку Approach в строке операций. Проверьте состояние кнопки автоматической установки параметра Set Point. Кнопка Auto SetPoint должна быть во включенном состоянии. Запустите процедуру подвода посредством нажатия на кнопку Landing. В результате будет автоматически установлено значение параметра Set Point, на две единицы большее текущего значения сигнала DFL (т.е.  $\text{Set Point} = \text{DFL} + 2$ ); включится обратная связь, и Z-пьезосканер выдвинется на максимальную величину. Выдвижение Z-сканера отобразится на аналоговом индикаторе удлинения сканера, который находится в нижнем левом углу главного окна программы; включится шаговый двигатель, который начинает перемещать столик с образцом по направлению к зонду.

В процессе подвода следите за изменениями сигнала DFL в окне осциллографа и за состоянием индикатора выдвижения сканера и ждите окончания процесса подвода.



**Рис.2.13.** Кривая подвода кантилевера в контактном режиме

В случае правильно установленных параметров, на экране осциллографа вы увидите кривую как на рисунке выше и сообщение об успешном окончании процедуры подвода.

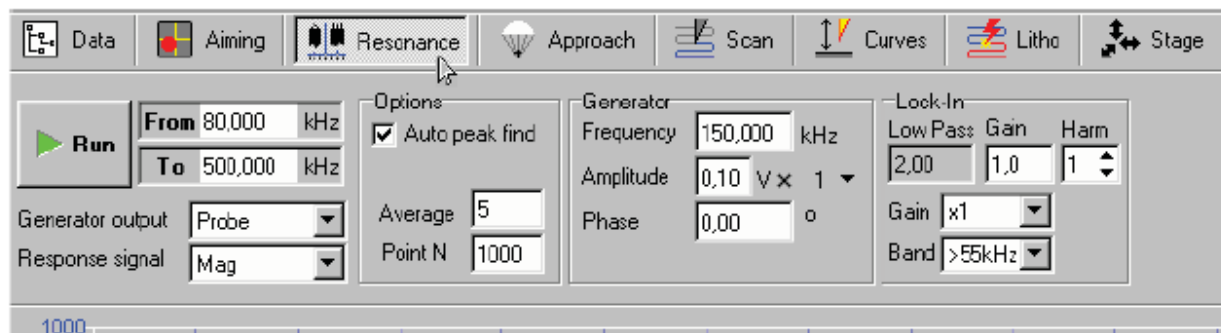
Теперь прибор готов к сканированию. Включите окно Scan нажатие соответствующей кнопки, выберите необходимый АСМ метод, размер скана и начинайте сканирование. Следует убедиться, что виброзащитная система активирована (об этом свидетельствует красный индикатор на лицевой панели виброзащиты).

## Полуконтактные методы

В данном разделе рассмотрены процедуры для проведения полуконтактных измерений. Предполагается, что прибор подготовлен к работе, образец установлен.

Переключения прибора для работы по полуконтактному методу производится путем перевода кнопки выбора электронной конфигурации прибора в состояние SemiContact.

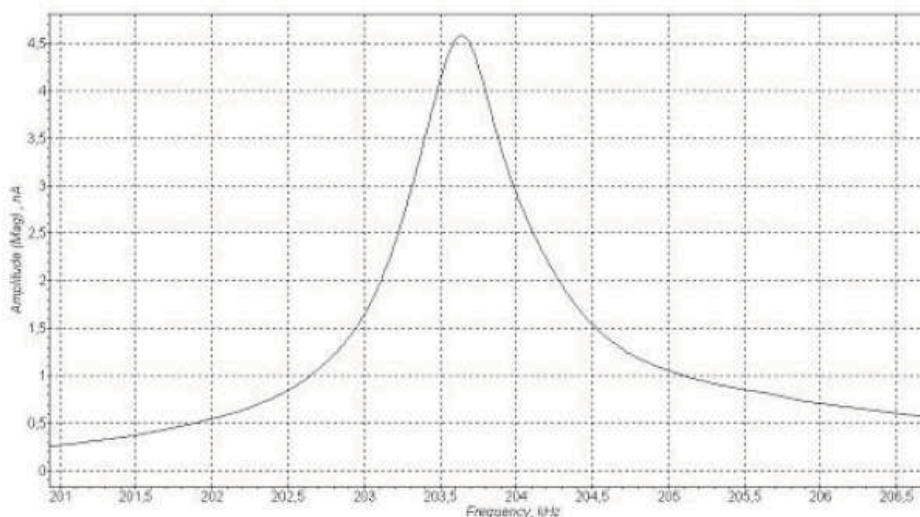
После этого необходимо настроить рабочую частоту кантилевера, для чего необходимо найти резонансную частоту. Для этого следует включить окно Resonance, нажав на соответствующую кнопку. Необходимо указать требуемый диапазон поиска резонансной частоты. Этот диапазон должен покрывать диапазон допустимых значений резонансной частоты кантилевера, указанный производителем кантилеверов.



*Рис.2.14. Окно настройки резонансной частоты кантилевера*

После установки нужного диапазона поиска частоты, поставьте галочку Auto peak find и нажмите Run. Система произведет поиск резонансной частоты и установит найденную частоту в качестве рабочей частоты генератора. На экране осциллографа отобразится резонансная кривая.





**Рис.2.15.** Амплитудно-частотная характеристика кантилевера

После того, как рабочая частота установлена, требуется подвести зонд к образцу. Для этого необходимо открыть окно Approach. Включите переключатель Auto SetPoint и нажмите Landing. В результате будет автоматически установлено значение параметра Set Point, равное половине сигнала Mag (половине амплитуды колебаний кантилевера вдали от образца); включится обратная связь, и Z-пьезосканер выдвинется на максимальную величину. Выдвижение Z-сканера отобразится на аналоговом индикаторе удлинения сканера, который находится в нижнем левом углу главного окна программы; включится шаговый двигатель, который начинает перемещать столик с образцом по направлению к зонду. При достижении необходимого значения сигнала Mag, подвод остановится и прибор будет готов к сканированию.

### Метод отображения сопротивления растекания

Для проведения измерений нужно использовать зондовые датчики с проводящим покрытием.

Перед началом измерений с использованием метода отображения сопротивления растекания:

1. Выберите тип сканирования и конфигурацию **Contact** в меню программы.
2. Установите необходимое значение параметра **Set Point** и включите обратную связь.
3. Выполните процедуру подвода. Для выполнения процедуры подвода перейдите на вкладку **Approach** и нажмите на кнопку **Landing**.
4. Произведите обзорное сканирование поверхности образца.
5. Выберите подходящий для измерений участок образца.
6. Выполните сканирование поверхности выбранного участка образца.

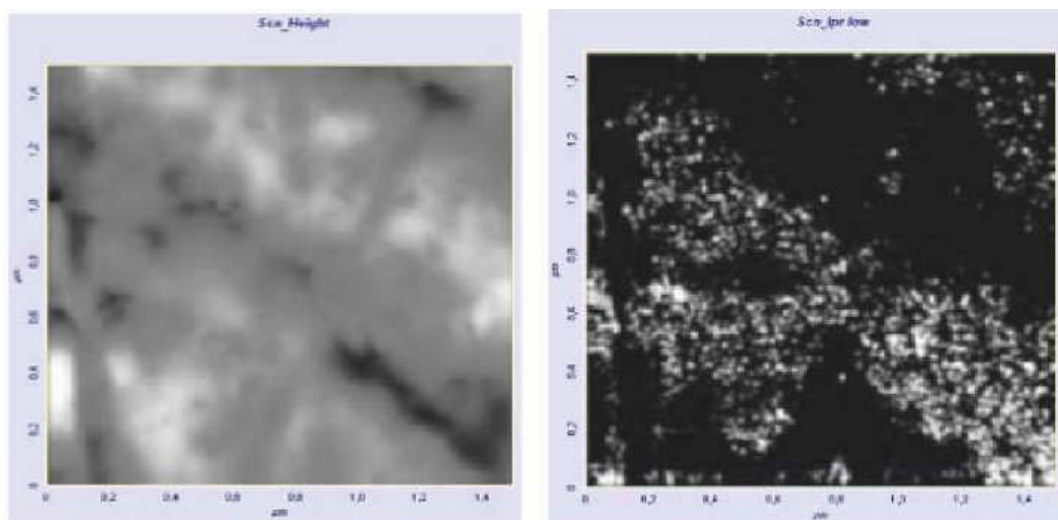
В меню **Mode** выберите метод **Spreading Resistance**. Программа автоматически

установит необходимые сигналы для измерения. Установите требуемую разность потенциалов между образцом и зондом (параметр **Bias V**).

Перейдите на вкладку **Scan** и нажмите кнопку **Run**.

На экране появятся два окна: в одном отобразится рельеф поверхности (сигнал **Height**), в другом - распределение тока растекания (сигнал **Ipr low**).

Светлые области для сигнала **Ipr low** соответствуют большей проводимости и наоборот.



*Рис.2.16. Изображение рельефа поверхности (слева) и токов растекания (справа) сплава Cu-CrN*

В качестве примера приведены изображения рельефа и распределение токов растекания сплава Cu-CrN (приложенное напряжение 0.1 В).

Если вас не устраивает качество изображения, можно:

- Заменить зондовый датчик (с другой жесткостью или типом проводящего покрытия)
- Изменить величину разности потенциалов между зондом и образцом, параметр **Bias V**. При очень большом напряжении возможно локальное оксидирование поверхности
- Изменить параметр **Set Point** (сила прижима зонда к образцу).

**ВНИМАНИЕ!** При очень сильном прижиге возможно повреждение проводящего покрытия.

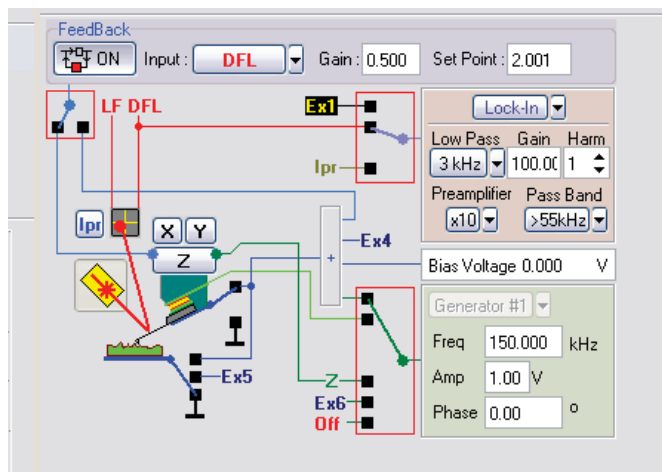
### Метод микроскопии пьезоотклика

Для проведения измерений требуется использовать проводящий кантилевер. Для получения информации о распределении пьезоэлектрических доменов следует использовать мягкие кантилеверы (0.03-0.3 Н/м), так как они обеспечивают максимальное латеральное разрешение. Для наблюдения петли гистерезиса пьезоэлектрика следует использовать жесткие кантилеверы (1-50 Н/м) [6].

Образец нужно жестко закрепить на столике и обеспечить надежное электрическое соединение нижнего электрода образца с разъемом заземления базового блока.

В программе выберите конфигурацию сканирования Contact. Установите необходимое значение параметра SetPoint, включите обратную связь. Осуществите процедуру подвод к поверхности используя кнопку Landing во вкладке Approach.

Во вкладке Scan в меню Mode выберите Piezoresponce Force Microscopy. Проследите что на схеме прибора (рис) столик с образцом подключен к контакту заземления, а сигнал с генератора подается на сумматор, подключенный к чипу проводящего зонда.

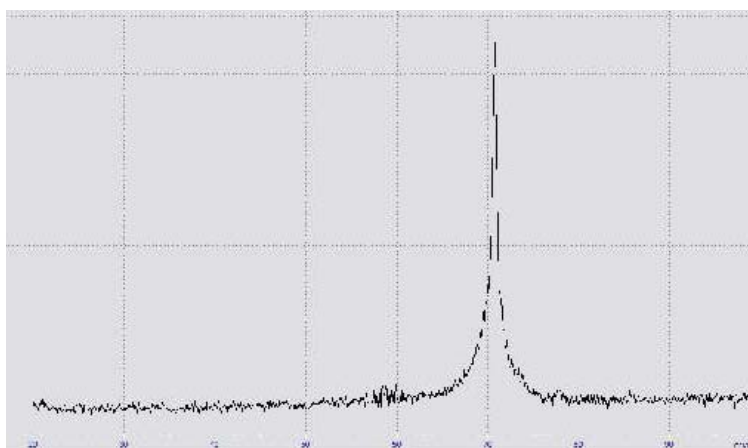


*Рис.2.17. Схема подключения генератора для микроскопии пьезоотклика*

Затем перейдите на вкладку Resonance и проведите обзорное сканирование для поиска резонансов системы образец-зонд.

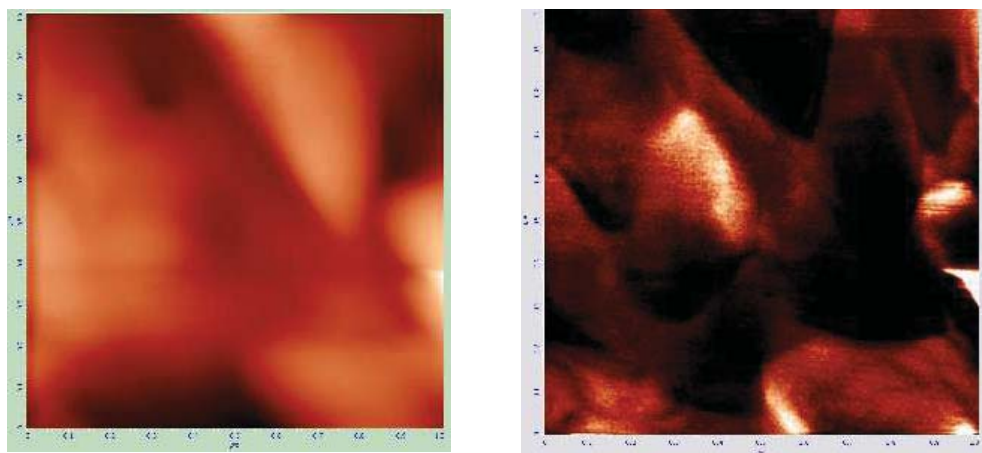
**Внимание! Не устанавливайте высокие значения амплитуды сигнала, это может привести к электрическому пробое образца (1 В амплитуды при толщине пленки в 100нм создает переменное поле напряженностью 100 кВ/см).**

Выберете наиболее высокий резонансный пик в области низких (до 100-150 кГц) частот.



*Рис.2.18. Амплитудно-частотная характеристика системы зонд-образец*

Перейдите в режим сканирования. Задайте размер скана и скорость сканирования (не более 1-2 мкм/с).



**Рис.2.19.** Изображение рельефа поверхности (слева) и амплитуды пьезоотклика (справа), полученные в режиме PFM.

На рисунке приведены изображения рельефа поверхности (слева) и амплитуды пьезоотклика (справа), получаемые в режиме PFM.

Как правило, рельеф поверхности в режиме PFM получается с худшим разрешением, чем в режиме контактной или полуконтактной АСМ. Это связано с большим радиусом кривизны проводящей иглы, по сравнению с обычной иглой.

На изображении амплитуды колебаний прослеживается различная ориентация доменов в пленке сегнетоэлектрика.

## Глава 3. Результаты измерений

В ходе работы был исследован целый ряд образцов: тонкие пленки оксидных материалов (сегнетоэлектрик  $\text{KNbO}_3$ , электродный материал  $\text{LaNiO}_3$ , магнитный материал  $\text{La}_{1-x}\text{K}_y\text{MnO}_{3+\delta}$ , сверхпроводник  $\text{YbBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7+\delta}$ , мультиферроик  $\text{BiFeO}_3$ ), пленки анодированного оксида алюминия, биаксиально-текстурированные никелевые ленты (технология RABiTS).

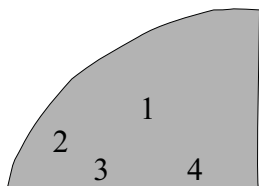
Были освоены контактный и полуконтактный методы атомно-силовой микроскопии, метод микроскопии пьезоотклика. Изучены топография образцов. Проведены расчеты шероховатости. Полученные результаты рассмотрены на примерах: пленки  $\text{La}_{1-x}\text{K}_y\text{MnO}_{3+\delta}$  (рутинное исследование топографии поверхности с выводами о фазовом составе пленок), пленка анодированного оксида алюминия (пример получения достаточно высокого разрешения тупой иглой), пленочная гетероструктура  $\text{KNbO}_3/\text{LaNiO}_3//(\text{110})\text{SrTiO}_3$  (пример использования микроскопии пьезоотклика и литографии). Полный набор полученных экспериментальных данных представлен в приложении.

### **Исследование тонких пленок $\text{La}_{1-x}\text{K}_y\text{MnO}_{3+\delta}$**

Проведены исследования топографии поверхности тонких пленок  $\text{La}_{1-x}\text{K}_y\text{MnO}_{3+\delta}$ . Пленки были получены методом химического осаждения из пара (MOCVD) при  $800^\circ\text{C}$ .

Исследование топографии проводили полуконтактным методом в мягком режиме. Для измерений использовали полуконтактные кремниевые иглы 15N с алюминиевым покрытием. Радиус кривизны иглы составляет  $\sim 30$  нм.

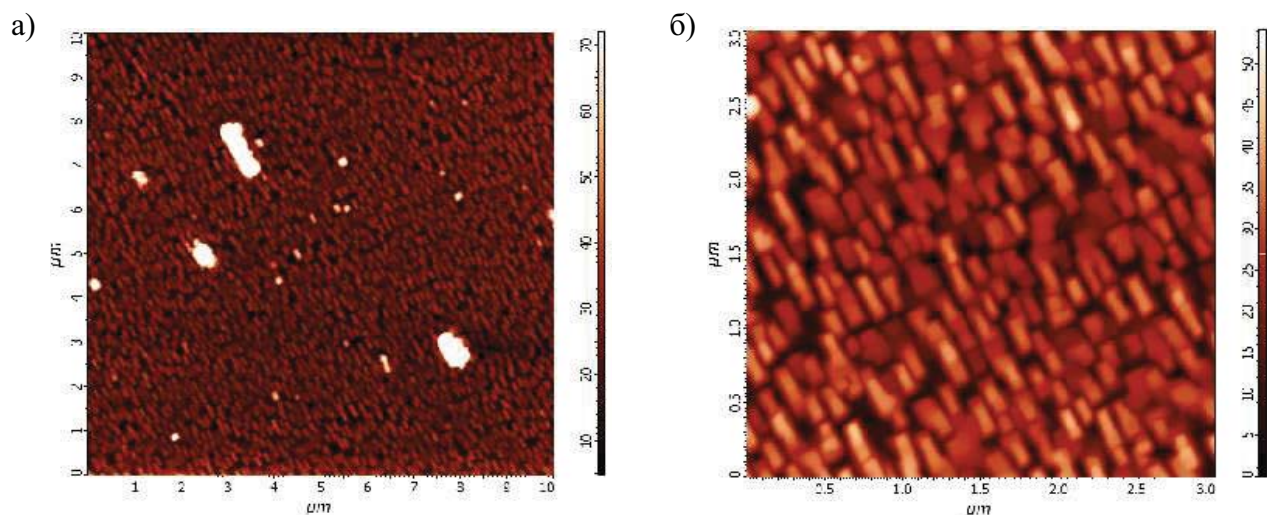
#### **Пленка $\text{La}_{0.85}\text{K}_{0.05}\text{MnO}_{3+\delta}$ на подложке (110) $\text{SrTiO}_3$**



Топографию пленки исследовали в различных участках, чтобы проследить изменение рельефа поверхности.

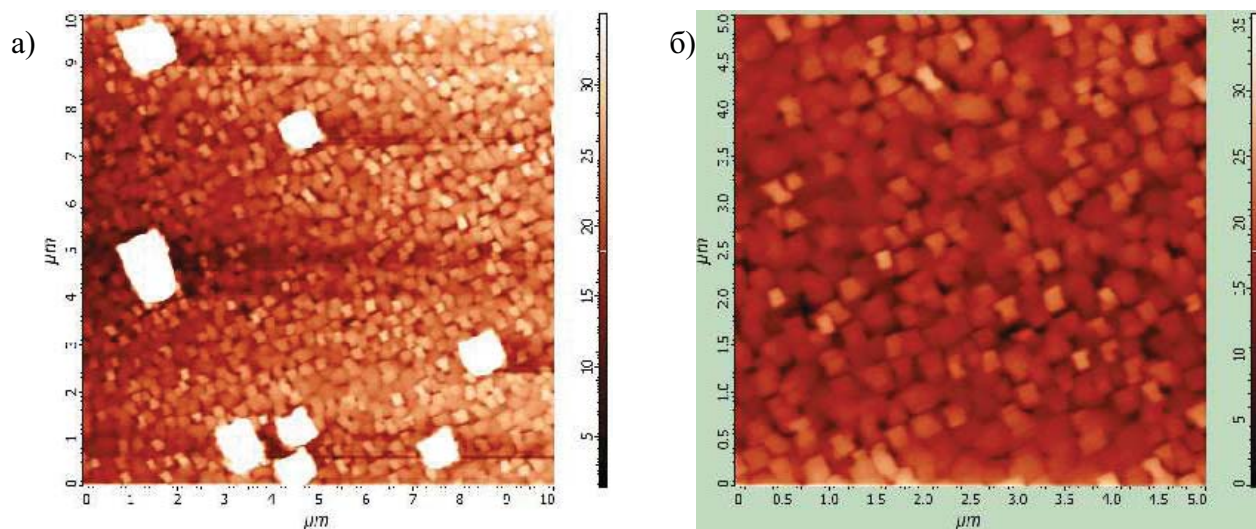
Из приведенных сканов видно, что в центре пленки (точка 1) морфология имеет два масштаба: крупные неоднородности (1-3 мкм в плоскости и 50-160 нм в высоту) и мелкие кристаллиты (до 300 нм в длину, до 100 нм в ширину и до 50 нм в высоту). Выделенное направление ориентации кристаллитов подтверждено изменением направления сканирования. Вероятно такая выделенная ориентация кристаллитов вызвана неэквивалентностью направлений X и Y в подложке (рез (110)). Средняя шероховатость поверхности в центре образца составляет 7.5 нм.





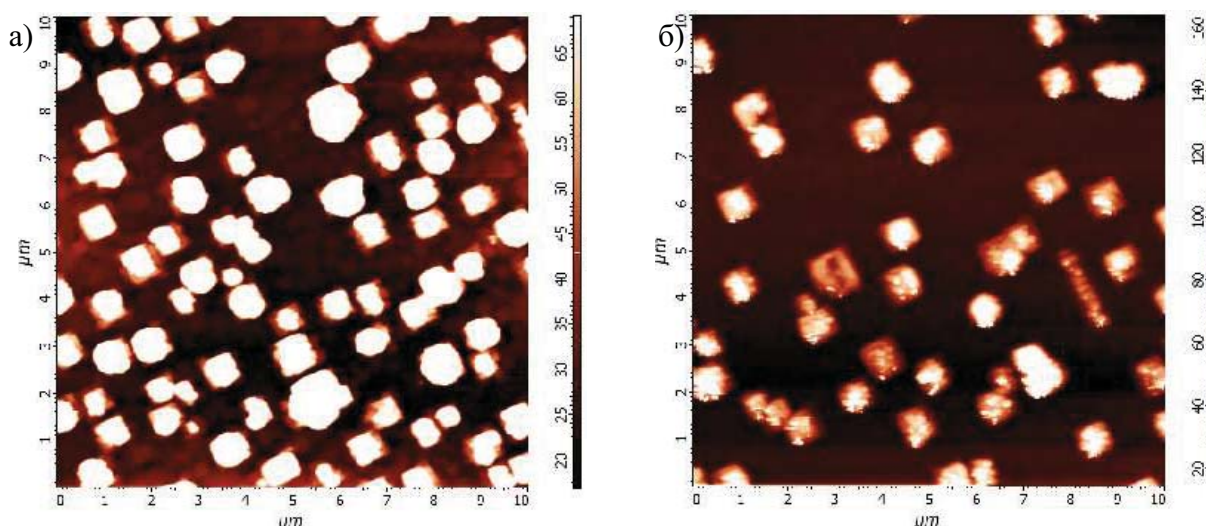
**Рис.3.1.** Рельеф поверхности пленки  $La_{0.85}K_{0.05}MnO_{3+\delta}$  на подложке (110)  $SrTiO_3$  в точке 1:  
а) размер скана 10x10 мкм; б) размер скана 3x3 мкм

При переходе в точку 2 характер крупных неоднородностей не изменяется (рис 1.а), в то время как морфология кристаллитов (рис.1.б) заметно отличается от морфологии в центре: здесь кристаллиты имеют в плоскости форму близкую к квадратной со стороной 150-200 нм и высотами до 30 нм. Средняя шероховатость поверхности на этом участке больше, чем в центре (9 нм), но происходит это из-за наличия крупных неоднородностей. Шероховатость участков в отсутствии крупных частиц составляет всего 2.4 нм.



**Рис.3.2.** Рельеф поверхности пленки  $La_{0.85}K_{0.05}MnO_{3+\delta}$  на подложке (110)  $SrTiO_3$  в точке 2:  
а) размер скана 10x10 мкм; б) размер скана 5x5 мкм

В точках 3 и 4 визуально пленка выглядела матовой, в отличие от центральной части, где пленка блестящая. Исследование в точках 3 и 4 показало, что в этой области морфология пленки существенно отличается от морфологии в центре.

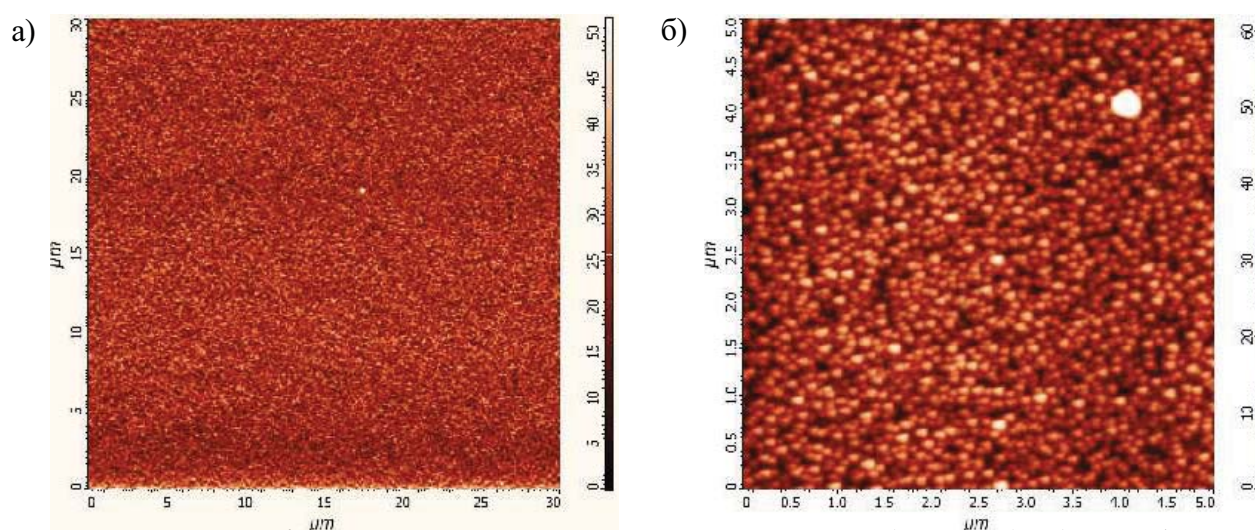


**Рис.3.3.** Рельеф поверхности пленки  $\text{La}_{0.85}\text{K}_{0.05}\text{MnO}_{3+\delta}$  на подложке (110)  $\text{SrTiO}_3$  в матовой области (размер скана  $10 \times 10$  мкм): а) точка 3; б) точка 4.

В этой области на поверхности происходит выделение крупных кристаллитов размером 0.4-1.2 мкм и высотой до 300 нм. Это приводит к значительному увеличению шероховатости — до 35 нм. Под слоем крупных частиц просматривается морфология аналогичная той, что наблюдалась в точке 2.

По данным рентгенофазового анализа данный пленочный образец является не однофазным, однако идентифицировать примесную фазу всего лишь по двум примесным линиям не удастся. По всей видимости, именно крупные частицы являются кристаллами примесной фазы, они выделяются на поверхности вблизи краев подложки.

#### **Пленка $\text{La}_{0.85}\text{K}_{0.05}\text{MnO}_{3+\delta}$ на подложке (100) YSZ**

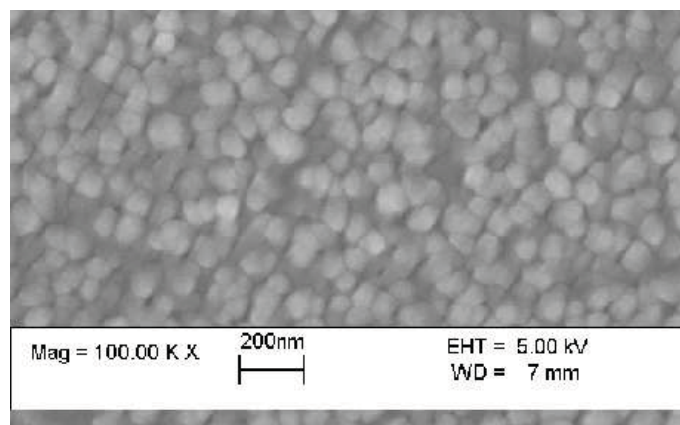


**Рис.3.4.** Рельеф поверхности пленки  $\text{La}_{0.85}\text{K}_{0.05}\text{MnO}_{3+\delta}$  на подложке (100) YSZ область вблизи центра: а) размер скана  $10 \times 10$ ; б) размер скана  $5 \times 5$ .

Топографию пленки исследовали в различных участках, чтобы проследить изменение



рельефа поверхности. Однако никаких особенностей при переходе от центральной области к краю не наблюдалось. Пленка является довольно гладкой. Ее средняя шероховатость составляет всего 6 нм. На поверхности не обнаруживается крупных неоднородностей. На поверхности видны мелкие частицы размером 100-120 нм. Такую же морфологию обнаружили на изображениях сканирующей электронной микроскопии.

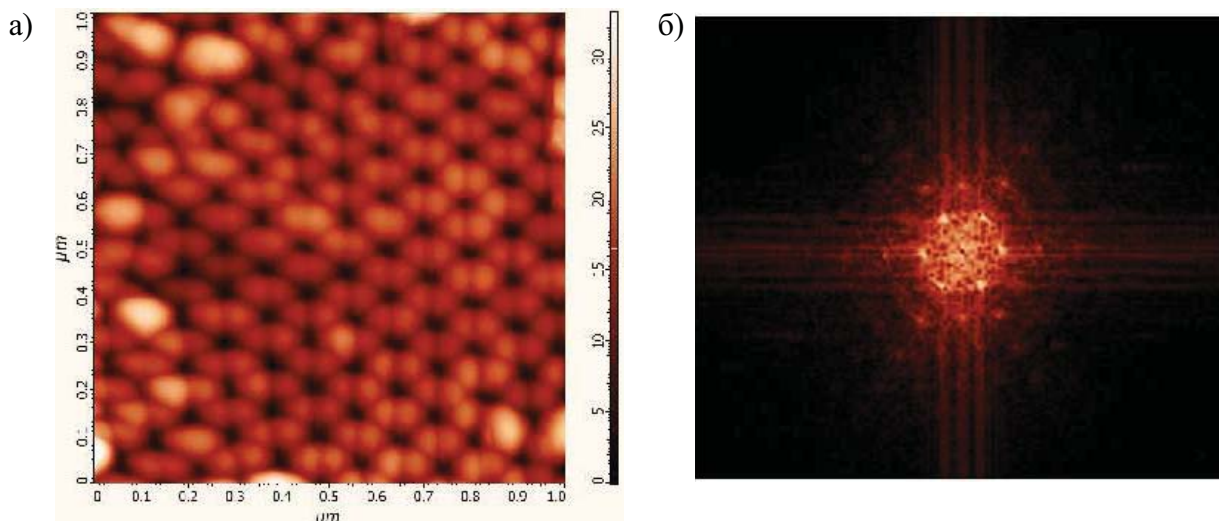


**Рис.3.5.** Изображение РЭМ поверхности пленки  $La_{0.85}K_{0.05}MnO_{3+\delta}$  на подложке (100) YSZ

### **Исследование пленок анодированного оксида алюминия**

Пленки анодированного оксида алюминия получены электрохимическим окислением алюминиевой подложке в кислой среде на холоду. Такие пленки имеют гексагонально-упорядоченную структуру нанопор размером от 15 до 500 нм, в зависимости от условий получения.

Сложность исследования этих образцов заключается в том, что для измерений были использованы обычные полуконтактные иглы с радиусом кривизны около 30 нм. Исследование топографии проведено в полуконтактном режиме при скорости сканирования 2 мкм/с в жестком режиме.



**Рис.3.6.** Рельеф поверхности пленки анодированного оксида алюминия:  
а) скан размером 1x1 мкм; б) Фурье-преобразование скана.



На приведенном скане рельефа (рис.3.6 а) четко просматриваются стенки пор из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и сами поры. Видно их гексагональное упорядочение. На изображении двумерного Фурье-преобразования (рис.3.6 б) обнаружены рефлексы вплоть до третьего координационного окружения. Расстояние между Фурье-пиками — период двумерной гексагональной решетки составляет 110нм.

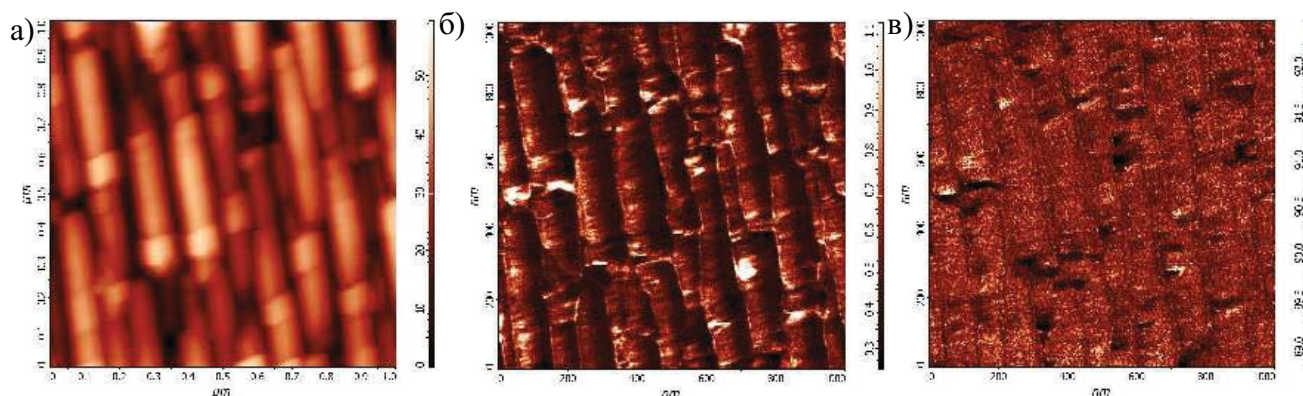
## Исследование пленочных гетероструктур

### $\text{KNbO}_3/\text{LaNiO}_3//(\text{110})\text{SrTiO}_3$

Измерения пьезоотклика проводили при помощи контактного проводящего кантилевера 17С с проводящим покрытием из титана и платины. Измерения проведены при частоте возбуждающего сигнала 69 кГц.

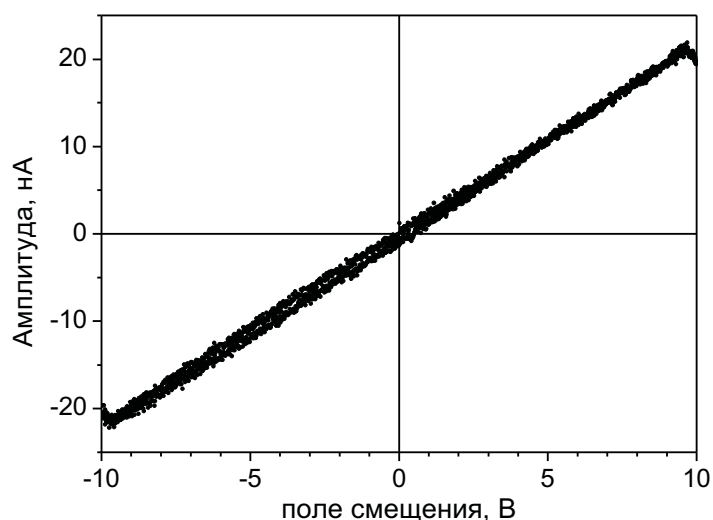
На рельефе поверхности обнаружены кристаллиты  $\text{KNbO}_3$  лежащие в плоскости пленки (аналогичные тем, что наблюдались на пленках  $\text{La}_{0.85}\text{K}_{0.05}\text{MnO}_{3+\delta}$ ). Размер этих кристаллитов составляет в длину 400-500 нм, в ширину 100 нм. Средняя шероховатость поверхности составляет 8 нм.

На амплитудном и фазовом контрасте пьезоотклика также наблюдаются контуры кристаллитов. Стоит отметить, что четкий контраст между кристаллитами по амплитуде не наблюдается. Это, по-видимому, свидетельствует о самополяризации пленки  $\text{KNbO}_3$  в плоскости подложки.



**Рис.3.7.** Результаты PFM измерений пленочной гетероструктуры  $\text{KNbO}_3/\text{LaNiO}_3//(\text{110})\text{SrTiO}_3$ :  
а) топография; б) амплитуда пьезоотклика; в) фаза пьезоотклика.

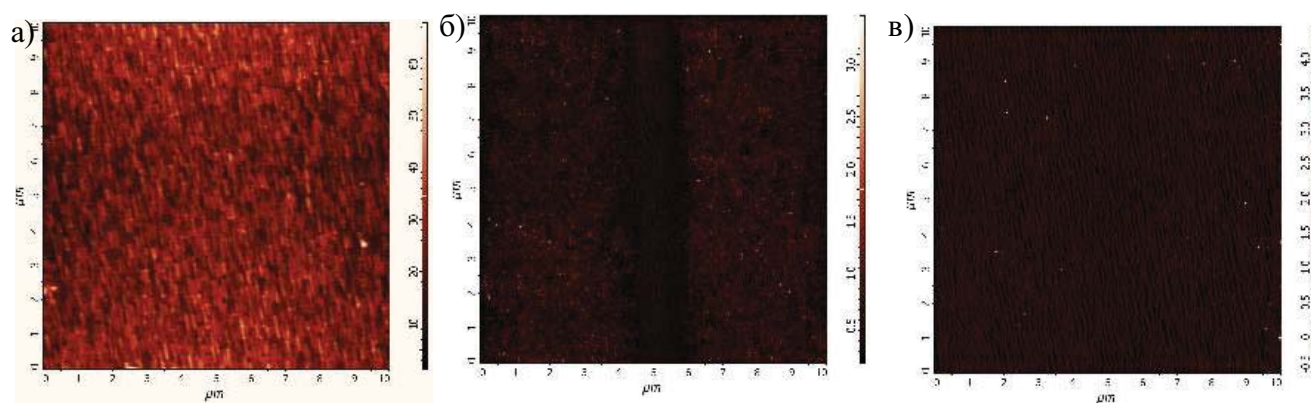
Для более детального исследования пьезоэлектрических свойств пленки проведены были измерения пьезоэлектрического гистерезиса на одном кристаллите.



**Рис. 3.8.** Петля вертикального пьезоэлектрического гистерезиса

Как видно из рисунка гистерезис вертикального пьезоэффекта практически отсутствует. Это соответствует предположению о самополяризации пленки в плоскости подложки.

Для создания поляризации в плоскости, перпендикулярной плоскости подложки проводили литографию. Для этого части скана образца к игле прикладывали постоянное поле смещения +10 В, а на другой части -10 В, при скорости прохода 1 мкм/с и амплитуде переменного поля 1 В. При повторном скане в режиме пьезоотклика того же участка четко выделяется области с разным полем смещения.

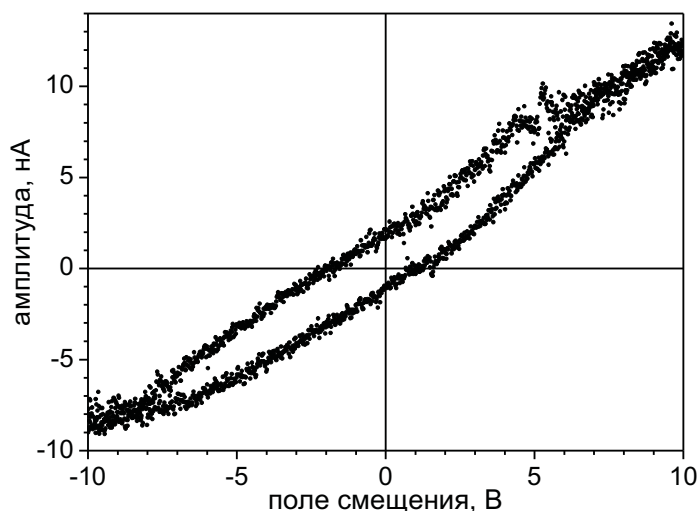


**Рис.3.9.** Результаты PFM измерений пленочной гетероструктуры  $\text{KNbO}_3/\text{LaNiO}_3/(110)\text{SrTiO}_3$  после литографии: а) топография; б) амплитуда пьезоотклика; в) фаза пьезоотклика.

Как видно из рисунка 3.9 а топографический контраст не изменяется, в то время как на амплитудном контрасте появляются две области (слева и справа от центральной темной полосы), в которых присутствуют отклики до 3.5 нА, в темной же области такие отклики подавлены. Аналогичная картина наблюдается и на фазовом контрасте: в левой и правой областях встречаются частицы с разностью фаз до  $10^\circ$ , а в центральной части разность фаз не превышает  $3^\circ$ .

Таким образом, можно утверждать, что в крайних областях путем литографии удалось создать домены с ориентацией поляризации, выходящей из плоскости подложки. Напротив, в центре в центральной области такие домены подавлены.

Для доказательства возникновения поляризации вне плоскости подложки вновь были проведены измерения пьезоэлектрического гистерезиса на одном домене.



**Рис. 3.10.** Петля вертикального пьезоэлектрического гистерезиса после поляризации

Стоит отметить, что полной поляризации вне плоскости подложки добиться не удалось. Это видно как по неполному окрашиванию светлых и темной областей, так и потому, что гистерезис не выходит на насыщение. По-видимому, это объясняется недостаточной величиной создаваемого поляризующего поля, малым временем выдержки и низкой температурой. Для проведения дальнейших исследований следует брать пленки меньшей толщины и проводить поляризацию при повышенной температуре (с использованием термостатика).

## Список литературы

1. Иткис Д.М., Пособие «Атомно-силовая микроскопия», Москва, 2008, 64 с.
2. R. Maeda, J.J. Tsaur, S.H. Lee, M. Ichiki, Piezoelectric microactuator device // *J. Electroceram.* **12** (2004) 89-100.
3. В.Л. Миронов, «Основы сканирующей зондовой микроскопии», Нижний Новгород, 2004, 114 с.
4. S. Morita (Ed.), Roadmap of scanning probe microscopy, Springer, 2006, 198 p.
5. Руководство пользователя NTEGRA, NT-MDT, 2005, 138 с.
6. A practical guide to SPM, Veeco Instruments Inc., 2005, 30 p.