

15

Метод регистрации фазы для визуализации однослойного и двуслойного графена на поверхности SiC

© А.Д. Родиончикова, М.С. Дунаевский, Е.В. Гущина, С.Ю. Приображенский, С.П. Лебедев, А.А. Лебедев

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: a.rodionchikovaa@mail.ru

Поступило в Редакцию 2 октября 2025 г.
В окончательной редакции 22 ноября 2025 г.
Принято к публикации 23 ноября 2025 г.

Предложен метод регистрации фазы для визуализации областей однослойного и двуслойного графена на поверхности SiC. Продемонстрировано латеральное разрешение метода регистрации фазы на уровне 5–10 nm, что значительно выше, чем у традиционно используемого метода кельвин-зонд-микроскопии. Метод регистрации фазы является однопроходным, что в разы ускоряет процесс получения изображений и снижает риск деградации кончика зонда.

Ключевые слова: сканирующая зондовая микроскопия, кельвин-зонд-микроскопия, метод регистрации фазы, графен, двуслойный графен, карбид кремния.

DOI: 10.61011/PJTF.2026.06.62458.20513

В последнее время двумерные материалы, такие как графен, дихалькогениды переходных металлов, гексагональный нитрид бора и ряд других, вызывают значительный интерес исследователей. Особое место среди них занимает графен, который относится к числу наиболее перспективных материалов данного класса [1]. Для создания приборных структур на базе графена необходимо иметь возможность получать графен на крупногабаритных подложках. Наиболее распространенным методом является высокотемпературный отжиг кристаллов SiC, в результате которого на поверхности Si-грани формируются области как однослойного (1L), так и двуслойного (2L) графена [2]. При этом важной прикладной задачей является оптимизация параметров роста (температура и длительность отжига) для минимизации количества двуслойного графена на поверхности. Традиционно для визуализации распределения областей однослойного и двуслойного графена используют метод кельвин-зонд-микроскопии (КЗМ), поскольку значения потенциала поверхности между ними отличаются на 130 mV [3]. Однако этот метод имеет существенный недостаток, связанный с недостаточно высоким латеральным разрешением [3], что обусловлено дальнодействующим характером электростатического взаимодействия. Это может приводить к неточному измерению количества областей двуслойного графена на поверхности. Кроме того, двухпроходный режим сканирования делает измерения достаточно медленными, что снижает эффективность методики. В настоящей работе предлагается альтернативный подход (измерение фазы в полуконтактном режиме), который также позволяет визуализировать области однослойного и двуслойного графена, но делает это с более высоким латеральным разрешением и за меньшее время. Также показано, что метод регистрации

фазы в отличие от КЗМ менее чувствителен к типу используемых зондов.

В настоящей работе исследовались образцы карбида кремния политипов 4H-SiC и 6H-SiC, подвергнутые отжигу при характерных температурах 1800 °C [2]. При таких отжигах на поверхности Si-грани примерно 30 % поверхности покрыто 2L-графеном, а оставшаяся часть поверхности — 1L-графеном. На этих образцах были выбраны области с 1L- и 2L-графеном, которые сканировались одновременно методом КЗМ и методом регистрации фазы (МРФ), работающим в полуконтактном режиме. На основе анализа полученных изображений извлекалась информация о латеральном разрешении методов КЗМ и МРФ.

КЗМ (рис. 1, a) является традиционным методом измерения поверхностного потенциала $\varphi(x, y)$ [4]. Метод регистрации фазы (рис. 1, b), реализуемый в полуконтактном режиме, основан на регистрации фазового сдвига колебаний зонда, возникающего при его взаимодействии с поверхностью. В этом режиме зонд совершает периодические колебания, касаясь образца в нижней точке колебаний. В момент контакта на зонд действуют короткодействующие силы, включая силы отталкивания и адгезии, что может приводить к сдвигу фазы колебаний зонда. Это изменение записывается в память прибора $\chi(x, y)$.

Измерения были выполнены с помощью сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) NTegra-Aura (NT-MDT, Россия). В ходе исследования использовались зонды HA_FM (TipsNano, Россия), а также схожие зонды с проводящим покрытием W₂C — HA_FM/W2C (TipsNano, Россия) [5]. Измерения проводились в двухпроходном режиме: в первом проходе измерялись топография и фаза МРФ, во втором проходе методом КЗМ измерялся

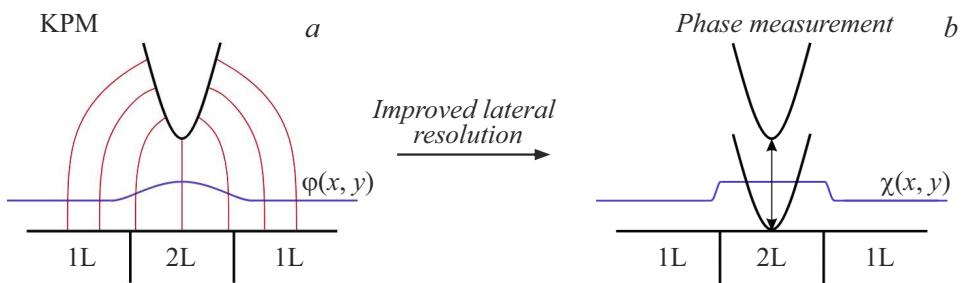


Рис. 1. Схема эксперимента. *a* — измерение потенциала методом КЗМ, *b* — измерение фазы (МРФ).

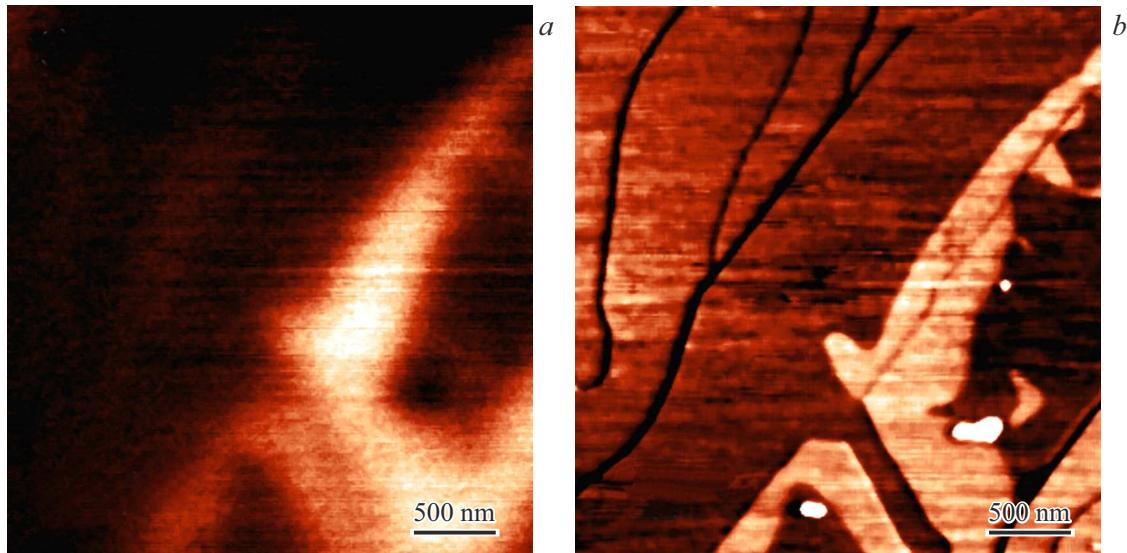


Рис. 2. С3М-изображения графена на подложке SiC, полученные методом КЗМ (*a*) и методом регистрации фазы (*b*). Измерения выполнены зондом НА_FM.

потенциал. Расстояние зонд–поверхность во втором проходе составляло величину около 30–40 nm.

На рис. 2 приведены С3М-изображения областей однослойного и двуслойного графена на поверхности SiC, полученные методами КЗМ (*a*) и регистрации фазы (*b*). Сравнение изображений демонстрирует, что метод КЗМ приводит к размытию границ 2L-графена, тогда как регистрация фазы позволяет визуализировать области наиболее четко.

Размытие границ в КЗМ обусловлено тем, что при сканировании на колебания зонда влияет не только потенциал локальной области, расположенной непосредственно под ним, но и потенциал соседних областей. Аппаратная функция метода КЗМ зависит от типа зонда и расстояния зонд–поверхность. Согласно литературным данным, ее латеральное разрешение варьируется в широких пределах — от нескольких десятков до сотен нанометров [6,7]. Теоретически наилучшее латеральное разрешение достигается при минимальных расстояниях зонд–поверхность [8]. Однако на практике, особенно при использовании зондов с проводящим покрытием,

необходимых для детектирования сигнала КЗМ, эффективное разрешение редко превышает 50–100 nm, что согласуется с нашими экспериментальными данными, представленными на рис. 2 и 3. Отметим, что работа в двухпроходном режиме при малых расстояниях крайне рискованна, поскольку зонд во втором проходе может воткнуться в поверхность из-за неидеальной работы двухпроходного режима. Кроме того, для увеличения регистрируемого сигнала в режиме КЗМ необходимо использовать зонды с проводящим покрытием, что в свою очередь приводит к увеличению радиуса закругления кончика зонда на 20–30 nm и ухудшению латерального разрешения.

В отличие от КЗМ метод регистрации фазы обладает более узкой аппаратной функцией (рис. 3), не зависящей от типа зонда и расстояния до поверхности. Его разрешающая способность определяется размером контактной области в полуконтактном режиме и составляет 3–5 nm [9].

Измеряемые профили потенциала и фазы являются сверткой измеряемого объекта $h(x)$, представляющего

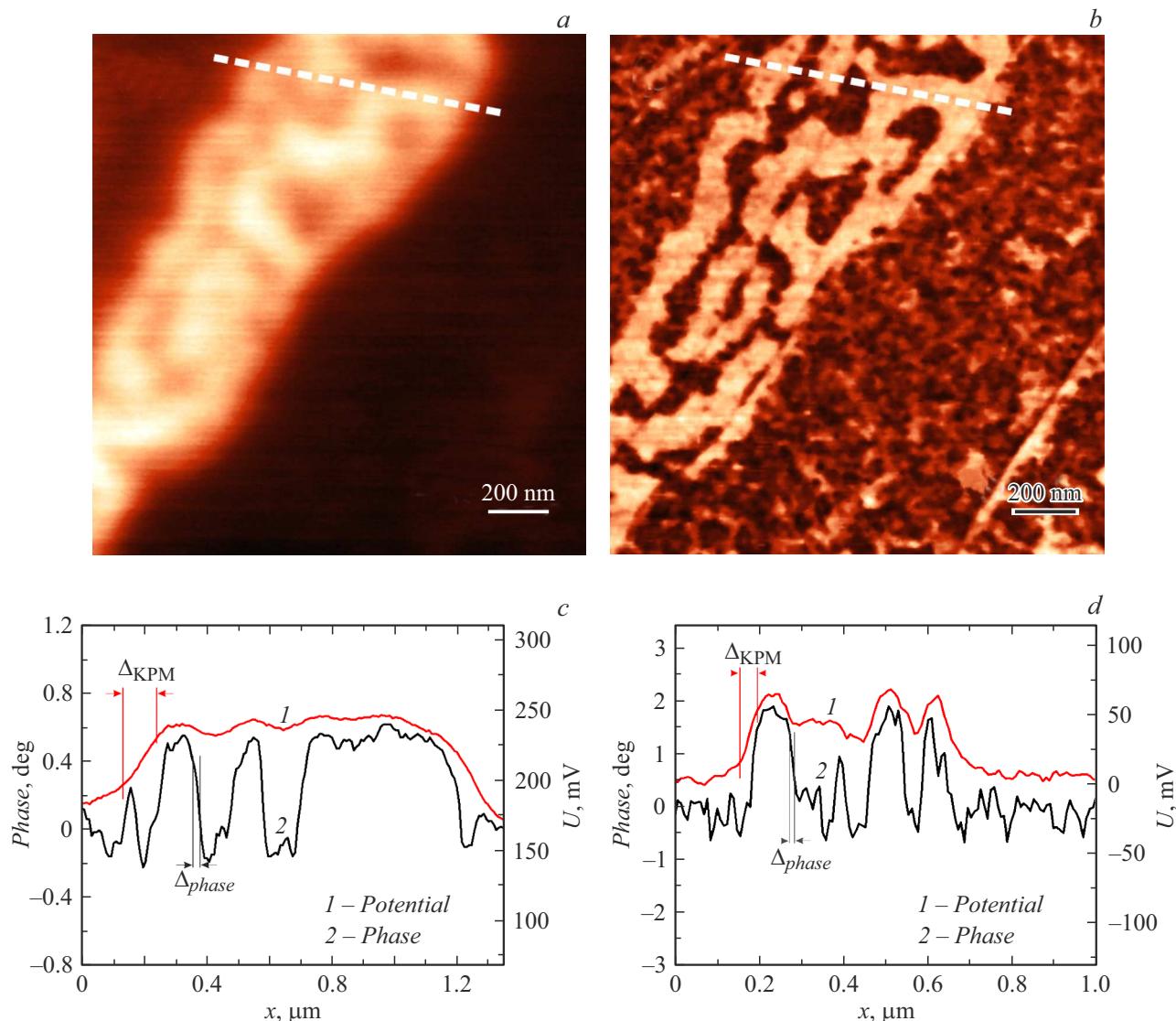


Рис. 3. *a* — КЗМ-изображение поверхности графена; *b* — МРФ-изображение поверхности графена (отмечены штриховой линией на частях *a* и *b*), полученные зондом с покрытием НА_FM/W2C; *c* — профили поверхности графена, полученные зондом без покрытия НА_FM. На профилях, показанных на частях *c* и *d*, отмечены ширины ступенек, соответствующие латеральным разрешениям методов КЗМ и МРФ.

собой резкую ступеньку, и аппаратной функции $A(x)$:

$$h_{meas}(x) = h(x) * A(x), \quad (1)$$

где звездочка обозначает операцию свертки. Можно извлечь информацию об аппаратной функции, выполняя дифференцирование измеренной ступеньки (КЗМ либо МРФ) [10]. Точное определение аппаратной функции и латерального разрешения требует измерений с малым шагом и численного дифференцирования зашумленных профилей. Как правило, после дифференцирования соотношение сигнал–шум ухудшается, что приводит к необходимости выполнять сглаживание либо аппроксимацию гауссовой функцией. В настоящей работе использовался более простой способ определения латерального разрешения — измерение ширины ступеньки по уровням

25 и 75 % от полной высоты ступеньки (см. метки на профилях на рис. 3, *c* и *d*). Этот интервал приблизительно соответствует ширине аппаратной функции на полувысоте, что позволяет оценить разрешающую способность.

Следует также отметить, что латеральное разрешение в режиме КЗМ существенным образом зависит от типа зонда и его покрытия. Обычно для КЗМ-измерений применяются зонды с проводящими покрытиями (Pt, Au, PtIr, W₂C и т. п.), что позволяет усилить регистрируемый сигнал. Использование зондов с проводящим покрытием W₂C (зонды НА_FM/W2C) увеличивает радиус закругления кончика с 10 нм (для зондов без покрытия НА_FM) до 35 нм, что значительно ухудшает латеральное разрешение до значений 50–100 нм. В отличие от

КЗМ чувствительность и разрешение метода регистрации фазы практически не зависят от типа зонда и его покрытия. В подтверждение данного тезиса были проведены сравнительные измерения областей 1L- и 2L-графена методами КЗМ и МРФ с использованием зондов HA_FM и HA_FM/W2C, имеющих одинаковые геометрические параметры, но отличающихся наличием у последнего проводящего покрытия W₂C. На рис. 3, *a* и *b* представлены изображения, полученные зондом с покрытием. Как и на рис. 2, видно, что в методе КЗМ границы двуслойного графена размыты, тогда как МРФ обеспечивает их четкое выявление. При этом метод регистрации фазы демонстрирует одинаково высокую четкость границ при использовании как зонда без покрытия (рис. 2, *b*), так и зонда с покрытием (рис. 3, *b*), что подтверждает независимость разрешения МРФ от типа зонда. На рис. 3, *c* и *d* приведены сечения профилей поверхностного потенциала и фазы, полученные с помощью зондов с покрытием и без покрытия соответственно. Во всех случаях изображения, полученные методом регистрации фазы, обладают резкими границами, в то время как профили, измеренные методом КЗМ, характеризуются значительным уширением особенностей и потерей детализации. При использовании зонда без покрытия (HA_FM) в методе регистрации фазы ширина ступеньки составила ~ 10 nm, в то время как для метода КЗМ это значение возросло до 50 nm. Применение зонда с проводящим покрытием (HA_FM/W2C) дополнительно ухудшило разрешение КЗМ, увеличив ширину ступеньки до ~ 100 nm. Таким образом, при использовании различных зондов МРФ обеспечивает в разы более высокое латеральное разрешение по сравнению с методом КЗМ.

Проведенное исследование демонстрирует, что метод регистрации фазы обладает существенными преимуществами перед методом кельвин-зонд-микроскопии для характеристики слоев графена на SiC. Как однопроходная методика, МРФ обеспечивает более высокое латеральное разрешение, не зависящее от типа зонда, что позволяет быстро и четко визуализировать границы между однослойным и двуслойным графеном. Точное определение их формы и размеров делает МРФ более предпочтительным для измерения областей однослойного и двуслойного графена на подложках SiC. Следует отметить, что предложенная методика наиболее эффективна для анализа объектов с известной морфологией, как в случае рассмотренных в настоящей работе специально подготовленных образцов с областями 1L- и 2L-графена. При исследовании объектов с неизвестной морфологией интерпретация данных существенно усложняется, однако ключевым критерием для их идентификации может служить морфология: кристаллические вкрапления, как правило, имеют выраженную огранку, в то время как области загрязнений характеризуются округлыми, размытыми границами.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] A.R. Urade, I. Lahiri, K.S. Suresh, JOM, **75** (3), 614 (2023). DOI: 10.1007/s11837-022-05505-8
- [2] A.A. Lebedev, S.Yu. Davydov, I.A. Eliseyev, A.D. Roenkov, O. Avdeev, S.P. Lebedev, Yu. Makarov, M. Puzyk, S. Klotchenko, A.S. Usikov, Materials, **14** (3), 590 (2021). DOI: 10.3390/ma14030590
- [3] S.P. Lebedev, I.A. Eliseyev, M.S. Dunaevskiy, E.V. Gushchina, A.A. Lebedev, C — J. Carbon Res., **9** (3), 62 (2023). DOI: 10.3390/c9030062
- [4] A. Zahmatkeshsaredorahi, D.S. Jakob, X. Xu, J. Phys. Chem. C, **128** (24), 10289 (2024). DOI: 10.1021/acs.jpcc.4c01461
- [5] TipsNano.ru [Электронный ресурс]. <https://tipsnano.ru>
- [6] M. Nonnenmacher, M.P. O'Boyle, H.K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett., **58**, 2921 (1991). DOI: 10.1063/1.105227
- [7] W. Melitz, J. Shen, A.C. Kummel, S. Lee, Surf. Sci. Rep., **66**, 1 (2011). DOI: 10.1016/j.surfrep.2010.10.001
- [8] D. Ziegler, P. Gava, J. Guttinger, F. Molitor, L. Wirtz, M. Lazzari, A.M. Saitta, A. Stemmer, F. Mauri, C. Stampfer, Phys. Rev. B, **83**, 235434 (2011). DOI: 10.1103/PhysRevB.83.235434
- [9] K. Bian, C. Gerber, A.J. Heinrich, D.J. Müller, S. Scheuring, Y. Jiang, Nat. Rev. Meth. Primers, **1** (1), 36 (2021). DOI: 10.1038/s43586-021-00033-2
- [10] М.С. Дунаевский, Е.В. Гущина, Д.А. Малых, С.П. Лебедев, А.А. Лебедев, Письма в ЖТФ, **49** (4), 24 (2023). DOI: 10.21883/PJTF.2023.04.54522.19396 [M.S. Dunaevskiy, E.V. Gushchina, D.A. Malykh, S.P. Lebedev, A.A. Lebedev, Tech. Phys. Lett., **49**, 238 (2023). DOI: 10.1134/S1063785023900133].