

На правах рукописи

Анкудинов Александр Витальевич

**Диагностика наноустройств методами
Сканирующей Зондовой Микроскопии**

01.04.01

Приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Санкт-Петербург – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук и в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики»

Официальные оппоненты:

Бахтизин Рауф Загидович – доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Башкирский государственный университет», заведующий кафедрой «Физической электроники и нанофизики».

Мошников Вячеслав Алексеевич – доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)», заместитель заведующего кафедрой «Микро- и наноэлектроники» по научной работе.

Кривцов Антон Мирославович – доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем машиноведения Российской академии наук, заведующий лабораторией «Дискретные модели механики».

Ведущая организация: Федеральное государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Защита состоится «**30**» октября 2015 г. в 15:00 на заседании диссертационного совета Д002.034.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (ИАП РАН) по адресу 198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, д.31-33, лит.А.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИАП РАН по тому же адресу и на сайте www.iai.rssi.ru или www.iairas.ru.

Автореферат разослан « » сентября 2015 г.

Ученый секретарь диссертационного совета Д002.034.01,
доктор физико-математических наук

Буляница А.Л.

Общая характеристика работы

Актуальность, цель работы

Современные исследования наномира сложно представить без сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) [^{1,2,3,4}], усиливающей наше тактильное восприятие. Одних методов СЗМ десятки [⁵], а количество комбинаций степень двойки от их числа, т.е. несоизмеримо больше. Это ставит исследователя перед проблемой эффективного применения техники и, с другой стороны, создает поле деятельности по разработке подходов к использованию СЗМ в диагностике актуальных для сегодняшней науки объектов.

Методы СЗМ, такие как сканирующая туннельная микроскопия [^{1,2}] и атомно-силовая микроскопия [³], эффективно используют экстремальную остроту самого кончика зонда и позволяют изучать поверхности твердых тел с атомарным разрешением. Достигается это без точного знания сложной геометрии острия, главное, чтобы оно было атомарно острым. Поскольку поверхность образцов в таких исследованиях, как правило, атомарно гладкая, форма острия чуть выше самого кончика, действительно, не важна. Также для атомарных исследований не критично точное знание силы взаимодействия, её просто стремятся, по возможности, минимизировать, чтобы измерения не были разрушающими.

Одновременно, существует ряд востребованных задач, для решения которых не требуется точность планарного атомарного разрешения, например: изучение нанодоменов поляризации в ферроэлектриках и намагниченности в ферромагнетиках; измерения распределений потенциалов и зарядов в приборных наноструктурах и материалах; исследования геометрических и механических параметров нанотрубок, мягких полимеров, биологических объектов. Применение СЗМ в этих задачах часто дает только качественный результат.

Неизвестные геометрия СЗМ зонда и сила взаимодействия обуславливают неточность измерений локальной поляризации, намагниченности, проводимости, поверхностного потенциала, модуля Юнга, наконец, рельефа образцов. Лишь высота редких ступеней и хорошо уединенных особенностей на плоской поверхности твердого образца, деформацией которых можно пренебречь, может быть определена с высокой достоверностью. Планарные размеры таких особенностей в изображениях уширены вкладом формы кончика зонда. Поэтому они не

поддаются точному определению без привлечения дополнительной информации о геометрии кончика и моделирования. Если же образец мягкий и деформируется зондом при измерениях, то и исследования высоты рельефа становятся неточными. Мягкий образец не обязательно должен быть сделан из мягкого материала, важна также его геометрия. Например, на умеренно твердом материале, с модулем Юнга 10 GPa , бугорок нанометрового радиуса кривизны из-за своих небольших размеров оказывается мягким, с жесткостью порядка 10 N/m , что сопоставимо с характерной жесткостью СЗМ датчика, кантилевера. Можно констатировать, что в настоящий момент, несмотря на интенсивное развитие СЗМ методов, получение точных количественных данных о разнообразных локальных свойствах поверхности образца, за исключением разве что геометрических, все еще остается проблематичным.

Кроме претензий к точности и недостатка количественных данных в СЗМ измерениях существуют проблемы интерпретации данных и использования их в анализе процессов и свойств, определяющих практическую ценность объекта исследования. Например, в многослойной приборной полупроводниковой структуре важно диагностировать, как внутри нее распределится электрическое напряжение, приложенное к контактам. С одной стороны, можно смоделировать объемное распределение потенциалов в конкретной структуре, решив одномерное уравнение Пуассона и уравнение непрерывности. С другой стороны, сканирующая Кельвин зонд микроскопия (СКЗМ) [6] позволяет измерять вариации потенциала в ответ на приложенное смещение, но на поверхности структуры. Возникает вопрос, насколько продуктивно сопоставление этих двух типов данных. Рассмотрим, для иллюстрации, полупроводниковый диод, технология изготовления которого отрабатывается. Допустим, анализ его вольтамперной характеристики выявил наличие дополнительного барьера, кроме pn перехода. Непредусмотренные, паразитные барьеры (один или несколько) могут возникать на контактах к диоду, либо где-то внутри структуры. Моделирование не способно спрогнозировать место их локализации, а измеренное в СКЗМ эксперименте распределение потенциала на поверхности прибора может давать искаженную картину о ходе потенциала в его объеме. Другая, в некоторой степени похожая, обратная задача может возникнуть в сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (СБОМ) [7] светоизлучающих приборных структур. Результат моделирования это решение волнового уравнения для

выбранной структуры, т.е. распределение электромагнитного поля, а результат СБОМ эксперимента это распределение интенсивности света, т.е. среднего по времени квадрата этого поля.

Все это сильно сдерживает применение СЗМ в качестве рутинного метода контроля технологических процессов, диагностики материалов, медицинских исследований. Для более полного раскрытия потенциала техники в последнее время активно ведется работа по интеграции с другими современными методами диагностики материальных объектов, а также совершенствование самой СЗМ, нацеленное на новые алгоритмы интерпретации данных измерений, повышение точности и количественного уровня данных. Внутри этих **актуальных**, магистральных направлений развития сканирующей зондовой микроскопии и были сфокусированы исследования представляемой диссертации, собранные под общим названием «Диагностика наноустройств методами СЗМ».

Цель работы, таким образом, заключалась в разработке новых количественных методик измерений и обработки экспериментальных результатов в СЗМ исследованиях наноустройств.

В качестве **объектов исследования**, наноустройств, были выбраны приборные структуры, развиваемые в ФТИ им. А.Ф. Иоффе: лазерные гетероструктуры, в том числе мощные лазерные диоды; высокоэффективные многокаскадные солнечные элементы; воздушно-водородные топливные элементы и сопутствующие материалы. Кроме того, исследовались: перспективные в системах энергонезависимой памяти тонкие сегнетоэлектрические пленки; актуальные в разработках новых композиционных материалов одномерные нанобъекты и полимерные пленки; живые микроустройства - клетки эукариот.

Основные задачи работы

I. Развить новые количественные методики для СЗМ исследований электрических, оптических, структурных свойств современных наноустройств, таких как: лазерные диоды; солнечные элементы; топливные элементы.

В приборных полупроводниковых структурах изучить в распределениях электростатического потенциала природу особенностей, проявляющихся при высокой концентрации неравновесных носителей, инжектированных в результате протекания электрического тока, поглощения межзонного света.

Решить обратную задачу восстановления амплитудно-фазового состава поперечных оптических мод мощного полупроводникового лазера с широким волноводом по СБОМ измерениям на его зеркале.

Разработать основы диагностики областей протонной и электронной проводимости на каталитических слоях и мембранах топливных элементов.

II. Улучшить точность и информативность СЗМ измерений в наномеханических экспериментах.

Разработать методику контрастирования полезной компоненты сигнала локального электромеханического отклика для более достоверных исследований поляризационных нанодоменов в сегнетоэлектрических пленках.

Изучить закономерности в механических свойствах подвешенных нанообъектов, проявляющие условия их закрепления на краях углублений в подложке. Использовать результат для совершенствования трехточечной методики измерения модуля Юнга у таких объектов.

Определить теоретически и экспериментально пиковые силы взаимодействия зонда и образца в одном из наиболее востребованных режимов работы СЗМ, динамическом режиме амплитудной модуляции.

III. Развить неразрушающие СЗМ исследования рельефа и механических свойств живых клеток эукариот, а также мягких полимерных материалов (с модулем Юнга меньше 10 МПа): повысить информативность данных, сохранив субмикронное пространственное разрешение.

Разработать для таких исследований специальные СЗМ зонды с калиброванной формой кончика.

Положения, выносимые на защиту

1. В лазерных гетероструктурах (система GaAlAs/GaAs, система GaAlSb/GaSb, система ZnSe и твердых растворов A₂B₆ соединений близких по параметру решетки к подложке GaAs) положение и толщины основных слоев: эмиттеров, волновода, активной области, - локализуются методами сканирующей зондовой микроскопии с нанометровой точностью.
2. Сопоставление распределений потенциалов, измеренных методом сканирующей Кельвин зонд микроскопии на поверхности, и данных моделирования в объеме полупроводника позволяет выявлять на поперечном разрезе многослойной лазерной диодной структуры нанометровые области непредусмотренного, дополнительного падения

- напряжения, отвечающие за омические потери в приборе при токах инжекции выше порога лазерной генерации.
3. Разработанная методика измерений и анализа сигналов поверхностного падения потенциала и поверхностного фотонапряжения позволяет проводить на зеркале работающего полупроводникового лазерного диода количественное картирование токов утечки неосновных носителей заряда, выброшенных из его активной области.
 4. Разработанная методика анализа сигналов сканирующей ближнепольной оптической микроскопии дает возможность восстановить состав оптических мод в полупроводниковом лазерном диоде с плоским резонатором Фабри Перо. Может быть определена разность фаз и отношение амплитуд у двух одновременно возбужденных поперечных мод электрического поля, соответствующих трем первым собственным решениям волнового уравнения для лазерного волновода.
 5. Разработанный алгоритм анализа особенностей рельефа и механического прогиба одномерных объектов, перекрывающих углубления в подложке, позволяет количественно охарактеризовать условия их закрепления на краю углублений. Применение алгоритма принципиально улучшает точность трехточечной СЗМ методики, так как снимает четырехкратное расхождение в значениях модуля Юнга, возникающее из-за неопределенности в выборе модели закрепленной либо опертой балки для обработки данных эксперимента.
 6. Аналитическая модель Хартмута Билефельдта и Франца Гизибла (Hartmut Bielefeldt, Franz Giessibl) для вычисления сила удара по образцу зондом атомно-силового микроскопа, работающего в режиме амплитудной модуляции, впервые подтверждена в эксперименте.
 7. Представлен надежный и воспроизводимый способ изготовления стойких к коррозии и износу специализированных сферических зондов субмикронного калиброванного радиуса кривизны. Разработанные зонды позволяют проводить неинвазивные СЗМ исследования рельефа и локального упругого модуля живых клеток эукариот с субмикронным пространственным разрешением.

Научная новизна

1. Обнаружено экранирующее действие адсорбированного слоя молекул воды, уширяющее перепад потенциала в месте выхода резкого pn перехода на поверхность полупроводника.

2. В мощных лазерных диодах обнаружен паразитный потенциальный барьер, формирующийся на стартовых, калибровочных эпитаксиальных слоях при токах инжекции выше порога лазерной генерации и приводящий к катастрофической неоптической деградации зеркала прибора.

3. Разработан оригинальный способ детектирования утечки неосновных носителей в работающих лазерных диодах. Выявлена прямая связь локальной величины тока утечки с концентрацией носителей в активной области лазера.

4. Проведены пионерские СЗМ исследования распределений фотонапряжения на сколах многокаскадных солнечных элементов из трех субэлементов (pn переходов в Ge, GaAs и GaInP₂, соединенных туннельными p^+n^+ переходами) при локальном фотовозбуждении каждого субэлемента; получено согласие моделирования с экспериментом, свидетельствующее о сохранении эффективности туннельных соединений при уровне возбуждения вплоть до нескольких GW/m^2 .

5. Разработана оригинальная методика восстановления локального фазового и амплитудного состава поперечных мод электрического поля по особенностям распределения интенсивности света на излучающих зеркалах мощных лазерных диодов.

6. Разработан алгоритм измерений и анализа данных атомно-силовой микроскопии для определения условий закрепления наномостика на краях углубления в подложке, принципиальным образом (максимальное значение корректирующего фактора четыре) повышающий точность измерений модуля Юнга материала наномостика.

7. Предложен новый способ изготовления специализированных сферических зондов субмикронного калиброванного радиуса кривизны для СЗМ исследований. Характерное отличие от близких аналогов заключается в принципиальной возможности не привлекать оптической и электронной микроскопии на основных стадиях изготовления зонда.

Практическая значимость

1. Продемонстрированная возможность выявлять с помощью СКЗМ непредусмотренные внутри приборной структуры потенциальные барьеры и методика исследования утечки неосновных носителей на зеркалах лазеров могут быть использованы для контроля технологических процессов на разных этапах изготовления полупроводниковых приборов.

2. Методика восстановления разности фаз и отношения амплитуд у двух одновременно возбужденных в лазерном диоде поперечных мод электрического поля важна для проектирования полупроводниковых лазеров с управляемым составом мод.

3. Разработана оригинальная методика измерений и обработки СЗМ сигналов для исследований воздушно-водородных топливных элементов. С ее помощью с нанометровым пространственным разрешением выявляются детали распределения полимерной компоненты на углеродных гранулах каталитического слоя и особенности устройства активных областей в полусборках топливных элементов.

4. Достигнутое в проведенном исследовании силы удара в тэппинг режиме согласие теории с экспериментом важно для реализации точных и неразрушающих СЗМ измерений. Кроме того, значение силы удара это необходимый параметр для систематизации СЗМ изображений.

5. Специализированные сферические зонды важны не только для реализации информативных исследований мягких объектов, их также можно использовать для повышения точности измерений пьезоотклика сегнетоэлектрических образцов и измерений локальной проводимости. Предложенная техника изготовления зондов адаптирована для закрепления на острие СЗМ кантилевера отдельных наночастиц произвольной формы. Получен патент, налажен мелкосерийный выпуск продукции.

Часть материалов, изложенных в диссертации, использована для подготовки лабораторных работ и лекций для магистров и бакалавров, которые автор проводит последние пять лет в Санкт-Петербургском национальном исследовательском университете информационных технологий, механики и оптики.

Личный вклад автора

Автор внес определяющий вклад в постановку задач работы, проведение экспериментов, разработку теоретических моделей, анализ экспериментальных данных, в форму представления результатов для опубликования. СКЗМ исследования лазерных диодов^[A1-A8,A10,A17,A18] совместно с В.П. Евтихиевым, К.С. Ладутенко, А.Н. Титковым, ФТИ им. А.Ф. Иоффе. СБОМ исследования лазеров^[A28,A29] совместно с С.О. Слипченко и А.А. Подоскиным, ФТИ им. А.Ф. Иоффе, А.В. Шелаевым, М.Л. Янул, П.С. Дорожкиным, НТ-МДТ. Исследования многокаскадных солнечных элементов^[A26] совместно с А.В. Шелаевым и П.С. Дорожкиным.

Исследования воздушно-водородных топливных элементов^[A14,A15] совместно с Е.В. Гушиной, Е.Е. Теруковой, С.А. Гуревичем, ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Наномеханические эксперименты^[A22,A27] совместно с Б.О. Щербиным, университет ИТМО, В.В. Гусаровым и А.А. Красиным, ФТИ им. А.Ф. Иоффе, А.В. Киоц, СПбГПУ. Разработка технологии специализированных сферических зондов^[A30] совместно с И.А. Няпшаевым, ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Исследование полимеров^[A23,A24] совместно с И.А. Няпшаевым, А.П. Возняковским, НИИСК им. С.В. Лебедева. Исследования живых клеток эукариот^[A25] совместно с И.А. Няпшаевым, М.Ю. Еропкиным, НИИ Гриппа. В совместных работах вклад равнозначный.

Апробация результатов

Результаты диссертационной работы докладывались на следующих российских и международных конференциях: -9,10,12,14,21 International Symposium «Nanostructures: Physics and Technology». Санкт-Петербург 2001,2002,2004,2006,2013гг; -International workshop SPM-2001,-2002,-2004. Н. Новгород 2001,2002,2004 гг.; -Всероссийская конференция по физике полупроводников. С.-Петербург 2003 г.; -Международная конференция «Микро- и нанoeлектроника», МНЭ-2003. Звенигород, Моск. обл. 2003г.; -6 Seminar on Quantitative Microscopy and 2 Seminar on Nanoscale Calibrating standards and Methods. Germany, Braunschweig 2004г.; -6,7 International Conference on «Mid-Infrared Optoelectronic Materials and Devices». Санкт-Петербург 2004г., UK,Lancaster2005г.; -Национальная конференция по применению Рентгеновского, Синхротронного излучений, Нейтронов и Электронов для исследования наноматериалов и наносистем, РСНЭ НАНО-2005. Москва 2005г.; -VII,VIII Международный российско-украинский семинар «Нанofизика и Нанoeлектроника». Санкт-Петербург 2006г., Украина,Киев 2007г.; -XV,XVI,XVIII,XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел. Черногoловка 2007,2009,2013,2015 гг.; -XI,XIII Международный симпозиум Нанofизика и Нанofотоника. Н.Новгород 2007,2009гг.; -4 Российская конференция «Физические проблемы водородной энергетики». С.-Петербург 2007г.; -VI,IX Международная конференция «Аморфные и поликристаллические полупроводники». С.-Петербург 2008,2014гг.; -International Conference Advanced Problems in Mechanics АРМ2009. С.-Петербург 2009г.; -44 Зимняя школа ПИЯФ по

Физике Конденсированного Состояния. Рошино, Лен.обл. 2010г.; -French-Russian scientific seminar «Silicon and III-V compound semiconductor thin films for photovoltaics: new trends and perspectives». France, Gif-Sur-Yvette 2011г.; -V,VI,VII Всероссийская школа семинар студентов, аспирантов и молодых ученых «Диагностика наноматериалов и наноструктур». Рязань 2012,2013,2014гг.; -8 Advanced Research Workshop Fundamentals of Electronic Nanosystems NanoПитер. С.-Петербург 2012г.; -Международная конференция «Проблемы негативного влияния свободных радикалов, повреждающих сердечно сосудистые и другие системы организма». С.Петербург 2013г.; -Int. Conference «Piezoresponse Force Microscopy and Nanoscale Phenomena in Polar Materials». Екатеринбург 2014г.

Публикации

Результаты работы печатались в отечественных и зарубежных журналах, сборниках трудов научных конференций. Всего по материалам диссертации вышло 65 публикаций, из них 29 журнальных статей и 1 патент; полный список приведен в конце диссертации.

Структура и объем диссертации

Диссертация содержит введение, 4 главы с 95 рисунками, заключение, благодарности, список литературы из 287 наименований, список публикаций автора по теме работы, 4 приложения. Общий объем рукописи 297 страниц, не включая приложений на 6 страницах.

Содержание работы

Во **введении** рассмотрена степень разработки и актуальность темы, обозначены цель, задачи и объекты исследований, сформулированы положения, выносимые на защиту, обсуждена практическая значимость и новизна полученных результатов, представлен список конференций, на которых они были публично апробированы, охарактеризован вклад автора в работу.

В **главе 1**, аналитическом обзоре, обсуждены результаты СЗМ исследований работающих лазерных диодов, солнечных элементов и воздушно-водородных топливных элементов. Проанализированы методические аспекты СЗМ измерений электромеханических свойств сегнетоэлектрических пленок и вопрос о СЗМ зондах со сглаженной геометрией кончика. Порядок расположения материала соответствует

последовательности изложения оригинальных результатов диссертации. Состояние дел в СЗМ исследованиях полимеров, нанотрубок, живых клеток, вопросы аналитического описания работы динамических СЗМ режимов и особенности СКЗМ измерений рассмотрены в главах с оригинальными результатами.

В **главе 2** представлены результаты СЗМ исследований приборных наноструктур: Гетероструктур с резкими потенциальными барьерами и переходами в составе, на которых тестировалась чувствительность различных СЗМ методик к вариациям химического состава, а также латеральное разрешение СКЗМ; Мощных лазерных диодов, на зеркалах которых анализировались особенности распределения приложенного напряжения, детектировались токи утечки неосновных носителей, проводились ближнепольные оптические измерения; Трехкаскадных солнечных элементов, где проверялась работоспособность каждого каскада; Воздушно-водородных топливных элементов, в которых изучались активные области, определяющие эффективность работы элемента.

В **разделе 2.1** представлены результаты исследований особенностей формирования химического контраста в СЗМ измерениях на сколах эпитаксиальных гетероструктур (система GaAlAs/GaAs, система ZnSe и близких к нему по параметру решетки твердых растворов A₂B₆ соединений на подложках GaAs). Изучены факторы, помогающие проявлять устройство гетероструктуры на ее сколе, такие как: способ раскалывания, механические напряжения в рассогласованных с матрицей по параметру решетки слоях, окисление и коррозия слоев разного состава. Показано, что для распознавания устройства гетероструктуры продуктивен анализ особенностей рельефа скола гетероструктуры. Особенно это касается образцов, выращенных методом молекулярно пучковой эпитаксии, создающей атомарно резкие гетероинтерфейсы даже между рассогласованными по постоянной решетки материалами. Такие границы оказываются механически напряженными и создают топографическую особенность в рельефе скола параллельную краю скола. Очень часто на сколе визуализируется первый интерфейс гетероструктуры, с подложкой. Учитывая, что всегда в изображении можно привязаться краю скола, у исследователя появляется две реперные линии, между которыми расположены все основные слои структуры. Показано также, что

дополнительная информация по толщинам слоев лазерных гетероструктур может быть получена в изображениях сигнала трения.

Раздел 2.2 посвящен СКЗМ измерениям падения потенциала внутри полупроводникового прибора. После физических и методических основ электростатической силовой микроскопии (ЭСМ) рассмотрены теоретические оценки пространственного разрешения ЭСМ и СКЗМ. Затем обсуждаются особенности проведения экспериментов: программно-аппаратный комплекс для исследования распределений потенциалов в приборной структуре и адаптация СЗМ установки к измерениям на поперечных разрезах приборных гетероструктур.

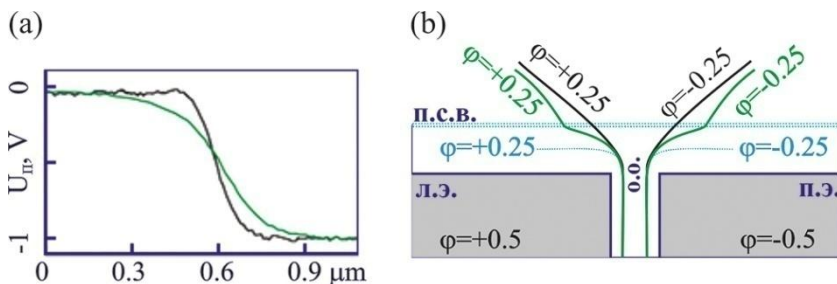


Рис.1. (а) СКЗМ отклик на перепад потенциала $1V$ на обратно смещенном резком pn переходе, измеренный в режиме регистрации фазы в низком вакууме (черный узкий профиль) и в комнатных условиях (зеленый уширенный профиль). (б) Расширение эквипотенциалей на краю pn перехода в полупроводнике из-за экранирующего действия слабо проводящего слоя адсорбированной на поверхность влаги. Обозначения: п.с.в.- тонкий слой воды на поверхности; л.э.- левый электрод; п.э.- правый электрод; о.о.- область, обедненная подвижными носителями. Идущие внутри о.о. эквипотенциалы $\phi = \pm 0.25$ (синий пунктир) отвечают случаю полной экранировки краевого поля pn перехода на поверхности. Черным обозначен ход эквипотенциалей без экранировки. Промежуточный случай частичной экранировки дан зеленым цветом. Скачок диэлектрической проницаемости на поверхности полупроводника не учитывался.

В **разделе 2.2.6** приводятся результаты ЭСМ и СКЗМ измерений на эталонных образцах с резкими потенциальными барьерами. Рассмотрены два типа образцов: полупроводниковые структуры на основе GaAs с резким pn переходом, а также структуры с гетерослоями InAs и GaSb, выращенные на InAs(100) подложке. Показано, что структура с резким pn переходом может применяться для калибровки СКЗМ измерений при подаче точно известного напряжения, запирающего переход. Для вычисления инструментальной функции СКЗМ достаточно

продифференцировать профиль усредненного и нормализованного сигнала падения поверхностного потенциала. Определены инструментальные функции в СКЗМ измерениях для популярных зондов промышленного изготовления: NSG11, NSG11/Pt, и DCP11. Наилучшие параметры у NSG11/Pt. Предельное латеральное разрешение СКЗМ было определено с помощью структуры с InAs/GaSb гетеропереходами: для зонда NSG11 инструментальное уширение на расстоянии до поверхности $z = 1\text{nm}$ составляло менее 100nm .

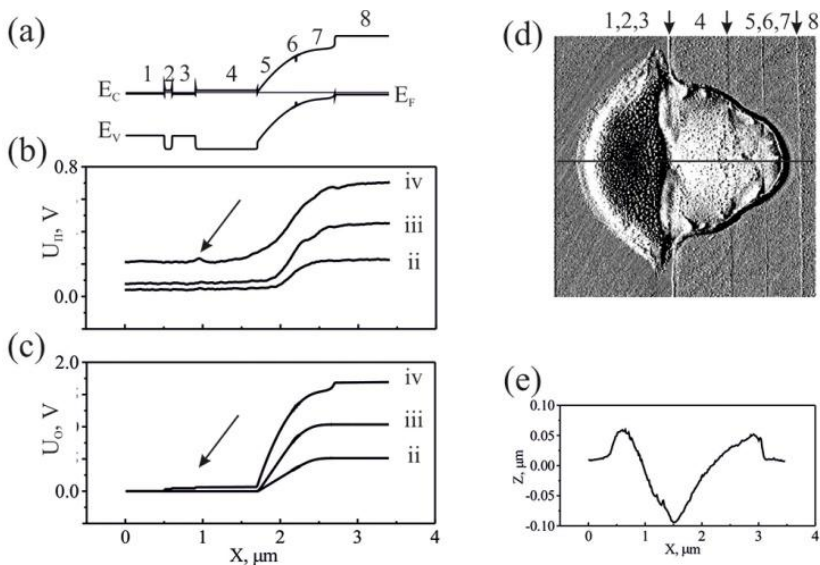


Рис.2. СКЗМ исследование падения потенциала внутри лазера: (a) зонная диаграмма структуры в равновесии; (b) измеренные, $U_{\text{П}}$, (c) смоделированные, $U_{\text{О}}$, профили падения потенциала. Стрелкой отмечена особенность, связанная с паразитным барьером. Профили $U_{\text{П}}$ получены в следующих условиях: потенциал на p -контакте $+513\text{mV}$ - ii; $+1050\text{mV}$, $40\text{A}/\text{cm}^2$ - iii; $+1735\text{mV}$, $1150\text{A}/\text{cm}^2$, режим генерации- iv. Справа результаты исследования рельефа зеркала после деградации лазера при пропускании непрерывного тока $\cong 7.5\text{ kA}/\text{cm}^2$ ($j^{\text{порог}} \cong 400\text{ A}/\text{cm}^2$): (d) СЗМ изображение, сигнал ошибки в тэппинг режиме, области повреждения зеркала; (e) профиль высоты вдоль линии на (d).

Исследован вклад поверхностного слоя влаги в уширение области основного падения потенциала на резком потенциальном барьере в полупроводнике; дано качественное объяснение эффекта; см. Рис.1.

В разделе 2.2.7 представлены результаты СКЗМ исследования распределений внешнего смещения в работающем лазерном диоде, в

котором была обнаружена область паразитного падения напряжения, вызвавшая при протекании больших токов инжекции неоптическую катастрофическую деградацию прибора, см. Рис.2.

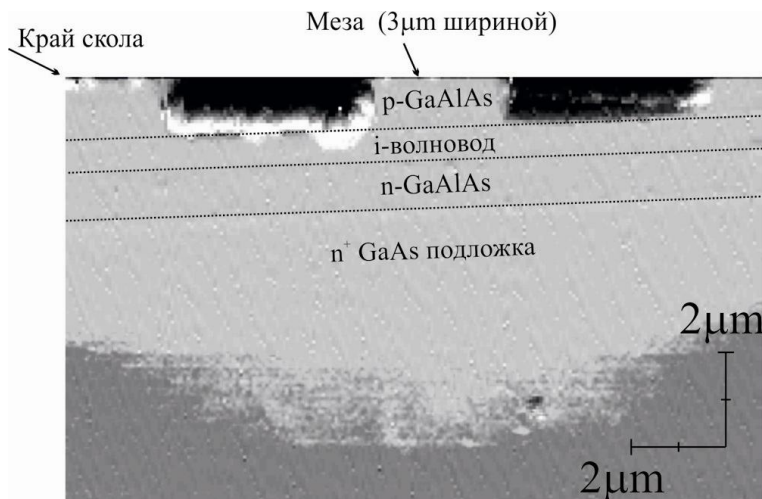


Рис.3. СКЗМ наблюдение растекания неравновесных дырок на сколе работающего InGaAs/AlGaAs/GaAs лазерного диода. На карту сигнала ошибки тэппинг режима наложена карта сигнала U_{Π} . Серая шкала контраста настроена так, чтобы выделить границу $U_{\Pi} = 200mV$, соответствующей по формуле (1) току утечки $j^y \approx 150 A/cm^2$.

В разделе 2.3 рассмотрен новый подход к обнаружению и изучению утечки дырок из активной области полупроводниковых работающих лазерных диодов. Он заключается в измерениях методом СКЗМ на поверхности лазерных зеркал и последующем анализе двух сигналов: падения потенциала U_{Π} при прямом смещении pn перехода прибора; фотонапряжения U_{Φ} , вызванного внешним фотовозбуждением с известными параметрами. Показано, что экспериментальные профили сигнала U_{Π} согласуются количественно и качественно с модельным падением потенциалов в объёме структуры, U_0 , если приложенное внешнее напряжение не приводит к протеканию инжекционных токов, превышающих по плотности фототок фоновой засветки от СЗМ лазера. С ростом тока инжекции значения U_{Π} и U_0 могут существенно расходиться, что наглядно выявляют положительные значения сигнала U_{Π} над заземленной хорошо проводящей n – подложкой на значительном удалении от места выхода на скол $p-i-n$ перехода, см., например,

профиль i_v на Рис.2б. Показано, что это расхождение отражает изменения приповерхностного изгиба зон, вызванные захватом на поверхность выброшенных из активной области лазера неосновных носителей. Вклад таких носителей в потенциал поверхности может быть учтен в измерениях сигнала U_Φ . Демонстрируется возможность восстановить значения U_0 по экспериментальным сигналам U_Π и U_Φ .

Проведены исследования утечки дырок из активной области мощных InGaAs/AlGaAs/GaAs лазерных диодов, работающих в импульсном и непрерывном режимах, см. Рис.3. Получены количественные оценки локальной плотности тока утечки, j^y :

$$j^y = M \cdot \frac{\exp(\beta \cdot U_\Pi) - 1}{\exp(\beta \cdot U_\Phi(0)) - 1} \cdot j^\Phi \quad (1),$$

где $\beta^{-1} = k_B T / q_e = 25mV$ при комнатной температуре $T = 290^\circ K$, j^Φ плотность фототока от внешнего фотовозбуждения, $U_\Phi(0)$ локальное значение фотонапряжения при нулевом смещении диода, сигнал U_Π измеренный в этом же месте при протекании через диод прямого тока, M скважность импульсного питания лазера ($M = 1$, непрерывное питание). Показано, что с увеличением тока инжекции, величина тока утечки сначала нарастает, а после достижения лазерной генерации происходит его стабилизация на достигнутом уровне. Также исследованы ИК лазеры на основе гетероструктуры GaInSbAs/GaAlSbAs/GaSb. На зеркалах лазеров утечка не стабилизировалась за порогом генерации, что удалось связать со слабым латеральным ограничением тока инжекции под меза-контактом в этих лазерах, по сравнению с мощными InGaAs/AlGaAs/GaAs лазерными диодами. К наиболее вероятной причине сильного растекания тока под меза-контактом отнесена избыточная проводимость волноводных слоев.

В разделе 2.4 рассмотрена методика восстановления состава оптических мод в полупроводниковом лазерном диоде. Представлены результаты экспериментального СБОМ исследования, а также моделирования распределений излучения вблизи поверхности зеркала работающего мощного лазерного диода с широким контактным полоском, см. Рис.4. На зеркале лазера СБОМ изображения дают точную картину ближнего поля. Однако, при удалении зонда от излучающего зеркала, распределение лазерного излучения возмущается. Из-за паразитной интерференции света между поверхностями зонда и зеркала появлялись пространственные осцилляции сигнала, маскирующие картину излучения на переходе в дальнюю зону. На поверхности лазерного зеркала, в ближнем

поле, выявлено асимметричное распределение излучения, которое свидетельствует о подмешивании к основной четной 2-й моде нечетной 1-й моды. Получено удовлетворительное согласие моделирования с экспериментом, которое позволило установить количественный состав локального ближнего поля: отношение амплитуд электрических полей 2-й и 1-й моды и разность фаз.

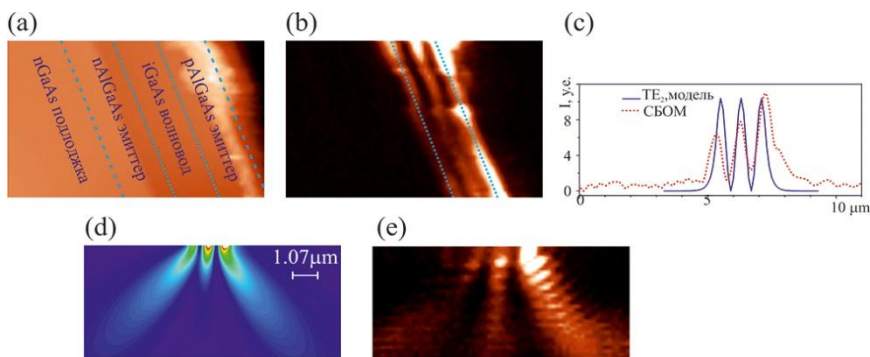


Рис.4. СБОМ распределения света на зеркале мощного лазерного диода, работающего в импульсном режиме. (a) Контактная СЗМ топография рельефа зеркала. (b) XY распределение ближнего поля лазерного излучения на зеркале. (c) Характерный профиль ближнего поля (красный пунктир) и модельный профиль, соответствующий 2-й ТЕ моде. (d) Модельное XZ изображение. (e) XZ распределение интенсивности лазерного света, интегральная интенсивность спектра в области $1068 - 1079 \text{ nm}$. Параметры работы лазера: длительность импульса питания $5 \mu\text{s}$, скважность 200, амплитуда 2 A (порог 0.35 A), оптическая мощность 0.6 W . На (b) пунктирные линии ограничивают волновод. В данных модельного изображения (d) учтены фазовые и амплитудные соотношения 1-й и 2-й ТЕ мод, определенные по разработанной методике анализа эксперимента.

Разработанный способ анализа данных сканирующей ближнепольной микроскопии позволял восстанавливать распределение амплитуд и фаз источников в области измерений на излучающем зеркале лазера. Это получалось благодаря ограниченному количеству поперечных мод (не более трех), которые могли возникнуть в изученном лазере и теоретически оправданному предположению, запрещающему возбуждение более двух мод одновременно. В итоге, удалось однозначно решить обратную задачу и определить профиль поперечного электрического поля в лазерном волноводе. Результаты важны для технологии мощных полупроводниковых лазеров с управляемым составом поперечных мод.

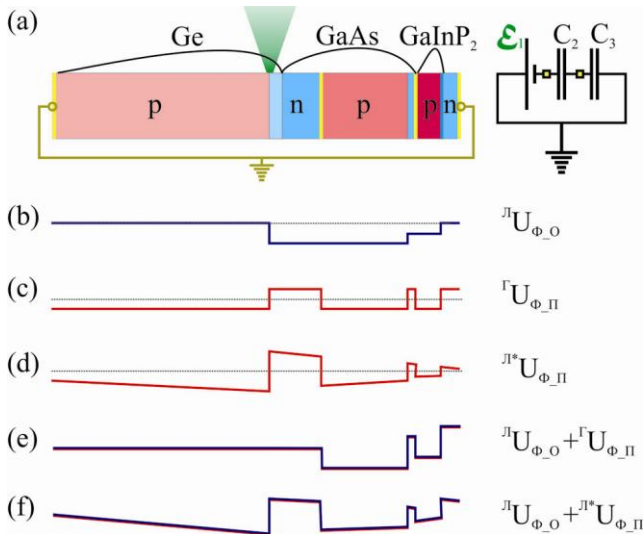


Рис.5. Качественный прогноз поведения сигнала U_{Φ} на сколе многопереходного солнечного элемента для случая, когда фотовозбуждение сфокусировано на pn переходе в Ge. (a) Устройство образца; справа упрощенная электрическая схема, в которой открытый pn переход в Ge обозначен как источник напряжения E_1 , а оставшиеся закрытые pn переходы в GaAs и GaInP работают как пассивные элементы, емкости C_2 и C_3 . (b) Профиль фотонапряжения в объеме, без учета фотозффекта на поверхности, и получившийся в результате деления E_1 на емкостях C_2 и C_3 . (c) Профиль фотонапряжения на поверхности, без учета фотозффекта в объеме: отрицательный сигнал над p -областями, а положительный над n -областями структуры (фотовозбуждение однородное). (d) Профиль фотонапряжения на поверхности при преимущественном фотовозбуждении pn перехода в Ge. (e) Композиционный профиль (b)+(c). (f) Композиционный профиль (b)+(d), прогнозирующий качественно поведение измеряемого сигнала U_{Φ} . Желтым цветом внутри структуры обозначены соединительные p^+n^+ переходы.

В разделе 2.5 на примере исследования высокоэффективного многокаскадного солнечного элемента с тремя субэлементами на основе Ge, GaAs и GaInP₂, соединенных туннельно прозрачными p^+n^+ переходами, демонстрируются близкие к предельным возможности комплекса Интегра Спектра, позволившие контролировать функционирование каждого субэлемента. Экспериментальные профили поверхностного фотонапряжения хорошо согласовывались с результатами качественного моделирования, см. пример моделирования на Рис.5. Это согласие демонстрирует эффективность туннельно прозрачных соединений

при плотностях фотовозбуждения на три порядка больших, чем требуется в условиях эксплуатации солнечного элемента.

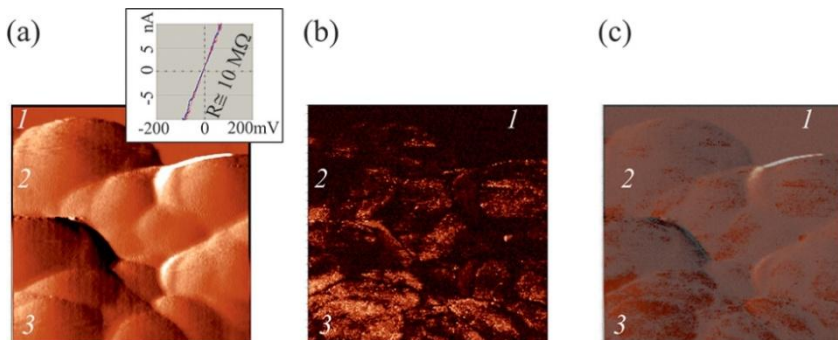


Рис.6. СЗМ исследование в форвакуумных условиях распределения полимерной компоненты на углеродных гранулах каталитического слоя, распрыснутого на кремний. (а) АСМ топография рельефа в области границы капли смеси полимера с углеродными гранулами на гладкой поверхности кремния; на вставке ВАХ “металлического типа” для контакта зонда с областью углеродной частицы свободной от полимера. (б) Токовое изображение, полученное одновременно с топографией. (с) Полупрозрачное наложение (б) на (а). Все кадры $(300\text{nm})^2$. Максимальная высота рельефа 395nm , перепад значений тока $0 - 64\text{pA}$. Цифрами обозначены: 1 – гладкая, непроводящая поверхность кремния; 2 – плохо проводящая углеродная гранула, хорошо смоченная полимером; 3 – хорошо проводящая гранула, плохо смоченная полимером. Сигналы рельефа (а) и тока (с) измерены в тэппинг режиме зондом DCP01 при смещении на образце $+1.5\text{V}$. Для получения ВАХ, в точке измерения СЗМ переключался в контактный режим.

В разделе 2.6 рассмотрены особенности диагностики локальных свойств протонпроводящих мембран, а также полимерно-углеродных наноконструкций, составляющих каталитические слои топливных элементов (ТЭ). Выявляются оптимальные режимы работы СЗМ для осуществления таких исследований. В частности показано, что контактный вариант детектирования локальной проводимости образцов эффективен только при изучении плохо проводящих однородных мембран. Для хорошо проводящих композитных каталитических слоев, в которых углеродные гранулы недостаточно прочно связаны полимером, следует применять тэппинг режим. На Рис.6 демонстрируются данные с нанометровым разрешением по деталям распределения полимерной компоненты на углеродных гранулах каталитического слоя. Представленные в разделе результаты исследования катодных каталитических слоев, осажденных на

полусборки ТЭ, показывают также возможность определять места с преобладанием электронной или ионной проводимости и, тем самым, выявлять активные области. Эта информация необходима в технологии изготовления каталитических слоев для оптимизации мембранных материалов воздушно-водородных ТЭ.

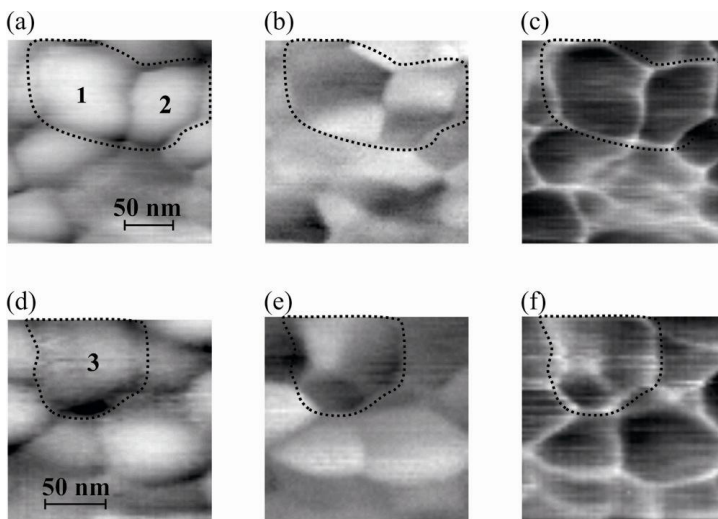


Рис.7. Контактное ЭСМ исследование естественных доменов поляризации в зернах поликристаллической $\text{PbZr}_{0.47}\text{Ti}_{0.53}\text{O}_3$ (111) сегнетоэлектрической пленки, осажденной на $\text{Pt}/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{Si}$ подложку в золь-гель процессе. Топографические СЗМ изображения (a) и (d). ЭМО изображения (b) и (e). Карты сигнала жесткости (c) и (f). Масштабы изображений (a)-(c) и (d)-(f) заданы отрезками внутри изображений (a) и, соответственно, (d). На зерне **3** сигнал жесткости (f) неоднороден по контрасту, причем возрастает и убывает практически на тех же областях, что и сигнал ЭМО (e). Поэтому зерно **3** не мультидоменное, а поляризовано однородно. Сигнал жесткости (c) внутри зерен **1** и **2** однороден, и каждое из этих зерен, действительно, содержит по два различно поляризованных домена.

В главе 3, посвященной наномеханическим экспериментам, рассмотрены: СЗМ исследования тонких сегнетоэлектрических пленок, позволяющие учесть паразитный емкостной вклад в сигнале электромеханического отклика и получать более точную информации о распределении вектора поляризации в пленке; улучшенная трехточечная СЗМ методика измерения модуля Юнга нанотрубок (стержней, свитков, и т.п. одномерные нанообъекты постоянного сечения); теоретическое и

экспериментальное исследование максимальной силы удара в режиме амплитудной модуляции (в тэппинг режиме, tapping mode).

В разделе 3.1. идут вводные замечания и краткое содержание главы.

В разделе 3.2 представлена комплексная методика исследования доменов поляризации в тонких пленках сегнетоэлектриков с помощью атомно-силового микроскопа. Разработка иллюстрируется результатами исследования монокристаллических $\text{PbZr}_{0.47}\text{Ti}_{0.53}\text{O}_3$ (001) и поликристаллических $\text{PbZr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$ (111) сегнетоэлектрических пленок с размером кристаллитов около 100nm . Измерены распределения вектора поляризации в естественных, а также искусственно созданных в СЗМ поляризационных нанодоменах в этих пленках. Выделены и проанализированы основные компоненты сигнала электромеханического отклика (ЭМО): пьезоотклик и дополнительный паразитный емкостной вклад. На модельном и экспериментальном уровне продемонстрирована роль жесткости контакта зонд-поверхность в емкостном вкладе в сигнал электромеханического отклика. Показано, что для получения более точной информации о распределении в сегнетоэлектрических пленках вектора поляризации необходимо контролировать локальные изменения жесткости контакта зонд-поверхность, см. Рис.7.

В разделе 3.3 представлена улучшенная трехточечная СЗМ методика измерений модуля Юнга подвешенного нанообъекта. Выводятся аналитические выражения для прогиба подвешенного объекта в точке нагрузки в важных модельных ситуациях: туго натянутой струны; опертой балки, защемленной балки. Оказывается, что нормализованное отклонение в точке нагрузки подчиняется общей зависимости:

$$\zeta_n(\chi) = 4^n \cdot (\chi - \chi^2)^n, \chi \in [0,1] \quad (2).$$

Параметр n принимает значения 1, 2 и 3 в случае струны, опертой и, соответственно, защемленной балки. Также получена зависимость для описания балки с промежуточными условиями закрепления концов (подробное математическое решение задачи приведено в Приложении А к диссертации):

$$\zeta^\lambda(\chi) = 4^3 \cdot (\chi - \chi^2)^3 \cdot \frac{(2+\lambda)}{(1+2\lambda)(2+3\lambda)} + 4^2 \cdot (\chi - \chi^2)^2 \cdot \frac{6\lambda(\lambda+1)}{(2\lambda+1)(3\lambda+2)} \quad (3).$$

В пределе бесконечного и нулевого λ выражение (3) сходится к крайним случаям опертой и, соответственно, защемленной балки.

Далее рассмотрен алгоритм, использующий соотношения (2) и (3) для обработки данных трехточечных измерений, позволяющий выбрать

наиболее адекватную модель для описания измерений и провести, в рамках выбранной модели, точное определение модуля Юнга материала нанобъекта.

Разработанный теоретический и экспериментальный подход иллюстрируется в СЗМ исследовании образцов наносвитков минерального хризотила. Завершается раздел обсуждением обнаруженного у наносвитков более чем двукратного увеличения модуля Юнга по сравнению со значениями для макроскопических образцов минерала хризотила.

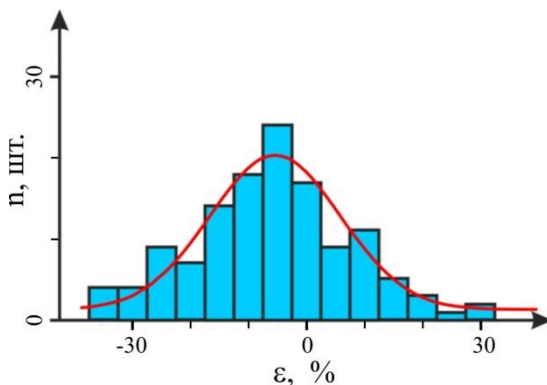


Рис.8. Гистограмма отклонения эксперимента от теории по 144 измерениям. Ось абсцисс- отклонение $\varepsilon = (f_{MAX}^{ЭКСП} / f_{MAX} - 1) \cdot 100\%$. Ось ординат- число измерений с данным отклонением. Красной кривой показано нормальное распределение со средним значением $\mu = -5\%$ и среднеквадратичным отклонением $\sigma = 14\%$. См. также [8].

В разделе 3.4 рассмотрена возможность использовать специальные образцов с наномостиками над микропорами для измерения максимальной силы взаимодействия в динамических и квазистатических режимах работы СЗМ. Используя приближение Хартмута Билефельда и Франца Гизибла [9], получено аналитическое выражение максимальной силы в тэппинг режиме для гармонического потенциала взаимодействия:

$$f_{MAX} \cong 1.405^3 \sqrt{(\xi - \xi^3) \cdot k_s k_c^2 / Q_c^2} \cdot A_0 \quad (4).$$

В формуле силы (4) используются следующие параметры эксперимента: A_0 амплитуда вынужденных резонансных вибраций кантилевера вдали от поверхности; ξ рассогласование, определяющее значение рабочей амплитуды тэппинга $A = \xi \cdot A_0$; Q_c добротность резонанса кантилевера, измеренная в бесконтактном режиме в непосредственной близости от

поверхности образца; k_C и k_S жесткость кантилевера и, соответственно, образца. Представлены также результаты численного моделирования значений максимальной силы. Получено количественное согласие теории с численным и реальным экспериментом, см. Рис.8.

Проанализированы основные факторы, влияющие на разброс экспериментальных значений: роль сил адгезии, точность определения добротности кантилевера, точность измерения статической жесткости наномостика, возможное несовпадение его статической и динамической жесткости. Предложенные образцы с наномостиками представляются перспективными для калибровки СЗМ режимов амплитудной и частотной модуляции, гибридных режимов картирования количественных наномеханических свойств, динамических режимов с торсионными кантилеверами.

Глава 4 рассматривает результаты по адаптации и применению СЗМ в исследованиях мягких объектов. Наиболее сложный для СЗМ измерений объект это мягкая живая клетка эукариот. Поэтому сначала обсуждается вопрос о минимальном пороге силы взаимодействия зонда с образцом в жидкой среде, где для клетки обеспечиваются приемлемые условия существования, ниже которого СЗМ исследования не информативны. Показано также, что стандартный острый СЗМ зонд будет разрушать мягкий объект с характерным модулем упругости единицы и десятки kPa . Для того чтобы в СЗМ изучать такие объекты сохраняя их, надо понижать давление в области контакта. В нашей работе это предлагается делать с помощью специальных зондов.

В **разделе 4.1** рассмотрен надежный и воспроизводимый способ создания специализированных сферических зондов субмикронного калиброванного радиуса кривизны для СЗМ. Способ позволяет закреплять на кончике иглы зондового датчика одиночную частицу как микронных, так и субмикронных размеров, см. Рис.9. Способ не требует обязательного изготовления специального посадочного места на кончике иглы и сохраняет исходные характеристики датчика. Используется СЗМ, с помощью которого на кончик иглы его собственного работоспособного зондового датчика приклеивают коллоидную частичку. Сначала визуализируют в СЗМ расположение коллоидных частиц, предварительно осажденных на гладкую подложку, и по принципу минимального числа соседей выбирают частицу - кандидата для закрепления. Затем в СЗМ

закрепляют эту частицу на кончике иглы зондового датчика. То, что это удалось сделать, подтверждается также с помощью СЗМ.

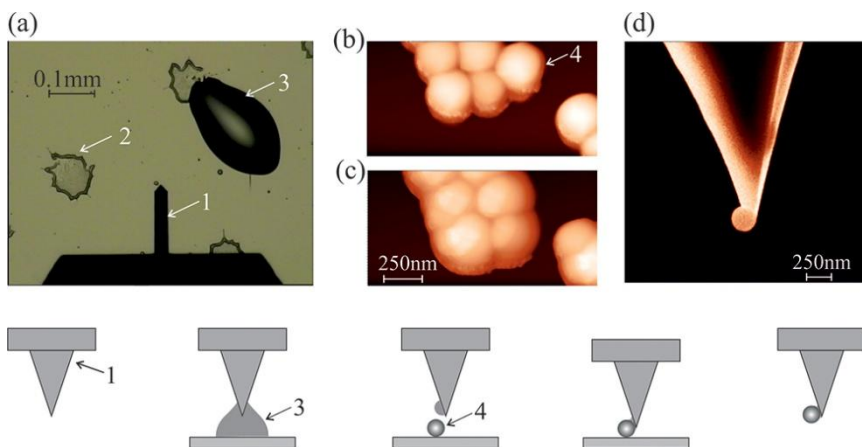


Рис.9. Способ изготовления субмикронного сферического зонда с калиброванным радиусом кривизны. Оптическая фотография рабочего места (а). Тэппинг СЗМ изображения участка поверхности с агломератами гранул до (b) и после (c) манипуляции. СЭМ фотография зонда с коллоидной α -SiO₂ гранулой радиусом 125nm. Стрелки: 1 –кантилевер с острым зондом; 2 –область с агломератами гранул; 3 –жидкая капля клея; 4 –гранула, выбранная для закрепления на зонде. Использован кантилевер CSG30. Внизу схема изготовления зонда. См. также [10].

В разделе 4.2 рассмотрены результаты применения изготовленных калиброванных сферических зондов субмикронного радиуса кривизны для изучения ультратонких пленок полисилоксановых блок-сополимеров. Показано, в частности, что точное знание формы сферического кончика позволяет выявить картину процесса индентирования образцов: твердый СЗМ зонд погружается в мягкий блок-сополимер и практически не деформирует его вне области контакта, см. Рис.10. Дополнительно демонстрируется что, по сравнению со стандартными, изготовленные зонды существенно упрощают проведение точных измерений модуля Юнга и других упруго-прочностных параметров блок-сополимера. Важным результатом оказалось также то, что изготовленные зонды сохраняют форму после больших нагрузок ($\sim \mu N$ и более), а значит, являются износостойкими.

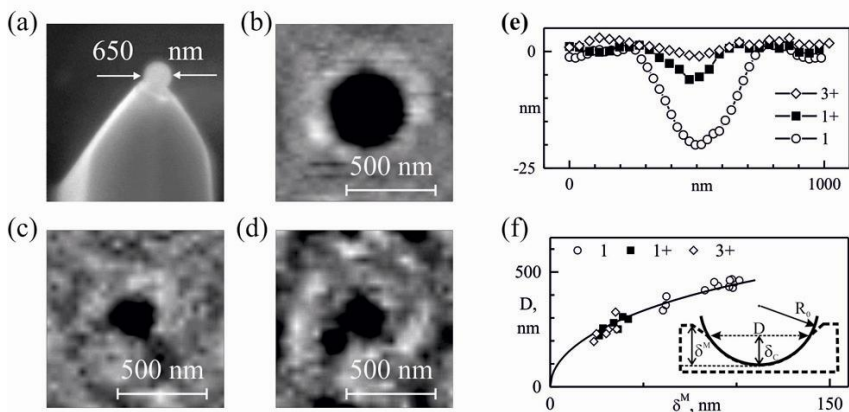


Рис.10. Наноидентационные испытания образцов специальным зондом. СЭМ изображение зонда (а). Тэппинг СЭМ изображения участков поверхности образцов 1, 1+, 3+ после индентирования с максимальной силой/деформацией: $265\text{ nN}/99\text{ nm}$ (b), $560\text{ nN}/42\text{ nm}$ (c), $570\text{ nN}/32\text{ nm}$ (d), соответственно. Горизонтальные сечения в области индентационных отпечатков показаны на (e). Параметры зонда для визуализации и индентирования: NSG01, $k_C = 5.9\text{ N/m}$, калиброванный радиус сферического кончика $R_0 = 325\text{ nm}$. Зависимость среднего диаметра D отпечатка от полной деформации δ^M полимера для различных образцов (f); сплошной линией показана кривая $D = 2\sqrt{2R_0 \cdot (\chi\delta^M) - (\chi\delta^M)^2}$, оптимально описывающая экспериментальные данные при значении параметра аппроксимации $\chi = \delta_C/\delta^M = 0.91$, где δ_C глубина контакта, см. обозначения на вставке к (f).

В разделе 4.3 проанализированы факторы, сдерживающие развитие на базе СЭМ диагностики тактильных исследований мягких, живых клеток млекопитающих с субмикронным и нанометровым разрешением. Продемонстрирован способ неразрушающего СЭМ исследования живых клеток линий А549 и L41, использующий специализированные сферические зонды субмикронной кривизны. Выявлены четырехкратная разница в величине модуля Юнга и отличия в особенностях рельефа клеток. Поверхность мягких клеток А549 сильнее деформируется СЭМ зондом, и в наблюдаемом рельефе сильнее проявлены внутриклеточные структуры. На порядок более жесткие клетки L41 меньше возмущались зондированием, и наблюдаемый рельеф был ближе к естественной, плавной форме поверхности клетки, контактирующей с жидкостью.

Основные результаты работы

- Исследованы особенности формирования химического контраста в изображениях поверхностей сколов полупроводниковых гетероструктур, измеренных методами сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Для гетероструктур, выращенных методом молекулярно пучковой эпитаксии, граница с подложкой, как правило, оказывается механически напряженной. Механические напряжения также возникают и вблизи тонких слоев, отличающихся от окружения по постоянной решетки. Двумерные слои напряжений внутри гетероструктуры создают на поверхности скола особенности рельефа в виде ступеней, гребней или углублений, идущих параллельно краю скола. Такое поведение напряженных границ и тонких слоев хорошо проявляется на сколах лазерных гетероструктур систем $A_2B_6/GaAs$ и $GaAlAs/GaAs$ (в лазерах обоих типов в качестве активной области могут использоваться квантовые ямы из материала рассогласованного по параметру решетки с окружающей матрицей). Учитывая, что всегда можно привязаться к краю скола, в СЗМ изображениях появляется достаточное число опорных линий, между которыми расположены вполне определенные слои изучаемой гетероструктуры. Дополнительно на сколах $GaAlAs/GaAs$ гетероструктур мощных инжекционных лазеров слои разного состава могут быть выявлены по перепаду высоты рельефа, вызванному отличием скоростей окисления материалов с разным содержанием Al. А в актуальной для оптоэлектроники системе широкозонных материалов на основе $ZnSe$ и твердых растворов элементов второй группы (Cd, Mg, Be) и шестой группы (S, Te) вариации состава идентифицируются в микроскопии сил трения. Все это может обеспечивать достоверное распознавание в СЗМ изображениях многослойного устройства гетероструктуры.
- Для калибровки методик измерения падения напряжения внутри полупроводникового прибора, Сканирующей Кельвин зонд микроскопии (СКЗМ) и Электростатической силовой микроскопии (ЭСМ), исследованы эталонные полупроводниковые структуры с резкими потенциальными барьерами. Наиболее информативное тестирование СКЗМ и ЭСМ дают диодные структуры с резким pn переходом в $GaAs$. Это обеспечивается также возможностью подавать калиброванную разность потенциалов на контакты диода, которая, при обратном смещении pn перехода, целиком падает на области обеднения. Для вычисления инструментальной функции

СКЗМ и ЭСМ достаточно продифференцировать измеренный на эталонной структуре профиль усредненного и нормализованного сигнала падения поверхностного потенциала. С применением метода СКЗМ в режиме измерения фазы исследован вклад поверхностного слоя влаги в уширение области основного падения потенциала на резком потенциальном барьере в полупроводнике. Предложено качественное объяснение эффекта. Уменьшить негативный вклад эффекта в результат калибровки СКЗМ и ЭСМ методик можно, проводя измерения в условиях низкого вакуума.

- В мощном лазерном GaAlAs/GaAs диоде методом СКЗМ исследовано перераспределение приложенного смещения в широком диапазоне токов инжекции, включающих режим генерации. В таких условиях напряжение падает не только на pn переходе, но и в дополнительных местах структуры, положение которых определяется особенностями устройства лазера. В области стартовых эпитаксиальных слоев обнаружено паразитное падение напряжения, которое приводило к катастрофической неоптической деградации лазера.

- Разработана методика наблюдения утечки носителей тока из активной области работающих полупроводниковых светодиодов и лазеров. Технически, требуется детектировать методом СКЗМ сигналы поверхностного падения потенциала и фотонапряжения на лазерных зеркалах при импульсном и непрерывном питании прибора. Исследована утечка носителей в наиболее разработанных в настоящий момент мощных InGaAs/AlGaAs/GaAs лазерных диодах. Показано, что из активной области лазера выбрасываются неосновные дырки и растекаются по поверхностному каналу в сторону n — эмиттера и подложки на десятки микрон и дальше. Утечка растет с подъемом тока инжекции, а после достижения лазерной генерации стабилизируется, что хорошо согласуется с ожидаемым ростом и насыщением концентрации неравновесных носителей, инжектированных в активную область - источник утечки. Ток утечки оценен количественно по вариациям фотонапряжения, вызванным внешним калиброванным фотовозбуждением. Проанализирован также вариант прямого детектирования утечки по среднему значению вариаций локальной контактной разности потенциалов, возникающих на зеркале действующего прибора при импульсном питании.

- Предложен способ восстановления состава оптических мод в полупроводниковом лазерном диоде с плоским резонатором Фабри Перо. Он позволяет определить разность фаз и отношение амплитуд для двух

одновременно возбужденных в лазерном диоде поперечных мод электрического поля, которые имеют порядок не выше второго. Используется профиль интенсивности света на поверхности зеркала лазера, измеренный с помощью сканирующей ближнепольной оптической микроскопии. Используя пропорции между амплитудами пиков в этом профиле, удается восстановить профиль поперечного электрического поля.

- Методом СКЗМ и локальным фотовозбуждением, исследован высокоэффективный многокаскадный преобразователь солнечного света с тремя субэлементами на основе pn переходов в Ge, GaAs и GaInP₂, соединенных туннельными p^+n^+ переходами. Продемонстрирована возможность контролировать функционирование каждого субэлемента. Выявлено согласие моделирования с экспериментом, свидетельствующее о незначительной роли паразитных барьеров в изученном устройстве и сохранении эффективности туннельных соединений при уровне фотовозбуждения вплоть до нескольких GW/m^2 , что на три порядка выше этого параметра в расчетных условиях эксплуатации солнечных элементов.

- Исследованы локальные свойства протонпроводящих мембран, а также полимерно-углеродных нанокмозитов, составляющих каталитические слои топливных элементов. Найдены оптимальные режимы работы СЗМ для осуществления таких исследований. Продемонстрирована возможность выявлять с нанометровым разрешением детали распределения полимерной компоненты на углеродных гранулах каталитического слоя. На катодных каталитических слоях, осажденных на полусборки топливных элементов, локализованы места с преобладанием электронной или протонной проводимости, тем самым выявлены активные области. Результаты исследований были использованы для улучшения технологии изготовления каталитических слоев и оптимизации мембранных материалов воздушно-водородных топливных элементов.

- На модельном и экспериментальном уровнях выделены и проанализированы основные компоненты сигнала электромеханического отклика, возникающие при СЗМ исследовании сегнетоэлектрических пленок: пьезоотклик и дополнительный паразитный емкостной вклад. Показано, что для получения более точной информации о значениях вектора поляризации на поверхностях сегнетоэлектрических пленок необходимо возбуждать на одной и той же частоте и одновременно контролировать два СЗМ сигнала: сигнал электромеханического отклика и механический сигнал жесткости контакта зонд-пленка.

- Предложено более корректное определение модуля Юнга подвешенных одномерных нанобъектов (наномостиков) трехточечной СЗМ методикой. Разработан экспериментальный и теоретический подход, выявляющий условия закрепления наномостиков на краю поры либо другого углубления в рельефе подложки. Применяя его, можно исключать также из рассмотрения наномостики, не соответствующие различным возможным модельным случаям балки, и повышать достоверность определяемых значений модуля Юнга. Усовершенствованная трехточечная СЗМ методика применена для исследования модуля Юнга у наносвитков минерального хризотила. Для наносвитков получен результат $\approx 400\text{GPa}$, что в два с лишним раза выше характерных значений модуля Юнга для макрообразцов минерала хризотила.
- Проведены теоретические и экспериментальные исследования силы удара зонда по образцу в атомно-силовом микроскопе, работающем в режиме амплитудной модуляции, в тэппинг режиме. Получена формула силы удара. С помощью специальных образцов с наномостиками над микропорами проведены измерения максимальной силы при гармоническом законе взаимодействия зонда с образцом. Достигнуто согласие теории и эксперимента. Предложенные образцы с наномостиками представляются перспективными для калибровки СЗМ режимов амплитудной и частотной модуляции, гибридных режимов картирования количественных наномеханических свойств, динамических режимов с торсионными кантилеверами. Результат можно использовать для прогнозирования максимальной силы и деформации не только при гармоническом потенциале взаимодействия.
- Рассмотрен надежный и воспроизводимый способ изготовления специализированных сферических зондов субмикронного калиброванного радиуса кривизны для СЗМ исследований. Способ запатентован. Налажен мелкосерийный выпуск таких зондов.
- С помощью специализированных сферических зондов субмикронного калиброванного радиуса кривизны исследованы механические свойства тонких пленок полисилоксановых блок-сополимеров. Определен и обоснован сценарий процесса СЗМ индентирования: твердый зонд погружается в мягкий блок-сополимер и практически не деформирует его вне области контакта. Обнаружен существенный рост упруго-прочностных параметров блок-сополимера при

введении в объем полимера дополнительно к сшивающему агенту 0.01% фуллеренов.

- С использованием специализированных зондов проведены неинвазивные СЗМ исследования рельефа и упругих свойств очень мягких живых клеток линий A549 и L41 (характерный модуль Юнга $\sim 10\text{kPa}$) с субмикронным пространственным разрешением. Выявлена четырехкратная разница в величине модуля Юнга этих клеток.

Благодарности

Автор благодарит А.О. Голубка, С.А. Гуревича, В.П. Евтихиева, С.В. Иванова, В.М. Кожевина, В.Е. Корсукова, Е.И. Терукова, В.П. Улина.

Автор с благодарностью вспоминает Б.Г. Кошаева и В.М. Лантратова и ценит их вклад в работу.

Автор с признательностью вспоминает А.Н. Титкова за существенную поддержку, оказанную при становлении работы.

Автор благодарен В.В. Дремову, И.В. Макаренко и В.И. Сафарову за вызванный к сканирующей зондовой микроскопии интерес, В.Л. Берковицу и Т.В. Львовой за помощь и определяющий вклад в первой публикации, Н.А. Перцеву за знакомство с сегнетоэлектриками, В.В. Исаеву-Иванову и О.И. Киселеву за плодотворное и мотивирующее сотрудничество в исследованиях биообъектов, А.П. Возняковскому за помощь в постановке задачи и участие в исследованиях полимеров, В.В. Гусарову и Н.Ф. Морозову за интерес к наномеханическим экспериментам.

Автор благодарит Е.В. Гущину, М.С. Дунаевского, К.С. Ладутенко, И.А. Няпшаева, Б.О. Щербина за продуктивное сотрудничество. Автор благодарит за помощь в работе и в постановке экспериментов сотрудников ИТ-МДТ П.С. Дорожкина, С.И. Леесмент, А.В. Шелаева и А.Б. Шубина.

Выражаю также огромную благодарность за помощь неупомянутым соавторам и коллегам из ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Университета ИТМО, СПбГПУ, РГРТУ, ИПМаш РАН, НИИ Гриппа, Института Физиологии им. И.П. Павлова РАН.

Я очень благодарен своей семье.

Список цитированной литературы

[¹] Binnig, G. Scanning tunneling microscopy / G. Binnig, H. Rohrer // Helvetica Physica Acta. –1982. -V.55. -№ 6. -P.726 – 735

-
- [²] Binnig, G. Tunneling through a controllable vacuum gap/ G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E.Weibel// *Appl. Phys. Lett.* -1982. -V.40.-P.178-180.
- [³] Binnig, G. Atomic force microscope / G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber // *Physical Review Letters.* -1986. -V.56. -№ 9. -P. 930-933.
- [⁴] Bhushan, B. (ed.). *Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology.* // Heidelberg, Springer, 710 p., 2010
- [⁵] Friedbacher, G. Classification of scanning probe microscopes (technical report)/ G.Friedbacher, H.Fuchs// *Pure Appl.Chem.* -1999.-V.71,-№.7,-P.1337-1357
- [⁶] Nonnenmacher, M. Kelvin probe force microscopy / M. Nonnenmacher, M.P. O'Boyle, H.K. Wickramasinghe // *Appl. Phys. Lett.* -1991. -V.58, -P.2921
- [⁷] Pohl, D.W. Optical spectroscopy: image recording with resolution $\lambda/20$ / D.W.Pohl, W.Denk, M.Lanz // *Applied Physics Letters.* -1984. - V.44. - P.651-653
- [⁸] Щербин, Б.О. Развитие количественных подходов исследования механических характеристик нанообъектов методами атомно-силовой микроскопии// Диссертация к.т.н. С.-Петербург, НИУ ИТМО.-2014.166с.
- [⁹] Bielefeldt, H. A simplified but intuitive analytical model for intermittent-contact-mode force microscopy based on Hertzian mechanics / H. Bielefeldt, F.J. Giessibl // *Surface Science.* -1999. -V.440, -P.L863-L867
- [¹⁰] Няпшаев, И.А. Атомно-силовая микроскопия механических свойств различных наносистем // Диссертация к.ф.-м.н. С.-Петербург, ФТИ им. А.Ф. Иоффе. -2013.155с.

Список основных работ автора по теме диссертации

- [^{A01}] Ankudinov, A.V. Cross-sectional atomic force microscopy of ZnMgSSe- and BeMgSSe- based laser diodes/ A.V. Ankudinov, A.N. Titkov, T.V. Shubina, S.V. Ivanov, P.S. Кор'ев, H.-J. Lugauer, G. Reuscher, M. Keim, A. Waag, G.Landwehr // *Appl.Phys.Lett.*-1999.-V.75,-№17,-P.2626-2628.
- [^{A02}] Анкудинов, А.В. Нанорельеф окисленной поверхности скола решетки чередующихся гетерослоев $Ga_{0,7}Al_{0,3}As$ и $GaAs$ / А.В.Анкудинов, В.П.Евтихийев, В.Е.Токранов, В.П.Улин, А.Н.Титков// *ФТП.*-1999.-Т.33,-№5,-С.594-597
- [^{A03}] Анкудинов, А.В. Морфология поверхностей (001) и (110) кристаллических слоев твердых растворов соединений II–VI с большим содержанием $ZnSe$ в атмосферных условиях/ А.В. Анкудинов, М.С. Дунаевский, В.А. Марущак, А.Н. Титков, С.В. Иванов, С.В. Сорокин, Т.В. Шубина, П.С. Копьев, А.Вааг, Г. Ландвер // *ФТТ.*-2000.-Т.42,-№10,-С.1874-1881

-
- [A04] Анкудинов, А.В. Микроскопия электростатических сил на сколах полупроводниковых лазерных диодов/ А.В. Анкудинов, Е.Ю. Котельников, А.А. Кацнельсон, В.П. Евтихийев, А.Н. Титков// ФТП.2001.Т.35,№7,С.874-880
- [A05] Ankudinov, A. Fine structure of the inner electric field in semiconductor laser diodes studied by EFM/ A. Ankudinov, V. Marushchak, A. Titkov, V. Evtikhiev, E. Kotelnikov, A. Egorov, H. Riechert, H. Huhtinen, R. Laiho // Phys.Low-Dimens. Struct. -2001.-№.3-4.-С.9-16
- [A06] Анкудинов, А.В. Исследование распределений потенциала в прямо смещенном кремниевом диоде методом электростатической силовой микроскопии / А.В. Анкудинов, А.Н. Титков, Р. Лайхо, В.А. Козлов // ФТП. -2002. -Т.36, -№9, -С.1138 – 1143
- [A07] Ankudinov, A. Study of high power semiconductor laser diodes operation and failure by cross-sectional electrostatic force microscopy / A. Ankudinov, A. Titkov, V. Evtikhiev, E. Kotelnikov, N. Bazhenov, G. Zegrya, H. Huhtinen, R. Laiho // Proc. of SPIE. -2003. -V.5023. -P.143 - 145
- [A08] Ankudinov, A.V. Voltage distributions and nonoptical catastrophic mirror degradation in high power InGaAs/AlGaAs/GaAs lasers studied by Kelvin probe force microscopy / A.V. Ankudinov, V.P. Evtikhiev, E.Yu. Kotelnikov, A.N. Titkov, R. Laiho // J.Appl. Phys. -2003. -V.93, -№1, -P.432 - 437
- [A09] Анкудинов, А.В. Атомно-силовая микроскопия поляризационных доменов в сегнетоэлектрических пленках / А.В. Анкудинов, А.Н. Титков // ФТТ. -2005. -Т.47, -№6, -С.1110-1117
- [A10] Анкудинов, А.В. Сканирующая Кельвин зонд микроскопия утечки дырок из активной области работающего инжекционного полупроводникового лазерного диода/ А.В. Анкудинов, В.П. Евтихийев, К.С. Ладутенко, А.Н. Титков, R. Laiho//ФТП. -2006. -Т.40,-№8,-С.1009-1016
- [A11] Григорьева, Н.Р. Морфология стабилизированных естественных граней твердого раствора $CdS_{1-x}Se_x$ / Н.Р. Григорьева, Р.В. Григорьев, Б.В. Новиков, А.В. Анкудинов, М.С. Дунаевский, А.Н. Титков, Д. Хирш, Й. Ленцнер, В.Ф. Агекян, Т. Комацу // ФТТ. -2006. -Т.48,-№4, -С.591-596
- [A12] Dementyev, P.S. Giant oxidation related relief of Al-rich layers on cleaved mirrors of GaSb/ $Ga_{0.1}Al_{0.9}SbAs$ / GaInAsSb laser structures/ P.A. Dementyev, M.S. Dunayevskii, A.V. Ankudinov, I.V. Makarenko, V.N. Petrov, A.N. Titkov, A.N. Baranov, D.Y. Yarekha, R. Laiho// Appl.Phys.Lett. -2006. -V.89, -№8,-P. 081103,1-3
- [A13] Моисеев, К.Д. Квантовые точки InSb/InAs, полученные методом жидкофазной эпитаксии / К.Д. Моисеев, Я.А. Пархоменко, А.В. Анкудинов, Е.В. Гущина, М.П. Михайлова, А.Н. Титков, Ю.П. Яковлев // Письма в ЖТФ. -2007. -Т.33, -№7,-С.50-57

-
- [A14] Ankudinov, A.V. Kelvin probe force and surface photovoltage microscopy observation of minority holes leaked from active region of working InGaAs/AlGaAs/GaAs laser diode/ A.V. Ankudinov, V.P. Evtikhiev, K.S. Ladutenko, M.G. Rastegaeva, A.N. Titkov, R Laiho// J. Appl. Phys. -2007. - V.101, -P. 024504, 1-8
- [A15] Анкудинов, А.В. Атомно-силовая микроскопия компонентов топливных элементов / А.В. Анкудинов, Е.В. Гущина, С.А. Гуревич, В.М. Кожевин, М.В. Горохов, О.И. Коньков, Е.Е. Терукова, А.Н. Титков // Альтернативная энергетика и экология -2008. -№10, -С. 30-35
- [A16] Анкудинов, А.В. Сканирующая электронная и атомно-силовая микроскопия поливных протонпроводящих мембран микротопливных элементов / А.В. Анкудинов, Н.В. Глебова, Е.В. Гущина, А.А. Нечитайлов, Е.Е. Терукова, Л.П. Боброва, С.В. Тимофеев // Альтернативная энергетика и экология. -2008. -№10, -С. 79- 82
- [A17] Ладутенко, К.С. Прямое наблюдение утечек неосновных носителей заряда в действующем лазерном диоде методом сканирующей Кельвин зонд микроскопии / К.С. Ладутенко, А.В. Анкудинов, В.П. Евтихий // Письма в ЖТФ. -2009. -Т.35, -№12, -С. 74 - 80
- [A18] Ладутенко, К.С. К вопросу о точности количественных измерений локального поверхностного потенциала / К.С. Ладутенко, А.В. Анкудинов, В.П. Евтихий // Письма в ЖТФ. -2010. -Т.36, -№5, -С. 71 - 77
- [A19] Maslova, O.A. Observation by conductive-probe atomic force microscopy of strongly inverted surface layers at the hydrogenated amorphous silicon / crystalline silicon heterojunctions / O.A. Maslova, J. Alvarez, E.V. Gushina, W. Favre, M.E. Gueunier-Farret, A.S. Gudovskikh, A.V. Ankudinov, E.I. Terukov, J.P. Kleider // Appl. Phys. Lett. -2010. -V.97, -№25, -P. 252110, 1-3
- [A20] Matveev, B.A. Properties of mid-IR diodes with n-InAsSbP/n-InAs interface/ B.A. Matveev, A.V. Ankudinov, N.V. Zotova, S.A. Karandashev, T.V. L'vova, M.A. Remennyu, A.Yu. Rybal'chenko, N.M. Stus' // Proc. of SPIE. -2010. -V.7597, -P.75970G, 1-9
- [A21] Kleider, J.P. Characterization of silicon heterojunctions for Solar cells / J.P. Kleider, J. Alvarez, A.V. Ankudinov, A.S. Gudovskikh, E.V. Gushchina, M. Labrune, O.A. Maslova, W. Favre, M.E. Gueunier-Farret, P.R.I. Cabarrocas, E.I. Terukov // Nanoscale Research Letters. -2011. -V.6, -P. 152 - 160
- [A22] Няпшаев, И.А. Механические свойства наносвитков на основе $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ / И.А. Няпшаев, Б.О. Щербин, А.В. Анкудинов, Ю.А. Кумзеров, В.В. Неведомский, А.А. Красилин, О.В. Альмяшева, В.В. Гусаров// Наносистемы: физика, химия, математика.-2011. Т.2, №2, С.48-59
- [A23] Няпшаев, И.А. Атомно-силовая микроскопия супрамолекулярной организации и прочностных свойств ультратонких пленок

-
- полисилоксановых блок-сополимеров / И.А. Няпшаев, А.В. Анкудинов, А.П. Возняковский // ФТТ. -2011. -Т.53, -№9, -С. 1783 - 1790.
- [A24] Ankudinov, A.V. Nanocarbons-Induced Hardening of Ultrathin Polysiloxane Block Copolymer Films/ A.V. Ankudinov, I.A. Nyapshaev, A.P. Vosnyakovskii // Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures.-2012.-V.20,-№4-7, -P.487-495.
- [A25] Няпшаев, И.А. Диагностика живых клеток в атомно-силовом микроскопе, используя субмикронный сферический зонд калиброванного радиуса кривизны / И.А. Няпшаев, А.В. Анкудинов, А.В. Стовпяга, Е.Ю. Трофимова, М.Ю. Еропкин. // ЖТФ. -2012. -V.82, -№10, -С.109-116
- [A26] Ankudinov, A.V. Solar Cell Diagnostics using Kelvin Force Microscopy and Local Photoexcitation// Microscopy and Analysis. -2012, April, -P. 29-32
- [A27] Щербин, Б.О. Измерение силы удара зонда атомно-силового микроскопа, работающего в режиме амплитудной модуляции / Б.О. Щербин, А.В.Анкудинов, А.В.Киуц, О.С.Лобода//ФТТ. -2014. -Т.56, -№3, -С.516-521
- [A28] Ankudinov, A.V. Investigation of the light field of a semiconductor diode laser / A.V. Ankudinov, M.L. Yanul, S.O. Slipchenko, A.V. Shelaev, P.S.Dorozhkin, A.A. Podoskin, I.S. Tarasov // Optics Express. -2014. -V.22, -№21, -P. 26438 - 26448
- [A29] Ankudinov, A.V. Scanning near-field optical microscopy of light emitting semiconductor nanostructure / A.V. Ankudinov, A.M. Mintairov, S.O. Slipchenko, A.V. Shelaev, M.L. Yanul, P.S. Dorozhkin, N.V. Vishnyakov // Ferroelectrics. -2015. -V.477, -№1, -P. 65-76
- [A30] Анкудинов, А.В. Способ изготовления коллоидного зондового датчика для атомно-силового микроскопа / А.В. Анкудинов, В.А. Быков, И.А. Няпшаев, А.Б. Шубин, О.В. Сафронова // Патент RU2481590С2. -2013. -С.1-9.