

**Міністерство освіти і науки України
Луцький національний технічний університет**



ТЕХНІЧНІ СИСТЕМИ КОНТРОЛЮ МІКРО- ТА НАНОСИСТЕМНОЇ ТЕХНІКИ

методичні вказівки до лабораторних занять
для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти освітньої
програми «Мікро- та наносистемна техніка»
галузі знань 17 Електроніка, автоматизація та електронні комунікації
спеціальності 176 Мікро- та наносистемна техніка
денної та заочної форм навчання

Луцьк 2026

УДК 539.18(07)
Т38

Рекомендовано до видання вченою радою факультету робототехніки та штучного інтелекту ЛНТУ, протокол № __ від «__» _____ 2026 року.

Голова Вченої ради факультету РАІ _____ Анатолій ТКАЧУК

Електронна копія друкованого видання передана для внесення в репозитарій ЛНТУ

Директор бібліотеки _____ Наталія ПОЛІЩУК

Затверджено вченою радою факультету робототехніки та штучного інтелекту ЛНТУ, протокол № __ від «__» _____ 2026 року.

Розглянуто і схвалено на засіданні кафедри автоматизації та безпілотних систем ЛНТУ, протокол № __ від «__» _____ 2026 року.

Завідувач кафедри Ата БС _____ Лариса ГУМЕНЮК

Укладач: _____ Віктор ДЕНИСЮК, кандидат технічних наук, доцент кафедри автоматизації та автоматизації та безпілотних систем ЛНТУ.

Рецензент: _____ Олег КАЙДИК, кандидат технічних наук, доцент, доцент кафедри комп'ютерної інженерії та охоронних систем ЛНТУ.

Відповідальний за випуск: _____ Лариса ГУМЕНЮК, кандидат технічних наук, доцент, завідувач кафедри автоматизації та безпілотних систем ЛНТУ.

Т38 Технічні системи контролю мікро- та наносистемної техніки : методичні вказівки до лабораторних занять для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти освітньої програми «Мікро- та наносистемна техніка» галузі знань 17 Електроніка, автоматизація та електронні комунікації спеціальності 176 Мікро- та наносистемна техніка денної та заочної форм навчання / уклад. В.Ю. Денисюк. Луцьк: ЛНТУ, 2026. 64 с.

Методичні вказівки до лабораторних занять містять теоретичні відомості та основи роботи на скануючому зондовому та атомно-силовому мікроскопах, методики рентгеноспектрального та оже-електронного аналізу. Призначено для здобувачів вищої освіти спеціальності 176 Мікро- та наносистемна техніка денної та заочної форми навчання.

ВСТУП	4
Лабораторне заняття № 1	
Дослідження поверхні матеріалів методом скануючої тунельної мікроскопії	5
Лабораторне заняття № 2	
Дослідження поверхні матеріалів методом скануючої атомно-силової мікроскопії	24
Лабораторне заняття № 3	
Рентгеноспектральний аналіз	49
Лабораторне заняття № 4	
Оже-електронний аналіз матеріалів	54
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	61

ВСТУП

У розвитку економіки сучасних розвинутих країн високі фізичні технології відіграють вирішальну роль, саме такі технології визначають основні напрями науково-технічного і технологічного прогресу. Особливе місце в цьому ряду займають високі технології у стратегічних напрямках розвитку, зокрема в космічних галузях, в розвитку атомної промисловості, мікро-, нанoeлектроніці.

Важливою особливістю розвитку сучасних технологій є дослідження впливу поверхні та приповерхневих шарів на властивості наноматеріалів. Йдеться про вплив її атомної та електронної структури, кристалографії, локального елементного складу, інших фізико-хімічних характеристик поверхонь та меж їх розділу. Зацікавленість у дослідженні цих характеристик пов'язана з тим, що сучасні нанотехнології базуються на фізичних явищах, які відбуваються на поверхнях і в приповерхневих шарах конденсованих середовищ. Саме можливості таких нанотехнологій визначають сучасний розвиток техніки. Фундаментальні дослідження поверхневих явищ стимулюють розвиток новітніх матеріалів, появу найсучасніших приладів, які здатні виявити такі явища, що можуть бути, у свою чергу, застосовані для створення нових приладів і відкриття нових досі непізнаних ефектів.

Сучасні методи дослідження поверхонь різноманітні, швидко розвиваються, застосовують достатньо складний апарат для інтерпретації експериментальних даних, використовують складну фізичну апаратуру. Останніми роками в навчальній літературі з'явилося кілька видань, в яких викладаються методи дослідження фізики і хімії поверхневих явищ наноструктур та їх можливості і досягнення. Але в них відсутній систематичний розгляд поверхневих методів досліджень. У пропонованих методичних вказівках до лабораторних занять з дисципліни «Технічні системи контролю мікро- та наносистемної техніки» розглянуто лабораторні заняття з дослідження поверхні матеріалів методом скануючої тунельної мікроскопії, дослідження поверхні матеріалів методом скануючої атомно-силової мікроскопії, рентгеноспектральний аналіз, оже-електронний аналіз матеріалів.

Лабораторне заняття № 1

ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕРХНІ МАТЕРІАЛІВ МЕТОДОМ СКАНУЮЧОЇ ТУНЕЛЬНОЇ МІКРОСКОПІЇ

Мета роботи: вивчення теоретичних основ роботи й одержання навичок роботи на скануючому зондовому мікроскопі.

Завдання роботи:

1. Вивчити основи скануючої зондової мікроскопії.
2. Ознайомитися із принципом роботи і будовою скануючого зондового мікроскопа.
3. Навчитися робити зондовий датчик методом електрохімічного травлення.
4. Провести обробку зображень, отриманих у результаті сканування зразків на СЗМ.
5. Ознайомитися з електронними схемами системи керування СЗМ.
6. Оформити звіт про практичне заняття.

Теоретичні відомості

Скануюча зондова мікроскопія (СЗМ) – один з найбільш сучасних методів дослідження мікротопографії й локальних властивостей поверхні твердого тіла з високою просторовою роздільною здатністю. У цей час практично жодне дослідження в області фізики поверхні та тонкоплівкових технологій не обходиться без застосування методів СЗМ. У результаті значного прогресу в розробці та вдосконаленні чутливих елементів скануючих мікроскопів постійно з'являються принципово нові датчики й прилади. Так, в останні роки були створені іонний скануючий мікроскоп, скануючий мікроскоп на поверхневих плазмонах, фотонний скануючий тунельний мікроскоп тощо. Розвиток СЗМ послужив також основою для розвитку нових методів у нанотехнології – технології створення структур з нанометровими розмірами.

Скануючий тунельний мікроскоп (СТМ) – перший із сімейства зондових мікроскопів – був винайдений в 1981 році швейцарськими вченими Гердом Біннігом і Генріхом Рорером. У своїх роботах вони показали, що це досить простий і досить ефективний спосіб дослідження поверхні із просторовою роздільною здатністю аж до атомарної. Справжнє визнання дана методика одержала після візуалізації атомарної структури поверхні ряду матеріалів і, зокрема, реконструйованій поверхні кремнію. В 1986 році за створення тунельного мікроскопа Г. Біннігу й Г. Рореру була присуджена Нобелівська премія з фізики.

Слідом за тунельним мікроскопом протягом короткого часу були створені атомно-силовий мікроскоп (АСМ), магнітно-силовий мікроскоп (МСМ), електросиловий мікроскоп (ЕСМ), ближньопольний оптичний мікроскоп (БОМ) і багато інших приладів, що мають подібні принципи роботи

й називаються скануючими зондовими мікроскопами. У цей час зондова мікроскопія бурхливо розвивається як область техніки й прикладних наукових досліджень.

1.1 Тунелювання електронів через потенційний бар'єр

Принцип роботи СТМ заснований на явищі тунелювання електронів через вузький потенціальний бар'єр між металевим зондом і провідним зразком у зовнішньому електричному полі (рис. 1.1).

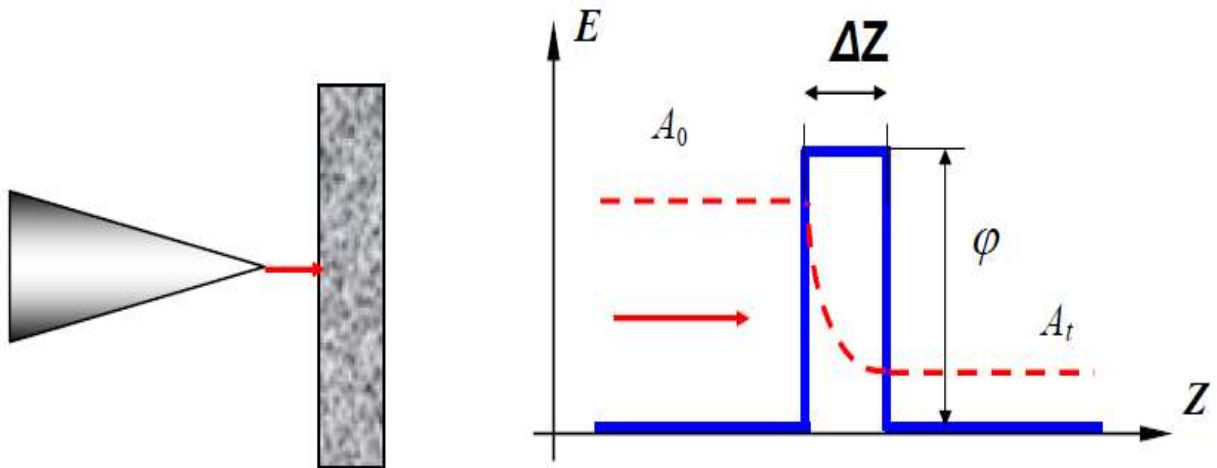


Рисунок 1.1 – Схема тунелювання електронів через потенціальний бар'єр у тунельному мікроскопі

У СТМ зонд підводять до поверхні зразка на відстані в декілька ангстрем. При цьому утворюється тунельно-прозорий потенціальний бар'єр, величина якого визначається, в основному, значеннями роботи виходу електронів з матеріалу зонда φ_P і зразка φ_S . При якісному розгляді бар'єр можна вважати прямокутним з ефективною висотою, рівною середній роботі виходу матеріалів:

$$\varphi^* = \frac{1}{2}(\varphi_P + \varphi_S). \quad (1.1)$$

Як відомо з курсу квантової механіки, ймовірність тунелювання електрона (коефіцієнт проходження) через одномірний бар'єр прямокутної форми дорівнює:

$$W = \frac{|A_t|^2}{|A_0|^2} \cong e^{-k\Delta Z}, \quad (1.2)$$

де A_0 – початкова амплітуда хвильової функції електрона, що рухається до бар'єра;

A_t – амплітуда хвильової функції електрона, що пройшов через потенціальний бар'єр;

k – константа загасання хвильової функції в області, що відповідає потенціальному бар'єру;

ΔZ – ширина потенціального бар'єра.

Для тунельного контакту двох металів константу загасання можна представити у вигляді:

$$k = \frac{4\pi\sqrt{2m\varphi^*}}{h}, \quad (1.3)$$

де m – маса електрона;

φ^* – середня робота виходу електрона;

h – постійна Планка.

На рисунку 1.2 типові енергетичні діаграми, пов'язані із процесом тунелювання через потенціальний бар'єр. Діелектричний шар між двома металами зображений у вигляді потенціального бар'єра прямокутної форми висотою φ . Положення рівня Фермі в незбуреному випадку (без зовнішнього поля) позначається як η .

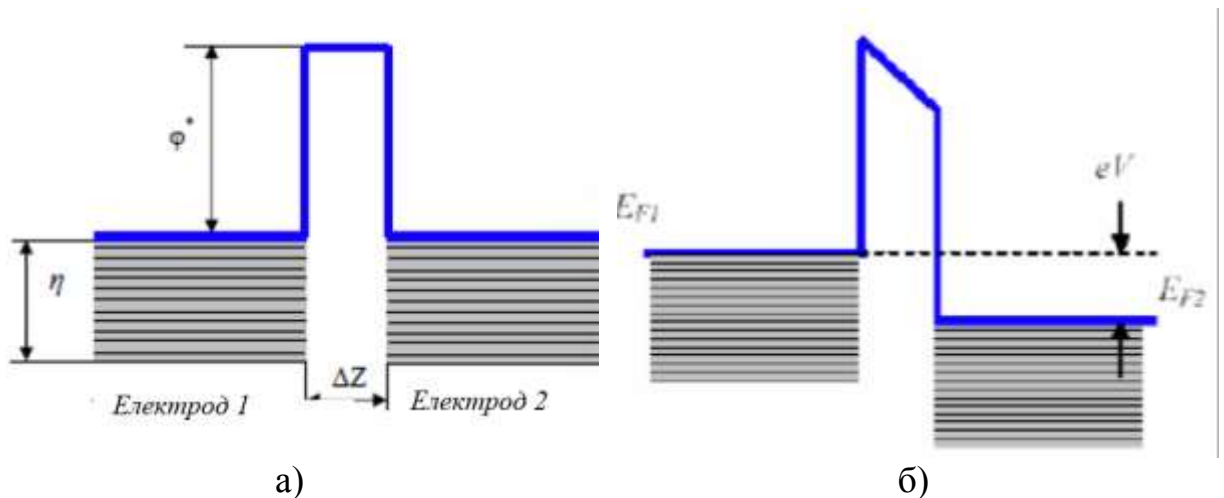


Рисунок 1.2 – Прямокутний потенціальний бар'єр у проміжку між металевими електродами: а) $V=0$, б) $e < \varphi^*$

Коли немає зовнішнього поля, електрони в контактах займають стани аж до енергії Фермі. Природно, що при кінцевій температурі рівень Фермі не має різкої границі. У цьому випадку електрони не можуть переходити з одного контакту, оскільки немає вільних місць, які він міг би зайняти. Нагадаємо, що із принципу Паулі потрібно, що в одному стані може перебувати тільки один електрон. Якщо контакт помістити в зовнішнє поле (рис. 1.2, б), то енергетичні рівні зрушуються на однакову величину рівну eV . У результаті, у правому контакті з'являються вільні місця, які можуть зайняти, у результаті тунелювання через бар'єр, електрони з лівого контакту. Таким чином, струм

переносять електрони з енергетичного шару шириною eV . Величина струму прямопропорційна різниці числа електронів у лівому і правому контакті, помноженої на ймовірність переходу за одиницю часу (1.2):

$$J = J(V)e^{-k\Delta Z}. \quad (1.4)$$

У виразі (1.4) величина $J(V)$ вважається незалежною від зміни відстані зонд-зразок. Для типових значень роботи виходу ($\phi \sim 4$ еВ) значення константи загасання $k = 2 \text{ \AA}^{-1}$, так що при зміні ΔZ на $\sim 1 \text{ \AA}$ величина струму змінюється на порядок.

1.2 Методи одержання зображень у СТМ

Експоненціальна залежність тунельного струму від відстані дозволяє здійснювати регулювання відстані між зондом і зразком у тунельному мікроскопі з дуже високою точністю. На цьому засновано принцип роботи СТМ, що являє собою електромеханічну систему з негативним зворотнім зв'язком. Система зворотного зв'язку підтримує величину тунельного струму між зондом і зразком на заданому рівні (I_0), що обраний оператором. Підтримка заданої величини тунельного струму здійснюється за рахунок зміни розміру п'єзокераміки у вертикальному напрямку (а, отже, переміщення зонда мікроскопа уздовж осі Z) у відповідність із рельєфом поверхні (рис. 1.3).

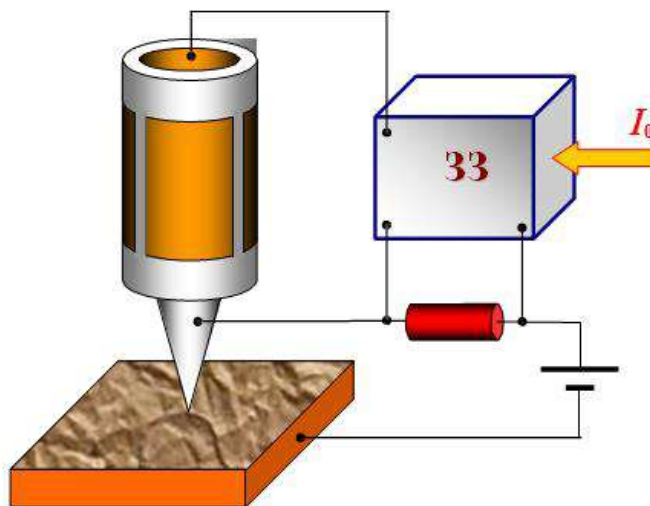


Рисунок 1.3 – Спрощена схема організації зворотного зв'язку за тунельним струмом

Зондом служить тонке металеве вістря, змонтоване на електромеханічному приводі (X, Y, Z – позиція). Коли таке вістря підводиться до ділянки досліджуваної поверхні на відстань $\leq 10 \text{ \AA}$, то при прикладенні між вістрям і зразком невеликої (від $0,01$ до 10 В) напруги зсуву V_s через вакуумний проміжок ΔZ починає протікати тунельний струм порядку 10^{-9} А .

Вважаючи, що електронні стани (орбіталі) локалізовані на кожній

атомній ділянці при скануванні поверхні зразка в напрямку X і/або Y з одночасним вимірюванням вихідного сигналу в ланцюзі Z можна одержати картину поверхневої структури на атомному рівні. Ця структура може бути відображена у двох режимах. У режимі постійного тунельного струму (рис. 1.4,а) зонд переміщається уздовж поверхні, здійснюючи растрове сканування; при цьому зміна напруги на Z -електроді п'єзоелемента в ланцюзі зворотного зв'язку (що з великою точністю повторює рельєф поверхні зразка) записується до пам'яті комп'ютера у вигляді функції $Z = f(x,y)$, а потім відтворюється засобами комп'ютерної графіки.

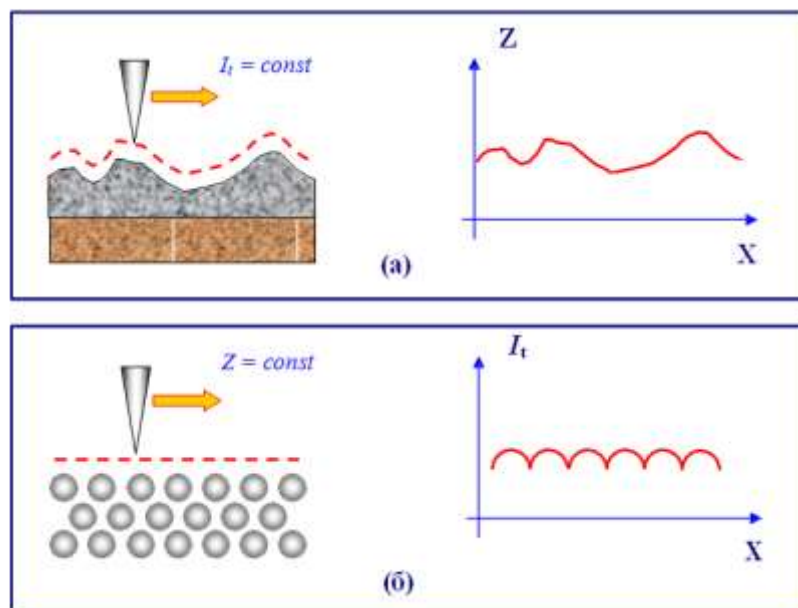


Рисунок 1.4 – Формування СТМ зображень поверхні за методом постійного тунельного струму (а) і постійної середньої відстані (б)

При дослідженні атомарно гладких поверхонь часто більш ефективним виявляється одержання СТМ зображення поверхні в режимі постійної висоти $Z = \text{const}$. У цьому випадку зонд рухається над поверхнею на відстані декількох ангстрем, при цьому зміни тунельного струму реєструються в якості СТМ зображення поверхні (рис. 1.4, б). Сканування проводиться або при відключеному ЗЗ, або зі швидкостями, що перевищують швидкість реакції ЗЗ, так що ЗЗ відпрацьовує тільки плавні зміни рельєфу поверхні. У цьому способі реалізуються дуже високі швидкості сканування й висока частота одержання СТМ зображень, що дозволяє вести спостереження за змінами, що відбуваються на поверхні, практично в реальному часі.

Роздільна здатність СТМ у напрямку нормалі до поверхні досягає часток ангстрема. Латеральна ж роздільна здатність залежить від якості зонда й визначається, в основному, не макроскопічним радіусом кривизни кінчика вістря, а його атомарною структурою. При правильній підготовці зонда на його кінчику перебуває або одиночний виступаючий атом, або невеликий кластер атомів, що дозволяє локалізувати тунельний струм з розмірів поверхонь, багато менших, ніж характерний радіус кривизни вістря (рис. 1.5).

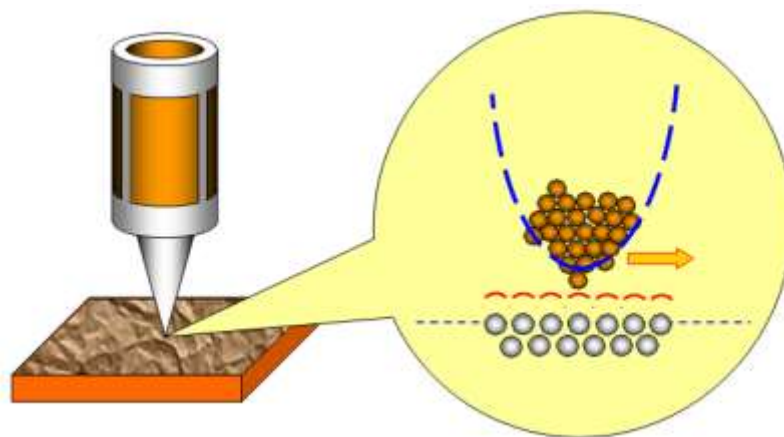


Рисунок 1.5 – Реалізація атомарної роздільної здатності в скануючому тунельному мікроскопі

Розмір такого виступу над поверхнею зонда становить величину порядку періоду кристалічних решіток. Оскільки залежність тунельного струму від відстані експонентна, то струм у цьому випадку проходить, в основному, між поверхнею зразка й виступаючим атомом на кінчику зонда.

За допомогою таких зондів отримано просторове розширення аж до атомарного, що продемонстровано на зразках з різних матеріалів.

1.3 Методика вимірювання локальної роботи виходу в СТМ

Для неоднорідних зразків тунельний струм є не тільки функцією відстані від зонда до зразка, але й залежить від значення локальної роботи виходу електронів у даному місці поверхні. Для одержання інформації про розподіл роботи виходу застосовується метод модуляції відстані зонд-зразок ΔZ (рис.1.6).

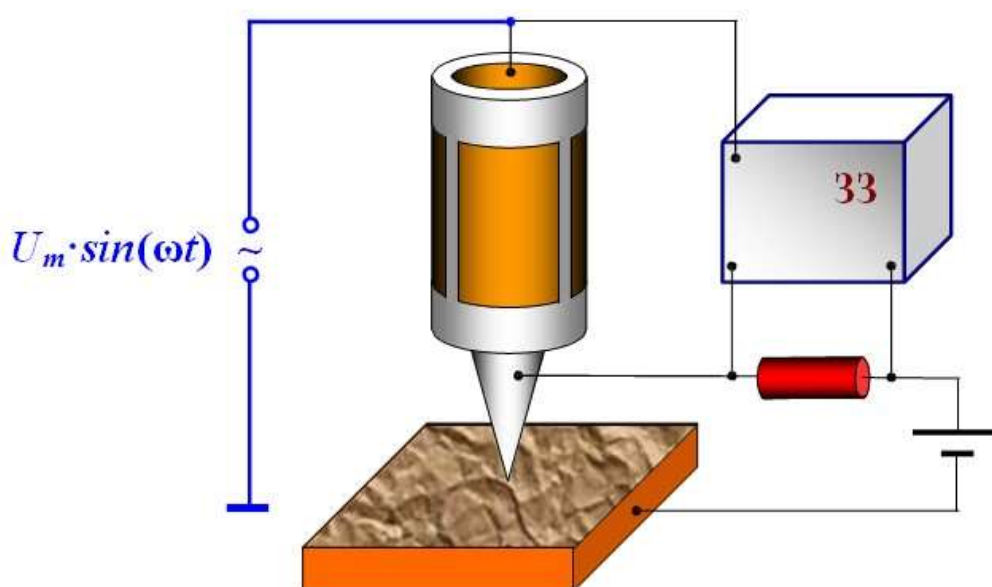


Рисунок 1.6 – Схема реєстрації локальної роботи виходу

Із цією метою в процесі сканування до керуючої напруги на Z-електроді сканера додається змінна напруга із зовнішнього генератора на частоті ω . Тоді напругу на Z-електроді сканера можна представити у вигляді:

$$U = U_0(t) + U_m \sin(\omega t). \quad (1.5)$$

Це приводить до того, що відстань зонд-зразок виявляється промодульованою на частоті ω :

$$\Delta Z(t) = \Delta Z_0(t) + \Delta Z_m \sin(\omega t), \quad (1.6)$$

де ΔZ_m і U_m зв'язані між собою через коефіцієнт електромеханічного зв'язку п'єзосканера K :

$$K = \frac{\Delta Z_m}{U_m}. \quad (1.7)$$

Частота ω вибирається вище частоти смуги пропускання петлі зворотного зв'язку для того, щоб система зворотного зв'язку не могла відпрацьовувати дані коливання зонда. Амплітуда змінної напруги U_m вибирається досить малою, щоб коливання тунельного проміжку також були малими.

У свою чергу, коливання відстані зонд-зразок приводять до того, що з'являється змінна складова струму на частоті ω :

$$I_t \cong I_0(V) e^{-\alpha \sqrt{\phi^*} (\Delta Z_0 + \Delta Z_m \sin(\omega t))}, \quad (1.8)$$

де $\alpha = \frac{2}{h} \sqrt{2m}$.

Оскільки амплітуда сигналу модуляції й відповідно амплітуда коливань тунельного проміжку малі, тунельний струм може бути представлений у вигляді:

$$I_t \cong I_0(V) e^{-\alpha \sqrt{\phi^*} \Delta Z_0} (1 - \alpha \sqrt{\phi^*} \Delta Z_m \sin(\omega t)). \quad (1.9)$$

Таким чином, амплітуда малих коливань тунельного струму на частоті ω виявляється пропорційна квадратному кореню з величини локальної роботи виходу електронів з поверхні зразка:

$$I_\omega = I_0 \frac{2KU_m}{h} [2m\phi^*(x, y)]^{\frac{1}{2}}. \quad (1.10)$$

Таким чином, детектуючи амплітуду коливань тунельного струму в кожній точці кадру, можна побудувати одночасно з рельєфом $Z = f(x,y)$ розподіл величини локальної роботи виходу $\phi(x,y)$ на досліджуваній ділянці поверхні.

1.4 Тунельна спектроскопія

Якщо спостерігати СТМ-зображення при різних напругах зсуву V_s або, відключивши на короткий час ланцюг зворотного зв'язку, зняти залежність тунельного струму I_t від V_s при постійному значенні зазору ΔZ між вістрям і зразком, можна одержати картину розподілу обірваних зв'язків, а також інших електронних станів, що відповідають різним енергіям, оскільки в процесі тунелювання в цьому випадку будуть брати участь електрони з різними енергіями (із зони провідності, валентної зони, локалізованих станів). Подальший розвиток цього підходу привів до появи скануючої тунельної спектроскопії, при якій вимірюється залежність $dI_t/dV_s = f(V_s)$, безпосередньо пов'язана із густиною станів в околиці рівня Фермі.

Скануючий тунельний мікроскоп дозволяє одержувати вольт-амперні характеристики (ВАХ) тунельного контакту зонд-поверхня в будь-якій точці поверхні й досліджувати локальні електричні властивості зразка. Для характерних напруг на тунельному контакті порядку 0,1 – 1 В й тунельних струмів на рівні 0,1 – 1 нА опір тунельного контакту R_t становить $10^8 \div 10^{10}$ Ом. Як правило, опір досліджуваних у СТМ зразків R_s суттєво менший R_t , і характер ВАХ визначається, в основному, властивостями невеликої області зразка поблизу тунельного контакту (рис. 1.7).

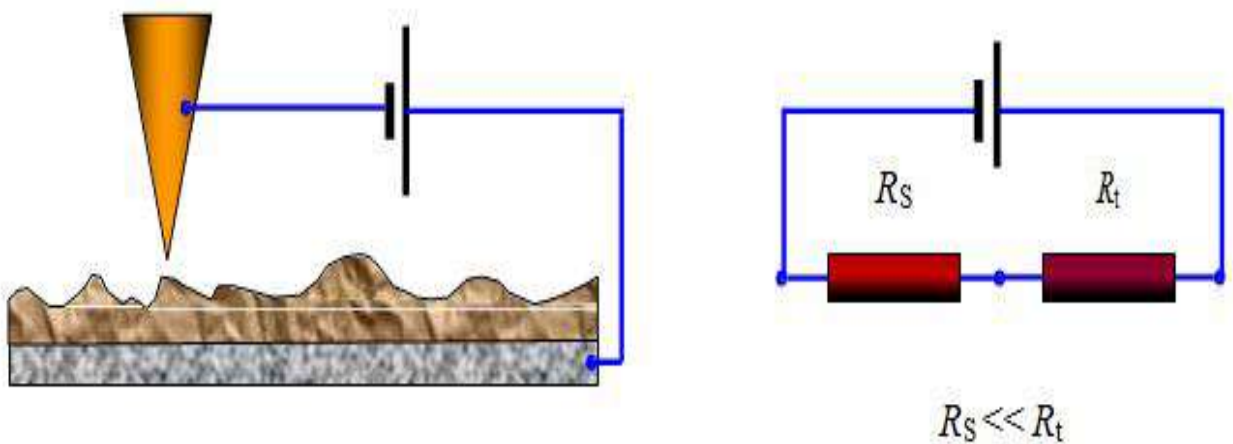


Рисунок 1.7 – Еквівалентна схема тунельного контакту за постійним струмом

Характер тунельної ВАХ суттєво залежить від енергетичного спектра електронів у зразку. На рисунку 1.8 наведена енергетична діаграма тунельного контакту двох металів.

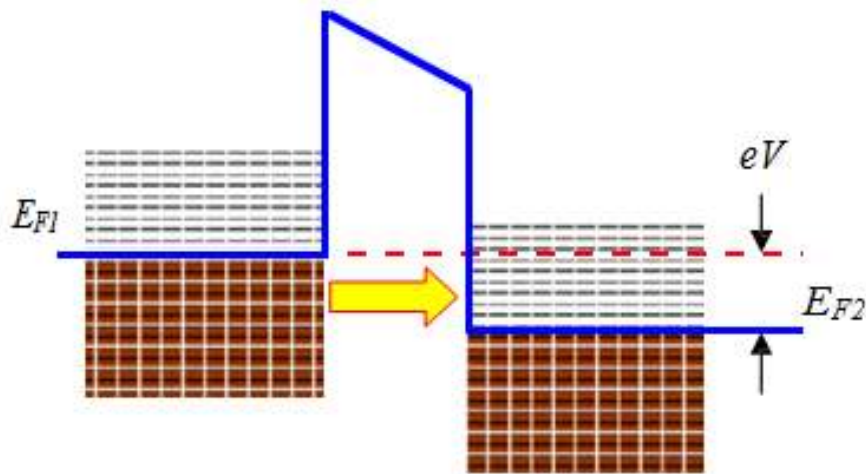


Рисунок 1.8 – Енергетична діаграма тунельного контакту двох металів

У тунельному струмі беруть участь, в основному, електрони з енергіями поблизу рівня Фермі. При прямому зміщенні (рис. 1.8) електрони тунелюють із заповнених станів зони провідності зонда на вільні стани зони провідності зразка. При зворотному зміщенні електрони тунелюють зі зразка в зонд. Величина тунельного струму визначається напругою зміщення, коефіцієнтом прозорості бар'єра й густиною станів поблизу рівня Фермі. У наближенні квазінеперервного спектра електронів вираз для тунельного струму може бути представлено в наступному вигляді:

$$dI = A \cdot D(E) \rho_p(E) f_p(E) \rho_s(E) (1 - f_s(E)) dE, \quad (1.11)$$

де A – деяка постійна;

$D(E)$ – прозорість бар'єру;

$\rho_p(E)$, $\rho_s(E)$ – густина станів у матеріалі зонду та досліджуваного зразка, відповідно;

$f(E)$ – функція розподілу Фермі.

У найпростішому випадку прямокутного бар'єра при низьких температурах і в припущенні, що густина станів поблизу рівня Фермі в металі зонда практично постійна, вираз для струму можна записати у вигляді:

$$I(V) = B \int_0^{eV} \rho_s(E) dE. \quad (1.12)$$

В цьому випадку залежність тунельного струму від напруги визначається, в основному, густиною станів в енергетичному спектрі зразка. На практиці величину $\rho_s(E)$ оцінюють за величиною похідної тунельного струму по напрузі:

$$\rho_s(eV) \approx \frac{\partial I}{\partial V}. \quad (1.13)$$

Дослідження локальних тунельних спектрів різних матеріалів проводять, як правило, в умовах високого вакууму (оскільки тунельний струм дуже чутливий до стану поверхні досліджуваних зразків) і при низьких температурах (тому що теплові порушення сильно розмивають особливості в електронних спектрах).

Що стосується самих СТМ-зображень, то виявилося, що зображення, отримані при різних V_s (тобто відповідним різним енергетичним станам) виглядають по-різному (рис. 1.9, (а), (б)). Так, виступи, що спостерігаються на зображенні заповнених станів (рис. 1.9, а), тунелюванням у зону провідності через обірвані зв'язки адатомів (нагадаємо, адатом, або адсорбований атом – атом, що перебуває на поверхні кристала у процесі росту при молекулярно-променевої епітаксії, але ще не вмонтувався у кристалічну решітку), у той час як западини, видимі на зображенні незаповнених станів, визначаються тунелюванням електронів з валентної зони або локалізованих станів кремнію через обірвані зв'язки (rest) – атомів (так називають атоми першого поверхневого шару) і атомів, розташованих у кутових ямках.

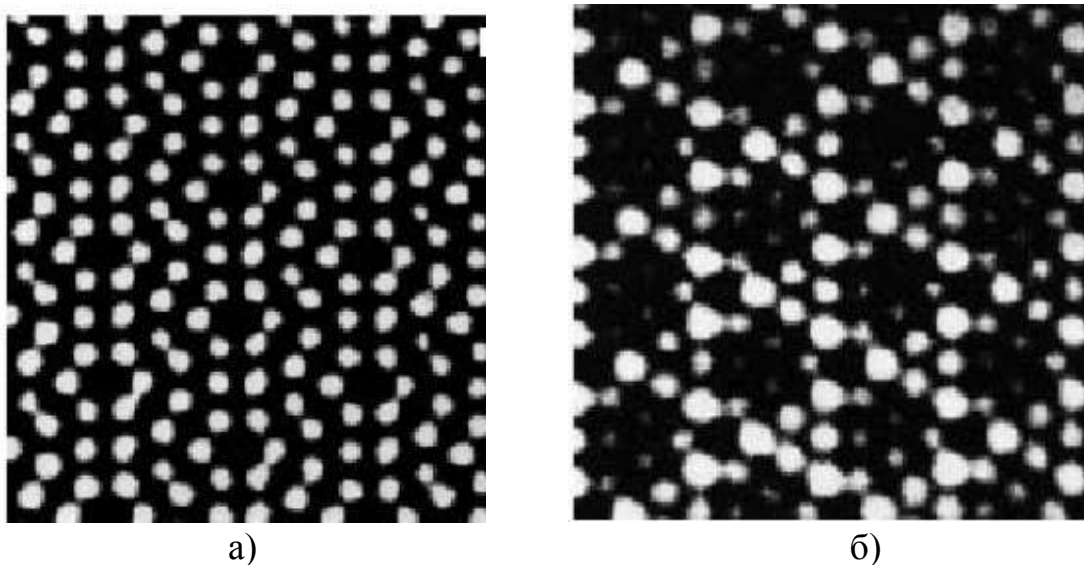


Рисунок 1.9 – СТМ-зображення поверхні Si(111) – 7x7 при різних напругах зсуву: а – $V_s = + 2,4$ В (зображення заповнених станів, електрони тунелюють з вістря в зразок); б – $V_s = - 2,4$ В (зображення незаповнених станів, електрони тунелюють зі зразка у вістря – зонд)

Таким чином, СТМ здатний відображати локалізовані стани електронів, зокрема, розподіл щільності станів у прямому просторі й розташування рівнів на енергетичній шкалі. Але це означає, що СТМ дозволяє спостерігати не самі атоми, а розподіл у просторі навколо атомів щільності електронів різної енергії і дає не просто топографію, а скоріше зображення електронної структури поверхні в околиці рівня Фермі. Ця обставина, з одного боку, істотно підвищує інформативність методу, тому що саме поведінка електронів, енергія яких близька до рівня Фермі, визначає основні властивості поверхні, з іншого боку – ускладняє розшифровку істинних поверхневих атомних структур.

Істотний внесок у тунельний струм дають також поверхневі стани й рівні енергії, пов'язані з адсорбованими на поверхні чужорідними атомами. Неконтрольована присутність на поверхні адсорбованих атомів сильно ускладнює інтерпретацію одержуваних в експерименті тунельних спектрів. Крім того, теплові порушення приводять до значного розширення дискретних рівнів енергії, що відповідають локалізованим станам, а також сильно розмивають положення країв зони провідності й валентної зони. Тому дослідження локальних тунельних спектрів напівпровідникових матеріалів проводять в умовах високого вакууму. Неконтрольована присутність на поверхні адсорбованих атомів сильно ускладнює інтерпретацію одержуваних в експерименті тунельних спектрів. Крім того, теплові порушення призводять до значного розширення дискретних рівнів енергії, що відповідають локалізованим станам, а також сильно розмивають положення країв зони провідності й валентної зони. Як приклад на рисунку 1.10 наведений тунельний спектр зразка GaAs.

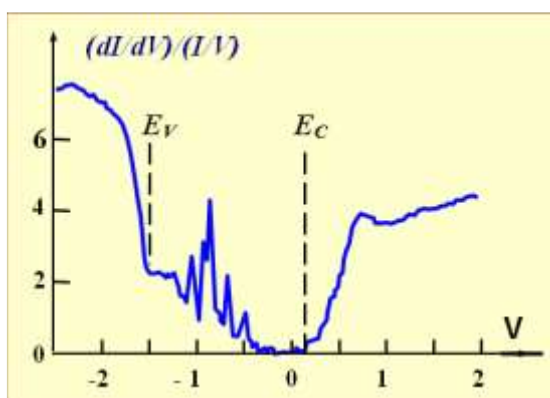


Рисунок 1.10 – СТМ спектр поверхні кристала n-GaAs

Тунельні спектри дозволяють визначити положення країв зони провідності й валентної зони відносно рівня Фермі, а також ідентифікувати спектральні піки, пов'язані із домішковими станами усередині забороненої зони напівпровідників.

1.5 Виготовлення зондів для тунельних мікроскопів

У скануючих тунельних мікроскопах використовуються зонди декількох типів. На початку широке поширення одержали зонди, виготовлені з вольфрамового дроту методом електрохімічного травлення. Дана технологія була добре відома й використовувалася для приготування емітерів для автоіонних мікроскопів. Процес виготовлення СТМ зондів за даною технологією виглядає наступним чином. Заготовка з вольфрамового дроту закріплюється так, щоб один з її кінців проходив крізь провідну діафрагму (Д) і поринав у водяний розчин лугу КОН (рис. 1.11). Контакт між діафрагмою й вольфрамовим дротом здійснюється за допомогою краплі КОН, розташованої в отворі діафрагми.

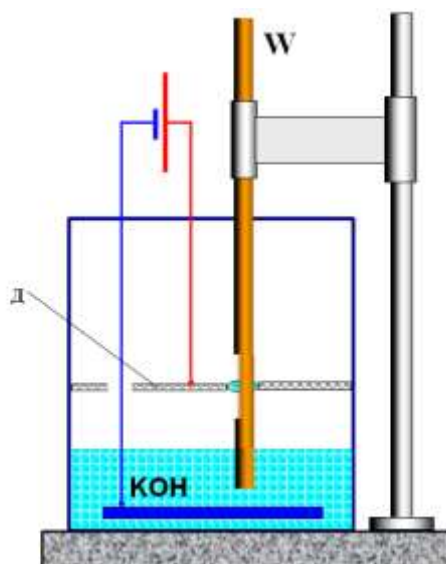


Рисунок 1.11 – Схема виготовлення СТМ зондів з вольфрамового дроту за допомогою електрохімічного травлення

При пропусканні електричного струму між діафрагмою й електродом, розташованим у розчині КОН, відбувається перетравлювання заготовки. У міру травлення товщина області, що перетравлюється, стає настільки малою, що відбувається розрив заготовки за рахунок ваги нижньої частини. При цьому нижня частина падає, що автоматично розриває електричне коло й зупиняє процес травлення.

Інша широко застосовувана методика приготування СТМ зондів – перерізання тонкого дроту з PtIr сплаву за допомогою звичайних ножиців. Перерізання проводиться під кутом порядку 45 градусів з одночасним натягом P дроту на розрив (рис. 1.12).

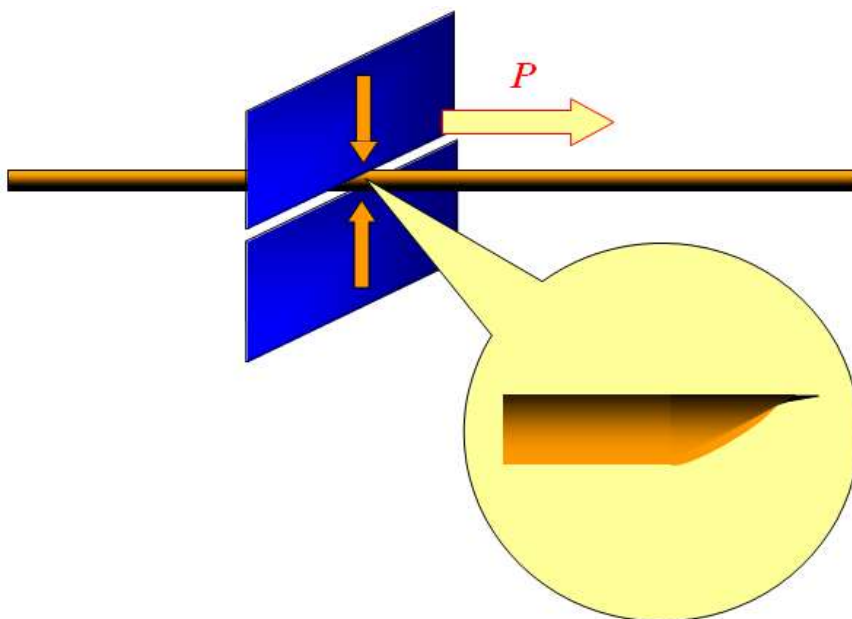


Рисунок 1.12 – Схематичне зображення процесу формування СТМ вістря при перерізанні дроту з PtIr сплаву

Процес формування вістря в цьому випадку частково подібний із процесом виготовлення вістря з вольфраму. При перерізанні відбувається пластична деформація дроту в місці різання й обрив її під дією розтяжного зусилля P . У результаті в місці розрізу формується витягнуте вістря з нерівним (рваним) краєм із численними виступами, один з яких і являється робочим елементом СТМ зонда. Дана технологія виготовлення СТМ зондів застосовується зараз практично у всіх лабораторіях і майже завжди забезпечує гарантований атомарний дозвіл при СТМ дослідженнях поверхні.

1.6 Опис СЗМ типу Р 4-SPM-MDT

СЗМ складається з основи із віброзахисною підвіскою, підвісної платформи із установленим на ній кроковим двигуном для переміщення п'єзосканера. На п'єзосканері є кріплення для досліджуваних зразків. Його вертикальне переміщення по осі Z контролюється зворотним зв'язком, а переміщення в площині задає площа сканування. Двигун із системою грубого підведення забезпечують підведення зразка до зонда в зону робочого діапазону сканера. У основі мікроскопа розміщена електронна плата – процесор, що керує роботою мікроскопа (рис. 1.13).

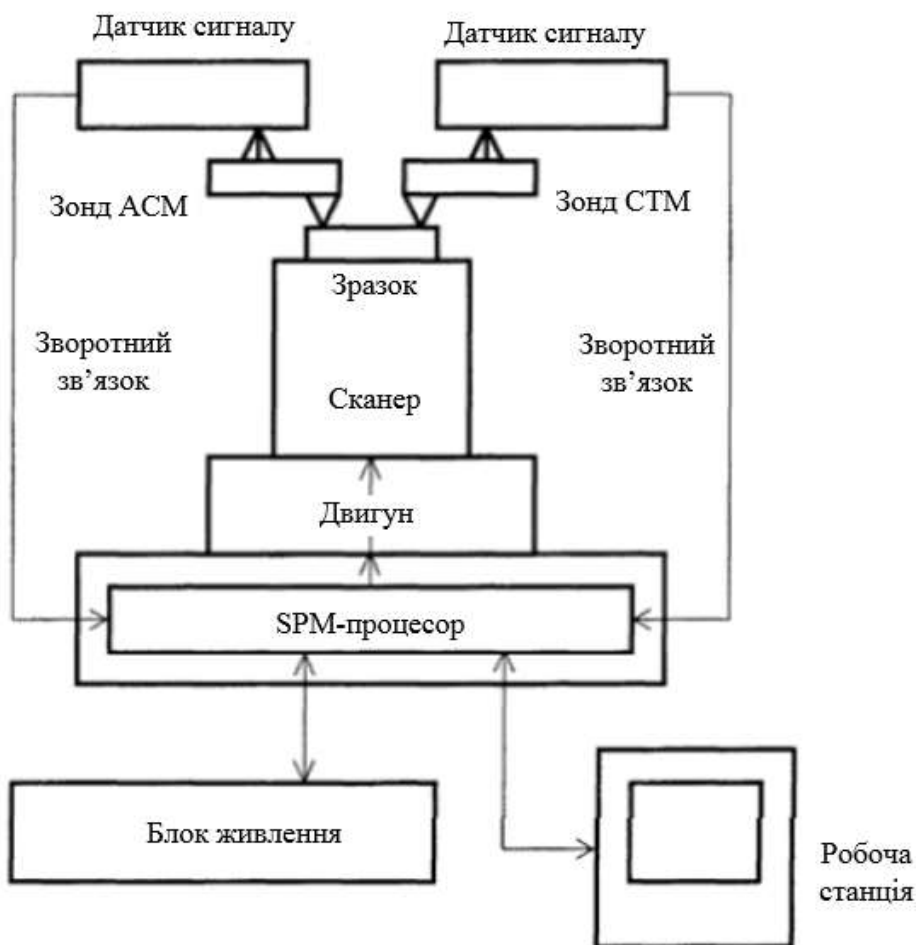


Рисунок 1.13 – Схема взаємодії компонентів СЗМ

На платформу встановлюється головка СЗМ, що може працювати як у режимі СТМ, так і в режимі скануючого атомно-силового мікроскопа (АСМ) залежно від того, який на неї поставлений юстировочний столик – з голкою СТМ або з кантилевером АСМ. Струм, що протікає через діелектричний проміжок між голкою СТМ і зразком у процесі сканування, підсилюється у передпідсилювачі, встановленому на том же юстировочному столику, що й голка, і попадає в ланцюг зворотного зв'язку, а також після АЦП стає сигналом, що реєструється програмою обробки та побудови зображень скануючої поверхні.

Інформація яка зчитується в процесі сканування передається на робочу станцію – IBM PC сумісний комп'ютер, за допомогою якого здійснюється керування мікроскопом.

1.7 Керування роботою СТМ

Схема системи керування СТМ представлена на рисунку 1.14.

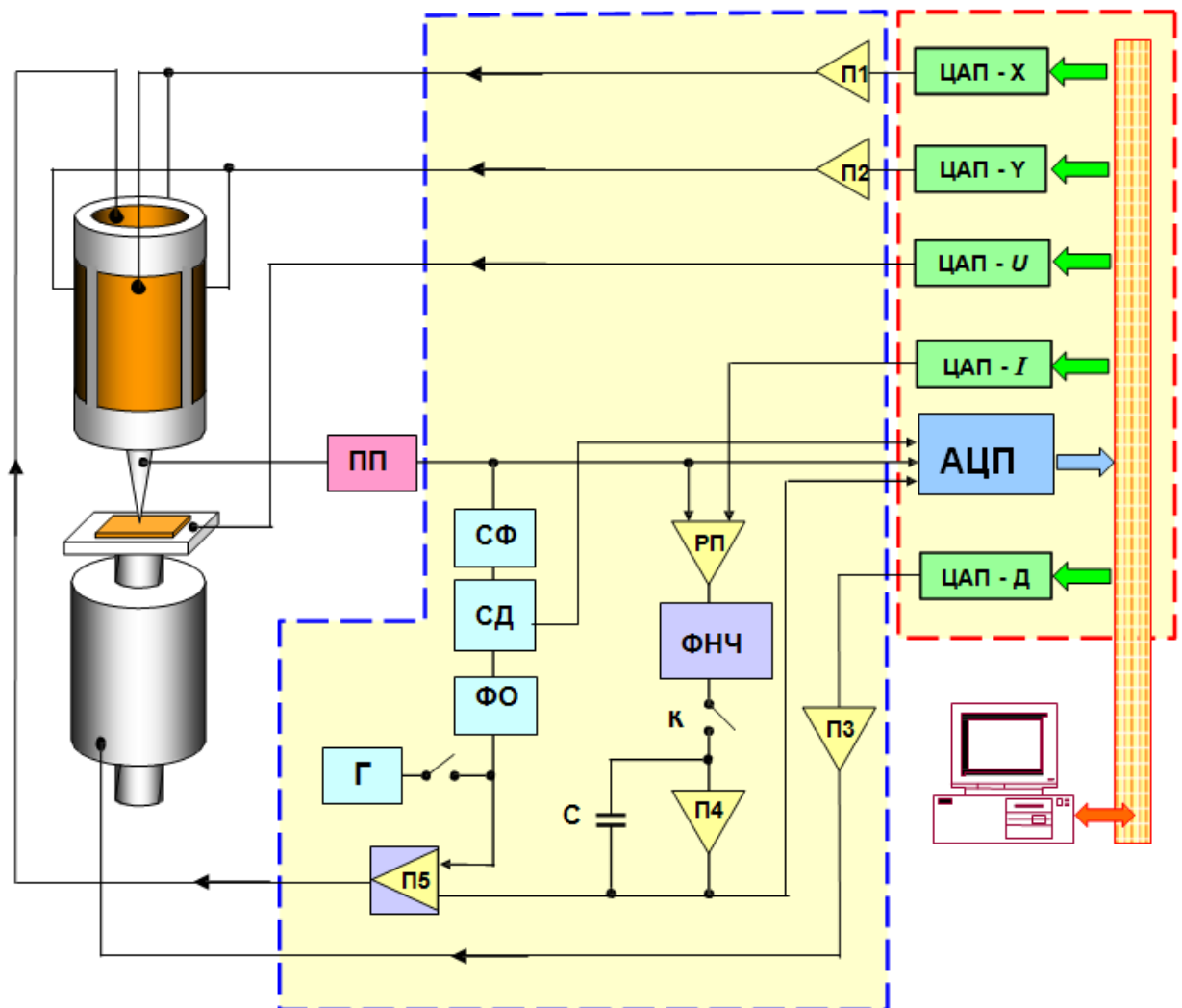


Рисунок 1.14 – Схема системи керування скануючого тунельного мікроскопа

Система керування СТМ складається із цифрової частини, реалізованої на базі персонального комп'ютера, і аналогової частини, виконаної зазвичай у вигляді окремого блоку. Цифрова частина складається з набору ЦАП і АЦП і виділена на схемі червоною пунктирною лінією. Аналогова частина показана на схемі синьою пунктирною лінією. Напруга на тунельному проміжку задається оператором за допомогою ЦАП – U , а підтримуваний системою зворотного зв'язку струм – за допомогою ЦАП – I . Двоканальні цифро-аналогові перетворювачі ЦАП – X і ЦАП – Y служать для формування рядкових і кадрових розгортки. Петля зворотного зв'язку складається з попереднього підсилювача ПП, конструктивно розташованого у вимірювальній головці СТМ, різницевого підсилювача РП, фільтра низьких частот ФНЧ, підсилювачів П4 і П5, п'єзоперетворювача тунельного проміжку, що регулює величину.

Перед початком роботи оператор встановлює робочі параметри тунельного струму й напруги і включає систему зближення зонда та зразка. При цьому керуюча напруга подається на двигун із ЦАП – D . У початковому стані струм у петлі зворотного зв'язку відсутній, і сканер максимально витягнутий у напрямку до зразка. З появою тунельного струму зворотний зв'язок відсуває сканер, і система переходить у режим точної установки зразка. У цьому режимі відбувається спільний рух зразка й відсунення (системою ЗЗ) зонда доти, поки сканер не стане в середину свого динамічного діапазону. При цьому в петлі зворотного зв'язку підтримується постійним вибране оператором значення тунельного струму.

Сканування зразка здійснюється при подачі напруг пилкоподібної форми на зовнішні електроди трубчастого сканера за допомогою двоканальних ЦАП – X і ЦАП – Y та двоканальних високовольтних підсилювачів П1 і П2. При скануванні система зворотного зв'язку підтримує постійним тунельний струм. Це відбувається наступним чином. Реальне миттєве значення тунельного струму I_t порівнюється на різницевому підсилювачі зі значенням I_0 , заданим оператором. Різницевий сигнал ($I_t - I_0$) підсилюється (підсилювачами П4 і П5) та подається на внутрішній Z -електрод сканера. Таким чином, при скануванні напруга на Z -електроді сканера виявляється пропорційною рельєфу поверхні. Сигнал з виходу підсилювача П4 записується за допомогою АЦП як інформація про рельєф поверхні.

Для одержання інформації про розподіл локальної роботи виходу сигнал з генератора Γ підмішується на підсилювачі П5 до напруги на Z -електроді. Відповідний компонент тунельного струму на частоті ω виділяється смуговим фільтром СФ і детектується за допомогою синхронного детектора СД, на який також подається опорна напруга з генератора. Фаза сигналів синхронізується за допомогою фазообертача ФО. Амплітуда струму на частоті ω записується у пам'ять комп'ютера за допомогою АЦП як сигнал, пропорційний локальній роботі виходу.

Реєстрація ВАХ тунельного контакту в заданій точці зразка здійснюється наступним чином. Зворотний зв'язок розривається на короткий

час електронним ключем К. Напруга на внутрішньому електроді п'єзотрубки підтримується постійною за допомогою конденсатора С, так що зонд на короткий час зависає над поверхнею. Після цього із ЦАП – U на тунельний проміжок подається напруга $U(t)$ пілкоподібної форми, і синхронно з ним в АЦП записується інформація про тунельний струм з виходу попереднього підсилювача ПП. Після цього ключ К замикається, і система зворотного зв'язку відновлює стан тунельного контакту, відповідний до умови $I_t = \text{const}$. При необхідності процедура зняття ВАХ повторюється N разів для формування усереднених залежностей тунельного струму від напруги.

1.8 Формування та обробка СЗМ зображень

Процес сканування поверхні в СЗМ має подібність із рухом електронного променя по екрані в електронно-променевій трубці телевізора. Зонд рухається уздовж лінії (рядка) спочатку в прямому, а потім у зворотному напрямку (рядкове розгорнення), потім переходить на наступний рядок (кадрове розгорнення). Рух зонда здійснюється за допомогою сканера невеликими кроками під дією пілкоподібних напруг, формованих цифро-аналоговими перетворювачами. Реєстрація інформації про рельєф поверхні виробляється, як правило, на прямому проході.

Інформація, отримана за допомогою скануючого зондового мікроскопу, зберігається у вигляді СЗМ кадру – двовимірного масиву цілих чисел a_{ij} (матриці). Фізичний сенс даних чисел визначається тією величиною, що оцифровувалася у процесі сканування. Кожному значенню пари індексів ij відповідає певна точка поверхні у межах поля сканування. Координати точок поверхні обчислюються за допомогою простого множення відповідного індексу на величину відстані між точками, у яких вироблявся запис інформації:

$$x_i = x_0 i, \quad y_j = y_0 j.$$

де x_0 і y_0 – відстані між сусідніми точками уздовж осі X і Y , у яких вироблявся запис інформації. Як правило, СЗМ кадри являють собою квадратні матриці, що мають розмір 2^n (в основному 256×256 і 512×512 елементів).

Візуалізація СЗМ кадрів проводиться засобами комп'ютерної графіки, в основному, у вигляді тривимірних (3D) і двовимірних яркісних (2D) зображень. При 3D візуалізації зображення поверхні $Z = f(x, y)$, що відповідає СЗМ даним, будується в аксонометричній перспективі за допомогою пікселів або ліній. На додаток до цього використовуються різні способи підсвічування пікселів, що відповідають різній висоті рельєфу поверхні. Найбільш ефективним способом розфарбування 3D зображень є моделювання умов підсвічування поверхні точковим джерелом, розташованим у деякій точці простору над поверхнею (рис. 1.15). При цьому вдається підкреслити дрібномасштабні нерівності рельєфу. Також засобами комп'ютерної обробки

й графіки реалізуються масштабування й обертання 3D СЗМ зображень. При 2D візуалізації кожній точці поверхні $Z = f(x,y)$ ставиться у відповідність колір.

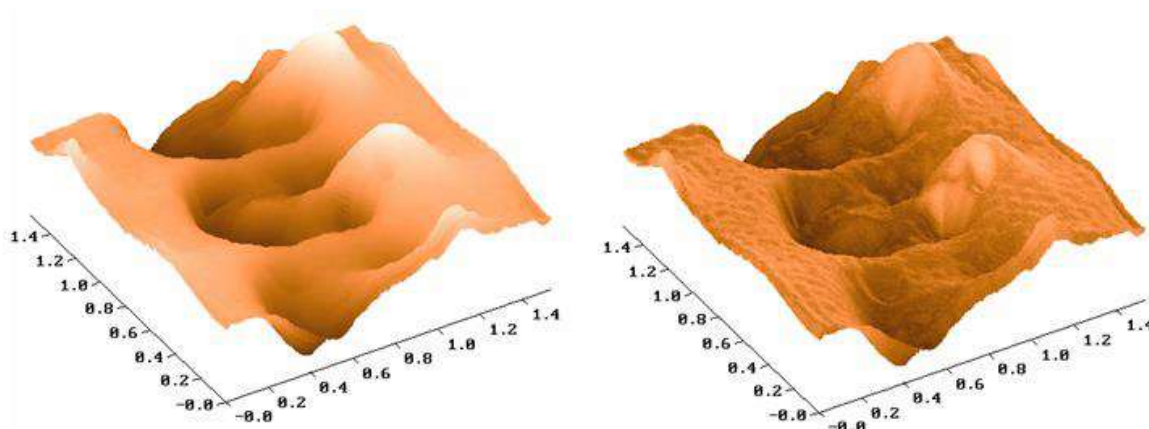


Рисунок 1.15 – 3D візуалізація рельєфу поверхні з підсвічуванням по висоті (а) і з бічним підсвічуванням (б)

Найбільш широко використовуються градієнтні палітри, у яких розфарбування зображення проводиться тоном певного кольору відповідно до висоти точки поверхні.

На рисунку 1.16 для прикладу наведено 2D і 3D зображення ділянки поверхні високоорієнтованого піролітичного графіту (ВОПГ). СЗМ зображення, поряд з корисною інформацією, містять також багато побічної інформації, що спотворює дані про морфологію і властивості поверхні.

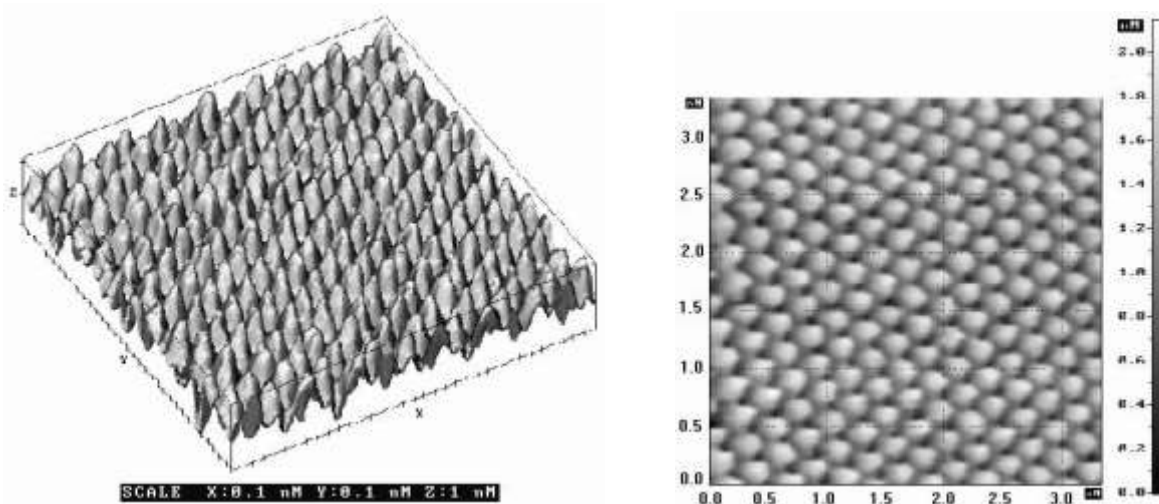


Рисунок 1.16 – СТМ-зображення ВОПГ: ліворуч – 3D; праворуч – 2D
ярісне зображення

Спотворення в СЗМ зображеннях поверхні, обумовлені неідеальністю апаратури (постійну складову, постійний нахил, неідеальність властивостей п'єзосканера) видаляються з СЗМ кадру програмними способами. Шуми апаратури (в основному, це шуми високочутливих вхідних підсилювачів), нестабільності контакту зонд-зразок при скануванні, зовнішні акустичні шуми

і вібрації приводять до того, що СЗМ зображення, поряд з корисною інформацією, мають шумову складову. Частково шуми СЗМ зображень також можуть бути вилучені програмними засобами.

1.9 Вимірювання вольт-амперних характеристик тунельного контакту

За допомогою СТМ можна вимірювати вольт-амперні характеристики (ВАХ) тунельного контакту в різних точках поверхні, що дозволяє судити про локальну провідність зразка й вивчати особливості локальної густини станів в енергетичному спектрі електронів. Для реєстрації вольт-амперних характеристик тунельного контакту в СТМ застосовується наступна процедура (рис. 1.17).

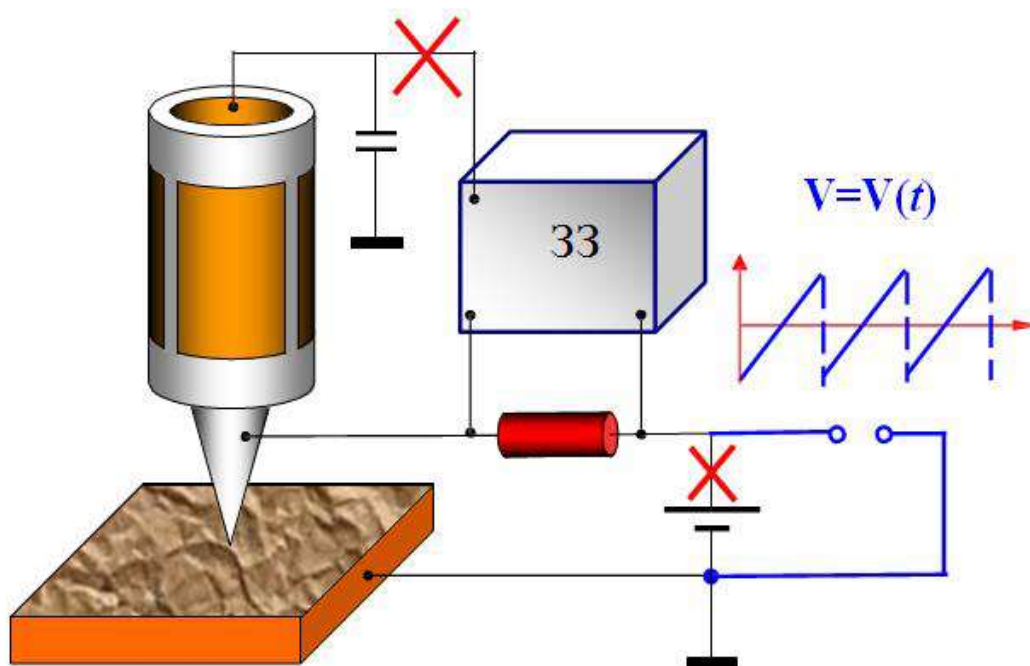


Рисунок 1.17 – Схема реєстрації ВАХ тунельного проміжку СТМ

На СТМ зображенні поверхні вибирається область зразка, у якій передбачається зробити вимірювання. Зонд СТМ виводиться сканером у відповідну точку поверхні. Для одержання ВАХ контакту зворотний зв'язок на короткий час розривається, і до тунельного проміжку прикладається лінійно наростаюча напруга. При цьому синхронно зі зміною напруги реєструється струм, що проходить через тунельний контакт. Під час зняття ВАХ на час розриву зворотного зв'язку на електрод сканера подається потенціал, що дорівнює потенціалу безпосередньо перед розривом.

У кожній точці здійснюється вимірювання ВАХ кілька разів. Підсумкова вольтамперна характеристика виходить шляхом усереднення набору ВАХ, що вимірюються у одній точці. Усереднення дозволяє істотно мінімізувати вплив шумів тунельного проміжку.

1.10 Порядок виконання лабораторного заняття «Дослідження поверхні матеріалів методом скануючої тунельної мікроскопії»

1. Ознайомитися з «Посібником користувача СЗМ Р 4-SPM-MDT» і «Інструкцією з порядку проведення зондових вимірювань на СЗМ Р 4-SPMMDT».
2. Одержати СТМ-зображення мікротопографії графітової плівки в режимі сталості тунельного струму $I = const$.
3. Одержати СТМ-зображення поверхні графітової плівки в режимі постійного зазору між зондом і поверхнею зразка $z = const$.
4. Зробити обробку отриманих СТМ зображень із використанням програмних засобів СЗМ.
5. Провести Фур'є-перетворення СТМ- зображень поверхні графітової плівки та одержати 2D і 3D карти Фур'є.
6. Одержати розподіл величини локальної роботи виходу $\phi(x,y)$ на досліджуваній ділянці поверхні.
7. Здійснити вимірювання ВАХ тунельного контакту на графітових і металевих плівках.

Контрольні питання

1. Що таке наноматеріали?
2. Що відносять до морфологічних характеристик поверхні?
3. У чому полягає принцип роботи СЗМ?
4. Які види СЗМ ви знаєте?
5. У чому полягає принцип організації зворотного зв'язку?
6. У чому відмінність АСМ від СТМ?
7. У чому полягає електрохімічне травлення?
8. Як виглядає вимірювальний пристрій СЗМ?
9. Як працює електролізер СЗМ?

Лабораторне заняття № 2

ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕРХНІ МАТЕРІАЛІВ МЕТОДОМ СКАНУЮЧОЇ АТОМНО-СИЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ

Мета роботи: вивчення теоретичних основ роботи і одержання навичок роботи на учбово-дослідницькому скануючому атомно-силовому мікроскопі.

Завдання роботи:

1. Вивчити основи роботи атомно-силового мікроскопа.
2. Ознайомитися із принципом роботи і будовою учбово-дослідницького СЗМ.
3. Провести обробку зображень, отриманих у результаті сканування зразків на АСМ.
5. Ознайомитися з електронними схемами системи керування АСМ.
6. Оформити звіт про практичне заняття.

Теоретичні відомості

У даний час практично жодне дослідження в області фізики поверхні і тонкоплівкових технологій не обходиться без застосування методів скануючої зондової мікроскопії (СЗМ).

Скануючий тунельний мікроскоп (СТМ) – перший із сімейства зондових мікроскопів – був винайдений в 1981 році швейцарськими вченими Гердом Біннігом і Генріхом Рорером. Це досить простий і ефективний спосіб дослідження поверхні із просторовою роздільною здатністю аж до атомарної. Справжнє визнання дана методика одержала після візуалізації атомарної структури поверхні ряду матеріалів і, зокрема, реконструйованій поверхні кремнію. Слідом за тунельним мікроскопом були створені атомно-силовий мікроскоп (АСМ), магнітно-силовий мікроскоп (МСМ), електросиловий мікроскоп (ЕСМ), ближньопольний оптичний мікроскоп (БОМ) і багато інших приладів, що мають подібні принципи роботи та мають назву скануючі зондові мікроскопи.

2.1 Потенціал Леннарда-Джонса

Атомно-силовий мікроскоп (АСМ) був винайдений в 1986 році. В основі роботи АСМ лежить силова взаємодія між зондом і поверхнею, для реєстрації якого використовуються спеціальні зондові датчики (рис. 2.1).

Сила, що діє на зонд із боку поверхні, приводить до вигину консолі. Реєструючи величину вигину, можна контролювати силу взаємодії зонда з поверхнею.

Якісно роботу АСМ можна пояснити на прикладі сил Ван-Дер-Ваальса. Найчастіше енергію ван-дер-ваальсової взаємодії двох атомів, що перебувають на відстані r один від одного, апроксимують степеневою функцією – потенціалом Леннарда-Джонса:

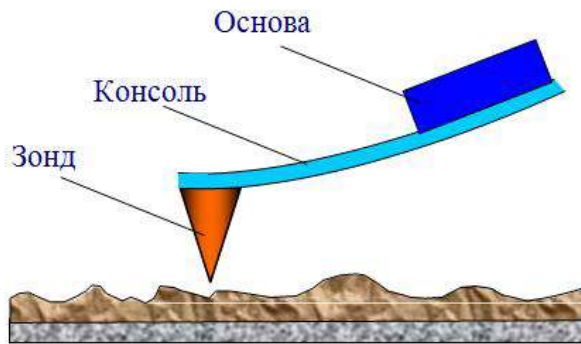


Рисунок 2.1 – Схематичне зображення зондового датчика АСМ

$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 + \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}. \quad (2.1)$$

Перший доданок у даному виразі описує далекодіюче притягання, обумовлене, в основному, диполь-дипольною взаємодією атомів. Другий доданок враховує відштовхування атомів на малих відстанях. Параметр r_0 – рівноважна відстань між атомами, U_0 – значення енергії в мінімумі (рис. 2.2).

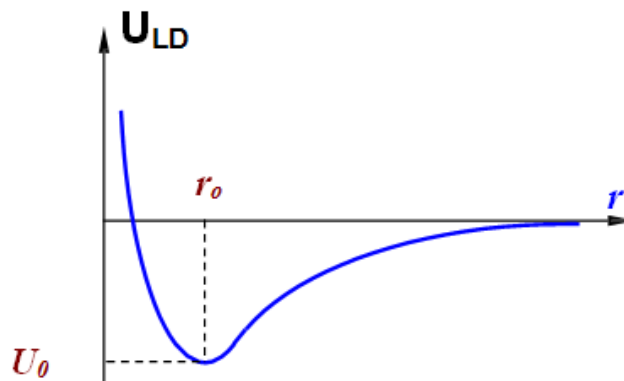


Рисунок 2.2 – Якісний вид потенціалу Леннарда – Джонса

Потенціал Леннарда-Джонса дозволяє оцінити силу взаємодії зонда зі зразком. Загальну енергію системи можна одержати, підсумовуючи елементарні взаємодії для кожного з атомів зонда й зразка (рис. 2.3).

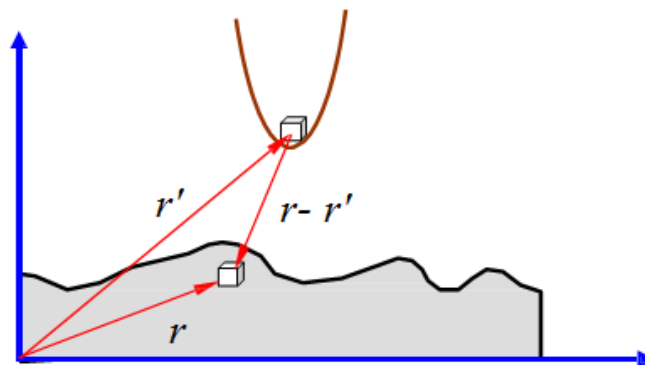


Рисунок 2.3 – До розрахунків енергії взаємодії зонда й зразка

Тоді для енергії взаємодії одержуємо:

$$W_{PS} = \int_{V_P} \int_{V_S} U_{LD}(r-r') n_P(r') n_S(r) dV dV', \quad (2.2)$$

де $n_S(r)$ і $n_P(r')$ – густини атомів у матеріалі зразка та зонда.

Відповідно сила, що діє на зонд із боку поверхні, може бути обчислена наступним чином:

$$\bar{F}_{PS} = -grad(W_{PS}). \quad (2.3)$$

У загальному випадку ця сила має як нормальну до поверхні, так і латеральну (лежачу в площині поверхні зразка) складові. Реальна взаємодія зонда зі зразком має більш складний характер, однак основні риси даної взаємодії зберігаються – зонд АСМ відчуває притягіння з боку зразка на великих відстанях і відштовхування на малих.

Одержання АСМ зображень рельєфу поверхні пов'язане з реєстрацією малих вигинів пружної консолі зондового датчика. В атомно-силовій мікроскопії для цієї мети широко використовуються оптичні методи (рис. 2.4).

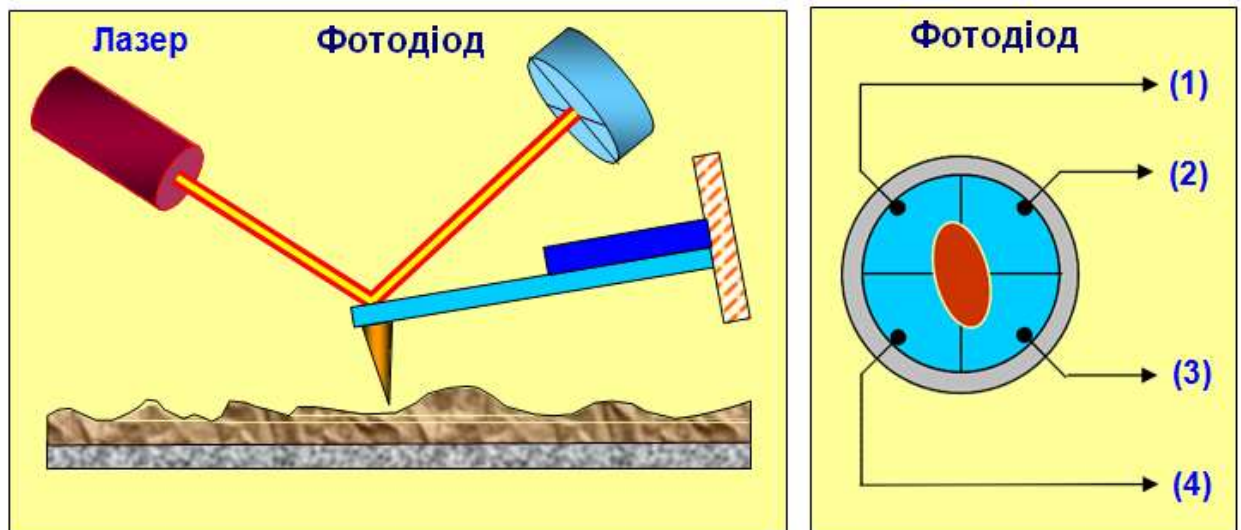


Рисунок 2.4 – Схема оптичної реєстрації вигину консолі зондового датчика АСМ

Оптична система АСМ юстирується таким чином, щоб випромінювання напівпровідникового лазера фокусувалося на консолі зондового датчика, а відбитий пучок попадав у центр фоточутливої області фотоприймача. У якості позиційно-чутливих фотоприймачів застосовуються чотирисекційні напівпровідникові фотодіоди.

Основні параметри, що реєструються оптичною системою, – це деформації вигину консолі під дією Z-компонентів сил притягування або відштовхування (F_Z) і деформації крутіння консолі під дією латеральних

компонентів сил (F_L) взаємодії зонда з поверхнею. Якщо позначити вихідні значення фотоструму в секціях фотодіода через $I_{01}, I_{02}, I_{03}, I_{04}$, а через I_1, I_2, I_3, I_4 – значення струмів після зміни положення консолі, то різницеві струми з різних секцій фотодіода $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$ будуть однозначно характеризувати величину й напрямок вигину консолі зондового датчика АСМ. Дійсно, різниця струмів виду:

$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4) \quad (2.4)$$

пропорційна вигину консолі під дією сили, що діє по нормалі до поверхні зразка (рис. 2.5, а).

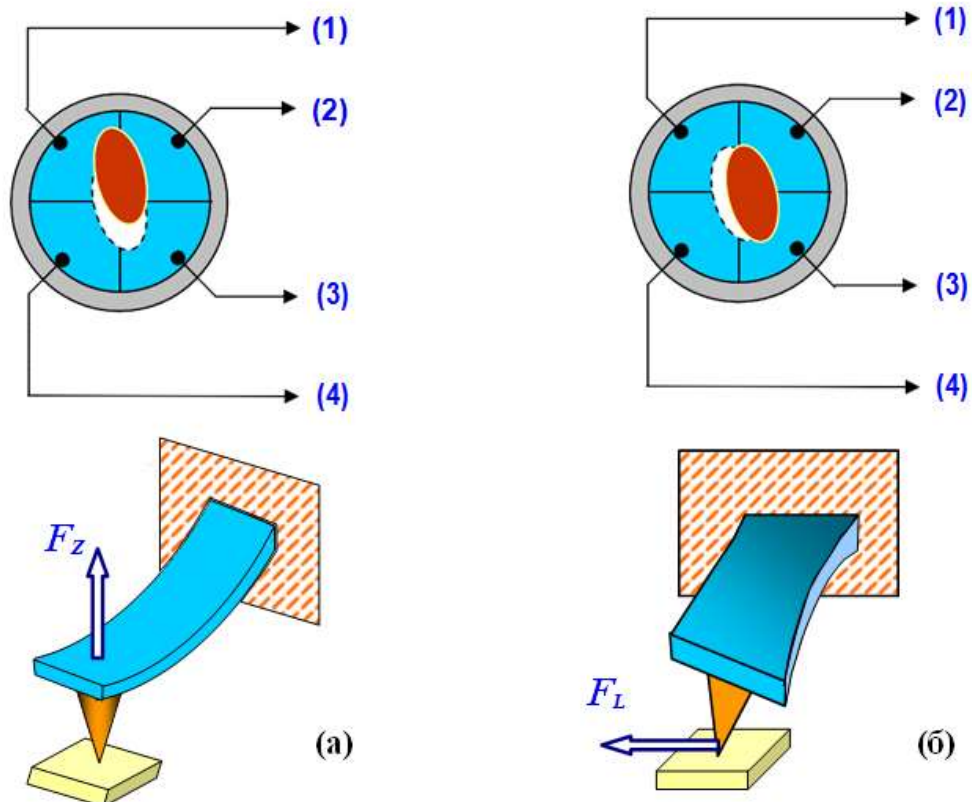


Рисунок 2.5 – Відповідність між типом вигибних деформацій консолі зондового датчика й зміною положення плями засвічення на фотодіоді

А комбінація різницевих струмів виду:

$$\Delta I_L = (\Delta I_1 + \Delta I_4) - (\Delta I_2 + \Delta I_3) \quad (2.5)$$

характеризує вигин консолі під дією латеральних сил (рис. 2.5, б).

Величина ΔI_z використовується в якості вхідного параметра в петлі зворотного зв'язку атомно-силового мікроскопа (рис. 2.6). Система зворотного зв'язку (33) забезпечує $\Delta I_z = \text{const}$ за допомогою п'єзоелектричного виконавчого елемента, який підтримує вигин консолі ΔZ , що задається оператором, рівним величині ΔZ_0 .

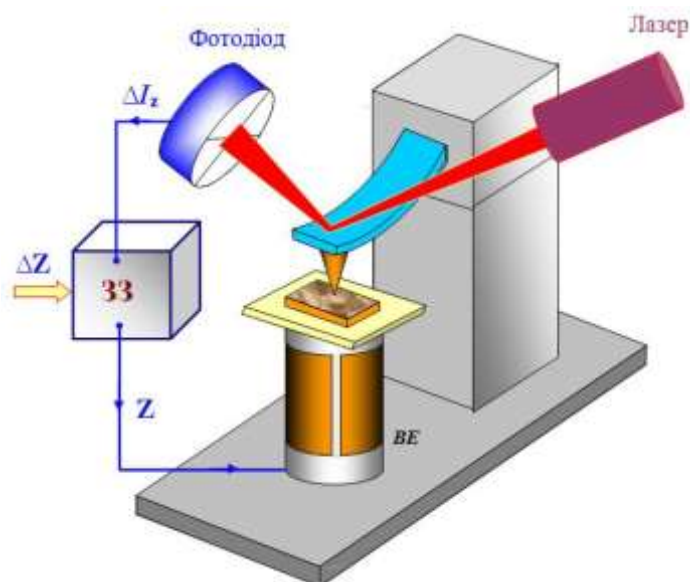


Рисунок 2.6 – Спрощена схема організації зворотного зв'язку в атомно-силовому мікроскопі

При скануванні зразка в режимі $\Delta Z = \text{const}$ зонд переміщається уздовж поверхні, при цьому напруга на Z-електроді сканера записується у пам'ять комп'ютера як рельєф поверхні $Z = f(x, y)$. Просторова роздільна здатність АСМ визначається радіусом закруглення зонда й чутливістю системи, що реєструє відхилення консолі. У цей час реалізовані конструкції АСМ, що дозволяють одержувати атомарну роздільну здатність при дослідженні поверхні зразків.

2.2 Зондові датчики атомно-силових мікроскопів

Зондування поверхні в атомно-силовому мікроскопі проводиться за допомогою спеціальних зондових датчиків, що представляють собою пружну консоль – кантилевер (cantilever) з гострим зондом на кінці (рис. 2.7). Датчики виготовляються методами фотолітографії й травлення із кремнієвих пластин. Пружні консолі формуються, в основному, з тонких шарів легованого кремнію, SiO_2 або Si_3N_4 .

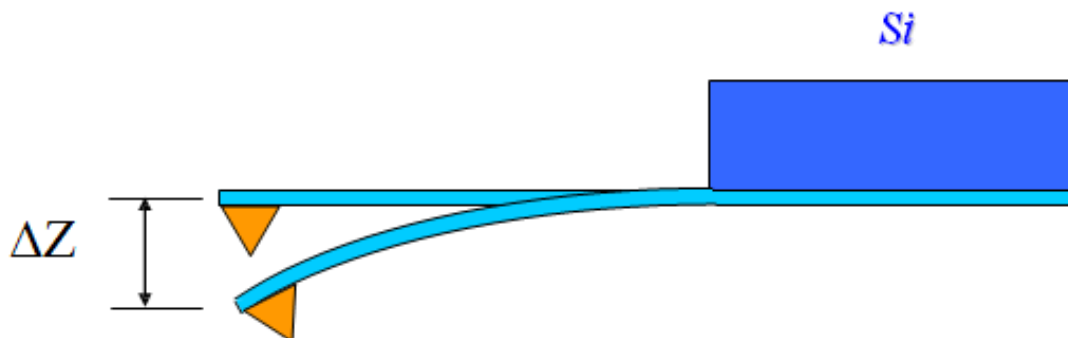


Рисунок 2.7 – Схематичне зображення зондового датчика АСМ

Один кінець кантилевера жорстко закріплений на кремнієвій основі – тримачі. На іншому кінці консолі розташовується власне зонд у вигляді гострої голки. Радіус заокруглення сучасних АСМ зондів становить $1 \div 50$ нм залежно від типу зондів та технології їх виготовлення. Кут при вершині зонда – $10 \div 20^\circ$. Силу взаємодії зонда з поверхнею F можна оцінити наступним чином:

$$F = k \cdot \Delta Z, \quad (2.6)$$

де k – жорсткість кантилевера;

ΔZ – величина, що характеризує його вигин.

Коефіцієнти жорсткості кантилеверів k варіюються в діапазоні $10^{-3} \div 10$ Н/м залежно від використовуваних при їхньому виготовленні матеріалів і геометричних розмірів. При роботі зондових АСМ датчиків у коливальних режимах важливі резонансні властивості кантилеверів.

Власні частоти вигинних коливань консолі прямокутного перерізу визначаються наступною формулою:

$$\omega_{ri} = \frac{\lambda_i}{l^2} \sqrt{\frac{EJ}{\rho S}}, \quad (2.7)$$

де l – довжина консолі;

E – модуль Юнга;

J – момент інерції перерізу консолі;

ρ – густина матеріалу;

S – площа поперечного перерізу;

λ_i – чисельний коефіцієнт (у діапазоні $1 \div 100$), що залежить від моди вигинних коливань (рис. 2.8).

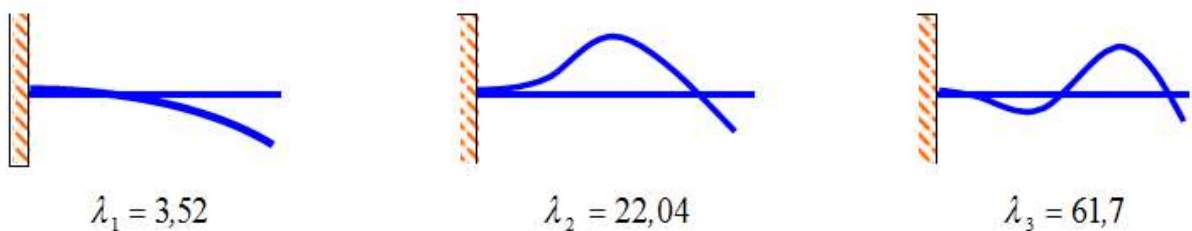


Рисунок 2.8 – Основні моди вигинних коливань консолі

Як видно з виразу (2.7), резонансна частота кантилевера визначається його геометричними розмірами й властивостями матеріалу. Частоти основних мод лежать у діапазоні 10-1000 кГц. Добротність кантилеверів, в основному, залежить від того середовища, у якому вони працюють. Типові значення добротності при роботі у вакуумі становлять 10^3 - 10^4 . На повітрі добротність знижується до 300-500, а в рідині падає до 10-100.

В атомно-силовій мікроскопії застосовуються, в основному, зондові датчики двох типів – з кантилевером у вигляді балки прямокутного перерізу та із трикутним кантилевером, утвореним двома балками. Загальний вигляд зондового датчика з кантилевером у вигляді балки прямокутного перерізу представлений на рисунку 2.9.



Рисунок 2.9 – Загальний вигляд зондового АСМ датчика з одиночною консоллю прямокутного перерізу

На рисунку 2.10. показані електронно-мікроскопічні зображення зондових датчиків NSG11, що випускаються серійно, з консоллю прямокутного перерізу (компанія «НТ-МДТ»).

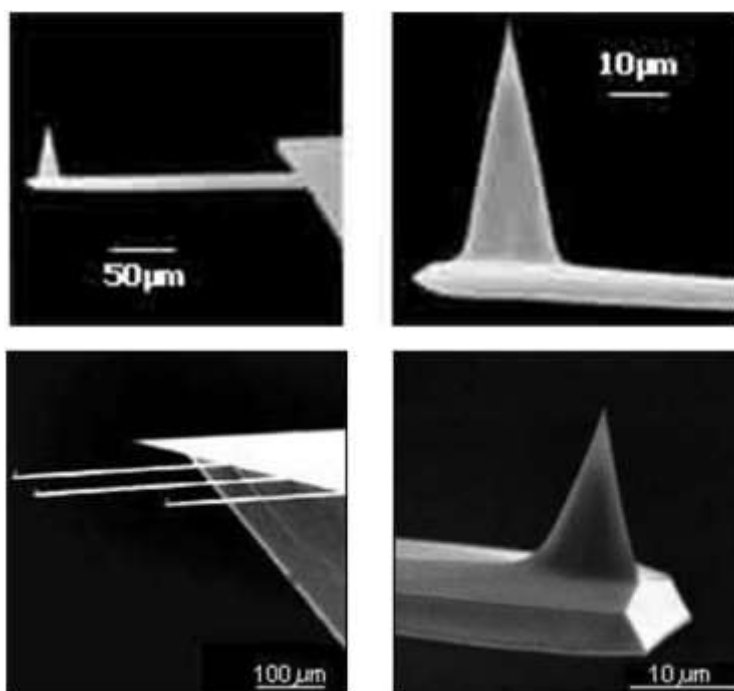


Рисунок 2.10 – Електронно-мікроскопічне зображення АСМ зонда, розташованого на прямокутній консолі

Іноді зондові датчики АСМ мають декілька кантилеверів різної довжини (а отже, і різної жорсткості) на одній основі. У цьому випадку вибір робочої консолі здійснюється відповідною юстировкою оптичної системи атомно-силового мікроскопа.

Зондові датчики із трикутним кантилевером мають при тих же розмірах більшу жорсткість і, отже, більш високі резонансні частоти. Найчастіше вони застосовуються в коливальних АСМ методиках. Загальний вигляд і габарити зондових датчиків із трикутною консолю представлені на рисунках 2.11 і 2.12.

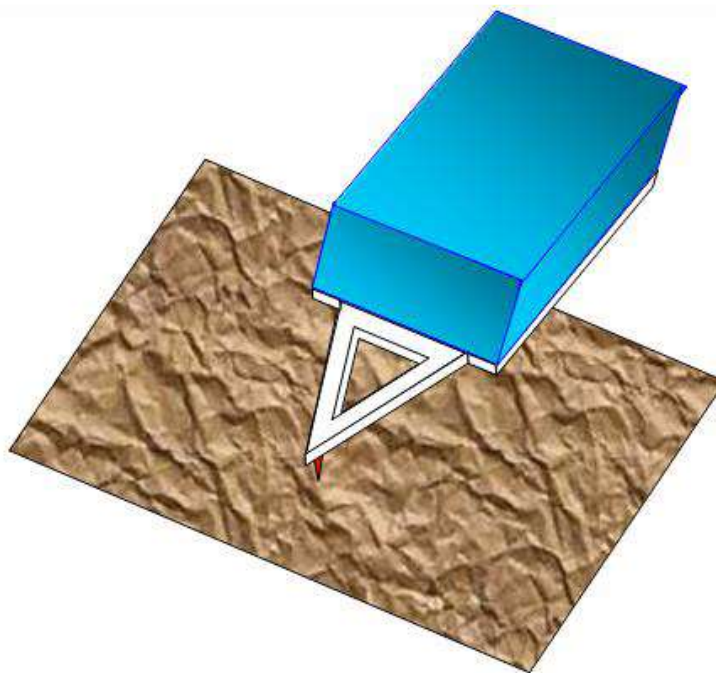


Рисунок 2.11 – Загальний вигляд зондового датчика із трикутним кантилевером

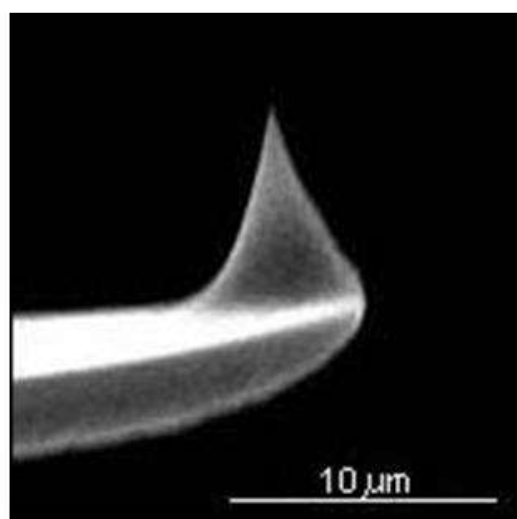
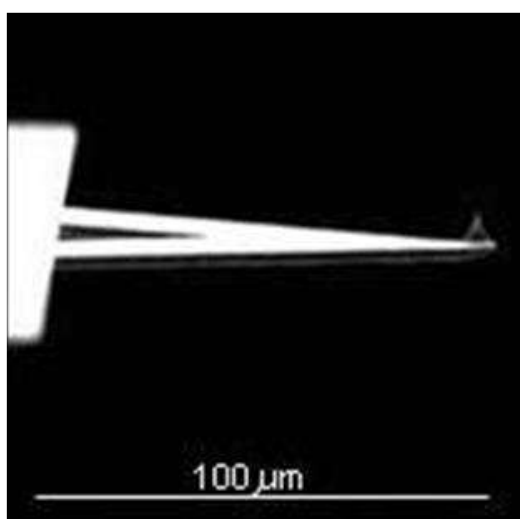


Рисунок 2.12 – Електронно-мікроскопічне зображення АСМ зонда, розташованого на трикутному кантилевері

Виготовлення зондових датчиків для АСМ являє собою досить складний технологічний процес, що включає операції фотолітографії, іонної імплантації, хімічного й плазмового травлення. Основні етапи однієї з можливих технологій виготовлення зондових датчиків представлені на рисунку 2.13.

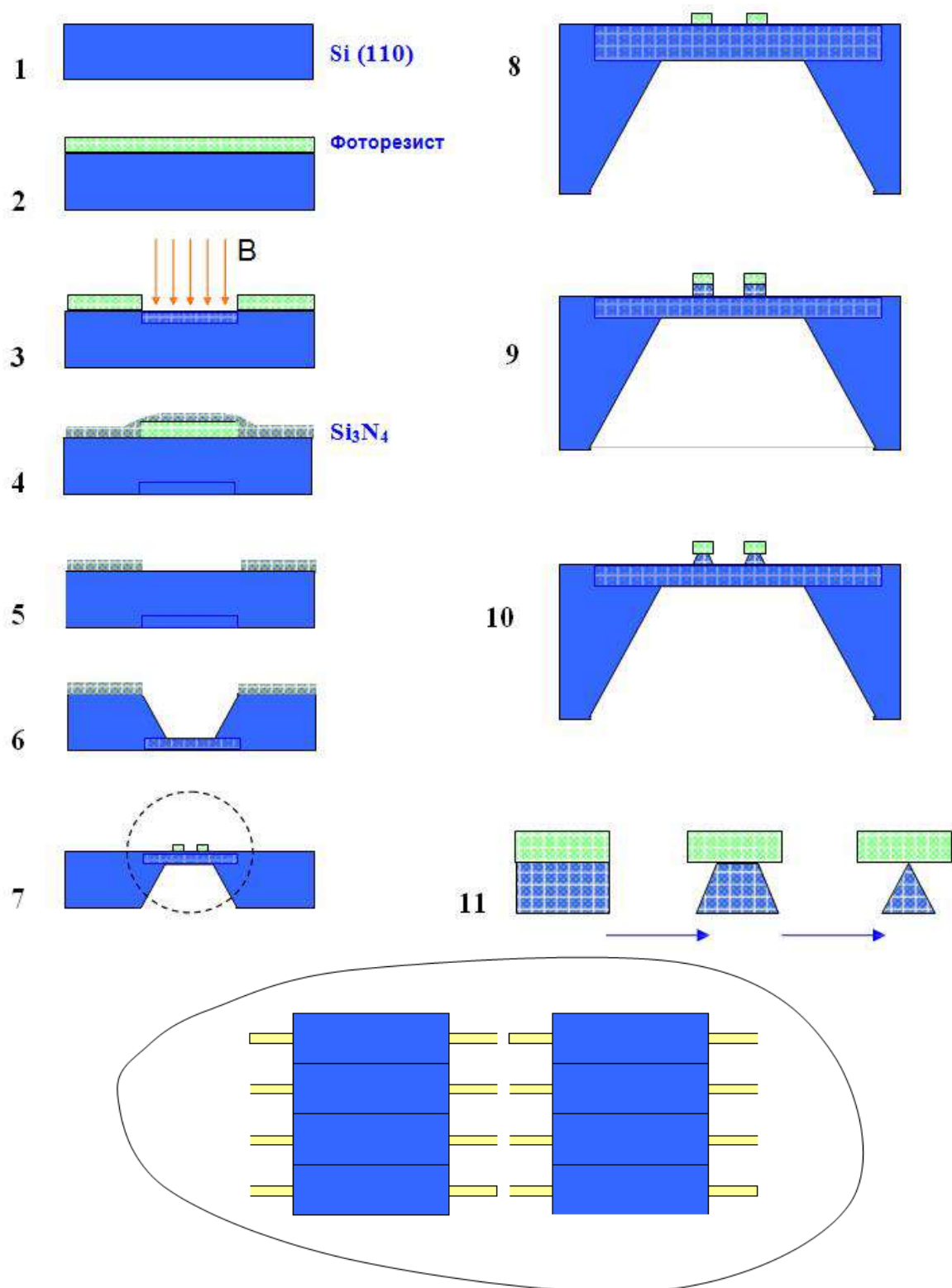


Рисунок 2.13 – Основні етапи процесу виготовлення зондових датчиків

Для виготовлення зондових датчиків використовуються пластини кристалічного кремнію орієнтації (110). На поверхню пластини осаджується тонкий шар фоторезисту (рис. 2.13, етап 2). Потім фоторезист експонується через фотошаблон, і частина фоторезисту віддаляється за допомогою хімічного травлення. Далі проводиться імплантація іонів бору, так що іони проникають на глибину порядку 10 мкм в область кремнію, не захищену фоторезистом (етап 3). Після цього фоторезист змивається в спеціальному травнику, і потім проводиться термічний відпал пластини, у результаті якого атоми бору вбудовуються в кристалічну решітку кремнію. Кремній, легований бором, утворює так званий стоп-шар, який зупиняє процес травлення для деяких селективних травників. Потім на звороті пластини знову проводиться фотолітографія, у результаті якої формується шар фоторезисту точно над областю, імплантованою бором. Після цього пластина покривається тонким шаром Si_3N_4 (етап 4). Потім проводиться селективне травлення фоторезисту, причому в процесі розчинення фоторезист набухає й зриває розташовану безпосередньо над ним тонку плівку Si_3N_4 (етап 5). Пластина кремнію протравлюється наскрізь до стоп-шару за допомогою селективного травника, який взаємодіє із кремнієм і не взаємодіє з легованим кремнієм і шаром Si_3N_4 , (етап 6). Після цього Si_3N_4 змивається, і на звороті пластини в легованій області методом фотолітографії формуються острівці з фоторезисту (етапи 7,8). Потім проводиться травлення кремнію, у результаті якого виходять стовпчики кремнію під острівцями фоторезисту (етап 9). Далі за допомогою плазмового травлення зі стовпчиків кремнію формуються голки (етапи 10, 11). Для поліпшення відбивних властивостей кантилевери зі зворотної сторони (стосовно вістря) покриваються тонким шаром металу (Al, Au) методом вакуумного осадження. У результаті даних технологічних операцій виготовляється цілий набір зондових датчиків на одній кремнієвій пластині. Для проведення електричних вимірювань на зонд наносяться провідні покриття з різних матеріалів (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti, W_2C тощо). У магнітних АСМ датчиках зонди покриваються тонкими шарами феромагнітних матеріалів, таких як Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt тощо.

2.3 Контактна атомно-силова мікроскопія

Умовно методи одержання інформації про рельєф і властивості поверхні за допомогою АСМ можна розбити на дві великі групи – контактні квазістатичні й безконтактні коливальні. У контактних квазістатичних методиках вістря зонда перебуває в безпосередньому контакті з поверхнею, при цьому сили притягання й відштовхування, що діють із боку зразка, урівноважуються силою пружності консолі. При роботі АСМ у таких режимах використовуються кантилевери з відносно малими коефіцієнтами жорсткості, що дозволяє забезпечити високу чутливість і уникнути небажаного надмірного впливу зонда на зразок.

У квазістатичному режимі АСМ зображення рельєфу досліджуваної

поверхні формується або при постійній силі взаємодії зонда з поверхнею (сила притягання або відштовхування), або при постійній середній відстані між основою зондового датчика й поверхнею зразка. При скануванні зразка в режимі $F_z = const$ система зворотного зв'язку підтримує постійною величину вигину кантилевера, а отже, і силу взаємодії зонда зі зразком (рис. 2.14.). При цьому керуюча напруга в петлі зворотного зв'язку, що подається на Z-електрод сканера, буде пропорційна рельєфу поверхні зразка.

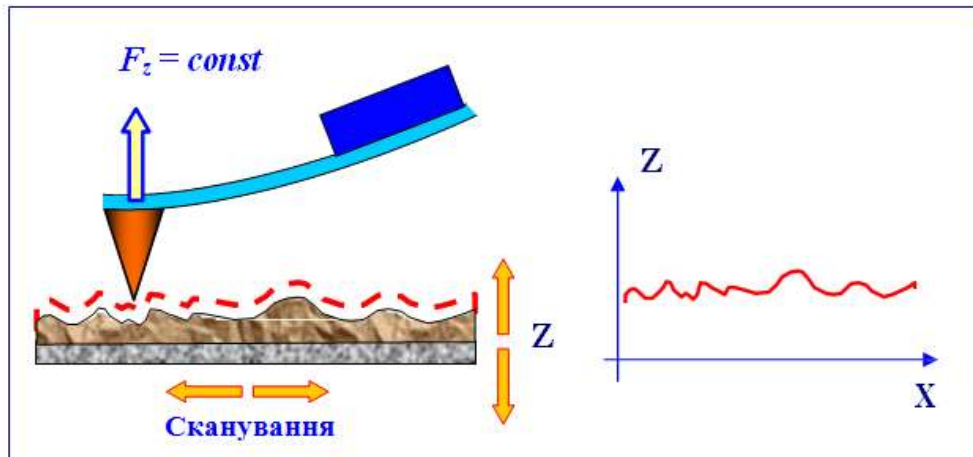


Рисунок 2.14 – Формування АСМ зображення при постійній силі взаємодії зонда зі зразком

При дослідженні зразків з малими (порядку одиниць ангстрем) перепадами висот рельєфу часто застосовується режим сканування при постійній середній відстані між основою зондового датчика й поверхнею ($Z = const$). У цьому випадку зондовий датчик рухається на деякій середній висоті Z_{cp} над зразком (рис. 2.15), при цьому в кожній точці реєструється вигин консолі ΔZ , пропорційний силі, що діє на зонд із боку поверхні. АСМ зображення в цьому випадку характеризує просторовий розподіл сили взаємодії зонда з поверхнею.

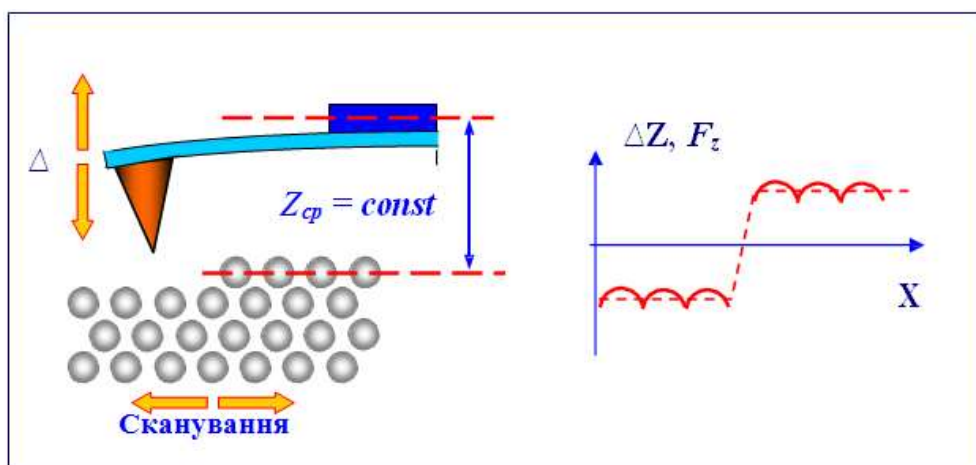


Рисунок 2.15 – Формування АСМ зображення при постійній відстані між зондовим датчиком і зразком

Недолік контактних АСМ методик – безпосередня механічна взаємодія зонда з поверхнею. Це часто приводить до поломки зондів і руйнуванню поверхні зразків у процесі сканування. Крім того, контактні методики практично не придатні для дослідження зразків, що володіють малою механічною жорсткістю, таких як структури на основі органічних матеріалів і біологічні об'єкти.

2.4 Коливальні методики АСМ

Як вказувалося вище, недоліком контактних АСМ методик є безпосередня механічна взаємодія зонда з поверхнею. Це часто призводить до поломки зондів і руйнуванню поверхні зразків. Крім того, контактні методики практично не придатні для дослідження зразків, що володіють малою механічною жорсткістю (структури на основі ряду органічних матеріалів і багато біологічних об'єктів). Для дослідження таких зразків застосовуються коливальні АСМ методики, засновані на реєстрації параметрів взаємодії коливного кантилевера з поверхнею. Дані методики дозволяють суттєво зменшити механічний вплив зонда на поверхню в процесі сканування. Крім того, розвиток коливальних методик суттєво розширив арсенал можливостей АСМ для вимірювання різних властивостей поверхні зразків.

Точний опис коливань кантилевера зондового датчика АСМ являє собою складне математичне завдання. Однак основні риси процесів, що відбуваються при взаємодії коливного кантилевера з поверхнею, можна зрозуміти на основі найпростіших моделей, зокрема, за допомогою моделі зосередженої маси. Представимо кантилевер у вигляді пружної консолі (із жорсткістю k) із зосередженою масою m на одному кінці. Інший кінець консолі закріплений на п'єзовібраторі ПВ (рис. 2.16).

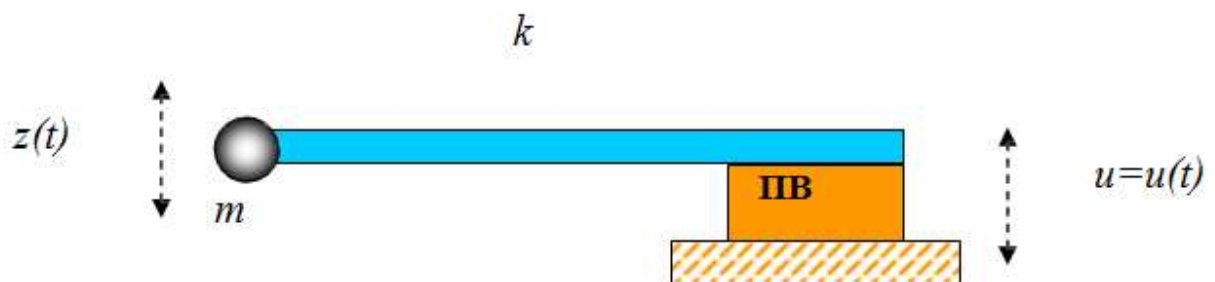


Рисунок 2.16 – Модель зондового датчика у вигляді пружної консолі з масою на кінці

Нехай п'єзовібратор здійснює гармонійні коливання із частотою ω :

$$u = u_0 \cdot \cos(\omega t). \quad (2.8)$$

Тоді рівняння руху такої коливальної системи запишеться у вигляді:

$$mz'' = -k(z - u) - \gamma z' + F_0, \quad (2.9)$$

де член, пропорційний першій похідній $\gamma z'$, ураховує сили вязкого тертя з боку повітря, а за допомогою F_0 позначена сила ваги й інші можливі постійні сили. Як відомо, постійна сила лише зміщує положення рівноваги системи й не впливає на частоту, амплітуду й фазу коливань. Здійснюючи заміну змінних (тобто розглядаючи коливання відносно нового стану рівноваги):

$$z = z + F_0/k, \quad (2.10)$$

можна привести рівняння руху кантилевера до вигляду:

$$mz'' + \gamma z' + kz = ku_0 \cos(\omega t). \quad (2.11)$$

Розділивши рівняння на m і ввівши параметр добротності системи $Q = \frac{\omega_0 m}{\gamma}$, одержуємо:

$$z'' + \frac{\omega_0}{Q} z' + \omega_0^2 z = \omega_0^2 u_0 \cos(\omega t). \quad (2.12)$$

Найбільш просто рішення даного рівняння шукається на комплексній площині. Для комплексної величини η маємо:

$$\eta'' + \frac{\omega_0}{Q} \eta' + \omega_0^2 \eta = \omega_0^2 u_0 e^{-i\omega t}. \quad (2.13)$$

Загальний розв'язок даного рівняння являє собою суперпозицію загасаючих з декрементом $\delta = \omega_0/2Q$ і незатухаючих змущених коливань на частоті ω . Знайдемо коливання, що встановилися в такій системі. Шукаємо розв'язок у вигляді:

$$\eta = a \cdot e^{-i\omega t}. \quad (2.14)$$

Підставляючи (2.14) у рівняння (2.13), одержуємо для комплексної амплітуди a :

$$a = \frac{\omega_0^2 u_0}{\omega_0^2 - \omega^2 - i \frac{\omega \omega_0}{Q}}. \quad (2.15)$$

Модуль даного виразу дорівнює амплітуді змущених коливань $A(\omega)$:

$$A(\omega) = \frac{u_0 \omega_0^2}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_0^2}{Q^2}}}. \quad (2.16)$$

Фаза комплексної амплітуди a збігається з фазою коливань нашої системи $\varphi(\omega)$:

$$\varphi(\omega) = \arctg \left[\frac{\omega \omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)} \right]. \quad (2.18)$$

Із виразу (2.16) випливає, що амплітуда коливань зонда на частоті ω_0 визначається добротністю системи й рівна $Q u_0$. Крім того, наявність у системі дисипації призводить до зрушення резонансної частоти коливань кантилевера. Дійсно, здійснюючи диференціювання підкореневого виразу по величині ω^2 у виразі (2.17) і прирівнюючи похідну нулю, одержуємо для резонансної частоти дисипативної системи ω_{rd} :

$$\omega_{rd}^2 = \omega_0^2 \left(1 - \frac{1}{2Q^2} \right). \quad (2.18)$$

Тоді зрушення резонансної частоти для дисипативної системи виходить рівним:

$$\Delta\omega = \omega_0 - \omega_{rd} = \omega_0 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{1}{2Q^2}} \right). \quad (2.19)$$

Це приводить до того, що амплітудно-частотна характеристика системи зміщується в область низьких частот (рис. 2.17).

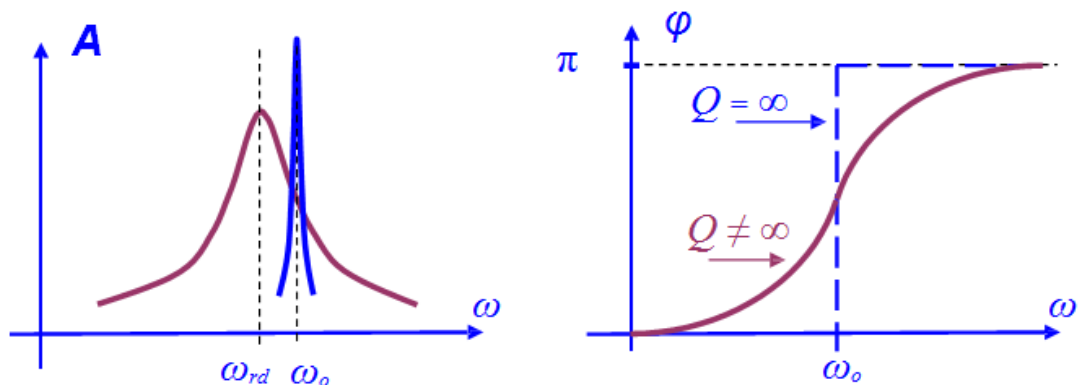


Рисунок 2.17 – Зміна АЧХ і ФЧХ у системі з дисипацією (ω_{rd} – резонансна частота дисипативної системи, ω_0 – власна резонансна частоти коливань кантилевера, Q – добротність системи)

Однак, як показують оцінки, для типових значень добротності кантилеверів у повітряному середовищі величина зрушення резонансної частоти внаслідок дисипації мала. Вплив дисипації зводиться, в основному, до істотного зменшення амплітуди коливань і розширенню амплітудно-частотної (АЧХ) і фазо-частотної (ФЧХ) характеристик системи (рис. 2.17).

2.5 Безконтактний і «напівконтактний» режим коливань кантилевера

У безконтактному режимі кантилевер здійснює вимушені коливання з малою амплітудою порядку 1 нм. При наближенні зонда до поверхні на кантилевер починає діяти додаткова сила з боку зразка F_{PS} . Для малих коливань показано, що наявність градієнта сили взаємодії зонда з поверхнею зразка призводить до зміни ефективної жорсткості системи і додатковому зрушенню, у порівнянні з дисипативною системою, АЧХ і ФЧХ системи (рис. 2.18). Це використовується для одержання фазового контрасту в АСМ дослідженнях поверхні.

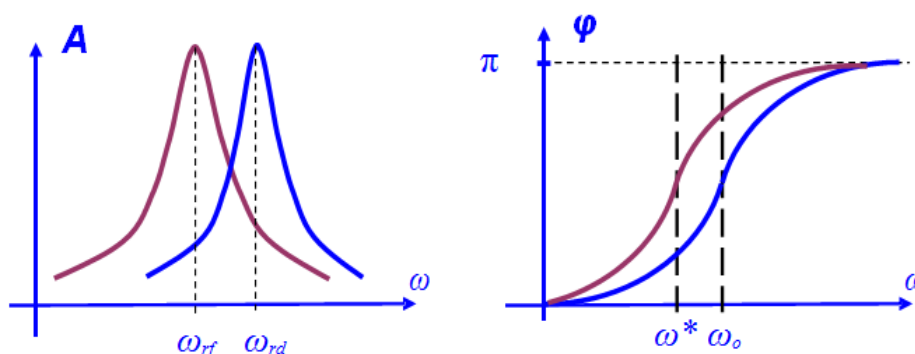


Рисунок 2.18 – Зміна АЧХ і ФЧХ кантилевера під дією градієнта сили (ω_{rf} – резонансна частота в присутності зовнішньої сили)

Реєстрація зміни амплітуди й фази коливань кантилевера у безконтактному режимі вимагає високої чутливості і стійкості роботи зворотного зв'язку. На практиці найчастіше використовується так званий «напівконтактний» режим коливань кантилевера (іноді його називають переривчасто-контактний). При роботі в цьому режимі збуджуються змуснені коливання кантилевера поблизу резонансу з амплітудою порядку 10-100 нм. При скануванні реєструється зміна амплітуди і фази коливань кантилевера.

Теорія «напівконтактного» режиму значно складніша теорії безконтактного режиму, оскільки в цьому випадку рівняння, що описує рух кантилевера, істотно нелінійно. Однак характерні риси даного режиму подібні з особливостями безконтактного режиму – амплітуда і фаза коливань кантилевера залежать від ступеня взаємодії поверхні і зонда в нижній точці коливань кантилевера. Оскільки в нижній точці коливань зонд механічно взаємодіє з поверхнею, то на зміну амплітуди та фази коливань кантилевера в цьому режимі істотний вплив здійснює локальна твердість поверхні зразків.

2.6 Відновлення поверхні за її СЗМ зображенням

Одним з недоліків, властивих усім методам скануючої зондової мікроскопії, є кінцевий розмір робочої частини використовуваних зондів. Це приводить до істотного погіршення просторової роздільної здатності мікроскопів і значних викривлень у СЗМ зображеннях при скануванні поверхонь із нерівностями рельєфу, порівнянними з характерними розмірами робочої частини зонда.

Фактично одержуване в СЗМ зображення є «згорткою» зонда й досліджуваної поверхні. Процес «згортки» форми зонда з рельєфом поверхні проілюстрований в одномірному випадку на рисунку 2.19. На рисунку 2.20 представлено схематичне зображення процесу одержання зображення в СЗМ (а) і процесу часткового відновлення рельєфу з урахуванням кінцевих розмірів і форми зонда (б).

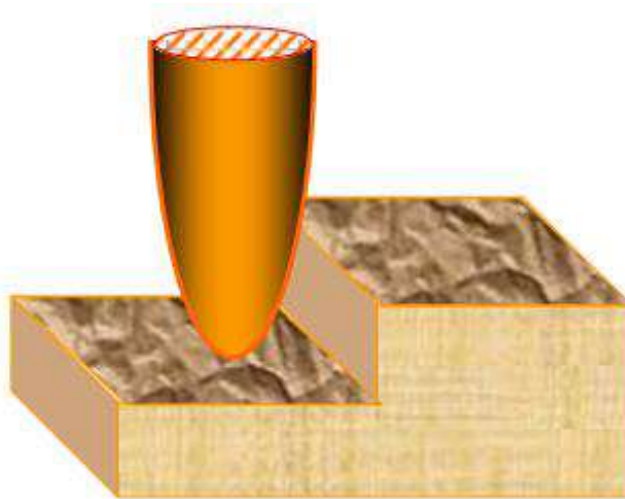


Рисунок 2.19 – Процес «згортки» форми зонда з рельєфом поверхні

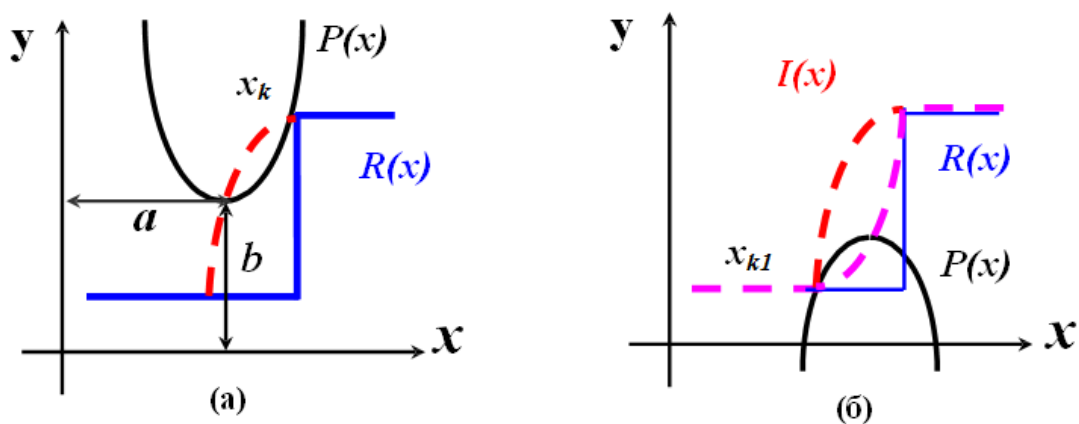


Рисунок 2.20 – Схематичне зображення процесу одержання зображення в СЗМ (а) і процесу часткового відновлення рельєфу з урахуванням кінцевих розмірів і форми зонда (б)

Частково дану проблему дозволяють розв'язати розвинені останнім часом методи відновлення СЗМ зображень, засновані на комп'ютерній обробці СЗМ даних з урахуванням конкретної форми зондів. Найбільш ефективним методом відновлення поверхні є метод чисельної деконволюції, що використовує форму зонда, одержувану експериментально при скануванні тестових (з добре відомим рельєфом поверхні) структур. Розглянемо даний метод в одномірному випадку. Якщо форма зонда описується функцією $P(x)$, а форма дійсного рельєфу поверхні описується функцією $R(x)$, то СЗМ зображення поверхні виходить у вигляді:

$$I(a) = R(x_k) - P(x_k - a), \text{ (за умови } dr/dx = dp/dx \text{ у точках дотику } x_k), \quad (2.20)$$

де a – зміщення зонда в системі координат, пов'язаної з поверхнею.

Відновлення вихідного рельєфу поверхні в даному методі проводиться шляхом зворотного перетворення (рис. 2.21).

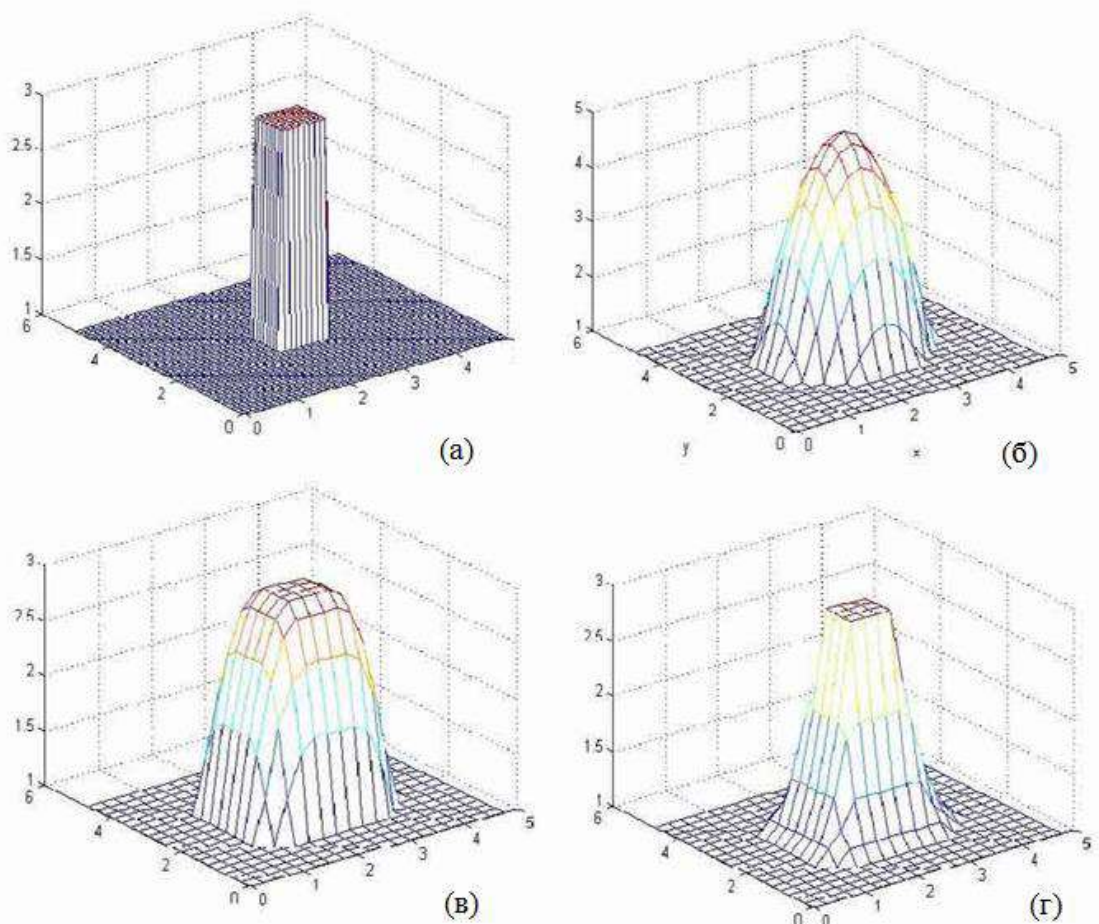


Рисунок 2.21 – Моделювання процесу відновлення рельєфу поверхні:
 а) вихідна поверхня із включенням у вигляді прямокутного паралелепіпеда;
 б) модельна форма зонда у вигляді параболоїда обертання; в) результат згортки зонда й вихідної поверхні; г) відновлене зображення поверхні.
 (Розміри зображень по осях X , Y , Z зазначені у відносних одиницях)

Суть цього методу полягає в тому, що СЗМ зображення поверхні повторно (але вже чисельно) сканується інвертованим зондом. Тоді зображення відновленого рельєфу поверхні вийде у вигляді:

$$R'(x) = I(x_{k1}) - P(x - x_{k1}), \text{ (за умови } dl/dx = dp/dx \text{ у точках дотику } x_{k1}), \quad (2.21)$$

де x_{k1} – абсциса точки дотику функції СЗМ зображення і функції зонда, інвертованої по осі y і по осі x .

Слід зазначити, що повне відновлення поверхні зразка можливо лише при дотриманні двох умов: зонд у процесі сканування торкнувся всіх точок поверхні, і в кожний момент зонд торкався тільки однієї точки поверхні. Якщо ж зонд у процесі сканування не може досягнути деяких ділянок поверхні (наприклад, якщо зразок має нависаючі ділянки рельєфу), то відбувається лише часткове відновлення рельєфу. Причому, чим більшого числа точок поверхні торкався зонд при скануванні, тим достовірніше можна реконструювати поверхню.

На практиці СЗМ зображення й експериментальна форма зонда являють собою двовимірні масиви дискретних значень, для яких похідна є погано визначеною величиною. Тому замість обчислення похідної дискретних функцій на практиці при чисельній деконволюції СЗМ зображень використовується умова мінімальності відстані між зондом і поверхнею при скануванні з постійною середньою висотою:

$$\text{Min}\{I(x_{k1}) - P(x - x_{k1})\}. \quad (2.22)$$

У цьому випадку за висоту рельєфу поверхні в даній точці можна прийняти мінімальну відстань між точкою зонда й відповідною точкою поверхні для даного положення зонда відносно поверхні. За своїм фізичним змістом дана умова еквівалентна умові рівності похідних, однак вона дозволяє проводити пошук точок дотику зонда з поверхнею більш адекватним методом, що суттєво скорочує час реконструювання рельєфу.

Для калібрування й визначення форми робочої частини зондів використовуються спеціальні тестові структури з відомими параметрами рельєфу поверхні. Види найпоширеніших тестових структур і їх характерні зображення, отримані за допомогою атомно-силового мікроскопа представлені на рисунках 2.22 і 2.23.

Калібрована решітка у вигляді гострих шипів дозволяє добре прописувати кінчик зонда, у той час як прямокутна решітка допомагає відновити форму бічної поверхні (рис. 2.24). Комбінуючи результати сканування даних решіток, можна повністю відновлювати форму робочої частини зондів.

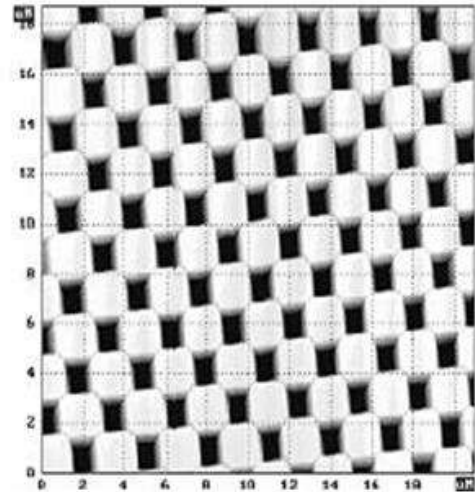
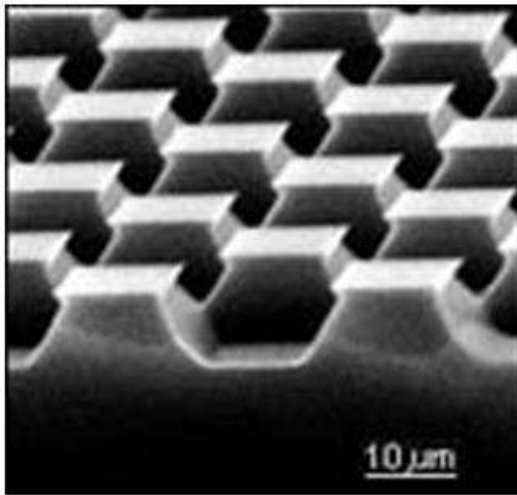


Рисунок 2.22 – Прямокутна калібрувальна решітка і її АСМ зображення

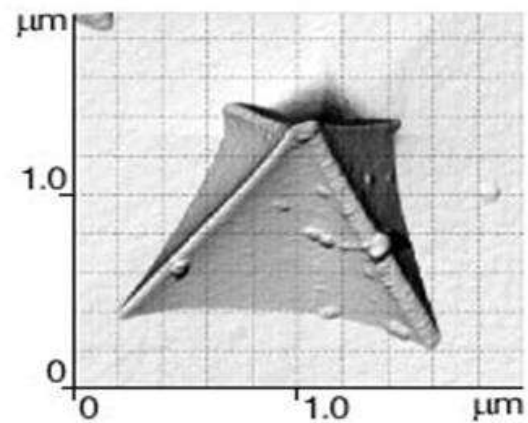
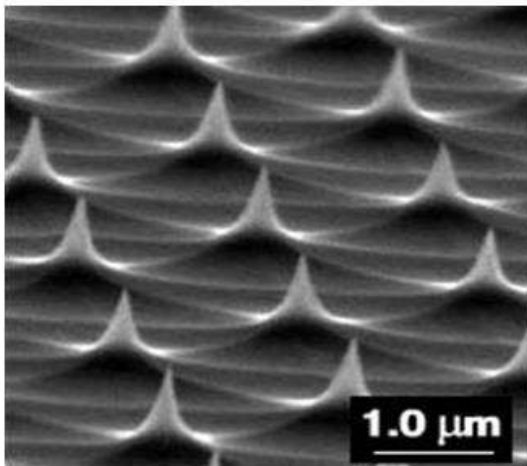


Рисунок 2.23 – Калібрувальна решітка у вигляді гострих шипів і її АСМ зображення за допомогою зонда пірамідальної форми

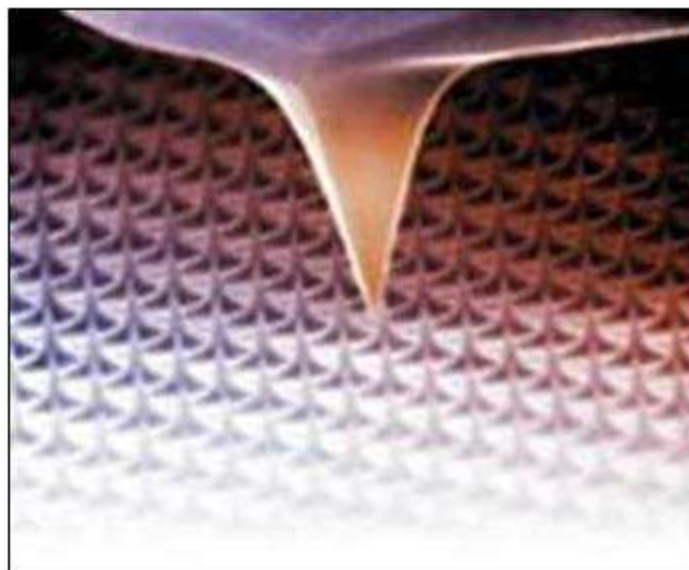


Рисунок 2.24 – Електронно-мікроскопічне зображення зонда атомно-силового мікроскопа в процесі сканування тестової структури

2.7 Методика експерименту

СЗМ складається з основи з віброзахисною підвіскою, підвісної платформи із установленим на ній кроковим двигуном для переміщення п'єзосканера. На п'єзосканері є кріплення для досліджуваних зразків. Його вертикальне переміщення по осі Z контролюється зворотним зв'язком, а переміщення в площині задає площа сканування. Двигун із системою грубого підведення забезпечують підведення зразка до зонда в зону робочого діапазону сканера. У основі мікроскопа розміщена електронна плата – процесор, що керує роботою мікроскопа. На платформу встановлюється головка СЗМ, що може працювати як у режимі СТМ, так і ССМ залежно від того, який на неї поставлений юстирувальний столик – з голкою СТМ або з кантилевером ССМ.

Зчитувальна в процесі сканування інформація передається на робочу станцію – IBM PC сумісний комп'ютер, за допомогою якого здійснюється керування мікроскопом.

При використанні СЗМ типу Р 4-SPM-MDT у режимі АСМ використовується надгострий гнучкий зонд (кантилевер) з радіусом кривизни від 10 до 50 нм із метою максимально зменшити площу взаємодії зонда і зразка. Сила взаємодії визначається за відхиленням кантилевера при контакті його голки з поверхнею зразка або за величиною напруги зворотного зв'язку необхідної для підтримки якоїсь заданої постійної сили взаємодії.

В АСМ корпорації МДТ використана оптична схема реєстрації (рис. 2.25), що дозволяє реєструвати субангстремні відхилення кантилевера. Джерелом є напівпровідниковий лазер $\lambda = 650$ нм, $P = 0,7-7$ мВт, промінь якого фокусується на дзеркальній поверхні кантилевера в районі вістря. Відбите від кантилевера світло попадає на чотирьохсекційний фотодіод, підсилений різницевий сигнал від якого дозволяє визначати кутове відхилення кантилевера з точністю до $0,1''$, що забезпечує дозвіл $0,1$ нм.

Юстирувальний столик АСМ (рис. 2.26) служить для установки чіпу з кантилеверами, а також для наступного юстирування одного з кантилеверів відносно лазера. В Р4-SPM-MDT чіп з кантилеверами, попередньо вставлений у пружинний затискач тримача, вставляється в пружинний затиск юстирувального столика, конструкція якого забезпечує 20° кут нахилу кантилевера до площини зразка. У такий спосіб забезпечується контакт вістря кантилевера зі зразком.

Другим важливим моментом, що вимагає уваги користувача, служить установка робочої площини чіпа з кантилеверами паралельно площини зразка. Це досягається юстируванням кута нахилу головки СЗМ. При цьому обертанням юстирувального гвинта домагаються паралельності лінії кріплення кантилеверів і площини зразка. У моделі Р4-SPM-MDT вибір області сканування на зразку здійснюється переміщенням ніжок головки мікроскопа по полікорових площадках, що дозволяє вручну, спостерігаючи через оптичну систему, вибрати початкову зону сканування на зразку.

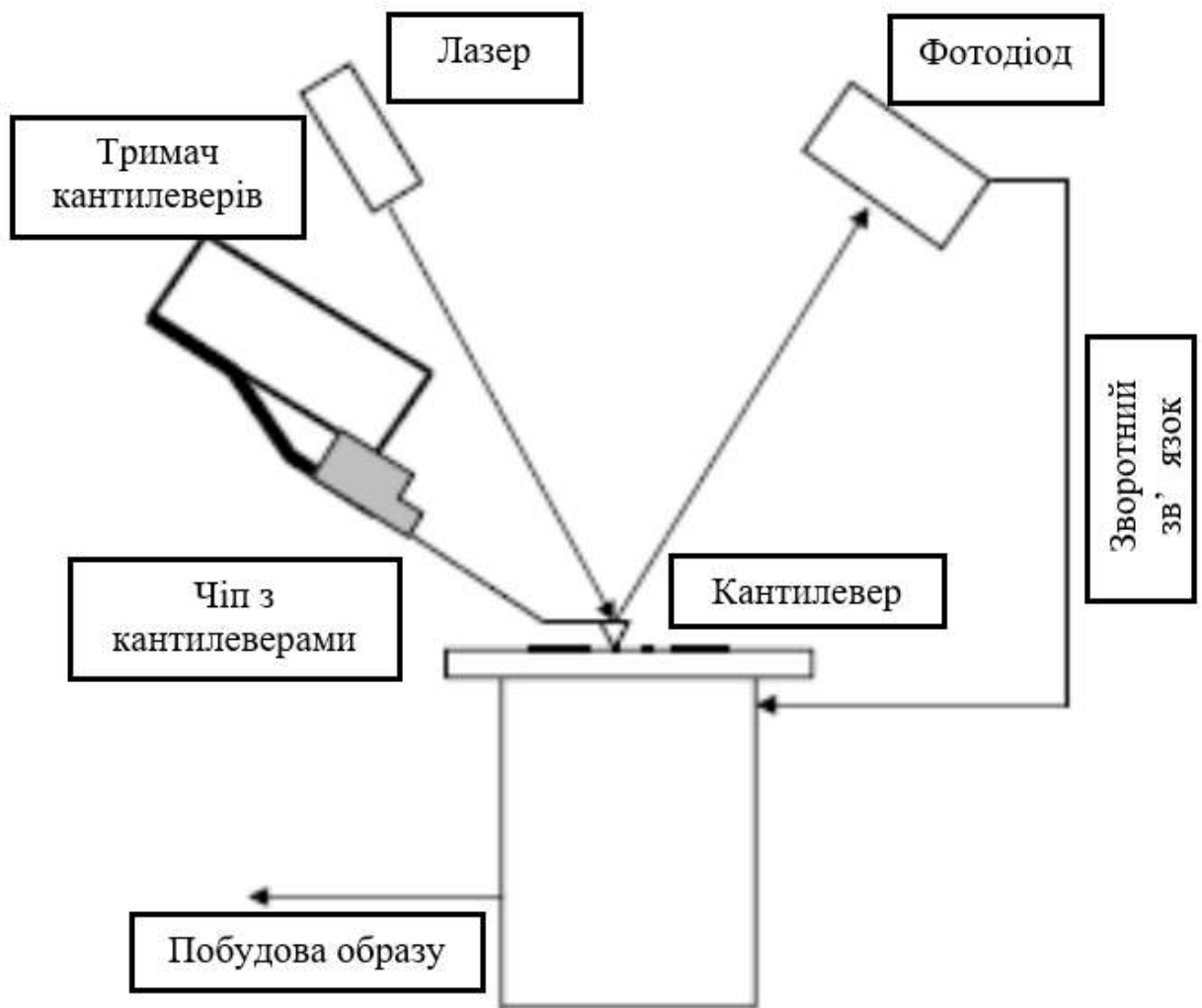


Рисунок 2.25 – Схема реєстрації відхилень кантилевера



Рисунок 2.26 – Юстирувальний столик АСМ

Система грубого підведення: після вибору початкової області сканування варто підвести зразок як найближче до зонда. Спостерігаючи в оптичний мікроскоп і обертаючи гвинт крокового двигуна п'єзосканера за годинниковою стрілкою варто наблизити зразок до зонда на відстань 0,5-1 мм, після чого включити режим автоматичного підведення.

Система автоматичного підведення зразка: Для автоматичного підведення варто дати команду «Landing» з керуючої програми, після чого підведення здійснюється автоматично до досягнення заданої сили взаємодії кантилевера зі зразком, про що свідчить повідомлення програми «Landing Ok!».

В Р 4-SPM-MDT для зміни положення зонда відносно зразка із субангстремною точністю по трьох взаємно перпендикулярних осях використовується п'єзосканер. Керування п'єзосканером здійснюється програмно завданням електричних потенціалів за допомогою цифро-аналогового процесора через високовольтні підсилювачі на контактах п'єзосканера. На п'єзосканері є затискач для установки підкладки з досліджуваним зразком. Найбільші можливі розміри зразків: діаметр 60 мм і товщина 13 мм.

Схема системи керування АСМ при роботі кантилевера в контактному режимі наведена на рисунку 2.27.

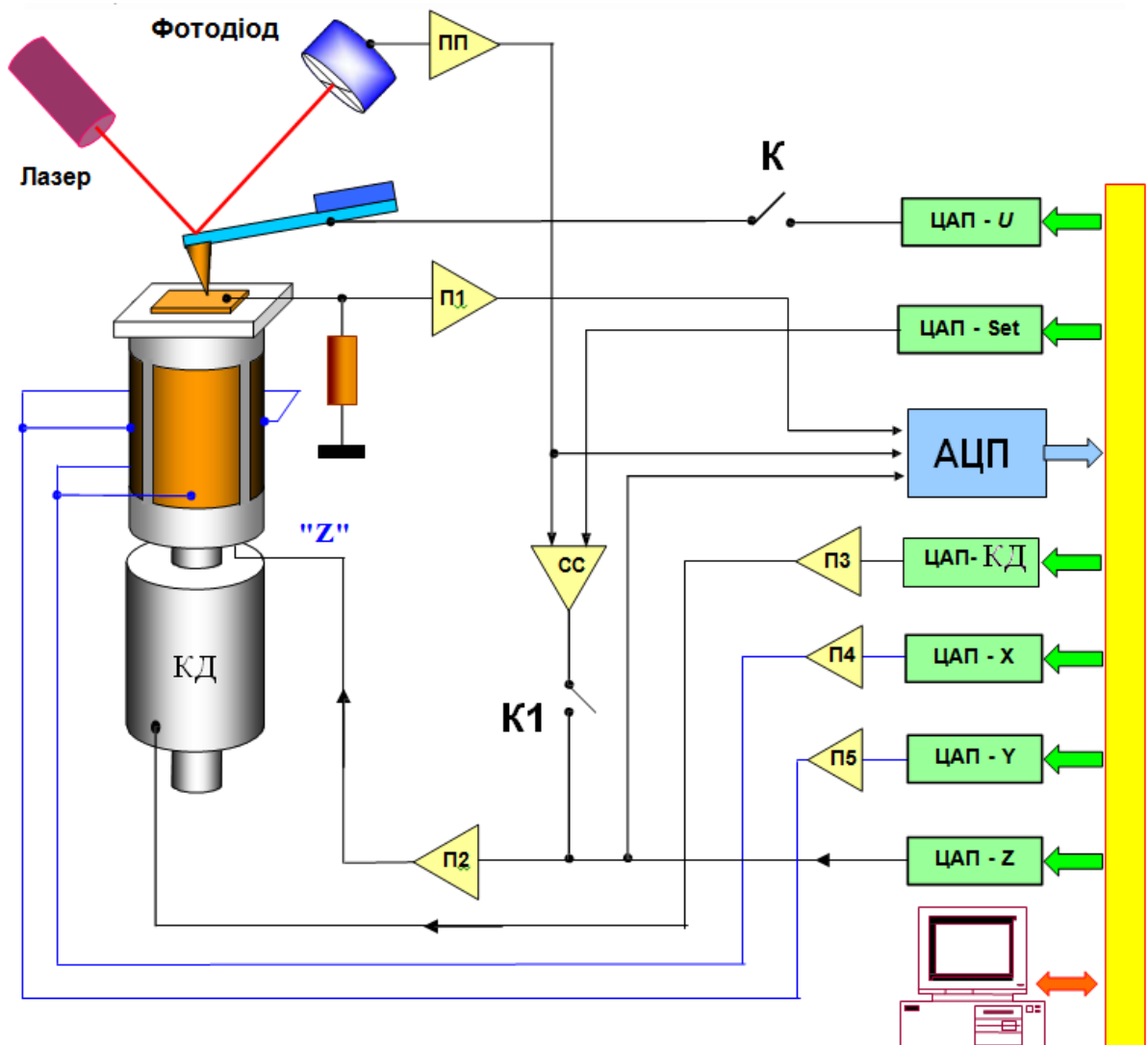


Рисунок 2.27 – Спрощена схема системи керування атомно-силового мікроскопа при роботі кантилевера в контактному режимі

Система керування складається із цифрової частини, реалізованої на базі персонального комп'ютера, і аналогової частини, виконаної у вигляді окремого блоку. Цифрова частина містить цифро-аналогові (ЦАП) і аналого-цифрові (АЦП) перетворювачі. Двохканальні цифро-аналогові перетворювачі ЦАП-Х і ЦАП-У служать для формування рядкових і кадрових розгорнень. Петля зворотного зв'язку складається з фотодіода (ФД), попереднього підсилювача ПП, конструктивно розташованого у вимірювальній головці АСМ, схеми порівняння (СС), високовольтного підсилювача У2 і п'єзоперетворювача, що регулює величину вигину кантилевера. У вихідному стані електронний ключ К1 замкнений, а К2 розімкнений.

Перед початком роботи оператор юстирує оптичну схему системи реєстрації відхилення кантилевера таким чином, щоб струм з різних секторів фотодіода був рівним, а його величина максимальною. Потім за допомогою ЦАП-Set устанавлюється напруга, пропорційна робочому значенню відхилення кантилевера ΔZ , що буде підтримуватися постійним системою зворотного зв'язку. Після цього включається система зближення зонда із зразка. При цьому керуюча напруга із ЦАП-КД подається на кроковий двигун (КД). У початковому стані напруга в петлі зворотного зв'язку (пропорційна різниці струмів між вертикальними секторами фотодіода) менше, ніж значення, установлене оператором за допомогою ЦАП-Set, і сканер максимально витягнутий у напрямку зонда.

При підході зразка до зонда кантилевер вигинається, з'являється різницевий струм з фотодіода, і система зближення переходить до процедури точної установки зразка. У цьому режимі відбувається подальший рух зразка до зонда за допомогою двигуна і одночасне відведення його за допомогою сканера (ОС підтримує постійним вигин кантилевера) доти, поки площа поверхні зразка не досягне положення, що відповідає середині динамічного діапазону переміщень сканера. Після цього мікроскоп готовий до роботи.

Сканування зразка здійснюється при подачі напруг пилкоподібної форми на зовнішні електроди трубчастого сканера за допомогою двоканалних ЦАП – Х і ЦАП – У і двоканалних високовольтних підсилювачів П4, П5. При цьому в петлі зворотного зв'язку підтримується постійним обране оператором значення різницевого струму фотодіода, що відповідає певній величині вигину кантилевера. При скануванні зразка в режимі $F_z = \text{const}$ напруга на Z-електроді сканера пропорційна рельєфу поверхні. Це відбувається наступним чином. Реальне миттєве значення напруги U , пропорційне різницевому струму ФД, порівнюється в СС із величиною U_0 , що задається оператором. Різницевий сигнал $(U - U_0)$ підсилюється (підсилювач П2) і подається на внутрішній Z-електрод сканера. Сканер відпрацьовує даний сигнал доти, поки різниця $(U - U_0)$ не стане рівної нулю. Таким чином, при скануванні напруга на Z-електроді сканера виявляється пропорційним рельєфу поверхні. Сигнал з виходу схеми порівняння записується за допомогою АЦП як інформація про рельєф поверхні.

В обраній точці зразка можна зняти залежність величини вигину кантилевера від відстані між зондовим датчиком і поверхнею: $\Delta Z = f(z)$. Для цього зворотний зв'язок розривається за допомогою електронного ключа К1 і на Z-електрод сканера подається напруга пилкоподібної форми із ЦАП – Z. Синхронно зі зміною напруги АЦП записує напругу на виході попереднього підсилювача ПП, що пропорційно відхиленню кантилевера, а отже, силі взаємодії зонда з поверхнею. Отримані дані перетворюються в залежність $\Delta Z = f(z)$, що потім будується за допомогою засобів комп'ютерної графіки.

Одержання АСМ зображення при постійній середній відстані між зондовим датчиком і зразком $Z_{cp} = \text{const}$ відбувається наступним чином. Спочатку знімається залежність $\Delta Z = f(z)$ і визначається точне положення зонда над поверхнею. Потім зворотний зв'язок розривається, і за допомогою ЦАП–Z виставляється обране оператором значення відстані зонд-поверхня. Після цього виробляється сканування зразка, і величина напруги з виходу попереднього підсилювача, пропорційна відхиленню кантилевера, записується у вигляді файлу розподілу сили уздовж поверхні зразка $F(x,y)$.

Формування АСМ зображення поверхні в режимі коливань кантилевера відбувається наступним чином. За допомогою п'єзовібратора збуджуються коливання кантилевера на частоті ω (близької до резонансної частоти кантилевера) з амплітудою A_ω . При скануванні система зворотного зв'язку АСМ підтримує постійною амплітуду коливань кантилевера на рівні A_0 , що задається оператором ($A_0 < A_\omega$). Напруга в петлі зворотного зв'язку (на z-електроді сканера) записується до пам'яті комп'ютера в якості АСМ зображення рельєфу поверхні. Одночасно при скануванні зразка в кожній точці реєструється зміна фази коливань кантилевера, що записується у вигляді розподілу фазового контрасту.

На рисунку 2.28 наведені АСМ зображення ділянки плівки поліетилену, отримані в «напівконтактному» режимі (амплітудний і фазовий контраст).

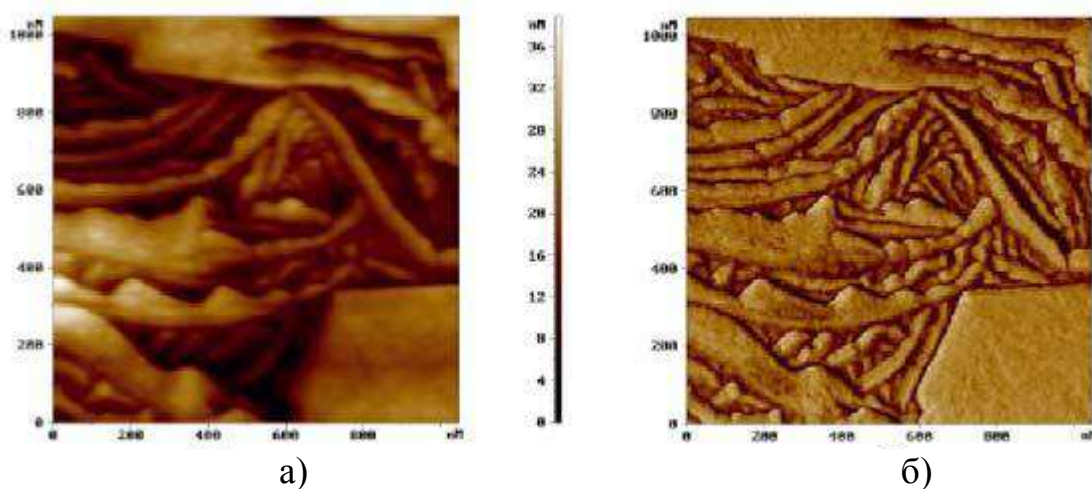


Рисунок 2.28 – АСМ зображення ділянки поверхні плівки поліетилену, отримані в «напівконтактному» режимі: (а) – рельєф поверхні, отриманий у режимі постійної амплітуди; (б) – відповідний розподіл фазовий контраст

2.8 Порядок виконання роботи

1. Ознайомитися з «Посібником користувача СЗМ Р 4-SPM-MDT» і «Інструкцією з порядку проведення зондових вимірювань на СЗМ Р 4-SPM-MDT».
2. Ознайомитися з методикою перевірки готовності роботи СЗМ у режимі АСМ (юстировка лазера й фотодіода, вибір початкової області сканування, ручне підведення зонда до зразка).
3. Одержати АСМ-зображення мікротопографії графітової (кремнієвої) плівки в режимі з постійною силою взаємодії зонд-підкладка.
4. Одержати АСМ-зображення поверхні графітової (кремнієвої) плівки в режимі постійного зазору між датчиком і поверхнею зразка: $z=const$.
5. Зробити обробку отриманих АСМ зображень із використанням програмних засобів СЗМ Р 4-SPM-MDT.

Контрольні питання

1. Які існують типи скануючих зондових мікроскопів для дослідження поверхні твердих тіл з атомарною роздільною здатністю?
2. Як визначається потенціал Леннарда-Джонса і яке відношення він має до принципу роботи атомно-силового мікроскопа?
3. Як улаштована система реєстрації малих вигинів пружної консолі зондового датчика АСМ?
4. Як улаштовані зондові датчики атомно-силових мікроскопів?
5. Які існують методи одержання інформації про рельєф і властивості поверхні за допомогою АСМ?
6. Які недоліки в контактних АСМ методик?
7. Як здійснюється формування і обробка СЗМ зображень?
8. Які можливі причини спотворення в СЗМ зображеннях?
9. Як здійснюється відновлення поверхні по її СЗМ зображенню?
10. Чи можна за допомогою АСМ робити електричні і магнітні вимірювання на поверхні?

Лабораторне заняття № 3

РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНИЙ АНАЛІЗ

Мета роботи: вивчити методику рентгеноспектрального аналізу.

Теоретичні відомості

3.1 Рентгеноспектральний аналіз

Енергія рентгенівського випромінювання, що діє на тверде тіло, витрачається на збудження електронів його атомів і надання їм кінетичної енергії, достатньої для подолання поверхневого потенційного бар'єру. У процес залучають дві групи електронів. Перша – електрони внутрішніх оболонок атомів, друга – валентні електрони. Енергетичний стан, тобто система дискретних енергетичних рівнів, електронів першої групи визначається атомним номером і не зазнає істотних змін при об'єднанні вільних атомів у тверде тіло. Система дискретних рівнів є, таким чином, характеристичною властивістю атомів. Енергетичні стани валентних електронів у твердому тілі істотно змінюються. Енергетична структура валентних електронів визначає більшість фізичних і хімічних властивостей твердих речовин.

Рентгенівське збудження атомів речовини може виникати в результаті бомбардування зразка електронами великих енергій або при його опроміненні рентгенівськими променями. Перший процес називається прямим збудженням, останній – вторинним чи флуоресцентним. В обох випадках енергія електрона або кванту первинного рентгенівського випромінювання, що бомбардує випромінюючий атом, повинна бути більше енергії, необхідної для викидання електрона з визначеної внутрішньої оболонки атома. Електронне бомбардування досліджуваної речовини призводить до появи не тільки характеристичного спектру елементу, але і, як правило, досить інтенсивного безупинного випромінювання. Флуоресцентне випромінювання містить тільки лінійчастий спектр.

У ході первинного збудження спектру відбувається інтенсивне розігрівання досліджуваної речовини, відсутнє при вторинному збудженні. Первинний метод збудження променів припускає розміщення досліджуваної речовини усередині відкаченої до високого вакууму рентгенівської трубки, у той час як для одержання спектрів флуоресценції досліджувані зразки можуть розташовуватися на шляху пучка первинних рентгенівських променів поза вакуумом і легко змінювати один одного.

Електрони внутрішніх оболонок атомів збуджуються при взаємодії з рентгенівським випромінюванням. Спектр цих електронів є дискретним, і кожна лінія пов'язана зі збудженням електронів визначеної оболонки з енергетичним рівнем.

При виникненні вакансії на одній із внутрішніх оболонок відбувається емісія електрона в результаті оже-переходу і рентгенівська флуоресценція. Ймовірність виходу оже-електрона P_a росте зі зменшенням атомного номера елемента Z , у той час як вихід рентгенівської флуоресценції Y зменшується (рис. 3.1).

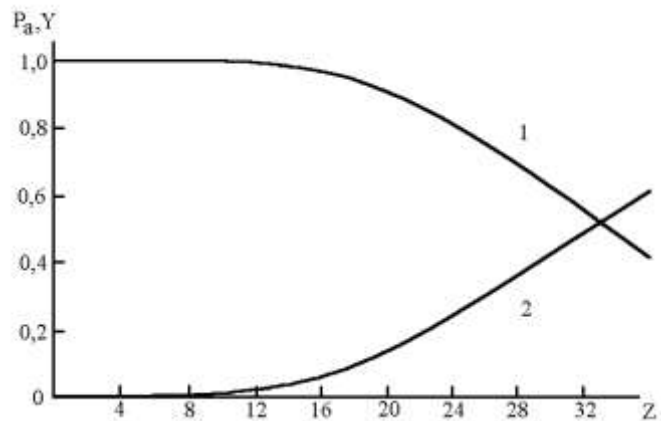


Рисунок 3.1 – Залежність від Z ймовірності виходу оже-електронів P_a (1) і виходу рентгенівської флуоресценції Y (2) на одну вакансію в К-оболонці

При дії рентгенівського випромінювання збуджуються усі валентні електрони. Вихідний енергетичний стан цих електронів визначає вид фотоелектронного спектру, що відображує розподіл щільності електронних станів валентної зони $N(\epsilon)$ (рис. 3.2). Зі зростанням $h\nu$ структура спектра змінюється несуттєво, зміщуючись у бік великих кінетичних енергій фотоелектронів.

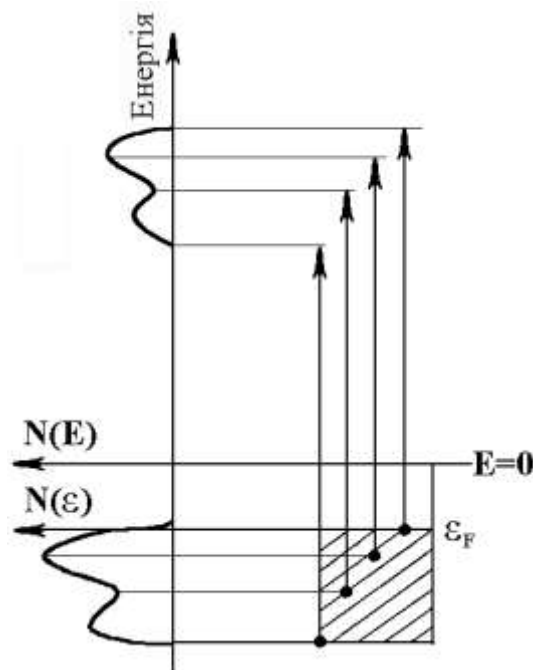


Рисунок 3.2 – Енергетична схема збудження валентних електронів у рентгенівській спектроскопії, ϵ_F – енергія зв'язку електронів на рівні Фермі

3.2 Прилади для рентгеноспектрального аналізу

Рентгенівський флуоресцентний спектрометр (рис. 3.3) складається із трьох основних вузлів: рентгенівської трубки, випромінювання якої збуджує спектр флуоресценції досліджуваного зразка, кристала – аналізатора для розкладання променів у спектр і детектора для виміру інтенсивності спектральних ліній.

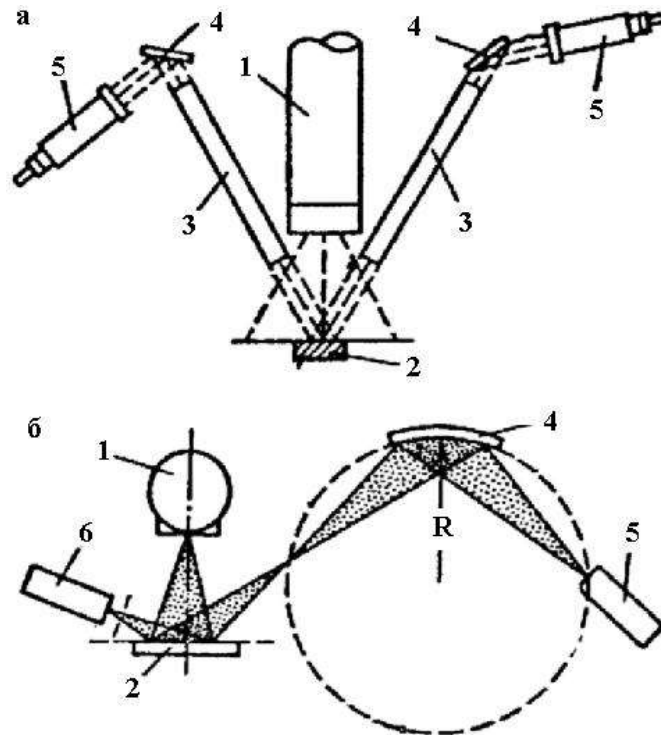


Рисунок 3.3 – Схема рентгенівського багатоканального флуоресцентного спектрометра з плоским (а) та вигнутим (б) кристалами: 1 – рентгенівська трубка; 2 – зразок, який аналізують; 3 – діафрагма Соллера; 4 – плоский і вигнутий (радіус – $2R$) кристал-аналізатори; 5 – детектор випромінювання; 6 – монітор, додатковий пристрій, що реєструє, який дозволяє здійснювати вимір відносної інтенсивності спектральних ліній при відсутності стабілізації інтенсивності джерела рентгенівського випромінювання;

R – радіус так званого кола зображення

У найчастіше використовуваній на практиці конструкції спектрометра джерело випромінювання і детектор розташовані на одному колі, яке називають колом зображення, а кристал – у центрі. Кристал може обертатися навколо осі, що проходить через центр цього кола. При зміні кута ковзання на величину θ детектор повертається на кут 2θ .

Разом зі спектрометрами з плоским кристалом широке поширення одержали рентгенівські спектрометри, що фокусують, які працюють «на відбиття» (методи Капіци – Йоганна та Йогансона) і на «проходження» (методи Коуша і Дю-Монда). Вони можуть бути одно- і багатоканальними. Багатоканальні (рентгенівські квантометри, аутрометри) дозволяють

одночасно визначати велике число елементів і автоматизувати процес аналізу. Зазвичай вони постачаються спеціальними рентгенівськими трубками і пристроями, що забезпечують високий ступінь стабілізації інтенсивності рентгенівських променів. Область довжин хвиль, у якій може використовуватися спектрометр, визначається міжплощинною відстанню кристала-аналізатора (d). Відповідно до рівняння Вульфа-Бреггів (3.1) кристал не може «відбивати» промені, довжина хвиль яких перевершує $2d$:

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (3.1)$$

де θ – кут відбиття;

λ – довжина хвилі рентгенівського випромінювання;

d – міжплощинна відстань;

n – порядок відбиття, у якому при заданих λ і d може спостерігатися дифракційний максимум.

У якості кристалів-аналізаторів, які використовують у рентгеноспектральному аналізі, найчастіше застосовують кварц, слюду, гіпс і LiF.

Як детектори рентгенівського випромінювання, у залежності від області спектра, використовують лічильники Гейгера, пропорційні, кристалічні і сцинтиляційні лічильники квантів.

3.3 Застосування рентгеноспектрального аналізу

Рентгеноспектральний аналіз може бути використаний для кількісного визначення елементів від Mg₁₂ до U₉₂ у матеріалах складного хімічного складу – у металах і сплавах, мінералах, склі, кераміці, цементах, пластмасах, абразивах, пилю і різних продуктах хімічних технологій. Найбільше широко рентгеноспектральний аналіз застосовують у металургії і геології для визначення макро- (1-100%) і мікрокомпонентів (10⁻¹-10⁻³%).

Іноді для підвищення чутливості рентгеноспектрального аналізу його комбінують з хімічними і радіометричними методами. Гранична чутливість рентгеноспектрального аналізу залежить від атомного номеру досліджуваного елемента і середнього атомного номеру елементів, що входять у нього. Оптимальні умови реалізуються при визначенні елементів середнього атомного номеру в зразку, що містить легкі елементи. Точність рентгеноспектрального аналізу зазвичай 2-5%, вага зразка – кілька грамів. Тривалість аналізу від декількох хвилин до 1-2 годин. Найбільші труднощі виникають при аналізі елементів з малим Z і роботі в м'якій ділянці спектру.

На результати аналізу впливають загальний склад проби (поглинання), ефекти селективного збудження і поглинання випромінювання елементами – супутниками, а також фазовий склад і зернистість зразків.

Для збудження м'якого випромінювання і його використання в аналізі успішно застосовують бомбардування зразків α -частками (наприклад від полонієвого джерела).

Важливою сферою застосування рентгеноспектрального аналізу є визначення товщини захисних покриттів без порушення поверхні виробів.

У тих випадках, коли не потрібно високої роздільної здатності в поділі характеристичного випромінювання від зразка, і аналізовані елементи відрізняються за атомним номером більш ніж на два, може бути застосований безкристальний метод рентгеноспектрального аналізу. Він ґрунтується на використанні прямої пропорційної залежності між енергією кванта та амплітудою імпульсу, що створюється ним у пропорційному чи сцинціляційному лічильниках. Це дозволяє виділити і досліджувати імпульси, що відповідають спектральній лінії елемента за допомогою амплітудного аналізатора.

Самостійним розділом рентгеноспектрального аналізу є дослідження тонкої структури рентгенівських спектрів поглинання та емісії атомів у хімічних сполуках і сплавах.

3.4 Порядок виконання роботи

1. Вивчити призначення та основні характеристики рентгенівської спектроскопії.
2. Вивчити пристрій і принцип дії рентгеноспектрометра.

Контрольні питання

1. У чому полягає ефект, на якому оснований рентгеноспектральний аналіз?
2. Будова рентгенівського флуоресцентного спектрометра.
3. У яких галузях науки і техніки застосовується рентгенівська спектроскопія?

Лабораторне заняття № 4

ОЖЕ-ЕЛЕКТРОННИЙ АНАЛІЗ МАТЕРІАЛІВ

Мета роботи: вивчити методику оже-електронного аналізу.

Теоретичні відомості

4.1 Ефект Оже

Для дослідження твердих тіл використовується безліч різних методів, що дозволяють одержувати вичерпну інформацію про хімічний склад, кристалічну структуру, розподіл домішок тощо.

У переважній більшості методів аналізу поверхні використовуються різного роду явища, які відбуваються при дії на неї корпускулярних часток і електромагнітних випромінювань. Якщо такого роду дія призводить, наприклад, до випускнення електронів, а інформацію про властивості поверхні одержують при аналізі електронних спектрів, то говорять про методи електронної спектроскопії. На відміну від інших часток електрони не змінюють склад залишкової атмосфери надвисоковакуумних камер, у яких проводяться дослідження, легко реєструються і піддаються рахунку. Остання обставина дозволяє досить просто проводити кількісний аналіз поверхні, тобто одержувати, наприклад, дані про концентрацію атомів різних елементів.

Серед всіх електронно-спектроскопічних методик особливе місце займає оже-електронна спектроскопія (ОЕС), що є однією з найпоширеніших методик.

Ефект, на якому заснована ОЕС, був відкритий у 1925 році французьким фізиком П'єром Оже (P. Auger) (звідси і назва методу). Суть його полягає в наступному.

Оже-процес можна розділити на дві стадії. Перша – іонізація атомів зовнішнім випромінюванням (рентгенівським, швидкими електронами, іонами) з утворенням вакансії на одній із внутрішніх оболонок. Такий стан атома хитливий, і на другій стадії відбувається заповнення вакансії електроном з рівня атома, який лежить вище. Енергія, що виділяється при цьому, може бути випущена у вигляді кванта характеристичного рентгенівського випромінювання, але може бути передана третьому атомному електрону, що у результаті вилітає з атома, тобто спостерігається оже-ефект.

На рисунку 4.1 показаний фрагмент електронної структури атома, до складу якого входять три електронних рівні, які частково чи цілком зайняті електронами (на рисунку 4.1 вони позначені як K, L₁, L₂). Якщо атом обстрілюється прискореними електронами $\bar{e}$, енергія яких вище потенціалу іонізації рівня K, то існує ймовірність іонізації цього рівня, у результаті чого на ньому утвориться вакансія (позначена світлим кружком). Такий стан енергетично не вигідний для атома, тому через деякий час вакансія заповнюється за рахунок переходу електрона з рівня L₁, який розташований

вище (перехід позначений стрілкою 1). При цьому виділяється енергія, яка дорівнює різниці енергій зв'язку електрона на рівнях К та L_1 (ϵ). Надалі процес може йти двома шляхами: або буде випущений рентгенівський фотон, або ця енергія без випромінювання буде передана іншому електрону, що знаходиться, наприклад, на рівні L_2 . Якщо цієї енергії буде досить, то відбудеться іонізація рівня L_2 , у результаті чого буде випущений електрон (стрілка 2 на рисунку 4.1). Реалізація другої можливості і є власне оже-процес, а електрон, який емітується, називають оже-електроном.

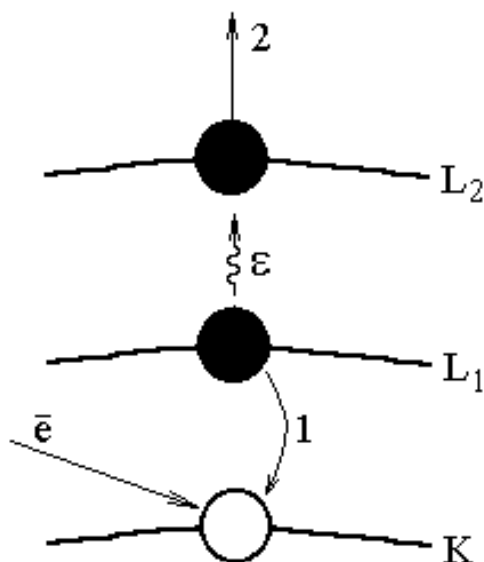


Рисунок 4.1 Схематичне зображення оже-процесу в атомі ($\epsilon=E_1-E_2$)

Вимірювши енергію такого електрона, можна визначити, якому елементу періодичної таблиці Менделєєва відповідають обстрілювані електронним пучком атоми. Така можливість обумовлена тим, що енергія оже-електронів не залежить від енергії електронів, що бомбардують, а визначається тільки електронною структурою атомів, що добре відома.

Значення кінетичної енергії E_k електронів, що вилітають, не залежить від енергії часток зовнішнього випромінювання. Значення E_k характерні для атомів визначеного хімічного елемента і дорівнюють різниці енергій збуджених станів атома (4.1):

$$E_k = E_1 - E_2 - E_3, \quad (4.1)$$

де E_1 – енергія іонізованого атома з вакансією на внутрішній оболонці;

E_2 – енергія атома після заповнення вакансії одним з електронів атома;

E_3 – гранична енергія вильоту оже-електронів з однократно іонізованого атома.

Оже-електрони реєструються не при всіх розрахункових значеннях енергії. Крім того, розрахункові та експериментальні значення E_k відрізняються між собою на 5-10 еВ. Однак експериментально досяжна точність вимірювання їхньої енергії цілком достатня для визначення хімічної

природи елементів.

Головною перевагою ОЕС у порівнянні з багатьма іншими методами є дуже мала глибина аналізу, що робить цю методику придатною для дослідження поверхні. У свою чергу, глибина аналізу визначається довжиною вільного пробігу електронів у твердому тілі в змісті непружних взаємодій. Якщо зароджений у твердому тілі оже-електрон при русі до поверхні зазнає хоч одну непружну взаємодію (наприклад, іонізує атом), то він втратить частину енергії і не буде зареєстрований у визначеному енергетичному спектрі вторинних електронів, що формується при бомбардуванні твердого тіла прискореними електронами. Тобто оже-електрони, що виникли на глибині більше, ніж довжина вільного пробігу, не будуть нести інформацію про перебування атомів даного хімічного елемента. Довжина вільного пробігу у значній мірі залежить від швидкості руху, а, отже, і від енергії електронів. Значення E_k для різних атомів і різних квантових переходів у них лежать у межах від 50 до 3000 еВ. В усіх матеріалах довжина вільного пробігу (і глибина аналізу) таких електронів не перевищує 2-3 нм, тобто величини, порівнянної з періодом кристалічних решіток твердого тіла. При цьому велика частина інформації надходить із глибини 0,5-1,0 нм, що і робить ОЕС унікальним методом дослідження поверхні.

Глибину виходу здебільшого визначають експериментально. Для цього на металеву підкладку наносять контрольовані шари іншої чистої речовини і реєструють ослаблення емісії оже-електронів від підкладки.

4.2 Реєстрація оже-електронів

Якщо оже-ефект був відкритий у 1925 році, то перші прилади, у яких він був використаний для дослідження поверхні, з'явилися лише в 60-х роках ХХ століття. Виявляється, що в області енергій, у якій знаходяться оже-електрони, існує велика кількість непружнорозсіяних первинних електронів. Ці електрони утворюють суцільний спектр, що є фоном, на якому доводиться виділяти оже-електрони. Струм непружнорозсіяних електронів у багато разів перевищує струм оже-електронів, тому виникає звичайна задача, яку трудно вирішити, виділення корисного сигналу на рівні великого фону. Ця задача вперше була вирішена в 1962 році Л. А. Харрисом.

Оже-електрони на кривій енергорозподілення вторинних електронів виявляються у виді невеликих оже-піків при фіксованих значеннях енергії. Але дуже зрідка випадках амплітуди цих піків можуть бути досить великими для надійного їхнього виміру. Тому зазвичай у всіх оже-спектрометрах оже-пікі реєструють і вимірюють не за кривими енергорозподілу, а за допомогою диференціальних кривих енергорозподілу, на яких оже-електрони виявляються більш чітко (рис. 4.2, б). Енергетичне положення оже-піку визначають за положенням його мінімуму на диференційованій кривій енергорозподілу. При цьому диференціювання здійснюється електричними методами безпосередньо в процесі запису спектру.

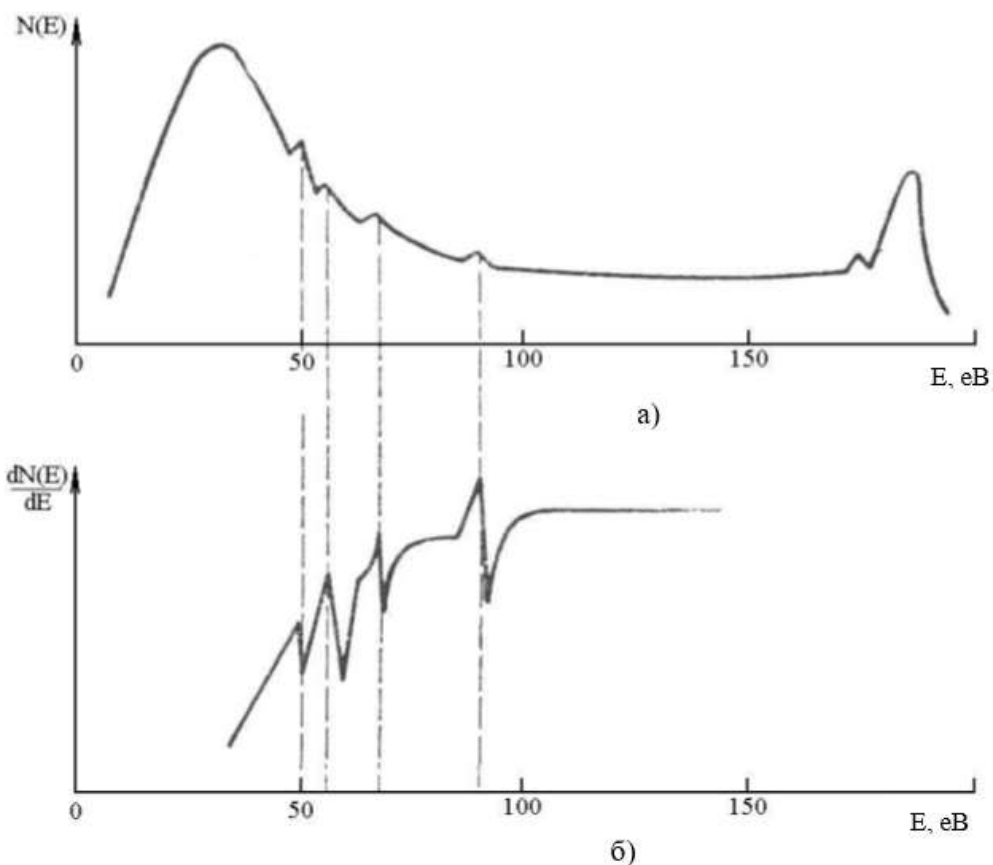


Рисунок 4.2 – Крива енергорозподілення (а) і диференційована крива енергорозподілення (б) вторинних електронів

4.3 Енергоаналізатори оже-електронів

В оже-спектроскопії атоми збуджують електронним, фотонним (рентгенівським) та іонним пучками. Реєстрація оже-спектрів здійснюється за допомогою оже-спектрометрів.

Найпростіший оже-спектрометр складається з надвисоковакуумної камери, у якій розташовані електронна гармата 2, зразок 1, енергоаналізатор 3 і система реєстрації (рис. 4.3). Оскільки вихід оже-електронів чуттєвий до стану поверхні, у робочій камері оже-спектрометру повинний бути створений вакуум не гірше $1,33 \cdot 10^{-8}$ Па. Сучасні прилади комплектуються маніпуляторами для кріплення та юстировки зразку, системами для іонного бомбардування і термічного очищення поверхні зразку, пристроями для шлюзування і пристосуваннями для розламування чи відколу зразка у вакуумі. Принцип дії оже-спектрометру визначається типом застосовуваного енергоаналізатору.

Значне поширення одержали енергоаналізатор з гальмуючим полем (ЕАГП) і циліндричний дзеркальний енергоаналізатор (ЦДЕА). Робота ЕАГП (рис. 4.4) заснована на використанні методу затримуючого потенціалу. Сутність методу складається у визначенні енергії електронів за максимальною величиною потенційного бар'єру, що вони можуть подолати, рухаючи в гальмуючому полі.

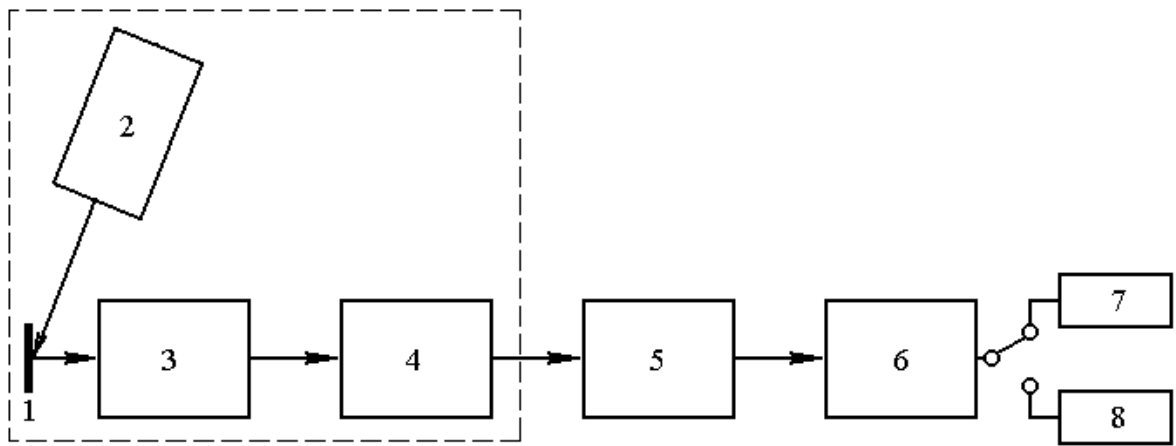


Рисунок 4.3 – Функціональна блок-схема оже-спектрометру:

1 – зразок; 2 – електронна гармата; 3 – енергоаналізатор;
4 – повторно-електронний помножувач; 5 – предпідсилювач;
6 – синхронний детектор; 7 – осцилограф; 8 – самопис.

Пунктиром позначена вакуумна частина приладу

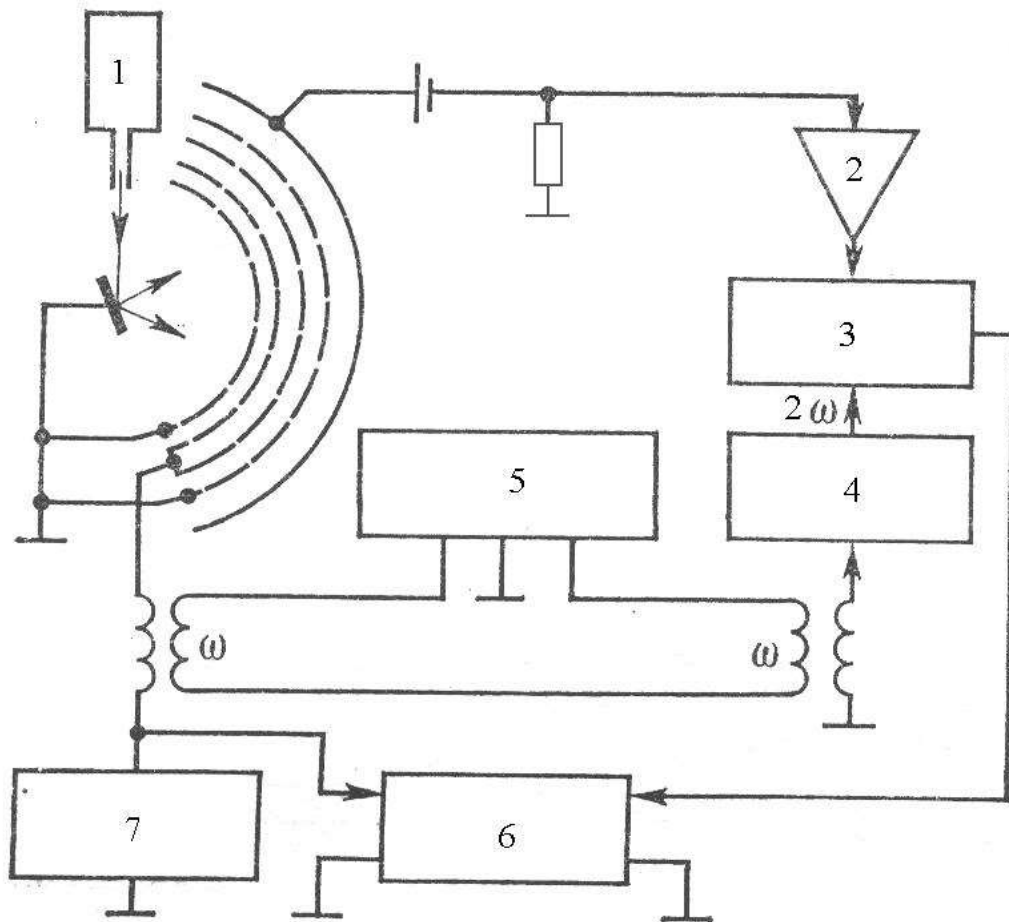


Рисунок 4.4 – Блок-схема оже-спектрометру з ЕАГП:

1 – електронна гармата; 2 – підсилювач; 3 – синхронний детектор;
4 – подвоювач частоти; 5 – генератор синусоїдальної напруги;
6 – двохкоординатний самописний потенціометр;
7 – генератор пилкоподібної напруги

Робота ЦДЕА (рис. 4.5) заснована на застосуванні вузькосмугового енергетичного фільтру, завдяки якому в колектор попадають електрони не з фіксованою енергією (навіть при $U=const$), а в деякому інтервалі енергій.

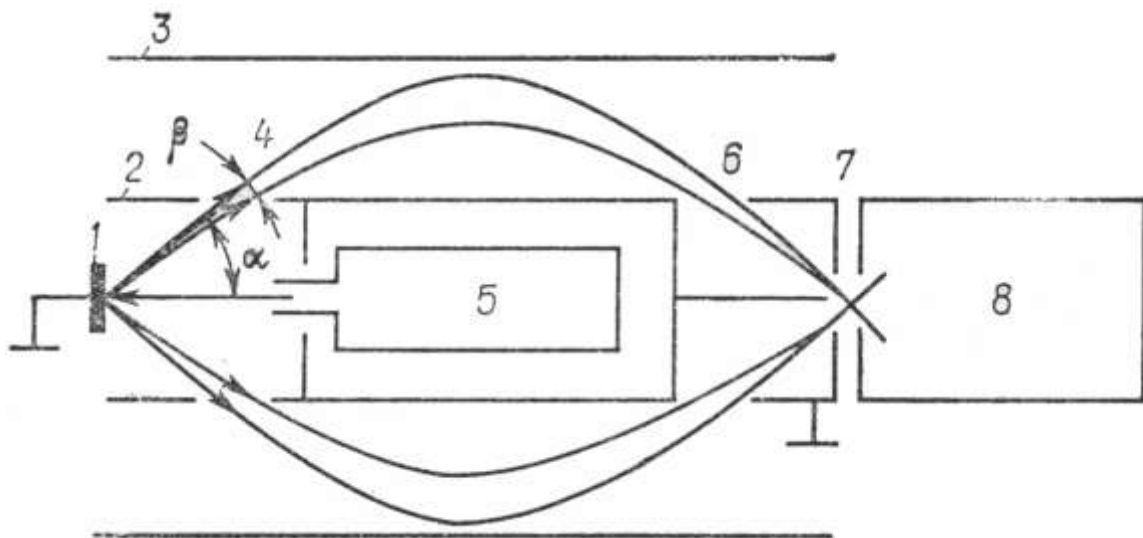


Рисунок 4.5 – Схема ЦДЕА: 1 – зразок; 2 – внутрішній циліндр; 3 – зовнішній циліндр; 4 – вхідна щілина; 5 – електронна гармата; 6 – вихідна щілина; 7 – вихідна діафрагма; 8 – колектор

Основними елементами аналізатора є два металевих коаксіальних циліндри 2 і 3. Внутрішній циліндр звичайно заземлюють, а на зовнішній подається негативний (щодо землі) потенціал, що може бути змінений у досить широких межах. Таким чином, між циліндрами формується аналізуюче поле. Вторинні електрони через спеціальні вхідні щілини 4 у внутрішньому циліндрі 2 попадають у це поле і при своєму русі відхиляються до осі циліндру. При деякому значенні потенціалу U на зовнішньому циліндрі 3 тільки електрони з енергією E проходять у вихідні щілини 6 у внутрішньому циліндрі 2 і попадають на колектор 8. Зміна потенціалу U приведе до того, що на колекторі будуть збиратися електрони з іншим значенням енергії. Якщо здійснити повільне розгортання напруги між циліндрами, то буде записаний безупинний спектр вторинних електронів.

На точність вимірювань енергій впливають зовнішні магнітні поля (у тому числі і магнітне поле Землі). Це пов'язано з тим, що легкі електрони сильно відхиляються навіть у слабких магнітних полях. Для захисту від них використовується спеціальний магнітний екран.

4.4 Застосування оже-електронної спектроскопії

Аналітичні характеристики методу оже-електронної спектроскопії обумовили його застосування до вивчення адсорбції, десорбції і епітаксialного росту тонких плівок, дифузії домішок з об'єму до поверхні, міграції атомів на поверхню. За допомогою цього методу можна визначати

зміну фізико-хімічного стану поверхні при електронному чи іонному бомбардуванні, а також при термообробці, зонну структуру твердого тіла, вивчати каталіз і хімічні реакції на поверхні матеріалів, сегрегацію домішок на границях зерен при термообробці металів і сплавів, окислювання чистих металів, напівпровідників і сплавів, фізико-хімічний стан поверхні сплавів, тертя і зношування.

Важливою особливістю ЕОС є чутливість оже-переходу до хімічної природи взаємодії аналізованих елементів на поверхні чи в приповерховій зоні матеріалу. Ця взаємодія відбивається на спектрах оже-електронів у вигляді хімічних зрушень. Таке зрушення, наприклад, при окислюванні може відбуватися на декілька електрон-вольт. Хімічна взаємодія виявляється також у зміні форми оже-пиків і появи нових пиків, що відповідають оже-переходам між внутрішніми оболонками і валентною зоною. У цьому зв'язку ЕОС застосовують і для вивчення електронної структури поверхні та адсорбованих шарів.

Метод ОЕС має швидкість одержання спектра, можливість виявлення всіх хімічних елементів (крім водню і гелію) і визначення їхньої кількості в поверхневому шарі 0,5-3 нм. Використовуючи ОЕС у поєднанні з іонним травленням, можна одержувати профілі розподілу елементів по глибині.

4.5 Порядок виконання роботи

1. Вивчити призначення та основні характеристики електронної оже-спектроскопії.
2. Вивчити пристрій і принцип дії оже-спектрометра.

Контрольні питання

1. У чому полягає ефект, на якому основана оже-електронна спектроскопія?
2. Яка перевага виділяє ОЕС серед інших методів дослідження матеріалів?
3. Як відбувається реєстрація оже-електронів?
4. Будова оже-спектрометра.
5. Види та принцип дії енергоаналізаторів, які використовуються в оже-спектрометрах.
6. У яких галузях науки і техніки застосовується оже-електронна спектроскопія?

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Зайцев Р.В., Кіріченко М.В., Зайцева Л.В. Методи дослідження структури тонких плівок: підручник. URL: <https://surl.li/bknrua> (дата звернення 10.09.2026).
2. Поп М. М., Біланич В. С. Фізика та технології наноструктур: навч. посіб. Ужгород: ДВНЗ «УжНУ», 2024. 104 с.
3. Іванушкіна Н. Г., Іванько К. О. Біоелектронні мікро- та наносистеми: навч. посіб. Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2022. 204 с.
4. Мачулянський О. В. Технологічні основи електроніки. Лабораторний практикум: навч. посіб. Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2023. 204 с.
5. Загородній В.В. Локальні методи досліджень. URL: <https://surl.li/cghhqy> (дата звернення 11.09.2026).
6. Обробка та аналіз зображень у скануючій зондовій мікроскопії: ключові аспекти та рецепти. URL: <https://surl.li/vcbuse> (дата звернення 12.09.2026).
7. Interface design for NT-MDT scanning probe microscope control software. Multidisciplinary Design Studio | Graphic Design Firm | Art. Lebedev Studio. URL: <https://www.artlebedev.com/nt-mdt/nova/> (дата звернення 13.09.2026).
8. ACADEMIA – NT-MDT. NT-MDT. URL: <https://surl.li/ggkmqm> (дата звернення 14.09.2026).
9. Лобур М., Мельник М. Основи мікросистемних пристроїв. URL: <https://surl.li/vxnaid> (дата звернення 20.09.2029).
10. Семенець В. В., Невлюдов І. Ш., Палагін В. А. Введення в мікросистемну техніку та нанотехнології. URL: <https://surli.cc/igndmf> (дата звернення 20.09.2026).
11. Денисюк В.Ю. Аналіз сучасних технологій контролю виробів адитивного виробництва. *«Перспективні технології та прилади»*: зб. статей. Луцьк, 2025. Вип. 26. С. 57-65.
12. Пилипець М. І., Денисюк В. Ю. Моделювання динамічних характеристик двокоординатних п'єзоприводних сканерів. *«Перспективні технології та прилади»*: зб. статей. Луцьк, 2025. Вип. 27. С. 148-156.
13. Марчук В. І., Денисюк В. Ю., Пилипець М. І. Проектування і дослідження пружних елементів куполоподібного типу для мікроелектромеханічних пристроїв. *«Перспективні технології та прилади»*: зб. статей. Луцьк, 2025. Вип. 27. С. 116-125.
14. Денисюк В. Ю. Модуль точних мікропереміщень двокоординатного столика мікроскопа на базі біморфних п'єзоактюаторів та алгоритм його керування. *Технологічні комплекси*: наук. журнал. Одеса: «Гельветика», 2025. Т. 17. № 2. С. 4-16.
15. Денисюк В. Ю. Методика розрахунку і проектування актюаторів дискретної дії. *«Перспективні технології та прилади»*: зб. статей. Луцьк, 2024. Вип. 25. С. 53-58.

[illegible]

Технічні системи контролю мікро- та наносистемної техніки : методичні вказівки до лабораторних занять для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти освітньої програми «Мікро- та наносистемна техніка» галузі знань 17 Електроніка, автоматизація та електронні комунікації спеціальності 176 Мікро- та наносистемна техніка денної та заочної форм навчання / уклад. В. Ю. Денисюк. Луцьк : ЛНТУ, 2026. 64 с.

Комп'ютерний набір та верстка:

В. Ю. Денисюк.

Редактор: в авторській редакції.

Підп. до друку «__» _____ 2026 р.

Формат 60x84/16. Папір офс. Гарн. Таймс.

Ум. друк. арк. 4,0. Обл. – вид. арк. 4,0.

Тираж 50 прим. Зам. _____.

Відділ іміджу та промоцій
Луцького національного технічного університету
43018 м. Луцьк, вул. Львівська, 75