

На правах рукописи

Щеглов Дмитрий Владимирович

**АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ ДЛЯ ЗАДАЧ
СУБАНГСТРЕМНОЙ ДИАГНОСТИКИ И МОДИФИКАЦИИ
ПОВЕРХНОСТИ ПОЛУПРОВОДНИКОВ**

Специальность – 1.3.8
Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук

Новосибирск-2026

Работа выполнена в **Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук.**

Научный консультант:

академик РАН, доктор физико-математических наук

Латышев Александр Васильевич,

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук, директор

Официальные оппоненты:

член-корреспондент РАН, доктор физико-математических наук

Иванов Виктор Владимирович,

Институт квантовых технологий Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет)», директор

доктор физико-математических наук

Панин Алексей Викторович

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, заведующий лабораторией физики поверхностных явлений, профессор

доктор физико-математических наук

Ивонин Иван Варфоломеевич,

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный Исследовательский Томский государственный университет", профессор

Ведущая организация: **Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук, Черноголовка, Московской обл.**

Защита состоится «21» апреля 2026 г. в «15» часов на заседании диссертационного совета 24.1.134.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук по адресу: 630090, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 13, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФП СО РАН.

Автореферат разослан «__» _____ 2026 г.

Учёный секретарь диссертационного совета, доктор физико-математических наук

А.Г. Погосов

Актуальность темы исследования

Развитие атомно-силовой микроскопии (АСМ) и технологий на ее основе напрямую связано с текущими проблемами в нанотехнологиях, ключевыми из которых являются повышение точности измерений и анализа в наномасштабе, обеспечение воспроизводимости и однородности наноматериалов и устройств, разработка новых функциональных наноустройств. Развитие АСМ технологий необходимо для преодоления ограничений метрологии и литографии в наномасштабе за счет повышения точности, скорости и качества анализа данных, получения изображений с высоким разрешением и применения гибридной литографии для локального создания более мелких и сложных наномасштабных структур. Научно технический прогресс, обеспечивший технологическую революцию последних десятилетий, был неразрывно связан с развитием литографических технологий и диагностических методов атомно-молекулярного уровня. Широкое освоение этих методов для дальнейшего развития фундаментальных представлений о новых явлениях, структуре и свойствах функциональных материалов и квантовых систем является залогом появления новых технологий и связанных с ними направлений науки, техники и производства.

Успехи в структурной диагностике низкоразмерных систем достигнуты, в том числе, благодаря развитию и широкому применению методов сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ): сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) и атомно-силовой микроскопии. Эти методы, основанные на эффектах взаимодействия заострённой иглы с исследуемой поверхностью, в кратчайшие сроки стали основными инструментами исследований поверхности на субмикронном уровне в физике, геологии, химии, биологии, медицине. Относительная простота интерпретации получаемых изображений при высокой разрешающей способности, стабильности и прецизионности измерений позволяет решать многочисленные задачи, которые невозможно решить другими методами [1]. С использованием синхротронного рентгеновского излучения и зонда СТМ недавно продемонстрирована возможность характеристики одиночного атома [2]. Достоинством методов СЗМ является возможность получения трёхмерных (3D) изображений рельефа поверхности и карт распределений по поверхности ряда параметров, таких как потенциал, кулоновский заряд, электрическая ёмкость, намагниченность, твёрдость, оптические характеристики и других. Эти методы интенсивно развиваются, превращаясь, в частности для АСМ, в инструмент многосторонней диагностики процессов на сингулярной атомно-гладкой поверхности кристалла в атмосферных условиях, включая визуализацию жидкого слоя и точечных дефектов на поверхности под слоем жидкости [3, 4].

В 2019 году Международной Системой Измерений (СИ) моноатомная ступень на поверхности Si (111) была принята в качестве реализации вторичного эталона метра, с необходимостью измерения ее высоты в АСМ с субангстремной точностью (10 пм на воздухе и 2 пм в вакууме) [5, 6]. Поэтому дальнейшее развитие АСМ-диагностики подразумевает улучшение разрешающей способности до субангстремных величин. В этих условиях задача характеристики исходной поверхности и созданных на ней структурных элементов требует учета всех факторов, связанных как с физическими особенностями взаимодействия иглы с поверхностью, так и с фундаментальными измерительными ограничениями. Поиск и разработка способов повышения точности измерений в методе АСМ и возможности осуществления калибровки измерений АСМ на основе привязки к эталону метра представляют особую актуальность для развития не только АСМ-

диагностики, но всех АСМ-технологий в целом. Это в свою очередь диктует необходимость создания измерительных стандартов высоты на основе атомных ступеней во всем нанодиапазоне размеров от 0,1 до 100 нм.

К неоспоримому превосходству СЗМ относится точное позиционирование острозаточенного зонда на поверхности исследуемого образца. Это открывает возможности её применения не только для диагностики, но и для создания гибридных структур с предельно малыми размерами в точно заданном месте на поверхности образца. В качестве примера можно привести работы по переносу на острие зонда СТМ и укладыванию на поверхности единичных атомов, что, фактически, является предельным разрешением литографии [7]. Однако применение СТМ для литографии ограничивается необходимостью работы с проводящими поверхностями в сверхвысоком вакууме. Поэтому наибольшие усилия по реализации зондовой нанолитографии для создания отдельных функциональных наноустройств в исследовательских целях были направлены на АСМ, где за счет работы во влажных атмосферных условиях возможно осуществление локального анодного окисления (ЛАО) поверхности под зондом при приложении к нему отрицательного потенциала. Такая АСМ-литография обладает универсальностью для широкого спектра материалов, включая металлы, полупроводники, полимеры и биологические молекулы в различных средах [8], но глубина анодного окисления в стандартном (полуконтактном) режиме работы АСМ не превышает нескольких нанометров [9,10] при воспроизводимости ~20%. Большим преимуществом АСМ-модификации поверхности по сравнению классической литографией является возможность проведения в едином цикле и диагностики поверхности и её модификации. Такая возможность становится все более востребованной в условиях непрерывного уменьшения размеров функциональных электронных элементов и технологической нормы их изготовления. Применение же АСМ-литографии для полупроводниковых систем с двумерным электронным газом является предпочтительным, поскольку использование других методов литографии сравнимого разрешения приводит к деградации двумерного электронного газа, например, при воздействии электронным пучком или плазмой при экспонировании или травлении. Это предопределяет необходимость развития АСМ-литографии для создания гибридных электронных наноустройств, функционирующих на новых физических принципах, примеры которых уже имеются в литературе (например, квантовые кольца с размером 480 нм и квантовый точечный контакт [11, 12]).

Несмотря на большое количество проведенных исследований и технологическую востребованность, полного понимания механизма локального анодного окисления под зондом АСМ и управляемого способа увеличения глубины модификации к началу работ автора диссертации не было. Низкую глубину воздействия и слабую воспроизводимость АСМ-литографии подтверждает и тот факт, что возможности серийного производства наноразмерных объектов и устройств с помощью АСМ ограничились разработкой компанией «IBM» технологии «Millepede» [13], примененной в основном для записи информации.

Исходя из вышесказанного, актуальным является проведение комплексного анализа физических механизмов взаимодействия иглы (твердотельного зонда) АСМ с поверхностью в различных условиях (калибровка, диагностика, окисление, металлизация и пр.) с целью воспроизводимого создания полупроводниковых наноустройств. Настоящая работа направлена на **развитие физических основ АСМ-технологий для решения задач**

субангстремной диагностики и управляемой наномодификации поверхности полупроводников.

Цель работы

Несмотря на широкое применение атомно-силовой микроскопии и многочисленные исследования, ее возможности для диагностики и модификации поверхности на нанометровом и субнанометровом уровне не реализованы в полной мере. Требуется комплексный анализ физических закономерностей взаимодействия иглы АСМ с исследуемой поверхностью с целью совершенствования методов АСМ, повышения точности измерений и развития на этой основе АСМ-технологий.

Целью работы является развитие физических основ АСМ-технологий для субангстремной диагностики и модификации полупроводниковых поверхностей.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи.

- Определить влияние геометрических факторов поверхности Si (111), ширины сингулярных террас, их шероховатости, уровня горизонтальности и наличия естественного оксида на точность АСМ-измерений в нанометровом и субнанометровом диапазоне линейных размеров.
- Разработать подходы и методы калибровки АСМ для обеспечения субангстремной точности измерений во всем нанометровом диапазоне длин от 0,1 до 100 нм.
- Обобщить и апробировать применение эффекта кинетической неустойчивости (самоорганизации) атомных ступеней на плоских вицинальных поверхностях Si (111) и в цилиндрических углублениях с целью создания одно- и двухуровневых экстрашироких сингулярных террас с минимальной шероховатостью, разделенных счетным в АСМ числом атомных ступеней (от 1 до 300), и калибровочных мер на их основе.
- Разработать метод диагностики рельефа поверхности с использованием колебательно-резонансной моды сканирования АСМ для реализации фазового контраста с повышенной разрешающей способностью, необходимой для визуализации плотных массивов атомных ступеней (с размером террас до 20 нм) и примесных фаз.
- Определить механизм локального анодного окисления под зондом АСМ.
- Определить физические факторы, ограничивающие воспроизводимость, пространственное разрешение и глубину локального анодного окисления поверхности иглой АСМ.
- Детально исследовать интенсивность процесса локального анодного окисления различных материалов в зависимости от потенциала, механического давления зондом и влажности для разработки технологии глубокого (до 50 нм) и высокоаспектного локального окисления поверхности с целью создания гибридных электронных наноустройств.
- Разработать физические подходы и метод создания высокопроводящих нитевидных элементов на поверхности с использованием зонда АСМ.

Научная новизна работы

Научная новизна работы состоит в разработке физических основ АСМ-технологий на поверхности полупроводников на новом уровне измерений рельефа с субангстремной точностью для преодоления проблем метрологии и диагностики в наномасштабе и воспроизводимой наномодификации иглой АСМ, – глубокого локального анодного

окисления и эффективного полевого испарения металла для создания электронных наноструктур.

- На основе обобщения эффекта кинетической неустойчивости вицинальной поверхности $Si(111)$ показана возможность создания широких сингулярных террас ($5 \div 20$ мкм), разделенных заданным счетным ($1 \div 100$) количеством атомных ступеней, обеспечивающих калибровку АСМ с субангстремной точностью в диапазоне длин от 0,1 до 30 нм. Идеальная по определению кристаллографическая плоскостность сингулярных террас при больших размерах обеспечивает большую статистику набора координат их точек с предельно малой дисперсией и, соответственно, субангстремную точность измерений высоты ступеней, разделяющих террасы, – 10 пм для одиночной моноатомной ступени и 1 пм для ее высоты в пакете ступеней при использовании алгоритма выравнивания уровня горизонтальности террас.

- Методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии доказано, что естественный бислой оксида с толщиной $\sim 0,7$ нм, возникающий на атомно-чистой поверхности $Si(111)$ с широкими террасами в атмосферных условиях, с точностью $\sim 0,1\%$ воспроизводит её шероховатость и высоту моноатомной ступени (межплоскостное расстояние (111) в кристалле) в виде соответствующей высоты на поверхности оксида.

- Показано, что стенка цилиндрического углубления, разделяющего две сверхширокие (более 50 мкм) сингулярные террасы $Si(111)$, при последующем высокотемпературном прогреве *постоянным током в условиях квазиравновесия* (компенсации сублимации внешним потоком кремния) трансформируется в асимметричную 3D-меру, – с пологой частью и счетным в АСМ числом атомных ступеней (до 300) с одной стороны и вертикальной частью с другой стороны, пригодной для оптических измерений с рекордной точностью 0,4 пм.

- Показано, что высокая субмонослойная шероховатость (не менее 70 пм) любых сингулярных террас $Si(111)$, обнаруженная при измерении зондом АСМ с радиусом 2 нм, связана с существованием фундаментального перехода (1x1)-(7x7) при охлаждении поверхности ниже 868°C в процессе приготовления и усиливается на сверхшироких террасах из-за невозможности стока адатомов в ступени и формирования кластеров. Однако такая шероховатость, вследствие ее эквивалентности для соседних террас, ограничивающих моноатомную ступень, не влияет на субангстремную точность (10 пм) измерений её высоты в АСМ на воздухе при использовании алгоритма выравнивания горизонтали террас.

- Разработан новый метод регистрации сдвига фазы колебаний зонда АСМ в полуконтактной моде, связанный с увеличением скорости движения зонда по поверхности при его достаточно «жестком» контакте с поверхностью ($\sim 10^{-7}$ Н), обеспечивающем появление трения. В результате формируется *кинетический фазовый* контраст АСМ, кардинально улучшающий визуализацию нанорельефа поверхности и структурных фаз на недостижимом в режиме топографии уровне. Это обеспечило подсчет атомных ступеней в плотных массивах при расстоянии между ними до 20 нм.

- Сравнительный АСМ анализ (зонд 10 нм) шероховатости естественных оксидов на различных поверхностях показал, что минимальная субмонослойная по высоте шероховатость естественного оксида $\sim 0,6$ Å достигается только на широкой (>5 мкм) сингулярной террасе $Si(111)$. Для вицинальной «epi-ready» поверхности $GaAs(001)$ с шириной террас 200 нм шероховатость возрастает в два раза, оставаясь в пределах

субмонослойной (0,129нм), а для произвольно выбранной вицинальной поверхности Si в структуре КНИ увеличивается в 6 раз до 0,384нм. То есть, с уменьшением ширины террас (<100нм) атомные ступени дают основной вклад в шероховатость естественного оксида, которая затем наследуется при окислении зондом АСМ. Поэтому для точного измерения высот линий локального анодного окисления (ЛАО), созданных под зондом АСМ, следует использовать поверхности с шероховатостью менее 1 Å.

- Благодаря на порядок лучшей точности (~1%) измерения высоты точек ЛАО, созданных на широких сингулярных террасах Si (111) в мягком (10^{-9} Н) полуконтактном режиме, по сравнению с вицинальной поверхностью, впервые выявлен ступенчато-слоевой механизм роста оксида кремния под зондом АСМ в зависимости от приложенного потенциала (3÷12В) с величиной ступени $0,7\pm 0,1$ нм, равной толщине бислоя оксида, формирующегося из одного бислоя Si на поверхности (111). При этом рост следующего бислоя оксида требует повышения потенциала на ~3 В, необходимого для туннелирования электрона через потенциальный барьер на границе раздела $Si-SiO_x$ и обеспечения компенсации заряда, связанного с накоплением кислородных вакансий в нестехиометричном SiO_x . Это подтверждает квантово-химический механизм Мотта анодного окисления Si и независимость слоевого роста оксида от способа его выращивания. Для окисления под зондом АСМ особая важность этого результата состоит в том, что при субмонослойной шероховатости поверхности возможен контроль процесса её окисления с послыонной точностью, обеспечивающей создание атомно-гладких границ раздела оксид-кристалл.

- Кинетика ЛАО поверхностей Ti , Si и $GaAs$ под зондом АСМ в «мягком» полуконтактном режиме (сила взаимодействия игла-поверхность ~ 10^{-9} Н) характеризуется одинаковым наклоном логарифмических зависимостей высоты оксида от времени в диапазоне 0,1÷10000мс и демонстрирует определяющую роль сильного электрического поля (10^9 В/см) при окислении под зондом АСМ независимо от типа материала в соответствии с моделью Мотта для анодного окисления массивных поверхностей. Близость кинетических зависимостей окисления $GaAs$ и Si предполагает единообразие механизмов их окисления.

- Разработана технология глубокого окисления зондом АСМ, сочетающая одновременное давление зонда на поверхность в широком диапазоне прилагаемых сил (10^{-7} ÷ 10^{-9} Н) и повышение потенциала (до -40В) на зонде, которая расширяет возможности модификации поверхности полупроводника в АСМ до 50 нм. Оптимизированный метод глубокого ЛАО-А+ (повышенный потенциал при минимальном давлении зонда 10^{-9} Н) в АСМ, при котором реализуется режим послыонного окисления, является перспективным для воспроизводимого создания наноструктур с точки зрения увеличения высоты/глубины окисления при сохранении минимальных латеральных размеров.

- С использованием оптимизированного метода ЛАО-А+ (потенциал -40В, прижим зонда 10^{-9} Н, влажность 65%) для гетероструктуры $GaAs/InGaAs$ с двумерным электронным газом разработана технология создания электронных интерферометров рекордно малого размера (90нм), демонстрирующих осцилляции Ааронова-Бома.

- Показано, что в условиях сканирования поверхности иглой АСМ в полуконтактном режиме полевое (холодное) испарение нанесенного на зонд АСМ In реализуется при положительном электрическом потенциале на зонде относительно поверхности, превышающем критическое значение +5В. Получаемые на поверхности в

результате такого испарения с зонда АСМ *In* нанопроволоки обладают сопротивлением в 10^6 раз меньшим, чем *In* нанопроволоки, получаемые посредством переноса горячего расплава *In* с зонда при пропускании тока игла-поверхность.

Теоретическая и практическая ценность работы

Разработанные высокоточные ступенчатые меры для измерений вертикальных размеров, обеспечивают прослеживаемость эталона длины к вещественному эталону — высоте атомной ступени (параметру решетки Si) при показанной аддитивности, линейности и взаимной компарированности этих размеров в диапазоне 0,31–100 нм. Комплект высокоточных мер вертикальных размеров «СТЕПП-ИФП-1» после проведения государственных испытаний внесён в государственный реестр средств измерений, как тип средства измерений №48115-11 (Приказ Росстандарта № 6290 от 31.10.2011 г.). Образцы, содержащие выверенное количество моноатомных ступеней и атомно-гладких участков поверхности включены в состав Государственного вторичного эталона 2.1.ZZA.0034.2015 ФГУП «ВНИИОФИ» в качестве меры высоты ангстремного диапазона (МВА). Комплекты мер серийно производятся и поставляются производителям атомно-силовых микроскопов (НТ-МДТ). Технические показатели качества серийно выпускаемых в ИФП СО РАН функциональных образцов соответствуют требованиям к Государственным вторичным эталонам и соответствующим Государственным поверочным схемам.

Разработанные «атомно-гладкие» зеркала (сингулярные террасы Si (111)) в виде образцов, содержащих сингулярные участки поверхности (более 100 мкм) включены в состав Государственного вторичного эталона 2.1.ZZA.0034.2015 ФГУП «ВНИИОФИ» в качестве меры плоскостности ангстремного диапазона (МПА). Подтверждено, что их технические характеристики превышают параметры известных существующих отечественных и иностранных аналогов.

Использование «атомно-гладких» зеркал в качестве опорных зеркал в интерферометрических микроскопах (серийно производится КТИ НП СО РАН) приводит к уменьшению систематической ошибки измерения истинной координаты высоты с 5 до 0,12 нм и позволяет визуализировать моноатомные ступени высотой 136 пм на поверхности Si (001). Эти результаты открывают возможности для использования оптической интерферометрии в качестве прямого метрологического метода измерения высоты в субнанометровом диапазоне длин.

Разработанные физические основы ЛАО и технология оптимальной глубокой модификации поверхности с помощью ЛАО (до 30 нм) могут быть использованы для создания низкоразмерных функциональных систем для нанoeлектроники и твердотельной нанофотоники (например, кольцевого интерферометра, демонстрирующего квантовые осцилляции Ааронова-Бома).

Новый метод регистрации сдвига фазы колебаний зонда АСМ, связанный с его быстрым движением (~20 мкм/с) при сканировании поверхности, названный кинетическим фазовым контрастом АСМ, может использоваться для получения дополнительной информации об атомном строении поверхности под слоем естественного оксида.

Разработанный на основе физических подходов метод локального холодного испарения металла (на примере *In*) с зонда АСМ на поверхность позволяет создавать высокопроводящие нитевидные элементы с наноразмерной точностью в заданных участках поверхности.

Экспериментальные результаты измерений интенсивности локального анодного окисления зондом АСМ в зависимости от времени и приложенного потенциала для *Ti*, *GaAs* и *Si* подтверждают для этих поверхностей классическую теорию окисления Кабреры-Мотта, предсказывающую, что туннелирование электронов (дырок) в объем оксида является главным фактором, определяющим (лимитирующим) окисление на начальных стадиях.

Методология и методы исследования

Методологическая основа настоящей диссертационной работы включает комплексный подход, объединяющий теоретический анализ и углубленные экспериментальные исследования методов атомной силовой микроскопии для улучшения точности измерений на субангстромном уровне. Исследования включают детальное изучение физических аспектов взаимодействия зонда АСМ с поверхностью образца, разработку новых методик визуализации и анализа структурно-морфологических особенностей поверхности на субангстромном уровне, а также внедрение новых подходов в калибровке, диагностике и наномодификации поверхности иглой АСМ, предопределяющих развитие АСМ технологий в целом.

Из представленных в работе методов исследования следует отметить детальный анализ и критический обзор существующих физических моделей взаимодействия зонд–поверхность, как с учетом влияния шероховатости поверхности и наличия адсорбированного слоя влаги в атмосферных условиях, так и включая действие ван-дер-ваальсовских сил, в том числе, в резонансных (колебательных) режимах взаимодействия. В результате разработаны новые модели для описания физики взаимодействия зонда с поверхностью, учитывающие её шероховатость и позволяющие измерение силы трения в полуконтактной моде АСМ.

Экспериментальные методики, примененные в исследованиях, основывались на специально разработанных подходах и методах калибровки, что позволило осуществлять подсчет каждой моноатомной ступени ступеней в плотных массивах моноатомных ступеней (макроступенях), разделяющих экстраширокие сингулярные террасы, и достижение субангстромной точности измерений вертикальных размеров линий и точек локального анодного окисления поверхности зондом АСМ в полуконтактном режиме работы.

Применение разработанной техники одновременного приложения на зонд АСМ механического и электрического напряжения вместе с управлением зоной реакции окисления в области смачивания мениском влаги иглы АСМ позволило достигнуть рекордных значений глубины модификации поверхности этим способом.

Компьютерное моделирование: построена модель поверхности с анизотропией шероховатости и выполнены численные расчеты поведения зонда при взаимодействии с такой поверхностью, подтвердившие измеряемые характеристики применительно к различным условиям эксперимента.

Статистическая обработка результатов: применялись современные статистические методы обработки данных, такие как метод наименьших квадратов и корреляционный анализ, позволяющие выявить закономерности изменения измеряемой координаты сингулярной поверхности в зависимости от ширины террас и количества моноатомных ступеней, разделяющих такие террасы.

Таким образом, комплексное использование указанных методов позволило существенно расширить возможности АСМ-диагностики и литографии, обеспечив качественно новый уровень исследований физических процессов взаимодействия иглы АСМ с поверхностью. Это позволило значительно улучшить разрешение атомно-силовой микроскопии в диагностике рельефа и расширить пределы применимости АСМ-модификации поверхности для создания наноструктурных объектов.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: IV, V и VI Российские конференции по физике полупроводников, 1999, Новосибирск, 2001, Нижний Новгород и 2003, Санкт-Петербург; Scanning Probe Microscopy-2001, 2002, 2003 International Workshop, Nizhny Novgorod; 8-я российская конференция “*GaAs* и полупроводниковые соединения группы III-V”, Томск, 2002; 5-th Russia-Japan seminar on semiconductor surfaces issue, Vladivostok, B-2, 2002; Международное рабочее совещание «Кремний-2002», Новосибирск, 2002; Tenth APAM topical seminar and third conference "Materials of Siberia" "NANOSCIENCE AND TECHNOLOGY", Novosibirsk, 2003; 11th International Symposium NANOSTRUCTURES: Physics and Technology, St Petersburg, 2003; 12th International Conference on Scanning Tunneling Microscopy Eindhoven, Netherlands (STM'03); III Российская конференция по материаловедению и физико-химическим основам технологий получения легированных кристаллов кремния и приборных структур на их основе, Кремний 2003, Москва, VII Российская конференция по физике полупроводников "Полупроводники-2005", Москва, 18-23 сентября 2005, Forum: Ultimate Lithography and Nanofabrication for Electronics and Life Science, Marseille, France, 26-30 июня, 2006, 14th International Symposium “Nanostructures: Physics and Technology”, St.Petersburg, Russia, 26-30 June, 2006, VIII Российская конференция по физике полупроводников., Екатеринбург, 30 сентября – 5 октября 2007, 17th International Conference on Electronic Properties of Two-Dimensional Systems and 13th Modulated Semiconductor Structures, Genova, Italy, July 15-20, 2007, 15th International symposium Nanostructures: physics and technology, Новосибирск, Россия, 25-29 июня, 2007, XXII Российская Конференция по электронной микроскопии (РКЭМ-2008), Черноголовка, Россия, 2-6 июня, 2008, XII Международный Симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, Россия, 10-14 марта, 2008, 16th International Symposium “Nanostructures: Physics and Technology”, Vladivostok, Russia, 14-18 July, 2008, 17th International Symposium "Nanostructures: Physics and Technology", Minsk, Belarus, 22-26 June, 2009, XIV симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, 15-19 марта, 2010, XV международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, Россия, 14-18 марта, 2011, 4-ая Школа "Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии. Функциональные наноматериалы", Новосибирск, Россия, 25-29 апреля, 2011, XV International Conference “Opto-, Nanoelectronics. Nanotechnology, and Microsystems”, Ulyanovsk, 4-7 September, 2012, Asia-Pacific Academy of Materials topical Seminar “Films and Structures for Innovative Applications”, Novosibirsk, 27 August – 1 September, 2012, Second Asian School-Conference on Physics and Technology of Nanostructured Materials (ASCO-NANOMAT 2013), Владивосток, 20-27 августа, 2013, Materials Integration International Center of Education and Research and Japan-Russian workshop on advanced materials synthesis process and nanostructure, г. Сендай, 7-9 марта, 2013, 6-я

Школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и наноиндустрии», Екатеринбург, 4-7 июня, 2013, 3-я Международная школа-семинар «Фотоника нано- и микроструктур» (ФНМС 2015), Томск, 7-11 сентября, 2015, 4th International School and Conference on Optoelectronics, Photonics, Engineering and Nanostructures "Saint-Petersburg OPEN 2017", Санкт-Петербург, 3-6 апреля, 2017, XXII Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, 2-15 марта 2018, 2018, Школа молодых ученых «Актуальные проблемы полупроводниковых наносистем» (АППН 2022), Новосибирск, 12-13 декабря, 2022, Кузнецовские чтения – 2022. Шестой семинар по проблемам химического осаждения из газовой фазы, Новосибирск, 11-13 июля, 2022, XIV Международная конференция и XIII Школа молодых ученых и специалистов по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, нанометровых структур и приборов на его основе «КРЕМНИЙ 2022», Новосибирск, 26-30 сентября, 2022, РОССИЙСКИЙ ФОРУМ МИКРОЭЛЕКТРОНИКА 2023 9-я Научная конференция «Электронная компонентная база и микроэлектронные модули», Парк науки и искусства «Сириус», 9–14 октября, 2023 и др.

Изготовленные калибровочные меры поставляются для калибровки АСМ микроскопов различным научным группам в том числе производителю атомно-силовых микроскопов под маркой «НТ-МДТ».

Изготовленные атомно-гладкие зеркала используются для разработки и создания микроинтерферометрических микроскопов нового поколения.

Изготовленные посредством глубокого ЛАО электронные интерферометры рекордно малых размеров на основе A_3B_5 материалов демонстрируют осцилляции Ааронова-Бома.

Основные научные положения, выносимые на защиту:

1. Точность определения высоты 10 нм в АСМ для одиночной моноатомной ступени и 1 нм для её высоты в пакете ступеней в диапазоне линейных размеров 0,3-30 нм обеспечивается за счет формирования широких (5-15 мкм) сингулярных террас, разделенных счетным числом атомных ступеней (1-100) в результате самоорганизации вицинальной поверхности Si (111).

2. Естественный бислой оксида с толщиной ~0,7 нм, возникающий на ступенчатой поверхности Si (111) в нормальных условиях, с точностью ~0,1% воспроизводит рельеф поверхности и высоту моноатомной ступени (межплоскостное расстояние в кристалле) в виде соответствующей высоты ступени на поверхности оксида.

3. Субмикометровая точность оптических измерений с помощью интерферометра (0,4 нм) и пикометровая точность определения высоты для АСМ достижимы во всем нанометровом диапазоне размеров (0,1-100 нм) при использовании сингулярных экстрашироких (более 50 мкм) террас Si (111), разделенных асимметричными макроступенями-мерами, полученными разнонаправленной самоорганизацией моноатомных ступеней за счет эффекта электромиграции адатомов.

4. Высокоразрешающие изображения особенностей нанорельефа, недостижимые в режиме АСМ-топографии, реализуются за счет регистрации

связанного с диссипацией колебательной энергии сдвига фазы колебаний зонда при его достаточно сильном ($\sim 10^{-7} \text{Н}$) прижиге к поверхности и высокой скорости сканирования (до 20 мкм/с).

5. На начальных стадиях локального анодного окисления зондом АСМ сингулярных террас Si (111) зависимость высоты оксида от разности потенциалов является ступенчатой, соответствующей последовательному окислению бислоев кремния $0,7 \pm 0,1 \text{ нм}$, при этом окисление каждого последующего бислоя кремния требует увеличения иницирующей окисление разности потенциалов на $\sim 3 \text{ В}$, что обеспечивает туннелирование электронов для компенсации пространственного заряда, ограничивающего ток ионов в зону реакции.

6. Латеральный размер зоны локального анодного окисления поверхности под зондом АСМ в условиях приложения взаимной разности потенциалов и оптимальной силы воздействия зонда на поверхность (не более 10^{-8}Н) определяется меньшим из двух параметров: эффективным размером (площадью) мостика/мениска воды под зондом или размером зоны активации, где электрическое поле вокруг зонда еще превышает критическое, необходимое для активации реакции окисления.

7. Контроль значений механической силы и электрического потенциала при их одновременном приложении к зонду АСМ относительно поверхности в процессе локального анодного окисления позволяет расширить диапазон глубин АСМ-модификации поверхности до 50 нм для больших сил (до 10^{-7}Н) и потенциалов (до -40 В) и реализовывать режим послойного окисления поверхности для относительно малых сил прижима (до 10^{-9}Н) в интервале потенциалов от -6 до -40 В , что открывает возможности создания квантовых наноструктур (электронных интерферометров) рекордно малых размеров ($\sim 90 \text{ нм}$).

8. Режим полевого (холодного) испарения In , нанесенного на зонд АСМ, реализующийся при положительном, превышающем пороговое значение $+5 \text{ В}$, электрическом потенциале на зонде, позволяет создавать на поверхности под зондом АСМ нанопроволоки In с удельным сопротивлением $\sim 10^2 \text{ Ом} \cdot \text{см}$, что на несколько порядков лучше, чем иные известные способы создания проводящих нанопроволок с использованием иглы АСМ.

Структура и объём диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, шести основных глав с частными выводами и заключения с общими выводами, списка литературы из 378 наименований. Основное содержание диссертации изложено на 268 страницах, содержит 55 формул и 82 рисунка.

Научная обоснованность и достоверность результатов, представленных в работе, обусловлена применением комплекса современных аналитических методов, который наряду с разработанными и запатентованными автором новыми методами включал анализ атомной структуры полученных наносистем и компьютерное моделирование их электронных свойств. Результаты получены при необходимой метрологической поддержке, – автором разработаны технология и методология обеспечения единства средств измерений и метрологического контроля в диапазоне размеров $0,3\text{--}30 \text{ нм}$ с точностью 50 пм . При

использовании алгоритма выравнивания горизонтальности террас, дополнительного коммерческого программного пакета управления в АСМ, точность измерения высоты атомной ступени составляет 10пм на воздухе. Высокая точность измерений обеспечила воспроизводимость и достоверность полученных результатов, а также позволила не только определить параметры и механизмы процессов, происходящих при взаимодействии иглы АСМ с поверхностью, но и впервые выявить некоторые особенности ЛАО, принципиально подтверждающие физические механизмы окисления.

Личный вклад автора заключался в выборе направлений исследований, разработке гипотез и концепций, постановке маршрута исследований, формулировке задач и постановке экспериментов. Автор лично проводил эксперименты по локальному анодному окислению, метрологическим измерениям, изучению кинетического фазового контраста и созданию зондовой литографией квантового интерферометра.

В опубликованных трудах автор внес основной вклад в ту часть работ и в те результаты, на основе которых сформулированы положения диссертации.

Краткое содержание работы

Во введении дается обоснование актуальности темы исследования, сформулирована цель работы, указана её новизна, теоретическая и практическая значимость, указаны методологические подходы, изложены результаты и основные положения, выносимые на защиту, кратко представлено содержание диссертации.

В первой главе рассматривается современное состояние методов диагностики поверхности на нанометровом уровне, связанной со сканирующей зондовой микроскопией, – сканирующей туннельной и атомно силовой микроскопией, – базовыми инструментами, обеспечивающими развитие современных нанотехнологий. Анализируются факторы, предопределяющие необходимость перехода к субангстремной диагностике в связи с изменениями в Международной системе измерений (принятием моноатомной ступени на поверхности Si (111) в качестве реализации вторичного эталона метра), с акцентом на проблемах обеспечения единства и точности измерений и создания мер ближнего нанометрового диапазона (0,31-30нм).

Представлена разработанная автором на основе обобщения явления нестабильности вицинальной поверхности Si (111) (самоорганизации атомных ступеней в условиях электромиграции адатомов при прогреве *постоянным током* [14]) концепция поверхностей-мер, состоящих из широких (более 5 мкм) сингулярных террас, разделенных *одиночной* или *счетным* количеством моноатомных ступеней, пригодных для создания вторичных Si эталонов длины, необходимых для калибровки и измерений в АСМ, удовлетворяющих современным требованиям высотных измерений в СИ. Главным элементом таких мер, как автором было предложено в работах с 2002 по 2011 годы, задолго до законодательных изменений в СИ в 2019 году [А6,А13,А14,А15,А17,А27], является моноатомная ступень, высотой 0,314 нм, разделяющая две широкие сингулярные террасы, принадлежащие двум соседним плоскостям Si (111) в кристаллической решетке Si . Сингулярность же террас, означающая их идеальную кристаллографическую плоскостность, предопределяет получение предельно малой дисперсии измеряемых в АСМ координат точек такой поверхности и их большую статистику при больших размерах. Размер сингулярных террас, созданных на вицинальной поверхности Si (111) с помощью самоорганизации атомных ступеней, определяется отклонением исходной ориентации

поверхности от сингулярной плоскости (111) (точностью резки слитков кремния на пластины), достигая максимального значения ~ 15 мкм при разориентации от плоскости $0,066^\circ$.

Детально проанализированы основные факторы, способные влиять на измеряемую в АСМ величину координат точек широких сингулярных террас Si (111) и, соответственно, точность измерения высоты моноатомной ступени: 1) наличие тонкого естественного оксида на поверхности и его способность реплицировать шероховатость широких террас и высоту атомной ступени на поверхность оксида, 2) влияние сверхструктурного перехода $(1 \times 1) - (7 \times 7)$ и скорости его прохождения на атомную шероховатость широких террас при их приготовлении, 3) влияние остроты иглы и математических способов выравнивания уровня горизонтальности террас. В результате проведенного анализа сформулированы следующие выводы о применимости одиночных атомных ступеней в нанометрологии в качестве вторичного представления метра.

i) С помощью высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ) доказано, что тонкий ($\sim 0,7$ нм) бислоем естественного оксида с точностью $\sim 10^{-3}$ (0,1%) воспроизводит атомную шероховатость сингулярной террасы и высоту моноатомной ступени в виде высоты ступени на поверхности оксида [A6, A14, A15].

ii) Шероховатость любой сингулярной террасы Si (111), покрытой бислоем оксида, наследует её фундаментальную шероховатость, связанную со сверхструктурным переходом $(1 \times 1) - (7 \times 7)$ и скоростью его прохождения при охлаждении поверхности в сверхвысоком вакууме. В зависимости от размера зонда АСМ ее величина варьируется от 40 до 70 пм при медленном охлаждении и составляет не менее 80 пм (до 160 пм с учетом кластеров адатомов) при быстрой закалке, когда возникает псевдоступень высотой 0,8 нм, разделяющая домены сверхструктуры (7×7) и кластерную фазу '1x1' [A1, A6].

iii) Высота одиночной моноатомной ступени на поверхности Si (111), измеряемая в АСМ как разница высот соседних сингулярных террас (111), не зависит от фундаментальной шероховатости ограничивающих ступень террас в силу эквивалентности их шероховатости и воспроизводит с точностью ± 10 пм эталонное значение межплоскостного расстояния (111) при использовании математического алгоритма выравнивания горизонтального уровня террас [15]. При этом для пакета из трех ступеней, точность измерения в пересчете на высоту единичной ступени возрастает до ± 1 пм [A2].

iv) Идеальная кристаллографическая плоскостность сингулярных террас при их большом размере (более 5 мкм) обеспечивает большую статистику набора координат их точек с предельно малой дисперсией значений и, соответственно, высокую субангстремную точность измерения разницы высотных координат террас, то есть высоты моноатомной ступени [A2, A6, A4].

v) Для обеспечения регламентируемой в СИ точности (10 пм) АСМ измерений высоты моноатомной ступени на поверхности Si (111) при применении указанного выше алгоритма измерений, ширина ее сингулярных террас (характерный размер) должна быть не менее 1 мкм. Этим подтверждается принципиальная возможность использования единичных моноатомных ступеней в качестве вторичного эталона метра в диапазоне размеров 0,1-30 нм с точностью 10 пм [A5].

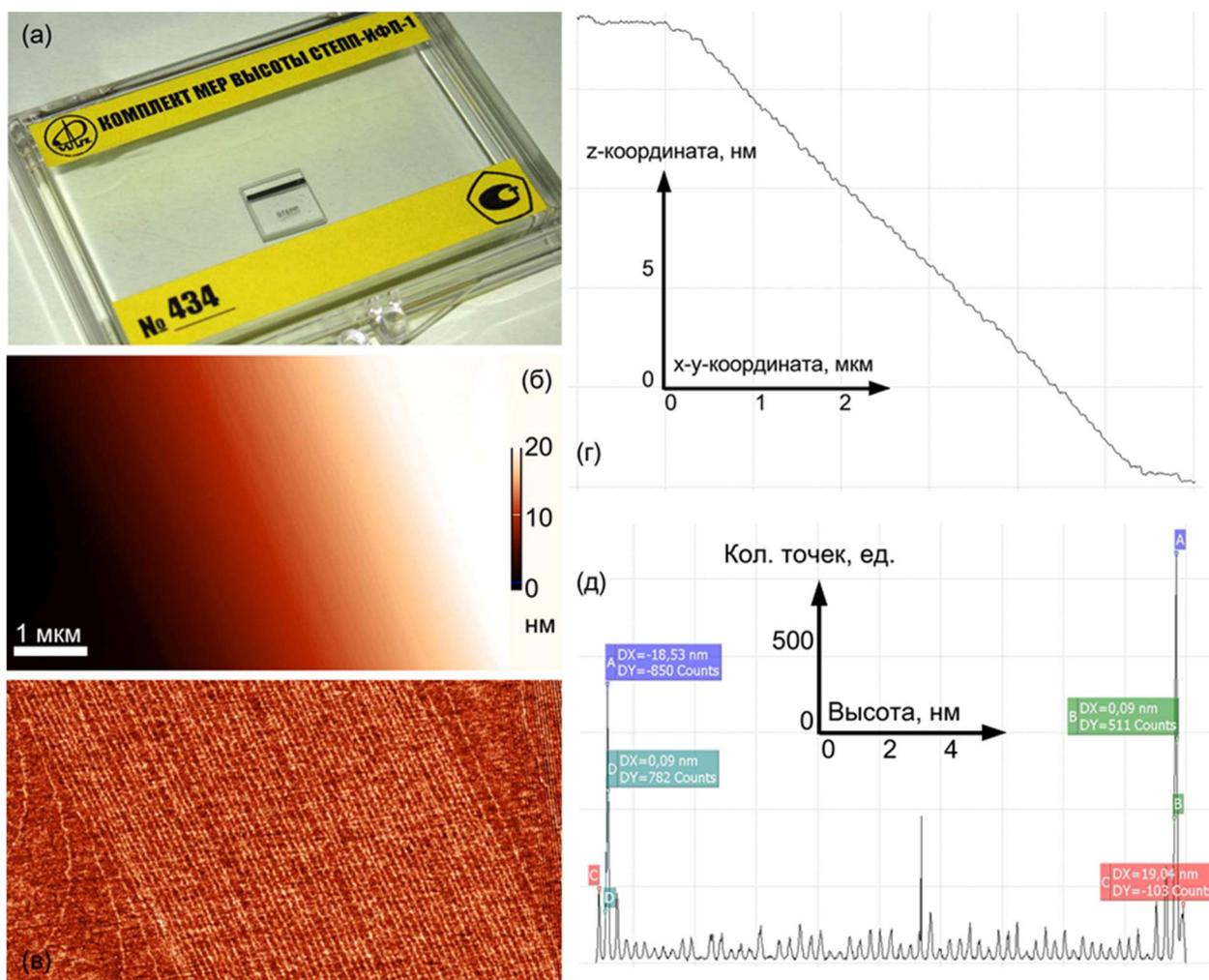


Рисунок 1. (а) – Оптическое изображение комплекта мер с заводским номером 434 в упаковке. (б) и (в) – Топографическое и высокоразрешающее фазовое АСМ-изображения участка поверхности комплекта с мерой 18,53 нм, соответственно. (г) – Профиль рельефа поверхности меры в направлении перпендикулярном моноатомным ступеням. (д) – Спектр высот меры, демонстрирующий множество пиков, соответствующих отдельным атомно-гладким террасам между моноатомными ступенями, а перепад высот между максимальными пиками составляет $18,53 \pm 0,05$ нм, равный высоте 59 моноатомных ступеней на поверхности $Si(111)$.

Полученные результаты оказались востребованы на практике, поскольку разработанные высокоточные ступенчатые меры обеспечивали прослеживаемость эталона длины к вещественному эталону — высоте атомной ступени (параметру решетки Si), демонстрируя аддитивность, линейность и взаимную компарированность размеров в диапазоне 0,31–30 нм. На Рисунке 1 представлено оптическое изображение (а) меры- 18,53 нм вместе с ее топографическим (б) и фазовым (в) АСМ изображениями, а также профилем (г) и спектром высот (д). В качестве меры служит макроступень, состоящая из 59 моноатомных ступеней. Точность измерения такой меры составляет $18,53 \pm 0,05$ нм. При этом среднеквадратичное отклонение высот всех ступеней от величины 0,314 нм (одиночная ступень) в такой мере составляет величину 0,003 нм (статистический разброс), что указывает на достижение близкой к пикометровой точности измерения высоты одиночной атомной ступени в плотном массиве атомных ступеней, разделяющем две широкие сингулярные террасы. Для подсчета атомных ступеней в мерах с большим числом

(до 100) ступеней в АСМ использован метод *кинетического фазового контраста*, разработанный автором и защищенный патентом, который представлен в Главе 3. В топографической моде плотный массив атомных ступеней не может быть визуализирован, как можно видеть из сравнения Рисунков 1б и 1в.

Комплект высокоточных мер вертикальных размеров «СТЕПП-ИФП-1» после проведения государственных испытаний был внесен в государственный реестр средств измерений, как тип средства измерений №48115-11 (Приказ Росстандарта № 6290 от 31.10.2011 г.). Образцы, содержащие выверенное количество моноатомных ступеней и «атомно-гладких» участков поверхности были включены в состав Государственного вторичного эталона 2.1.ZZA.0034.2015 ФГУП «ВНИИОФИ» в качестве меры высоты ангстремного диапазона (МВА) и меры плоскостности ангстремного диапазона (МПА) и серийно выпускаются в ИФП СО РАН [А3,А5,А6]. Технические показатели качества серийно выпускаемых в ИФП СО РАН функциональных образцов соответствуют требованиям к Государственным вторичным эталонам и соответствующим Государственным поверочным схемам. Подтверждено, что их технические характеристики являются уникальными и превышают параметры отечественных и известных иностранных аналогов. Получены патенты [А13, А17].

Во второй главе, которая, по сути, является концептуальным развитием первой главы, рассматриваются проблемы, как дополнительного увеличения точности АСМ измерений во всем нанометровом диапазоне длин (0,1÷100 нм) за счет создания условий как для кардинального увеличения количества независимых измерений, так и кардинального увеличения точности оптических измерений в интерферометрах.

Решение этих проблем базировалось, в первую очередь, на создании экстраширокой сингулярной террасы $Si(111)$, необходимой для точных оптических измерений («атомно-гладкого» зеркала в качестве опорного), а затем на ее основе и системы двухуровневых широких сингулярных террас, разделенных асимметричной макроступенью-мерой с максимально возможным для счета в АСМ количеством атомных ступеней (до 300) с одной стороны, и вертикальной частью с другой стороны, пригодной для измерений в оптическом интерферометре. «Атомно-гладкое» зеркало/первая сингулярная терраса с размером 230x210 мкм создавалась на дне лунки, глубиной не менее 2 мкм и предварительно созданной травлением широким ионным пучком (Ar^+ , PIPS, Gatan 691) на поверхности $Si(111)$, с последующей сублимацией при прогреве *переменным током* (в отсутствие самоорганизации атомных ступеней на стенке лунки) [16]. В результате в лунке возникала симметричная амфитеатральная структура с размером по внешнему краю ~1,2 мм, состоящая из кольцевых сингулярных террас и плоского дна, являющегося экстраширокой сингулярной террасой (111) [А11,А12].

Для разработки второго уровня с широкой сингулярной террасой использована концепция «лунка в лунке» [16, 17], когда вторая лунка/углубление создавалась на первичной экстраширокой террасе, сначала в виде мезаструктуры ~5x5 мкм и глубиной до 100 нм с помощью ионного пучка (FIB, Zeiss Cross Beam 1540XB). Затем, для придания мезаструктуре круглой формы и увеличения размеров до ~30 мкм, проводился быстрый сублимационный отжиг (~2 мин) при 1200°C прогревом *переменным током* и *in situ* контроле в СВВ ОЭМ процесса генерации атомных ступеней вокруг углубления на первичной сингулярной террасе. Контроль позволял остановить движение последней атомной ступени, генерированной краем углубления, при достижении связанной с нею сингулярной террасы размера 40-50 мкм, необходимого для оптических измерений высоты

стенки углубления. Созданное почти цилиндрическое углубление, как и первая лунка, представляло собой симметричную амфитеатрную структуру с узкими террасами шириной, по нашей оценке, ~19 нм и диаметром сингулярной террасы на дне около 30 мкм. Такая двойная амфитеатрная структура для простоты была названа «лунка в лунке». При глубине углубления в ~100 нм (~320 атомных ступеней (111)), фактически, решалась задача по перекрытию верхней границы нанометрового диапазона линейных размеров [A2].

Однако террасы при столь малой ширине (до 20 нм) невозможно однозначно визуализировать/подсчитать в АСМ даже с помощью разработанного автором кинетического фазового контраста. Поэтому плотный массив ступеней на стенке углубления необходимо было превратить в счетный. Для этого, с сохранением предыдущих параметров отжига и *in situ* контроля в СВВ ОЭМ, симметричное цилиндрическое углубление отжигалось при *постоянном токе в квазиравновесных условиях*, когда сублимация Si уравнивалась его осаждением из внешнего источника. Квазиравновесие и малое время (2 мин) позволяли сохранить распределение атомных ступеней вокруг углубления на первичной террасе, необходимое для размещения оптического пучка, а постоянный ток обеспечивал трансформацию симметричной (круглой в сечении) стенки углубления в асимметричную 3D макроступень-меру за счет инициации электромиграции адатомов [18–20] (эффект Латышева). Поскольку массив атомных ступеней на замкнутой поверхности углубления относительно направления тока неизбежно оказывался нисходящим (step down) с одной стороны и восходящим (step up) с противоположной, то самоорганизация атомных ступеней на стенке углубления приобретала разнонаправленный характер. В результате с одной стороны возникала пологая макроступень, где возможен счет ступеней в АСМ, а с другой – почти вертикальная стенка, пригодная для оптических измерений.

Фазовое высокоразрешающее АСМ изображение макроступени-меры, созданной на сингулярной террасе размером 230x210 мкм², представлено на Рисунке 2. Видно, что ширина проекций ее противоположных сторон, светлой (~1000 нм) и темной (7700 нм), различаются примерно в 8 раз, то есть, первая является «вертикальной», а вторая – «пологой» частью стенки. Видно также, что все атомные ступени, включая пологую часть стенки углубления и поверхность сингулярной террасы вокруг него, являются счетными: их 238. Это позволяет точно определить количество атомных ступеней в вертикальной стенке (227) и при измерении ее высоты в интерферометрическом микроскопе, фактически, измерить межплоскостное расстояние (111) (высоту моноатомной ступени) с недостижимой ранее точностью $313,8 \pm 0,4$ пм, которое хорошо согласуется с метрологическим значением 313,56 пм. Зная ширину проекций стенки в ее разных частях и число входящих в них атомных ступеней, можно оценить усредненную ширину террас в «вертикальной» и пологой частях стенки, которые равны – $1000/227 \sim 4$ нм и $7700/235 \sim 33$ нм, соответственно. Возможность определения высоты стенки в атомных ступенях в любой ее части позволяет также оценить ширину террас в стенке углубления до ее трансформации. На стенке углубления, справа и слева, видны две линии, где соединяются пологая и вертикальная части стенки. Направление, соединяющее эти линии, перпендикулярно направлению тока и соответствует отсутствию диффузионного обмена между ступенями, что предполагает близость размера террас вдоль этих линий к исходному состоянию до прогрева постоянным током. Исходя из длины этих линий (4000÷4800 нм) и количества ступеней (228 слева и 231 справа), ширина террас составляет 17 и 21 нм, соответственно, в среднем – 19 нм. Это позволяет оценить изменения ширины террас – $33-19=14$ нм в пологой

части и $19-4=15$ нм в вертикальной части стенки, которые оказываются почти равными. Это подтверждает реализацию квазиравновесия в системе [21], при котором происходит трансформация стенки углубления. Оценка количества адатомов, перенесенных электромиграцией, исходя из изменения ширины террас дает $\sim 10^{10}$ адатомов. Массоперенос хотя и мал, но он способен обеспечить трансформацию исходно симметричной стенки углубления в асимметричную 3D макроступень-меру.

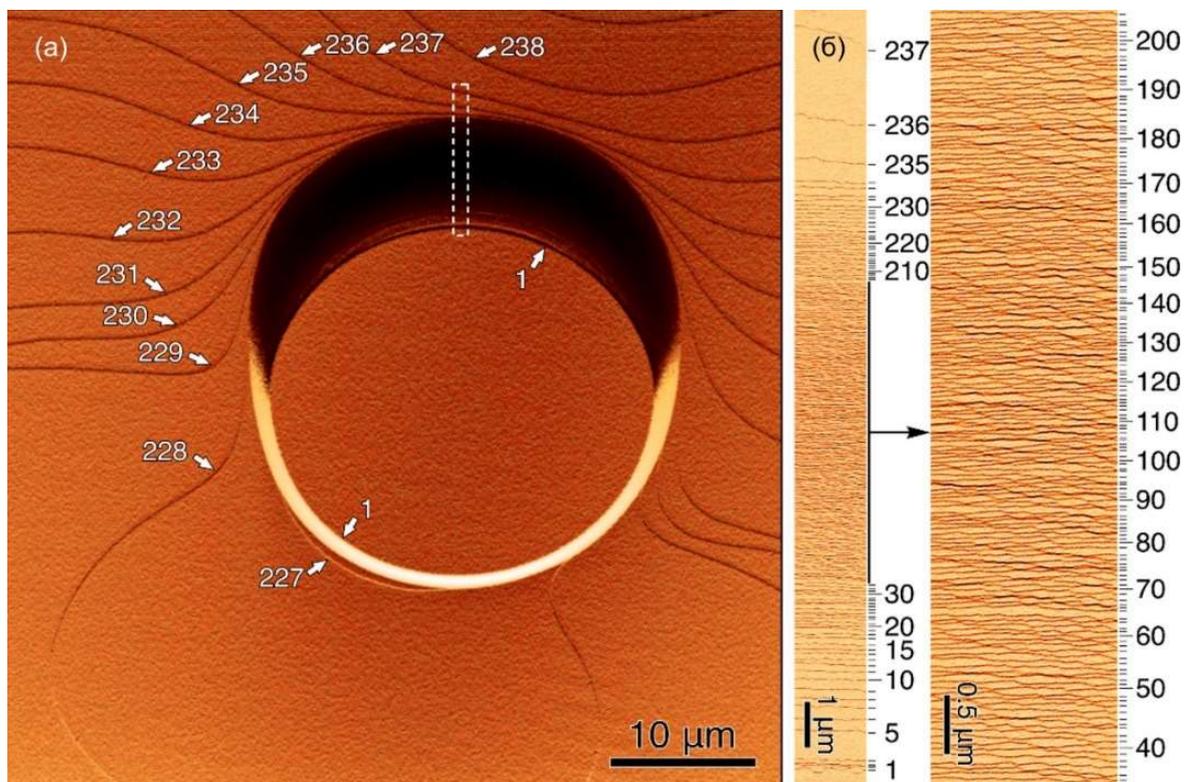


Рисунок 2. (а) – Фазовое АСМ изображение асимметричной 3D макроступени-меры, созданной на экстраширокой сингулярной террасе, темная (пологая) сторона которой является счетной в АСМ, а яркая (вертикальная), – пригодна для точных оптических измерений; (б) – Высокоразрешающее АСМ-изображение темного участка (пунктирный прямоугольник на (а)), где число атомных ступеней достигает 234.

Исключительно высокая точность оптических измерений высоты вертикальной части макроступени-меры достигнута благодаря использованию экстраширокой сингулярной террасы (от 100 мкм) в качестве опорного зеркала в интерферометрическом микроскопе, что приводит к уменьшению систематической ошибки измерения истинной координаты высоты с 5 нм до 0,12 нм. Это позволяет оптически визуализировать моноатомные ступени высотой 136 пм на поверхности *Si* (001). Полученные результаты прокладывают путь для оптической интерферометрии в качестве метрологического метода измерения высоты в нанометровом диапазоне длин [A2,A5].

Таким образом, двухуровневые экстраширокие террасы, разделенные асимметричными пологой 3D макроступенью-мерой со счетным в АСМ числом атомных ступеней (до 300) и вертикальной «крутой» макроступенью для оптических измерений позволяют расширить диапазон калибровки и измерений в АСМ во всем нанометровом диапазоне длин от 0,1 до 100 нм с пикометровой точностью, а оптические измерения в пересчете на высоту атомной ступени проводить с субпикометровой точностью 0,4 пм.

Третья глава посвящена исследованию дополнительных возможностей атомно-силовой микроскопии для прецизионной диагностики поверхности в аспекте создания низкоразмерных систем. Рассмотрены основные физические принципы, лежащие в основе регистрации атомных сил острым твердотельным зондом АСМ и проанализированы различные вибрационно-модуляционные режимы взаимодействия иглы с исследуемой поверхностью в зависимости от моды сканирования: контактная, полуконтактная и бесконтактная. В полуконтактном режиме работы АСМ сила прижима иглы варьируется в широком интервале 10^{-9} - 10^{-7} Н и возникающий при этом сдвиг фазы колебаний зонда обеспечивает появление фазового контраста. Однако механизм его формирования и, соответственно, диагностические возможности оставались не исследованы.

Для исследования природы фазового контраста с использованием полуконтактной моды, детально проанализировано его формирование в АСМ на реконструированных металлами (Cu и Au) широких сингулярных и ступенчатых поверхностях $Si(111)$ при изменении скорости движения зонда и степени прижима зонда к поверхности. Определены критерии выбора оптимальных условий сканирования для реализации максимального усиления фазового контраста поверхности, обеспечивающего кардинальное повышение разрешающей способности данного режима работы АСМ, которое реализуется при достаточно «жестком» прижиме зонда к поверхности с силой 10^{-7} Н. Регистрируемый в таких условиях сдвиг фазы его колебаний, связанный с разницей между свободной невозмущенной и реальной амплитудами колебаний кантилевера вблизи поверхности, соответствует неупругому демпфированию (нанотрению) колебания зонда в виде диссипации его колебательной энергии в каждом цикле удара. Как показано в работе, диссипация напрямую зависит от структуры и геометрии нанорельефа поверхности в точке контакта, а именно от угла «атаки» иглы о поверхность, и скорости сканирования, так что в результате возникает разница сдвигов фаз колебаний зонда на границах структур, обеспечивающая появление *кинетического* фазового контраста. Инициированная движением иглы вдоль поверхности добавка к сдвигу фазы позволяет напрямую измерять силу трения острие иглы-точка поверхности.

Подбор оптимальных значений амплитуды свободных колебаний кантилевера, расстояния до поверхности и скорости движения зонда АСМ позволяет визуализировать детали формирования несоответствующей Cu -квази- $(5 \times 5)'/Si(111)$ сверхструктуры, недостижимые в режиме топографии (Рисунок 3) [A6,A22]. Из сравнения её топографического и фазового АСМ изображений можно видеть, что в первом случае она не детектируется совсем (Рисунок 3а), а во втором (Рисунок 3б) появляется сильная градация контраста террас, связанная с различием сдвига фаз на границах сверхструктуры (Рисунок 3г), отсутствовавшая в фазовом контрасте до нанесения меди. Визуализируются также отсутствующие до нанесения меди изломанные края ступеней. Изломанность задается сверхструктурной перестройкой (Рисунок 3а), которая сопровождается образованием многослойных (4МС и 6МС) ступеней (Рисунок 3в). Как известно, сверхструктура $Cu-(5 \times 5)'/Si(111)$ в виде несоответствующей фазы Cu_2Si с 10% несоответствием состоит из 2нм-доменов (А, А'), развернутых относительно доменов В на $\pm 3^\circ$ [22]. Её образование сопровождается генерацией большого количества (полмонослоя) адатомов Si [23]. Изломанность и немонаотомность ступеней на Рисунке 3 подтверждают генерацию большой концентрации адатомов Si , вызывающую кардинальное изменение морфологии поверхности в процессе формирования сверхструктуры меди. Сильная вариация контраста

террас, соответствующая различиям в сдвиге фазы колебаний зонда АСМ (Рисунок 3г), демонстрирует высокую структурно-геометрическую чувствительность *кинетического* контраста, связанную с различной ориентацией трех-доменной сверхструктуры $Cu\text{'}(5\times 5)\text{'}/Si(111)$ относительно направления сканирования. Это демонстрирует большие возможности данного метода для изучения такой сложной сверхструктуры как $Cu\text{'}(5\times 5)\text{'}/Si(111)$, визуализация которой прямыми структурными методами, например, в СТМ затруднена из-за ее нестабильности непосредственно в процессе анализа [24]. В отличие от СТМ, в основе метода *кинетического* фазового контраста лежит нанотрение, которое описывается фундаментальной зависимостью разницы сдвига фаз от скорости сканирования (вставка на Рисунке 3б), максимальное значение которой достигается при 20 мкм/сек независимо от вида сверхструктур ($Cu\text{'}(5\times 5)\text{'}$ и $Au(5\times 2)$). Для $Au(5\times 2)/Si(111)$, которая характеризуется цепочками атомов Au, выстроенными в направлении $\langle 110 \rangle$ [25], получено подтверждение о существовании дополнительной зависимости *кинетического* контраста от угла между их направлением и направлением сканирования поверхности зондом АСМ. Максимальная добавка в диссипации колебательной энергии и, соответственно, максимальный *кинетический* фазовый контраст $Au(5\times 2)/Si(111)$ сверхструктуры, наблюдается при угле сканирования в 30° относительно цепочек Au и сохранении оптимальной скорости сканирования 20 мкм/сек, практически исчезая при угле в 60° .

Таким образом, представлен и обоснован новый диссипативно *кинетический* механизм формирования фазового контраста в колебательной моде сканирования поверхности зондом АСМ, который с одной стороны напрямую позволяет повысить латеральное разрешение атомно-силового микроскопа, а с другой, - реализовать возможность получения структурно-химической информации о поверхности в нормальных условиях [A18, A19]. Применение разработанного метода для подсчета атомных ступеней в плотных массивах, рассмотренное в главах 1 и 2, являлось ключевым, поскольку позволяло визуализировать ступени на расстоянии до 20 нм. Способ анализа трения с использованием атомно-силовой микроскопии защищен патентом [A16].

Предложенная оптимизация колебательной (полуконтактной) методики атомно-силовой микроскопии позволила за счет подбора степени силы взаимодействия зонда АСМ с поверхностью восстанавливать рельеф поверхности от очень мягких (органических) наноразмерных объектов, таких, например, как специально связанные ДНК-конгломераты на поверхности слюды, и до самых твердых объектов, таких, например, как природный алмаз. При этом показано, что разрешающая способность такой диагностики достаточна для визуализации тонких особенностей морфологии объектов, характеризующих их свойства и определяющих механизмы их образования и направления возможного применения.

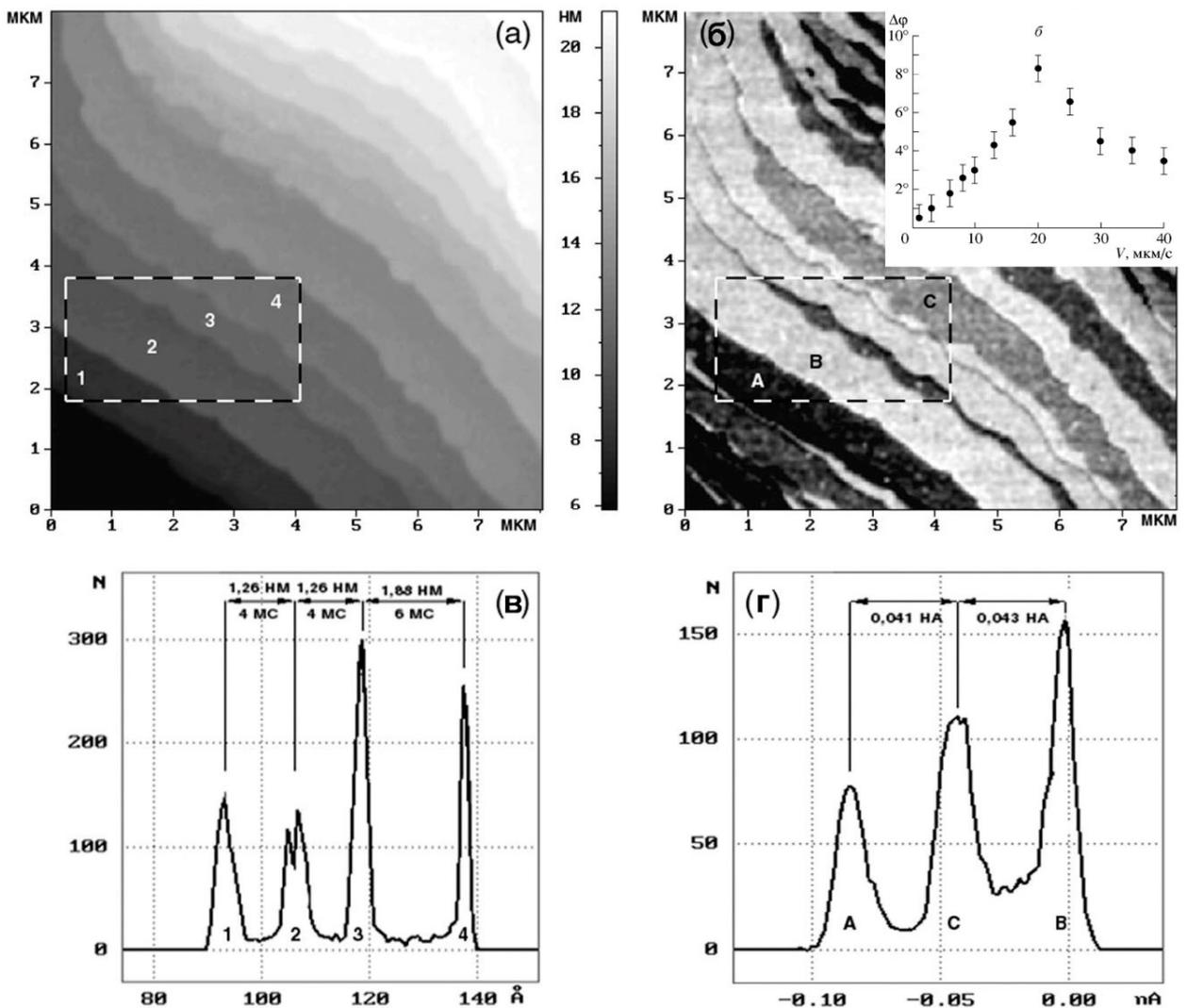


Рисунок 3. – Топографическое (а) и фазовое (б) АСМ изображения одного и того же 8×8 мкм² участка поверхности *Si* (111) с доменами сверхструктуры *Cu*(5x5). Фазовое изображение получено в режиме достаточно жесткого ($\sim 10^{-7}$ Н) прижима зонда к поверхности. Спектр высот (в) и сдвиг фазы (г) по участку поверхности, ограниченному прямоугольником. Цифрами на (а) помечены террасы, а буквами на (б) отмечены области с разным сдвигом фазы. Вставка на б) - разность сдвигов фаз осциллирующего кантилевера в зависимости от скорости сканирования.

В четвертой главе рассмотрены особенности модификации поверхности полупроводников зондом АСМ, связанные с локальным анодным окислением при приложении к зонду отрицательного потенциала. Детально проанализированы основные аспекты такой модификации и дан анализ физического механизма активации окисления при движении ионов в оксиде в присутствии сильного поля. С использованием широких сингулярных террас *Si* (111) исследовано влияние шероховатости поверхности и толщины исходного оксида на процесс ЛАО. Исследована шероховатость поверхностей различных материалов, покрытых естественным оксидом, в зависимости от ширины сингулярных террас.

Сравнительный АСМ анализ шероховатости естественных оксидов на различных поверхностях в стандартных условиях (зонд 10нм, без использования алгоритма выравнивания горизонтальности террас) показал, что минимальная субмонослойная по высоте шероховатость естественного оксида $\sim 0,6 \text{ \AA}$ достигается только на широкой ($>5\text{мкм}$) сингулярной террасе $\text{Si} (111)$ [А6, А27]. Для вицинальной «epi-ready» поверхности $\text{GaAs} (001)$ с шириной террас 200нм она возрастает в два раза, оставаясь в пределах субмонослойной (0,129нм), а для произвольно выбранной вицинальной поверхности Si в КНИ структуре увеличивается в 6 раз до 0,384нм. Очевидно, что с уменьшением ширины террас ($<100\text{нм}$) основной вклад в шероховатость естественного оксида будут давать атомные ступени. Поэтому для точного измерения высот линий ЛАО, созданных иглой АСМ, следует использовать поверхности с шероховатостью много меньшей, чем 1 \AA .

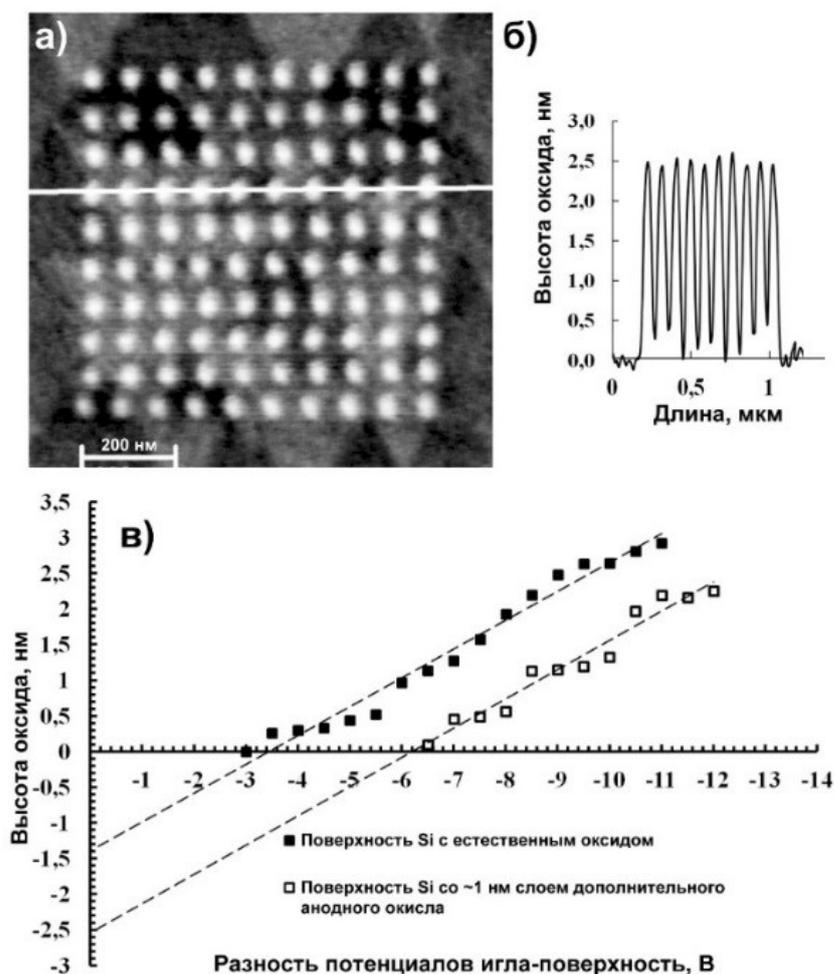


Рисунок 4. (а) – АСМ изображение массива точек ЛАО, созданного при -9В и б) – профиль рельефа поверхности вдоль линии на (а). в) – Зависимость высоты точек ЛАО от приложенного потенциала между образцом и поверхностью $\text{Si} (111)$ с естественным оксидом и дополнительным анодным оксидом толщиной $\sim 2\text{нм}$, нанесенным на поверхность до окисления зондом АСМ.

На Рисунке 4 представлен пример использования широкой сингулярной террасы с шероховатостью $\sim 0,07 \text{ нм}$ для создания точек ЛАО, высота которых может быть измерена с относительной точностью до 1%, на порядок превышающей точность определения высот ЛАО при использовании вицинальных поверхностей $\text{Si} (111)$. Это позволило впервые выявить ступенчатый характер изменения высоты локального окисления h_{ox} на начальных

стадиях в зависимости от приложенного к зонду АСМ потенциала (V) с величиной ступени $0,7 \pm 0,1$ нм, соответствующей окислению одного бислоя кремния (Рисунок 4в) [A28]. Такой характер зависимостей $h_{ox}(V)$ отражает фундаментальный слоевой механизм роста оксида на поверхности Si независимо от способа его выращивания, включая термическое окисление или рост естественного оксида [26]. Полученные результаты указывают на то, что для инициации анодного окисления, ограничиваемого дрейфом кислородсодержащих анионов в каждый последующий бислой кремния или туннелированием заряда через оксид, необходимо преодолевать энергетический барьер, равный примерно ~ 3 В (Рис. 4в). Тот факт, что эта величина коррелирует с известной разницей положения краев зон на границе раздела оксид кремния – кремний $\sim 3,2$ эВ (band offset), свидетельствует в пользу определяющей роли туннелирования носителей заряда. Поскольку оксид, формирующийся при анодном окислении зондом АСМ, является нестехиометричным SiO_x с x варьирующимся в интервале 1,4-1,6 [27], то очевидно, что он содержит большую концентрацию кислородных вакансий, которые, как следует из *ab initio* расчетов, являются центрами захвата дырок, фактически приводящих к образованию трех-координированных (положительно заряженных) атомов кислорода [28]. В результате накопления положительного пространственного заряда процесс ЛАО прекращается. Для его активации необходимо увеличение потенциала на -3 В, что обеспечивает туннелирование электронов через потенциальный барьер на границе раздела и, соответственно, компенсацию положительного заряда, связанного с накоплением кислородных вакансий.

Таким образом, найденная впервые, благодаря использованию широких сингулярных террас, ступенчатая зависимость роста оксида от приложенного напряжения подтверждает квантово-химический механизм Мотта [29] для ЛАО Si под зондом АСМ и фундаментальный механизм слоевого роста оксида независимо от способа его создания. Важно подчеркнуть, что исходная субмонослойная шероховатость широкой сингулярной террасы обеспечивает слоевой рост оксида под зондом АСМ и соответственно возможность контроля его толщины (вертикального разрешения) с послойной точностью.

В пятой главе представлено детальное исследование влияние поля, влажности и формы мениска в зоне реакции окисления под зондом АСМ на процесс ЛАО.

Процесс ЛАО поверхности $Si(111)$ исследован в зависимости от напряжения U (-8 и -10 В), приложенного к зонду АСМ, и относительной влажности окружающей среды θ ($35 \div 75$) % с учетом формирования мениска воды под зондом АСМ за счет действия капиллярных сил и/или электрического поля (Рисунок 5) [A1, A6]. При малой влажности ($\theta < 40\%$), ни капиллярных сил, ни электрического поля при $U = -8$ В для реализации ЛАО не достаточно, необходимо увеличение U до -10 В, которое обеспечивает полевое образование мостика воды. При большой влажности ($\theta \geq 40\%$) и малом напряжении, -8 В, ограниченный рост оксида лимитируется электрохимической реакцией под зондом АСМ за счет небольшого превышения поля над E_{cr} , тогда как при увеличении напряжения до -10 В доминирующий рост оксида в ширину связан с увеличением ширины мениска за счет капиллярного взаимодействия паров воды с иглой АСМ и его слоевым ростом.

Полученные результаты позволили сделать вывод о том, что латеральные размеры зоны локального анодного окисления поверхности под иглой АСМ в условиях приложения взаимной разности потенциалов (латеральное разрешение ЛАО) определяются меньшим из двух параметров: эффективным размером (площади) мостика/мениска воды под зондом и размером зоны активации, где электрическое поле вокруг зонда еще превышает

критическое, необходимое для активации реакции. Предельное латеральное разрешение АСМ литографии (минимальные латеральные размеры области ЛАО) может быть получено в условиях минимизации влажности (для уменьшения размера мениска) и контроля напряжения, необходимого для формирования поля вокруг иглы, превышающего критическое только в зоне присутствия воды.

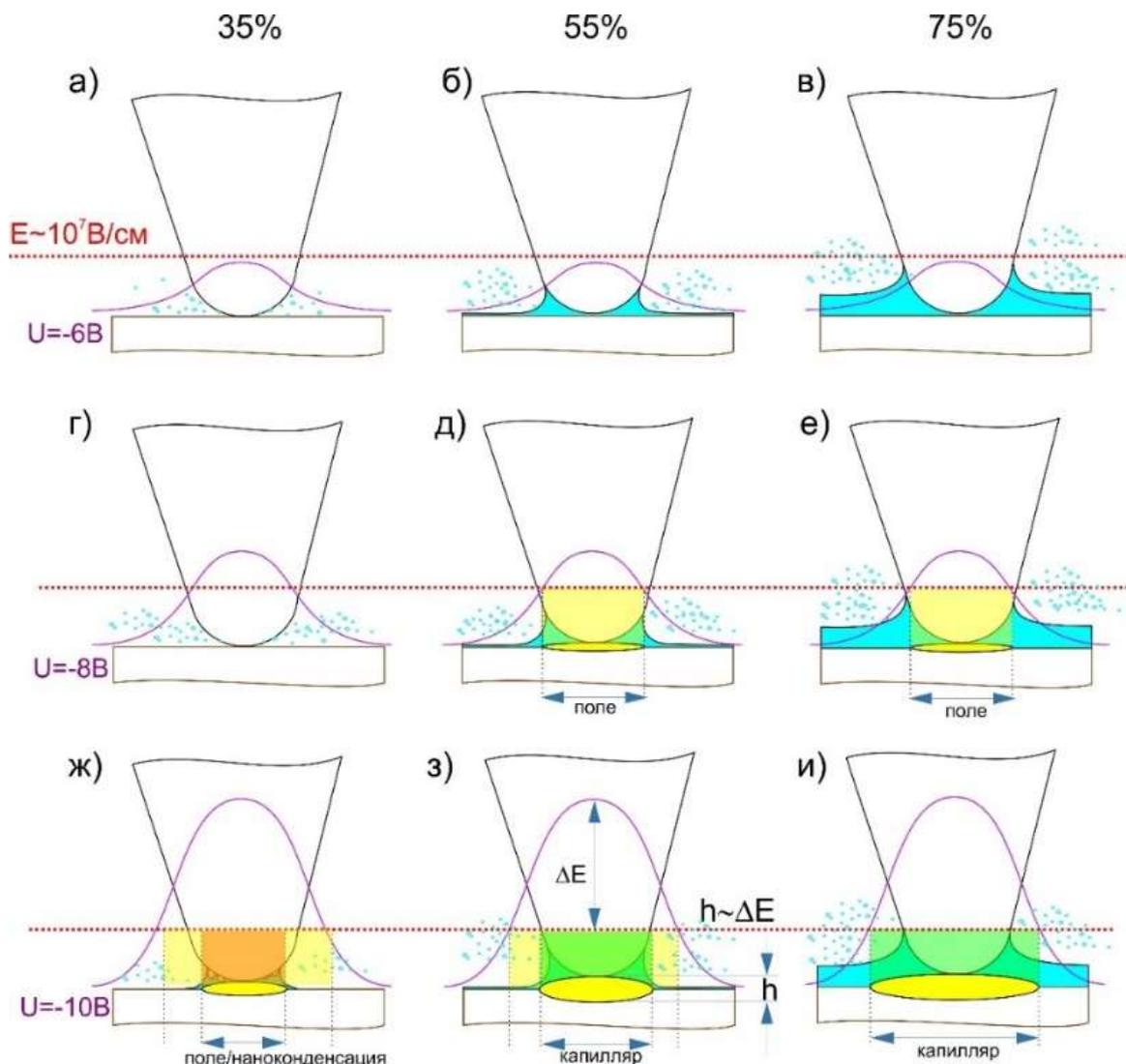


Рисунок 5. – Схема ЛАО в зависимости от U и θ . Красной точечной линией отмечен уровень $E_{cr} \sim 10^7$ В/см, а сиреневыми линиями показаны распределения электрического поля для различных потенциалов, взятые из работы [30]. Желтым цветом обозначена зона окисления, ограниченная полем, зеленым- зона окисления, ограниченная формированием мениска, а бежевым – тонкий столбик воды, возникающий при достижении E_{cr} из плоской молекулярной капли [31].

В шестой главе с учетом предыдущего анализа основных физических факторов, определяющих процесс ЛАО под зондом АСМ, рассмотрены возможности окисления различных материалов и способы увеличения глубины окисления для расширения пределов применимости данного метода, с основным акцентом на *GaAs*, с целью создания реальных квантовых наноустройств. Представлен способ создания высокопроводящих элементов на поверхности с помощью полевого испарения *In* с зонда АСМ и показана возможность электрической обратимой модификации поверхности зондом АСМ.

Сравнительный анализ кинетики ЛАО слоев *Ti* с толщиной 4 и 8 нм, нанесенных на *Si* (111), и поверхностей «epi-ready» *GaAs* и КНИ (кремний-на-изоляторе) под зондом АСМ в стандартных «мягких» условиях (-10В, сила прижима зонда к поверхности 10^{-9} Н) показал, что пороговые значения высоты оксидов зависят от материала, то есть, – структуры возникающих оксидов, а для *Ti* и от его толщины, так что при одинаковой пороговой высоте, время начала окисления для *Ti* пленки толщиной в 4 нм (4нм-*Ti*) уменьшается в 10 раз по сравнению с *Ti* пленкой толщиной в 8 нм (8нм-*Ti*) (Рисунок 6) [А6,А24]. Однако, как видно из Рисунка 6 логарифмические зависимости высоты оксидных линий для всех материалов от времени в широком интервале 0,1-10000мс характеризуются относительно одинаковым наклоном. Излом на зависимости для 4нм-*Ti* связан с полным прокислением тонкого титана и началом окисления кремния под слоем TiO_x , кинетическая зависимость которого совпадает с таковой для образца *Si* (КНИ) [А6, А26]. Скорость окисления 4нм-*Ti*, в два раза выше – 8нм-*Ti*, и примерно в 4 раза выше окисления *GaAs* и *Si* с чуть большим (30%) значением для *GaAs*.

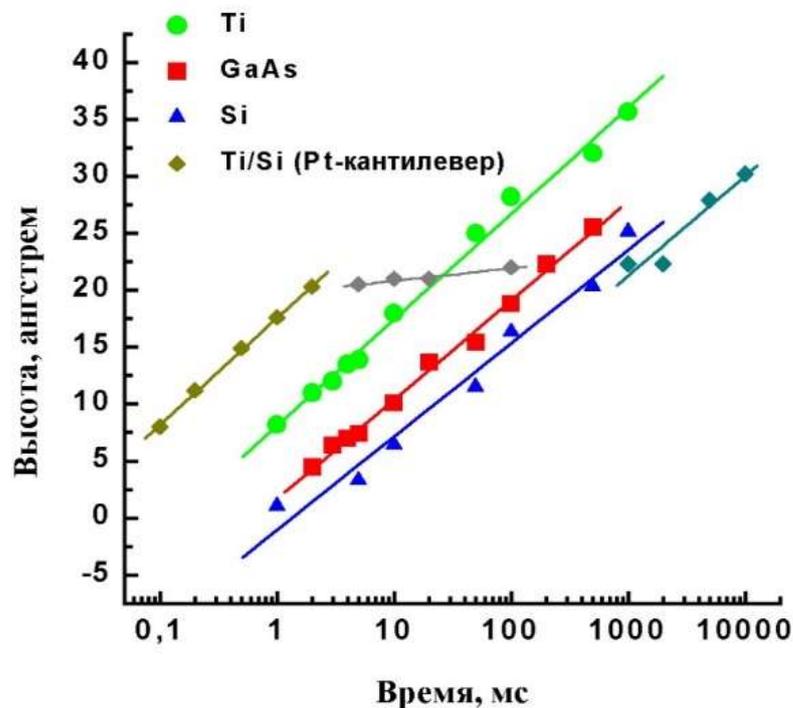


Рисунок 6. – Зависимость высоты линий ЛАО от времени приложения окисляющего напряжения на зонд АСМ для 4нм-*Ti* (, ромбы, Pt-кантилевер), 8нм – *Ti* (зеленая линия), «epi-ready» *GaAs* и *Si* (КНИ) при напряжении -10 В.

Результаты всех измерений в пределах погрешности соответствуют логарифмической модели окисления Мотта [32–34]: $h \propto h_c \ln(t/t_c)$, где h – высота оксидной линии, $h_c = \hbar(8m\chi_0)^{-1/2}$ – пороговая высота оксида, связанная с длиной и энергией туннелирования электрона (барьером), t – время окисления, и t_c – пороговое время для окисления. В соответствии с моделью Мотта это означает, что время туннелирования электрона при окислении тонкого 4нм-*Ti* становится в 10 раз меньше относительно 8нм-*Ti*. Это предполагает нетривиальный механизм окисления титана, зависящий от толщины, и, предположительно, связанный с образованием различных оксидных фаз Магнели [35]. Тот

факт, что кинетика окисления для всех материалов характеризуется примерно одинаковым наклоном логарифмических зависимостей высоты оксида от времени, подтверждает главенствующую роль сильного электрического поля (10^7 В/см) под зондом АСМ в окислении любого материала. В то же время близость параметров роста оксидов от времени для полупроводников *Si* и *GaAs* указывает на их возможно одинаковый слойный механизм окисления, который был установлен для *Si* в Главе 4. Минимальное (пороговое) время приложения на зонд потенциала в -10В, при котором может быть зарегистрировано ЛАО, для 8нм-*Ti*, *GaAs* и *Si* составило $1,4 \times 10^{-4}$, $6,5 \times 10^{-4}$ и $14,5 \times 10^{-4}$ с, соответственно, а пороговые высоты оксидов, за исключением 4нм-*Ti*, в пределах 30% отличия равны $\sim 0,4$ нм для *GaAs* и *Si* и немного меньше для 8нм-*Ti*. Исходя из вышеуказанной формулы Мотта для h_c и экспериментальных значений пороговых высот ЛАО на Рисунке 6 может быть получена высота металл-оксидного барьера для туннелирования электрона, которая для *GaAs* и *Si* составляет ~ 60 мэВ, а для 8нм-*Ti* ~ 120 мэВ. Эти результаты оказались несколько меньше параметров, полученных в других работах, от 100 до 300 мэВ [9, 10, 36]. Поскольку точность определения пороговой высоты напрямую зависит от точности измерения высот линий, а, следовательно, от начальной шероховатости поверхности, сделан вывод о необходимости более точного измерения параметров окисления с учетом шероховатости. Подтверждена прецизионность создания точек и линий ЛАО с атомно-последойной точностью для поверхности «epi-ready» *GaAs* с шириной террас не менее 200нм, шероховатость которой составляет менее 1Å.

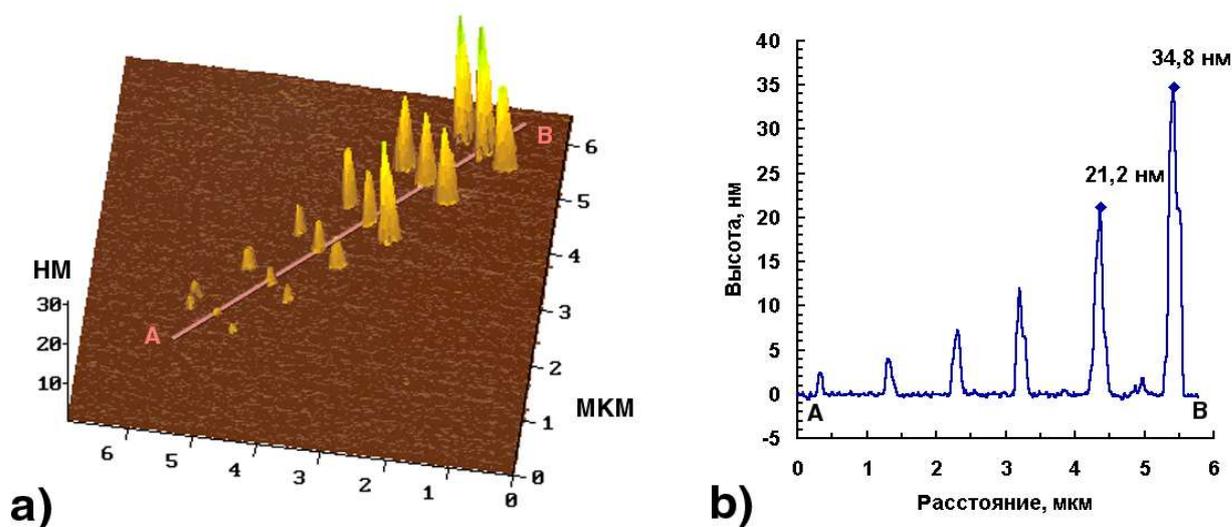


Рисунок 7. – Топографическое АСМ-изображение поверхности «epi-ready» *GaAs* с точками локального анодного окисления иглой АСМ при изменении инициирующего анодное окисление потенциала от -7 до -40 вольт от позиции А к позиции В (а) и профиль рельефа вдоль линии АВ (b). Время создания точек ЛАО 500мс.

Разработана оптимальная технология ЛАО-А+ зондом АСМ для глубокого окисления [А6,А20,А21], которая основана на использовании режима мягкого воздействия зонда на поверхность, не превышающего нескольких наноньютонов ($\sim 10^{-9}$ Н), и повышения потенциала до -40В. На Рисунке 7 показан пример изменения высоты точек ЛАО на поверхности «epi-ready» *GaAs* с ростом отрицательного относительно поверхности потенциала на зонде от -7В до -40В при давлении зондом на поверхность с силой $\sim 10^{-9}$ Н.

Можно видеть, что высота точек ЛАО при максимальном потенциале и фиксированном времени (500 мс) создания точек ЛАО достигает ~35 нм, причем, для этих точек наблюдается достаточно малое (полуширина на полувысоте/к высоте) аспектное отношение, равное ~5. Видно также, что с ростом потенциала ширина точек ЛАО (спектральных линий), как и положено для главенствующей роли поля, растет в отличие от отсутствия роста в ширину со временем (спектры приведены в диссертации). Последнее при использовании повышенного потенциала позволяет создавать точки или линии ЛАО с малым значением аспектного соотношения.

Узость профилей высот соответствует достаточно малой шероховатости террас, не превышающей 1 Å, «epi-ready»-поверхности *GaAs*. По сравнению с окислением *Si* в аналогичных условиях, высота линий ЛАО на поверхности *GaAs* увеличивается примерно на 30%, а их аспектное отношение улучшается в 2 раза (с 8 до 4-5). Это отражает лучшую модифицирующую способность зонда АСМ поверхности *GaAs*, связанную с формированием сложного бинарного оксида *Ga(As)O*. Согласно литературным данным [37], оксиды, созданные зондом АСМ, состоят из смеси *Ga₂O* (75%), *Ga₂O₃* (25%), и летучих оксидов *As* (10%). Поскольку оксиды *a-GaOx* являются широкозонным полупроводником, - материалом для создания силовой электроники нового поколения [38], становится понятно почему *GaAs* лучше окисляется под зондом АСМ. Это делает оптимизированный метод ЛАО-А+ (повышенный потенциал и прижим зонда с силой 10^{-9} Н) в АСМ перспективным для создания наноструктур с точки зрения увеличения высоты/глубины окисления при сохранении минимальных латеральных размеров.

Для экстремально больших глубин (более 20 нм) модификации поверхности показано, что основными факторами, лимитирующими ЛАО являются, а) отсутствие или недостаток электролита (источника кислородсодержащих ионов), б) низкий анодный потенциал, в) наличие энергетического барьера для инициации окисления, д) упругие напряжения на границе раздела полупроводник-оксид. При относительной влажности воздуха менее 20 % процесс ЛАО подавляется независимо от напряжения, а при величине разности потенциалов более 40 В зонд АСМ с востребованными для литографии характерными размерами острия порядка 10 нм разрушается.

С использованием оптимизированного метода ЛАО-А+ (потенциал -40В, прижим зонда -10^{-9} Н, влажность 65%) показана возможность создания баллистических кольцевых интерферометров на основе гетероструктур *GaAs/AlGaAs* с двумерным электронным газом рекордно малых размеров (Рисунок 8), демонстрирующих квантовые осцилляции Ааронова-Бома [A23, A25, 39]. Специально созданные зондом АСМ интерферометры с почти симметричным проводящим кольцом относительно центральной оксидной точки и ее смещением на 30 нм (введение технологического беспорядка) позволили с помощью численных многомасштабных квантово-механических расчетов (В.А. Ткаченко и др. [40]) продемонстрировать важную роль технологического беспорядка, вносимого изготовлением (окислением зондом АСМ), приводящим к гашению квантовых осцилляций. Способ создания окисных пленок таким оптимизированным методом защищен патентом [A20].

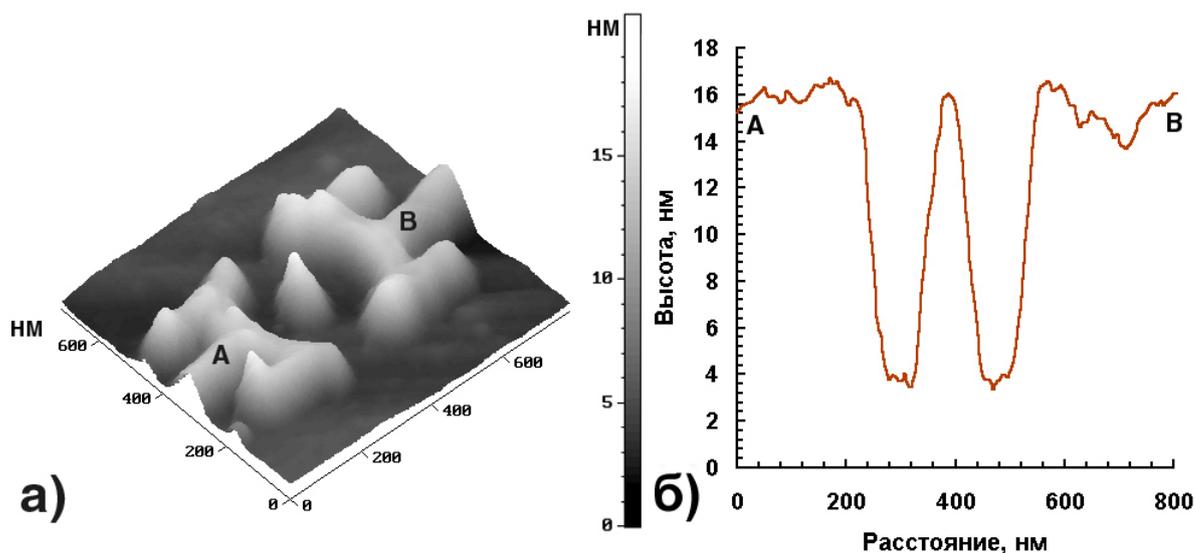


Рисунок 8. – Топографическое АСМ-изображение (а) поверхности *GaAs* кольцевого интерферометра, созданного на основе глубокого ЛАО зондом АСМ при повышенном анодном потенциале и профиль рельефа (б) вдоль линии, соединяющей точки А и В (а). Радиус внутреннего канала составляет величину около 90 нм.

Предложен и реализован новый метод создания тонких, до 50 нм, высокопроводящих нанопроволок на поверхности *Si* с помощью полевого (холодного) испарения металла (*In*) с подведенного к такой поверхности зонда АСМ при приложении к нему положительного относительно поверхности потенциала [А8, А9, А10]. Показано, что его испарение реализуется при превышении порогового значения $+4\div 5\text{В}$, при этом высота нанопроволоки на поверхности линейно возрастает с ростом потенциала до 10В и силы взаимодействия зонда с поверхностью ($10^{-9}\div 10^{-8}\text{Н}$). Сопротивление *In*, полученного полевым испарением с зонда АСМ, составляет $5,7 \times 10^{-3} \div 4 \times 10^{-2} \text{ Ом} \cdot \text{см}$, что в 10^6 раз меньше, чем при его переносе с зонда в DPN технологии [41], когда перенос достигается пропусканием нагревающего и расплавляющего тока между зондом и поверхностью. Относительно высокая проводимость полученных нанопроволок подтверждает отсутствие плавления *In* и его окисления при полевым испарением с зонда АСМ. Спектры комбинационного рассеяния показывают аморфную структуру металлического *In*. При отрицательном потенциале на зонде, процесс испарения индия с зонда АСМ не наблюдается.

Для управления областями пространственного заряда, размер которых является одним из лимитирующих разрешение АСМ-модификации поверхности фактором, обоснован и разработан метод изменения зондом АСМ распределения заряда в приповерхностном слое полупроводника. Показано [А7], что при сближении иглы АСМ с поверхностью в условиях приложения взаимной разности потенциалов в участке поверхности под иглой происходит обратимое внесение в приповерхностный слой заряда (как положительного, так и отрицательного). При этом не происходит заметных механических или топографических изменений поверхностного рельефа в такой точке. Установлена и представлена возможность контролируемого относительного изменения сопротивления канала в мосте Холла в пределах 20–25% в комнатных условиях при изменении поверхностного потенциала области канала зондом АСМ.

Заключение

В рамках диссертационной работы развиты физические основы АСМ-технологий на поверхности полупроводников на новом уровне. Диагностика рельефа с субангстремной точностью позволила преодолеть проблемы метрологии в наномасштабе и развить физические аспекты воспроизводимой наномодификации иглой АСМ, - глубокого локального анодного окисления и эффективного полевого испарения металла для создания электронных наноустройств.

В частности, обобщено и апробировано применение эффектов кинетической нестабильности атомных ступеней для плоских (вицинальных) поверхностей $Si(111)$ и в специально созданных углублениях с целью создания одно- и двухуровневых экстрашироких (до 230 мкм) сингулярных террас с минимальной субмонослойной шероховатостью, разделенных счетным числом атомных ступеней (от 1 до 300). Разработанные в результате физические подходы и методы калибровки АСМ позволили обеспечить субангстремную точность измерений во всем нанометровом диапазоне длин от 0,1 до 100 нм. Для одиночной моноатомной ступени, разделяющей две широкие сингулярные террасы $Si(111)$, точность измерения ее высоты в АСМ на воздухе достигает 10 пм, а для пакета из трех ступеней не превышает 1 пм при использовании специального алгоритма (программного пакета [15]) выравнивания уровня горизонтали террас.

Выявлено влияние геометрических особенностей атомно-чистой ступенчатой поверхности $Si(111)$: ширины сингулярных террас, уровня их горизонтальности и фундаментальной шероховатости, связанной со сверхструктурным переходом $(1 \times 1)-(7 \times 7)$ при охлаждении поверхности, а также наличия естественного оксида на точность АСМ-измерений в нанометровом и субнанометровом диапазоне линейных размеров. Развиты научные основы диагностики рельефа поверхности с использованием колебательно-резонансной моды сканирования АСМ и сильного прижима зонда к поверхности (10^{-7} Н) для реализации нового кинетического фазового контраста и визуализации плотных массивов ступеней и различных фазовых состояний поверхности.

Определены механизм и основные физические факторы, ограничивающие воспроизводимость, пространственное разрешение и глубину локального анодного окисления поверхности иглой АСМ. В результате на основе анализа зависимости интенсивности локального анодного окисления от электронного потенциала, механического прижима зонда к поверхности и влажности развиты физические основы технологии глубокого (до 50 нм) и высокоаспектного локального окисления поверхности. На основе разработанной технологии продемонстрирована возможность создания гибридных электронных наноустройств с рекордными размерами (~ 90 нм), демонстрирующих квантовые свойства.

Публикации

По теме диссертационной работы опубликовано 28 научных статей в рекомендуемых ВАК отечественных и иностранных рецензируемых изданиях, получено 4 патента, опубликована 1 монография:

- A1. Щеглов Д.В., Федина Л.И., Латышев А.В. Влияние влажности и электрического поля на процесс локального анодного окисления поверхности Si (111) зондом АСМ // Автометрия, 2024, Т. 60, № 4, С.85-92.
- A2. Sheglov D.V., Rogilo D.I., Fedina L.I., Sitnikov S.V., Sysoev E.V., Latyshev A.V. Bottom-up generated height gauges for silicon-based nanometrology // ACS Applied Materials & Interfaces, 2023, V. 15. №9. P. 12511-12523.
- A3. Щеглов Д.В., Рогило Д.И., Федина Л.И., Ситников С.В., Уткин Д.Е., Родякина Е.Е., Насимов Д.А., Петров А.С., Пономарев С.А., Гаврилова Т.А., Живодков Ю.А., Бацанов С.А., Вдовин В.И., Гутаковский А.К., Сысоев Е.В., Латышев А.В. Кремниевые меры высоты и плоскостности нанометрового и ангстремного диапазонов // Наука и технологии Сибири, 2023, №1(8), стр. 111–115.
- A4. Щеглов Д.В., Ситников С.В., Федина Л.И., Рогило Д.И., Кожухов А.С., Латышев А.В. От самоорганизации моноатомных ступеней на поверхности кремния к субнанометровой метрологии // Автометрия, 2020, Т. 56. № 5. С. 98-111.
- A5. Минаев В.Л., Левин Г.Г., Щеглов Д.В., Латышев А.В. Измерение профиля поверхности моноатомной многослойной наноструктуры кремния интерференционным методом // Измерительная техника, 2017, №11, С.12-14.
- A6. Щеглов Д.В., Федина Л.И., Латышев А.В. Кремниевая метрология в развитии нанотехнологий // Параллель, Новосибирск, ISBN 978-5-98901-225-1, 2018, 184 с.
- A7. Кожухов А.С., Щеглов Д.В., Латышев А.В. Обратимая электрохимическая модификация поверхности полупроводников зондом атомно-силового микроскопа // Физика и техника полупроводников, 2017, Т. 51. № 4. С. 443-445.
- A8. Kozhukhov A.S., Shcheglov D.V., Latyshev A.V. Conductive indium nanowires deposited on silicon surface by dip-pen nanolithography // Journal of Physics: Conference Series, 2017, V. 917. P. 032005.
- A9. Кожухов А.С., Щеглов Д.В., Латышев А.В. Индиевые нанопроволоки на поверхности кремния // Физика и техника полупроводников, 2016, Т. 50. № 7. С. 918-920.
- A10. Kozhukhov A., Klimenko A., Shcheglov D., Volodin V., Karnaeva N., Latyshev A. Highly conductive indium nanowires deposited on silicon by dip-pen nanolithography // Journal of Applied Physics, 2015, V. 117. № 14. P. 145305.
- A11. Щеглов Д.В., Косолобов С.С., Федина Л.И., Родякина Е.Е., Гутаковский А.К., Ситников С.В., Кожухов А.С., Загарских С.А., Копытов В.В., Евграфов В.И., Шувалов Г.В., Матвейчук В.Ф., Латышев А.В. Высокоточные меры линейных размеров в нанодиапазоне // Российские нанотехнологии, 2013, Т. 8. № 7-8. С. 84-94.
- A12. Щеглов Д.В., Косолобов С.С., Латышев А.В., Матвейчук В.Ф., Копытов В.В., Евграфов В.И., Шувалов Г.В., Загарских С.А., Тукмачев К.В. Разработка и аттестация комплекта мер степп-ифп-1 для обеспечения единства измерений в нанометровом диапазоне // Датчики и системы, 2012, № 6 (157). С. 21-23.
- A13. Щеглов Д.В., Косолобов С.С., Родякина Е.Е., Латышев А.В. Способ изготовления ступенчатого высотного калибровочного стандарта для профилометрии и сканирующей зондовой микроскопии // Патент на изобретение RU 2407101 С1, 20.12.2010.
- A14. Федина Л.И., Щеглов Д.В., Гутаковский А.К., Косолобов С.С., Латышев А.В. Прецизионные измерения параметров наноструктур // Автометрия, 2010, Т. 46. № 4. С. 5-18.
- A15. Fedina L.I., Sheglov D.V., Kosolobov S.S., Gutakovskii A.K. and Latyshev A.V. Precise surface measurements at the nanoscale // Meas. Sci. Technol., 2010, V.21. P.054004.

A16. Щеглов Д.В., Латышев А.В. Способ анализа трения с использованием атомно-силовой микроскопии и устройство для его осуществления // Патент на изобретение RU 2364855 С1, 20.08.2009.

A17. Щеглов Д.В., Косолобов С.С., Родякина Е.Е., Латышев А.В. Способ изготовления ступенчатого высотного калибровочного стандарта для профилометрии и сканирующей зондовой микроскопии // Патент на изобретение RU 2371674 С1, 27.10.2009.

A18. Щеглов Д.В., Латышев А.В. Кинетический контраст в атомно-силовой микроскопии // Журнал экспериментальной и теоретической физики, 2008, Т. 133. № 2. С. 271-278.

A19. Щеглов Д.В., Латышев А.В., Попков В.Ю. Кинетический фазовый контраст в атомно-силовой микроскопии // Вестник Новосибирского государственного университета. Серия: Физика, 2008, Т. 3. № 1. С. 91-99.

A20. Щеглов Д.В., Латышев А.В., Асеев А.Л. Способ создания окисных пленок // Патент на изобретение RU 2268952 С1, 27.01.2006.

A21. Sheglov D.V., Latyshev A.V., Aseev A.L. The deepness enhancing of an AFM-tip induced surface nanomodification // Applied Surface Science, 2005, V. 243. № 1-4. P. 138-142.

A22. Sheglov D.V., Kosolobov S.S., Rodyakina E.E., Latyshev A.V. Applications of atomic force microscopy in epitaxial nanotechnology // Microscopy and analysis, 2005, V. 19. № 5. P. 9.

A23. Ольшанецкий Е.Б., Квон З.Д., Щеглов Д.В., Латышев А.В., Торопов А.И., Портал Ж.К. Температурная зависимость осцилляций Ааронова-Бома в малых квазибаллистических интерферометрах // Письма в ЖЭТФ, 2005, Т. 81. № 12. С. 625-628.

A24. Щеглов Д.В., Родякина Е.Е., Латышев А.В., Асеев А.Л. Новые возможности нанолитографии зондом атомно-силового микроскопа // Микросистемная техника, 2004, № 9. С. 8-15.

A25. Ткаченко В.А., Квон З.Д., Щеглов Д.В., Латышев А.В., Торопов А.И., Ткаченко О.А., Бакшеев Д.Г., Асеев А.Л. Амплитуда осцилляции Ааронова-Бома в малых баллистических интерферометрах // Письма в ЖЭТФ, 2004, Т. 79. № 3. С. 168-172.

A26. Sheglov D.V., Nastaushev Yu.V., Latyshev A.V., Aseev A.L. Nanopatterning of silicon-based nanostructures by AFM probe // International Journal of Nanoscience, 2004, V. 3. № 1-2. P. 75-80.

A27. Sheglov D.V., Prozorov A.V., Nasimov D.A., Latyshev A.V., Aseev A.L. Peculiarities of nanooxidation on flat surface // Physics of Low-Dimensional Structures (PLDS), 2002, V. 5-6. P. 239-246.

A28. Kozhukhov A.S., Shcheglov D.V., Fedina L.I., Latyshev A.V. The initial stages of atomic force microscope based local anodic oxidation of silicon // AIP advances, 2008, V.8. P. 025113.

Библиографический список

1. Hinterdorfer, P. Detection and localization of single molecular recognition events using atomic force microscopy / Peter Hinterdorfer, Yves F. Dufrêne // *Nat. Methods*. — 2006. — Vol. 3, No. 5. — PP. 347–355.
2. Ajayi, T. M. Characterization of just one atom using synchrotron X-rays / Tolulope M. Ajayi, Nozomi Shirato, Tomas Rojas, et al. // *Nature*. — 2023. — Vol. 618, No. 7963. — PP. 69–73.
3. Martin-Jimenez, D. Atomically resolved three-dimensional structures of electrolyte aqueous solutions near a solid surface / Daniel Martin-Jimenez, Enrique Chacon, Pedro Tarazona, Ricardo Garcia // *Nat. Commun.* — 2016. — Vol. 7, No. 1. — P. 12164.
4. Reischl, B. Can Point Defects in Surfaces in Solution be Atomically Resolved by Atomic Force Microscopy? / Bernhard Reischl, Paolo Raiteri, Julian D. Gale, Andrew L. Rohl // *Phys. Rev. Lett.* — 2016. — Vol. 117, No. 22. — P. 226101.
5. Yacoot, A. The lattice parameter of silicon: a secondary realisation of the metre / Andrew Yacoot, Harald Bosse, Ron Dixson // *Meas. Sci. Technol.* — 2020. — Vol. 31, No. 12. — P. 121001.
6. Recommendation of CCL/WG-N on: Realization of SI metre using height of monoatomic steps of crystalline silicon surfaces/ Version 1.1 /ed. by Ludger Koenders (PTB), Ingo Busch (PTB), Jørgen Garnæs (DFM), Andrew Yacoot (NPL) [Electronic resource].
7. Eigler, D. M. Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope / D. M. Eigler, E. K. Schweizer // *Nature*. — 1990. — Vol. 344, No. 6266. — PP. 524–526.
8. Lorenzoni, M. Conductive Atomic Force Microscopy for Nanolithography Based on Local Anodic Oxidation / Matteo Lorenzoni, Francesc Pérez-Murano // *Conduct. At. Force Microsc. Appl. Nanomater.* Ed. by M. Lanza. — Wiley, 2017. — PP. 211–223.
9. Avouris, P. Atomic force microscope tip-induced local oxidation of silicon: kinetics, mechanism, and nanofabrication / Phaedon Avouris, Tobias Hertel, Richard Martel // *Appl. Phys. Lett.* — 1997. — Vol. 71, No. 2. — PP. 285–287.
10. Stiévenard, D. Nanooxidation using a scanning probe microscope: An analytical model based on field induced oxidation / D. Stiévenard, P. A. Fontaine, E. Dubois // *Appl. Phys. Lett.* — 1997. — Vol. 70, No. 24. — PP. 3272–3274.
11. Fuhrer, A. Energy spectra of quantum rings. / A. Fuhrer, S. Lüscher, T. Ihn, T. Heinzel, K. Ensslin, W. Wegscheider, M. Bichler // *Nature*. — 2001. — Vol. 413, No. 6858. — PP. 822–825.
12. Mori, G. Magnetic field and temperature dependence of an atomic force microscope-defined quantum point contact / G. Mori, M. Lazzarino, D. Ercolani, G. Biasiol, L. Sorba // *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct. Process. Meas. Phenom.* — 2004. — Vol. 22, No. 2. — PP. 570–573.
13. Durig, U. “Millipede” - an AFM data storage system at the frontier of nanotribology / U. Durig, G. Cross, M. Despont, et al. // *Tribol. Lett.* — 2000. — Vol. 9, No. 1. — PP. 25–32.
14. Latyshev, A. V. Transformations on clean Si(111) stepped surface during sublimation / A. V. Latyshev, A. L. Aseev, A. B. Krasilnikov, S. I. Stenin // *Surf. Sci.* — 1989. — Vol. 213, No. 1. — PP. 157–169.
15. Garnæs, J. Algorithms for using silicon steps for scanning probe microscope evaluation / J. Garnæs, D. Nečas, L. Nielsen, M. H Madsen, A. Torras-Rosell, G. Zeng, P. Klapetek, A. Yacoot // *Metrologia*. — 2020. — Vol. 57, No. 6. — P. 064002.
16. Sitnikov, S. V. Advacancy-mediated atomic steps kinetics and two-dimensional negative island nucleation on ultra-flat Si(111) surface / S. V. Sitnikov, A. V. Latyshev, S. S. Kosolobov // *J. Cryst. Growth*. — 2017. — Vol. 457. — PP. 196–201.
17. Ситников, С. Способ изготовления ступенчатого высотного калибровочного эталона и ступенчатый высотный калибровочный эталон : pat. RU 2649058 C1 / С. Ситников, С. Косолюбов, А. Латышев.

18. Latyshev, A. V. Adatom effective charge in morphology evolution on Si(111) surface / A. V. Latyshev, H. Minoda, Y. Tanishiro, K. Yagi // *Appl. Surf. Sci.* — 1998. — Vol. 130–132. — PP. 60–66.
19. Latyshev, A. V. Reflection electron microscopy study of structural transformations on a clean silicon surface in sublimation, phase transition and homoepitaxy / A. V. Latyshev, A. L. Aseev, A. B. Krasilnikov, S. I. Stenin // *Surf. Sci.* — 1990. — Vol. 227, No. 1–2. — PP. 24–34.
20. Latyshev, A. V. Application of ultrahigh vacuum reflection electron microscopy for the study of clean silicon surfaces in sublimation, epitaxy, and phase transitions / A. V. Latyshev, A. B. Krasilnikov, A. L. Aseev // *Microsc. Res. Tech.* — 1992. — Vol. 20, No. 4. — PP. 341–351.
21. Родякина, Е. Е. Электромиграция атомов кремния на поверхности кремния (111) / Е. Е. Родякина, С. С. Косолюбов, А. В. Латышев // *Вестник НГУ.* — 2011. — Vol. 6, No. 2. — PP. 65–76.
22. De Santis, M. Electronic and atomic structure of the Cu/Si(111) ‘quasi-5×5’ overlayer / M. De Santis, M. Muntwiler, J. Osterwalder, G. Rossi, F. Sirotti, A. Stuck, L. Schlapbach // *Surf. Sci.* — 2001. — Vol. 477, No. 2–3. — PP. 179–190.
23. Zegenhagen, J. Microscopic structure, discommensurations, and tiling of Si(111)/Cu-“5×5” / J. Zegenhagen, E. Fontes, F. Grey, J. R. Patel // *Phys. Rev. B.* — 1992. — Vol. 46, No. 3. — PP. 1860–1863.
24. Mortensen, K. Frustration in the Si(111) “pseudo 5×5” Cu structure directly observed by scanning tunneling microscopy / K. Mortensen // *Phys. Rev. Lett.* — 1991. — Vol. 66, No. 4. — PP. 461–464.
25. Marks, L. D. Atomic Structure of Si(111)-(5x2)-Au from High Resolution Electron Microscopy and Heavy-Atom Holography / L. D. Marks, R. Plass // *Phys. Rev. Lett.* — 1995. — Vol. 75, No. 11. — PP. 2172–2175.
26. Morita, M. Growth of native oxide on a silicon surface / M. Morita, T. Ohmi, E. Hasegawa, M. Kawakami, M. Ohwada // *J. Appl. Phys.* — 1990. — Vol. 68, No. 3. — PP. 1272–1281.
27. Milekhin, I. A. Near-field infrared spectroscopy of SiO_x nanowires / I. A. Milekhin, A. S. Kozhukhov, D. V. Sheglov, L. I. Fedina, A. G. Milekhin, A. V. Latyshev, D. R. T. Zahn // *Appl. Surf. Sci.* — 2022. — Vol. 584. — P. 152583.
28. BOERO, M. E’ CENTERS IN SILICON DIOXIDE: FIRST-PRINCIPLES MOLECULAR DYNAMICS STUDIES / MAURO BOERO, ATSUSHI OSHIYAMA, PIER LUIGI SILVESTRELLI // *Mod. Phys. Lett. B.* — 2004. — Vol. 18, No. 15. — PP. 707–724.
29. Mott Navill Mechanisms for the oxidation of silicon and the formation of charged defects / Mott Navill // *Proc. R. Soc. London. A. Math. Phys. Sci.* — 1981. — Vol. 376, No. 1765. — PP. 207–215.
30. Hu, K. Role of electric field distribution in local anodic oxidation / Kexiang Hu, Qingkang Wang, Peihua Wangyang // 2012 International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO). — IEEE, 2012. — PP. 128–133.
31. Wang, X. Impact of various parameters on nanostructures fabrication mechanism on silicon surface with AFM tip induced local anodic oxidation / Xuewen Wang, Barayavuga Theogene, Huanhuan Mei, Jianwei Zhang, Chenchen Huang, Xiaoying Ren, Muxun Xu // *Ferroelectrics.* — 2019. — Vol. 549, No. 1. — PP. 70–77.
32. Mott, N. F. The theory of the formation of protective oxide films on metals, II / N. F. Mott // *Trans. Faraday Soc.* — 1940. — Vol. 35. — PP. 472–483.
33. Mott, N. F. The theory of the formation of protective oxide films on metals.—III / N. F. Mott // *Trans. Faraday Soc.* — 1947. — Vol. 43. — PP. 429–434.
34. Cabrera, N. Theory of the oxidation of metals / N. Cabrera, N. F. Mott // *Reports Prog. Phys.* — 1949. — Vol. 12, No. 1. — PP. 163–184.
35. Guan, Z. Oxygen Vacancy in Magnéli Phases and Its Effect on Thermoelectric Performances / Zhou Guan, Chuangshi Feng, Hongquan Song, et al. // *Nanomaterials.* —

2025. — Vol. 15, No. 9. — P. 684.
36. Dagata, J. A. Role of space charge in scanned probe oxidation / J. A. Dagata, T. Inoue, J. Itoh, K. Matsumoto, H. Yokoyama // *J. Appl. Phys.* — 1998. — Vol. 84, No. 12. — PP. 6891–6900.
 37. Lazzarino, M. Chemistry and formation process of Ga(Al)As oxide during local anodic oxidation nanolithography / M. Lazzarino, G. Mori, L. Sorba, D. Ercolani, G. Biasiol, S. Heun, A. Locatelli // *Surf. Sci.* — 2006. — Vol. 600, No. 18. — PP. 3739–3743.
 38. Zhang, Y. High-mobility wide bandgap amorphous gallium oxide thin-film transistors for NMOS inverters / Yong Zhang, Chi-Hsin Huang, Kenji Nomura // *Appl. Phys. Rev.* — 2024. — Vol. 11, No. 1.
 39. Tkachenko, V. A. Aharonov-Bohm oscillation amplitude in small ballistic interferometers / V. A. Tkachenko, Z. D. Kvon, D. V. Sheglov, A. V. Latyshev, A. I. Toropov, O. A. Tkachenko, D. G. Baksheyev, A. L. Aseev // *J. Exp. Theor. Phys. Lett.* — 2004. — Vol. 79, No. 3. — PP. 136–140.
 40. Ткаченко, О. А. Интроскопия квантовых нанoeлектронных устройств / О. А. Ткаченко, В. А. Ткаченко, З. Д. Квон, [и др.] // *Российские нанотехнологии.* — 2010. — Vol. 5, No. 9–10. — PP. 117–127.
 41. Nelson, B. A. Direct deposition of continuous metal nanostructures by thermal dip-pen nanolithography / B. A. Nelson, W. P. King, A. R. Laracuente, P. E. Sheehan, L. J. Whitman // *Appl. Phys. Lett.* — 2006. — Vol. 88, No. 3. — P. 033104.