

УДК 53.084.2

**ФОРМИРОВАНИЕ ОДИНОЧНЫХ НАНОВИСКЕРОВ
НА ВЕРШИНАХ ЗОНДОВ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ
МИКРОСКОПИИ****А.О. Голубок, А.В. Ковров, В.В. Левичев, И.С. Мухин, О.А. Приходько**

В настоящее время широко распространены такие методы роста вискерров, как рост в установках молекулярно-пучковой эпитаксии, рост из газовой фазы с использованием металлоорганических соединений, выращивание вискерров методами электролиза, электропереноса, метод лазерной абляции и т.д. В данной работе предложено расширение метода неконтролируемого самоорганизованного роста ансамбля вискерров под действием электронного пучка. Предлагаемый метод предполагает контролирование геометрии роста и свойств вискерров. Данную технологию роста одиночных вискерров можно применять в атомно-силовой микроскопии – создание суперзондов для исследования структур с развитым рельефом (глубокие каналы и впадины), для формирования острия при создании катодов и нанопинцетов.

Ключевые слова: вискерры, зондовая микроскопия, кантилевер, электронная микроскопия, рост вискерров.

Введение

Диагностические возможности сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) во многом определяются параметрами используемых нанозондов. В качестве стандартных зондов обычно используются острые металлические иглы для работы в режиме СТМ и кремниевые кантилеверы для работы в режиме ССМ [1]. Для улучшения пространственного разрешения или для решения специализированных задач создают зонды с особыми параметрами, формируя, например, на конце зонда нитевидные кристаллы – нановискерры (НВ).

В настоящее время известны различные варианты технологии выращивания систем ориентированных нитевидных кристаллов [2, 3]. Например, известен способ выращивания НВ на плотно упакованных гранях монокристаллических подложек [4]. Первоначально на поверхность подложки в определенном порядке наносятся частицы растворителя. Затем осуществляется рост НВ по механизму «пар–жидкость–кристалл» [5] путем осаждения материала на поверхность при нагреве из паровой фазы через частицы растворителя. Известен также метод формирования одиночного НВ на вершине острия кремниевого кантилевера [6]. В этом методе на исходную поверхность зонда первоначально напыляется несколько слоев необходимого материала. Затем на поверхность зонда фокусируется электронный пучок. В области фокусировки возникает зарождение НВ. Управление ростом НВ осуществляется посредством механического перемещения зонда относительно фокуса электронного пучка. Недостатком такой технологии является необходимость выполнения достаточно трудоемкой процедуры по напылению нескольких слоев материалов на исходный зонд, а также определенная ограниченность в управлении динамикой процесса и контролировании параметров роста НВ. Целью данной работы было развитие метода формирования одиночных НВ на вершинах зондов СЗМ.

Экспериментальная установка

На рис. 1 представлена схема экспериментальной установки. Эксперименты проводились в рабочей камере растрового электронного микроскопа (РЭМ) Inspect FEI.

Максимальное ускоряющее напряжение составляло 30 кВ, диаметр сфокусированного электронного пучка – 2 нм. Исходный СЗМ-зонд (1) размещается на столике (2) РЭМ. Ниже зонда располагается мишень (3), представляющая собой металлическую поверхность с углеродным покрытием. Электронный пучок (4) фокусируется на вершине зонда, и осуществляется сканирование по области с небольшой площадью. При этом производится экспонирование как участка зонда (1), так и участка расположенной ниже мишени (3). В зоне экспонирования на поверхности зонда происходит зарождение НВ (5), наблюдаемое на экране РЭМ в режиме вторичных электронов. Задавая направление и скорость перемещения пучка электронов относительно неподвижного зонда, а также площадь экспонирования, ускоряющее напряжение и ток пучка, можно управлять ростом НВ.

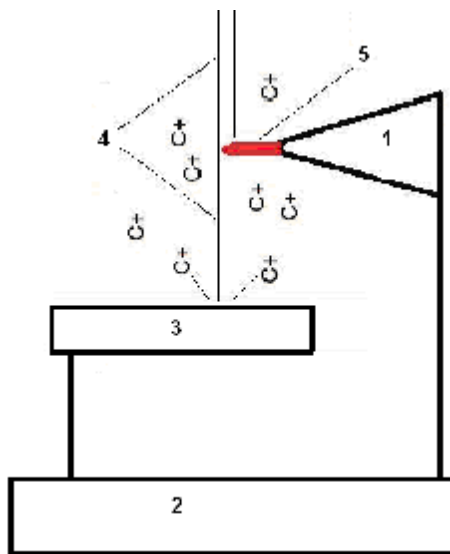


Рис. 1. Схема экспериментальной установки для формирования одиночного нановискера на вершине зонда СЗМ. На рисунке: 1 – исходный зонд СЗМ, 2 – столик РЭМ, 3 – мишень с углеродным покрытием, 4 – пучок электронов, 5 – растущий НВ

Результаты эксперимента

Было обнаружено, что под действием сфокусированного электронного пучка на облучаемой поверхности происходит нарастание материала. При длительной экспозиции нарастание материала наблюдается на площади, значительно превышающей область сканирования. При смещении электронного пучка наблюдается рост НВ вдоль направления смещения. Обнаружено, что в большинстве случаев рост начинается практически мгновенно, причем скорость роста не постоянна, а зависит от тока пучка и ускоряющего напряжения. Элементный состав растущего материала был исследован с помощью рентгеновского микроанализатора. Как видно из рис. 2, в спектре присутствуют ярко выраженный углеродный пик и пик от алюминиевой подложки мишени.

В результате экспериментов выявлено следующее.

1. Рост НВ наблюдается при малых площадях сканирования $S < 25 \times 25 \text{ нм}^2$, причем при уменьшении размеров площади сканирования уменьшается и латеральный размер НВ.
2. Латеральный размер НВ значительно превышает размер площадки экспозиции (сканирования). Наименьший диаметр НВ, выращенного в экспериментах, составлял около 50 нм, а длина превышала 1 мкм.
3. В некоторых случаях рост начинается практически мгновенно.

4. Рост НВ продолжается и на больших расстояниях от начальной точки зарождения уса, при этом отмечается замедление скорости роста по мере увеличения длины НВ.
5. В большинстве экспериментов (кроме нескольких исключений) рост НВ происходил линейно без разветвлений.
6. При увеличении ускоряющего напряжения пучка скорость роста НВ также увеличивается. При малых энергиях электронов рост вообще не наблюдается.
7. Рост НВ происходит на поверхности различных материалов (вольфрам, платина, алюминий, железо, арсенид галлия и др.).
8. Без мишени рост НВ не наблюдается. В нескольких экспериментах наблюдался рост НВ без мишени, однако скорость роста при этом была значительно меньше.

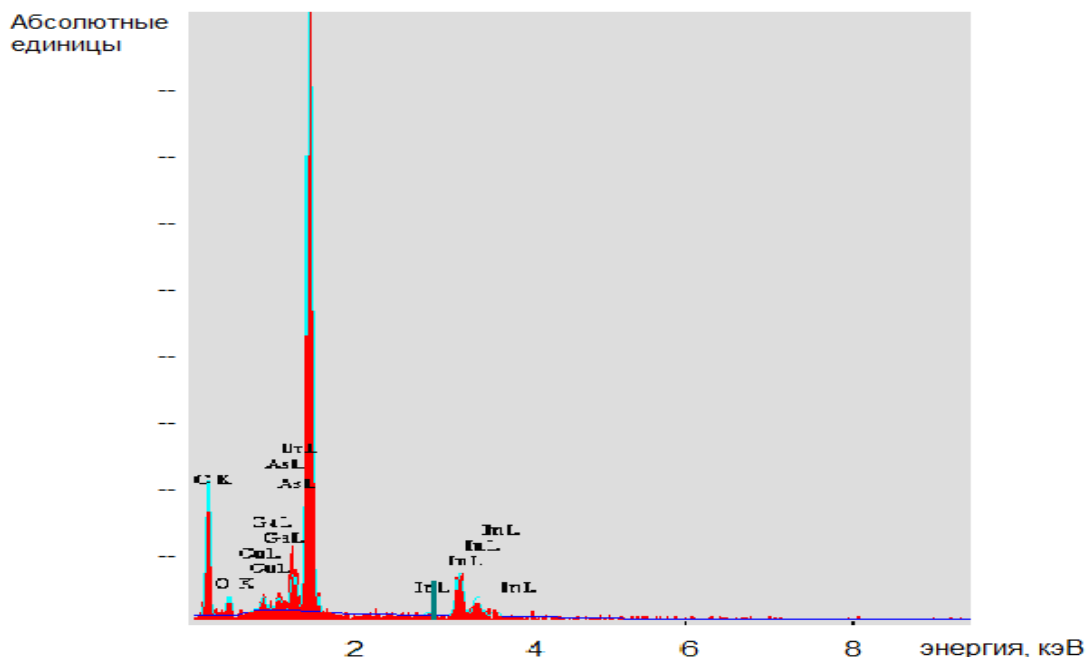


Рис. 2. Данные рентгеноспектрального микроанализа материала НВ

На рис. 3, а, б, представлены РЭМ-изображения углеродных НВ, выращенных на вершине вольфрамовой иглы и на вершине пирамидки кремниевого кантилевера соответственно. На рис. 3, в, представлено РЭМ-изображение углеродного НВ, выращенного на нановискере из GaAs. Предложенный метод позволяет получать НВ на любых поверхностях. Из рис. 3, в, г, видно, что длина НВ составляет около 1200 нм, диаметр вершины НВ составляет приблизительно 50 нм (рис. 3, г), а отношение длины выращенного НВ к диаметру — 24.

Выращенные на вершинах пирамид кантилеверов НВ были протестированы в атомно-силовом микроскопе (АСМ) при помощи калибровочной тест-решетки, представляющей собой упорядоченный ансамбль сверхтонких игл на плоской поверхности (рис. 4). Данная решетка предназначена для определения формы рабочей части СЗМ зондов при условии, что радиус зондов больше, чем радиус заострения игл. Период тест-решетки составлял 2 мкм, а радиус заострения игл имел величину около 2 нм, что позволяет хорошо прописывать кончик зонда. На рис 5, а, б, представлены АСМ изображения НВ, полученные с помощью тест-решетки.

В процессе исследований было выращено 10 вискеро́в на вершинах пирамидок кремниевых кантилеверов. Измерения диаметров НВ, выполненные с помощью РЭМ и АСМ, показали удовлетворительное соответствие результатов, полученных разными

методами. Диаметры вершин НВ лежали в диапазоне 150–50 нм. Длина НВ, измеренная с помощью РЭМ, составляла 1000 нм и более. Таким образом, с использованием описанной технологии удалось получить НВ с минимальным диаметром вершины порядка 50 нм и с отношением длины к диаметру более 20.

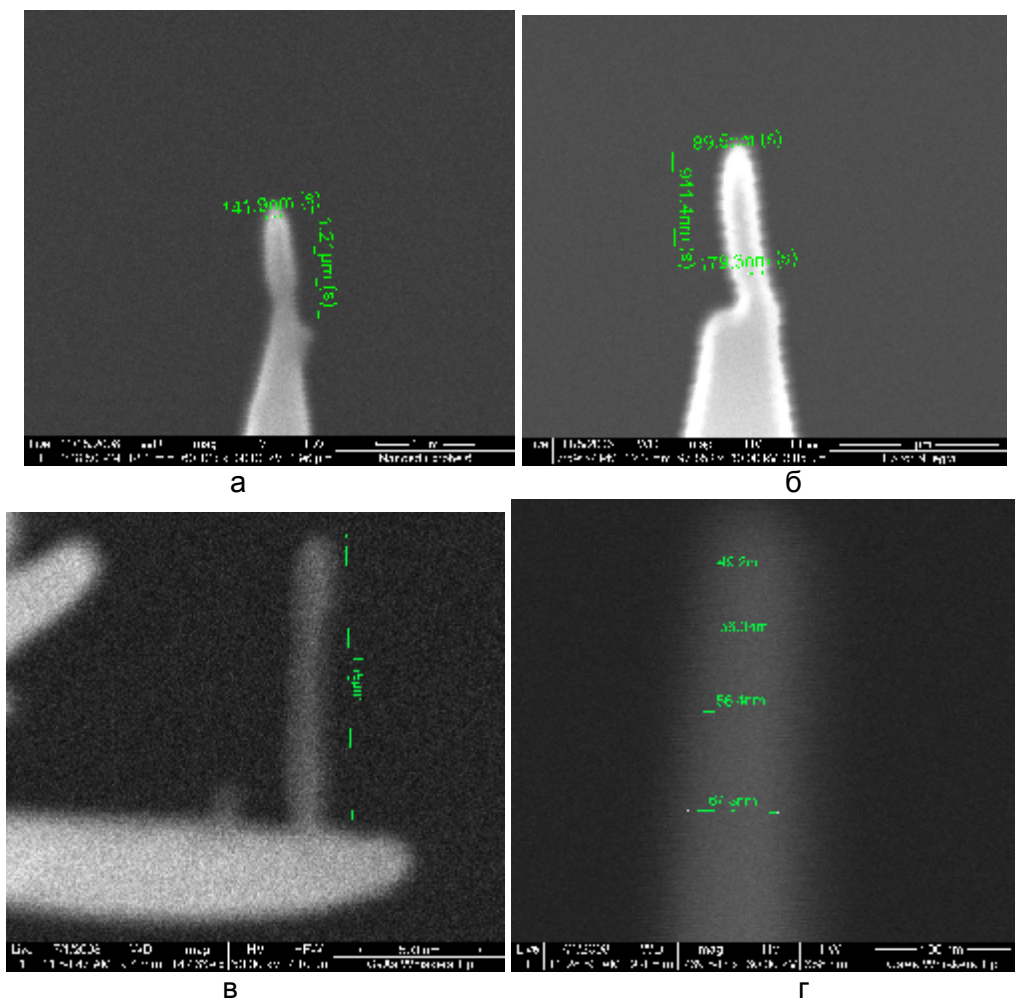


Рис. 3. РЭМ-изображения углеродных НВ: а – НВ, выращенный на W зонде (масштаб 1 мкм), б – НВ, выращенный на Si зонде (масштаб 1 мкм), в – НВ, выращенный на вискере GaAs (масштаб 500 нм), г – увеличенное изображение рис. 3, в (масштаб 100 нм)

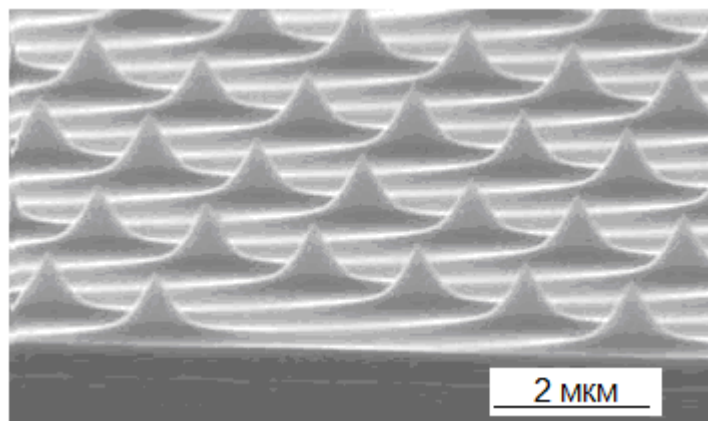


Рис. 4. РЭМ-изображение тест-решетки [1]

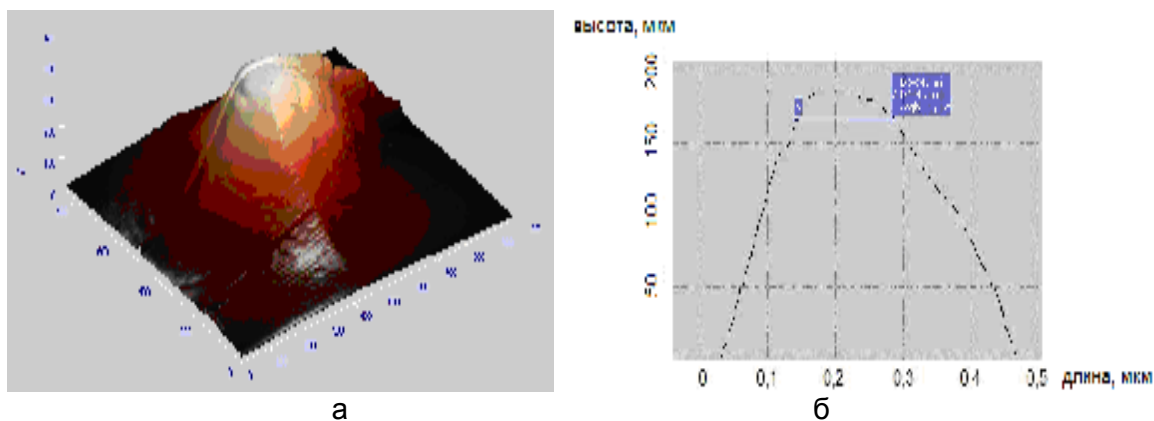


Рис. 5. а – трехмерное изображение вершины нановискера в АСМ (одно деление по каждой из осей составляет 100 нм), б – поперечное сечение АСМ изображения

Обсуждение результатов

Принимая во внимание полученные результаты, можно предложить следующий механизм роста НВ на вершине исходного зонда СЗМ. Под действием электронного пучка с энергией более 20 кэВ с поверхности мишени выбиваются положительно заряженные ионы углерода (энергия электронов значительно превосходит энергию ионизации атомов углерода). Таким образом, в пространстве около зонда СЗМ образуется «облако» из заряженных ионов углерода. В месте экспозиции пучка образуется отрицательно заряженная область, которая притягивает к себе положительные ионы углерода. Эта область и есть точка зарождения НВ. При перемещении места экспозиции электронного пучка в пространстве НВ как бы «тянется» за пучком. При этом растет одиночный (неразветвленный) НВ с диаметром 50–150 нм. Нагрев облучаемой электронным пучком области можно не принимать во внимание, поскольку грубые оценки сверху показывают, что происходит лишь незначительный (порядка единиц градусов) локальный разогрев. Тот факт, что в нескольких случаях наблюдался медленный рост НВ даже в отсутствии мишени, мы связываем с наличием остаточных углеродных покрытий на столике РЭМ и стенках камеры. Изменяя направление и скорость перемещения электронного пучка, площадь экспозиции, энергию и ток пучка, можно управлять процессом роста НВ за счет изменения пространственного положения зоны роста и скорости подачи материала в эту зону.

С поверхности подложки под действием электронного пучка летит, кроме ионов углерода, и атомарный углерод, а также оксид углерода. Большинство атомов, выбиваемых с поверхности подложки, летит ровно вверх, к кончику зонда. Поэтому возможен рост НВ из атомов углерода, которые осаждаются на кончике зонда. С поверхности подложки отрывается, в том числе, и оксид углерода, который, долетая до поверхности зонда, разлагается под действием электронного пучка. Эти механизмы тоже могут давать вклад в рост НВ.

Заключение

Описанная в работе технология позволяет выращивать одиночные углеродные НВ на вершинах СЗМ-зондов. Зонды, модифицированные по предложенной технологии, имеют высокое отношение длины к диаметру (более 20), что делает их перспективными для визуализации узких и глубоких каналов с вертикальными стенками. Используя данный метод, можно выращивать нанобъекты сложной формы, например, СЗМ-зонды в виде двух перпендикулярно расположенных острий. На основе таких зондов

может быть создана методика визуализации поверхности дна и стенок глубоких микроканалов.

НВ, выращенный на вершине металлической иглы по описанной выше технологии, представляет собой удобный объект для исследования методом туннельной спектроскопии. Используя иглу с НВ на вершине в качестве иглы СЗМ, легко создать туннельный контакт «игла с НВ – подложка». Если характеристики туннельного контакта «игла–подложка» измерены заранее, то, измеряя зависимость туннельного тока и его производных от напряжения в системе с НВ, можно получить информацию об электронной энергетической структуре НВ.

Следует провести дальнейшие исследования, направленные на поиск параметров, влияющих на латеральный размер НВ с целью уменьшения радиуса закругления его вершины. Это необходимо для создания СЗМ-зондов с высоким пространственным разрешением. Представляется также перспективным исследование состава и свойств НВ в зависимости от состава покрытия мишеней.

Работа поддержана грантом Министерства образования и науки № 2.1.2/4187 «Многофункциональные нанозонды для сканирующей зондовой микроскопии, спектроскопии и литографии (СЗМ-С-Л): концепция, технология, характеристика, применение», а также грантом компании Карл Цейс.

Литература

1. Быков В.А. Микромеханика для сканирующей зондовой микроскопии и нанотехнологии // Микросистемная техника. – 2000. – № 1. – С. 21–33.
2. Wagner R.S., Ellis W.C. Vapour-Liquid-Solid Mechanism of Single Crystal Growth // Appl. Phys. Lett. – 1964. – V. 4. – № 5. – P. 89–90
3. Сыркин В.Г. Материалы будущего. – М.: Наука, 1990. – С. 5–91.
4. Патент 3535538 США / Lynch Gordon.
5. Гиваргизов Е.И. Рост нитевидных и пластинчатых кристаллов. – М.: Наука, 1977. – 304 с.
6. Патент 2220429 РФ. Способ формирования сенсорного элемента сканирующего зондового микроскопа / Быков В.А., Саунин С.А., Михайлов Г.М., Аристов В.В., Дремов В.В.

<i>Голубок Александр Олегович</i>	– Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, доктор физ.-мат. наук, ст. научный сотрудник, зав. кафедрой, golubok@ntspb.ru
<i>Ковров Александр Владимирович</i>	Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, студент, shapun@mail.ru
<i>Левичев Вадим Вячеславович</i>	– Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, преподаватель, levichev.vadim@mail.ru
<i>Мухин Иван Сергеевич</i>	– Академический физико-технологический университет РАН, студент, imukhin@yandex.ru
<i>Приходько Олег Анатольевич</i>	– Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, кандидат физ.-мат. наук, доцент, oap4@pochta.ru