

05;11;12

## Радиационно-стимулированное формирование микронзондов сканирующих туннельных микроскопов

© Т.И. Мазилова

Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт",  
310108 Харьков, Украина

(Поступило в Редакцию 21 апреля 1998 г. В окончательной редакции 11 ноября 1998 г.)

Сообщаются результаты исследования процесса формирования вольфрамовых игольчатых микронзондов под действием ионной бомбардировки в сильных электрических полях и последующего низкотемпературного полевого испарения. Обнаружена немонотонность изменения скорости возрастания плотности тока в процессе облучения, связанная с наличием в составе потока бомбардирующих ионов тяжелых частиц материала эмиттера, образующихся в результате его распыления. Показано, что в процессе бомбардировки первоначально полусферическая рабочая часть зондов трансформируется в осесимметричную поверхность сложной конфигурации. Обсуждена связь наблюдавшихся эффектов с особенностями протекания процессов ионизации атомов инертных газов и распыления атомов вольфрама в сверхплотных электронных пучках. Микронзонды с атомногладкой поверхностью, формируемой в процессе ионной бомбардировки и полевого испарения, обнаруживали высокую стабильность и обеспечивали атомное разрешение на тест-объектах.

### Введение

Микронзонды сканирующих туннельных, атомно-силовых микроскопов и других модификаций сканирующих зондовых микроскопов являются основными элементами, обеспечивающими высокое разрешение и определяющими точность и воспроизводимость измерений [1,2]. Микровыступы, формируемые на вершине микронзондов в оптимальных режимах электрохимического или ионного травления, имеют небольшие радиусы кривизны и обеспечивают высокую локальность зондирования вплоть до атомной [1,3]. Однако, как правило, расположение микровыступов на поверхности носит случайный характер, что снижает интерпретацию атомно-зондовых изображений и воспроизводимость параметров разработанных на их базе нанотехнологических устройств. В частности, особые требования к геометрии рабочей части микронзондов предъявляются в разработанных на базе сканирующих туннельных микроскопов технологических устройствах, эксплуатируемых в режиме жесткого атомно-силового сканирования или сверхсильных электрических полей [4]. В этих режимах воздействие микронзондов на обрабатываемую поверхность является значительным и необратимым. Такие модификации сканирующих туннельных микроскопов являются эффективными инструментами для локальной модификации поверхности и их применения перспективно для создания ультрамалых электронных элементов и средств сверхплотной записи информации [1,5]. Из-за неоднородности внедрения зондов в обрабатываемый материал неосесимметричность их рабочей части приводит в режиме жесткого контактного атомно-силового сканирования к неконтролируемым различиям создаваемого рисунка на пологих участках и крутых склонах поверхностных наноструктур. Таким образом, для обеспечения возможности адекватности интерпретации изображений и воспроизводимости параметров локальной модификации

поверхности необходима разработка метода создания микронзондов с атомногладкой осесимметричной рабочей частью.

В настоящей работе сообщаются результаты исследования процесса формирования вольфрамовых игольчатых микронзондов под действием ионной бомбардировки в сильных электрических полях.

### Методика эксперимента

Вольфрамовые игольчатые зонды с исходным радиусом кривизны 10–100 нм и углом конуса у вершины 2–10° изготавливались электрохимическим травлением проволоки с осевой текстурой [110]. Исследования проводились с помощью полевого эмиссионного микроскопа с охлаждением образцов до 21–80 К, работающего в электронном и ионном режимах. В качестве изображающего газа использовался гелий при давлении  $10^{-2}$ – $10^{-3}$  Па. При работе в автоэлектронном режиме гелий откачивался до уровня  $10^{-8}$ – $10^{-7}$  Па и в рабочую камеру напускался неон при давлении  $10^{-1}$ – $10^{-4}$  Па. Облучение осуществлялось ионами неона, образующимися при пропускании автоэлектронного тока при подаче на острый образец отрицательного потенциала. Интенсивность ионной бомбардировки при плотностях автоэлектронного тока менее  $10^6$  А/см<sup>2</sup> определялась по соотношениям, полученным в работе [6]. При образовании ионов на расстояниях  $r$  от острия, меньших  $10r_0$ , где  $r_0$  — радиус вершины острия, бомбардировка осуществлялась из конической области формирования ионного потока, при больших значениях  $r$  — из цилиндрической области, соосной с образцом. В настоящей работе напряженность поля  $E$  в автоэлектронном режиме в процессе облучения составляла  $4$ – $5 \cdot 10^7$  В/см. При  $r_0 < 100$  нм ионы, образующиеся при  $r < 10r_0$ , имеют энергию ниже порога распыления вольфрама.

Вследствие этого основной вклад в формоизменение поверхности вносили ионы, образовавшиеся в сравнительно удаленной цилиндрической области. Для цилиндрической области распределение по энергиям ионов является максвелловским [7] со средней энергией, равной  $eEr_0$ , где  $e$  — заряд электрона. Средняя энергия ионного потока, бомбардирующего исследуемую часть образцов лежала в интервале 50–500 eV. Таким образом, показано, что направленные ионные потоки интенсивностью  $10^{13}–10^{16} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  могут быть получены пропусканьем автоэлектронного тока в среде неона при давлении  $10^{-1}–10^{-3} \text{ Pa}$ . Интегральные потоки ионов неона составляли  $10^{16}–5 \cdot 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ . В процессе бомбардировки поверхности ионами неона снимались осциллограммы электронного эмиссионного тока и производилась видеосъемка автоэлектронного изображения. Измерения выполнялись при постоянном напряжении 1–5 kV; стабильность напряжения 0.25%.

## Результаты и их обсуждение

На рис. 1 приведена типичная осциллограмма тока игольчатого зонда радиусом 26 nm, снятая при напряжении 800 V и давлении неона  $2 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ . Последующее наблюдение микротопографии зонда в ионно-микроскопическом режиме показало, что рост тока связан с обострением эмиттеров, контролируемым радиационно-стимулированной подвижностью поверхностных атомов. Переход от медленного возрастания тока в начальной стадии обострения к более быстрому росту сопровождается, как следует из рассмотрения микрофотографий (рис. 2), качественными изменениями автоэлектронного изображения. Хаотическое расположение ярко эмиттирующих центров, характерное для плотностей тока ниже  $10^8 \text{ A/cm}^2$  (рис. 2, *a*), сменяется огранкой с уплощениями на гранях {100} (рис. 2, *b*) при  $J = 2 \cdot 10^6 \text{ A/cm}^2$ , и затем вся поверхность острия ограняется плоскостями с низкими индексами (рис. 2, *c*)  $J = 10^7 \text{ A/cm}^2$ . При

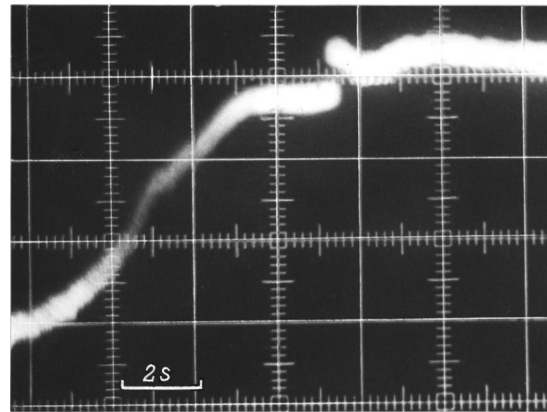


Рис. 1. Осциллограмма изменения эмиссионного тока вольфрамового зонда под действием бомбардировки ионами неона.

этом наблюдаются образование и рост новых атомных слоев, сопровождаемый синхронными колебаниями тока. С уменьшением радиуса кривизны относительная величина колебаний тока растет, достигая 10% для острий радиусом 10 nm.

На рис. 3 приведена типичная зависимость  $(1/J)dJ/dt$  от плотности электронного тока  $j$  при давлении неона  $4 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ . Зависимость построена на базе временной характеристики тока с исходным радиусом 60 nm при напряжении 1800 V. Относительная скорость изменения величины тока проходит через максимум, высота которого растет с увеличением давления неона, однако положение максимума относительно плотности электронного тока остается практически неизменным от образца к образцу и лежит в интервале  $5 \cdot 10^6–10^7 \text{ A/cm}^2$ . Наличие максимума свидетельствует о том, что энергия, выделяемая на поверхности бомбардирующими ионами, ответственная за радиационно-стимулированное обострение эмиттера, немонотонно зависит от плотности тока автоэлектронов, ионизирующих атомы в межэлектродном пространстве.

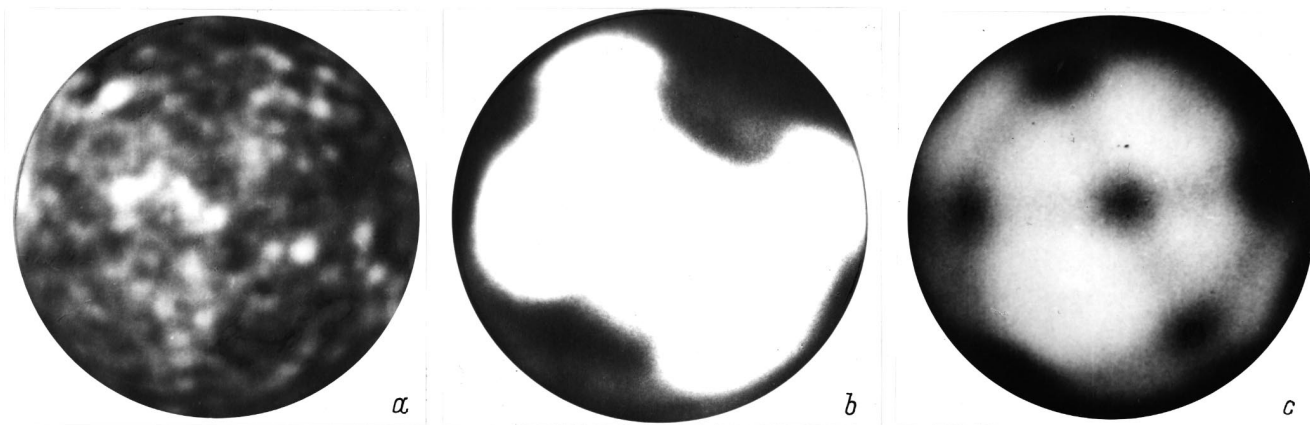
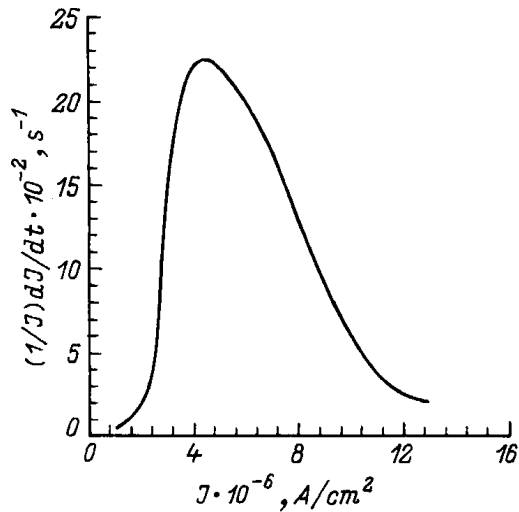


Рис. 2. Изменения полевых эмиссионных изображений в процессе формирования острых зондов.  $J = 8 \cdot 10^5$  (*a*),  $2 \cdot 10^6$  (*b*),  $10^7 \text{ A/cm}^2$  (*c*).

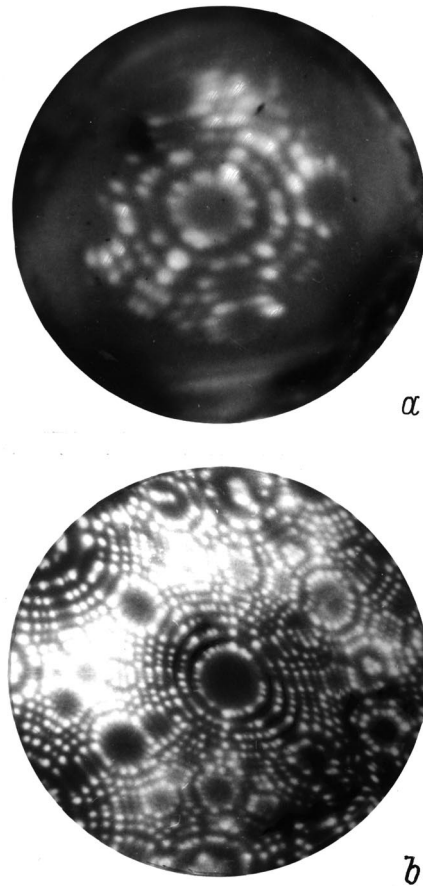


**Рис. 3.** Зависимость скорости изменения эмиссионного тока под действием ионной бомбардировки от плотности тока.

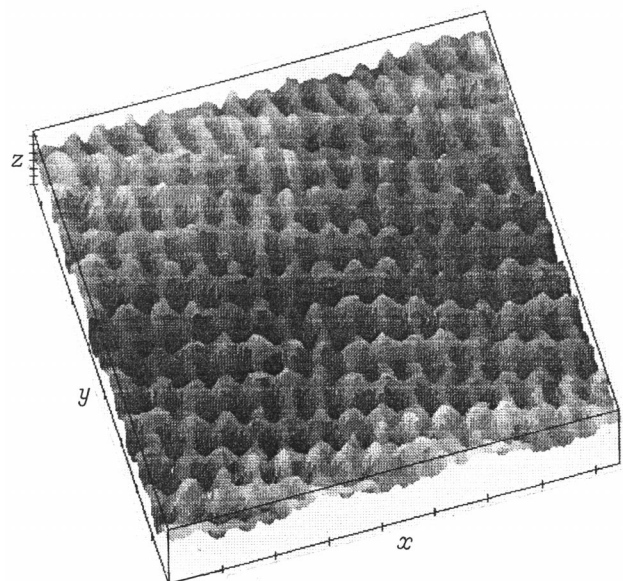
Наблюдаемый характер зависимости  $(1/J)dJ/dt$  от  $J$  можно объяснить, если предположить в составе потока бомбардирующих ионов наличие тяжелых частиц материала эмиттера, образующихся в результате его распыления. Тогда с увеличением плотности электронного тока растет вероятность ионизации выбитых с поверхности эмиттера атомов вольфрама и пропорционально увеличивается энерговыделение на бомбардируемой ионами поверхности. Выше некоторой плотности электронного тока, при которой большинство выбитых атомов ионизовано, распыленные атомы ионизируются на все меньших расстояниях от поверхности и соответственно уменьшается энерговыделение на автокатоде. В рамках рассмотрения ионной бомбардировки автоэмиттеров, проведенного в [6,7], можно показать, что при плотностях электронного тока порядка  $10^7$  А/см<sup>2</sup> становится существенной ионизация атомов вольфрама. При более высоких плотностях тока большая часть атомов, выбитых с поверхности острия, ионизируется автоэлектронами и бомбардирует вершину эмиттера. Дальнейшее увеличение плотности тока приводит к преимущественной ионизации атомов вольфрама непосредственно у поверхности эмиттера и соответствующему снижению средней энергии бомбардирующих ионов. Таким образом, наличие максимума на кривой  $(1/J)dJ/dt$  от  $J$  при некотором критическом значении плотности электронного тока может быть связано с особенностями протекания процессов ионизации атомов инертных газов и распыления атомов вольфрама в сверхплотных электронных пучках, формируемых вблизи поверхности остриевых микрозондов в автоэлектронном режиме.

Ионно-микроскопическими наблюдениями установлено, что радиационно-стимулированное обострение микрозондов сопровождается изменением конфигурации их вершины. Анализ эволюции топографии поверхности, наблюдаемой при послойном испарении образцов (рис. 4),

показал, что в процессе бомбардировки рабочая (полусферическая) часть зондов трансформируется в осесимметричную поверхность, которую можно представить в виде параболоида, сопряженного с полусферой радиусом 4–6 нм, существенно меньшим главного радиуса кривизны у вершины параболоида. Во всех случаях центр полусферы, формируемой в процессе ионной бомбардировки, располагался на кристаллографической оси (110), совпадающей с геометрической осью микрозонда. Таким образом, формирование ионной бомбардировкой на порядок повышала локальность микрозондирования. Дополнительное применение методики контролируемого послойного полевого испарения [8] позволяло получать идеально атомно-гладкую поверхность полусферических выступов на вершине микрозондов заданных радиусов кривизны. Это обеспечивает воспроизводимость в пределах разрешения полевого ионного микроскопа (0.27 нм) геометрии рабочей части зондов при полном отсутствии неконтролируемой микрошероховатости поверхности. Такие характеристики микрозондов особенно существенны при использовании их в нанотехнологических устройствах с жестким атомно-силовым сканированием поверхности.



**Рис. 4.** Ионно-микроскопические изображения рабочей части зонда непосредственно после радиационно-стимулированной формирования (а) и после удаления полусферического микровыступа (b).



**Рис. 5.** Поверхность графита в сканирующем туннельном микроскопе с атомногладким микрозондом.

Атомное разрешение сканирующих туннельных микроскопов обычно обеспечивается протеканием туннельного тока через микровыступы на поверхности зондов атомных размеров [1]. Предполагается, что эмиссия локализована на отдельных атомах или ультрамалых кластерах на вершине микровыступов. В связи с этим несколько неожиданным оказалась воспроизводимая реализация атомного разрешения сканирующих туннельных микроскопов при использовании микрозондов с атомногладкими микровыступами на вершине. В качестве примера на рис. 5 приведено изображение поверхности графитового тест-объекта в сканирующем туннельном микроскопе, полученное с помощью микрозонда с атомногладкой поверхностью. Зонды с атомно-гладкой поверхностью в отличие от зондов с нерегулярными микровыступами, формируемыми в процессе электрохимического травления, обнаруживали высокую стабильность, обеспечивали атомное разрешение при многочасовой эксплуатации в непрерывном режиме.

Автор выражает благодарность В.С. Гурину, И.М. Михайловскому, В.К. Солоновичу и В.М. Шулаеву за обсуждения и полезные советы.

## Список литературы

- [1] Magonov S.N., Whangbo M.-H. Surface Analysis with STM and AFM. Berlin: Springer Verlag, 1996. 450 p.
- [2] Ksenofontov V.A., Mikhailovskii I.M., Shulaev V.M. et al. // Physics, Chemistry, and Application of Nanostructures / Ed. V.E. Borisenko et al. Minsk: Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, 1995. P. 244–245.
- [3] Libioulle L. // Rev. Sci. Inst. 1995. Vol. 66. N 1. P. 97–100.
- [4] Rohrer H. // Jap. J. Appl. Phys. 1993. Vol. 32. P. 1335–1340.

- [5] Kondo S., Heike S., Lutwyche M. et al. // Appl. Phys. 1995. Vol. 78. P. 155–165.
- [6] Березняк П.А., Слезов В.В. // РиЭ. 1972. Т. 17. № 2. С. 354–358.
- [7] Березняк П.А., Великодная О.А., Герасименко В.И. и др. // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 1994. Вып. 1(61). С. 41–45.
- [8] Миллер М., Смит Г. Зондовый анализ в атомно-ионной микроскопии. М.: Мир, 1993. 300 с. (Miller M.K., Smith G.D.W. Atom probe microanalysis: Principles and applications to materials problems. Oak Ridge National Lab., 1987.)