

Магнитно-силовая микроскопия поверхности

И.В.Яминский, А.М.Тишин

Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, Химический факультет
119899 Москва, Ленинские горы, факс (095) 939–0174

Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, Физический факультет
119899 Москва, Ленинские горы, факс (095) 932–8820

Рассмотрен принцип работы магнитно-силового микроскопа. Охарактеризованы основные области применения магнитно-силовой микроскопии. Показана перспективность этого метода для решения задач материаловедения, наиболее актуальной среди которых является создание магнитных носителей информации со сверхплотной записью. Отмечены уникальные возможности исследования наноструктур, открывающиеся при сочетании магнитно-силовой микроскопии с методами электронного спинового и ядерного магнитного резонансов. Особое внимание уделено описанию техники эксперимента.

Библиография — 27 ссылок.

Оглавление

I. Введение	187
II. Принцип работы магнитно-силового микроскопа	189
III. Области применения магнитно-силовой микроскопии	189
IV. Магнитно-резонансная силовая микроскопия	191
V. Заключение	192

I. Введение

Интерес к магнитно-силовой микроскопии обусловлен ее уникальными возможностями, позволяющими решать проблемы в области как фундаментальных, так и прикладных исследований. К последним относится, например, разработка современных нанотехнологий. В химии магнитно-силовая микроскопия незаменима при изучении морфологии, структуры и свойств нанокompозитных материалов с магнитными включениями. Особое значение магнитно-силовая микроскопия имеет при исследовании магнитных свойств наноструктур, в частности для обнаружения размерных и квантовых эффектов. В методе магнитно-силовой микроскопии сочетаются современная техника магнитных измерений и уникальные возможности зондовой микроскопии.

Первый из зондовых микроскопов — сканирующий туннельный микроскоп — позволил исследовать проводящую поверхность, а также производить ее направленную модификацию на уровне отдельных атомов и молекул.¹ Этот микроскоп стал родоначальником семейства зондовых микроско-

пов, среди которых наибольшее распространение получили атомно-силовой микроскоп² и его разновидности.³

В сканирующем зондовом микроскопе имеется миниатюрный зонд, с помощью которого прецизионная механическая система осуществляет сканирование поверхности. При этом электронная система микроскопа регистрирует определенные характеристики взаимодействия зонда и исследуемой поверхности. Например, в туннельном микроскопе такой характеристикой может быть величина туннельного тока между металлическим острием и поверхностью проводника, в атомно-силовом микроскопе — сила взаимодействия между заостренной иглой из твердого материала и поверхностью образца. Атомно-силовой микроскоп, по сути, является чувствительным профилометром — прибором для измерения шероховатости и рельефа поверхности, и его даже можно в некотором смысле считать «дальним родственником» граммафона с алмазной иглой.

Пространственное разрешение туннельного и атомно-силовых микроскопов выше 1 Å, т.е. они позволяют увидеть отдельные атомы и молекулы на поверхности различных материалов. В качестве примера на рис. 1 и 2 приведены изображения различных поверхностей, полученные с помощью сканирующего туннельного и атомно-силовых микроскопов.⁴

Мартин и Викрамасингх⁵ усовершенствовали атомно-силовой микроскоп с целью исследования магнитных свойств поверхности с субмикронным пространственным разрешением. В качестве зондирующего острия было предложено использовать микроиглу из ферромагнитного материала и измерять величину магнитной силы, действующей на этот микромагнит, вблизи поверхности магнитного образца. Эта модификация атомно-силовых микроскопов называется магнитно-силовым микроскопом. Дальнейшие этапы развития магнитно-силовой микроскопии неоднократно освещались в литературе (см., например, работу⁶).

И.В.Яминский. Доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник кафедры высокомолекулярных соединений химического факультета МГУ. Телефон: (095) 939–1009

Область научных интересов: сканирующая зондовая микроскопия, наноструктуры, биополимеры.

А.М.Тишин. Доктор физико-математических наук, доцент кафедры общей физики для естественных факультетов физического факультета МГУ. Телефон: (095) 939–3119.

Область научных интересов: магнетизм наноразмерных систем, магнитные фазовые переходы, магнитно-тепловые и магнитно-упругие явления.

Дата поступления 5 сентября 1998 г.

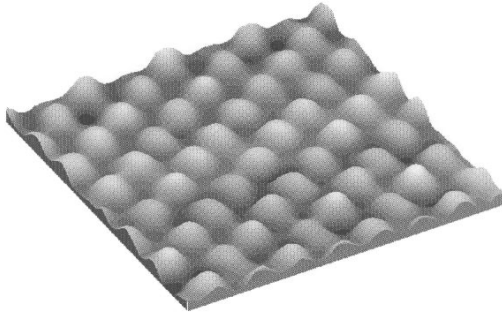


Рис. 1. Поверхность пиролитического графита. Размер сканируемой области $2 \times 2 \text{ нм}^2$; использовался сканирующий туннельный микроскоп «Скан-8», разработанный «Центром перспективных технологий», Москва.

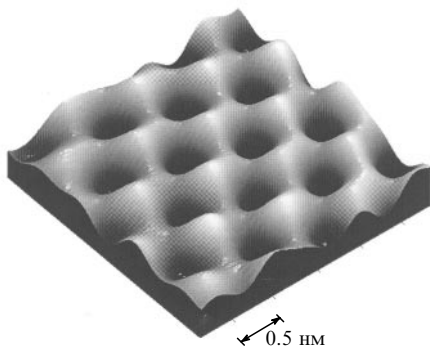


Рис. 2. Поверхность слюды. Использовался атомно-силовой микроскоп «Nanoscope» фирмы «Digital Instruments», США.

Рассмотрим подробнее особенности работы атомно-силового и магнитно-силового микроскопов. Наивысшее пространственное разрешение — атомное или молекулярное — в атомно-силовом микроскопе достигается в контактном режиме, когда игла касается поверхности исследуемого образца. В различных режимах прерывистого контакта разрешение атомно-силового микроскопа, как правило, падает. Однако устойчивое атомное разрешение может быть получено и в режиме прерывистого контакта, но в условиях сверхвысокого вакуума.⁷ В режиме прерывистого контакта упругая микроконсоль (кантилевер), на которой закреплена игла, совершает резонансные колебания вблизи поверхности образца. Кантилевер представляет собой механический резонатор, подобный миниатюрному камертону. При приближении кантилевера к поверхности силовое воздействие с ее стороны может приводить к дополнительному затуханию колебаний кантилевера. В обычных лабораторных условиях вязкость воздуха и наличие адсорбированной пленки воды на поверхности оказывают негативное влияние на точность измерений. В вакууме эти возмущающие факторы устранены, что позволяет поддерживать силу взаимодействия между зондом и образцом на минимальном уровне, а в результате — увеличить пространственное разрешение вплоть до атомного.⁸

В бесконтактном режиме работы атомно-силового микроскопа силы, действующие на иглу, обусловлены ван-дер-ваальсовым взаимодействием.

В магнитно-силовом микроскопе к действующим на иглу силам добавляются также магнитные силы. При удалении иглы от поверхности на расстояние $10 - 50 \text{ нм}$ универсальное ван-дер-ваальсово притяжение практически полностью исче-

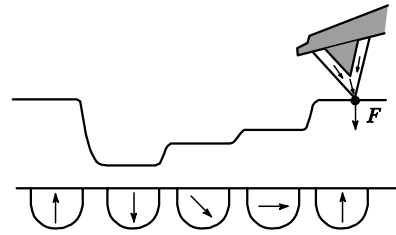


Рис. 3. Схема, иллюстрирующая действие магнитной силы на микроострие магнитно-силового микроскопа. Стрелки внизу показывают ориентацию магнитных доменов на поверхности образца.

зает, и силовое воздействие на иглу оказывают в основном магнитные силы. В этом случае отклонение иглы от прямолинейного движения обусловлено именно магнитным взаимодействием (рис. 3). В силу малых размеров иглу магнитно-силового микроскопа можно аппроксимировать магнитным диполем. Сила F , действующая на иглу, определяется соотношением

$$F = m_0 \text{grad} H, \quad (1)$$

где m_0 — магнитный момент иглы, H — напряженность магнитного поля.

Магнитное микровключение в образце будет создавать вокруг себя магнитное поле, напряженность которого на расстоянии R от него равна

$$H(R) = \frac{3r(\mathbf{r}m) - m}{R^3}, \quad (2)$$

где $\mathbf{r}$ — единичный радиус-вектор вдоль выбранного направления, m — магнитный момент микровключения.

Сила взаимодействия между иглой микроскопа и магнитным микровключением с учетом уравнений (1) и (2) равна

$$F = \text{grad} \left[\frac{3(\mathbf{r}m)^2 - mm_0}{R^3} \right]. \quad (3)$$

Соотношение (3) можно использовать для оценочного расчета. Предположим, что оба дипольных момента имеют одинаковую вертикальную (в направлении оси z) ориентацию, тогда сила взаимодействия между ними равна

$$F_z = -\frac{6m_0m}{z^4},$$

а величина градиента силового поля —

$$\frac{dF_z}{dz} = \frac{24m_0m}{z^5}.$$

Например, для двух микрочастиц железа диаметром 10 нм ($m_0 = m \simeq 9 \cdot 10^{-29} \text{ А} \cdot \text{м}^2$), расположенных на расстоянии 10 нм , значение магнитной силы взаимодействия составляет $\sim 4.9 \cdot 10^{-11} \text{ Н}$, а градиент силы — $\sim 1.9 \cdot 10^{-2} \text{ Н} \cdot \text{м}^{-1}$. Именно такого порядка величины регистрирует магнитно-силовой микроскоп.

Сравнительный анализ различных методов, используемых для изучения магнитных свойств поверхности, показывает, что магнитно-силовая микроскопия при высокой чувствительности к магнитному потоку (на уровне 10^{-4} Тл) позволяет получить рекордное пространственное разрешение по сравнению с другими методами магнитных измерений.⁹ Магнитно-силовой микроскоп лишь незначительно уступает сканирующему сквиддовому микроскопу по чувствительности к магнитному потоку.¹⁰

II. Принцип работы магнитно-силового микроскопа

Блок-схема механической части магнитно-силового микроскопа представлена на рис. 4, *a*. Образец размещается на пьезосканере, обеспечивающем его перемещение в пространстве по трем координатам. Такой пьезосканер обычно представляет собой тонкостенную трубку из пьезокерамики с нанесенной на нее системой металлических электродов. Электрическое напряжение, прикладываемое к этим электродам, приводит к изменению геометрических размеров трубки вследствие обратного пьезоэффекта. Пьезосканер отличается высокой жесткостью и, следовательно, невосприимчивостью к сейсмическим и звуковым помехам, прост в управлении, долговечен. Эти достоинства и определили широкое применение данной конструкции пьезосканера в практических схемах микроскопов. Недостатками такого пьезосканера являются погрешности перемещений, обусловленные, например, нелинейностью свойств материала, из которого изготавливают пьезосканеры. Неточность перемещения объекта можно уменьшать программным способом, прикладывая управляющее напряжение к электродам пьезосканера в соответствии со специальными корректирующими алгоритмами. В метрологических системах применяют дополнительные емкостные или оптические датчики, обеспечивающие линейность перемещений образца. Диапазоны перемещений различных пьезосканеров — от 1 до 250 мкм в плоскости образца (по координатам x и y) и от 1 до 15 мкм по нормали (координате z).

В магнитно-силовом микроскопе кантилевер размещается над образцом. Магнитная сила F , действующая на иглу, приводит к изгибу кантилевера и вертикальному перемещению иглы (рис. 4, *b*). В соответствии с законом Гука это перемещение определяется механической жесткостью кантилевера, типичные значения которой $0.1 - 10 \text{ Н} \cdot \text{м}^{-1}$.

Изгиб кантилевера регистрируют с помощью датчика малых перемещений. Среди различных датчиков (емкостных, индуктивных, туннельных и пр.) наибольшее практическое применение нашел оптический. Он регистрирует угловые перемещения светового луча, отраженного от поверхности кантилевера. Лазерный луч фокусируется на отражающую поверхность свободного (незакрепленного) конца кантилевера, а измененное положение отраженного луча, свидетельствующее об изгибе кантилевера, определяется с помощью двухсекционного фотодетектора по разностной схеме.

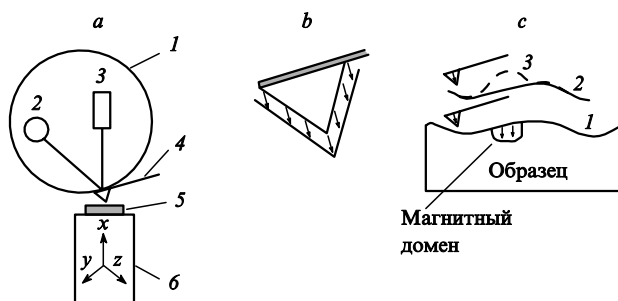


Рис. 4. Блок-схема механической системы магнитно-силового микроскопа (*a*), игла кантилевера с ферромагнитным покрытием (*b*) и траектория движения микроострия (*c*).

a: 1 — датчик малых перемещений, 2 — фотодетектор, 3 — лазер, 4 — кантилевер, 5 — образец, 6 — пьезосканер; *c*: 1 — траектория при регистрации профиля поверхности, 2 — траектория при записи магнитного профиля, 3 — отклонения от выбранной траектории в результате взаимодействия микроострия с магнитным доменом образца.

При сканировании образцов в реальных условиях эксперимента (относительное перемещение зонда и исследуемой поверхности) зонд последовательно оказывается над каждой областью поверхности, и измерительная система регистрирует суммарную силу взаимодействия в системе зонд — образец. Результаты измерений после обработки на компьютере выводятся на экран монитора и представляют собой трехмерные изображения поверхности. Если в процессе сканирования прогиб кантилевера поддерживается постоянным, то полученные изображения соответствуют поверхностям постоянной силы. Такой режим называется «режимом постоянной силы». В другом режиме — «режиме отклонений» — кантилевер перемещается в горизонтальной плоскости над образцом, при этом регистрируют величину изгиба кантилевера, которая пропорциональна силе, действующей на острие.

При сканировании шероховатой поверхности необходимо отделить вклад, обусловленный геометрическим рельефом, от вклада магнитных сил. Для этого во время сканирования игла проходит по одному и тому же месту дважды. Первый раз она движется по поверхности образца в контакте с ним, при этом компьютер запоминает траекторию движения иглы, которая соответствует профилю исследуемой поверхности. Магнитные свойства образца (если пренебречь деформациями поверхности, которые, как правило, невелики) не влияют на наблюдаемую траекторию. Второй раз микроконсоль проходит по запомненной траектории над тем же участком поверхности, не соприкасаясь с образцом. При повторном движении на иглу действуют уже не контактные силы, как в первом случае, а дальнodelствующие. Отклонение иглы от заранее обусловленной траектории будет определяться магнитными свойствами образца (рис. 4, *c*). В реальных экспериментах для достижения максимальной чувствительности кантилевер приводят в колебания на собственной резонансной частоте, и игла также проходит образец дважды — первый раз по поверхности в режиме прерывистого контакта, второй раз — при свободных колебаниях на удалении от поверхности. Регистрация амплитуды, фазы или частоты колебаний дает более точную информацию о магнитных включениях (доменах, кластерах) в исследуемом объекте.

III. Области применения магнитно-силовой микроскопии

Магнитно-силовой микроскоп применяют при разработке материалов для магнитных носителей информации (магнитных лент, винчестеров, магнитооптических дисков^{11, 12} и пр.¹³), используют при оптимизации режимов записи магнитных головок,¹⁴ для изучения структуры и свойств наночастиц, сплавов,¹⁵ нанокompозитных материалов и тонких пленок,¹⁶ при разработке методов сверхплотной записи информации,¹⁷ в изучении сверхпроводников, в биологических и геофизических исследованиях. Он позволяет увидеть отдельные магнитные области в материале, размер которых

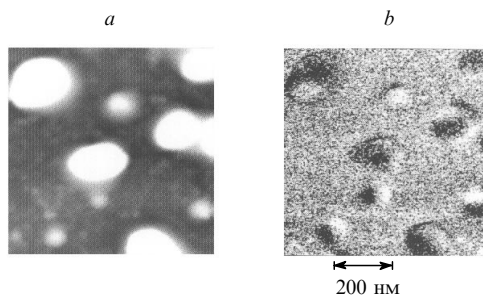


Рис. 5. Микротопографическое (*a*) и соответствующее ему магнитное (*b*) изображение частиц никеля.

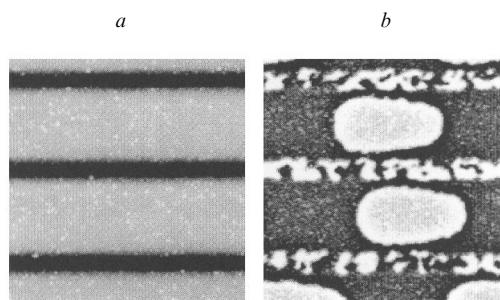


Рис. 6. Поверхность магнитооптического диска размером 5×5 мкм², состоящая из микродорожек, разделенных продольными углублениями (a) и магнитная структура этой же поверхности (b).

изменяется от нескольких единиц до нескольких десятков нанометров.

Так, авторы статьи¹⁸ изучили процесс образования частиц никеля на кварцевом стекле (диоксиде кремния) в результате автокоалесценции островковой никелевой пленки при отжиге (800°C) в атмосфере водорода. С помощью магнитно-силовой микроскопии им удалось показать, что частицы размером от 40 до 100 нм являются однодоменными (рис. 5), что хорошо согласуется с теоретическими оценками.

Важное применение магнитно-силовой микроскопии наша при разработке новых методов сверхплотной записи информации: ведущие компании-производители магнитных носителей информации широко применяют коммерческие магнитно-силовые микроскопы на стадии разработки и при контроле качества готовой продукции.

На рис. 6 представлены топографический профиль поверхности участка магнитооптического диска (видны прямолинейные микроуглубления — темные полосы, рис. 6, a) и магнитное изображение микроструктуры намагниченных областей на этой поверхности. Достаточно четко видны продолговатые островки, соответствующие записи одного бита информации, размером 2×1 мкм² (рис. 6, b). Доменная структура магнитной пленки хорошо различима и в области углублений (светлые продольные полосы). Магнитно-силовой микроскоп различает отдельные зерна размером 50 нм. Изучение магнитной структуры поверхности активно проводят исследовательские лаборатории ведущих фирм-производителей носителей информации с целью минимизации области, соответствующей одному биту информации, а также для решения проблем помехоустойчивости, уменьшения «шума» при записи и считывании информации. Результаты таких исследований используют при разработке новых принципов и устройств магнитной и магнитооптической записи. Отметим, что именно применение современных методов исследований, таких как магнитно-силовая микроскопия, позволило за последние годы обеспечить практически экспоненциаль-

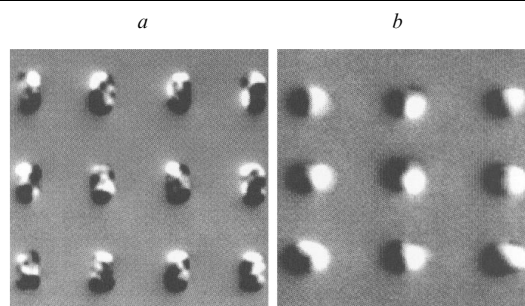


Рис. 7. Изображение «островков» металлического кобальта, полученное с помощью магнитно-силовой микроскопии. Площадь «островка»: a — 200×400 нм², b — 1.7×1.7 мкм².

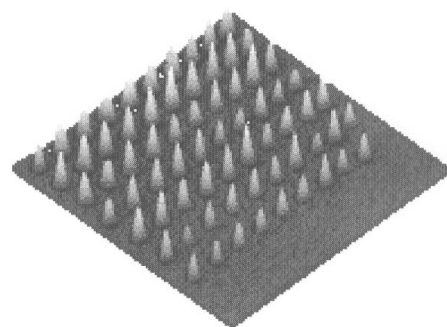


Рис. 8. Одиночные магнитные домены (биты информации), сформированные на поверхности носителя из TbFeCo с помощью иглы магнитно-силового микроскопа в присутствии внешнего магнитного поля. Та же игла применялась для получения магнитного изображения. Площадь исследованного участка 12×12 мкм².

ный рост плотности магнитной записи на магнитных и магнитооптических дисках. Емкость жестких дисков в настоящее время может быть 20 и более Гбайт.

На рис. 7 представлен магнитный «имидж» частиц металлического кобальта, сформированных методами литографии.¹⁹ Процесс нанесения металлических «островков» используется в технологии изготовления магнитных носителей с дискретной записью информации. С помощью магнитно-силового микроскопа удалось увидеть доменную структуру даже отдельных кластеров (рис. 7, a). Магнитные кластеры меньшего размера (рис. 7, b) имеют вид одиночных магнитных диполей.

Магнитно-силовой микроскоп можно использовать не только для наблюдения (картирования) магнитного поля, но и для сверхплотной магнитной записи информации. На рис. 8 выступы соответствуют магнитным доменам, сформированным в пленке TbFeCo с помощью иглы микроскопа. Образование этих доменов происходит в момент достижения некоторого порогового значения напряженности магнитного поля, созданного внешним магнитом и иглой. Пороговое значение напряженности определяется коэрцитивной силой магнитной пленки. При последовательном снижении суммарного магнитного поля размер намагниченных областей уменьшается и постепенно исчезает. Плотность такой записи составляет 10 Гбит·см⁻², что значительно выше плотности записи информации на винчестерах и магнитооптических дисках современных компьютеров.

На рис. 9, a представлено магнитное изображение жесткого диска, а на рис. 9, b — результат усреднения по многим сечениям магнитного изображения в центральной области диска (между пунктирными линиями на рис. 9, a). На рис. 9, c приведен сигнал со считывающей магнитной головки, просканировавшей тот же самый участок диска. Идентичность даже в деталях кривых на рис. 9, b и 9, c указывает на совпадение сигналов, регистрируемых магнитно-силовым микроскопом и обычной магнитной головкой. При этом магнитно-силовой микроскоп дает значительно более высокое пространственное разрешение, что позволяет использовать его при детальном анализе и оптимизации режимов записи и воспроизведения стандартных магнитных головок.

Перспективно использование магнитно-силовой микроскопии в изучении магнитных свойств биологических объектов. Микромагниты играют важную роль не только в искусственно созданных системах, но и в живой природе. Так, бактерии *Aquaspirillum magnetotacticum* умеют двигаться вдоль линии магнитного поля. Внутри таких бактерий имеются особые образования — магнетосомы. Магнетосомы состоят из цепочек, включающих 10–25 постоянных магнитов — кристаллов оксида железа размером ~ 50 нм. В неокрашенных клетках одиночные кристаллы хорошо видны

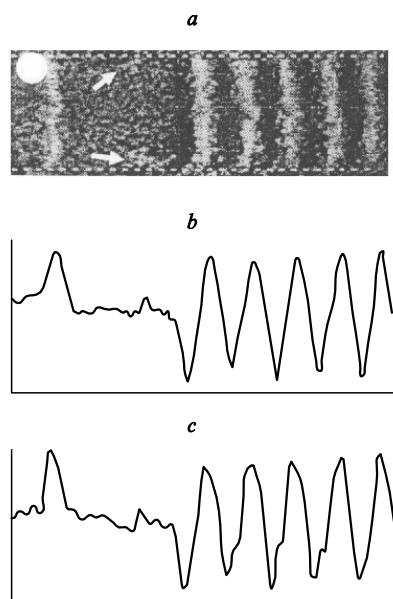


Рис. 9. Изображение дорожки магнитного диска, полученное с использованием магнитно-силового микроскопа (a), усредненное сечение магнитного профиля в области между пунктирными линиями (b) и сигнал со считывающей магнитной головки с того же участка дорожки (c).

при исследовании с помощью просвечивающей электронной микроскопии. Магниты, содержащиеся внутри клеток, обуславливают определенное направление движения бактерий в морской воде: к северу в Северном полушарии и к югу в Южном полушарии. Американские ученые различных исследовательских центров сумели с помощью магнитно-силового микроскопа измерить магнитный момент одной бактерии *Aquaspirillum magnetotacticum*.²⁰ Длина одной бактерии равна 2 мкм, измеренный магнитный момент имел ничтожно малое значение — 10^{-16} А·м².

В настоящее время американские фирмы «Digital Instruments» и «Park Scientific Instruments» выпускают магнитно-силовые микроскопы, применяющиеся в промышленности и в научных исследованиях. В нашей стране «Центр перспективных технологий» (Москва) разработал перспективную

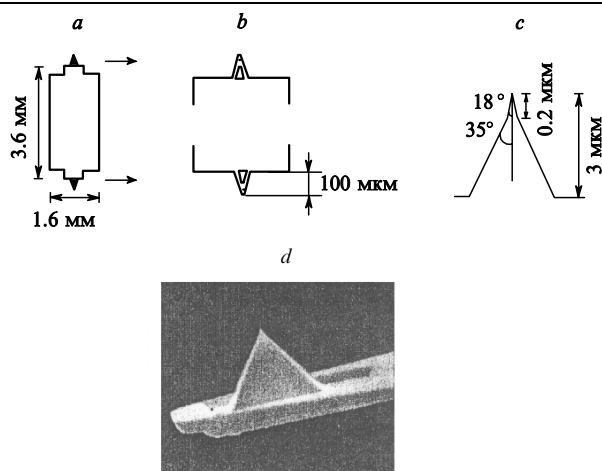


Рис. 10. Схема формирования кантилевера с иглой (a–c) и изображение иглы в вершине микроконсоли, полученное с помощью электронного микроскопа (d). a — кремниевая пластина-держатель с двумя кантилеверами (b), c — игла.

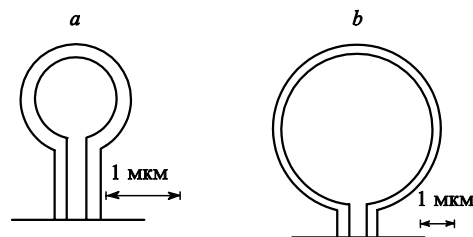


Рис. 11. Микрокольца, используемые для калибровки магнитно-силового микроскопа.

модель сканирующего зондового микроскопа «Фемто-Скан», с помощью которого можно проводить измерения магнитных свойств поверхности.

Кантилеверы для магнитно-силовой микроскопии, так же как и для атомно-силовой микроскопии, изготавливают, используя микролитографию по кремниевой технологии — кантилевер (один или сразу несколько) формируется на краях кремниевой пластины. После этого на поверхность иглы наносят тонкий слой ферромагнитного материала. Схема деталей для зонда магнитно-силового микроскопа производства американской фирмы «Park Scientific Instruments» представлена на рис. 10.

При проведении метрологических измерений магнитных сил возникает проблема калибровки магнитно-силового микроскопа. Эта задача успешно решена в работах Конга и Чу^{21,22} с помощью миниатюрных металлических колец. Калибровочные кольца (рис. 11) были изготовлены методом электронно-лучевой литографии (металлические полоски на поверхности кремния) и имели диаметр 1 и 5 мкм. Магнитная игла перемещалась на разном расстоянии над кольцами, и по наведенному в этих кольцах электрическому току оценивался ее магнитный момент. Измеренная таким образом аксиальная намагниченность кремниевой иглы, покрытой пленкой кобальта толщиной 65 нм, составила $3.8 \cdot 10^{-22}$ А·м². Технологии приготовления игл уделяется большое внимание, поскольку именно они во многом определяют качество магнитного изображения поверхности.²³

IV. Магнитно-резонансная силовая микроскопия

В 1991 г. американский ученый Сайдл выдвинул гипотезу, что магнитно-силовой микроскоп можно применить для получения трехмерных изображений одиночных биологических молекул.²⁴ Для этого он предложил совместить существующие методы ядерного магнитного резонанса и магнитно-силовой микроскопии. Новый метод получил название магнитно-резонансная силовая микроскопия.^{25,26} Основные преимущества данного метода заключаются в том, что он безопасен для объекта исследования (т.е. имеет неразрушающий

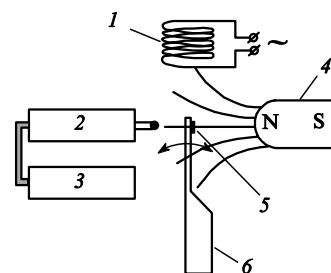


Рис. 12. Схема магнитно-резонансного силового микроскопа. 1 — магнитная катушка, 2 — интерференционный датчик, 3 — измерительный блок, 4 — магнит, 5 — образец, 6 — кантилевер.

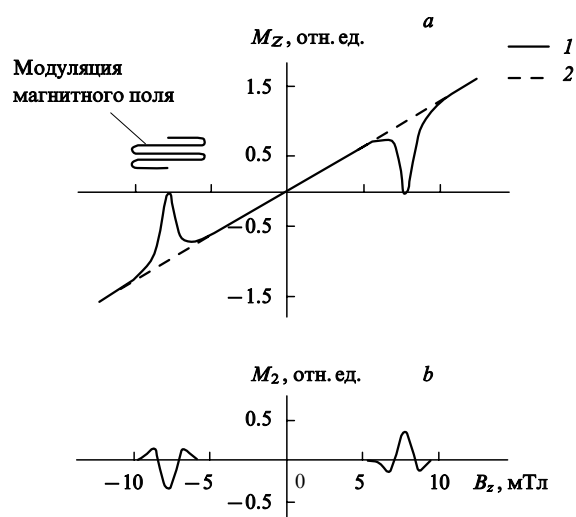


Рис. 13. Зависимости намагниченности образца (а) и амплитуды сигнала намагниченности, измеренной на частоте второй гармоники (b), в зависимости от напряженности постоянного магнитного поля.

Наличие (1) и отсутствие (2) высокочастотного поля.

характер), дает субнанометровое пространственное разрешение, позволяет изучать отдельные биологические молекулы.

В настоящее время используется следующая схема экспериментов по магнитно-резонансной силовой микроскопии. Исследуемый образец крошечной массы ($\sim 10^{-11}$ кг) закрепляют на упругом кантилевере, аналогичном используемому в атомно-силовой микроскопии (рис. 12). Постоянное магнитное поле в образце создается магнитом, расположенном рядом с кантилевером. Магнитная сила со стороны иглы, действующая на атомы поверхностного слоя образца, будет пропорциональна спину неспаренных электронов или магнитному моменту ядер. В переменном магнитном поле в условиях резонанса происходит квантовый переход между энергетическими подуровнями электрона или ядра, который приводит к изменению ориентации магнитного момента системы. Периодически изменяя частоту переменного магнитного поля, создаваемого дополнительной катушкой, можно модулировать намагниченность образца. Частоту модуляции выбирают равной резонансной частоте кантилевера. Амплитуду вынужденных колебаний кантилевера измеряют с помощью датчика малых перемещений (например, интерференционного). При выбранной геометрии эксперимента условия ядерного и электронного спинового резонансов в системе выполняются для области образца субнанометрового размера.

Метод магнитно-резонансной силовой микроскопии имеет нетривиальные возможности для расшифровки структуры белков и вирусов. Первые успешные эксперименты по наблюдению электронного парамагнитного резонанса были проведены группой сотрудников профессора Ружара.²⁷ Был зарегистрирован спиновый резонанс в образце дифинилпикрилгидразила массой 30 нг. Сила, действующая на кантилевер, составила 10^{-14} Н. Сделана оценка, согласно которой для наблюдения резонанса от одной молекулы необходимо повысить чувствительность по силе по крайней мере на 4 порядка. Недавно появилось сообщение[†] о разработке микрокантилевера длиной 230 мкм и толщиной всего 60 нм, на вершине которого закреплен микроминиатюрный магнит. Его магнитное поле взаимодействует с магнитными моментами атомов образца. Намагниченность образца меняют (как и в предыдущем случае), периодически достигая усло-

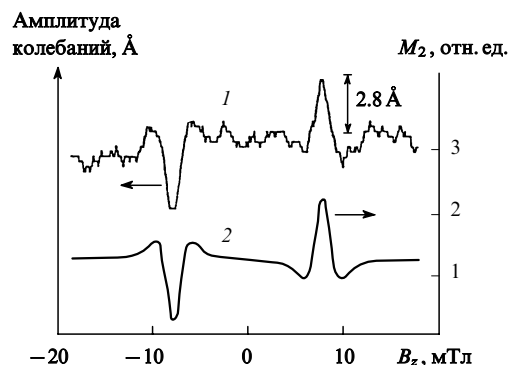


Рис. 14. Экспериментальный (1) и расчетный (2) спектры электронного спинового резонанса, полученные с помощью магнитно-резонансного силового микроскопа.

вий электронного (парамагнитного) или ядерного магнитного резонанса. Величина измеренной силы составила $6 \cdot 10^{-18}$ Н.

Удачная схема первых опытов по наблюдению электронного спинового резонанса с помощью магнитно-силового микроскопа представлена в работе²⁷. В эксперименте осуществляют модуляцию напряженности постоянного магнитного поля, которая в условиях спинового резонанса приводит к изменению намагниченности образца (рис. 13). За время, соответствующее периоду модуляции, система будет входить в резонанс дважды, и при достаточной напряженности переменного магнитного поля поглощение энергии будет достигать максимального уровня. Это приводит к выравниванию заселенностей энергетических магнитных подуровней, соответствующих квантовым числам в интервале от $-m$ до $+m$, и уменьшению намагниченности до нуля. Для устранения помех сигнал регистрируют на частоте второй гармоники сигнала модуляции. Расчетные и экспериментально полученные спектры (рис. 14) практически совпадают.

В первых экспериментах при получении трехмерных изображений двухмикронная частица дифинилпикрилгидразила закреплялась на кантилевере в постоянном неоднородном магнитном поле, созданном конической иглой из NdFeB. Градиенты магнитного поля составляли 4.3 по нормали к образцу и $0.94 \text{ Г} \cdot \text{мкм}^{-1}$ в продольном направлении, пространственное разрешение — 1.2 в поперечном и 5.3 мкм в продольном направлении. При наблюдении ЯМР в нитрате аммония при градиенте поля $22 \text{ Г} \cdot \text{мкм}^{-1}$ получено трехмерное изображение образца с разрешением ~ 3 мкм.

Основным условием реализации классической схемы ЭПР и ЯМР является создание максимально однородного постоянного магнитного поля для всего образца. В методе магнитно-резонансной силовой микроскопии, напротив, чем выше неоднородность постоянного магнитного поля, тем меньше пространственная область, в которой выполняется условие резонанса, а следовательно, выше пространственное разрешение при построении трехмерных изображений.

V. Заключение

Представленный в обзоре материал показывает, что исследования в области магнитно-силового микроскопии в последнее десятилетие интенсивно развиваются. Этот метод нашел применение как в фундаментальной науке, так и в практических измерениях на производстве. Особенно интересны и плодотворны результаты применения магнитно-силового микроскопии при разработке магнитных носителей, позволяющих осуществлять сверхплотную запись информации.

Работы, опубликованные в последние годы, показали, что при совмещении магнитно-силового микроскопии с традиционными методами электронного парамагнитного и

[†] Сообщение, январь 1997 г., <http://www.aip.org/physnews>

ядерного магнитного резонансов открываются уникальные возможности для исследования наноструктур, в том числе биологических молекул.

Обзор написан при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 97-03-32778а и 99-03-33412) и программы «Университеты России» (проект № 5060).

Литература

1. G.Binnig, H.Rohrer, Ch.Gerber, E.Weibel. *Phys. Rev. Lett.*, **49**, 57 (1982)
2. G.Binnig, C.F.Quate, Ch.Gerber. *Phys. Rev. Lett.*, **56**, 930 (1986)
3. А.И.Данилов. *Успехи химии*, **64**, 818 (1995)
4. Сканирующая зондовая микроскопия биополимеров. Вып. 1. (Под ред. И.В.Яминского). Научный мир, Москва, 1997. 88 с.
5. Y.Martin, H.K.Wickramasinghe. *Appl. Phys. Lett.*, **50**, 1455 (1987)
6. P.Grütter, H.J.Mamin, D.Rugar. In *Springer Series in Surface Sciences. Scanning Tunneling Microscopy II. Vol. 28*. Springer-Verlag, Berlin; Heidelberg, 1992. P. 151
7. M.Bammerlin, R.Lüthi, E.Meyer, A.Baratoff, J.Lü, M.Guggisberg, Ch.Gerber, L.Howald, H.-J.Güntherodt. *Probe Microscopy*, **1**, 3 (1997)
8. F.J.Giessibl. *Science*, **267**, 68 (1995)
9. L.N.Vu, D.J.van Harlingen. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **3**, 1918 (1997)
10. O.V.Snigirev, K.E.Andreev, A.M.Tishin, S.A.Gudoshnikov, J.Bohr. *Phys. Rev. B., Condens. Matter.*, **55**, 14429 (1997)
11. M.W.J.Prins, R.H.M.Groeneveld, D.L.Abraham, R.Schad, H.van Kempen, H.W.van Kesteren. *J. Vac. Sci. Technol., B*, **14**, 1206 (1996)
12. S.Manalis, K.Babcock, J.Massie, V.Elings, M.Dugas. *Appl. Phys. Lett.*, **66**, 2585 (1995)
13. G.N.Philips, T.Suzuki. *J. Magn. Magn. Mater.*, **175**, 115 (1997)
14. R.Proksch, J.Schmidt, S.Austvold, G.Skidmore. *J. Appl. Phys.*, **81**, 4522 (1997)
15. M.R.J.Gibbs, M.A.Al-Khafaji, W.M.Rainforth, H.A.Davies, K.Babcock, J.N.Chapman, L.J.Heyderman. *IEEE Trans. Magn.*, **31**, 3349 (1995)
16. M.Hehn, K.Cherifi-Khodjaoui, K.Ounadjela, J.P.Bucher, J.Arabski. *J. Magn. Magn. Mater.*, **165**, 520 (1997)
17. T.Homma, Y.Kurokawa, T.Nakamura, T.Osaka, I.Otsuka. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **14**, 1184 (1996)
18. А.А.Бухараев, Д.В.Овчинников, Н.И.Нургазизов, Е.Ф.Куковицкий, М.Кляйбер, Р.Вейзендангер. *Физика тв. тела*, **40**, 1277 (1998)
19. R.M.H.New, R.F.W.Pease, R.L.White. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **13**, 1089 (1995)
20. R.B.Proksch, T.E.Schäffer, B.M.Moskowitz, E.D.Dahlberg, D.A.Bazylinski, R.B.Frankel. *Appl. Phys. Lett.*, **66**, 2582 (1995)
21. L.Kong, S.Y.Chou. *Appl. Phys. Lett.*, **70**, 2043 (1997)
22. L.Kong, S.Y.Chou. *J. Appl. Phys.*, **81**, 5026 (1997)
23. G.D.Skidmore, E.D.Dahlberg. *Appl. Phys. Lett.*, **71**, 3293 (1997)
24. J.A.Sidles. *Appl. Phys. Lett.*, **58**, 2854 (1991)
25. J.A.Sidles, J.L.Garbini, K.J.Bruland, D.Rugar, O.Züger, S.Hoen, C.S.Yannoni. *Rev. Mod. Phys.*, **67**, 249 (1995)
26. C.S.Yannoni, O.Züger, K.Wago, S.Hoen, H.-M.Vieth, D.Rugar. *Brazil. J. Phys.*, **25**, 417 (1995)
27. D.Rugar, C.S.Yannoni, J.A.Sidles. *Nature (London)*, **360**, 563 (1992)

MAGNETIC FORCE MICROSCOPY OF THE SURFACE

I.V.Yaminsky, A.M.Tishin

Department of Chemistry, M.V.Lomonosov Moscow State University
 Leninskie Gory, 119899 Moscow, Russian Federation, Fax +7(095)939-0174
 Department of Physics, M.V.Lomonosov Moscow State University
 Leninskie Gory, 119899 Moscow, Russian Federation, Fax +7(095)932-8820

The principles of operation of a magnetic force microscope are considered. The main applications of magnetic force microscopy are characterised. Good prospects of this method for solving problems of materials science, including the most topical problem — creation of high-density magnetic recording media — are shown. Unique possibilities for the investigation of nanostructures offered by combination of the magnetic force microscopy with electron-spin and nuclear magnetic resonances are noted. Primary attention is devoted to the description of experimental technique.

Bibliography — 27 references.

Received 5th September 1998