

УДК 544.6.076 +006.55

EDN: DNWGNA

© М. В. Жуков, А. А. Банков, С. Ю. Лукашенко, С. В. Пичахчи, 2025

ПРИМЕНЕНИЕ DVD-ДИСКА В КАЧЕСТВЕ ТЕСТ-ОБЪЕКТА ДЛЯ ОЦЕНКИ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ СКАНИРУЮЩЕГО КАПИЛЛЯРНОГО МИКРОСКОПА

Показана возможность применения полимерных тест-структур DVD-дисков, представляющих собой регулярные ряды выступающих и углубленных элементов фиксированной ширины и глубины, для оценки разрешающей способности и линейных размеров в сканирующем капиллярном микроскопе (СКМ). Совмещение сечений, полученных методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) и в СКМ, позволило выполнить калибровку линейных размеров сканера и оценить разрешение в СКМ за счет измерения уширения границы перепада высоты регулярных структур диска. Показана возможность проводить оценку пространственного разрешения и проникающей способности нанопипеток с разными апертурой и углом схождения.

Ключевые слова: сканирующая капиллярная микроскопия, атомно-силовая микроскопия, нанопипетка, зонд, тестовые структуры, поликарбонат

ВВЕДЕНИЕ

Тестовые структуры и калибровочные образцы, применяемые в сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), играют ключевую роль в обеспечении корректной работы измерительных систем, повышении точности получаемых данных и оценке предельного разрешения [1]. Для режимов атомно-силовой микроскопии (АСМ) разработано большое количество коммерчески доступных тест-решеток и эталонов, позволяющих выполнять калибровку линейных размеров, оценивать разрешающую способность и контролировать состояние зонда [2–5]. Однако для менее распространенных методик СЗМ, в которых взаимодействие зонда с образцом определяется не только механическими, но и электрохимическими или физико-химическими процессами, задача создания специализированных тест-структур остается актуальной.

Одним из таких методов является сканирующая капиллярная микроскопия (СКМ), известная в зарубежной литературе как *scanning ion-conductance microscopy* (SICM), в которой в качестве зонда используются стеклянные пипетки с субмикронными и наноразмерными апертурами [6]. В СКМ регистрация взаимодействия "зонд – поверхность" осуществляется по изменениям ионного тока, протекающего через апертуру нанопипетки (НП). В отличие от АСМ, где сигнал определяется в основном механическими силами, измерения в СКМ чувствительны к целому ряду факторов: зарядовым состояниям поверхности

и стенок пипетки, электрохимическим процессам на электродах, нелинейности $I-V$ характеристик, изменению концентрации ионов и вязкости электролита в узких зазорах. Эти особенности приводят к тому, что СКМ-изображения часто искажены эффектами, не связанными непосредственно с топографией, а определение линейных размеров объектов по таким данным является нетривиальной задачей.

Необходимость создания специальных тест-объектов для СКМ обусловлена сразу несколькими причинами. Во-первых, стеклянные НП отличаются хрупкостью, поэтому использование твердых кремниевых стандартов, применяемых в АСМ, может приводить к разрушению зонда. Во-вторых, параметры взаимодействия в СКМ напрямую зависят от геометрии пипетки, включая толщину стенки, форму апертуры и конусность, и эти параметры трудно контролировать при изготовлении. В-третьих, отсутствие тест-структур, предназначенных специально для методов, основанных на ионной проводимости, затрудняет проведение калибровки, сравнения различных зондов и оптимизацию режимов работы прибора.

Ранее нами была продемонстрирована возможность создания полимерных реплик со стандартной калибровочной Si-решетки на примере структуры выступающих периодических полос TGZ02 [7]. Также другими исследователями были предложены подходы к косвенной оценке геометрии зонда-НП с использованием вольтамперных характеристик и моделирования распределения

тока в зазоре "пипетка – образец" [8, 9]. Кроме того, существуют гибридные решения, такие как зондовые системы FluidFM, позволяющие работать как в АСМ-, так и в СКМ-подобных режимах [10]. Однако их изготовление требует фотолитографического оборудования и не решает задачу калибровки традиционных стеклянных НП. Возможность совмещения нескольких видов микроскопии в одном приборе также не заменяет необходимость в прямой проверке метрологических характеристик именно в СКМ-режиме [11].

В связи с этим разработка мягких рельефных структур, способных служить тест-объектами для оценки разрешения и линейной калибровки в СКМ без риска повреждения НП, является актуальной научно-технической задачей. Полимерные материалы, такие как поликарбонат, представляют особый интерес благодаря их низкой жесткости, технологичности и возможности получения регулярного микрорельефа методом штамповки.

В данной работе рассматривается применение полимерных DVD-структур, содержащих регулярные выступы и углубления фиксированной геометрии, в качестве тест-образцов для оценки разрешающей способности и линейных размеров в СКМ.

РАЗРАБОТКА И ОБСУЖДЕНИЕ

В качестве тестовых образцов подготовлены две структуры на поликарбонате: набор углубленных питов и соответствующие им выступы (фазовая дифракционная решетка), сформированные методом штамповки со стеклянной мастер-формы. Для получения рельефа использовался цифровой видеодиск (DVD) высокой плотности записи, разделенный на два слоя в области записи питов (рис. 1). Отметим, что лазерная запись не подхо-

дит для изготовления подобных тест-объектов, поскольку при этом изменение свойств происходит внутри перезаписываемого слоя, а для работы в СКМ требуются рельефные структуры на поверхности полимера.

Контроль морфологии выполнен референтным методом — полуконтактной ("tapping") модой АСМ; для визуализации в СКМ использовалась современная прыжковая ("hopping") мода [7]. Для СКМ применялись боросиликатные НП с внутренней апертурой 100 ± 20 нм, сформированные методом тепловой вытяжки. Измерения проводились как со стороны питов, так и со стороны выступов (обратной стороны) слоя диска.

Изображения, полученные в режимах АСМ и СКМ, показали сопоставимую топографию рельефных структур. Поскольку данные структуры имеют одинаковую глубину/высоту, ширину и регулярный период, их можно использовать для контроля линейных размеров по трем координатам XYZ при работе в режиме СКМ. Совмещение сечений, полученных по данным АСМ и СКМ, позволило откалибровать сканер в режиме СКМ (рис. 2).

Для выступающих структур среднее значение уширения границы перепада высоты по сечению оказалось примерно одинаковым для АСМ и СКМ — $\Delta X = 80$ нм. Для питов в данных СКМ наблюдалось более значительное уширение области наклона — $\Delta X = 200$ нм. Ухудшение разрешения при визуализации перепада высоты углубленных структур в СКМ может быть связано с ограниченной способностью НП проникать в узкие зоны (учитывая толщину стенки пипетки на торце помимо апертуры) и/или с накоплением заряда внутри углублений, что может влиять на ионный поток.

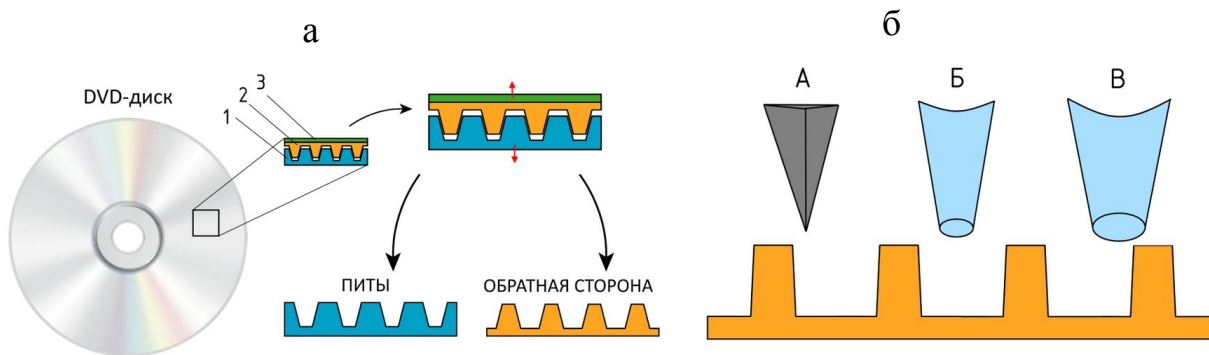


Рис. 1. Схемы рельефа поверхности слоев DVD-диска (а) и его визуализации разными типами зондов (б).

На (а): 1 — защитный слой поликарбоната, 2 — отражающий слой Al, 3 — защитный слой и наклейка;

б — схематичное изображение разных типов зондов: АСМ-зонд, референтный (А), НП с малой апертурой (Б), НП с большой апертурой (В)

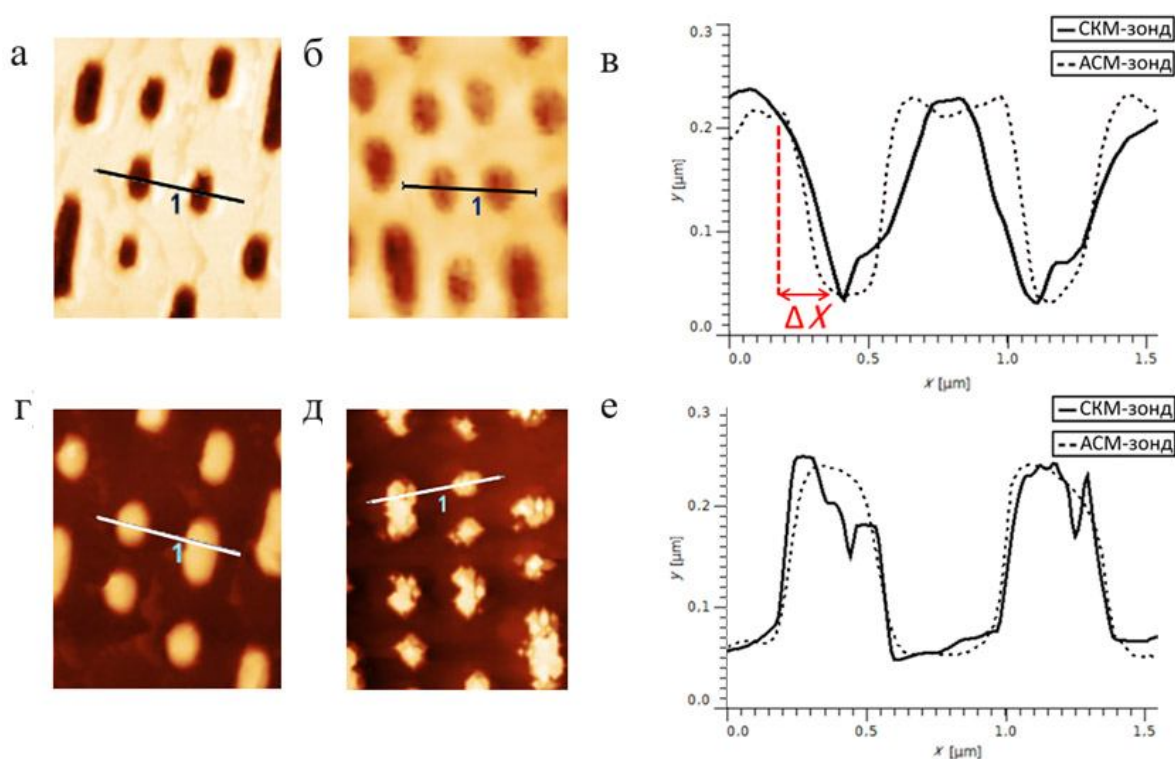


Рис. 2. Изображения структур питов DVD-диска в поликарбонате.

а — скан, полученный в "tapping" режиме АСМ; б — скан, полученный в "hopping" режиме СКМ; в — сравнение сечений из (а) и (б) после калибровки; г — изображение выступающих структур с обратной стороны слоя относительно питов на (а), д — изображение выступающих структур с обратной стороны слоя относительно питов на (б); е — сравнение сечений из (г) и (д) после калибровки; ΔX — уширение на границе перепада высоты

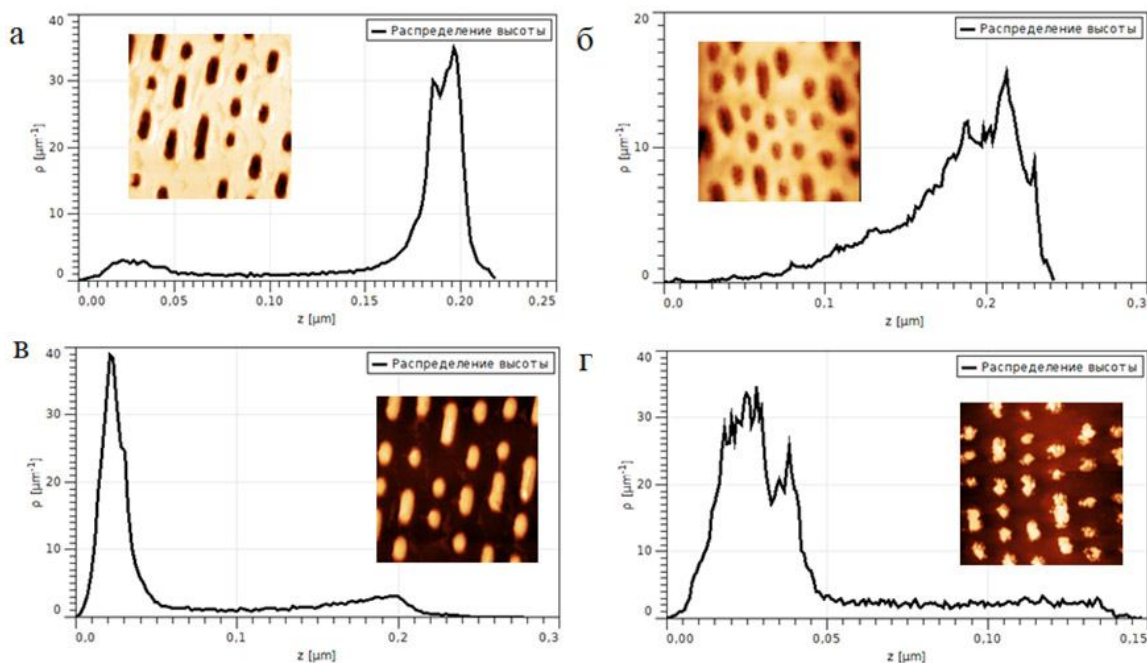


Рис. 3. Гистограммы высот, полученные с изображений с латеральными размерами 4×4 мкм (вставки) для питов в АСМ (а), в СКМ (б) и выступающих структур в АСМ (в) и СКМ (г)

Гистограммы высот для вогнутых и выпуклых структур имеют хорошую корреляцию: для пиков основной сдвоенный пик расположен около 0.2 мкм, при этом для АСМ наблюдается вспомогательный пик на 0.02–0.03 мкм (соответствует выступам) (рис. 3). Для выпуклых структур основной сдвоенный пик — около 0.02–0.03 мкм, в АСМ также наблюдается вспомогательный пик около 0.2 мкм. Сдвоенность основных пиков, вероятно, связана с особенностями топографии поверхности между питами.

В работе также изучены уширения пиков при использовании НП разного диаметра апертуры (рис. 4 а, б) по усредненным сечениям по 10 измерениям. Как видно из сечений (рис. 4, в), при увеличении внешнего диаметра НП с ~ 180 нм (угол схождения $\sim 3^\circ$) до ~ 280 нм (угол схождения $\sim 4.5^\circ$) уширение на границе пита ΔX увеличилось с ~ 150 нм до ~ 200 нм, а глубина проникновения понизилась с ~ 170 нм до ~ 120 нм, что косвенно позволяет оценить разрешение метода, апертуру НП и ее проникающую способность.

В ряде экспериментов выявлены артефакты, связанные с особенностями измерительного процесса. В частности, при многократном сканировании одной и той же области (трех полных проходов) наблюдалось снижение высоты и размывание структуры пиков. По данным было выявлено понижение базового уровня на ~ 50 нм. Также замечены локализованные шумы на краях перепада высот, проявляющиеся при неортогональной ориентации Si-зонда или НП к образцу как в АСМ (рис. 5, а), так и СКМ (рис. 5, б). Эти шумы локализованы и связаны с многократным касанием зонда о стенки структур с одного края при его наклоне, что согласуется с литературными данными [12]. Для снижения уровня шумов следует ориентировать зонд максимально ортогонально к образцу, выставлять рабочую точку близко к режиму насыщения (сигнал без взаимодействия) и при необходимости уменьшать коэффициент усиления обратной связи.

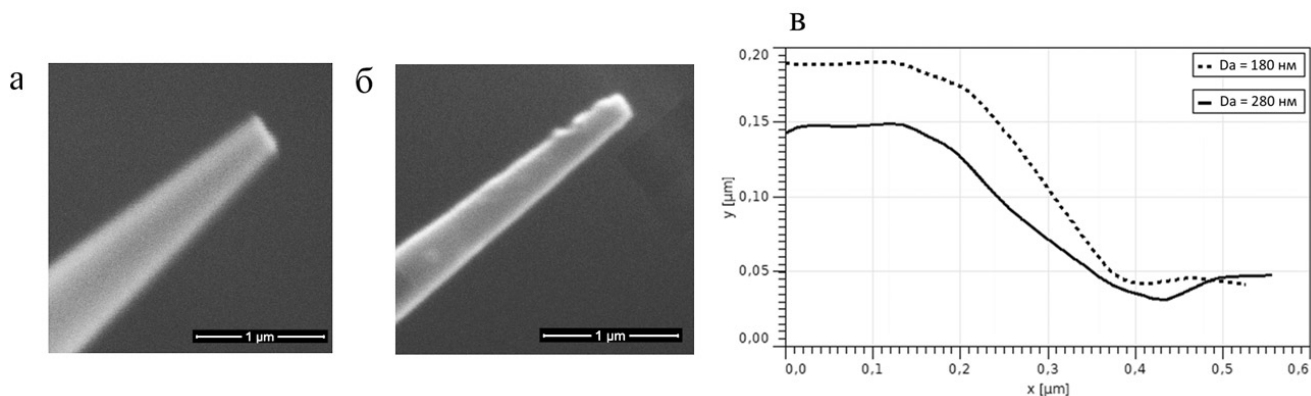


Рис. 4. СЭМ-изображение НП с внешним диаметром апертуры $D_a \sim 280$ нм (а), $D_a \sim 180$ нм (б) и сечения перепада высоты на границе пита, полученные в СКМ с помощью НП с разными диаметрами внешней апертуры D_a (в)

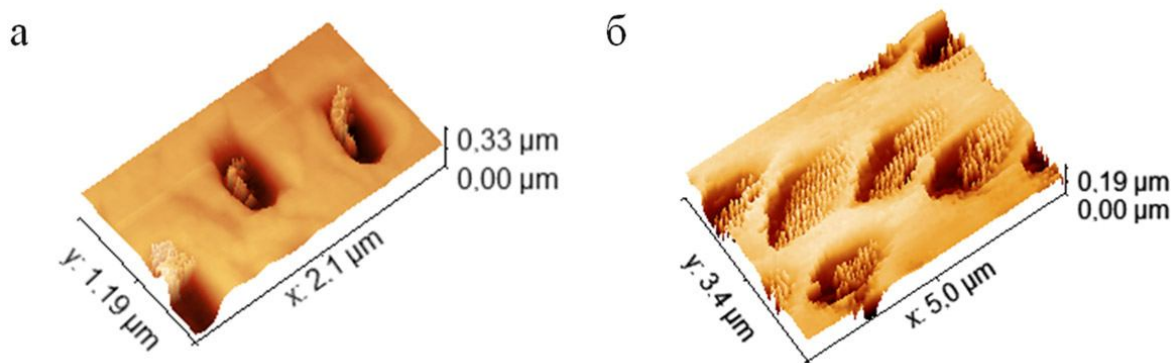


Рис. 5. 3D-изображения с артефактом на границе пиков, выражающимся в виде шумов с одного края при неортогональной ориентации зонда в "tapping" режиме АСМ (а) и "hopping" режиме СКМ (б)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано, что поликарбонатные структуры DVD-диска, имеющие фиксированные геометрические параметры, подходят для проверки линейных размеров и оценки разрешения в СКМ при применении НП разной геометрии. Для выступающих структур получены близкие значения уширения границы перепада высот в данных АСМ и СКМ, что указывает на сопоставимость методов при измерениях поверхности выступов. Для углубленных структур в СКМ наблюдаются большие уширения, что требует учета специфики проникающей способности зонда и возможного влияния накопления заряда. Стоит отметить, что данная структура не является метрологическим эталоном, однако может применяться в качестве удобного тестового образца, с помощью которого можно проводить оценку разрешения в СКМ и дифференциацию НП по параметрам их апертуры и проникающей способности (угол схождения у вершины).

При использовании полимерных тест-структур важно учитывать возможные эффекты деградации материала при многократном сканировании и влияние электрического заряда. Эти факторы могут ограничивать воспроизводимость измерений и требуют соответствующих протоколов измерений и калибровки.

Исследование выполнено за счет гранта Российской государственной научной фонды № 24-79-00169, <https://rscf.ru/project/24-79-00169/>

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Koops K.R. et al. Calibration strategies for scanning probe metrology // *Measurement Science and Technology*. 2007. Vol. 18, no. 2. Id. 390. DOI: 10.1088/0957-0233/18/2/S10
2. Hutter J.L., Bechhoefer J. Calibration of atomic-force microscope tips // *Review of scientific instruments*. 1993. Vol. 64, no. 7. P. 1868–1873. DOI: 10.1063/1.1143970
3. Markiewicz P., Goh M.C. Atomic force microscope tip deconvolution using calibration arrays // *Review of scientific instruments*. 1995. Vol. 66, no. 5. P. 3186–3190.
4. Дунаевский М.С., Гуцина Е.В., Малых Д.А., Лебедев С.П., Лебедев А.А. Тестовые структуры на базе SiC с тонкими слоями графена для определения аппаратной функции для Кельвин-зонд-микроскопии // *Письма в Журнал технической физики*. 2023. Т. 49, № 4. С. 24–27. DOI: 10.21883/PJTF.2023.04.54522.19396
5. O'Donnell J. et al. A practical approach for standardization of converse piezoelectric constants obtained from piezoresponse force microscopy // *Journal of Applied Physics*. 2021. Vol. 129, no. 18. DOI: 10.1063/5.0037201
6. Hansma P.K. et al. The scanning ion-conductance microscope // *Science*. 1989. Vol. 243, no. 4891. P. 641–643. DOI: 10.1126/science.2464851
7. Жуков М.В., Лукашенко С.Ю., Сапожников И.Д., Фельштын М.Л., Горбенко О.М., Пичахчи С.В., Голубок А.О. Многомодовый сканирующий микроскоп ионной проводимости с системой пьезоинерциального перемещения // *Научное приборостроение*. 2022. Т. 32, № 4. С. 68–87. URL: <http://iairas.ru/mag/2022/abst4.php#abst7>
8. Perry D., Momotenko D., Lazenby R.A., Kang M., Unwin P.R. Characterization of nanopipettes // *Analytical chemistry*. 2016. Vol. 88, no. 10. P. 5523–5530. DOI: 10.1021/acs.analchem.6b01095
9. Rheinlaender J., Schäffer T.E. An accurate model for the ion current–distance behavior in scanning ion conductance microscopy allows for calibration of pipet tip geometry and tip–sample distance // *Analytical chemistry*. 2017. Vol. 89, iss. 21. P. 11875–11880. DOI: 10.1021/acs.analchem.7b03871
10. Dorwling-Carter L., Aramesh M., Forró C., Tiefenauer R.F., Shorubalko I., Vörös J., Zambelli T. Simultaneous scanning ion conductance and atomic force microscopy with a nanopore: Effect of the aperture edge on the ion current images // *Journal of Applied Physics*. 2018. Vol. 124. Id. 174902. DOI: 10.1063/1.5053879
11. Pellegrino M., Orsini P., Pellegrini M., Baschieri P., Dinelli F., Petracchi D., Tognoni E., Ascoli C. Integrated SICM-AFM-optical microscope to measure forces due to hydrostatic pressure applied to a pipette // *Micro & Nano Letters*. 2012. Vol. 7, no. 4. P. 317–320. DOI: 10.1049/mnl.2011.0670
12. Левичев В.В., Жуков М.В., Мухин И.С., Денисюк А.И., Голубок А.О. Об устойчивости работы сканирующего силового микроскопа с нановискером на вершине зонда // *Журнал технической физики*. 2013. Т. 83, № 7. С. 115–120. URL: <https://journals.ioffe.ru/articles/10960>

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург (Жуков М.В., Банков А.А., Лукашенко С.Ю., Пичахчи С.В.)

Национальный исследовательский университет ИТМО (Университет ИТМО), Санкт-Петербург (Банков А.А.)

Контакты: Жуков Михаил Валерьевич, cloudjyk@yandex.ru

Материал поступил в редакцию 25.12.2025

APPLICATION OF A DVD DISC AS A TEST OBJECT FOR ASSESSING THE SPATIAL RESOLUTION OF A SCANNING ION-CONDUCTANCE MICROSCOPE

M. V. Zhukov¹, A. A. Bankov^{1, 2}, S. Yu. Lukashenko¹, S. V. Pichakhchi¹

¹Institute for Analytical Instrumentation of RAS, Saint Petersburg, Russia

²ITMO University, Saint Petersburg, Russia

The feasibility of utilizing polymer test structures on DVD discs, which consist of regular arrays of convex and concave elements with fixed width and depth, for evaluating the spatial resolution and linear dimensions in scanning ion-conductance microscopy (SICM) is demonstrated. The combination of cross-sectional measurements obtained via atomic force microscopy (AFM) and SICM enabled calibration of the scanner's linear dimensions and assessment of the resolution in SICM by measuring the broadening of height transition boundaries of the disc's regular structures. The study also shows the potential for evaluating the spatial resolution and penetrating capability of nanopipettes with varying aperture sizes and convergence angles.

Keywords: scanning ion-conductance microscopy, atomic force microscopy, nanopipette, probe, test structures, polycarbonate

REFERENCES

1. Koops K.R. et al. Calibration strategies for scanning probe metrology. *Measurement Science and Technology*, 2007, vol. 18, no. 2, id. 390. DOI: 10.1088/0957-0233/18/2/S10
2. Hutter J.L., Bechhoefer J. Calibration of atomic-force microscope tips. *Review of scientific instruments*, 1993, vol. 64, no. 7, pp. 1868–1873. DOI: 10.1063/1.1143970
3. Markiewicz P., Goh M.C. Atomic force microscope tip deconvolution using calibration arrays. *Review of scientific instruments*, 1995, vol. 66, no. 5, pp. 3186–3190.
4. Dunaevskiy M.S., Gushchina E.V., Malykh D.A., Lebedev S.P., Lebedev A.A. [SIC/Graphene based test structures for the kelvin probe microscopy instrumental function determination]. *Pis'ma v Zhurnal tekhnicheskoi fiziki* [Technical physics letters], 2023, vol. 49, no. 4, pp. 24–27. (In Russ.). DOI: 10.21883/PJTF.2023.04.54522.19396
5. O'Donnell J. et al. A practical approach for standardization of converse piezoelectric constants obtained from piezoresponse force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 2021, vol. 129, no. 18, Id. 185104. DOI: 10.1063/5.0037201
6. Hansma P.K. et al. The scanning ion-conductance microscope. *Science*, 1989, vol. 243, no. 4891, pp. 641–643. DOI: 10.1126/science.2464851
7. Zhukov M.V., Lukashenko S.Yu., Sapozhnikov I.D., Felshtyn M.L., Gorbenko O.M., Pichakhchi S.V., Golubok A.O. [Multimode scanning ion conduction microscope with piezo-inertial moving system]. *Nauchnoe Priborostroenie* [Scientific Instrumentation], 2022, vol. 32, no. 4, pp. 68–87. DOI: 10.18358/np-32-4-i6887 (In Russ.).
8. Perry D., Momotenko D., Lazenby R.A., Kang M., Unwin P.R. Characterization of nanopipettes. *Analytical chemistry*, 2016, vol. 88, no. 10, pp. 5523–5530. DOI: 10.1021/acs.analchem.6b01095
9. Rheinlaender J., Schäffer T.E. An accurate model for the ion current–distance behavior in scanning ion conductance microscopy allows for calibration of pipet tip geometry and tip–sample distance. *Analytical chemistry*, 2017, vol. 89, no. 21, pp. 11875–11880. DOI: 10.1021/acs.analchem.7b03871
10. Dorwling-Carter L., Aramesh M., Forró C., Tiefenauer R.F., Shorubalko I., Vörös J., Zambelli T. Simultaneous scanning ion conductance and atomic force microscopy with a nanopore: Effect of the aperture edge on the ion current images. *Journal of Applied Physics*, 2018, vol. 124, id. 174902. DOI: 10.1063/1.5053879
11. Pellegrino M., Orsini P., Pellegrini M., Baschieri P., Dinelli F., Petracchi D., Tognoni E., Ascoli C. Integrated SICM-AFM-optical microscope to measure forces due to hydrostatic pressure applied to a pipette. *Micro & Nano Letters*, 2012, vol. 7, no. 4, pp. 317–320. DOI: 10.1049/mnl.2011.0670
12. Levichev V.V., Zhukov M.V., Mukhin I.S., Denisyuk A.I., Golubok A.O. [On the operating stability of a scanning force microscope with a nanowhisker at the top of the probe]. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki* [Technical Physics], 2013, vol. 83, no. 7, pp. 115–120. URL: <https://journals.ioffe.ru/articles/10960> (In Russ.).

Contacts: Zhukov Mikhail Valeryevich,
cloudjyk@yandex.ru

Article received by the editorial office on 25.12.2025

INTRODUCTION

Test structures and calibration standards used in scanning probe microscopy (SPM) play a key role in ensuring the correct operation of measurement systems, improving the accuracy of obtained data, and assessing the ultimate resolution [1]. A large number of commercially available test grids and standards have been developed for atomic force microscopy (AFM) modes, enabling calibration of linear dimensions, assessment of resolution, and monitoring of probe condition [2–5]. However, for less common SPM techniques, in which the interaction between the probe and the sample is determined not only by mechanical but also by electrochemical or physicochemical processes, the task of creating specialized test structures remains relevant.

One such method is scanning capillary microscopy (SCM), known in the international literature as *scanning ion-conductance microscopy* (SICM), which uses glass pipettes with submicron and nanoscale apertures as probes [6]. In SCM, probe-surface interactions are detected by changes in the ion current flowing through the nanopipette (NP) aperture. Unlike AFM, where the signal is determined primarily by mechanical forces, SCM measurements are sensitive to a number of factors: the charge states of the pipette surface and walls, electrochemical processes at the electrodes, nonlinearity of the I–V characteristics, changes in ion concentration, and electrolyte viscosity in narrow gaps. These characteristics mean that SCM images are often distorted by effects not directly related to topography, and determining the linear dimensions of objects from such data is a non-trivial task.

The need to create special test objects for SCM is due to several factors. First, glass NP are brittle, so using the hard silicon standards used in AFM can lead to tip failure. Second, the interaction parameters in SCM directly depend on the pipette geometry, including wall thickness, aperture shape, coinity, and these parameters are difficult to control during fabrication. Third, the lack of test structures specifically designed for ionic conductivity-based methods complicates calibration, comparison of different probes, and optimization of instrument operating modes.

Previously, we demonstrated the possibility of creating polymer replicas from a standard Si calibration grating using the example of the structure of protruding periodic stripes TGZ02 [7]. Other researchers have also proposed approaches to indirectly assessing the geometry of the tip-NP using current-voltage characteristics and modeling the current distribution in the pipette-sample gap [8, 9]. In addition, there are hybrid solutions, such as FluidFM probe systems, which allow operation in both AFM- and SCM-like modes [10]. However, their fabrication requires photolithographic equipment and does not solve the prob-

lem of calibrating traditional glass NPs. The possibility of combining several types of microscopy in a single device also does not replace the need for direct verification of metrological characteristics in the SCM mode [11].

Therefore, the development of soft relief structures capable of being test objects for assessing resolution and linear calibration in SCM without the risk of damaging the NP is a pressing scientific and technical challenge. Polymer materials such as polycarbonate are of particular interest due to their low rigidity, processability, and the ability to produce a regular micro-relief by stamping.

This paper examines the use of polymer DVD structures containing regular protrusions and depressions of fixed geometry as test specimens for assessing resolution and linear dimensions in SCM.

DEVELOPMENT AND DISCUSSION

Two polycarbonate structures were prepared as test specimens: a set of recessed pits and corresponding protrusions (a phase diffraction grating), formed by stamping from a glass master mold. To obtain the relief, we used a high-density digital video disc (DVD), divided into two layers in the pit recording area (Fig. 1). It should be noted that laser recording is not suitable for the fabrication of such test objects, since the property changes occur within the rewritable layer, whereas SCM imaging requires relief structures on the polymer surface.

Fig. 1. Schematic diagrams of the surface topography of DVD layers (a) and its visualization using different types of probes (б).

(a): 1 — protective polycarbonate layer, 2 — reflective Al layer, 3 — protective layer and sticker.

(б) — schematic diagram of different types of probes: AFM probe, reference probe (A), small-aperture NP (B), large-aperture NP (B)

Morphology control was performed using a reference method — the *tapping* mode of an AFM; for visualization in the SCM, a modern *hopping* mode was used [9]. Borosilicate NP with an internal aperture of 100 ± 20 nm, formed by thermal drawing, were used for the SCM. Measurements were conducted from both the pit side and the protrusion side (the back side) of the disk layer.

Images obtained in the AFM and SCM modes showed comparable topographies of the relief structures. Since these structures have the same depth/height, width, and regular period, they can be used to inspect the linear dimensions in the three XYZ coordinates when operating in SCM mode. Superimposing the cross-sections obtained from the AFM and

SCM data allowed us to calibrate the scanner in SCM mode (Fig. 2).

Fig. 2. Images of DVD pit structures in polycarbonate.

a — scan obtained in the "tapping" mode of AFM; б — scan obtained in the "hopping" mode of SCM; в — comparison of cross-sections from (a) and (b) after calibration; г — image of protruding structures on the back side of the layer relative to the pits in (a), д — image of protruding structures on the back side of the layer relative to the pits in (б); e — comparison of sections from (г) and (д) after calibration; ΔX — broadening at the boundary of the height difference

For protruding structures, the average broadening of the height difference boundary across the cross-section was approximately the same for both AFM and SCM: $\Delta X = 80$ nm. For pits, a more significant broadening of the tilt region was observed in the SCM data: $\Delta X = 200$ nm. The deterioration in resolution when visualizing the height difference of recessed structures in the SCM may be associated with the limited ability of the NP to penetrate into narrow zones (taking into account the thickness of the pipette wall at the end in addition to the aperture) and/or with the accumulation of charge inside the recesses, which can affect the ion flow.

The height histograms for concave and convex structures show good correlation: for pits, the main double peak is located around $0.2\ \mu\text{m}$, while AFM shows a secondary peak at $0.02\text{--}0.03\ \mu\text{m}$ (corresponding to protrusions) (Fig. 3). For convex structures, the main double peak is located around $0.02\text{--}0.03\ \mu\text{m}$, AFM also shows a secondary peak at around $0.2\ \mu\text{m}$. The duality of the main peaks is likely due to surface topography features between the pits.

Fig. 3. Height histograms obtained from images with lateral dimensions of $4 \times 4\ \mu\text{m}$ (inserts) for pits in AFM (a), in SCM (б), and protruding structures in AFM (в) and SCM (г).

The study also examined, based on averaged cross-sections in 10 measurements, pit broadening when using NPs with various aperture diameters (Fig. 4 a, б). Considering cross-sections (Fig. 4, в), one can see an increase in the outer diameter of the NP from ~ 180 nm (convergence angle of $\sim 3^\circ$) to ~ 280 nm (convergence angle of $\sim 4.5^\circ$), and that the broadening at the pit boundary ΔX increased from ~ 150 nm to ~ 200 nm, while the penetration depth decreased from ~ 170 nm to ~ 120 nm, which indirectly allows us to evaluate the method's resolution, the NP aperture, and its penetrating power.

Fig. 4. SEM image of NP with an external aperture diameter $D_a \sim 280$ nm (a), $D_a \sim 180$ nm (б) and cross-sections of the height difference at the pit boundary obtained in SCM using NP with different external aperture diameters D_a (в).

In a number of experiments, artifacts related to the specific features of the measurement process were identified. In particular, with multiple scanning of the same area (three full passes), a decrease in height and blurring of the pit structure were observed. The data revealed a decrease in the baseline by ~ 50 nm. Localized noise was also observed at the edges of the elevation gradient, this noise manifested itself when the Si probe or NP is oriented non-orthogonally to the sample in both AFM (Fig. 5, a) and SCM (Fig. 5, б). This noise is localized and is associated with repeated contact of the probe with the structure walls at one edge when tilted, which is consistent with literature data [12]. To reduce noise levels, orient the probe as orthogonally to the sample as possible, set the operating point close to saturation (signal without interaction), and, if necessary, reduce the feedback gain.

Fig. 5. At the pit boundary, 3D images with an artifact as noise from one edge in the event of a non-orthogonal probe orientation in the "tapping" AFM mode (a) and "hopping" SCM mode (б).

CONCLUSION

It has been demonstrated that DVD polycarbonate structures with fixed geometric parameters are suitable for verifying linear dimensions and assessing resolution in SCM using NP of different geometries. For protruding structures, similar values of the height difference boundary broadening were obtained in the AFM and SCM data, indicating the comparability of the methods for measuring the surface of protrusions. For recessed structures, larger broadenings are observed in SCM, requiring consideration of the specifics of the probe's penetrating ability and the possible influence of charge accumulation. It is worth noting that this structure is not a metrological standard; however, it can be used as a convenient test sample for assessing resolution in SCM and NP differentiating based on their aperture and penetrating ability (convergence angle at the apex).

When using polymer test structures, it is important to consider the possible effects of material degradation during multiple scanning and the influence of electric charge. These factors can limit the reproducibility.

bility of measurements and require appropriate measurement and calibration protocols.