Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет)» Физтех-школа физики и исследований им. Ландау Физтех-кластер академической и научной карьеры (Квантовые наноструктуры, материалы и устройства)

Направление подготовки / специальность: 03.03.01 Прикладные математика и физика Направленность (профиль) подготовки: Общая и прикладная физика

ХАРАКТЕРИСТИКИ АПЕРТУРНЫХ ЗОНДОВ ДЛЯ БЛИЖНЕПОЛЬНОЙ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ КОНУСОВ С МЕТАЛЛИЧЕСКИМ ПОКРЫТИЕМ

(бакалаврская работа)

Студент: Шулешко Андрей Владимирович

(подпись студента)

Научный руководитель: Барышев Александр Валерьевич, д-р физ.-мат. наук

(подпись научного руководителя)

Консультант (при наличии):

(подпись консультанта)

Москва 2024

Аннотация

В данной работе исследуются апертурные зонды для ближнепольной оптической микроскопии, разработанные по новой технологии, предложенной научной группой из Института нанотехнологий, электроники и приборостроения (г. Таганрог).

Основной целью исследования является апробация зондов и определение их основных оптических характеристик, таких как коэффициент пропускания и разрешающая способность. Для этого были задействованы как экспериментальные методы, так и компьютерное моделирование в среде Comsol Multiphysics. В работе проведены эксперименты с использованием спектроскопического комплекса Ntegra Spectra, интегрирующего атомносиловую, сканирующую ближнепольную, конфокальную микроскопии и оптическую спектроскопию.

Для оценки разрешающей способности апертурных зондов были проанализированы различные образцы в оптическом режиме и в режиме сканирования рельефа поверхности.

Результаты, полученные посредством моделирования в программе Comsol Multiphysics, показали качественное совпадение с экспериментальными данными.

Таким образом, данное исследование подтверждает эффективность предложенной технологии производства апертурных зондов с использованием фокусированного ионного пучка и раскрывает перспективы дальнейшего повышения разрешающей способности и улучшения оптических характеристик зондов для ближнепольной оптической микроскопии.

 $\mathbf{2}$

Оглавление

Введен	ие			5
Глава :	1. Об	зор литер	атуры	6
1.1.	История развития СБОМ			
1.2.	Технологии изготовления и типы зондов			
	1.2.1.	Волокони	ные зонды	7
	1.2.2.	Металли	зация	8
	1.2.3.	Формирс	вание апертуры ионным пучком	9
	1.2.4.	Электрох	кимически открывающиеся апертуры	9
	1.2.5.	Кантиле	зерные зонды	9
1.3.	Конфі	ригурации возбуждения и сбора излучения 1		
	1.3.1.	Простран	аственное разрешение в оптической микро-	
		скопии		11
	1.3.2.	Конфока	льная микроскопия	13
	1.3.3.	Основы	работы СБОМ и методы исследования ха-	
		рактерис	тик зондов	14
Глава	2. Oci	новная ча	асть работы	17
2.1.	Иссле	иедуемые зонды		
2.2.	Эксперимент			18
	2.2.1.	2.2.1. Экспериментальная установка		
	2.2.2.	Коэффициенты пропускания		
	2.2.3.	2.2.3. Разрешающая способность		
		2.2.3.1.	Граница металл-диэлектрик на примере плён-	-
			ки олова	26
		2.2.3.2.	Алюминиевая периодическая структура .	28
		2.2.3.3.	Периодическая структура из золота	30

$2.2.3.4.$ \downarrow	Доменная структура железоиттриевого гра-	
H	ната (YIG)	31
2.3. Моделирование		33
Заключение		37
Список литературы		39

Введение

Для проведения современных физических исследований необходимы высокоточные измерительные методики. В частности, высокие требования предъявляются к разрешающей способности оптических приборов. Разработанный в 80-х годах прошлого столетия метод сканирующей ближнепольной микроскопии позволил превысить разрешение классических оптических схем, что привело к развитию новых направлений изучения наномасштабных явлений.

Новые работы в области ближнепольной микроскопии направлены как на изучение физических явлений в наноструктурах [1], так и на улучшение самой методики: повышение разрешающей способности [2], развитие новых методов контроля положения кантилевера и стабилизации измерений [3]. Актуальными являются также задачи разработки методик изготовления зондов.

Научной группой из Института нанотехнологий, электроники и приборостроения (г. Таганрог) была предложена новая технология производства апертурных зондов с использованием фокусированного ионного пучка (ФИП) [4]. Целью данной работы является апробация изготовленных зондов и определение их основных оптических характеристик, а также нахождение оптимальных геометрических параметров зондов при помощи компьютерного моделирования. В ходе работы были установлены разрешающие способности и коэффициенты пропускания зондов. Результаты вычислений в среде моделирования Comsol Multiphysics качественно совпали с результатами экспериментов.

Глава 1

Обзор литературы

Сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ) является одной из методик зондовой микроскопии и предназначена для изучения поверхностей с субдифракционным разрешением.

Область применения СБОМ обширна. Во-первых, возможно получение оптических изображений на масштабе десятков нанометров, что находит применение в биофизике [5]. Для изучения спектральных свойств поверхностей применяется ближнепольная спектроскопия [6, 7]. С помощью СБОМ демонстрируются оптическая запись высокой плотности [8] и нанофотолитография [9].

Рассмотрим вначале историю развития СБОМ, затем перейдём к обсуждению волновой природы света и пределов разрешения. В завершение будут приведены основные способы изготовления зондов и оптические конфигурации.

1.1. История развития СБОМ

В 1928 году Э. Х. Синдж предложил идею использования небольшой апертуры для получения изображения поверхности с субволновым разрешением в оптической области электромагнитного излучения. В качестве апертуры было рассмотрено наноразмерное отверстие в металлической пластинке. Идея столкнулась с технологическими трудностями: невозможность изготовления отверстия нужного диаметра и контроля его перемещения над образцом [10]. В 1956 году Дж. А. О'Киф предлагает концепцию ближнепольной микроскопии, не зная о более ранних работах Синджа; он также указывает на трудности в управлении устройством [11]. Лишь в 1972 году Э. А. Эш и Г. Николс демонстрируют разрешение $\lambda/60$ с помощью сканирующего микроволнового микроскопа ближнего поля, используя излучения с длиной волны 3 см [12]. Наконец, с 1984 года появляются первые статьи о применении СБОМ в оптическом диапазоне, что вызывает всплеск интереса к этой области [13, 14].

1.2. Технологии изготовления и типы зондов

Независимо от того, используется зонд в качестве излучателя или приёмника, пространственное разрешение зависит от степени локализации излучения. Существует множество видов зондов, реализующих эту цель. Рассмотрим наиболее известные технологии изготовления.

1.2.1. Волоконные зонды

Исторически одним из первых методов изготовления был реализован метод травления. В работе [15] для травления оптического волокна из SiO₂, допированного GeO₂ (оболочка из SiO₂), используют раствор деионизованной воды, 50% плавиковой кислоты (HF) и фторида аммония (NH₄F). Из-за разности скоростей травления внутренней и внешней частей волокна на конце, погруженном в раствор, образуется конус. В данной работе были исследованы зависимости угла при вершине конуса от концентрации NH₄F и температуры раствора. Полученные значения лежат в диапазоне от 35° до 140°.

В другой технологии, называемой термовытягиванием, нагрев волокна происходит сфокусированным пучком CO₂ лазера. Длительности импульсов и режимы скоростей вытягивания подбираются в зависимости от ожидаемого диаметра апертуры, или угла раствора [16]. К недостаткам данной технологии относят появление плато на кончике изготавливаемого конуса (что ограничивает минимальный размер апертуры при напылении металлического покрытия), плохую воспроизводимость параметров зондов

7

и изменение профиля показателя преломления при производстве, что сильно влияет на модовый состав выходящего излучения и его поляризацию [17]. Характерный размер пятна, локализованного вблизи апертуры излучения, оценивается выражением $\lambda/2n_{tip}$, где n_{tip} — показатель преломления волокна, что накладывает ограничение на разрешающую способность [18]. Однако стоит отметить низкую шероховатость поверхности зондов, изготовленных термовытягиванием.

1.2.2. Металлизация

Для увеличения степени локализации поля используется методика напыления металлического слоя на поверхность зонда. В таких зондах по мере распространения к апертуре волноводные моды излучения отсекаются, остаётся лишь сильнолокализованная затухающая компонента. Для оптимизации параметров затухающего поля стремятся увеличить угол раствора зонда и коэффициент преломления материала волокна [19]. При этом точка, в которой происходит отсечка последней моды, приближается к апертуре. Также, в области отсечки часть энергии уходит на нагрев металла, что может привести к его разрушению или окислению и, как следствие, появлению паразитного пропускания через нанесённое покрытие. В качестве материала для металлизации обычно используют алюминий, так как он обладает достаточно низким коэффициентом пропускания в сравнении с рядом других металлов одинаковой толщины [20]. При термическом испарении алюминия диэлектрический зонд располагают под углом к потоку и вращают, вследствие чего и формируется апертура. Стоит отметить, что обычно при термическом напылении металл образует крупные, сравнимые с размером апертуры зёрна, что приводит к паразитным потерям через стенки зонда и невозможности подведения острия вплотную к поверхности образца [16, 21].

1.2.3. Формирование апертуры ионным пучком

При помощи фокусированного ионного пучка возможно срезать острие зонда, при этом поверхность среза получается достаточно ровной для подведения вплотную к поверхности [22]. Также, при помощи ФИП можно изготовить отверстие в сплошном слое алюминия, что было сделано в случае зондов, исследуемых в данной работе.

1.2.4. Электрохимически открывающиеся апертуры

Данные процедуры отличаются сравнительно низкой стоимостью и малым временем проведения. Первая технология основана на явлении электролиза в твёрдых электролитах. В аморфном веществе с высокой ионной проводимостью (AgPO₃ :AgI), от кончика зонда, покрытого серебром, к серебряному контакту возникает направленное движение ионов серебра, что приводит к появлению апертуры [23].

В другом способе апертура формируется при помощи окисления в воде лазерным излучением малой мощности. Зонд находится в воде на границе раздела со стеклом и нагревается за счёт поглощения энергии эванесцентной волны, создаваемой лазерным излучением, падающим под углом полного внутреннего отражения, в результате чего алюминий растворяется. В работе [24] утверждается, что процедура занимает около 5 секунд.

1.2.5. Кантилеверные зонды

Широкое распространение получили зонды, изготовленные на основе кантилеверов для атомно-силовой микроскопии (ACM). Один из первых опытов изготовления подобных устройств описан в работе [25]. Благодаря более деликатной обратной связи, поддерживающей меньшее механическое воздействие на острие, подобные зонды отличаются большей устойчивостью к механическим воздействиям, в отличие от хрупких волоконных,

9

а также лучшими оптическими характеристиками: большим коэффициентом пропускания, способностью сохранять поляризацию и форму импульса фемто-секундного лазера [26]. Кроме того, кремниевые пирамидальные зонды, покрытые слоем металла, демонстрируют высокую термоустойчивость [27], поэтому позволяют увеличить мощность входного лазерного излучения до нескольких десятков мВт, что на порядок превышает значения для волоконных зондов.

1.3. Конфигурации возбуждения и сбора излучения

Существует несколько схем ближнепольного оптического микроскопа, наиболее часто использующиеся в экспериментах показаны на рисунке 1.1. Излучение лазера локализуется в пространстве с использованием апертурного зонда в конфигурациях на отражение или на пропускание, причём зонд может быть как в роли излучателя, так и в роли приёмника. Существует также конфигурация, в которой зонд является одновременно излучателем и приёмником [28].



Рисунок 1.1. Режимы работы с апертурным СБОМ зондом: а) пропускание, б) сбор рассеянного излучения в прямую полусферу, в) в обратную полусферу, г) отражение.

Рассмотрим основные этапы регистрации оптического сигнала на примере схемы б):

1. Электромагнитная волна распространяется внутри зонда.

- 2. На субволновой апертуре трансформируется в локализованную затухающую волну.
- 3. Образец взаимодействует с полем затухающей волны и переизлучает свет в дальнее поле.
- 4. Это излучение собирается объективом и регистрируется фотоприёмником.
- 5. Зонд перемещается в следующую точку, таким образом сканируя образец.

Для интерпретации получаемых данных иногда может потребоваться численная модель, включающая не только изучаемую поверхность с распределением поля вблизи неё, но также и сам зонд. В нескольких работах были подробно исследованы принципы формирования изображения, а также причины возникновения оптических артефактов [29–31].

1.3.1. Пространственное разрешение в оптической микроскопии

В оптической микроскопии при исследовании объектов с субволновыми размерами для сбора рассеянного излучения используют системы линз и зеркал. При взаимодействии излучения с оптическими элементами конечного размера возникает дифракция, влияние которой на разрешение необходимо минимизировать. При прохождении параллельного пучка через линзу, помещённую за апертурой, в фокальной плоскости образуется диск Эйри (рис. 1.2). Распределение интенсивности в фокальной плоскости выражается следующей формулой:

$$I = 4I_0 \left(\frac{J_1(kR\sin\phi)}{kR\sin\phi}\right)^2,\tag{1.1}$$

где I_0 — интенсивность в максимуме, J_1 — функция Бесселя первого рода первого порядка, $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ — волновой вектор, λ — длина волны, R — размер

отверстия, ϕ — угол между оптической осью и прямой, проходящей через центр линзы и точку в фокальной плоскости.

Диаметр пятна Эйри равен удвоенной координате первого нуля функции 1.1. Вид пятна в плоскости, перпендикулярной оптической оси линзы, представлен на рисунке 1.2.



Рисунок 1.2. Распределение интенсивности в плоскости фокусировки: а) линейный масштаб, б) логарифмический масштаб.

Радиус центрального светлого диска равен:

$$r = \frac{0.61\lambda}{\mathrm{NA}} \tag{1.2}$$

где λ — длина волны излучения, NA = $n \sin \phi$ — числовая апертура (n — показатель преломления).

В 1896 г. Рэлеем был предложен критерий разрешения двух изображений от точечных некогерентных источников с одинаковой интенсивностью, согласно которому два пятна Эйри можно считать разрешимыми, если максимум одного совпадает с первым минимумом другого [32]. Таким образом, разрешение в плоскости изображения принимается равным расстоянию, вычисленному по формуле 1.2.

На рисунке 1.3 изображено изменение суммарной интенсивности двух пятен Эйри при их сближении.



Рисунок 1.3. Изменение суммарной интенсивности при сближении двух пятен Эйри. а) Пятна на достаточно большом расстоянии и различимы, б) пятна на расстоянии r, являющимся предельным для различения, в) все пятна на меньшем расстоянии, по критерию Рэлея, считаются неразличимыми.

1.3.2. Конфокальная микроскопия

В конфокальной микроскопии, по сравнению с классической, достигается чуть более высокое разрешение в плоскости образца и значительное увеличение контрастности изображения. При двукратном прохождении через объектив свет фокусируется в более узкое пятно, боковые лепестки которого к тому же имеют меньшую интенсивность, чем лепестки в пятне Эйри (рис. 1.2). Разрешающую способность такой системы можно определить по критерию, следующему из критерия Рэлея: интенсивность в минимуме между двумя пятнами составляет 74% от интенсивности в максимумах. При этом коэффициент перед дробью будет отличаться от соответственного в 1.3:

$$r = \frac{0.44\lambda}{\mathrm{NA}} \tag{1.3}$$

Разрешение значительно улучшается для двух точечных источников с сильно различающимися интенсивностями. На рисунке 1.4 продемострирован этот эффект. Если в пятне Эйри значение интенсивности во втором максимуме составляет 2% от интенсивности в главном максимуме и пятно от второго источника сильно размыто, то в конфокальной схеме это значение уменьшается до 0,04%.



Рисунок 1.4. a) Пятна Эйри от двух точечных источников разной интенсивности (отличие в 200 раз) после однократного прохождения излучением линзы, б) два изображения пятна при двукратном прохождении линзы.

1.3.3. Основы работы СБОМ и методы исследования характеристик зондов

Рассмотрим задачу о формировании ближнего поля на выходе из щели в идеально проводящем экране (рис. 1.5) [21]. В случае апертурного зонда качественные выводы также будут верны. Плоская волна с волновым вектором $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ падает перпендикулярно на экран. На выходе из апертуры волновые векторы имеют уже две компоненты k_z и k_{\parallel} . Для упрощения дальнейшего качественного рассмотрения предположим, что k_{\parallel} действительная величина, при этом k_z может иметь мнимую часть.

Тогда:



Рисунок 1.5. а) Плоская волна с длиной волны λ , падающая на щель размера a в идеально проводящем экране, испытывает дифракцию, б) случай большого отверстия, в) случай размера отверстия, сравнимого с длиной волны, г) случай отверстия размера много меньшего длины волны. γ — амплитуда электрического поля в плоскости щели с данным волновым вектором **k** с компонентами k_z и k_{\parallel} [21].

$$k_0 = k_z^2 + k_{\parallel}^2 \tag{1.4}$$

$$k_{z} = \begin{cases} \sqrt{k_{0}^{2} - k_{\parallel}^{2}}, k_{\parallel} \leq k_{0} \\ i\sqrt{k_{\parallel}^{2} - k_{0}^{2}}, k_{\parallel} > k_{0} \end{cases}$$
(1.5)

Размер отверстия определяет компоненту k_{\parallel} , для которой амплитуда поля $\gamma(k_z,k_{\parallel})$ достигает максимальных значений, поэтому соответствующая продольная компонента:

$$k_z = \sqrt{\left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2 - \left(\frac{2\pi}{a}\right)^2} \tag{1.6}$$

При $a \gg \lambda$ (рис. 1.5 а)) все компоненты действительные, их угловой разброс небольшой. При $a \approx \lambda$ наблюдается сильная дифракция (рис. 1.5 б)). В случае $a \ll \lambda$ значительная часть k_z становится мнимой, что отвечает затухающему полю.

Множество математических методов было использовано для расчётов различных характеристик системы зонд-образец. В работах [33, 34] была решена задача о дифракции света на круглом субволновом отверстии в тонком идеально проводящем экране. В настоящее время для численных расчётов применяется метод конечных разностей во временной области (FDTD) [35, 36].

Помимо интенсивности, апертура также может влиять на поляризацию выходящего излучения. Для контроля этих параметров и увеличения разрешающей способности были изготовлены и исследованы апертуры различных форм [37]. Для модификации зондов зачастую используется фокусированный ионный пучок. Были исследованы зонды с надрезами [38, 39], диэлектрические зонды с частичным покрытием металлом [40], апертуры в виде бабочек [41]. Бывает важно, например, какие компоненты электромагнитного поля наблюдаются в режиме сбора. Считается, что для стандартного конического зонда с металлическим покрытием и круглой субволновой диафрагмой регистрируются только проекции электрического поля, параллельные плоскости апертуры [42, 43]. Модифицированные же зонды и диэлектрические зонды без покрытия способны в значительной степени пропускать перпендикулярные компоненты [38, 44].

Глава 2

Основная часть работы

2.1. Исследуемые зонды

В данной работе исследовались зонды, изготовленные в Институте нанотехнологий, электроники и приборостроения (г. Таганрог) [4]. Уникальной является технология их производства, которая была отработана впервые. В качестве основы использованы стандартные безострийные кантилеверы, изготовленные из моно- или поликристаллического кремния и покрытые золотом, что обеспечивает отсутствие пропускания оптического излучения во всём диапазоне используемых длин волн (400-700 нм). Перечислим основные этапы изготовления СБОМ зонда:

- 1. Изготовление входного отверстия (диаметром 10 мкм) методом ионнолучевого травления пучком Ga⁺.
- Изготовление полого острия зонда из углеродных колец, последовательно формируемых друг на друге методом ионно-стимулированного осаждения из атмосферы C₁₄H₁₀.
- Нанесение на внешнюю поверхность зонда плёнки алюминия толщиной 100 нм для исключения паразитного пропускания света через зонд.
- 4. Травление отверстия выходной апертуры с использованием ФИП.

На рисунке 2.1 схематически представлен процесс изготовления, а также результат формирования конуса зонда и апертуры.

Были изготовлены два типа зондов с разными расстояниями от входного отверстия до края кантилевера (рис. 2.2).



Рисунок 2.1. a) Технология изготовления, б) конус зонда (SEM), в) входная апертура (SEM).



Рисунок 2.2. Два типа зондов, отличающихся расстоянием от края кантилевера до входного отверстия.

2.2. Эксперимент

2.2.1. Экспериментальная установка

Эксперименты проводились на установке Ntegra Spectra компании NT-MDT (рис. 2.3). В работе использовался лазерный источник суперконтинуума Fianium (рис. 2.4 а)), работающий на длинах волн 400-2400 нм, а также фильтр Photon Contrast (рис. 2.4 б)), покрыващий видимый диапазон.



Рисунок 2.3. Установка Ntegra Spectra [45].

Установка Ntegra Spectra позволяет проводить исследования как в режиме конфокальной микроскопии, так и при помощи зондовых методик. Основным элементом позиционирования зонда является сканирующая головка (рис. 2.5 а)). Зонд закрепляется на сапфировой подставке держателя при помощи зажимного устройства (рис. 2.5 б)). Грубое позиционирование осуществляется при помощи винтов на сканирующей головке, а прецизионное перемещение — с помощью встроенного лазера в схеме с обратной связью. Возможна работа как в полуконтактном, так и в контактном режиме.

Для определения местоположения зонда относительно исследуемой поверхности или относительно сфокусированного лазерного пучка использовалась видеокамера, а для регистрации выходящего из системы излучения — ПЗС-матрица, которая обладает большей чувствительностью в сравнении с фотоэлектронным умножителем. Общая схема установки приведена на рисунке 2.6. Лазерное излучение, выходящее из фильтра Photon, по волокну подводится к сканирующей головке снизу (цветная стрелка на



Рисунок 2.4. a) Источник суперконтинуума Fianium, б) фильтр Photon Contrast [45].

схеме). Выходящее из системы излучение попадает в оптическую схему Ntegra (чёрные стрелки), спектрометр и, наконец, на ПЗС-матрицу. Таким образом осуществляется запись спектра исследуемых точек поверхности образца.



Рисунок 2.5. а) Сканирующая головка, б) держатель для зонда [45].



Рисунок 2.6. Схема установки Ntegra Spectra [45].

2.2.2. Коэффициенты пропускания

Одной из важнейших характеристик зондов для сканирующей ближнепольной микроскопии является коэффициент пропускания. Эта величина определяется как отношение интенсивности падающего излучения на входное отверстие зонда к интенсивности излучения, выходящего из апертуры. В представленных результатах речь идёт о коэффициентах пропускания в дальней зоне, то есть интенсивность выходящего сигнала регистрируется на большом расстоянии от апертуры. Характерным здесь является расстояние, на котором значительно убывает интенсивность выходящего излучения (несколько нм). При проведении необходимых измерений использовался режим работы на пропускание (рис. 1.1 а)). Излучение из лазера по оптоволокну подводилось к объективу, находящемуся под зондом (рис. 2.6). После прохождения через конфокальный модуль и спектрометр излучение затем попадало на ПЗС-матрицу. Картирование распределения интенсивности в интересующей плоскости производилось при помощи подвижного зеркала. Времена накопления сигнала в каждой точке карты для всех случаев равны минимально возможному для Ntegra Spectra.

На рисунке 2.7 а) снимок пятна лазерного пучка, сфокусированного нижним объективом, на рисунке 2.8 а) карта интенсивности этой области в условных единицах. На 2.7 б) представлен снимок зонда, наведённого на пятно, а на 2.8 б) соответствующая карта интенсивности. В фокусе верхнего объектива схемы находится апертура зонда. Картирование для лазерного пятна из-за его высокой интенсивности во всех случаях производилось с использованием двух последовательно расположенных фильтров ND2 и NGG13. Для апертуры диаметром 160 нм измерения производились без использования этих фильтров, а для диаметра 300 нм использовался фильтр NGG13. Зависимости их коэффициентов пропускания от длины волны представлены на рисунке 2.9.



б)

Рисунок 2.7. a) Пятно сфокусированного лазерного пучка, б) выходящее из зонда излучение.

Карты были сделаны для двух зондов с диаметрами апертур 160 нм и 300 нм в диапазоне 444-687 нм с шагом 25 нм. Коэффициент пропускания рассчитывался по формуле:

$$P = \frac{\frac{I_{out}}{\alpha_{out}}}{\frac{I_{in}}{\alpha_{out}}}$$
(2.1)

где I_{out} и I_{in} — максимальное значение интенсивности среди всех пикселей

для карт апертуры и пятна лазерного луча соответственно, α_{out} и α_{in} – соответственные коэффициенты пропускания установленных фильтров.



Рисунок 2.8. а) Карта интенсивности для лазерного пучка в фокусе (перед ПЗС-камерой использованы фильтры ND2 и NGG13), б) карта интенсивности излучения после прохождения апертуры.



Рисунок 2.9. Пропускание фильтров ND2, NGG13 и их комбинации.

Полученные коэффициенты пропускания представлены на рисунке 2.10. Для каждой длины волны построены усреднённые величины и 95% доверительный интервал (в случае двух измерений доверительный интервал для среднего брался из группы точек со схожим разбросом). Согласно теории, коэффициент пропускания для малого круглого отверстия в бесконечно тонкой идеально проводящей пластине задаётся формулой [33]:

$$p = a^2 \frac{64}{27\pi} \left(\frac{2\pi a}{\lambda}\right)^4 \cdot \left(1 - \frac{3}{8}\sin\theta\right), \qquad (2.2)$$

где θ — угол падения плоской волны на пластину, λ — длина волны, a — радиус отверстия, $a \ll \lambda$.

Угол падения был принят равным нулю. В программе Origin экспериментальные данные аппроксимировались функцией a/x^b . Наиболее важным параметром, характеризующим поведение функции, является показатель степени b. Для обоих графиков были построены по три аппроксимирующие кривые, которые включают: 1 — весь набор точек, 2 — набор без коротких волн, 3 — набор без длинных волн. Для данных на графике 2.10 а) параметр b близок к 4, как и в формуле 2.2, на длинных волнах (для второй аппроксимации $b \approx 4, 8$). Это ожидаемо, так как для длинных волн лучше выполняется условие $a \ll \lambda$. Аппроксимация по всем точкам даёт $b \approx 6, 1$. Для зонда с апертурой 300 нм аппроксимация по трём наборам даёт значение параметра $b \approx 2$ (график 2.10 б)). Стоит отметить также, что зонды имеют металлическое покрытие толщиной 100 нм, что нарушает условие о бесконечно маленькой толщине непрозрачного слоя.



б)

Рисунок 2.10. Зависимости коэффициента пропускания от длины волны лазерного излучения для зондов a) NT10 с диаметром апертуры 160 нм и б) NT11 с диаметром апертуры 300 нм

2.2.3. Разрешающая способность

Другой важной характеристикой СБОМ зонда явлется разрешающая способность. Возможность получения карты рельефа одновременно с картой интенсивности относится к преимуществам кантилеверных СБОМ зондов, однако радиус закругления аттестуемых зондов достаточно большой (рис. 2.1 в)), поэтому латеральное разрешение для карты рельефа позволяет лишь идентифицировать область нахождения зонда и общий вид структуры. В ходе работы были получены изображения нескольких структур.

2.2.3.1. Граница металл-диэлектрик на примере плёнки олова

На оловянной плёнке пинцетом была сделана царапина. Острие зонда было расположено непосредственно над царапиной. При этом в контактном режиме в конфигурации на пропускание ожидаемого (в случае снятия олова до прозрачной диэлектрической подложки) скачка интенсивности на царапине на наблюдалось. При подведении крайней части кантилевера к краю царапины (рис. 2.11) и дальнейшем сканировании рельефа в контактном режиме было получено ACM изображение со скачком высоты. Таким образом, был сделан важный вывод о том, что касание происходит краем кантилевера, а не острием зонда.



Рисунок 2.11. Эксперимент по определению точки касания зондом поверхности.

В дальнейшем работа велась с кантилеверами, у которых расстояние от края кантилевера до центра входного отверстия меньше. Повторное кар-

тирование произведено уже другим зондом с диаметром апертуры 160 нм (рис. 2.12, 2.13). Значение Δx для карты рельефа оказалось достаточно большим (300 нм), что говорит о нечёткости границы металл-диэлектрик. Для карты интенсивности прошедшего излучения также закономерно получена большая величина Δx (450 нм), поэтому данный образец не может служить для оценки оптического разрешения СБОМ зонда.



Рисунок 2.12. а) Карта рельефа края царапины, б) высота вдоль линии на рисунке а).



Рисунок 2.13. а) Карта интенсивности прошедшего излучения для края царапины, б) интенсивность вдоль линии на рисунке а).

2.2.3.2. Алюминиевая периодическая структура

Коротко опишем процесс производства калибровочной структуры (производитель Kentax). На стеклянную подложку наносится монослой гексагонально упакованных полистирольных сфер. Этот слой используется в качестве маски для последующего напыления алюминия из газовой фазы. После удаления сфер на поверхности остаются алюминиевые островки треугольной формы. Заявленный период структуры 505 нм.

В качестве референсного изображения была получена карта рельефа при помощи коммерчесто ACM зонда, она представлена на рисунке 2.14. Разрешение составляет 80 нм. Несмотря на то, что граница алюминиевого островка не является идеально чёткой (вертикальной), сканирование коммерческим зондом показало, что структура подходит для оценки разрешения СБОМ зонда.



Рисунок 2.14. a) ACM изображение алюминиевой структуры, б) высота вдоль голубой линии на рисунке a).

СБОМ зонд с диаметром апертуры 160 нм использовался в конфигурации пропускания. В контактном режиме были получены карты рельефа ($\Delta x \approx 200$ нм) (рис. 2.15) и интенсивности прошедшего излучения ($\Delta x \approx$ 110 нм) (рис. 2.16). Значение $\Delta x \approx 110$ нм для СБОМ изображения является наименьшим среди Δx для всех исследованных структур, поэтому принимается в качестве оценки разрешения.

Важно, что область на рисунке 2.14 для наглядности была специально подобрана вручную, в действительности она может не совпадать с той, что изображена на рисунках 2.15-2.16, так как при смене зондов головка снималась, вследствие чего область сканирования могла сместиться. Это же замечание остаётся верным и для следующей структуры из золота.



Рисунок 2.15. a) Рельеф алюминиевой структуры, полученный СБОМ зондом, б) высота вдоль голубой линии на рисунке a).



Рисунок 2.16. a) СБОМ изображение алюминиевой структуры, полученное СБОМ зондом, б) интенсивность вдоль голубой линии на рисунке a).

2.2.3.3. Периодическая структура из золота

На прозрачную подложку нанесены полоски золота, образующие сетку с периодом 0,51 мкм. В качестве референсного изображения была получена карта рельефа при помощи коммерчего ACM зонда (рис. 2.17). Δx в этом случае равнялось 170 нм.

СБОМ зонд с диаметром апертуры 160 нм использовался в конфигурации пропускания. В контактном режиме были получены карты рельефа ($\Delta x \approx 180$ нм) и интенсивности прошедшего излучения ($\Delta x \approx 180$ нм). Они представлены на рисунках 2.17-2.19. СБОМ изображение качественно отличается от, например, соответственного для алюминиевой структуры. В областях с полосками золота наблюдается не минимум, а максимум интенсивности, что связано с явлением поверхностного плазмонного резонанса. Поэтому данная структура не подходит для аттестации разрешающей способности зонда.



Рисунок 2.17. a) ACM изображение структуры из золота, б) высота вдоль голубой линии на рисунке a).



Рисунок 2.18. a) Рельеф, полученный СБОМ зондом, б) высота вдоль голубой линии на рисунке a).



Рисунок 2.19. a) СБОМ изображение, полученное СБОМ зондом, б) интенсивность вдоль голубой линии на рисунке a).

2.2.3.4. Доменная структура железоиттриевого граната (YIG)

На поверхности монокристалла Gd₃Ga₅O₁₂ методом жидкофазной эпитаксии синтезирован слой (Bi, Gd, Lu, Ca)₃(Fe, Ga, Ge)₅O₁₂ толщиной 4-6 мкм [46]. Плёнка обладает магнитной доменной структурой. Домены с различной намагниченностью поворачивают линейную поляризацию падающего излучения на разные углы. Используя поляризатор для падающего на образец лазерного пучка, можно добиться наиболее высокого контраста между магнитными доменами. В качестве референсного было получено изображение в конфокальной схеме (рис. 2.20 а)). Изображение, полученное в контактном режиме с помощью СБОМ зонда с диаметром апертуры 160 нм, представлено на рисунке 2.20 б). Появление наблюдаемых на рисунке б) артефактов (раздвоение изображения) связано, предположительно, с переотражением излучения от зонда.

Также для этого образца были получены карты с помощью коммерческого СБОМ зонда с диаметром апертуры 100 нм. На рисунке 2.21 а) конфокальное изображение, на рисунке б) СБОМ изображение. На данных рисунках также наблюдаются артефакты, но они связаны с движением самого кантилевера и выбранным количеством точек. Из-за вышеперечисленных особенностей изображений оценка разрешения не имеет смысла.



Рисунок 2.20. a) Конфокальное изображение, б) СБОМ изображение, полученное зондом, изготовленным группой из Таганрога.



Рисунок 2.21. а) Конфокальное изображение, б) СБОМ изображение, полученное коммерческим зондом.

2.3. Моделирование

Расчёты производились в среде моделирования Comsol Multyphysics, модуль Wave Optics, Frequency domain. Для экономии вычислительных ресурсов и сокращения времени вычислений была выбрана осесимметричная постановка задачи (так как геометрия зонда обладает данной симметрией).

В качестве окружающей среды выбран воздух (показатель преломления n = 1, коэффициент экстинкции k = 0). Для уменьшения времени вычислений и требуемой памяти стенки зонда были окружены идеальным проводником, материал при этом не вводился в модель. Так как цель моделирования в данной работе — это оценка оптимальных параметров, то в геометрии зонда не учтена ступенчатая структура внутренней поверхности конуса (аморфный углерод достаточно сильно поглощает излучение в видимом диапазоне, чтобы в нашем приближении не учитывать отражение от горизонтальных поверхностей). На рисунке 2.22 представлены основные элементы модели.

Для исследования поляризационных свойств зонда на входной порт подаётся плоская волна с поляризацией, близкой к линейной $(\frac{E_x}{E_y} \gg 1)$.



Рисунок 2.22. 1 — идеально поглощающий слой (PML), 2 — полусфера, по которой велось суммирование компонент электрического поля в дальней области, 3 - порт падающей волны, 4 — стенки зонда из идеального проводника (PEC), 5 — апертура.

Для получения поляризации с выделенным направлением задача последовательно решается для двух плоских волн с противоположно направленными круговыми поляризациями. Отметим, что для входного порта модели выбран тип Domain-backed, пропускающий сквозь себя отражённые компоненты.

На рисунке представлены падающая плоская волна, распределение интенсивности и поляризация электрической компоненты в плоскости входного порта (для исключения интерференции с отражёнными компонентами геометрия зонда в данном случае исключена из модели, вместо неё введён идеально проводящий экран). Входная поляризация действительно имеет выделенное направление.

Для определения коэффициентов пропускания при помощи встроенной функции Surface Integration были найдены суммы компонент интенсивности по всем вершинам сетки в плоскости входного порта и на поверхности полусферы, удалённой от апертуры зонда (где ближнее поле не даёт



Рисунок 2.23. а) Плоская волна на входном порте, б) интенсивность электрического поля в плоскости входного порта, в) поляризация поля в плоскости входного порта.

вклада). На графике 2.24 представлены результаты двух расчётов. После проведения первого расчёта был замечен скачок коэффициента пропускания при переходе от 550 нм к 575 нм, а также немонотонность зависимости коэффициентов пропускания от длины волны. Для компенсации влияния дискретности сетки размеры конуса зонда были немного увеличены (преобразованием подобия). На графике были также заметны скачок коэффициента пропускания и немонотонность зависимости. Для последующего анализа были построены четыре кривые аппроксимации для разных наборов точек. Если для второго расчёта оставить точки, для которых коэффициент пропускания убывает монотонно с увеличением длины волны, получим кривую с наименьшим (среди данного набора кривых) коэффициентом детерминации и $b \approx 4$. При увеличении количества подобных расчётов стоит ожидать получения более достоверного значения показателя степени b. Отличие на один-два порядка для коэффициентов пропускания, предположительно, связано с тем, что в данной модели конус зонда окружён идеальным проводником.



Рисунок 2.24. Зависимость коэффициента пропускания от длины волны для модели зонда

Заключение

Целью данной работы являлось исследование апертурных зондов для ближнепольной оптической микроскопии, изготовленных по новой технологии, которая была представлена научной группой из Института нанотехнологий, электроники и приборостроения (г. Таганрог).

В ходе выполнения работы были освоены экспериментальные методики спектроскопического комплекса Ntegra Spectra, интегрирующего атомносиловую, сканирующую ближнепольную и конфокальную микроскопии и оптическую спектроскопию.

Для зондов с диаметрами апертур 160 нм и 300 нм получены зависимости коэффициента пропускания от длины волны излучения лазерного источника суперконтинуума. Для сравнения с теорией была введена формула этой зависимости в задаче о круглом отверстии в бесконечно тонком идеально проводящем экране. Для зонда с апертурой 160 нм эта зависимость оказалась близка к теоретической только для больших длин волн. Это связано с тем, что изначально теория была предложена для апертур с диаметром, много меньшим длины волны излучения. Для зонда с апертурой 300 нм зависимость отклоняется от теоретической на всём видимом диапазоне длин волн. Полученные коэффициенты пропускания соответствуют средним значениям для существующих коммерческих апертурных зондов.

Для оценки разрешающей способности СБОМ зондов был произведён анализ различных образцов в оптическом режиме и в режиме сканирования рельефа поверхности. Среди всех исследованных образцов оптимальной для определения разрешения оказалась алюминиевая периодическая структура на прозрачной подложке. Разрешение составило около 100 нм. У существующих апертурных зондов значение разрешения лежит в диапазоне от 50 нм до 100 нм.

В программе Comsol Multiphysics были получены коэффициенты про-

37

пускания для модели с геометрией, близкой к геометрии исследуемых зондов. Эффекты, связанные с дискретностью вычислительной сетки, оказали влияние на полученные зависимости коэффициента пропускания от длины волны, однако качественно результаты совпадают с результатами экспериментов.

Список литературы

- Stefan Stanciu et al. "Scattering-type Scanning Near-Field Optical Microscopy of Polymer-Coated Gold Nanoparticles". In: ACS Omega 7 (2022).
- [2] Li Long, Qiurong Deng, Rongtao Huang, Jiafang Li, and Zhi-Yuan Li. "3D printing of plasmonic nanofocusing tip enabling high resolution, high throughput and high contrast optical near-field imaging". In: *Light, science applications* 12 (2023), p. 219.
- [3] David Becerril Rodriguez et al. "Active stabilization of a pseudoheterodyne scattering scanning near field optical microscope". In: *Review of Scientific Instruments* 94 (2023).
- [4] Alexey Kolomiytsev, Alena Kotosonova, O. Ilin, Aleksandr Saenko, Artem Shelaev, and Alexander Baryshev. "Novel technology for controlled fabrication of aperture cantilever sensors for scanning near-field optical microscopy". In: *Micron* 179 (2024), p. 103610.
- [5] Anatoli Ianoul, Melissa Street, Donna Grant, John Pezacki, Rod S. Taylor, and Linda J. Johnston. "Near-Field Scanning Fluorescence Microscopy Study of Ion Channel Clusters in Cardiac Myocyte Membranes". In: *Biophysical Journal* 87.5 (2004), pp. 3525–3535.
- [6] Takayuki Umakoshi. "Near-field optical microscopy toward its applications for biological studies". In: *Biophysics and Physicobiology* 20 (2023).
- [7] Richard J. Hermann and Michael J. Gordon. "Nanoscale Optical Microscopy and Spectroscopy Using Near-Field Probes". In: Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering 9.Volume 9, 2018 (2018), pp. 365–387.

- [8] Jeongyong Kim, Ki-Bong Song, Kang-Ho Park, Hyo Lee, and Eunkyoung Kim. "Near-Field Optical Recording of Photochromic Materials Using Bent Cantilever Fiber Probes". In: Japanese Journal of Applied Physics 41 (2002), pp. 5222–5225.
- [9] David Richards and Franco Cacialli. "Near-Field Microscopy and Lithography of Light-Emitting Polymers". In: *Philosophical Transactions: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 362.1817 (2004), pp. 771– 786.
- [10] E.H. Synge. "XXXVIII. A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region". In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 6.35 (1928), pp. 356–362.
- [11] John Aloysius O'Keefe. "Resolving Power of Visible Light". In: J. Opt. Soc. Am. 46.5 (1956), pp. 359–359.
- [12] E.A. Ash and G. Nicholls. "Super-resolution aperture scanning microscope". In: *Nature* 237.5357 (1972), pp. 510–512.
- [13] A. Lewis, M. Isaacson, A. Harootunian, and A. Muray. "Development of a 500 Å spatial resolution light microscope: I. light is efficiently transmitted through /16 diameter apertures". In: Ultramicroscopy 13.3 (1984), pp. 227–231.
- [14] D. W. Pohl, W. Denk, and M. Lanz. "Optical stethoscopy: Image recording with resolution /20". In: Applied Physics Letters 44.7 (1984), pp. 651–653.
- B.A.F. Puygranier and Paul Dawson. "Chemical etching of optical fibre tips - Experiment and model". In: Ultramicroscopy 85 (2001), pp. 235– 48.

- [16] G. Valaskovic, Mark Holton, and G. Morrison. "Parameter control, characterization, and optimization in the fabrication of optical fiber near-field probes". In: *Applied optics* 34 (1995), pp. 1215–28.
- [17] Christoph Adelmann et al. "Experiments on the depolarization near-field scanning optical microscope". In: Applied Physics Letters 74 (1999), pp. 179–181.
- [18] Bert Hecht Lukas Novotny. "Principles of Nano-Optics". In: (2012).
- [19] L. Novotny, Dieter Pohl, and Bert Hecht. "Scanning near-field optical probe with ultrasmall spot size". In: Optics letters 20 (1995), p. 970.
- [20] U. Heisig S. Schiller. "Bedampfungstechnik Verfahren, Einrichtungen, Anwendungen". In: Stuttgart Wiss Verlagsges (1975).
- [21] Bert Hecht et al. "Scanning near-field optical microscopy with aperture probes: Fundamentals and applications". In: *The Journal of Chemical Physics* 112 (2000), pp. 7761–7774.
- [22] J.A. Veerman, A. Otter, Laurens Kuipers, and Niek Van Hulst. "High definition aperture probes for near-field optical microscopy fabricated by focused ion beam milling". In: *Applied Physics Letters* 72 (1998), pp. 3115–3117.
- [23] A.H. Bouhelier, Julien Toquant, H.G. Tamaru, H.-J Güntherodt, Dieter Pohl, and Gerburg Schider. "Electrolytic formation of nanoapertures for scanning near-field optical microscopy". In: *Applied Physics Letters* 79 (2001), pp. 683–685.
- [24] D. Haefliger and A. Stemmer. "Subwavelength-sized aperture fabrication in aluminum by a self-terminated corrosion process in the evanescent field". In: *Applied Physics Letters* 80 (2002), pp. 3397–3399.

- [25] Jeffrey Krogmeier and Robert Dunn. "Focused ion beam modification of atomic force microscopy tips for near-field scanning optical microscopy". In: Applied Physics Letters 79 (2002), pp. 4494–4496.
- [26] Paolo Biagioni et al. "Unexpected polarization behavior at the aperture of hollow-pyramid near-field probes". In: Applied Physics Letters 87 (2005), pp. 223112/1–223112/3.
- [27] Yang Jiang, An Wang, Bin Ren, and Zhong-Qun Tian. "Cantilever Tip Near-Field Surface-Enhanced Raman Imaging of Tris(bipyridine)ruthenium(II) on Silver Nanoparticles-Coated Substrates". In: Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids 24 (2008), pp. 12054–61.
- [28] T. Saiki and K. Matsuda. "Near-field optical fiber probe optimized for illumination-collection hybrid mode operation". In: Applied Physics Letters 74 (1999), pp. 2773–2775.
- [29] Bert Hecht, H. Bielefeldt, Y. Inouye, Dieter Pohl, and L. Novotny.
 "Facts and artifacts in near-field optical microscopy". In: *Journal of Applied Physics* 81 (1997), pp. 2492–2498.
- [30] Jean-Jacques Greffet and Rémi Carminati. "Image formation in nearfield optics". In: Progress in Surface Science 56 (1997), pp. 133–237.
- [31] Oliver Fenwick, Gianluca Latini, and Franco Cacialli. "Modelling topographical artifacts in scanning near-field optical microscopy". In: Synthetic Metals 147 (2004), pp. 171–173.
- [32] Lord Rayleigh. "On the theory of optical images with special reference to the microscope". In: *Philos Mag.* 5 (1896), pp. 167–195.
- [33] H. Bethe. "Theory of Diffraction by Small Holes". In: *Physical Review* 66 (1944), p. 163.
- [34] C.J. Bouwkamp. "On Bethe's theory of diffraction by small holes". In: *Philips Research Reports* 5 (1950), pp. 321–332.

- [35] Tomasz Antosiewicz and Tomasz Szoplik. "Description of near- And far-field light emitted from a metal-coated tapered fiber tip". In: Optics express 15 (2007), pp. 7845–52.
- [36] Daniel Ploss, Arian Kriesch, Hannes Pfeifer, Peter Banzer, and Ulf Peschel. "Generation and subwavelength focusing of longitudinal magnetic fields in a metallized fiber tip". In: Optics Express 22 (2014), pp. 13744–13754.
- [37] Monika Fleischer. "Near-field scanning optical microscopy nanoprobes".In: Nanotechnology Reviews 1 (2012).
- [38] Matteo Burresi et al. "Probing the Magnetic Field of Light at Optical Frequencies". In: Science (New York) 326 (2009), pp. 550–3.
- [39] Salvatore Patane, Eugenio Cefali, S Spadaro, R Gardelli, Matteo Albani, and M. Allegrini. "Polarization-maintaining near-field optical probes". In: *Journal of microscopy* 229 (2008), pp. 377–83.
- [40] Wei Bao et al. "Mapping Local Charge Recombination Heterogeneity by Multidimensional Nanospectroscopic Imaging". In: Science (New York, N.Y.) 338 (2012), pp. 1317–21.
- [41] Liang Wang and Xianfan Xu. "High transmission nanoscale bowtieshaped aperture probe for near-field optical imaging". In: Applied Physics Letters 90 (2007), p. 261105.
- [42] B. Feber, N. Rotenberg, Daryl Beggs, and Laurens Kuipers. "Corrigendum: Simultaneous measurement of nanoscale electric and magnetic optical fields". In: *Nature Photonics* 8 (2013), pp. 43–46.
- [43] Hyun Woo Kihm и др. «Optical magnetic field mapping using a subwavelength aperture». В: *Opt. Express* 21.5 (2013), с. 5625—5633.

- [44] Thierry Grosjean, Mathieu Mivelle, and Geoffrey Burr. "Polarizationdependent extraction properties of bare fiber probes". In: *Optics letters* 35 (2010), pp. 357–9.
- [45] "NTEGRA Spectra Probe NanoLaboratory, Instruction Manual". In: NT-MDT (Zelenograd) (2011).
- [46] Yu. E. Vysokikh et al. "Magnetic domain structure investigation of Bi: YIG-thin films by combination of AFM and cantilever-based aperture SNOM". In: J. Phys.: Conf. Ser. (2016), p. 741.