

Раздел III. Наносистемная техника

УДК 621.38-022.532

А.В. Быков, А.С. Коломийцев, В.В. Полякова, В.А. Смирнов

ПРОФИЛИРОВАНИЕ ЗОНДОВ ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ НАНОДИАГНОСТИКИ МЕТОДОМ ФОКУСИРОВАННЫХ ИОННЫХ ПУЧКОВ*

Представлены результаты экспериментальных исследований по профилированию зондов для атомно-силовой микроскопии (АСМ) и сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) методом фокусированных ионных пучков (ФИП). С использованием локального ионно-лучевого травления методом ФИП получены кантилеверы с радиусом закругления острия около 10 нм и высоким аспектным отношением 1:50. Методом ФИП произведено профилирование вольфрамовых зондов СТМ, полученных методом электрохимического травления заготовок диаметром 0,1 мм. Показано, что применение локального травления ФИП позволяет уменьшить радиус закругления острия СТМ-зондов с 84,4 до 8,5 нм. Результаты исследования тестовых объектов профилированными зондами показывают возможность повышения разрешающей способности и достоверности измерений тестовых объектов методами АСМ и СТМ по сравнению со стандартными АСМ-кантилеверами и СТМ-зондами. Полученные результаты могут быть использованы при разработке методов и средств зондовой нанодиагностики структур микро- и нанoeлектроники, наноструктурированных материалов, МЭМС и НЭМС.

Нанотехнологии; наноматериалы; сканирующая зондовая микроскопия; зонд; кантилевер; фокусированный ионный пучок; ионно-лучевое травление.

A. V. Bykov, A. S. Kolomiitsev, V. V. Polyakova, V. A. Smirnov

PROFILING OF THE TIPS FOR SCANNING PROBE NANODIAGNOSTICS USING FOCUSED ION BEAMS

The results of experimental investigations profiling probes for atomic force microscopy (AFM) and scanning tunneling microscopy (STM) by focused ion beam (FIB) are represented. Cantilevers with tip radius of curvature of about 10 nm and a high aspect ratio of 1:50 are obtained with using the local ion-beam etching method FIP. Profiling tungsten STM probe is produced by method FIP, obtained by electrochemical etching workpieces with a diameter 0.1 mm. It is shown that the application of local etching FIP reduces the curvature radius of the tip STM probe from 84.4 nm to 8.5 nm. The research results of test objects profiled probes show the possibility of enhance the resolution and measurement authenticity of test objects by methods AFM and STM compared with standard AFM cantilevers and STM probes. The results can be used in the development of methods and means of probe Nanodiagnosics structures of micro- and nano-electronics, nano-structured materials, MEMS and NEMS.

Nanotechnologies; nanomaterials; scanning probe microscopy; probe; cantilever; focused ion beam; ion beam treatment.

Введение. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является одним из основных методов нанотехнологии, который обеспечивает проведение исследований свойств поверхности твердых тел с высоким пространственным разрешением как в среде сверхвысокого вакуума, так и на воздухе. Эти уникальные достоинства

* Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (проект № 14-07-31162 мол_а).

нашли широкое применение СЗМ во многих областях науки и техники, особенно при разработке и исследовании новых микро- и наноразмерных структур электроники, а также изучении свойств наноструктурированных материалов. Измерение рельефа поверхности подложки в сканирующем зондовом микроскопе происходит путем детектирования взаимодействия в системе зонд-подложка, при этом основным фактором, вносящим существенный вклад, является радиус закругления и угол конусности острия зонда [1–6].

Коммерчески доступные зондовые датчики для атомно-силовой микроскопии (АСМ) изготавливаются из кремния и нитрида кремния методом фотолитографии с последующим анизотропным травлением. Несмотря на то, что радиус закругления острия таких зондов достаточно большой, а также низкое соотношение сторон и ограниченный срок службы из-за износа, такие зонды все же получили широкое распространение при проведении АСМ благодаря их массовому производству [7].

Разработка технологических процессов получения зондов позволит улучшить характеристики зондов для СЗМ. Малый радиус закругления и высокое аспектное соотношение сторон острия зондов были получены методом электронно-лучевого осаждения (ЭЛО), при этом углерод осаждается на кончике острия зонда из газовой фазы в камере электронного микроскопа [6]. Углеродные нанотрубки также могут применяться в качестве острия зондовых датчиков для АСМ. Их диаметр менее 10 нм, достаточно большая длина, высокая жесткость, и упругие свойства на изгиб делают их перспективным материалом для изготовления АСМ-зондов. Зонды для сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) изготавливаются по другим методам, например механической обрезкой или электрохимическим травлением металлических проводников. При выборе материала зонда можно использовать металлы, которые не будут окисляться или подвергаться коррозии в окружающей среде [7].

Ионно-лучевое травление методом фокусированных ионных пучков является перспективным и позволяет проводить профилирование поверхности подложки, с высоким пространственным разрешением, высокой скоростью и воспроизводимостью, а также в отличие от метода фотолитографии не требует применения фотошаблонов и проведения дополнительных технологических операций, связанных с нанесением, экспонированием и удалением фоторезиста [8–11].

Целью работы является исследование возможности профилирования зондов для сканирующей зондовой нанодиагностики с использованием технологии ФИП, а также исследование влияния параметров полученных зондов на разрешающую способность и достоверность результатов сканирования поверхности тестовых структур методом атомно-силовой и сканирующей туннельной микроскопии.

Методика исследования. Профилирование зондов АСМ и исследование их характеристик производились с использованием растрового электронного микроскопа с системой фокусированных ионных пучков Nova NanoLab 600 (FEI Company, Нидерланды) и сканирующей зондовой нанолаборатории Ntegra (ЗАО «НТ-МДТ», Россия).

В ходе выполнения экспериментальных исследований по профилированию зондовых датчиков АСМ-методом фокусированных ионных пучков, в качестве экспериментальных образцов использовались кремниевые кантилеверы марки NSG 10 (рис. 1,а) [12]. На начальном этапе исследований исходные кантилеверы помещались в вакуумную камеру системы Nova NanoLab 600 таким образом, чтобы острие зонда было направлено вверх, в направлении электронной пушки, а при наклоне стола на угол 52° – в направлении ионной пушки Magnum. Рабочий вакуум в камере при проведении ионно-лучевого травления поддерживался на уровне $2\div 3 \times 10^{-4}$ Па. Для эффективного и воспроизводимого профилирования образцов

АСМ-кантилеверов ионно-лучевое травление проводилось при параметрах, которые были определены в ходе комплексного исследования режимов ионно-лучевого травления [8, 9]. Ускоряющее напряжение сфокусированного ионного пучка при травлении было выбрано равным 30 кэВ, ток ионного пучка – 0,1 нА, время воздействия ионного пучка в каждой точке шаблона 1,5 мкс, параметр перекрытия при пошаговом перемещении пучка (overlap) составил 50 %.

Профилирование АСМ-кантилеверов методом ФИП производилось по специально разработанной методике, согласно которой травление острия зонда производилось при управлении пространственным распределением интенсивности потока ионов, при помощи комплекта цифровых растровых шаблонов формата ASCII. Шаблон представлял собой файл, содержащий в себе служебную информацию о выбранных режимах ионно-лучевого травления, перечень координат точек, в которых будет осуществляться воздействие ионов, а также время воздействия пучка в каждой из координат. Преимуществом такого способа управления пучком является простота конвертации файлов такого формата в команды для управляющей электроники системы, что позволяет избежать артефактов, связанных с ошибками преобразования форматов файлов.

После проведения ионно-лучевого профилирования поверхность острия кантилевера исследовалась методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Анализ полученных РЭМ-изображений (рис. 1) показывает, что на заключительном этапе процесса профилирования, в соответствии с разработанной методикой, получен кантилевер с радиусом закругления острия около 10 нм и высоким аспектным соотношением 1:50 (рис. 1,б).

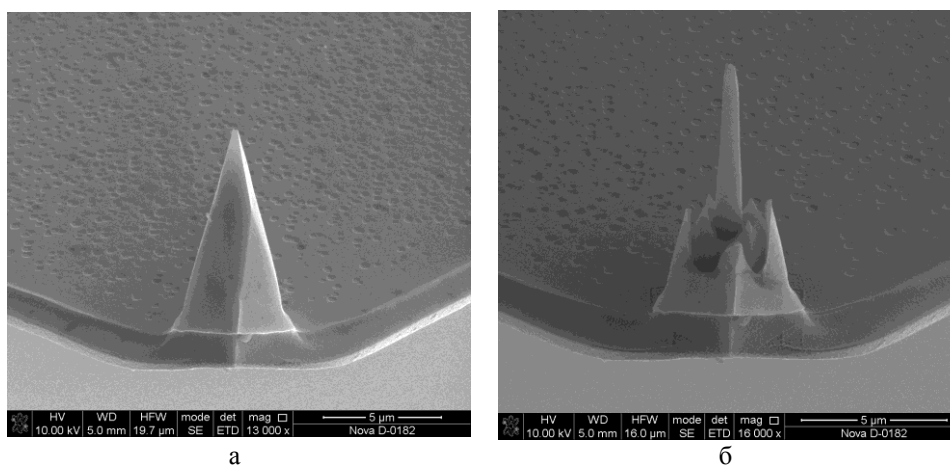


Рис. 1. РЭМ-изображения острия зондового датчика: а – исходного кантилевера NSG 10; б – профилированного методом ФИП кантилевера

На следующем этапе проведения экспериментальных исследований производилось профилирование и исследование вольфрамовых зондов для сканирующей туннельной микроскопии. Исходные экспериментальные образцы зондов были изготовлены методом электрохимического травления (ЭХТ) заготовок из вольфрамовой проволоки диаметром 100 мкм в 8 % растворе КОН с использованием специализированной установки для травления игл, поставляемой ЗАО «НТ-МДТ» в комплекте с оборудованием СТМ (рис. 2,а,б). После этого полученные вольфрамовые зонды помещались в вакуумную камеру системы Nova NanoLab 600 таким образом, чтобы острие зонда лежало в плоскости, перпендикулярной к оптической оси прибора. Профилирование

острия вольфрамовых СТМ-зондов, как и в случае с АСМ-кантилеверами, проводилось по разработанной специально методике, с использованием шаблонов формата ASCII. Основные параметры ионно-лучевого травления методом ФИП: ток фокусированного ионного пучка 1 нА, ускоряющее напряжение 30 кэВ, время воздействия ионного пучка в точке 1 мкс, параметр overlap – 50 %.

На рис. 2 приведены РЭМ-изображения исходных СТМ-зондов, полученных методом ЭХТ, а также СТМ-зондов, профилированных методом ФИП. Анализ РЭМ-изображений показал, что в результате модификации методом ФИП радиус закругления острия исходного СТМ-зонда уменьшился с 84,4 до 8,5 нм.

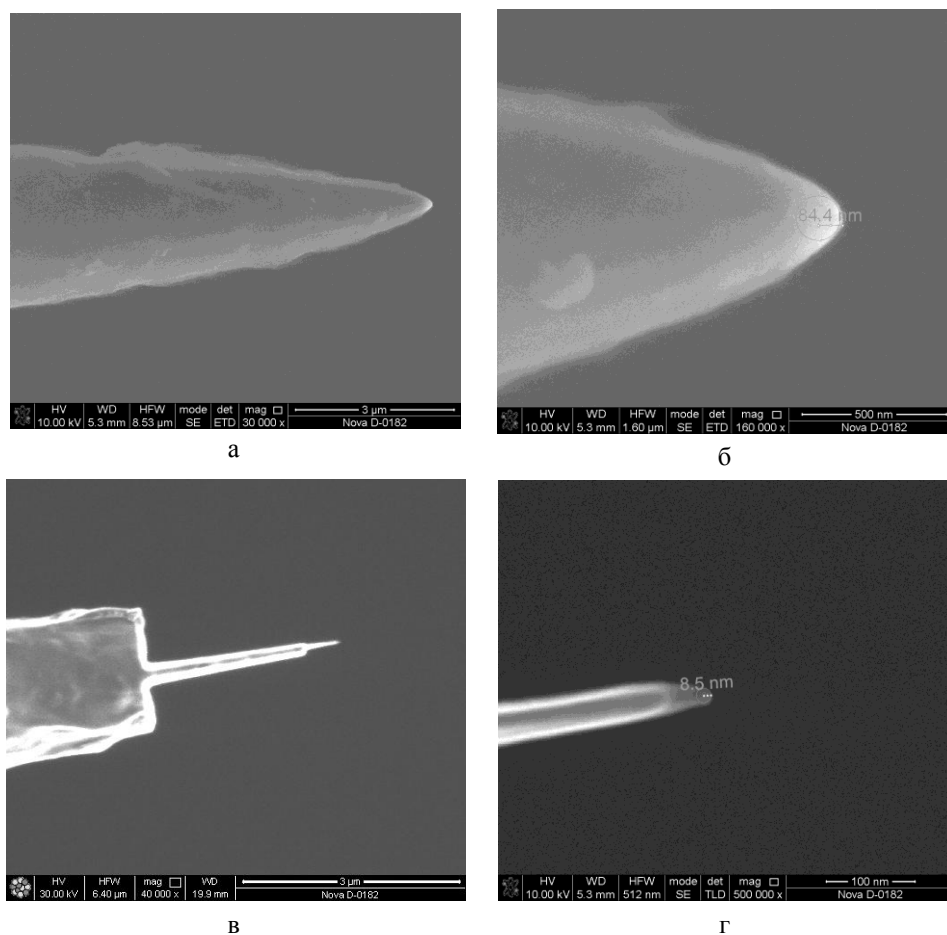


Рис. 2. РЭМ-изображения СТМ-зонда: а – полученного методом ЭХТ; б – профилированного методом ФИП

Экспериментальные исследования влияния характеристик профилированных зондов АСМ на разрешающую способность и достоверность результатов АСМ-измерений в динамическом режиме проводились на зондовой нанолaborатории Ntegra (NT-MDT, Россия) путем сканирования поверхности рельефной меры периода и высоты TGZ3 [12] в полуконтактном режиме АСМ (рис. 3). Определение характерных размеров меры периода и высоты TGZ3 проводилось с использованием программного пакета Image Analysis 3.5 [12].

Исследование разрешающей способности СТМ-зондов проводилось путем сканирования в режиме постоянной высоты поверхности высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ). В результате с использованием профилированного методом ФИП-зонда было получено СТМ-изображение поверхности ВОПГ с атомарным разрешением, которое представлено на рис. 4.

Результаты и обсуждение. Анализ полученных АСМ-изображений (рис. 3) показал, что геометрические параметры структур рельефной меры периода и высоты TGZ3, полученных исходным кантилевером, не соответствуют паспортным данным и имеют большую дисперсию. При этом форма структур TGZ3 содержит артефакты, возникновение которых может быть связано с вкладом угла конусности острия кантилевера (около 22° [12]) в искажение формы и латеральных геометрических размеров (рис. 3,а,б). При сканировании рельефной меры периода и высоты TGZ3 модифицированным кантилевером геометрические параметры, определенные из АСМ-изображений, хорошо коррелировали с паспортными данными [12], а на АСМ-изображении артефакты отсутствовали (рис. 3,в,г).

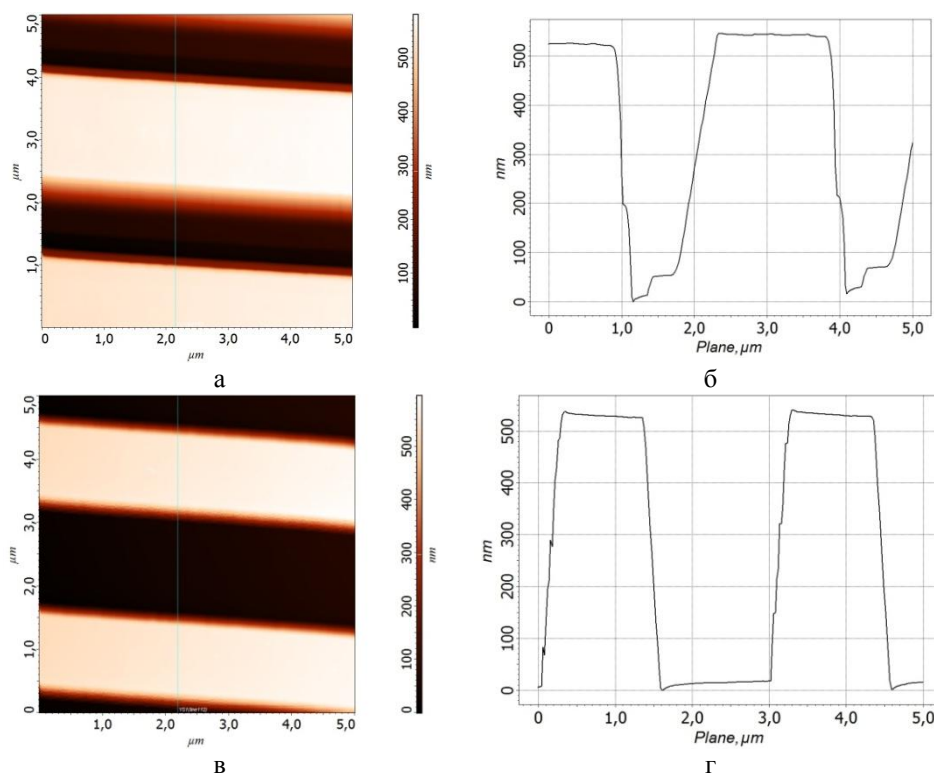


Рис. 3. АСМ-изображением и профилограммы поверхности линейной меры TGZ3, полученные: а, б – исходным кантилевером; в, г – профилированным методом ФИП-кантилевером

Полученное профилированным методом ФИП-зондом СТМ-изображение с атомарным разрешением, представленное на рис. 4, позволяет выявить особенности строения тонкой структуры двумерного электронного газа на поверхности высокоориентированного пиролиитического графита. При сканировании зондом, полученным с помощью ЭХТ-метода, атомная структура на СТМ-изображении поверхности ВОПГ не была выявлена, что связано с недостаточно малым эффективным значением радиусом острия.

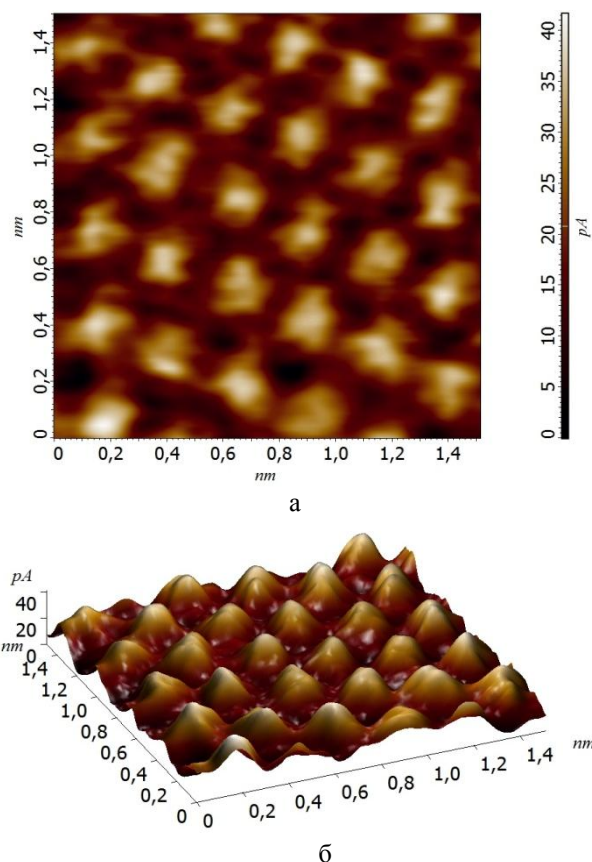


Рис. 4. СТМ-изображение поверхности ВОПГ, полученное профилированным методом ФИП зондом: а – 2 D; б – 3 D

Заключение. В результате выполнения работы были разработаны методики профилирования острия зондов для атомно-силовой микроскопии и сканирующей туннельной микроскопии на основе травления фокусированным ионным пучком галлия. Изготовлены экспериментальные образцы профилированных АСМ-кантилеверов и вольфрамовых СТМ-зондов. Показано, что травление методом ФИП позволяет формировать зонды АСМ с радиусом закругления острия около 10 нм и аспектным соотношением до 1:50, что существенно превосходит параметры коммерчески доступных аналогов. Профилирование острия вольфрамовых СТМ-зондов, полученных методом ЭХТ, позволяет уменьшить значение радиуса закругления острия зонда с 84,4 до 8,5, что позволяет существенно увеличить разрешающую способность СТМ и повысить качество исследования атомарного разрешения поверхности. Установлено, что при диагностике субмикронных структур применение профилированных кантилеверов позволяет минимизировать артефакты АСМ-изображений и повысить точность, разрешающую способность и достоверность получаемых результатов.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов модификации зондов сканирующих зондовых микроскопов, а также для решения задач формирования и исследования средств метрологического обеспечения зондовой нанодиагностики.

Результаты получены с использованием оборудования Центра коллективного пользования и Научно-образовательного центра "Нанотехнологии" Южного федерального университета".

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Лучинин В.В.* Нанотехнология: физика, процессы, диагностика. – М.: Физматлит, 2006. – 552 с.
2. *Мальцев П.П.* Нано- и микросистемная техника. От исследований к разработкам. – М.: Техносфера, 2005. – 592 с.
3. *Агеев О.А., Коноплев Б.Г., Смирнов В.А. и др.* Фотоактивация процессов формирования наноструктур методом локального анодного окисления пленки титана // Известия высших учебных заведений. Электроника. – 2010. – № 2 (82). – С. 23-30.
4. *Авилов В.И., Агеев О.А., Смирнов В.А. и др.* Формирование и исследование матрицы мемристоров на основе оксида титана методами зондовой нанотехнологии // Известия вузов. Электроника. – 2014. – № 2 (106). – С. 50-57.
5. *Ageev O.A., Konoplev B.G., Smirnov V.A. et al.* Photoassisted scanning-probe nanolithography on Ti films // *Russian Microelectronics*. – 2007. – Vol. 36, № 6. – P. 353-357.
6. *Коноплев Б.Г., Агеев О.А.* Элионные и зондовые нанотехнологии для микро- и наносистемной техники // Известия ЮФУ. Технические науки. – 2008. – № 12 (89). – С. 165-175.
7. *Bhushan B.* Springer Handbook of Nanotechnology (3rd edition). – New York: Springer, 2010. – 1964 p.
8. *Агеев О.А., Алексеев А.М., Внукова А.В., Громов А.Л., Коломийцев А.С., Коноплев Б.Г.* Моделирование рельефа поверхности подложки при наноразмерном профилировании методом фокусированных ионных пучков // Российские нанотехнологии. – 2014. – Т. 9, № 1-2. – С. 44-48.
9. *Агеев О.А., Алексеев А.М., Внукова А.В., Громов А.Л., Коломийцев А.С., Коноплев Б.Г.* Исследование разрешающей способности наноразмерного профилирования методом фокусированных ионных пучков // Российские нанотехнологии. – 2014. – Т. 9, № 1-2. – С. 40-43.
10. *Коноплев Б.Г., Агеев О.А., Смирнов В.А., Коломийцев А.С., Сербу Н.И.* Модификация зондов для сканирующей зондовой микроскопии методом фокусированных ионных пучков // Микроэлектроника. – 2012. – Т. 41, № 1. – С. 47-56.
11. *Агеев О.А., Коломийцев А.С., Коноплев Б.Г.* Исследование параметров взаимодействия фокусированных ионных пучков с подложкой // Известия высших учебных заведений. Электроника. – 2011. – № 3 (89). – С. 20-25.
12. Официальный сайт ЗАО «Нанотехнология МДТ». <http://www.ntmdt.ru>.

REFERENCES

1. *Luchinin V.V.* Nanotechnology: physics, processes, diagnostics [Nanotechnology: physics, processes, diagnostics]. Moscow: Fizmatlit, 2006, 552 p.
2. *Mal'tsev P.P.* Nano- i mikrosistemnaya tekhnika. Ot issledovaniy k razrabotkam [Nano - and Microsystem technology. From research to development]. Moscow: Tekhnosfera, 2005, 592 p.
3. *Ageev O.A., Konoplev B.G., Smirnov V.A. i dr.* Fotoaktivatsiya protsessov formirovaniya nanostruktur metodom lokal'nogo anodnogo okisleniya plenki titana [The photo-activation process of the formation of nanostructures using local anodic oxidation film of titanium], *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Elektronika* [News of Higher Educational Institutions. Electronics], 2010, No. 2 (82), pp. 23-30.
4. *Avilov V.I., Ageev O.A., Smirnov V.A. i dr.* Formirovanie i issledovanie matritsy memristorov na osnove oksida titana metodami zondovoy nanotekhnologii [The formation and study of the matrix of memristor-based titanium oxide methods probe nanotechnology], *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Elektronika* [News of Higher Educational Institutions. Electronics], 2014, No. 2 (106), pp. 50-57.
5. *Ageev O.A., Konoplev B.G., Smirnov V.A. et al.* Photoassisted scanning-probe nanolithography on Ti films, *Russian Microelectronics*, 2007, Vol. 36, No. 6, pp. 353-357.

6. *Konoplev B.G., Ageev O.A.* Elionnye i zondovye nanotekhnologii dlya mikro- i nanosistemnoy tekhniki [Leonnies and probe nanotechnology for micro- and nanosystems technology], *Izvestiya YuFU. Tekhnicheskie nauki* [Izvestiya SFedU. Engineering Sciences], 2008, No. 12 (89), pp. 165-175.
7. *Bhushan B.* Springer Handbook of Nanotechnology (3rd edition). New York: Springer, 2010, 1964 p.
8. *Ageev O.A., Alekseev A.M., Vnukova A.V., Gromov A.L., Kolomiitsev A.S., Konoplev B.G.* Modelirovanie rel'efa poverkhnosti podlozhki pri nanorazmernom profilirovaniy metodom fokusirovannykh ionnykh puchkov [Modeling of the surface topography of the substrate with nanoscale profiling method focused ion beams], *Rossiyskie nanotekhnologii* [Russian Nanotechnology], 2014, Vol. 9, No. 1-2, pp. 44-48.
9. *Ageev O.A., Alekseev A.M., Vnukova A.V., Gromov A.L., Kolomiitsev A.S., Konoplev B.G.* Issledovanie razreshayushchey sposobnosti nanorazmernogo profilirovaniya metodom fokusirovannykh ionnykh puchkov [The study of nanoscale resolution profiling method focused ion beams], *Rossiyskie nanotekhnologii* [Russian Nanotechnology], 2014, Vol. 9, No. 1-2, pp. 40-43.
10. *Konoplev B.G., Ageev O.A., Smirnov V.A., Kolomiitsev A.S., Serbu N.I.* Modifikatsiya zondov dlya skaniruyushchey zondovoy mikroskopii metodom fokusirovannykh ionnykh puchkov [Modification of probes for scanning probe microscopy focused ion beams], *Mikroelektronika* [Microelectronics], 2012, Vol. 41, No. 1, pp. 47-56.
11. *Ageev O.A., Kolomiitsev A.S., Konoplev B.G.* Issledovanie parametrov vzaimodeystviya fokusirovannykh ionnykh puchkov s podlozhkoy [The study of the interaction parameters of the focused ion beam to the substrate], *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Elektronika* [News of Higher Educational Institutions. Electronics], 2011, No. 3 (89), pp. 20-25.
12. *Ofitsial'nyy sayt ZAO «Nanotekhnologiya MDT»* [Official website of JSC "Nanotechnology MDT"]. Available at: <http://www.ntmdt.ru>.

Статью рекомендовал к опубликованию д.ф.-м.н., профессор А.А. Лаврентьев.

Коломиitsev Алексей Сергеевич – Южный федеральный университет; e-mail: askolomiitsev@sfedu.ru; 347928, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2, корп. Е; тел.: 88634371767; кафедра нанотехнологий и микросистемной техники; к.т.н.; доцент.

Полякова Виктория Вадимовна – e-mail: vik5702935@yandex.ru; тел.: 88634371611; кафедра нанотехнологий и микросистемной техники; магистрант.

Смирнов Владимир Александрович – e-mail: vasmirnov@sfedu.ru; кафедра нанотехнологий и микросистемной техники; к.т.н.; доцент.

Быков Александр Викторович – ЗАО «НТ-МДТ»; e-mail: vabykov@ntmdt.ru; 124482, Москва, Зеленоград, корп. 100; тел.: 84997357777; к.э.н.; исполнительный директор.

Kolomiitsev Alexey Sergeevich – Southern Federal University; e-mail: askolomiitsev@sfedu.ru; 2, Shevchenko street, build. E, Taganrog, 347928, Russia; phone: +78634371767; the department of nanotechnologies and microsystems technology; cand. of eng. sc.; associate professor.

Polyakova Viktoria Vadimovna – e-mail: vik5702935@yandex.ru; phone: +78634371611; the department of nanotechnologies and microsystems technology; student.

Smirnov Vladimir Aleksandrovich – e-mail: vasmirnov@sfedu.ru; the department of nanotechnologies and microsystems technology; cand. of eng. sc.; associate professor.

Bykov Aleksandr Viktorovich – NT-MDT Co.; e-mail: vabykov@ntmdt.ru; Building 100, Zelenograd, Moscow 124482, Russia; phone: +74997357777; cand. of ec. sc. executive director.