

На правах рукописи

Толстихина Алла Леонидовна

**АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ КРИСТАЛЛОВ И
ПЛЕНОК СО СЛОЖНОЙ МОРФОЛОГИЕЙ ПОВЕРХНОСТИ**

01.04.18 - кристаллография, физика кристаллов

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т
диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Москва - 2013

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук (ИК РАН)

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук
Палто Сергей Петрович, зав. лабораторией
ИК РАН;
доктор физико-математических наук, профессор
Бухараев Анастас Ахметович, зав. лабораторией
Казанского Физико-технического института
им. Е.К. Завойского КазНЦ РАН;
доктор физико-математических наук
Миронов Виктор Леонидович, ведущий научный
сотрудник Института физики микроструктур РАН

Ведущая организация: Санкт-Петербургский государственный
электротехнический университет «ЛЭТИ» имени
В.И. Ульянова (Ленина)» (СпбГЭТУ)

Защита диссертации состоится «___» _____ 2013 г. в ___ час на
заседании диссертационного совета Д 002.114.01 при Федеральном
государственном бюджетном учреждении науки Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова Российской академии наук по адресу: 119333 г. Москва,
Ленинский проспект 59, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИК РАН

Автореферат разослан «___» _____ 2013 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 002.114.01
кандидат физико-математических наук

В.М. Каневский

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) – один из мощных современных методов исследования поверхности с высоким пространственным разрешением. За последние 20 с небольшим лет своего существования метод АСМ открыл широкие возможности для комплексного изучения морфологии и различных локальных свойств поверхности и стал источником новой информации при решении традиционных задач кристаллографии и физики кристаллов. В данном аспекте к его несомненным достоинствам можно отнести:

1. возможность проводить исследования в широком диапазоне температур на воздухе, в вакууме, в жидких и газообразных средах, что, в частности, позволяет изучать *in situ* и *ex situ* морфологию поверхности и процессы роста кристаллов, механизмы формирования пленок и моделировать процессы взаимодействия молекул с внедренными функциональными наноструктурами в пленках;
2. отсутствие ограничений, связанных с проводимостью образцов (присущих сканирующей туннельной микроскопии), что значительно расширяет диапазон исследуемых объектов;
3. возможность проводить прецизионные измерения топографии поверхности, перекрывающие несколько порядков масштабных длин;
4. потенциал микроскопа как инструментального средства для локальной модификации поверхности, создания новых наноразмерных структур и функционально важных элементов поверхности в сочетании с их одновременным контролем и изучением с помощью широкого набора различных средств АСМ.

Вместе с тем при разработке новых АСМ–методик исследования различных объектов в воздушной среде часто приходится сталкиваться с решением целого ряда методологических проблем, к которым можно отнести следующие.

1. Проблема влияния на результаты измерений факторов самого различного происхождения: аппаратурных – связанных с конструктивными особенностями узлов микроскопа, методических – обусловленных выбором оператором параметров режима работы, и иных, в том числе и продуцируемых окружающей средой.
2. Проблема интерпретации АСМ–изображений, полученных в различных режимах и разных условиях, в том числе для негомогенных и зарядово-неоднородных поверхностей.
3. Проблема метрологического обеспечения АСМ–измерений, связанная с получением достоверных количественных характеристик, которые позволяют наиболее полно и адекватно описать свойства микрорельефа поверхности изучаемого объекта и установить взаимное соответствие с данными других методов диагностики.

Указанные проблемы решались в данной диссертационной работе в применении к исследованиям достаточно широкого круга объектов, преимущественно диэлектриков, – кристаллов, пленок органической и неорганической природы, керамических подложек, выбор которых был продиктован практическими задачами, связанными с основными направлениями научных тематик Института кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН (ИК РАН). Среди объектов исследования были материалы различной природы. Сегнетоэлектрические кристаллы группы триглицинсульфата – TGS, LADTGS+ADP, DTGS, TGS+Cr, обладающие высоким значением пироккоэффициента и использующиеся для изготовления приемников ИК-излучения высокой чувствительности. Кристаллы бифталатов (аммония и цезия), представляющие интерес как анализаторы для длинноволновой области рентгеновского спектра. Пленки (TiO_2 , SiO_2 , SnO_2 и другие, в том числе органические) различного назначения, применяющиеся для изготовления различных компонентов изделий электроники и оптики, и подложки для их получения – сверхгладкие полированные пластины ситалла, кварца, лейкосапфира и стекла.

Представленная работа посвящена разработке методик нанодиагностики поверхности диэлектрических кристаллов и пленок с различной степенью упорядоченности структуры и строением рельефа методом атомно-силовой микроскопии с использованием управляемого искусственного климата и их апробации и направлена на повышение достоверности измерений, проводимых в воздушной среде.

Актуальность представленной работы обусловлена, с одной стороны, важностью и новизной объектов исследования, интенсивно изучающихся многими научными коллективами в связи с перспективами практического применения в современных технологиях. С другой стороны – новизной развиваемых экспериментальных методик нанодиагностики поверхности диэлектрических материалов методом АСМ с использованием управляемого искусственного климата. Атомно-силовые микроскопы сейчас становятся одними из самых востребованных и доступных приборов для исследований в самых различных областях науки. Поэтому основополагающим в работе рассматривается не просто получение адекватного изображения, но и осознанный его анализ.

Цели и задачи диссертационной работы

Целью диссертационной работы являлось развитие комплекса методик для всестороннего изучения топографических и электрических особенностей поверхности диэлектрических материалов со сложным рельефом (однородных и неоднородных с разной природой гетерогенности) методом атомно-силовой микроскопии, разработка метрологического обеспечения для проведения измерений в воздушной среде и получение новых данных о морфологии (на нанометровых масштабах) и локальных характеристиках поверхности кристаллов и пленок.

В данной работе были поставлены следующие основные задачи:

1. Провести анализ и систематизацию информации об артефактах топографических изображений в атомно-силовой микроскопии в целях

получения адекватных изображений поверхности и правильной их интерпретации.

2. Разработать систему параметров, рассчитываемых по данным атомно-силового микроскопа, которые позволяют наиболее полно представить информацию о рельефе, том числе о его важнейшей характеристике – шероховатости поверхности различных материалов. Провести исследование особенностей морфологии поверхности неорганических пленок с различным типом структуры (TiO_2 , SiO_2 , SnO_2 , Fe_2O_3 , pSi, Ni) и органических пленок (полиимидных, полиэлектролитных, ацетовалерата целлюлозы, иммобилизованных пленок белка); а также сверхгладких полированных подложек (ситалла, кварца, лейкосапфира, стекла).

3. Изучить влияние электрической неоднородности поверхности на получаемые изображения и разработать методы разделения различных вкладов в контраст изображения для классического сегнетоэлектрического кристалла триглицинсульфата.

4. Определить и обеспечить оптимальные условия для проведения достоверных и воспроизводимых измерений диэлектрических кристаллов и пленок методом атомно-силовой микроскопии в воздушной среде.

5. Апробировать результаты, полученные при реализации поставленных выше задач, в конкретных физических исследованиях и установить их эффективность и границы применимости в различных экспериментах.

Научная новизна

Впервые проведена систематизация и классификация артефактов топографических изображений, полученных методом атомно-силовой микроскопии в воздушной среде, которая служит основой для правильной интерпретации изображений. Впервые изучены специфические артефакты АСМ–изображений органических и неорганических диэлектрических материалов, источником которых является наличие статического электричества на исследуемой поверхности. Определены критерии наличия статического заряда на поверхности по данным АСМ, разработан способ

снятия заряда с поверхности диэлектрических материалов и предотвращения его появления в процессе измерений.

Впервые методом АСМ проведены комплексные экспериментальные исследования поверхности кристаллов семейства триглицинсульфата, бифталатов цезия и аммония; пиролитических пленок оксидов титана, олова, железа; органических пленок полиимида, целлюлозы, полиэлектролитов, иммобилизованного белка. Установлено соответствие данных АСМ с результатами других методов (электронная микроскопия, рентгеновское рассеяние).

Впервые предложена система информативных метрических параметров для исследования и контроля поверхности материалов в нанометровом диапазоне размеров методом АСМ. Разработаны новые методики количественного анализа параметров шероховатости, которые позволяют расширить информацию о рельефе поверхности различных материалов и выявить скрытую анизотропию и периодичность структуры поверхности в нанометровом диапазоне размеров.

Впервые в России разработан проект и созданы чистые зоны класса «TRACKPORE ROOM» с широкими возможностями по управлению искусственным климатом и повышенной виброзащитой для проведения фундаментальных исследований поверхности материалов в воздушной среде методами АСМ и зондовой нанолитографии.

Впервые в условиях контролируемого искусственного климата проведены комплексные исследования доменной структуры и рельефа поверхности кристаллов группы TGS. Обоснован и апробирован комплекс методов мультимодовой АСМ для получения высококонтрастных изображений доменов в статике и динамике, измерения локальных электрических характеристик полярной поверхности и параметров доменной структуры. Впервые получены изображения сегнетоэлектрических доменов в режиме отображения сопротивления растекания, напрямую свидетельствующие о наличии у доменных стенок проводимости. На основе

изучения различных типов контраста изображений линзовидных образований на полярной поверхности кристалла TGS впервые предложены критерии идентификации реально существующих (динамических) доменов и морфологически схожих с ними областей состаренных доменов, не участвующих в процессе переполяризации. Впервые установлена корреляция поверхностного нанорельефа полярной поверхности (010) со степенью дефектности структуры кристаллов в объеме.

Практическая значимость

Полученные в работе новые результаты и закономерности позволяют организовать АСМ–исследования в воздушной среде на качественно новом уровне и расширить имеющуюся научную информацию о морфологии поверхности сегнетоэлектрических кристаллов семейства триглицинсульфата, пленок оксидов титана, олова, железа, многослойных покрытий и органических пленок различного назначения.

1. Разработанный новый инструментарий для атомно-силовой микроскопии – высокотехнологический метрологический комплекс на основе чистых зон позволяет организовать АСМ–исследования в воздушной среде на качественно новом уровне, проводить широкий спектр научных исследований и сертификацию поверхностей материалов в соответствии с нормами и требованиями международных стандартов. На базе этого комплекса в ИК РАН ведутся НИР, поддержанные грантами РФФИ, ОФН РАН и Минобрнаукой, по разработке способов получения заданных доменных конфигураций на микро- и наноскопическом уровне в сегнетоэлектрических монокристаллах и пленках с использованием атомно-силового микроскопа как инструмента для формирования таких структур.

2. Для воздушной АСМ разработан новый эффективный способ снятия статического заряда с поверхности диэлектриков. Получен патент РФ №2415444 от 27.03.2011 г. ИК РАН «Способ повышения достоверности результатов исследования поверхности твердого тела методом атомно-силового микроскопии».

3. Предложен и запатентован способ калибровки пьезосканера атомно-силового микроскопа (Патент РФ №2179704 от 20.02.2002 г., ИК РАН), что имеет практическое значение для создания новой эталонной базы в АСМ.

4. Разработанная в ходе настоящей работы методика исследования статистических свойств рельефа наноструктурированных поверхностей по данным АСМ в комплексе с исследованиями методом рентгеновского рассеяния (РР) применялась для контроля качества полированных подложек из ситалла, используемых в качестве подложек для зеркал в кольцевых лазерных гироскопах, а также для исследования качества полировки и структуры поверхности полированных сапфировых подложек, предназначенных для эпитаксиального роста GaN. Методика расчета эффективной шероховатости поверхности с помощью функций спектральной плотности мощности шероховатости легла в основу Национального стандарта РФ по шероховатости «ГОСТ Р.8.700-2010 ГСИ. Методика измерений эффективной высоты шероховатости поверхности с помощью сканирующего зондового атомно-силового микроскопа».

5. Результаты АСМ–исследований метрических параметров нанорельефа поверхности (010) свежего скола кристаллов семейства TGS, выращенных со специально введенными примесями, могут быть использованы для оценки степени совершенства и дефектности структуры кристаллов в объеме в целом.

6. Результаты АСМ–исследований доменной структуры полезны для контроля электрической однородности и улучшения качества сегнетоэлектрических кристаллов семейства TGS, обладающих высоким пьезокоэффициентом и использующихся для изготовления ИК–приемников высокой чувствительности, для создания новых сегнетоэлектрических нанокompозитных материалов и структур с градиентным составом.

7. Разработанные методики расчета метрических и фрактальных характеристик поверхности по данным измерений методом АСМ важны для контроля качества обработки поверхности материалов и выявления скрытой

анизотропии и периодичности ее структуры в нанометровом диапазоне размеров в технологических процессах микро- и наноэлектроники.

Личный вклад автора

Постановка задач, разработка и апробирование АСМ–методик, анализ полученных результатов и представление их к печати. Непосредственное участие в создании метрологического комплекса для АСМ и проведении экспериментальных исследований (либо под его руководством). Сотрудники, имеющие отношение к исследованиям по теме диссертации, представлены в качестве соавторов публикаций.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Систематизация и классификация артефактов топографических изображений в атомно-силовой микроскопии служит основой для правильной интерпретации изображений и получения адекватной информации о самом объекте исследования, а не о приборе.
2. Разработанная система метрических и фрактальных параметров, рассчитанных по АСМ–данным, и методики количественного анализа шероховатости позволяют расширить информацию о рельефе поверхности различных материалов, выявить скрытую анизотропию и периодичность структуры поверхности в нанометровом диапазоне размеров.
3. Специализированный метрологический комплекс на основе чистых зон с расширенными функциями по управлению искусственным климатом и повышенной виброзащитой обеспечивает оптимальные условия для проведения измерений методом атомно-силовой микроскопии и снижает вероятность появления артефактов изображений.
4. Комплексное использование методов и методик мультимодовой атомно-силовой микроскопии повышает достоверность интерпретации контраста топографических изображений зарядово-неоднородной поверхности и позволяет разделить элементы рельефа и доменной структуры в случае сегнетоэлектрических кристаллов.

5. Разработанная методика АСМ–исследования нанорельефа атомарно-гладкой поверхности естественного скола (010) сегнетоэлектрических кристаллов семейства триглицинсульфата дает возможность оценивать степень дефектности структуры кристаллов в объеме.

Апробация результатов

Результаты диссертационной работы докладывались на 60 российских и международных научных конференциях. В их число входят: Российские конференции по электронной микроскопии (Черноголовка. 1996, 1998, 2000, 2002, 2004, 2006, 2008, 2012); Российские симпозиумы по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (Черноголовка 1997, 1999, 2001, 2003, 2005, 2007, 2009, 2011); Национальные конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов (РСНЭ) (Москва-Дубна 1997; Москва 2005, 2007); Всероссийские совещания и международные конференции «Зондовая микроскопия» (Нижний Новгород 1999, 2000, 2002, 2003); Seattle'99: Scanning probe microscopy, cantilever sensors and nanostructures (Seattle, Washington 1999); International Scanning Probe Microscopy Conference (Jeju 2007 ISPM) (Korea 2007); Международные симпозиумы «Нанофизика и нанoeлектроника» (Нижний Новгород 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011); Национальные конференции по росту кристаллов (Москва 2000, 2006, 2008); Всероссийские и международные научно-технические конференции «Микро- и нанoeлектроника» (Звенигород, Липки 1998; 2005); Международная научная конференция «Кристаллизация в наносистемах» (Иваново 2002); Конференции по высокоорганизованным соединениям «Химия высокоорганизованных соединений и научные принципы нанотехнологии» (С-Петербург 1996, 2006); Съезд биофизиков России (Москва 1999); Международная конференция «Фундаментальные проблемы науки о полимерах» (Москва 1997); Научная сессия, посвященная Дню радио (Москва, РНТОРЭС 1997); Congress of Crystallography (Scotland, Glasgow

1999); European Meetings on Ferroelectricity (Praha, Czech Republic 1999; Bled, Slovenia 2007); Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity (RCBJSF) (St.-Petersburg 2002; Tsukuba, Japan 2006); International Symposium on Ferroic Domains and Mesoscopic Structures (Giens, France 2002; Dresden, Germany 2006); Всероссийские конференции по физике сегнетоэлектриков (Тверь 2002; Пенза 2005; С-Петербург 2008; Москва 2011); International Conference on Nanoscience and Technology (ICN&T 2006) (Basel, Switzerland 2006); Международная конференция по физике кристаллов «Кристаллофизика 21-го века» (Черноголовка 2006); ESF Workshop on electrostatic effects in soft matter. Bringing experiments, theory and simulation together (Belaterra, Spain 2008); Всероссийское совещание ученых, инженеров и производителей в области нанотехнологий (Москва 2008); Международная конференция «Физика диэлектриков» (С-Петербург 2008); Международный семинар «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии» (Минск 2008); Всероссийское совещание по температуроустойчивым функциональным покрытиям (С-Петербург 2010).

Материалы конференций опубликованы в тезисах докладов и трудах вышеперечисленных конференций.

Отдельные части работы отмечены премиями на конкурсе научных работ ИК РАН (2007, 2009), дипломом компании НТ-МДТ, Москва (за комплекс работ в области материаловедения, 2001) и вошли в учебные научные курсы по основам сканирующей зондовой микроскопии) Научно-образовательных центров государственных университетов Нижнего Новгорода, Казани и Новосибирска.

Публикации

Результаты работы опубликованы в оригинальных статьях в отечественных и зарубежных журналах, патентах, сборниках трудов и тезисах докладов на научных конференциях. Всего по материалам диссертации опубликовано 143 работы, в том числе 46 журнальных статей в рецензируемых научных журналах и изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Полный список

публикаций автора по теме диссертационной работы приведен в конце диссертации.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения (общая характеристика работы), 4 глав, перечня основных результатов и выводов, списка печатных работ автора (143 наименования), списка цитированной литературы из 361 наименований. Диссертация содержит 333 страницы машинописного текста, включающих 130 рисунков, 16 таблиц.

Содержание работы

Во **введении** обоснована актуальность проводимых исследований, изложены цели работы и методы решения поставленных задач, дана общая характеристика выполненных исследований, отражена научная новизна полученных результатов.

В **главе 1 (литературный обзор)** кратко изложены принципы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), рассмотрены различные модификации АСМ, представляющие интерес для углубленного исследования морфологии поверхности и локальных характеристик диэлектрических кристаллов и пленок. Приведено описание принципа действия и основных режимов работы атомно-силового микроскопа в воздушной среде. В рамках традиционных задач кристаллографии и физики кристаллов проанализированы работы по изучению методом АСМ *in situ* и *ex situ* морфологии поверхности роста и естественного скола ряда водорастворимых кристаллов, в том числе TGS, а также некоторых технически ценных кристаллов диэлектриков, используемых в качестве подложек в электронике и оптике.

В **главе 2 (развитие методических основ АСМ)** предложено комплексное решение ряда проблем, которые связаны с повышением достоверности изображений, получаемых методом АСМ в воздушной среде.

В **разделе 2.1** впервые проведена систематизация и классификация артефактов топографических изображений в воздушной АСМ. Артефакты

подробно описаны и разделены на три группы по значимости вклада основных источников их возникновения – прибор, оператор, объект (соответственно, инструментальные артефакты, артефакты режима и состояния). Методологической базой структурирования и формализации знаний послужил анализ литературных данных и накопленных в течение многолетней работы экспериментальных результатов сектора СЗМ ИК РАН.

Экспериментально изучены специфические артефакты АСМ-изображений диэлектрических материалов, источником которых является наличие статического электричества на исследуемой поверхности. Установлена критическая роль электростатических зарядов, накапливающихся на поверхности диэлектрических материалов различной природы, в формировании топографических изображений. Показано, что измеряемые метрические характеристики одной и той же пленки в присутствии электростатического заряда и после его устранения изменяются в несколько раз (рис. 1).

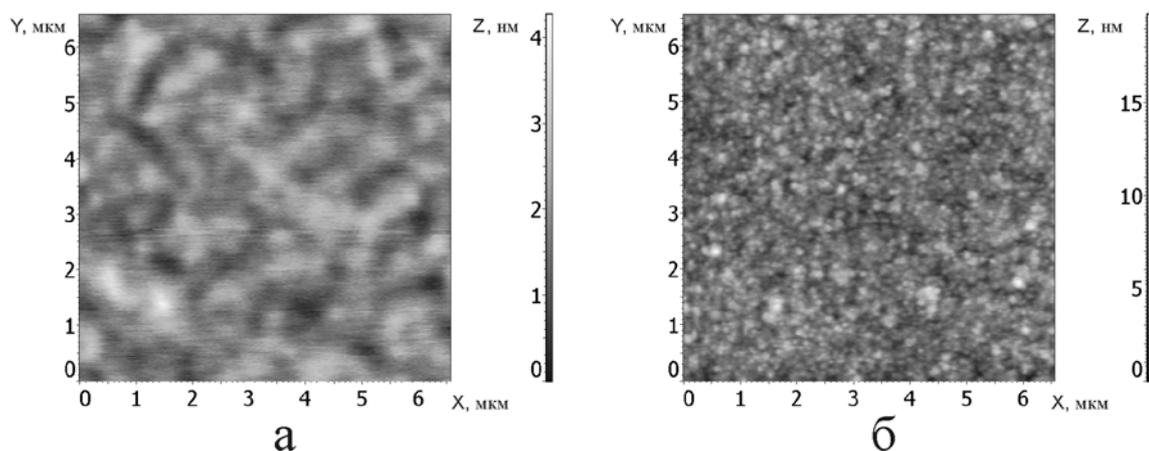


Рис. 1. Топографическое изображение поверхности пленки MoO₃: а -полученное в условиях обычной съемки, б - после специальной операции по снятию электростатического заряда с поверхности образца. Прерывисто-контактный режим АСМ

В разделе 2.2 представлены результаты разработки нового инструментария для проведения фундаментальных исследований поверхности материалов в воздушной среде методом АСМ – чистых зонах класса «TRACKPORE ROOM» с управляемым искусственным климатом и повышенной

виброзащитой. Он позволяет свести к минимуму воздействие внешних условий на результаты измерений, минимизировать или устранить артефакты изображений и приблизиться к максимуму возможностей атомно-силовых микроскопов, работающих в воздушной среде. Был разработан пилотный проект метрологического комплекса для АСМ и совместно с ИЦПЯФ Росатома (г.Дубна) созданы чистые гермозоны, которые обеспечивают поддержание с высокой точностью и в различных сочетаниях температуры (в диапазоне 25 ± 5 °С с точностью ± 0.05 °С) и влажности (в диапазоне 30–70 % с точностью $\pm 1\%$) в рабочей зоне. Управление микроскопами осуществляется извне при помощи компьютеров. Метрологический комплекс «TRACKPORE ROOM–05» характеризуется высоким классом чистоты ИСО (100), прецизионным климат–контролем и двумя степенями виброзащиты (локальный усиленный виброзащитный фундамент, гасящий колебания от здания; устранение паразитных механических колебаний с помощью специальной конструкции стола микроскопа, основанной на принципе пассивной защиты). Преимущества работы атомно-силового микроскопа в условиях искусственного климата проиллюстрированы на конкретных примерах. АСМ–исследования проводились с использованием атомно-силовых микроскопов серии «Solver» и «Ntegra Prima» фирмы НТ-МДТ, имеющих максимальную область сканирования 60–100 мкм.

Для АСМ разработан новый эффективный способ снятия статических зарядов с поверхности диэлектриков и предотвращения его появления в ходе экспериментов, основанный на управлении параметрами искусственного климата. Критерием наличия статического заряда на поверхности диэлектрика служит характер амплитудных кривых – зависимости амплитуды колебания кантилевера от расстояния при приближении зонда к поверхности. Эти кривые разительно отличаются друг от друга при наличии и отсутствии статического электричества на поверхности диэлектрика (измерение обеих кривых осуществлялось при одинаковых условиях съемки).

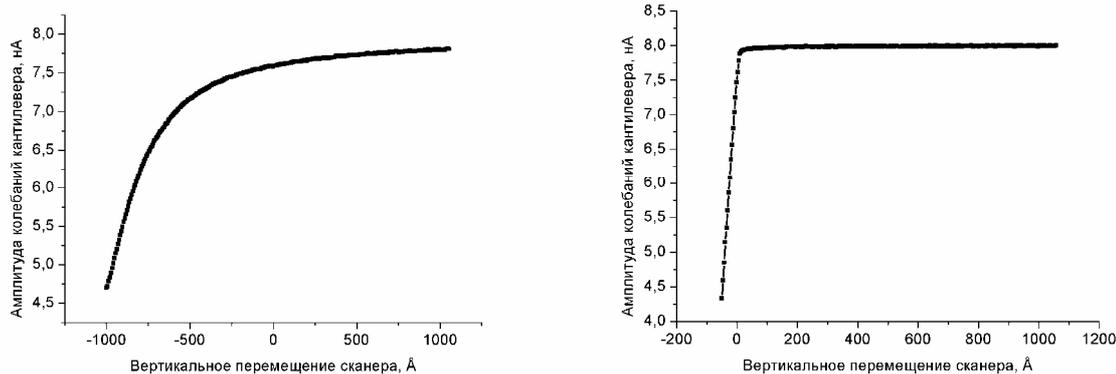


Рис. 2 Зависимость амплитуды колебаний зонда от расстояния между острием и поверхностью образца (вертикальное перемещение сканера): а - при наличии и б – при отсутствии на поверхности электростатического заряда

В разделе 2.3 проведен анализ стандартных структур, используемых для калибровки пьезосканера атомно-силового микроскопа по высоте. С целью поиска новых эталонных структур проведено изучение слоистых кристаллов, обладающих совершенной спайностью: бифталатов (аммония и цезия) и триглицинсульфата. Показано, что поверхность естественного скола кристаллов бифталатов нестабильна по отношению к воздействиям зондирующего острия кантилевера и атмосферы, тогда как нанорельеф кристаллов TGS может служить эталонной структурой для калибровки пьезосканера микроскопа при измерениях в диапазоне высот до ~ 3 нм.

В главе 3 приведены результаты исследований шероховатости и локальной структуры кристаллов и пленок методом АСМ.

Раздел 3.1 посвящен систематизации и классификации параметров для анализа поверхности твердых тел методом АСМ. Разработана система параметров, которая достаточно всесторонне характеризуют не только шероховатость поверхности, но и ее морфологические особенности. Параметры определены в терминах классической статистики, спектрального анализа и фрактальной геометрии и разделены на группы: метрические (амплитудные, функциональные, пространственные) и фрактальные. Часть из них включена в международные стандарты, другие для АСМ предложены впервые.

В разделе 3.2 приведены экспериментальные данные и результаты расчетов параметров для анализа морфологии поверхности кристаллов и пленок. Разработана методика вычисления двумерной структурной функции, которая позволяет определить фрактальную размерность и построить карту поверхности, в которой обнаруживаются любые анизотропии поверхности. Эффективность методики подтверждена результатами расчетов для тестовой структуры и реальной поверхности пленок поликристаллического кремния (pSi), а также для поверхности трех образцов стекла, полированного алмазными порошками с различным размером зерна.

Разработана методика вычисления двумерной корреляционной функции шероховатости, которая дает количественное представление о вариациях высот и корреляционной связи между выбранными областями в широком диапазоне изменения масштаба сканирования. Получены АСМ-изображения для тестовых образцов (интегральной схемы, калибровочной кремниевой решетки) и ряда образцов с различной степенью упорядоченности поверхности (полированные стекло и лейкосапфир, полиэлектролитные пленки, иммобилизованные пленки белка). Проведен расчет и анализ функций шероховатости на предмет выявления корреляционных связей. Предложен способ определения размеров зерен кристаллитов или глобул в пленках.

Экспериментально изучены масштабные свойства характеристик шероховатости поверхности тонких пленок pSi, SiO₂ и пленок целлюлозы полученных по технологии Ленгмюра–Блоджетт (ЛБ). Измерения среднеквадратической шероховатости S_q пленок выявили ее зависимость от размера области сканирования. Величина S_q возрастает по степенному закону, а затем наступает насыщение и она практически не изменяется. Эти эксперименты находятся в соответствии с литературными данными и подтверждают существование единой закономерности в зависимости шероховатости поверхности от размера области сканирования для пленок различной природы. Приведены результаты расчета автокорреляционной и

двумерной корреляционной функции шероховатости при различных масштабах областей сканирования, обнаружившие их масштабную зависимость. Предложена методика расчета иерархической шероховатости в системе «точка – зона сканера – пластина», которая позволяет выявить источники невоспроизводимости и помочь их устранить.

Для АСМ разработана методика определения пространственных параметров поверхности материалов по данным измерений трансформант Фурье, которая позволяет оценивать анизотропию поверхности и определять радиальную длину волны пространственных структур в нанометровом диапазоне размеров. Предложен таблично – аналитический метод расчета пространственных параметров поверхности: направления текстуры поверхности, индекса направления текстуры, радиальной длины волны и индекса радиальной длины волны. Экспериментально изучен ряд анизотропных поверхностей кристаллов и пленок SnO_2 с преимущественной ориентацией кристаллитов и проведен расчет пространственных параметров.

Методами АСМ и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) изучены поликристаллические и аморфные пленки TiO_2 , полученные газофазным окислительным пиролизом и высокочастотным ионно-плазменным распылением. Размер кристаллитов в пиролитических пленках по данным расчета двумерных корреляционных функций шероховатости составил около 33 нм, по данным ПЭМ - 29 нм. Показано, что достоверность полученных с помощью АСМ результатов приемлема. По данным АСМ–измерений выполнены расчеты различных метрических и фрактальных параметров рельефа поверхности пленок SnO_2 , Fe_2O_3 и ряда ЛБ–пленок. Установлено, что полученные данные о морфологии поверхности и микроструктуре пленок находятся в соответствии с результатами других методов (электронная микроскопия, рентгеновское рассеяние).

В разделе 3.3 предложена методика исследования статистических свойств рельефа наноструктурированных поверхностей диэлектрических материалов с использованием функции спектральной плотности мощности

шероховатости (PSD). В ней даны рекомендации по методике ведения АСМ–измерений диэлектрических материалов, исключению артефактов, расчету и анализу PSD–функции и эффективной высоты шероховатости изотропных и анизотропных наноструктурированных поверхностей в релевантном диапазоне размеров. Установлена корреляция данных АСМ и РР (рис.3).

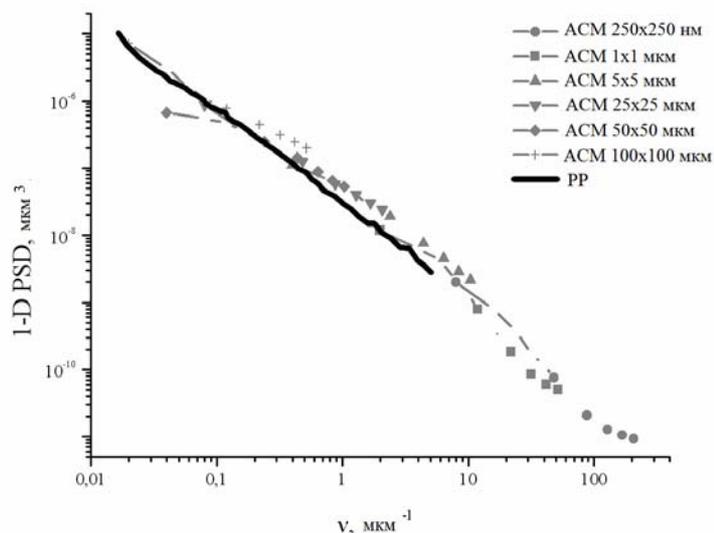


Рис.3 Функция спектральной плотности мощности шероховатости, рассчитанная по данным атомно-силовой микроскопии и рентгеновского рассеяния для полированной пластины кварца

Экспериментально изучена шероховатость сверхгладких (с высотой шероховатости менее 1 нм) полированных подложек ситалла и нанесенных на них многослойных интерференционных пленочных покрытий TiO_2/SiO_2 . Для повышения достоверности эксперимента АСМ–измерения производили в двух областях поверхности пластин, разнесенных друг от друга на 5 мм. Получали серию изображений различного масштаба, по которым производили расчет функций спектральной плотности мощности шероховатости в диапазоне от $0,02 \text{ мкм}^{-1}$ до 10 мкм^{-1} . Проведены сравнительные исследования шероховатости наноструктурированных поверхностей полированных подложек ситалла и многослойных интерференционных покрытий, нанесенных на эти зеркала, методами АСМ и РР. Показано, что разброс параметров шероховатости для сверхгладких полированных пластин ситалла, найденных по данным разных методов,

составляет 10%, что главным образом определяется равномерностью обработки поверхности.

Впервые изучено и оценено влияние поверхностного электростатического заряда различных диэлектрических материалов на измеряемые методом АСМ параметры шероховатости наноструктурированных поверхностей диэлектриков. Из анализа PSD-функций установлен критический масштаб, при котором искажаются детали изображений из-за влияния статического заряда поверхности. Установленный критический масштаб искажений для ситалла в 10 раз больше, чем критический масштаб влияния размера острия зонда.

Разработана методика изучения наследования наноразмерного рельефа поверхности подложек ситалла с нанесенными на них многослойными пленочными покрытиями $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, в основе которой лежит сравнительный анализ функций спектральной плотности мощности шероховатости поверхности, рассчитанных по данным АСМ. Показано, что поверхностью покрытия толщиной 2 мкм наследуются только те детали нанорельефа подложки, линейный размер которых в латеральных направлениях превышает 100-200 нм.

В главе 4 представлены результаты комплексного исследования методами мультимодовой АСМ классического сегнетоэлектрического кристалла TGS. Кристалл обладает спайностью по плоскости (010), перпендикулярной сегнетоэлектрической оси, и находится в сегнетофазе при комнатной температуре.

В разделе 4.1 содержатся сведения о методиках подготовки и исследования электрически неоднородной поверхности естественного скола (010) образцов кристаллов семейства TGS. Методом АСМ изучали образцы кристаллов различной предистории: свежевыращенных, отожженных, подвергнутых длительному старению без внешних воздействий при комнатной температуре, с различными примесями и облученных. Все эксперименты по подготовке и исследованию образцов выполнены в

контрольно-измерительном комплексе «TRACKPORE ROOM», что обеспечивало достоверность и воспроизводимость результатов по изучению доменной структуры водорастворимых кристаллов TGS.

В разделе 4.2 представлены результаты исследования сегнетоэлектрических доменов в кристаллах семейства TGS методами мультимодовой микроскопии. Установлено, что в контактном режиме АСМ (топография) линзовидные образования, имеющие форму сегнетоэлектрических доменов, визуализируются только в состаренных кристаллах. На границах таких образований фиксируется перепад высот микрорельефа: измеряемая высота ступени составляет 1–3 нм, ширина границы изменяется в пределах от 9 до 300 нм. На атомарно-гладких участках поверхности обнаружены округлые островки и ямки с фиксированной высотой (глубиной) ~0,63 нм, что согласуется с [1,2]. Сопоставление зеркальных сколов (+) и (–) показало, что островки и ямки зеркально не отображаются.

В прерывисто–контактном режиме АСМ топографические изображения одновременно несут информацию о микрорельефе и доменной структуре. Домены выделяются за счет своих ярко светящихся границ, контраст на которых определяется установочными параметрами режима (в данном случае от амплитуды колебаний кантилевера) и характеристиками зонда. При использовании зондов из Si измеряемая «высота» сигнала на доменной границе достигала 15,5 нм, а «ширина» – 2000 нм, с покрытием Pt – 4,5 и 700 нм, соответственно. Эффект отображения доменных границ на топографических изображениях объяснен вкладом в силовое взаимодействие атомов острия и поверхности электростатического поля, обусловленного наличием на поверхности сегнетоэлектрика связанного заряда. В этом случае измеряемые параметры доменной стенки не являются истинными. Изучено *in situ* движение доменных границ при нагреве кристалла и приложении поля. Начиная с 35°C до T_C (49,5 °C), происходит интенсивный процесс доменообразования, в то время как микрорельеф в виде островков и ямок

высотой (глубиной) $\sim 0,63$ нм остается неизменным при нагреве выше T_C и охлаждении до комнатной температуры. Продолжительная экспозиция при температуре 48°C приводит к уменьшению размеров доменов. Наличие ступеньки на границе реальных сегнетоэлектрических доменов противоположного знака (способных к переполяризации) в TGS в этом режиме не зафиксировано.

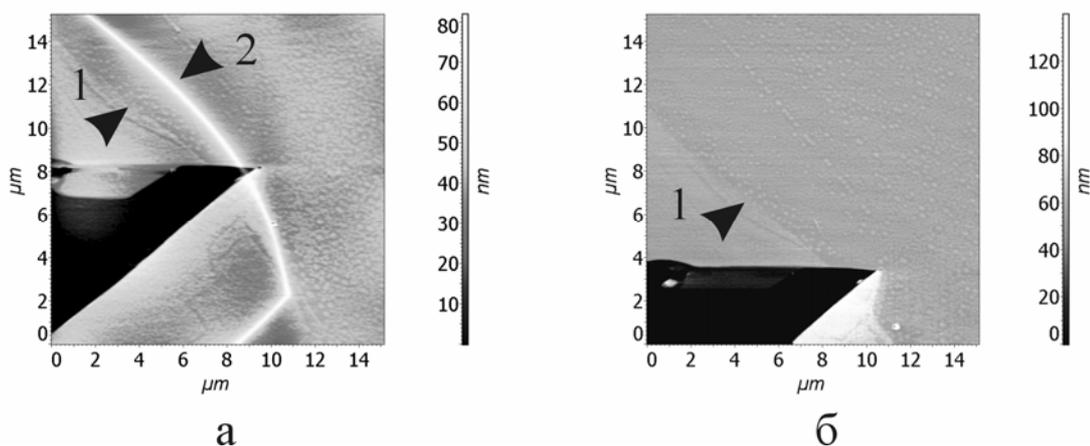


Рис.4 Топографические изображения одного и того же участка полярной поверхности скола состаренного кристалла TGS, полученные а — в прерывисто-контактном и б - в контактном режимах (зонд Si). Указаны границы реально существующего линзовидного домена (стрелка 2) и область «памяти» домена (стрелка 1)

В контактном и прерывисто-контактном режимах (топография) были получены изображения одного и того же участка поверхности кристалла TGS (рис.4). Показано, что одинаково отображается только рельеф поверхности, тогда как граница реального сегнетоэлектрического домена обнаруживается только в прерывисто-контактном режиме. Впервые в состаренных кристаллах в контактном и прерывисто-контактном режимах АСМ обнаружены участки «памяти доменов» – областей, неспособных к переполяризации при обычных воздействиях на кристалл и часто сохраняющих морфологию прежних линзовидных доменов. Установлено, что характерным отличительным признаком «памяти доменов» на топографических изображениях является контраст за счет разного уровня поверхности внутри линзовидного образования и вне его. Измеряемые перепад высот и ширина границы

линзовидных образований в данном случае оказываются характеристиками конкретного состаренного кристалла и не отражают параметров реально существующих доменов. Этим объясняется широкий разброс значений по ширине доменной границы (от 8 до 300 нм) и высоте ступеней на них, определяемый методом АСМ различными авторами.

Сегнетоэлектрические домены в кристаллах TGS были исследованы методами электростатической силовой микроскопии (ЭСМ), микроскопии пьезоотклика (МПО), сканирующей микроскопии Кельвина (СМК) и сканирующей резистивной микроскопией (СРМ) (последние два были применены в данной работе впервые). Было показано, что конфигурация границ реально существующих доменов одинаково отображается средствами различных электрических модификаций АСМ. Метод СМК позволил определить знак заряда на поверхности доменов, контраст на которых различается. В ЭСМ доменные стенки выявляются в виде ярко светящихся линий, контраст на положительном и отрицательном домене не отличается. В МПО контраст на доменах противоположного знака очень четкий и полностью отделен от контраста на рельефе; электростатическое взаимодействие между заряженной иглой и изменением поляризации поверхности образца пренебрежимо малы. Минимально измеряемая ширина доменной стенки по данным МПО составляет ~30 нм. Методом МПО подтвержден факт образования на поверхности состаренных кристаллов TGS отпечатков «памяти доменов». Впервые в режиме СРМ было получено изображение линзовидного сегнетоэлектрического домена с ярко выраженным контрастом на границах (рис.5). Согласно этим данным доменные границы обладают повышенной проводимостью. Измеряемая ширина доменных границ составляет ~ 400 – 500 нм.

Методом МПО изучено изменение доменной структуры TGS при нагреве до температуры 45 °С и выдержке во времени (через 77 мин от начала нагрева). Были сделаны расчёты скорости движения доменных стенок. Минимально наблюдаемый размер линзовидного домена в МПО

составляет 250 нм (по ширине линзы). Была изучена статическая доменная структура кристаллов LADTGS+ADP, DTGS, TGS+Cr. Полученные результаты микроскопических измерений согласуются с данными макроскопических измерений петель диэлектрического гистерезиса.

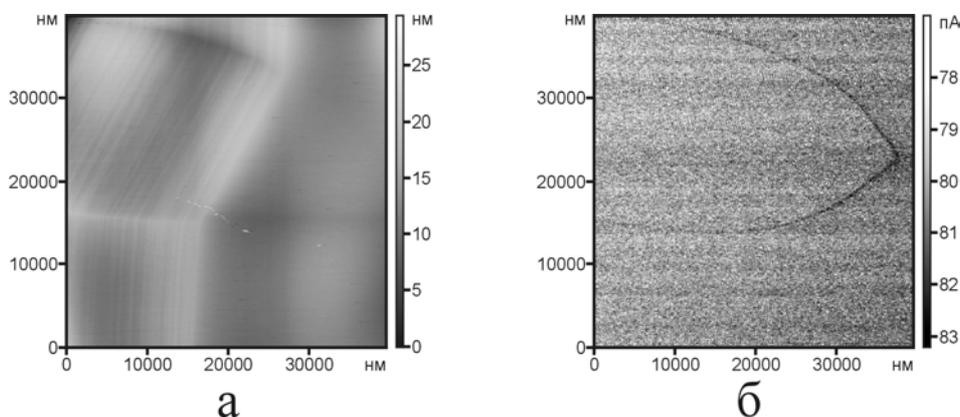


Рис.5 Изображения одного и того же участка поверхности кристалла TGS а - в режиме топографии, б - отображения сопротивления растекания. Метод СРМ

В разделе 4.3 представлены результаты исследования нанорельефа поверхности естественного скола (010) кристаллов TGS в различных режимах АСМ. Детально изучены округлые островки (ямки), размеры которых различаются в горизонтальном направлении, а высота или глубина, сохраняется фиксированной. Вопрос об их природе в литературе был дискуссионный: их считали либо элементами поверхности, деградирующей на воздухе после раскола, либо зародышами доменов противоположной полярности. В диссертационной работе доказано, что эти двумерные образования различных латеральных размеров и с высотой (глубиной) $\sim 0,63$ нм ($\sim \frac{1}{2}b$, b – параметр элементарной ячейки) являются устойчивой характерной деталью его нанорельефа, а не доменами. Они образуются как при раскалывании кристалла в сегнетофазе, так и под механическим воздействием кантилевера, и являются отражением реальной слоистой структуры кристалла TGS. Двумерные образования (монослои из однонаправленных диполей, повторяющие полярность матрицы) сохраняются неизменными в своих геометрических размерах при длительной

выдержке на воздухе при постоянной влажности и нагреве выше температуры Кюри, существуя независимо от внутренней доменной структуры и направления вектора поляризации, но могут изменяться под воздействием механических напряжений. Относительное увеличение влажности воздуха приводит к возрастанию латеральных размеров крупных островков при сохранении их высоты и исчезновению мелких островков с радиусами менее некоторого критического.

В разделе 4.4 проведено комплексное исследование объемной и поверхностной структуры кристаллов LADTGS+ADP, DTGS, TGS+Cr. С помощью рентгеноструктурного анализа были измерены параметры моноклинной элементарной ячейки образцов и показано, что введение примеси изменяет параметры кристаллической решетки TGS только в третьем знаке после запятой. Результаты измерений высоты выступов методом АСМ согласуются с результатами рентгеновского анализа для «чистых» и дефектных кристаллов по параметру b с точностью до второго знака после запятой. Впервые на субмикроскопическом уровне выявлено наличие связи поверхностного нанорельефа поверхности естественного скола (010) с объемной структурой сегнетоэлектрических кристаллов TGS с примесями внедрения и замещения. Плоскость спайности (010) характеризуется наибольшей ретикулярной плотностью атомов и наиболее информативна с точки зрения представления объема кристалла. Была проведена статистическая обработка размеров элементов рельефа (островков с одинаковой высотой $\sim 1/2b$). Анализ данных показал, что состояние нанорельефа отражает степень совершенства структуры примесных сегнетоэлектрических кристаллов TGS в объеме. Предложен новый способ качественной оценки степени совершенства и дефектности структуры кристаллов по данным АСМ, основанный на количественном анализе информативных метрических параметров (средний и максимальный диаметр островка и др.) двумерных образований на поверхности свежего скола.

Способ может быть использован для оценки кристаллов семейства TGS, выращенных со специально введенными примесями. Важным результатом изучения этих образцов является также подтверждение независимым методом (рентгеновский анализ) обоснованности использования кристаллов TGS в качестве эталонных структур для калибровки пьезосканера атомно-силового микроскопа по высоте в субнанометровом диапазоне размеров и распространение этого способа на кристаллы с примесями.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Решена проблема влияния окружающей воздушной среды на результаты измерений диэлектрических объемных и пленочных материалов методом атомно-силовой микроскопии. Для этого впервые в России разработан специализированный метрологический комплекс для АСМ, новые методики АСМ–исследования и система количественных характеристик, которые позволяют наиболее полно и адекватно описать свойства микрорельефа поверхности изучаемого объекта и установить взаимное соответствие с данными других методов диагностики. Развиты подходы к исследованию зарядово-неоднородной поверхности и получены новые данные о нанорельефе и доменной структуре сегнетоэлектрических кристаллов семейства триглицинсульфата.

1. Разработан проект и создан метрологический комплекс для атомно-силового микроскопии и зондовой нанотехнологии на основе чистых гермозон класса "TRACKPORE ROOM" с расширенными функциями по управлению искусственным климатом и повышенной виброзащитой. Комплекс обеспечивает близкие к идеальным условия для проведения АСМ–измерений на воздухе. В итоге снижаются погрешности при долговременных измерениях, обеспечивается стабильность температуры объекта, и минимизируются условия для появления артефактов. Экспериментально продемонстрированы возможности комплекса для проведения АСМ–измерений на широком круге объектов разной природы, имеющих различный

масштаб поверхностной структурной и зарядовой неоднородности (кристаллы семейства триглицинсульфата, бифталатов цезия и аммония; неорганические пленки: оксида титана, оксида кремния, оксида олова, оксида железа, никеля, поликремния и многослойные пленки оксида титана/оксида кремния; органические объекты: пленки белка, ЛБ–пленки полиимида, целлюлозы, полиэлектролитов; сверхгладкие подложки ситалла, кварца, лейкосапфира и стекла).

2. Впервые проведена систематизация и классификация артефактов топографических изображений в воздушной атомно-силовой микроскопии, которые разделены на три группы по значимости вклада основных источников их возникновения – прибор, оператор, объект (соответственно, инструментальные артефакты, артефакты режима и состояния). Экспериментально изучены специфические артефакты АСМ–изображений диэлектрических материалов органической и неорганической природы, источником которых является наличие статического электричества на исследуемой поверхности. Установлен критерий наличия статического заряда на поверхности диэлектрика, разработан новый эффективный неразрушающий способ снятия заряда, который позволяет снизить погрешности измерений методом АСМ и устранить характерные артефакты топографических изображений диэлектрических материалов. Впервые экспериментально изучено воздействие зонда АСМ на поверхность кристаллов триглицинсульфата и бифталатов (аммония и цезия).

3. Впервые в России разработана система метрических и фрактальных параметров для исследования и контроля поверхности материалов в нанометровом диапазоне размеров методом атомно-силовой микроскопии. Дана классификация метрических параметров (амплитудные, функциональные и пространственные); уточнены их математические модели и алгоритмы расчета. Разработана методика расчета двумерных корреляционных функций шероховатости, иерархической шероховатости в схеме “точка – зона сканера – пластина”, а также методика определения

пространственных параметров на основе трансформант Фурье для количественной интерпретации анизотропии поверхности методом АСМ. Проведена экспериментальная оценка ряда параметров и установлено соответствие результатов измерений по данным АСМ и электронной микроскопии.

4. Развита и уточнена методика комплексного исследования статистических свойств рельефа поверхности, позволяющая на основе расчета и анализа функций спектральной плотности мощности с высокой точностью определять параметры шероховатости наноструктурированных поверхностей. Сравнительные исследования шероховатости методами атомно-силовой микроскопии и рентгеновского рассеяния показали, что разброс параметров шероховатости для сверхгладких полированных пластин ситалла (с высотой шероховатости менее 1 нм), рассчитанных по данным разных методов, составляет 10%. Развита методика определения степени корреляции рельефов подложки и пленочного покрытия по данным АСМ, впервые определен критический масштаб корреляции подложки и пленочного покрытия, который не превышал 200 нм для наноструктурированных подложек различных типов.

5. Разработана комплексная методика исследования электрически-неоднородной поверхности на примере сегнетоэлектрического кристалла триглицинсульфата. Обоснован и апробирован комплекс методов мультимодовой АСМ для получения высококонтрастных изображений доменов в статике и динамике, измерения локальных электрических характеристик полярной поверхности и параметров доменной структуры. Впервые получены изображения сегнетоэлектрических доменов методами сканирующей микроскопии Кельвина и сканирующей резистивной микроскопии. Последние напрямую свидетельствуют о наличии у доменных стенок проводимости. В контактном режиме АСМ зарегистрирована минимальная ширина доменной стенки 9 нм, методом МПО – 30 нм, методом СРМ – 400 нм, методом ЭСМ – 100 нм. Измеряемая в АСМ ширина

доменной стенки зависит от применяемой методики и специфики взаимодействия зонда с поверхностью и варьируется от 9 до 2000 нм. Наиболее достоверные данные по ширине доменной стенки в кристаллах TGS дает метод МПО, и она составляет не более 30 нм.

6. Впервые детально исследован характерный нанорельеф на атомарно гладкой полярной поверхности естественного скола кристалла TGS (с размерностью $\frac{1}{2}b$, b – параметр элементарной ячейки); установлена его корреляция со степенью дефектности структуры кристаллов семейства TGS в объеме. Установлено постоянство с точностью до второго знака параметра $\frac{1}{2}b$ моноклинной элементарной ячейки кристаллов TGS независимо от наличия в них примесей и способа вхождения примеси в решетку, при этом данные АСМ подтверждены методом рентгеноструктурного анализа.

7. Разработан и запатентован способ калибровки пьезосканера атомно-силового микроскопа при измерениях в диапазоне высот до 3 нм, заключающийся в сканировании зондом ступенчатой поверхности эталонного образца – кристалла TGS, что имеет практическую значимость для создания новой эталонной базы в АСМ. Экспериментально изучено влияние влажности (20–65 отн.ед.) и температуры (23–80 °С) на стабильность нанорельефа поверхности кристалла TGS и подтверждена стабильность параметров тестовой структуры эталонного образца, обеспечивающая условия калибровки пьезосканера.

8. Комплексно исследована доменная структура TGS с примесью замещения (LADTGS+ADP, DTGS) и примесью внедрения (TGS+Cr). Методом МПО показано, что номинально чистые кристаллы TGS обладают характерной для них полосчатой доменной структурой, кристаллы LADTGS+ADP полностью монодоменные, а в DTGS и TGS+Cr присутствует небольшая доля линзовидных микродоменов размером, не различимых на оптическом уровне увеличения. Минимально наблюдаемый размер линзовидного домена для кристаллов TGS составляет по ширине 250 нм. Доменная структура кристаллов TGS с примесями, изученная на микроуровне методом МПО,

полностью согласуется с результатами макроскопических измерений петель $P-E$ гистерезиса.

Список цитируемой литературы

1. Eng L.M., Friedrich M., Fousek J., Günter P. Deconvolution of topographic and ferroelectric contrast by noncontact and friction force microscopy. // J. Vac. Sci. Technol. 1996. V.B14(2). P.1191-1196.
2. Ohgami J., Sugawara Y., Morita S., Nakamura E., Ozaki T. Determination of sign of surface of ferroelectric TGS using electrostatic force microscopy combined with the voltage modulation technique.// Jpn.J.Appl.Phys. 1996. V.35 (1). №5A. P.2731-2739.

Список работ автора по теме диссертации

- A1. **Толстихина А.Л.** Особенности структуры аморфных пленок оксида титана в зависимости от условий получения. / Толстихина А.Л., Сорокина К.Л. // Кристаллография. – 1996. – Т.41. – №2 – С.339-347.
- A2. Белугина Н.В. Исследование микрорельефа поверхности кристаллов сегнетоэлектриков ТГС и Rb_2ZnCl_4 методом атомно-силовой микроскопии./ Белугина Н.В., **Толстихина А.Л.** // Кристаллография. – 1996. – Т.41. – №6. – С.1072-1076.
- A3. **Толстихина А.Л.** Исследование поверхности пленок SnO_2 методами ДЭВЭО и АСМ. / **Толстихина А.Л.** // Изв. РАН. Сер. физ. – 1997. – Т.61. – №10. – С.1925-1930.
- A4. Арутюнов П.А. Сканирующая зондовая микроскопия (туннельная и силовая) в задачах метрологии нанoeлектроники. / Арутюнов П.А., **Толстихина А.Л.** // Микроэлектроника. – 1997. – Т.26. – №6. –С.426-439.
- A5. Арутюнов П.А. Конструктивные и электрофизические характеристики датчиков силы в атомно-силовой микроскопии. / Арутюнов П.А., **Толстихина А.Л.** // Микроэлектроника. – 1998. – Т.27. – № 4. – С.304-316.
- A6. Арутюнов П.А. Параметры шероховатости по данным измерений атомно-силового микроскопа. / Арутюнов П.А., **Толстихина А.Л.**, Демидов В.Н. // Микроэлектроника. –1998. – Т.27. – С.431-439.

- А7. Арутюнов П.А. Феноменологическое описание характеристик поверхности, измеряемых методом атомно-силовой микроскопии. / Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. // Кристаллография. – 1998. – Т.43. – №3. – С.524-534.
- А8. Арутюнов П.А. Система параметров для анализа шероховатости поверхности материалов в сканирующей зондовой микроскопии. / Арутюнов П.А., Толстихина А.Л., Демидов В.Н. // Законодательная и прикладная метрология. –1998. –№5. – С.14-20.
- А9. Беляев В.В. Строение упорядоченных полиэлектролитных пленок по данным атомно-силовой микроскопии и рентгеновской рефлектометрии. / Беляев В.В., Толстихина А.Л., Степина Н.Д., Каюшина Р.Л. // Кристаллография. –1998. – Т.43. – №1. – С.134-138.
- А10.Степина Н.Д. Структура пленок Ленгмюра-Блоджетт на основе ацетовалератов целлюлозы. / Степина Н.Д., Толстихина А.Л., Клечковская В.В., Беляев В.В., Фейгин Л.А., Хрипунов А.К., Лаврентьев В.К., Баклагина Ю.Г., Волков А.Я. // Изв. РАН. Сер. физ. – 1998. –Т.62. – №3. – С.492-495.
- А11. Арутюнов П.А. Система параметров для анализа шероховатости и микрорельефа в сканирующей зондовой микроскопии./ Арутюнов П.А., Толстихина А.Л., Демидов В.Н. // Заводская лаборатория. – 1999. – Т.65. – №9. – С.31-41.
- А12. Арутюнов П.А. Феноменологические характеристики для анализа шероховатости и микрорельефа поверхности материалов в сканирующей зондовой микроскопии. / Арутюнов П.А., Демидов В.Н., Щеглов Е.Г., Красивский И.Н., Толстихина А.Л., Гайнутдинов Р.В. // Изв. ВУЗов. Электроника. –1999. –№6. – С.89-94.
- А13. Арутюнов П.А. Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и наноэлектроники.(Обзор) Ч.1./ Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. // Микроэлектроника. – 1999. –Т.28. – №6. – С.405-414.

- A14. Арутюнов П.А. Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники. (Обзор) Ч.2./ Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. // Микроэлектроника. – 2000. – Т.29. – №1. – С. 13-22.
- A15. Белугина Н.В. Исследование топографии поверхности и доменной структуры кристаллов ТГС с различной степенью дефектности методом атомно-силовой микроскопии. / Белугина Н.В., Толстихина А.Л., Шикин С.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2000. – №2. – С.22-26.
- A16. Степина Н.Д. Структура пленок Ленгмюра-Блоджетт на основе амфифил-полимерных комплексов. / Степина Н.Д., Толстихина А.Л., Ключковская В.В., Фейгин Л.А., Тальрозе Р.В., Лебедева Т.Л., Шандрюк Г.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2000. – №2. – С.27-29.
- A17. Толстихина А.Л. Исследование морфологии пленок TiO_2 методом атомно-силовой микроскопии. / Толстихина А.Л., Арутюнов П.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2000. – №7. – С.67-70.
- A18. Каюшина Р.Л. Формирование и структурное исследование пленок иммуноглобулина М на твердых подложках. / Каюшина Р.Л., Толстихина А.Л., Степина Н.Д., Беляев В.В., Лапук В.А., Варламова Е.А. // Кристаллография. – 2000. – № 6. – С.1085-1090.
- A19. Tolstikhina A.L. AFM Characterization of domain structure of ferroelectric TGS crystals on a nanoscale. / Tolstikhina A.L., Belugina N.V., Shikin S.A. // Ultramicroscopy. – 2000. – V.82. – P.149-152.
- A20. Арутюнов П.А. Атомно-силовой микроскоп – универсальное средство измерения физических величин в мезоскопическом диапазоне длин. / Арутюнов П.А., Толстихина А.Л. // Датчики. – 2000. – №4. – С.39-48.
- A21. Белугина Н.В. Исследование влияния внешних воздействий на поверхность кристаллов триглицинсульфата методом атомно-силовой

микроскопии. / Белугина Н.В., **Толстихина А.Л.** // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. –2000. – №6. – С.72-78.

A22. **Толстихина А.Л.** О природе двумерных образований на полярной поверхности скола кристаллов ТГС. / **Толстихина А.Л.**, Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2000. – №12. – С.19-22.

A23. Арутюнов П.А. Определение пространственных параметров поверхности материалов по данным измерений трансформант Фурье в атомно-силовой микроскопии. / Арутюнов П.А., **Толстихина А.Л.** // Микроэлектроника. 2000. – Т.29. – № 6. – С.453-457.

A24. Belugina N.V. About the nature of two-dimensional formations at the polar surface of cleaved triglycine sulfate crystals. / Belugina N.V., **Tolstikhina A.L.**, Gainutdinov R.V. // Ferroelectrics. – 2001. – V.249 (3-4). – P.237-255.

A25. Белугина Н.В. Особенности строения полярной поверхности скола (010) сегнетоэлектрического кристалла ТГС по данным атомно-силовой микроскопии. / Белугина Н.В., **Толстихина А.Л.** // Кристаллография. – 2001. – Т.46. – № 5. – С.924-929.

A26. Feigin L.A. On the supramolecular organization of Langmuir-Blodgett cellulose acetate films / Feigin L.A., Klechkovskaya V.V., Stepina N.D., **Tolstikhina A.L.**, Khripunov A.K., Baklagina Yu.G., Volkov A.Ya., Antolini R. // Colloids and Surfaces A. – 2002. –V.198-200. – P.13-19.

A27. Ковальчук М.В. Атомно-силовая микроскопия в исследовании морфологии поверхности кристаллов и пленок / Ковальчук М.В., **Толстихина А.Л.** / Физика кристаллизации. К 100-летию Г.Г. Леммлейна. Сб. серии "Проблемы кристаллографии". М.: Наука, 2002. С.317-350.

A28. **Толстихина А.Л.** Об использовании естественной поверхности скола кристаллов со спайностью для калибровки пьезосканера атомно-силового микроскопа. / **Толстихина А.Л.**, Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В. //

Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2003. – № 3. – С.51-56.

A29. Сорокина К.Л. Модификация атомно-силовой микроскопии для изучения электрических свойств кристаллов и пленок. Обзор. / Сорокина К.Л., **Толстихина А.Л.** // Кристаллография. – 2004. – Т.49. – №3. – С.541-565.

A30. Степина Н.Д. Особенности формирования пленок Ленгмюра-Блоджетт из растворов гребнеобразных полимеров. / Степина Н.Д., Ключковская В.В., Янусова Л.Г., Фейгин Л.А., **Толстихина А.Л.**, Склизкова В.П., Хрипунов А.К., Баклагина Ю.Г., Кудрявцев В.В. // Кристаллография. – 2005. – Т.50. – №4. – С.665-675.

A31. Сорокина К.Л. Возможности атомно-силовой микроскопии для исследования электрических свойств поверхности. Обзор. / Сорокина К.Л., **Толстихина А.Л.** // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2006. – № 9. – С.32-43.

A32. Гайнутдинов Р.В. О некоторых особенностях АСМ изображений сегнетоэлектрических доменов в кристаллах ТГС. / Гайнутдинов Р.В., Белугина Н.В., **Толстихина А.Л.** // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2006. – №9. – С.15-19.

A33. Гайнутдинов Р.В. АСМ исследование структурообразования в ЛБ-пленках преполимера полиимиды. / Гайнутдинов Р.В., **Толстихина А.Л.**, Степина Н.Д., Мазурова О.М., Волков В.В., Склизкова В.П., Баклагина Ю.Г., Кудрявцев В.В. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2006. – №12. – С.53-58.

A34. Zhanaveskin M.L. The surface roughness investigation by the atomic force microscopy, X-ray scattering and light scattering. / Zhanaveskin M.L., Grishchenko Yu.V., **Tolstikhina A.L.**, Asadchikov V.E., Roshchin B.S., Azarova V.V. // SPIE – 2006. – V. 6260. – P. 62601(A-1) – 62601(A-9);

A35. Занавескин М.Л. Исследование шероховатости поверхности методами атомно-силовой микроскопии, рентгеновского рассеяния и

дифференциального рассеяния света./ Занавескин М.Л., Занавескина И.С., Рощин Б.С., Асадчиков В.Е., Кожевников И.В., Азарова В.В., Грищенко Ю.В., **Толстихина А.Л.** // Вестник московского университета. Серия 3. Физика. Астрономия. – 2006. – №.3. – С.80-82.

A36. Гайнутдинов Р.В. Критерии идентификации сегнетоэлектрических доменов в кристаллах ТГС по АСМ изображениям. / Гайнутдинов Р.В., Белугина Н.В., **Толстихина А.Л.**, Лысова О.А. // Кристаллография. – 2007. – Т.52. – № 2. – С.348-353.

A37.**Толстихина А.Л.** Специфические артефакты топографических изображений диэлектрических материалов в атомно-силовой микроскопии. / **Толстихина А.Л.**, Гайнутдинов Р.В., Занавескин М.Л., Сорокина К.Л., Белугина Н.В., Грищенко Ю.В. // Кристаллография. – 2007. – Т.52. – №5. – С.939-946.

A38. Занавескин М.Л. Связь шероховатости подложки с потерями света на интерференционных зеркальных покрытиях./ Занавескин М.Л., Рощин Б.С., Грищенко Ю.В., Азарова В.В., Асадчиков В.Е., **Толстихина А.Л.** // Кристаллография. – 2008. – Т.53. – №4. – С.730-736.

A39. Белугина Н.В. Атомно-силовая микроскопия поверхности зеркального скола дефектных кристаллов ТГС. / Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В., **Толстихина А.Л.** // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2008. – №.9. – С.9-13.

A40. **Толстихина А.Л.** Специфика исследований поверхности диэлектриков методом атомно-силовой микроскопии. / **Толстихина А.Л.**, Гайнутдинов Р.В., Занавескин М.Л., Сорокина К.Л., Белугина Н.В., Грищенко Ю.В. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2008. – №9. – С.48-52.

A41. Gaynutdinov R.V. Multimode atomic force microscopy of triglycine sulfate crystal domains structure. / Gaynutdinov R.V., Belugina N.V., **Tolstikhina A.L.**, Lysova O.A. // Ferroelectrics. – 2008. – V.368 (1). – P.42-48.

А42. **Толстихина А.Л.** Чистые боксы с искусственным климатом для атомно-силовой микроскопии: новые возможности для диагностики наноразмерных объектов. / **Толстихина А.Л.**, Гайнутдинов Р.В., Занавескин М.Л., Сорокина К.Л., Белугина Н.В., Грищенко Ю.В., Шестаков В.Д. // Микроэлектроника. – 2009. – №2– С.122-129.

А43. Овчинникова Г.И. АСМ–исследование микроволнового воздействия на водородосодержащий сегнетоэлектрик триглицинсульфат. / Овчинникова Г.И., Солошенко А.Н., Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В., **Толстихина А.Л.** // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2009. – №10. – С.24-28.

А44. **Толстихина А.Л.** Электричество под микроскопом. / **Толстихина А.Л.**, Сорокина К.Л., Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В. // Природа. – 2009. – №4. – С.18-27.

А45. Грищенко Ю.В. Влияние рельефа подложки на формирование многослойного пленочного покрытия./ Грищенко Ю.В., Занавескин М.Л., **Толстихина А.Л.** // Кристаллография. – 2010. – Т.55. – №1. – С.1269-1275.

А46. Белугина Н.В. Нанорельеф естественного скола кристаллов триглицинсульфата с примесями замещения и внедрения. / Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В., Ломакова Е.М., **Толстихина А.Л.**, Долбнина В.В., Сорокина Н.И., Алексеева О.А. // Кристаллография. – 2011. – Т.56. – №3. – С.373-379

Патенты

АП1. Способ калибровки пьезосканера атомно-силового микроскопа / **Толстихина А.Л.**, Белугина Н.В., Гайнутдинов Р.В. // Патент на изобретение №2179704 от 20.02.2002.

АП2. Способ повышения достоверности результатов исследования поверхности твердого тела методом атомно-силовой микроскопии. / Гайнутдинов Р.В., **Толстихина А.Л.**, Занавескин М.Л., Грищенко Ю.В., Белугина Н.В., Сорокина К.Л. // Патент на изобретение №2415444 от 27.03.2011.