

ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ: ПРИМЕНЕНИЯ И РЕКОМЕНДАЦИИ ПО РАЗРАБОТКЕ

PROBE MICROSCOPY: APPLICATIONS AND DEVELOPMENT RECOMMENDATIONS

Б.А.Логинов¹, начальник лаборатории атомной модификации и анализа поверхности полупроводников, (ORCID: 0000-0001-5081-1424), П.Б.Логинов² (ORCID: 0000-0002-3186-1706), В.Б.Логинов³ (ORCID: 0000-0002-2116-7411), А.Б.Логинов⁴ (ORCID 0000-0003-2090-5301) / b-loginov@mail.ru

B.A.Loginov¹, Head of Laboratory of Atomic Modification and Analysis of Semiconductor Surface, (ORCID 0000-0001-5081-1424), P.B.Loginov², V.B.Loginov³, A.B.Loginov⁴ (ORCID 0000-0003-2090-5301)

DOI: 10.22184/1993-8578.2019.12.6.352.364

Получено: 02.10.2019 г.

В связи с 40-й годовщиной изобретения сканирующей зондовой микроскопии обобщается опыт ее развития коллективом авторов, приводятся примеры и характеристики исторически сложившихся приложений зондовой микроскопии, даются рекомендации и формулы для последующих разработок.

In connection with the 40th anniversary of the invention of scanning probe microscopy, the experience of its development by the team of authors is generalized. Presented are the examples and characteristics of historically developed applications of probe microscopy and recommendations and formulas for subsequent developments.

2019 году исполнилось 40 лет с момента подачи заявки на патент об изобретении [1] сканирующей зондовой микроскопии и 33 года от присуждения Нобелевской премии за нее. За это время зондовые микроскопы стали такими же простыми, как и оптические микроскопы - и по габаритам, и по тому времени, за которое можно получить кадр, подойдя к микроскопу с очередным образцом. Обладая такими несомненными достоинствами, как получение точных высот рельефа в каждой точке кадра и возможность без вакуума получать увеличение до миллиона крат, зондовые микроскопы заняли свои ниши во многих областях. Чего только стоит старт широкого развития нанотехнологий, который стал возможен с их помощью. Возможности миниатюризации, а также работы в широком диапазоне давлений: от сверхвысокого вакуума до сотен атмосфер, и температур образцов: от абсолютного

нуля до тысяч градусов, позволили внедрить зондовые микроскопы в различные приборы и установки для самых различных применений, что предсказывали их первооткрыватели, Нобелевские лауреаты Г.Рорер и Г.Бинниг [1]. Естественный ход истории развития зондовой микроскопии нашей командой также это подтвердил.

Начав разработку зондовых микроскопов в 1991 году, к 1995-му мы уже имели отточенную серийно выпускаемую модель СММ-2000 универсального воздушного микроскопа для широких применений с туннельным, атомносиловым и дополнительными режимами (до 25) получения карт различных физических характеристик. Этот зондовый микроскоп в 1998 году первым в России был внесен в Реестр Системы сертификации средств измерений РФ (№ 980080025) и далее – повторно в Госреестр средств измерений РФ (№ 46918-11).

¹ Национальный исследовательский университет (МИЭТ) / National Research University of Electronic Technology (MIET).

² Московский физико-технический институт (МФТИ) / Moscow Institute of Physics and Technology (МІРТ).

³ Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" / MEPhI National Research Nuclear University.

⁴ МГУ имени М.В.Ломоносова / Lomonosov Moscow State University.

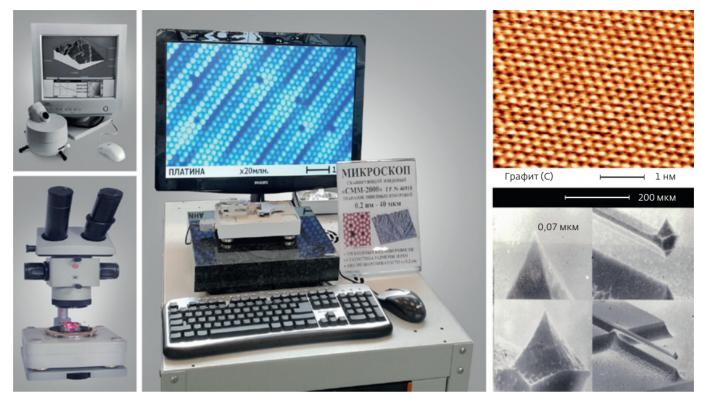


Рис.1. Зондовый микроскоп СММ-2000 первой итерации 1992 года (слева вверху), второй итерации 1995 года (слева внизу) и последней итерации 2018 года (по центру), с кадром атомов пирографита (справа вверху) и кадром первого в России кантилевера, изготовленного в 1993 году (справа внизу)

Fig.1. The SMM-2000 probe microscope of the first iteration of 1992 (top left), the second iteration of 1995 (bottom left), and the last iteration of 2018 (center), with a frame of pyrographite atoms (top right) and a frame of Russia's first cantilever made in 1993 (bottom right)

Поверка микроскопа основывалась на выпускаемых нами с 1997 года первых в России метрологически аттестованных для зондовых микроскопов мерах "Мера периодическая специальная МПД-1,0 КС", а далее на внесенных в Госреестр и выпускаемых нами в настоящее время мерах "Меры рельефные Кварц-ХҮ1400/Z90нм" (Госреестр № 46672) и эталонах 1-го разряда "Меры шероховатости эталонные ПРО-10" (Госреестр № 66933). Учитывая то, что нами еще в 1993 году также впервые в России [2] был освоен серийный выпуск зондов для атомно-силового режима зондовых микроскопов, так называемых кантилеверов, в целом этап освоения серийного производства зондовых микроскопов на этом тогда был пройден*, причем современная модификация микроскопа СММ-2000 серийно выпускается в Зеленограде на заводе "Протон" (www.z-proton.ru, www.microscopy.su, www.микроскоп.su) и пользуется постоянным

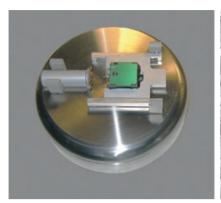
спросом в науке, технологиях и образовании по настоящее время (рис.1).

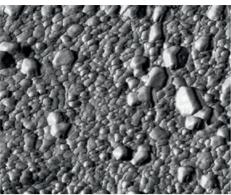
Дальше в поисках новых интересных задач последующие наши более 20 лет стали годами разработки множества специальных зондовых микроскопов для внедрения в самые различные условия. Базой для этого стал серийный микроскоп СММ-2000, а точнее, его электроника и программное обеспечение, которые стали единой платформой для всех последующих специализированных микроскопов, обеспечивая преемственность и легкое освоение.

Еще с 1991 года нашим стилем, одобренным Нобелевским лауреатом Г.Рорером, была одноплатная электроника мощностью всего 3 Вт, устанавливаемая либо внутри компьютера, либо в совершенно небольшой блок, размером 16/10/5 см, снаружи его, при этом содержащая и высоковольтные усилители, и системы ЦАП-АЦП, и цифровые синхродетекторы. Нам нет необходимости делать выносной микропроцессор, управляющий работой обратной связи микроскопа и сканированием в реальном времени, так как наши программисты

Указ Президента РФ от 26 февраля 1997 года № 132, награждение Б.А.Логинова медалью "В память 850-летия Москвы" "за разработку и организацию серийного выпуска микроскопов нового типа".







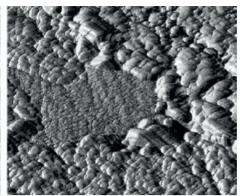


Рис.2. Стойкая к радиации СТМ-головка "Актинид-М" для ядерных реакторов (слева) и пример получаемых кадров, размером 0.4×0.4 мкм, структуры материла до (по центру) и после (справа) облучения

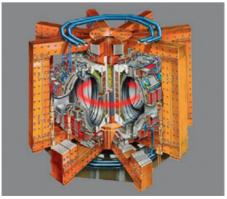
Fig. 2. Radiation-resistant STM-head "Actinid-M" for nuclear reactors (left) and an example of the resulting frames of the material structure of $0.4 \times 0.4 \mu m$ before (center) and after (right) irradiation

отбирают для этого у системы Windows одно ядро процессора компьютера, гораздо более мощное чем любой выносной микропроцессор. При этом достигается чрезвычайная гибкость управления микроскопом, так как не требуется писать макросы микропроцессора: зондом управляет непосредственно программа на языке C++, и мы открываем ее текст пользователям, которые могут творить с зондом и микроскопом все, что пожелают.

История более чем 20-летнего развития нами программного обеспечения также привела к тому, что, кроме таких стандартных опций, как трехмерные изображения, сечения и фильтры, уже встроены пакеты по анализу параметров шероховатости Ra, Rz, Rq, Rmax, S, Sm, и другим по мировым стандартам ISO, функции автокорреляционного, морфологического, статистического по размерам,

гранулометрического и Фурье-анализов, с не добавляющими частоты фильтрами Баттерворта Фурьеобраза, обратное Фурье-преобразование, вывод графиков Фурье-спектров от частоты и от направления. Все эти типы анализов работают с высотами в каждой точке кадра и с объемами частиц, а не просто с латеральными размерами, как это обычно делают программы, ориентированные в первую очередь на данные, не содержащие информацию о высотах кадров, получаемых при помощи оптических и электронных микроскопов.

Наш коллектив часто используют для разработки и создания спецмикроскопов в случаях, когда серийные микроскопы не подходят для специфических задач эксперимента, а все необходимые специалисты для решения задач подобного класса у нас имеются – физики, конструкторы, электронщики и программисты. И, к нашему счастью, нам попадались





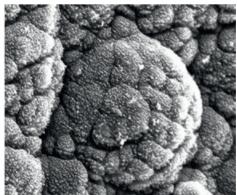
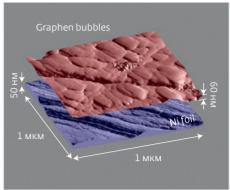


Рис.3. Схема установки ТОКАМАК (слева), устанавливаемая на ее первую стенку СТМ-головка (по центру) и пример получаемого кадра размером 1×1 мкм (справа)

Fig.3. TOKAMAK installation diagram (left) installed on its first wall STM-head (in the center) and an example of the resulting frame size $1 \times 1 \mu m$ (right)

EQUIPMENT FOR NANOINDUSTRY





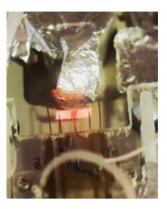


Рис.4. Малогабаритный СТМ/АСМ (слева) для PVD/CVD-роста графенов (по центру) с возможностью сканирования нагретого до 1500°C в атмосфере метана образца (справа)

Fig.4. Small-sized STM / AFM (left) for PVD / CVD graphene growth (center) with the possibility of scanning a sample heated to 1500 °C in an atmosphere of methane (right)

задачи внедрения в такие жесткие условия, о которых, скорее всего, не предполагали даже Нобелевские лауреаты и которые, видимо, не попадались никому другому в мире.

Это была задача внедрения зондового микроскопа в условия радиации в горячие и перчаточные камеры ядерных реакторов [3] для изучения материалов в условиях облучения (рис.2), а также задача внедрения зондового микроскопа в условия солнечных температур в плазме установок термоядерного синтеза [4] типа ТОКАМАК для изучения условий стабильности поверхности стенок (рис.3) и других элементов**.

Успешное решение задачи внедрения в термоядерную плазму позволило нам также сделать уникальные зондовые микроскопы, работающие в менее мощной плазме в различных установках PVD/CVD физического и химического осаждения из паровой фазы [6], например, с подогревом образцов до 1500°C для выращивания графенов (рис.4), алмазов, изучения реакций катализа. По желанию пользователей эти установки дооснащаются серийно выпускаемыми на заводе "Протон" магнетронами МАГ-2000, предназначенными для получения сверхтонких пленок с рекордной сплошностью, начинающейся с 8-10 Ангстрем при напылении вольфрама или углерода. Либо дооснащаются блоком методик термического, катодного, магнетронного, электродугового и электроискрового распыления, для возможности работы с разными материалами. Напыляемый образец в этих установках сканируется зондовым







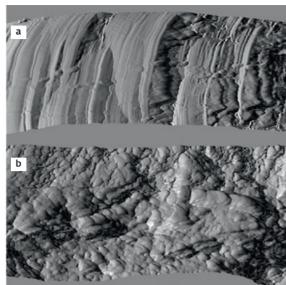
Рис. 5. Микроскоп СММ-2000 в виде конструктора (слева), собираемого учащимися (по центру и справа) Fig.5. SMM-2000 microscope in the form of a constructor (on the left) assembled by students (in the center and on the right)

Патент РФ на изобретение № 2169954 от 27 июня 2001 года, Б.А.Логинов, А.Л.Суворов, М.О.Макеев. Способ и устройство контроля и исследования поверхности внутри ядерных и термоядерных установок.









Puc.6. ACM "PACM-5" с машиной разрыва (слева) образцов материала (по центру) с кадрами размером 3,8 \times 2,8 мкм структуры материала на этапах пластической деформации (справа вверху) и разрыва (справа внизу) Fig.6. AFM "RASM-5" with a machine for tearing (left) material samples (in the center) with frames of 3.8 \times 2.8 μ m in the structure of the material at the stages of plastic deformation (top right) and tear (bottom right)

микроскопом, что предоставляет уникальные возможности наблюдения и анализа процессов формирования напыляемых пленок или структурирующихся на поверхности нанообъектов в процессе распыления, без вынимания образцов не только из установок на воздух, но и без снятия образцов с их креплений внутри установок.

Уникальной стала также такая задача, как создание класса простых, надежных и высокого разрешения микроскопов для студентов и даже школьников [5]. Мы их сейчас вооружаем отвертками и даем им набор деталей для сборки микроскопов (рис.5) – при этом степень освоения

микроскопов у них возрастает настолько, что они сами начинают инициативно делать на них серьезные исследовательские проекты, часто даже с атомарным разрешением, и выигрывают на конкурсах работ. Соответствующая учебная программа, вариативная по количеству учебных часов от 4 до 72-х и по аудитории от дополнительного образования школьников 7-го класса до бакалавров, магистров и повышающих квалификацию преподавателей, проводится более чем в 50-ти вузах в России и зарубежом, в том числе для одаренных школьников в Образовательном центре "Сириус" и других ведущих центрах, со сдачей





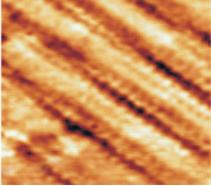


Рис.7. СТМ "GPI Cryo" в ИОФАН на 10^{-11} мбар и 4 К (слева), его головка (по центру) и кадр размером $5,4 \times 5,4$ нм атомов золота (справа)

Puc.7. STM "GPI Cryo" at IOFAN: 10^{-11} mbar and 4 K (left), its head (in the center) and a frame measuring 5.4×5.4 nm of gold atoms (right)

EQUIPMENT FOR NANOINDUSTRY









Рис.8. Микроскоп Omicron (слева), СТМ на его замену (по центру слева), образец на типовом держателе (по центру справа) и вид на сканер с держателем иглы (справа)

Fig.8. Omicron microscope (left), STM to replace it (center left), sample on a standard holder (center right) and view of the scanner with a needle holder (right)

школьниками предпрофессионального экзамена в Смарт-парке МИЭТ и получением дополнительных утверждаемых Министерством просвещения РФ баллов к общей сумме баллов ЕГЭ. При этом за последние 12 лет статистика числа отказов микроскопов-конструкторов СММ-2000 – менее 10% в год, и все отказы полностью обеспечивались несложными быстрыми ремонтами.

Уникальным решением стало также сочленение зондового микроскопа с машиной разрыва (рис.6), что дает последовательность кадров динамики изменений структуры различных материалов in-situ при внешних деформациях растяга, сжатия или изгиба. Это внесло вклад в общие вопросы изучения структурной прочности различных веществ [7] и помогло при разработках и испытаниях материалов для нефтегазопроводов, машин и других конструкций, ориентированных для эксплуатации в условиях Арктики и Антарктики [8].

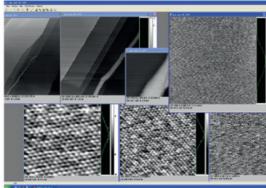
Из задач внедрения, которые в мире пробовали делать и другие команды, нам удалось поднять уровень зондовых микроскопов,

внедряемых в условия сверхвысокого вакуума [9, 10], в том числе с гелиевыми заливными (рис.7) и проточными криостатами, до стабильного атомного разрешения на металлах. В настоящее время в разработке находится следующая итерация такого микроскопа с диапазоном температур 4,5-874 К и еще в несколько раз лучшим разрешением для задач внедрения квантовых компьютеров на эффектах взаимодействия между собой спинов отдельных атомов.

Еще одним примером реализации нами зондового микроскопа для сверхвысокого вакуума уровня 10^{-12} мбар, но для комнатных температур, явился заказанный от МИФИ (г. Москва) сканирующий туннельный микроскоп (рис.8) на замену вышедшей из строя головки их микроскопа Omicron ввиду многолетних чрезвычайных сложностей с ее ремонтом. При этом нами был полностью сохранен стандартный конструктив установки Omicron в части захвата и транспорта образцов и зондов и обеспечено надежное атомное разрешение – как это было и в





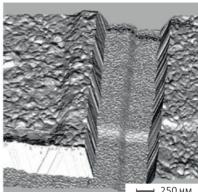


Puc.9. Микроскоп Zeizz (слева) с CTM "UnderSEM-377" (по центру) и увеличением до атомов (справа) Fig.9. Zeizz microscope (left) with STM "UnderSEM-377" (center) and magnification to atoms (right)

Оборудование для наноиндустрии









Puc.10. "Нанофаб" с модулем АСМ-литографии по центру (слева) и кадром микроструктуры (справа) Fig.10. "Nanofab" with an AFM lithography module in the center (left) and a microstructure frame (right)

микроскопе GPI-300, к помощи в производстве которого нас привлекал ИОФАН.

Мы также впервые довели идею Нобелевских лауреатов сделать зондовый микроскоп, внедряемый в растровые электронные микроскопы с целью продления их диапазона разрешений, – до уровня надежного атомного разрешения. Такие микроскопы были разработаны и выпущены нами как для отечественных электронных микроскопов МРЭМ-100, так и для зарубежных электронных микроскопов ряда фирм Tesla, Zeiss (рис.9), Hitachi, Philips и Fei.

Была также изготовлена серия зондовых микроскопов, внедряемых в микроэлектронные фабрики типа "Нанофаб" [11], в том числе по заказу Роскосмоса (рис.10), моделирующие производство чипов в космосе, с целью апробации выполнения зондовым микроскопом операций создания элементов путем зондовой литографии или путем атомарной

адсорбции-десорбции*** с достижением минимальных размеров элементов вплоть до единиц нанометров.

Нами также был изготовлен специальный микроскоп сканирующего анода SAFEM – наподобие СТМ [12], но игла там играла роль анода, сканирующего испускающие ток структуры образца при напряжении анода до 600 В, что давало картину токов эмиссии с поверхности образца (рис.11).

Был изготовлен также высоковакуумный ACM с кантилевером, имеющим четыре одинаковые проводящие балки, которым впервые в мире была измерена проводимость кремния [13] в диапазоне низких температур от 22 до 80 К (рис.12).

Спецразработки зондовых микроскопов заказывались нам не только в качестве самостоятельных





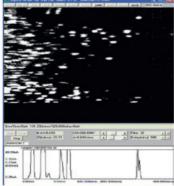
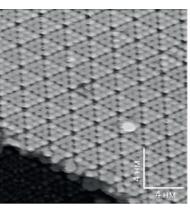


Рис.11. Микроскоп сканирующего анода SAFEM (слева) со встроенной 10⁻⁹ мбар вакуумной системой (по центру) и кадром 400 × 200 мкм эмиссии углеродного образца с графеновыми выступами (справа)

Fig.11. "SAFEM" Scanning Anode Microscope (left) with a built-in 10^{-9} mbar vacuum system (center) and a $400 \times 200 \mu m$ frame of carbon sample emission with graphene protrusions (right)

Патент РФ на изобретение № 2007137024 от 08 октября 2007 года, Б.А.Логинов, П.Б.Логинов, В.С.Петров. Способ производства наноэлектронных и наномеханических приборов.





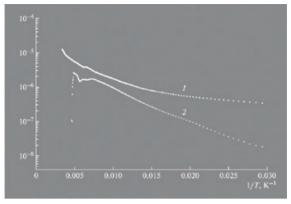


Рис.12. Головка 4-контактного ACM/CTM на 10^{-11} мбар и 4 К (слева) с кадром кремния (по центру) и впервые измеренными кривыми прямого и обратного хода его проводимости в диапазоне 22–80 К (справа)

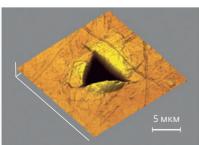
Fig.12. The head of a 4-contact AFM / STM 10^{-11} mbar and 4 K (left) with a silicon frame (in the center) and first measured by the curves of its forward and backward conductivity in the range 22–80 K (right)

приборов, но и как узлы для других приборов. Так, например, на протяжении многих лет нашими АСМ-узлами комплектуются разработанные в ТИСНУМ (г. Троицк) нанотвердомеры "НаноСкан-4D" (рис.13), где они используются для прецизионного сканирования и измерения ямок индентирования [14].

Практически все вышеуказанные модели наших микроскопов использовались для всесторонних исследований кремния и кремниевых структур различными пользователями, однако специальными для кремниевой промышленности стали выполненные нами заказы на разработку в 1993 году зондового микроскопа для контроля процессов литографии от НИИ Физических проблем им. Ф.В.Лукина (Зеленоград), а также в 1995 году – зондового микроскопа для оперативного контроля размеров элементов микросхем "в линии" на пластинах диаметром 100 мм на выходе изделий от завода "Ангстрем" (Зеленоград). Последний микроскоп (рис.14),

СММ-2000 модификации "Ш" (широкопольный), ввиду необходимости его метрологической поверки для возможности выполнения измерений, прошел Госиспытания и одновременно с серийной модификацией СММ-2000, в 1998 году, также первым из всех зондовых микроскопов в России был внесен в Реестр Системы сертификации средств измерений РФ (№ 980080024), который был далее видоизменен в Госреестр средств измерений РФ. К большому сожалению, обе эти разработки не получили продолжения ввиду существенного сокращения объема отечественных разработок в кремниевой промышленности в те годы и не востребованы в России до настоящего времени. Продолжение этих работ производится сейчас лишь по запросу из-за рубежа в части адаптации нами этих решений для применения в японской технологической линейке Minimal Fab - как для проведения процессов зондовой литографии с минимальным размером элементов до 2 нм, так и для контроля







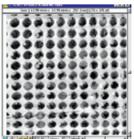
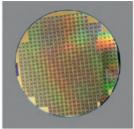


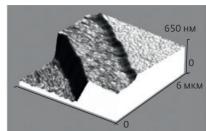
Рис.13. Нанотвердомер "НаноСкан-4D" (слева), ямка индентирования (по центру), работа АСМ-головки (справа) и кадр калибровки размером 44 × 44 мкм (справа)

Fig.13. Nanohardness meter "NanoScan-4D" (left), indentation hole (center), AFM head operation (right) and calibration frame of $44 \times 44 \mu m$ (right)









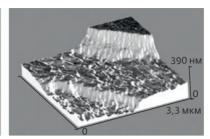


Рис.14. Зондовый микроскоп "СММ-2000Ш" для контроля геометрии микроструктур на кремниевых пластинах диаметром 100 мм, с примерами кадров МДП-транзисторов

Fig.14. "SMM-2000Sh" probe microscope for monitoring the geometry of microstructures on silicon wafers with a diameter of 100 mm, with examples of frames of MOS transistors

геометрии микроструктур на всех этапах технологии их последовательного изготовления.

Для применения в микроэлектронной промышленности, а также в других прецизионных технологиях, по заказу НИИизмерения (г. Москва) в 1995 году на основе принципов работы зондового микроскопа нами впервые был изготовлен "зондовый профилометр", получивший название "БВ-7630" (рис.15). Формат профилометра, где на выходе имеется не трехмерный кадр, как у зондового микроскопа, а всего лишь профиль поверхности по линии, однако, имеет преимущество в том, что при той же точности оцифровки высот поверхности до долей нанометра длина профиля может быть большой, вплоть до 200 мм и более, чего мы достигли применением монокристаллической кремниевой направляющей высокой степени плоскостности****, не изменяющей свою

форму при старении ввиду отсутствия значимого количества дефектов. В отличие от зондовых микроскопов, имеющих принципиальное ограничение на размер кадра на уровне не больше 0,5 × 0,5 мм, профилометры применимы для контроля кремниевых пластин, оптических элементов и других объектов большого размера. В настоящее время на заводе "Протон" (www.z-proton.ru, www.microscopy.su, www.микроскоп.su, http://prof130.ru) уже более 10 лет серийно выпускаются впоследствии разработанные нами и внесенные в Госреестр средств измерений РФ "Профилометр модели 130" (Госреестр № 33319) с длиной трассирования до 40 мм и диапазоном высот 0,5 мм, а также "Контурограф модели 220" (Госреестр № 58193), имеющий длину трассирования 220 мм и более, диапазон высот 120 мм и позволяющий не только мерить до 25 параметров шероховатости как профилометры, но и метрологически обеспеченно измерять размеры, углы и радиусы объектов.

Зондовые микроскопы делались нами также и в виде датчиков. Разрабатываемый нами

^{****} Патент РФ на изобретение № 2537363 от 21 февраля 2013 года, Б.А.Логинов, В.Б.Логинов, А.Г.Елкин, В.И.Троян. Устройство прецизионного перемещения.



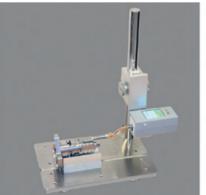




Рис.15. Первый зондовый профилометр "БВ-7630" (слева) и серийно выпускающиеся "Профилометр модели 130" (по центру) и "Контурограф модели 220" (справа)

Fig.15. The first "BV-7630" probe profilometer (left) and the commercially available "Profilometer 130" model (center) and "Contourograph 220" model (right)

EQUIPMENT FOR NANOINDUSTRY



Таблица 1. Параметры и назначение модельного ряда микроскопов

Table 1. Parameters and purpose of the model range of microscopes

"Наименование" и/или назначение модели зондового микроскопа	Поле кадра X/Y/Z, мкм	Разрешение ХҮ/Z, Ангстрем	Резонансная частота, кГц
"Микроскоп сканирующий зондовый СММ-2000" воздушный АСМ/СТМ + 26 режимов, -20+150°С первый сканер: второй сканер:	4/4/0,5 40/40/5	Атомы графит/слюда 5/1	12 2
"Актинид-М", СТМ для атомных реакторов	40 / 40 / 5	5/1	2
СТМ для ТОКАМАК	1/1/0,5	Атомы графит	32
CTM/ACM для PVD/CVD, 201500 °C	4/4/0,5	Атомы графит	12
"PACM-5", воздушный ACM с машиной разрыва	200 / 200 / 10	10 / 2	1,2
"GPI-Cryo", гелиевый СТМ 4,5К для UHV 10 ⁻¹¹ мбар	0,8 / 0,8 / 0,1	Атомы золото	30
"UnderSEM-377", CTM/ACM для электр. микроскопов	2/2/0,5	Атомы графит	24
АСМ-литограф в Нанофабе	100 / 100 / 5	5/1	3,5
"SAFEM", UHV сканирующий 0-600В анод	500 / 500 / 50	20 / 5	0,5
4-контактный UHV ACM/CTM, анализ проводимости	1/1/0,4	Атомы кремний	18
АСМ для нанотвердомера "НаноСкан-4D"	40 / 40 / 3,5	10 / 1	1,8
"СММ-2000Ш", контроль кремниевых микросхем	100 / 100 / 5	5/1	3,7

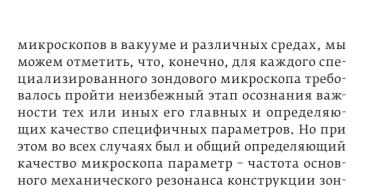
в 1995 году по заказу Череповецкого металлургического комбината зондовый микроскоп в виде шайбы диаметром 100 мм и толщиной 20 мм, прикручиваемой к механически напряженной точке железнодорожной цистерны, перевозившей жидкую сталь из домны в цех розлива, создал прецедент для разработки аналогичных микроскопов-датчиков для механически нагруженных мест трубопроводов и конструкций нефтегазовой и других видов промышленности. Постоянное сканирование поверхности нагруженного места с цифровым, в том числе фрактальным, анализом параметров ее морфологической развитости в части усталостных трещин и линий сдвига дает возможность сигнализировать о необходимости остановки эксплуатации контролируемого объекта без необходимости взятия понижающих срок эксплуатации объекта срезов поверхности нагруженных мест с анализом срезов в удаленных лабораторных условиях.

Используя чрезвычайную чувствительность туннельного тока от изменения расстояния на уровне сотых долей ангстрем, нами были изготовлены сенсоры – сверхчувствительные микрофоны и сейсмодатчики, в совокупности с зондовыми микроскопами произведены точные весы, однако, эти разработки, ввиду малой временной стабильности, не составили конкуренции существующим устройствам.

Был также опыт изготовления других специализированных микроскопов, которые являлись с сегодняшней точки зрения либо промежуточными стадиями перед изложенными выше конечными конструкциями, либо повторениями известных конструкций, например, микроскопа Нобелевских лауреатов на кварцевом основании и пьезотриподе, что мы делали для сравнения и анализа конструктивных решений.

Обобщая пройденный нами опыт конструирования и применения сканирующих зондовых

Оборудование для наноиндустрии



разработках. Из приведенной таблицы, обобщающей опыт конструирования 12-ти из наших специализированных зондовых микроскопов для разных областей применения, видна корреляция частоты основного механического резонанса

дового микроскопа. Именно оптимизация этого

параметра дала нам успех и приоритет во многих

с разрешением микроскопа.

Причем вклад частоты резонанса, оказывающей прямое влияние на уровень проникающих на кадр внешних вибраций, оказался более определяющим, чем наличие у микроскопа виброизолирующих систем. Это происходит потому, что на практике в области частот резонансов конструкций зондовых микроскопов - от долей до десятков килогерц - чаще всего амплитуда внешних вибраций А сильно уменьшается с частотой f по закону A-1/f. Поэтому, сдвигая резонансы микроскопа лишь немного дальше по частоте, мы сильно снижаем амплитуду тех оставшихся частот, которые раскачивают зонд относительно образца на этих резонансах. Ведь на качество кадров влияет лишь раскачка зонда относительно образца, а не раскачка всего микроскопа как единого целого, а на раскачку зонда относительно образца частоты ниже резонансных частот влияют в тысячи раз слабее, чем частоты, близкие к резонансу. К тому же в килогерцовой области частот резонансов виброизолирующие системы, как пассивные, так и активные, чаще всего неэффективны ввиду малого затухания высоких частот в материалах этих систем.

Более того, есть случаи, когда применение виброизолирующей системы принципиально невозможно, и повышение резонансов остается единственной мерой ухода от вибраций. Например, если зондовый микроскоп, внедряемый в электронный микроскоп, поставить на столик электронного микроскопа через виброизолирующую систему, то укрепляемый в зондовом микроскопе образец будет качаться относительно электронного луча и это просто не даст одновременно наблюдать образец в электронный микроскоп.

Определять частоту собственного механического резонанса конструкции микроскопа в целом несложно, разрабатывая ее в современном программном пакете типа AutoCAD или SolidWorks. Используя такие рекомендации, как уменьшение длины пьезоэлементов, увеличение их поперечного сечения, уменьшение массы держателей зонда и образца, укрепляемых на концах пьезоэлементов, и, по возможности, исключение последовательных соединений элементов, можно достичь существенного прогресса в повышении резонансных частот и, как итог, разрешения микроскопа.

В случае отсутствия программных возможностей определения резонансов, можно воспользоваться формулами из инженерного курса сопротивления материалов.

Резонансная частота F основной по амплитуде боковой раскачки сканера в виде трубки из пьезоматериала длиной L, внешним диаметром D, внутренним диаметром d и весом m, например держателя зонда на его конце, вычисляется по формуле F=1/(2 π V(m x k)), где упругость трубки на изгиб k=L³/3EJ, модуль Юнга E= 6,3·10¹0 Па для пьезоматериала марки ЦТС-19, а момент инерции сечения J=0,049×(D⁴-d⁴).

Определяющая поле сканирования величина изгиба X в одну сторону кончика пьезотрубки, имеющей один внутренний и четыре внешних электрода, при приложении напряжения V вычисляется по формуле X=nD₃₁VL²/(d(D-d)), где пьезомодуль D₃₁ материала ЦТС-19 равен 0,17 нм/В, а коэффициент п равен 0,45, если поле приложено к одному из четырех электродов, и равен 0,9, если поле приложено одновременно к двум противоположным электродам в разном направлении. Если пьезотрубка имеет два внешних электрода, применим тот же расчет, только коэффициент п равен 0,6, если поле приложено к одному из двух электродов, и равен 1,2, если поле приложено одновременно к двум электродам в разном направлении.

Удлинение Z в одну сторону для пьезотрубки с длиной L, внешним диаметром D и внутренним диаметром d, имеющей один внутренний и один сплошной внешний электроды, при приложении напряжения V вычисляется по формуле $Z=D_{31}VL/(D-d)$.

Для последовательной оптимизации конструкции микроскопа обычно требуется много итераций расчетов, и для убыстрения этого имеет смысл ввести эти формулы, например, в файл программы электронных таблиц Microsoft Excel. Такой файл для последующей самостоятельной работы с ним можно безвозмездно получить

у нас, запросив его по адресам электронной почты, указанным на сайтах www.z-proton.ru, www.microscopy.su или www.микроскоп.su.

С помощью такого файла также удобно быстро оценивать резонансные частоты уже имеющегося в наличии зондового микроскопа, что подскажет, возможно, способы улучшения его, например, хотя бы вполне доступным даже для простого пользователя микроскопа путем уменьшения массы образца или иглы. Мало кто из пользователей задумывается также, например, об оптимизации диаметра D и длины L платиновой проволоки СТМ-иглы, а ведь от этого сильно зависит ее собственная резонансная частота. Она не так уж и велика, и если она ниже, например, 10 кГц, то вряд ли можно ожидать получения атомного разрешения от микроскопа, так как игла тогда уже сильно раскачивается присутствующими в этом диапазоне частот внешними вибрациями, особенно акустическими вибрациями в случае воздушных микроскопов. Расчет резонансной частоты F иглы производится по той же формуле, что и для трубки, только момент инерции сечения здесь уже надо считать для круглого стержня по формуле J=0,049D⁴, а массу m принимать равной половине массы стержня. Тогда формула с учетом модуля Юнга платины $16,8 \cdot 10^{10}$ Па и плотности платины $21,4\cdot10^3$ кг/м 3 становится $F(\kappa\Gamma\mu) = 273 \ D(мм) / L(мм)^2$. У иглы диаметром 0,5 мм резонансная частота становится ниже 10 кГц уже при длине больше 3,7 мм, а у иглы диаметром 0,2 мм - при длине больше 2,3 мм. Конечно, не стоит делать СТМ-иглы длиннее, если необходимо атомное разрешение.

Экспериментальная проверка рассчитанных при разработке резонансов элементов конструкции микроскопа, конечно же, обязательна, ввиду того, что все эти элементы соединяются между собой, и не всегда можно предугадать и рассчитать, будет ли частота конструкции в целом меньше частот отдельных элементов. Понижение частоты наблюдается всегда, когда механическое соединение элементов последовательное, то есть они соединяются в цепочку, состоящую хотя бы даже из двух звеньев. Но иногда бывает, что роль последовательного звена играет и основание, особенно если оно не намного превышает габариты отдельных элементов. Основание часто ошибочно рассматривается в качестве той основы, с которой независимо друг от друга "растут" все элементы.

Экспериментальная проверка обычно выполняется осциллографом, причем крайне удобно, если он с функцией анализатора спектра и дает амплитуды частот. На осциллограф подается основной выходной сигнал - напряжение с выхода предварительного усилителя туннельного тока в случае СТМ или с выхода усилителя сигналов от фотодиода в случае АСМ, при этом и СТМ, и АСМ должны быть в режиме поддержания обратной связи нахождения зонда на поверхности образца. При этом на основании микроскопа крепится вибратор, на который подается возбуждающая частота с прогоном ее желательно в диапазоне от нижнего предела в 10 раз ниже предполагаемой резонансной частоты, до верхнего предела в 2 раза выше предполагаемой частоты. При попадании частоты на основной механический резонанс осциллограф фиксирует повышение амплитуды этой частоты в выходном сигнале в несколько раз или даже десятков раз. Нередко попадаются локальные резонансы, они чаще всего приводят к небольшому повышению амплитуды этих частот в выходном сигнале, однако их также необходимо учитывать, и лучше либо принимать за частоту основного механического резонанса самый нижний по частоте резонанс, либо пытаться полностью устранить его изменением конструкции микроскопа. В качестве вибратора можно применить любой пьзоэлемент, который либо изгибается, либо сокращается. Главное, чтобы он одним концом был хорошо укреплен на основании микроскопа, а на другом его конце для возбуждения вибраций головки микроскопа была укреплена некоторая масса, но не такая большая - чтобы она не опускала резонансную частоту пьезоэлемента ниже планируемого верхнего предела частот возбуждения, чтобы пьезоэлемент мог отрабатывать все частоты возбуждения.

Таким образом, из опыта разработки и применения зондовой микроскопии акцентировано внимание на одном из важных параметров качества зондовых микроскопов – частоте основного механического резонанса, даны примерные формулы его расчета и рекомендации по его оптимизации. Мы выражаем благодарность д.т.н., профессору В.А.Беспалову, в настоящее время ректору МИЭТ, за открытие в МИЭТ в самом начале нашего пути, в 1995 году, отдельной "Научно-исследовательской лаборатории атомной модификации и анализа поверхности полупроводников" и поддержку в нашей работе на протяжении всех прошедших лет



и выражаем благодарность д.ф.-м.н, профессору, чл.-корр. РАН, А.А.Горбацевичу, заведующему кафедрой квантовой физики и наноэлектроники МИЭТ, за поддержку в разработке, апробации и развитии учебного курса "Сканирующая зондовая микроскопия". Мы выражаем признательность д.ф-м.н. К.Н.Ельцову, заведующему отделом технологий и измерений атомного масштаба ИОФРАН, за поставленное им условие наличия абсолютно надежного атомного разрешения в головке микроскопа GPI-Cryo, которую мы делали ему в 2005 году, так как именно в этой разработке мы впервые серьезно прочувствовали актуальность резонансов. Мы также благодарим Г.Г.Джариашвили, ведущего инженера МИЭТ, за помощь в сборке большинства наших конструкций, благодарим весь коллектив завода "Протон" за оперативное изготовление опытных образцов механики и электроники с последующей организацией серийного производства, и благодарим А.Н.Чайку и А.А.Жукова, инициаторов Всероссийского расширенного семинара "Особенности применения сканирующей зондовой микроскопии в вакууме и различных средах – 2019", за мотивацию к обнародованию наработанного материала.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

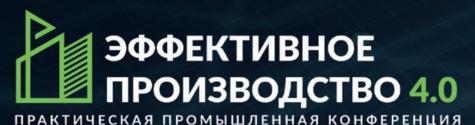
- 1. **Бинниг Г.**, **Рорер Г.** Сканирующая туннельная микроскопия от рождения к юности // Успехи физических наук. 1988. Т. 154. Вып. 2. С. 261–278.
- 2. Журнал "Электронная промышленность", 1993, № 8, обложка журнала.
- 3. Суворов А.Л., Рогожкин С.В., Залужный А.Г., Алеев А.А., Бобков А.Ф., Зайцев С.В., Карпов А.В., Козодаев М.А., Логинов Б.А., Макеев О.Н. Атомно-масштабные исследования реакторных материалов. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2006. № 1 (66). С. 3–13.
- 4. Kamneva S.A., Gureev V.V., Khimchenko L.N., Kuteev B.V., Klimov N.S., Podkovyrov V.L., Zhitluhin A.M., Loginov B.A. Observation of self-organized films structure in ТОКАМАК Т-10 and plasma gun QSPA-facility. В сборнике: 34th EPS Conference on Plasma Physics 2007, EPS 2007 Europhysics Conference Abstracts 2007. C. 355–358.
- 5. **Логинов Б.А.** Новые возможности в преподавании курсов по зондовой микроскопии и нанотехнологиям // Физическое образование в ВУЗах. 2017. Т. 23. № 4. С. 71–78.

- Loginov A.B., Bozhev I.V., Bokova-Sirosh S.N., Obraztsova E.D., Ismagilov R.R., Loginov B.A., Obraztsov A.N. Few-layer graphene formation by carbon deposition on polycrystalline Ni surface. Applied Surface Science. 494 (2019), C. 1030–1035.
- 7. Панин А.В., Клименов В.А., Абрамовская Н.Л., Сон А.А. Зарождение и развитие дефектов на поверхности деформируемого твердого тела. Физическая мезомеханика. 2000. Т. 3. № 1. С. 83–92.
- 8. Лепов В.В., Иванов А.М., Логинов Б.А., Беспалов В.А., Ачикасова В.С., Закиров Р.Р., Логинов В.Б. Механизм разрушения наноструктуированной стали при низких температурах // Российские нанотехнологии. 2008. Т. 3. № 11-12. С. 149-157.
- 9. Логинов Б.А., Ельцов К.Н., Зайцев-Зотов С.В., Климов А.Н., Шевлюга В.М. Сканер для сверхвысоковакуумного низкотемпературного сканирующего туннельного микроскопа. Приборы и техника эксперимента. 2007. № 3. С. 148–149.
- 10. Andryushechkin B.V., Shevlyuga V.M., Pavlova T.V., Zhidomirov G.M., Eltsov K.N., Adsorption of O₂ on Ag(111): Evidence of Local Oxide Formation. Physical Review Letters, PRL 117, 056101 (2016).
- 11. Дубовой А.П., Родионов Б.П., Егоров С.Д., Мазур С.П., Коротеев А.В., Степанов М.В., Хлюстов П.М. Многокластерная нанотехнологическая установка для исследования и изготовления наносхем для систем энергообеспечения космических аппаратов // Нанотехника. 2013. № 1(33). С. 91-104.
- 12. Zakhidov Al.A., Obraztsov A.N., Klesch V.I., Nanjundaswamy R., Zhang M., Fang S., Baughman R.H., Zakhidov A.A. Field emission of electrons by carbon nanotube twist-yarns. Applied Physics A: Materials Science & Processing. 2007. T. 88. № 4. C. 593-600.
- 13. Odobesco A.B., Nasretdinova V.F., Zaitsev-Zotov S.V., Loginov B.A., Loginov V.B. An ultrahigh vacuum device for measuring the conductivity of surface structures by a four-probe method based on a closed-cycle refrigerator. Instruments and Experimental Techniques. 2010. T. 53. № 3. C. 461-467.
- 14. Маслеников И., Гладких Е., Усеинов А., Решетов В., Логинов Б. Построение объемных карт механических свойств в режиме динамического механического анализа // НАНОИНДУСТРИЯ. 2016. № 2 (64). С. 36-41.

5-6 ДЕКАБРЯ

— 2019





ИДЕЯ

ЭФФЕКТИВНОЕ ПРОИЗВОДСТВО -

ключевое событие года, объединяющее в профессиональное сообщество более 1000 лидеров цифровизации в России

ГЛАВНАЯ ЦЕЛЬ

Создание единой рабочей площадки

для обсуждения реальных проблем производства в новых условиях, обмена опытом и развития эффективных партнерств

ПРОГНОЗ на 2019 год

- 1 500 участников из 80 регионов России
- 90 спикеров практиков
- 400 предприятий ВПК и гражданского сектора
- 50 заключенных контрактов
- 30 коммерческих и 30 информационных партнеров

ЦИФРОВОЕ ДЕЛОВОЕПРОСТРАНСТВО

F.MOCKBA www.oee-conf.ru

СООРГАНИЗАТОР

