

08 Об устойчивости работы сканирующего силового микроскопа с нановискером на вершине зонда

© В.В. Левичев,¹ М.В. Жуков,¹ И.С. Мухин^{1,2}, А.И. Денисюк,¹ А.О. Голубок^{1,3}

¹ Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, 197101 Санкт-Петербург, Россия

e-mail: levichev_vadim@mail.ru

² Санкт-Петербургский Академический университет — научно-образовательный центр нанотехнологий РАН, Санкт-Петербург, Россия

³ Институт аналитического приборостроения РАН, 190103 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 19 сентября 2012 г.)

Исследована работа кантилевера сканирующего зондового микроскопа с металл-углеродным вискером на вершине. Металл-углеродные вискеры, выращенные с помощью технологии осаждения материала под действием фокусированного ионного пучка в присутствии газов-прекурсоров, имели аспектное отношение $\alpha \approx 10-200$ и сохраняли свою форму при многократном сканировании в силовом режиме. Экспериментально продемонстрировано преимущество зондов с вискерами при исследовании поверхности с вертикальными стенками и узкими каналами. При больших значениях α обнаружена неустойчивость в работе сканирующего зондового микроскопа, обусловленная взаимодействием боковой поверхности вискера с образцом. Показано, что для устойчивой работы при больших аспектных отношениях необходимо ориентировать ось вискера по нормали к поверхности образца.

Введение

Известно, что изображение, получаемое с помощью сканирующего зондового микроскопа (СЗМ), определяется как рельефом поверхности и свойствами материала образца, так и формой и параметрами материала зонда. Это приводит к существенным искажениям при исследовании объектов с резкими и глубокими перепадами высот, таких как узкие и глубокие каналы. Для уменьшения искажений, возникающих на СЗМ-изображениях при исследовании подобных объектов, следует применять зонды с высоким аспектным отношением $\alpha = l/r$ (l и r — длина и диаметр нитевидного зонда соответственно). При этом значение α ограничивается сверху общим требованием защиты зондов от механических и акустических шумов. Эффективность защиты определяется соотношением $f_r \gg f_n$, где f_r — резонансная частота собственных колебаний нитевидного зонда, f_n — характерные частоты внешних шумовых колебаний. Поскольку резонансные частоты закрепленной на одном конце балки уменьшаются при увеличении α , то зонды со слишком большим аспектным отношением будут плохо защищены от механических вибраций. При работе в режиме силовой микроскопии нитевидные зонды должны быть также устойчивы относительно продольного сжатия и поперечного изгиба, что накладывает ограничения на величину α и ориентацию зонда. Кроме того, следует учитывать, что слишком длинные зонды подвержены тепловому дрейфу.

Перспективными для исследования образцов с развитым поверхностным рельефом являются зонды, на вершинах которых локализованы одиночные кристаллические или аморфные усы (вискеры) или нанотруб-

ки [1,2]. Действительно, вискеры и нанотрубки обладают достаточно высокой прочностью и жесткостью $k \approx (4-15) \text{ N/m}$, высокой резонансной частотой собственных колебаний $f \approx 100 \text{ MHz}$, малым поперечным размером $r \approx (5-50) \text{ nm}$ и высоким аспектным отношением α . В настоящей работе исследовались зонды с высоким аспектным отношением ($\alpha \approx 20$), представляющие собой металл-углеродные вискеры, выращенные на вершине кремниевой пирамидки стандартного кантилевера СЗМ.

1. Изготовление зондов с высоким аспектным отношением

Для создания металл-углеродных вискером применялась технология осаждения материала под действием фокусированных электронного или ионного пучков в присутствии газов-прекурсоров [3]. Использовалась установка CrossBeam Neon 40 (CarlZeiss) с интегрированной системой напуска газов $\text{C}_9\text{H}_{16}\text{Pt}$ или $\text{W}(\text{CO})_6$. Под действием электронного или ионного пучка металло-органические молекулы газа-прекурсора разлагаются и содержащиеся в этих молекулах атомы металла осаждаются на вершину кремниевой пирамидки кантилевера (рис. 1, а), формируя вискер, растущий параллельно первичному пучку. Диссоциация молекул газа-прекурсора инициируется вторичными электронами, эмитируемыми материалом подложки. Латеральный размер растущего вискера определяется областью выхода вторичных электронов [4]. При стандартной реализации этой технологии ось первичного пучка остается неподвижной, вискер растет параллельно оси пучка. Следует отметить, что в

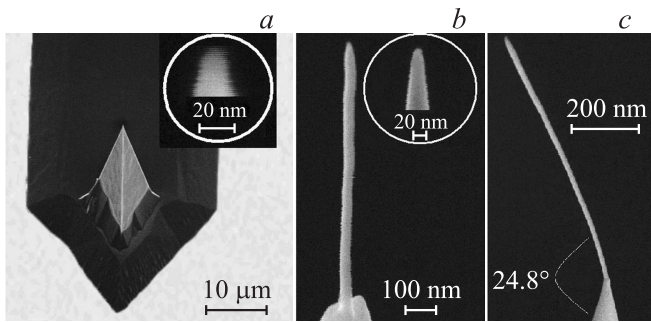


Рис. 1. СЭМ-изображения: *a* — кремниевой пирамидки исходного кантилевера, *b, c* — Pt вискера, выращенного на вершине пирамидки.

реальных наноструктурах, созданных данным методом, содержание Pt или W не превышает 30%, а 70% материала вискера состоит из органических остатков газа-прекурсора. В нашем случае ось пучка перемещалась в сторону от начальной точки зарождения вискера и рост вискера осуществлялся в направлении, перпендикулярном оси пучка [5]. Преимуществом перпендикулярного роста является возможность задавать направление оси вискера (рис. 1, *b, c*) и визуализировать процесс роста на экране сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). Задавая направление и скорость перемещения первичного пучка относительно начальной точки роста, а также площадь экспонирования, ускоряющее напряжение, ток пучка и поток газов-прекурсоров, можно управлять процессом роста вискера. Характерный поперечный радиус вискеров, используемых в качестве СЭМ-зондов в наших экспериментах, составлял около 15 нм. Длина вискеров могла изменяться в диапазоне (0.15–3) μm, что соответствует диапазону аспектных соотношений $\alpha \approx 10$ –200. Радиус закругления вершины стандартного кантилевера составлял ~ 10 нм (вставка на рис. 1, *a*). Радиус закругления Pt/C вискера, измеренный с помощью СЭМ (рис. 1, *b*), имел такую же величину (вставка на рис. 1, *b*).

Силовое взаимодействие вискера с поверхностью можно описать, пользуясь моделью балки, опертой с двух концов. При этом, как известно [6], имеется критическая сила продольного сжатия F_{cr} , при превышении которой балка теряет устойчивость. Оценив значение F_{cr} через аспектное отношение α , получим

$$F_{cr} \approx \frac{\pi^4 E}{4} \left(\rho \frac{r^3}{\alpha} \right), \quad (1)$$

где E — модуль Юнга материала, ρ — плотность нановискера, r — поперечный радиус вискера.

Положив $\rho \approx 7.8 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$, $E \approx 0.6 \cdot 10^{-11} \text{ N/m}^2$ и $r = 3 \cdot 10^{-8} \text{ m}$, получим, что F_{cr} изменяется в диапазоне (1–20) нН при изменении α от 100 до 5. Учитывая, что характерные значения силы взаимодействия „зонд — образец“ в сканирующей силовой микроскопии лежат около 1 нН, можно считать, что зонды-нановискеры должны быть устойчивыми вплоть до $\alpha \approx 100$.

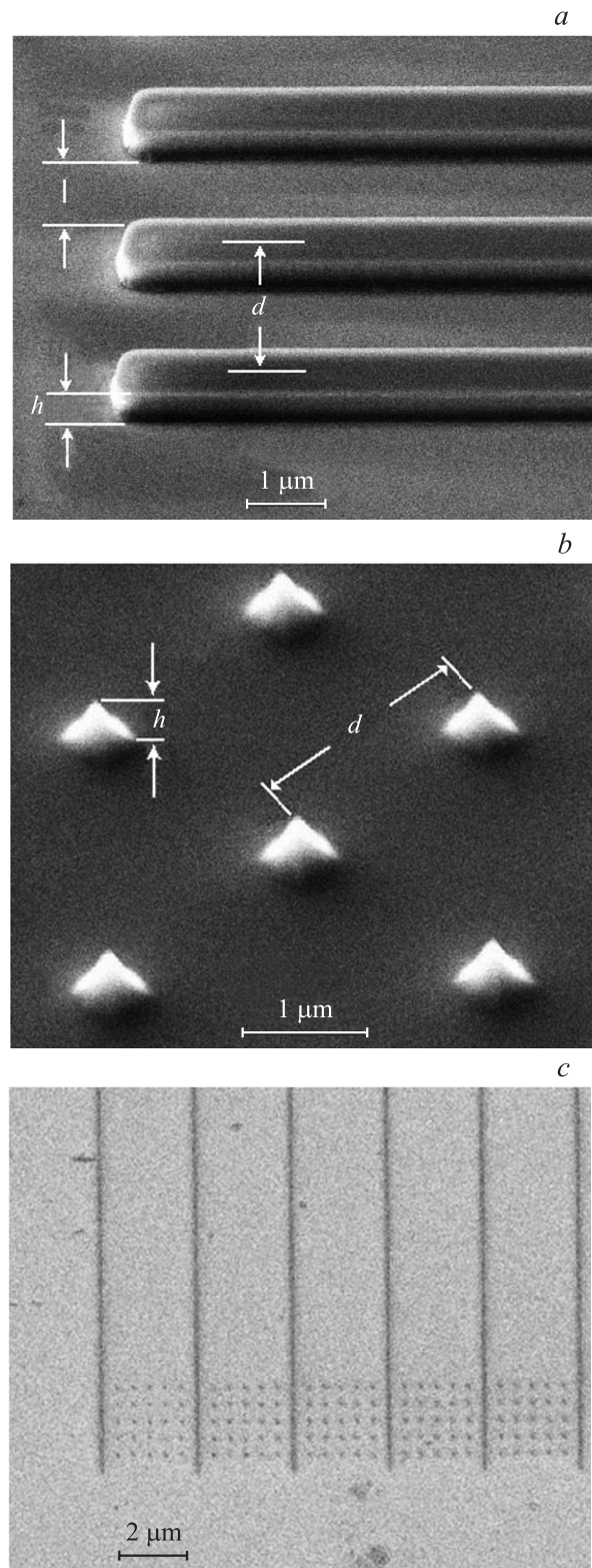


Рис. 2. СЭМ-изображения тестовых образцов. *a* — каналы с вертикальными стенками — стандартная TGZ03-решетка на поверхности Si; $d = 3 \mu\text{m}$, $L = 2 \mu\text{m}$, $h = 500 \text{ nm}$; *b* — острые иглы — стандартная TGT01-решетка на поверхности Si; $d = 2.12 \mu\text{m}$, $h = 600 \text{ nm}$, $R = 10 \text{ nm}$; *c* — узкие каналы в электронном резисте на поверхности кремния глубиной 100 нм, шириной 200 нм.

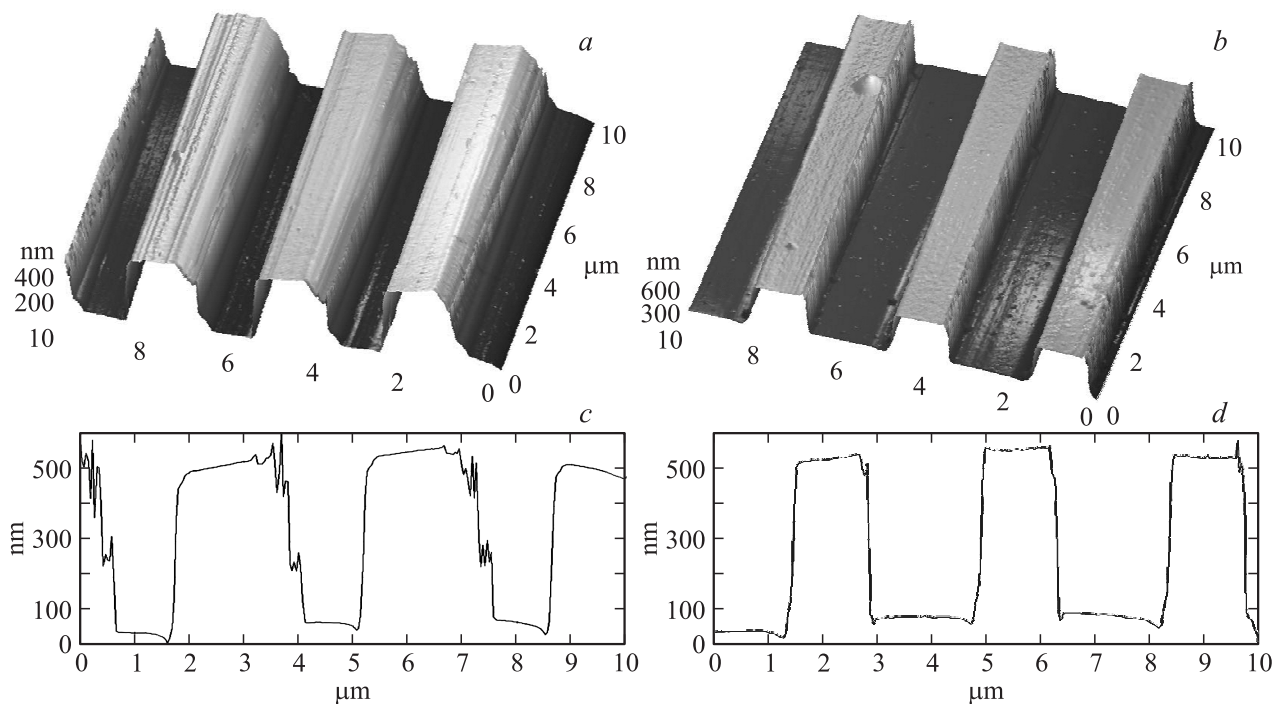


Рис. 3. СЗМ-изображения широкого канала с вертикальными стенками, полученные с помощью стандартного кантилевера (*a, c*) и кантилевера с Pt/C вискером (*b, d*); *a, b* — 3D изображения; *c, d* — поперечные сечения изображений.

2. Экспериментальные результаты и обсуждение

Работа зондов исследовалась в СЗМ NTegra Aura при сканировании тестовых образцов в полуконтактном силовом режиме. В качестве тестовых образцов использовались как стандартные калибровочные кремниевые микроструктуры, поставляемые компанией NT-MDT, обычно применяемые в СЗМ-измерениях, так и специально изготовленный образец (рис. 2).

Как уже отмечалось, кантилеверы с вискерами имеют преимущества над стандартными кантилеверами при визуализации образцов с резким поверхностным рельефом. Ранее было показано [5], что, используя вискеры, можно более точно измерить глубину каналов на поверхности образца. Отметим, что в этих экспериментах направление быстрого сканирования было перпендикулярно стенкам каналов. Вместе с тем известно, что при СЗМ-визуализации глубоких каналов с вертикальными стенками возникают неустойчивости, если направление быстрого сканирования параллельно стенкам каналов. Поэтому именно это „неудобное“ направление выбиралось в настоящей работе для исследования устойчивости и сравнения работы кантилеверов с вискерами и стандартных кантилеверов.

На рис. 3, *a, b, c, d* представлены СЗМ-изображения и поперечное сечение широких каналов с вертикальными стенками (рис. 2, *a*). Данные, представленные на рис. 3, *a, c*, получены в полуконтактном режиме с использованием стандартного Si кантилевера ($\alpha = 3-5$, $R = 10$ nm). На рис. 3, *b, d* представлены аналогичные

результаты, полученные с использованием Si кантилевера с Pt/C вискером на вершине ($\alpha = 30$, $R < 10$ nm). На рис. 4, *a, b, c, d* представлены аналогичные результаты, полученные при визуализации острых игл на плоской поверхности (образец 2, *b*).

Сравнение рис. 3, *a, c* и рис. 3, *b, d* показывает, что стандартный кантилевер дает срыв при визуализации „правой“ вертикальной стенки канала. Такое же поведение, но в значительно меньшей степени демонстрирует кантилевер с вискером.

Учитывая, что СЗМ-изображения представляют собой свертку двух поверхностей (образца и зонда), и принимая во внимание, что наименьший радиус имеют иглы, расположенные на образце, можно считать, что на рис. 4 визуализированы вершина пирамидки кантилевера (*a, c*) и вершина вискера (*b, d*). Сравнение рис. 4, *a, c* и 4, *b, d* показывает, что радиус закругления вершины стандартного кантилевера сравним с радиусом закругления вискера, что согласуется с данными, полученными в СЭМ (рис. 1, *a, b*).

При визуализации образца с острыми иглами на поверхности (рис. 2, *b*) также имеет место неустойчивая работа СЗМ, особенно отчетливо проявляющаяся в случае кантилевера с вискером — рис. 4, *b, d*. Наблюдаемые артефакты обусловлены генерацией следящей системы СЗМ. В тех областях на поверхности образцов, где имела место генерация следящей системы (СС), были измерены кривые подвода, т.е. зависимости амплитуды колебаний кантилевера от величины равновесного расстояния между зондом и образцом при разорванной петле обратной связи СС. В отличие от линей-

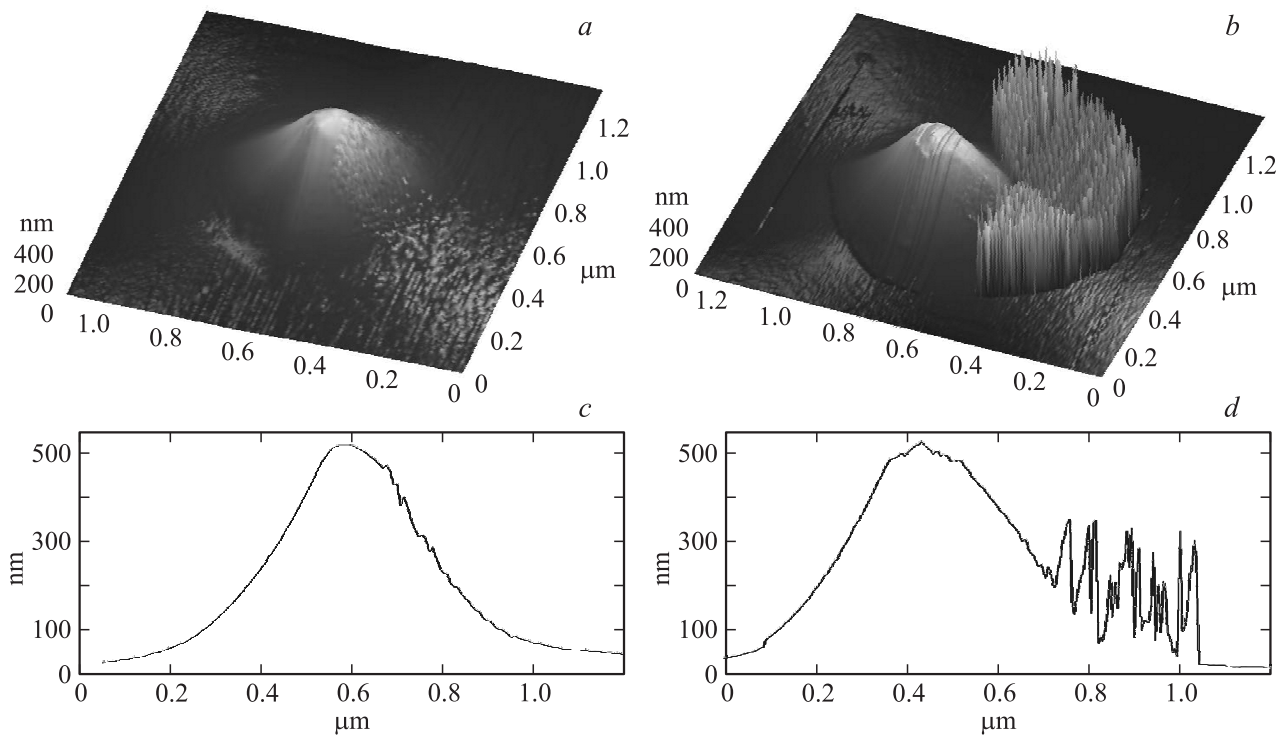


Рис. 4. СЗМ-изображения острой иглы, полученные с помощью стандартного кантилевера (*a, c*) и кантилевера с Pt/C вискером. *a, b* — 3D изображения; *c, d* — поперечные сечения изображений.

ных кривых подвода, имеющих место на устойчивых участках, на участках с генерацией СС наблюдались зашумленные ломаные кривые подвода. Изломанность кривой подвода можно связать с неперпендикулярной ориентацией оси вискера по отношению к плоскости образца. Действительно, как известно, для исключения касания поверхности образца микробалкой кантилевера последний всегда располагается под некоторым углом к поверхности образца. В СЗМ NTegra-Aura этот угол составляет 20° . Тогда ось вискера, сформированного вдоль оси пирамидки (рис. 1, *b*) перпендикулярно к поверхности микробалки кантилевера, будет отклоняться от нормали к поверхности образца. В результате при отработке СС развитого рельефа сканер СЗМ будет перемещаться на большие расстояния вдоль оси Z, что, в свою очередь, может привести к касанию между поверхностью образца и боковой поверхностью вискера. Такое боковое касание приведет к появлению силы, перпендикулярной к оси вискера. Поскольку жесткость вискера в направлении, перпендикулярном к его оси, значительно меньше его продольной жесткости, возникшая сила изогнет вискер или даже вызовет его колебания. В результате на кривой подвода появятся шумы и перегибы. В свою очередь, нелинейность кривой подвода будет влиять на фазово-частотную характеристику СС, „сбивая“ запас по фазе, необходимый для ее устойчивой работы. Резкие изменения на кривой подвода приведут к изменению знака обратной связи в СС с отрицательного на положительный и, как следствие, к автоколебаниям сканера и появлению артефактов на СЗМ-изображениях.

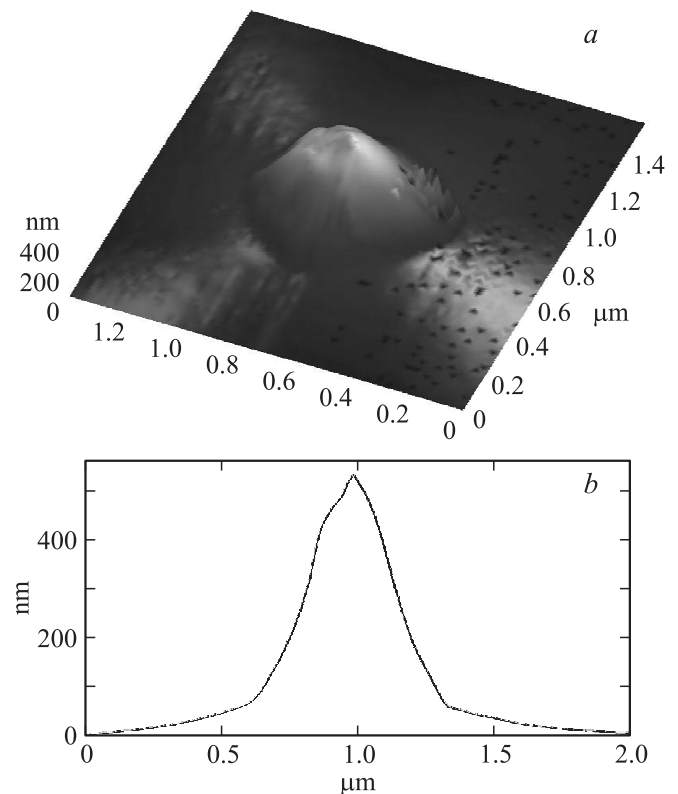


Рис. 5. СЗМ-изображения, полученные с помощью Pt/C вискера, расположенного под углом к оси пирамидки кантилевера. *a* — острая игла на плоской поверхности, 3D изображение, *b* — поперечное сечение.

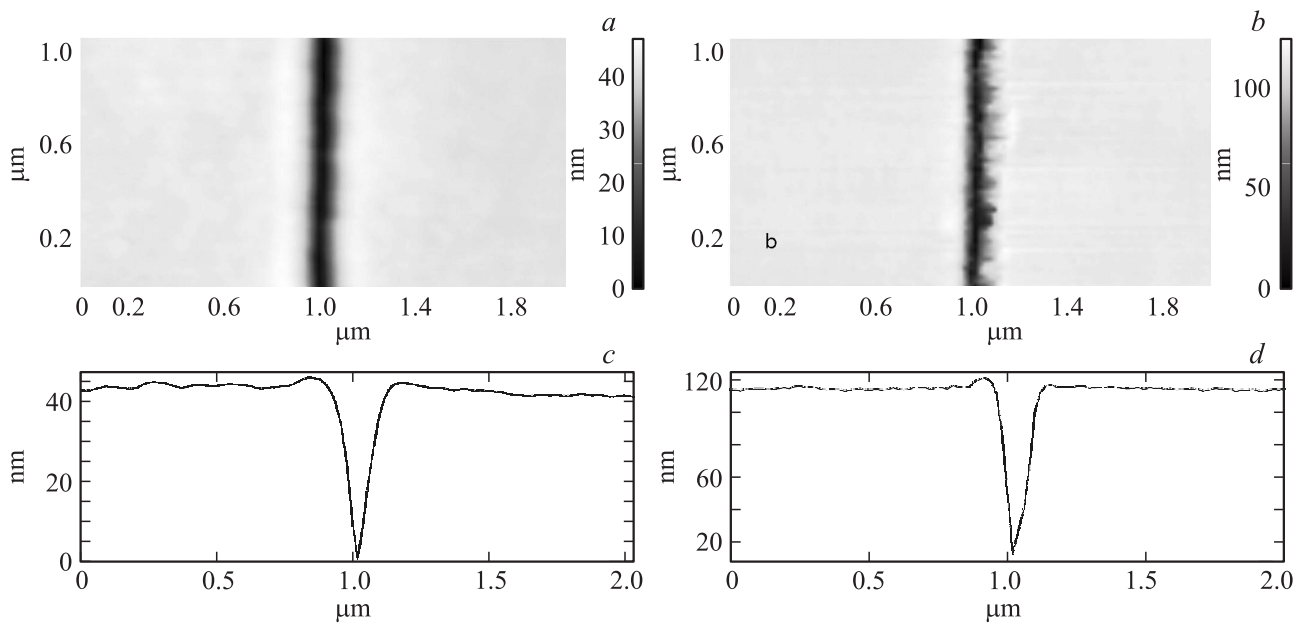


Рис. 6. СЗМ-изображения узкого канала в электронном резисте. *a* — стандартный кантилевер, 2D изображение, *b* — кантилевер с Pt/C вискером, расположенным под углом к оси пирамидки кантилевера, 2D изображение, *c* — поперечное сечение (*a*), *d* — поперечное сечение (*b*).

Для исключения артефактов был изготовлен зонд с вискером, ось которого располагалась под углом $20\text{--}25^\circ$ к оси пирамидки кантилевера (рис. 1, *c*), следовательно, приближалась к нормали к поверхности образца. На рис. 5 представлено СЗМ-изображение острой иглы на плоской поверхности (рис. 2, *b*), полученное в полуконтактном режиме с помощью Pt/C вискера, расположенного под углом $\sim 25^\circ$ к оси пирамидки кантилевера. Видно, что в этом случае артефакты на СЗМ-изображении практически отсутствуют.

На рис. 6 представлены результаты визуализации узкого канала шириной 200 nm в электронном резисте (рис. 2, *c*), полученные с помощью стандартного кантилевера и кантилевера с Pt/C вискером, расположенным под углом 25° к оси пирамидки кантилевера. Видно, что стандартный кантилевер дает для глубины канала значения 40 nm , в то время как кантилевер с вискером благодаря высокому аспектному отношению дает для глубины канала в 2 раза большее значение — 100 nm .

Форма Pt/C вискеров контролировалась в СЭМ после многократного сканирования. Было установлено, что зонды сохраняют свою форму, т.е. проявляют механическую устойчивость под действием продольного сжатия, присутствующего в полуконтактном силовом режиме.

Заключение

Технология осаждения материала под действием фокусированных электронного или ионного пучков в присутствии газов-прекурсоров позволяет формировать металл-углеродные вискеры с поперечным се-

чением $\sim 30\text{ nm}$ на вершине пирамидок стандартных кантилеверов, обеспечивая высокое аспектное отношение $\alpha = 10\text{--}200$ для СЭМ-зондов. По сравнению со стандартными кантилеверами зонды с вискерами дают меньшее размытие вертикальных стенок на СЗМ-изображениях широких каналов и, проникая в узкие каналы, позволяют измерять их глубину. В отличие от зондов с малым α на ориентацию зондов с большим α накладываются более жесткие требования. Ось зонда должна достаточно точно совпадать с направлением, вдоль которого перемещается исполнительный элемент следящей системы СЗМ в процессе ее работы. При невыполнении этого условия при сканировании рельефных поверхностей будет иметь место взаимодействие образца с боковой поверхностью зонда, приводящее к неустойчивой работе СЗМ и артефактам на СЗМ-изображениях. Кантилеверы с Pt/C вискерами, расположенными под углом $\sim 25^\circ$ к оси пирамидки кантилевера, и аспектным отношением $\alpha \approx 10\text{--}100$ демонстрируют механическую устойчивость под действием продольного сжатия, имеющего место в полуконтактном силовом режиме.

Работа выполнена при поддержке ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“ на 2009–2013 гг. (ГК П557) и централизованного фонда НИУ ИТМО.

Список литературы

- [1] Branner S.S. // Science. 1958. Vol. 128. P. 9–575.
- [2] Kucukyildirim B.O., Akdogan Eker A., Eker B. // International Journal of Arts and Sciences. 2009. Vol. 3. P. 18–26.

- [3] Евстапов А.А., Мухин И.С., Кухтевич И.В., Бука-тин А.С. // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. Вып. 20. С. 32–40.
- [4] van Dorp W.F., Hagen C.W. // J. Appl. Phys. 2008. Vol. 104. P. 081 301–081 342.
- [5] Мухин И.С., Мухин М.С., Феклистов А.В., Голубок А.О. // Научное приборостроение. 2011. Т. 21. № 3. С. 23–29.
- [6] Старовойтов Э.И. Сопротивление материалов. М.: Физ-матлит, 2008. С. 384.