

ОБ УСТОЙЧИВОСТИ ВОЛЬФРАМОВЫХ ЗОНДОВ ПРИ ФУНКЦИОНИРОВАНИИ СКАНИРУЮЩЕГО ЗОНДОВОГО МИКРОСКОПА В РЕЖИМАХ ДИНАМИЧЕСКОЙ СИЛОВОЙ ЛИТОГРАФИИ И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

А.О. Голубок, А.Л. Пинаев, А.А. Феклистов, С.А. Чивилихин

Проведено исследование устойчивости вольфрамового зонда под действием продольного механического напряжения, возникающего при работе сканирующего зондового микроскопа в режимах динамической силовой литографии и наноиндентирования. В рамках предложенной теоретической модели получено выражение для критической силы продольного сжатия, превышение которой приводит к потере устойчивости и изгибу зонда. Представлены экспериментальные данные, полученные в сканирующем зондовом микроскопе с пьезорезонансным датчиком силового взаимодействия, демонстрирующие устойчивое и неустойчивое поведение вольфрамового зонда при наноиндентировании и динамической силовой литографии поверхности образца из поликарбоната.

Ключевые слова: сканирующая зондовая микроскопия, динамическая силовая литография, наноиндентирование, пьезорезонансный зондовый датчик.

Введение

Сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ) отличается многообразием возможных режимов работы, среди которых – режимы наноиндентирования (НИ) и динамической силовой литографии (ДСЛ). В этих режимах [1] вершина зонда СЗМ определенное время находится в механическом контакте с поверхностью образца и испытывает достаточно сильное продольное сжатие. Традиционный датчик силового взаимодействия представляет собой микробалку (кантилевер) с нанозондом у вершины в виде кремниевой пирамидки, высота которой соизмерима с характерным размером основания (рис. 1, а).

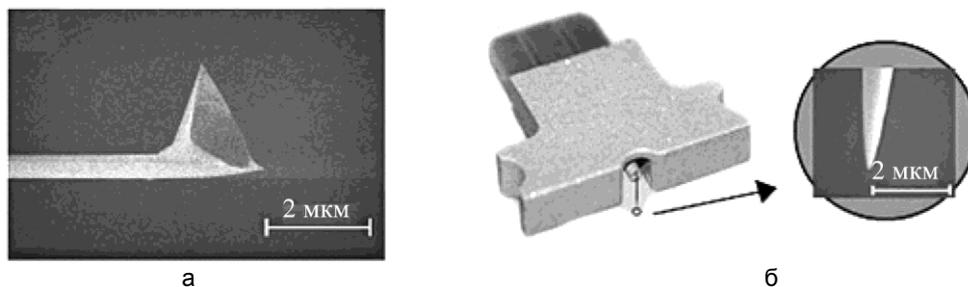


Рис. 1. Зондовые датчики СЗМ: стандартный кремниевый кантилевер (а); пьезорезонансный датчик с вольфрамовым зондом (б) (на вставке справа дано увеличенное РЭМ изображение вершины зонда)

Если давление в области механического контакта не превосходит предела пластической деформации кремния, то такие зонды остаются устойчивыми к продольному сжатию, т.е. в процессе НИ и ДСЛ они не теряют форму, изгибаясь относительно продольной оси, и на их вершинах не образуется наклеп. Альтернативой кремниевому кантилеверу является пьезорезонансный датчик силового взаимодействия, представляющий собой, например, пьезокерамическую трубку, к торцу которой прикреплен зонд из заостренной вольфрамовой проволоки [2] (рис. 1, б). В этом случае тонкая и длинная вершина зонда подвержена неустойчивости при продольном сжатии, что может привести к ее изгибу в процессе НИ и ДСЛ. Целью работы было создание математической модели для определения критической силы потери устойчивости в зависимости от угла заточки зонда и экспериментальная демонстрация результатов применения вольфрамового зонда (W зонда) с оптимальным углом заточки в режимах ДСЛ и НИ.

Устойчивость зонда при продольном сжатии

Заостренный методом электрохимического травления W зонд представляет собой симметричный относительно оси вращения стержень переменного сечения. Уравнение, описывающее изгиб стержня переменного сечения, согласно [3] имеет вид

$$E \frac{d^2}{dx^2} \left(I(x) \frac{d^2 \xi}{dx^2} \right) + F \frac{d^2 \xi}{dx^2} = 0, \quad (1)$$

где X – поперечное смещение оси стержня; x – продольная координата; E – модуль Юнга вещества стержня; F – продольная сила, сжимающая стержень; $I(x)$ – момент инерции поперечного сечения стержня. Для стержня, опертого по концам, граничные условия к уравнению (1) имеют вид

$$\xi|_{x=0,L} = 0, \quad \left. \frac{d^2 \xi}{dx^2} \right|_{x=0,L} = 0, \quad (2)$$

где L – длина стержня.

Существование точного решения задачи устойчивости конического стержня кругового сечения было отмечено в [3]. Найдем это решение. В случае конического стержня кругового сечения имеем

$$I(x) = \frac{\pi R^4(x)}{4}, \quad R(x) = R_0 + (R_1 - R_0) \frac{x}{L},$$

где $R(x)$ – радиус стержня в зависимости от продольной координаты; R_0 и R_1 – радиус стержня при $X=0$ и L соответственно (рис. 2, б).

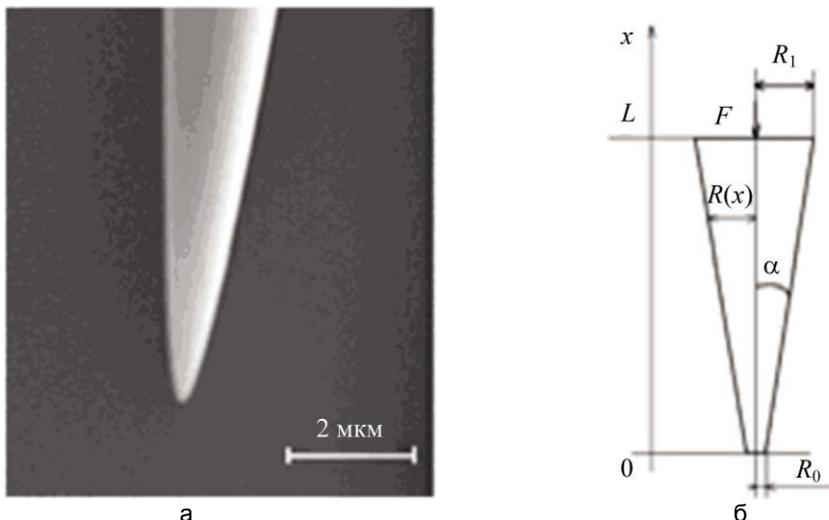


Рис. 2. РЭМ изображение зонда (а); используемая при расчете критической силы сжатия модель зонда (б)

Вводя новую переменную $W(x) = I(x) \frac{d^2 \xi}{dx^2}$, приводим краевую задачу (1), (2) к виду

$$EI(x) \frac{d^2 W}{dx^2} + FW = 0, \tag{3}$$

$$W|_{x=0} = W|_{x=L} = 0. \tag{4}$$

В качестве независимой переменной удобно использовать радиус стержня

$$r = \frac{R(x)}{R_0}.$$

Тогда задача (3), (4) приобретает окончательный вид

$$r^4 \frac{d^2 W}{dr^2} + \lambda^2 W = 0, \tag{5}$$

$$W|_{r=0} = W|_{r=r_1} = 0, \tag{6}$$

где

$$r_1 = \frac{R_1}{R_0}, \quad \lambda^2 = \frac{4FL_2}{\pi ER_0^2 (R_1 - R_0)^2}. \tag{7}$$

Решение уравнения (5) имеет вид

$$W = r \left(A \cos\left(\frac{\lambda}{r}\right) + B \sin\left(\frac{\lambda}{r}\right) \right). \tag{8}$$

Используя граничные условия (6), получаем систему однородных алгебраических уравнений для неопределенных коэффициентов A, B :

$$\begin{aligned} A \sin(\lambda) + B \cos(\lambda) &= 0, \\ A \sin\left(\frac{\lambda}{r_1}\right) + B \cos\left(\frac{\lambda}{r_2}\right) &= 0. \end{aligned} \tag{9}$$

Условием существования нетривиального решения системы (9) и соответственно дифференциального уравнения (5) с граничными условиями (6) является равенство нулю определителя системы (9)

$$\begin{vmatrix} \sin(\lambda) & \cos(\lambda) \\ \sin\left(\frac{\lambda}{r_1}\right) & \cos\left(\frac{\lambda}{r_2}\right) \end{vmatrix} = \sin\left(\lambda - \frac{\lambda}{r_1}\right) = 0, \quad (10)$$

Уравнение (10) позволяет определить спектр значений параметра λ соответствующих ветвлению решений уравнения изгиба стержня. Минимальный отличный от нуля корень уравнения (10) равен $\lambda_{\min} = \frac{\pi r_1}{r_1 - 1}$. Подставляя в (7) найденное минимальное значение параметра λ , получаем критическое значение сжимающей силы

$$F_{\text{кр}} = \frac{\pi^3 ER_0^2 R_1^2}{4L^2}. \quad (11)$$

В случае кругового стержня постоянного сечения это условие сводится к классическому результату [4]. Если сжимающая сила F превышает это критическое значение, то стержень теряет устойчивость и изгибается, переходя к новому устойчивому состоянию.

Тангенс угла α наклона образующей конического стержня по отношению к его оси можно записать в виде

$$\text{tg}\alpha = \frac{R_1 - R_0}{L}.$$

Для длинного стержня при $R_1 \gg R_0$ $\text{tg}\alpha \approx \frac{R_1}{L}$, и критическую силу (11) можно представить в виде

$$F_{\text{кр}} = \frac{\pi^3 ER_0^2}{4} \text{tg}^2\alpha. \quad (12)$$

Таким образом, при острых (малых) углах заточки $F_{\text{кр}}$ квадратично убывает с уменьшением радиуса зонда и угла между осью и образующей конуса.

Очевидно, что для модификации поверхности образца и исключения наклепа на поверхности зонда [5] механическое давление в области контакта P должно превосходить предел пластической деформации образца P_S , но быть меньше, чем предел пластической деформации зонда P_P :

$$P_S < P < P_P.$$

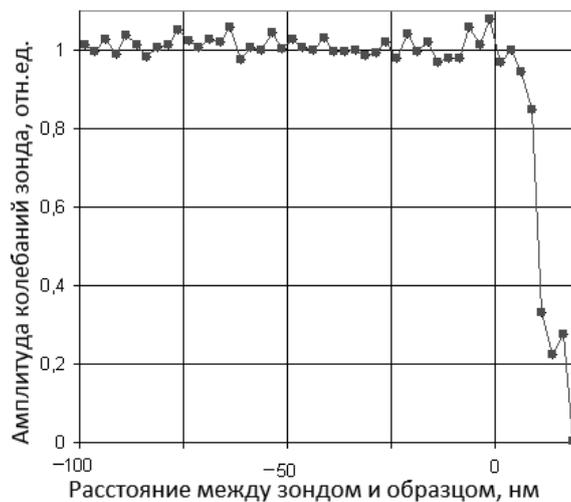


Рис. 3. Экспериментальная кривая подвода образца к зонду

Полезно сделать грубую оценку силы F_{SP} , действующей со стороны образца на зонд в момент их механического контакта. Будем считать, что ось симметрии зонда перпендикулярна поверхности образца, а контакт между зондом и образцом возникает в результате ускоренного движения образца с массой m_S по направлению к зонду под действием резкого скачка управляющего напряжения $V = l/\beta$, где β — чувствительность сканера по вертикали z . Пусть l — длина пути, пройденного образцом ускоренно за время, определяемое быстродействием сканера. Учтем, что быстродействие сканера определяется его периодом колебаний T на резонансной частоте f . Оценим быстродействие сканера как $\tau \sim T/4 = 1/4 f$. Тогда силу, возникающую в момент контакта между зондом и образцом, можно оценить как

$$F_{SP} \sim 2 m_S l / \tau^2 = 32 m_S l f^2. \quad (13)$$

Для пути l , проходимого образцом до соударения с зондом, возьмем экспериментальное значение $l = l_0$, где l_0 – равновесное расстояние между зондом и образцом, определяемое из экспериментальной кривой подвода (рис. 3). Для устойчивой работы зонда необходимо удовлетворить условие

$$F_{SP} < F_{кр}.$$

Тогда, согласно выражениям (12) и (13), для устойчивости зонда в процессе ДСЛ и НИ получим условие

$$R^2_0 \operatorname{tg}^2 \alpha > 128 m_s l_0 f^2 / \pi^3 E \approx 4 m_s l_0 f^2 / E. \quad (14)$$

Методика эксперимента

В экспериментах по ДСЛ и НИ использовался СЗМ «NANOEDUCATOR» [6] с пьезорезонансным датчиком (рис. 1, б) силового взаимодействия [2]. Как и в работе [7], образцы для НИ и ДСЛ изготавливались из поликарбоната, на поверхность которого методом распыления Au мишени в Ag плазме напылялся тонкий слой Au. Давление газа составляло 2 мбар, ток разряда имел величину 30 мА. Расстояние от мишени до подложки составляло около 4 см. Толщина пленки контролировалась с помощью кварцевых весов и лежала в диапазоне 20–25 нм.

Визуализация поверхности проводилась в полуконтактном силовом режиме. В режимах ДСЛ и НИ, в определенных и заранее заданных точках (X_i, Y_i) , на вход высоковольтного усилителя, обеспечивающего перемещение образца по координате Z, подавался импульс напряжения, складывающийся в сумматоре с сигналом обратной связи следящей системы (СС) СЗМ. Для осуществления динамического контакта поверхности образца с зондом коэффициент усиления в разорванной петле обратной связи СС, амплитуда и длительность управляющего импульса подбирались таким образом, чтобы постоянная времени СС была больше времени сближения зонда с образцом. В противном случае СС скомпенсирует механический удар.

На обратном ходе развертки сканирования управляющий импульс на сумматор не подавался, а производилось считывание нанорельефа, образованного в результате динамического контакта. Таким образом, модификация и визуализация поверхности образца осуществлялись одним и тем же зондом.

Зонды для ДСЛ изготавливались из вольфрамовой проволоки с исходным диаметром 150 мкм с помощью электрохимического травления на переменном токе в слабом щелочном электролите (5% раствор КОН).

В отличие от режима ДСЛ, при реализации режима НИ использовался зондовый датчик в виде камертона, плечами которого являлись две пьезокерамические трубки. К одному из плеч камертона присоединялся зонд из вольфрамовой иглы (как на рис. 1, б). Такой зондовый датчик имел повышенную добротность по сравнению с датчиком на основе одиночной трубки и демонстрировал лучшую стабильность, что позволяло получать стабильный пьезоотклик датчика при индентировании поверхности образца.

Для работы в режиме НИ на вершине W острия закреплялся алмазный наконечник. Для этого поверхность W иглы покрывалась тонким слоем полимерного клея, затвердевающего под действием ультрафиолетового излучения. Затем осуществлялся контакт зонда с алмазным порошком (рис. 4, а), в результате которого к вершине острия прикреплялись случайно расположенные алмазные кристаллы. Окончательная фиксация микроалмазов на вершине W зонда осуществлялась под действием ультрафиолетового излучения. Контроль размеров и формы вершины W острия проводился с использованием раствового электронного микроскопа (рис. 4, б).

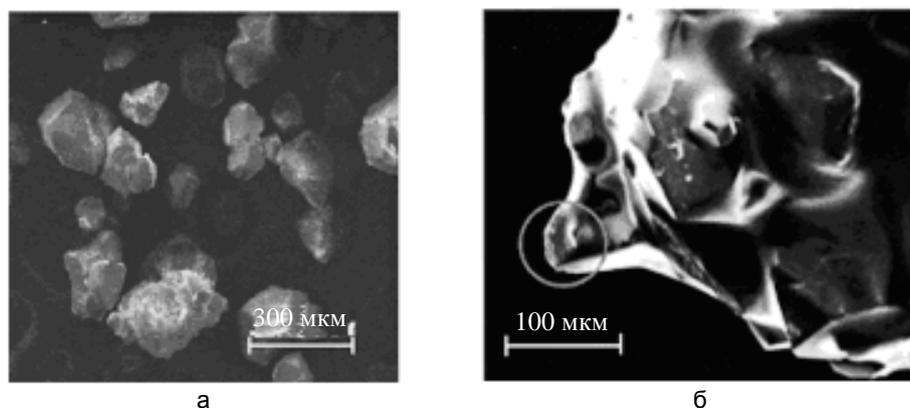


Рис. 4. РЭМ изображение исходного алмазного порошка: используемого при изготовлении зонда-индентера (а); вершина W зонда, модифицированного алмазными кристаллами (б)

Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис. 5, а, представлено РЭМ изображение зонда с углом заточки около 10° и радиусом закругления около 70 нм. На рис. 5, б, представлено изображение этого же зонда после контакта с поверхностью образца в режиме ДСЛ. Видно, что под действием продольного сжатия зонд потерял форму. На рис. 5, в, представлено РЭМ изображение зонда с углом заточки около 30° и радиусом закругления около 120 нм, полученное после осуществления контакта с поверхностью того же образца при аналогичном воздействии управляющего импульса.

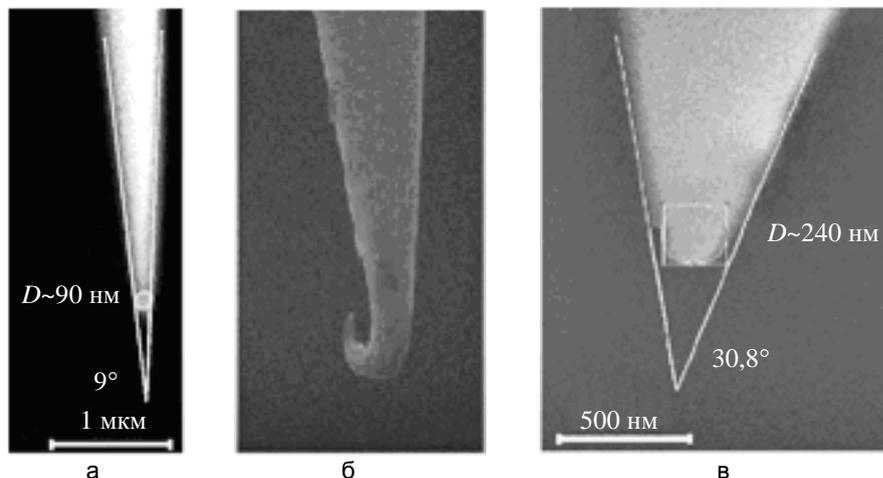


Рис. 5. РЭМ изображение W зондов: неустойчивый зонд до ДСЛ (а); неустойчивый зонд после продольного сжатия в режиме ДСЛ (б); устойчивый зонд после продольного сжатия в режиме ДСЛ (в)

Видно, что при данном угле заточки зонд сохранил свою форму при продольном сжатии в режиме ДСЛ. Полученный результат согласуется с приведенным выше оценочным условием (14) для устойчивости зонда. Действительно, у используемого в наших экспериментах прибора определенная экспериментально резонансная частота сканера f равнялась $\sim 10^3$ Гц и масса держателя с образцом m_s составляла $\sim 2 \cdot 10^{-3}$ кг. Положив для модуля Юнга вольфрама E справочное значение $350 \cdot 10^9$ Па и взяв из экспериментальной кривой подвода (рис. 3, а) значение $l_0 \sim 20$ нм, получим, что зонд с радиусом 70 нм и углом заточки $\alpha=10^\circ$ находится на границе условия устойчивости (14), а зонд с радиусом 120 нм и углом заточки $\alpha=30^\circ$ попадает в область устойчивости относительно продольного сжатия. Конечно, следует помнить, что условие (14) представляет собой лишь грубую оценку экспериментальной ситуации, имеющей место в реальном режиме ДСЛ. Однако, принимая во внимание результаты эксперимента и учитывая, что при увеличении угла α с 10° до 30° требования неравенства (14) изменяются на порядок ($\text{tg}^2(30^\circ)/\text{tg}^2(10^\circ)=11,6$), можно считать полученную выше оценку для устойчивости W зонда достаточно адекватной.

На рис. 6 представлено СЗМ-изображение результатов НИ поверхности поликарбоната. На поверхности образца наблюдается отчетливый отпечаток алмазной пирамидки, зафиксированной на вершине W зонда. Понятно, что зонд с алмазной пирамидкой на вершине защищен от наклепа.

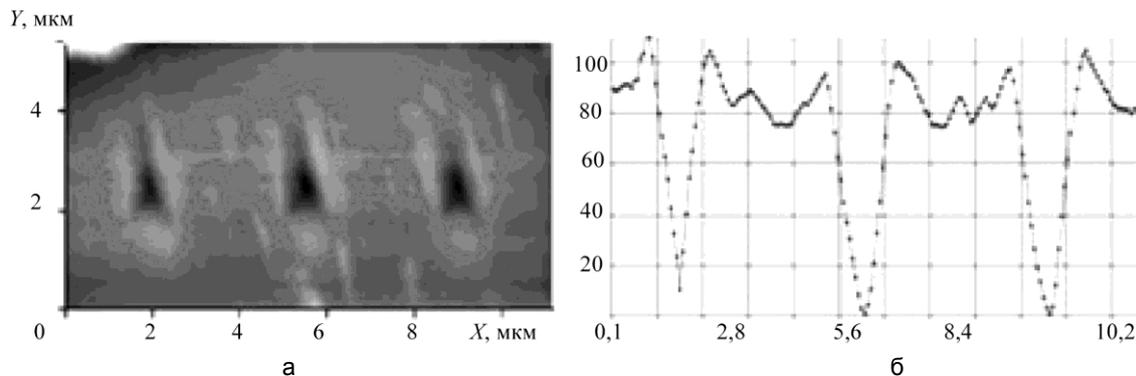


Рис. 6. Топография поверхности образца из поликарбоната после НИ зондом с алмазным кристаллом на вершине (а); поперечное сечение СЗМ-изображения (б)

Отметим, что в данном случае при изготовлении по описанному выше способу зонда для НИ (рис. 4, б) использовалось исходное W острие с радиусом закругления, много большим 100 нм. Очевидно, что

такие зонды останутся устойчивыми даже при больших давлениях в области контакта. Очевидно, что при работе с алмазными зондами-наноиндентерами, изготовленными на основе исходных W игл с малым радиусом закругления, оценивать их устойчивость по отношению к продольному сжатию можно также с помощью выражений (12), (14). Видно, что описанный выше способ создания W зонда с алмазным наконечником обеспечивает как собственно наноиндентирование, так и визуализацию наноотпечатка в полуконтактной силовой моде с хорошим пространственным разрешением.

На рис. 7 представлено СЗМ-изображение и поперечное сечение фрагмента двумерной решетки, созданной методом ДСЛ на поверхности Au пленки, напыленной на полимерную подложку. Период решетки d равен 460 нм вдоль направления AB и 265 нм вдоль направления, перпендикулярного к AB .

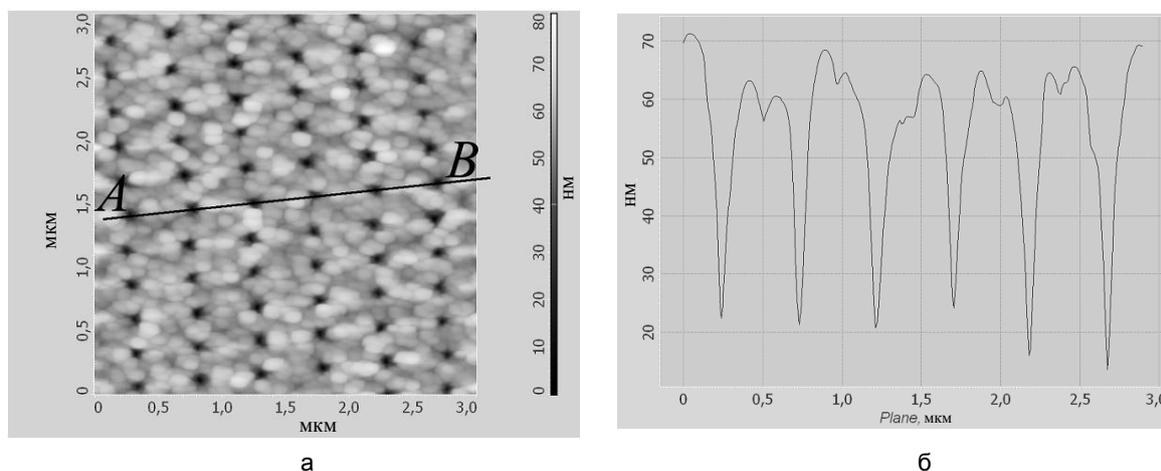


Рис. 7. СЗМ-изображение двумерной решетки, созданной методом ДСЛ в Au пленке толщиной 20 нм, напыленной на поликарбонатную подложку (а); поперечное сечение СЗМ-изображения, выполненное вдоль линии AB (б)

Отметим, что созданная с помощью W зонда методом ДСЛ структура представляет собой двумерную дифракционную решетку, которая, как известно, выполняет спектральное разложение при отражении белого света. В работающем на отражение оптическом микроскопе модифицированный в режиме ДСЛ участок золотой пленки выглядел как фиолетовый квадрат на золотом фоне при угле падения $\varphi = 45^\circ$.

Воспользовавшись условием $2d \sin \varphi = \lambda$ и положив для фиолетового света $\lambda = 390$ нм, получим $d=275$ нм, что согласуется с прямым измерением периода дифракционной решетки (рис. 7).

Заключение

В результате механического контакта зонда с поверхностью образца, осуществляемого в режимах ДСЛ и НИ, возникают силы продольного сжатия, которые могут привести к неустойчивости и необратимому изгибу вольфрамовых зондов, совмещенных с пьезорезонансными датчиками силового взаимодействия. Критическая сила, определяющая неустойчивость зонда, квадратичным образом уменьшается при уменьшении его радиуса и тангенса угла заточки. Показано, что вольфрамовые зонды с радиусом закругления около 100 нм и углом заточки около 30° , а также подобные зонды с алмазными наконечниками, устойчивы по отношению к изгибу при работе в режимах НИ и ДСЛ. С помощью таких зондов методом ДСЛ могут быть изготовлены дифракционные решетки на отражение, в том числе с переменным шагом.

Работа выполнена в рамках реализации и при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (ГК П557) и гранта 2.1.2/9784 Минобрнауки РФ.

Литература

1. Голубок А.О., Пинаев А.Л., Чивилихин Д.С., Чивилихин С.А. Динамическая силовая литография на тонких металлических пленках в сканирующем зондовом микроскопе с пьезорезонансным датчиком локального взаимодействия // Научное приборостроение. – 2011. – Т. 21. – № 1. – С. 31–43.
2. Голубок А.О., Васильев А.А., Кerpелева С.Ю., Котов В.В., Сапожников И.Д. Датчик локального силового и туннельного взаимодействия в сканирующем зондовом микроскопе // Научное приборостроение. – 2005. – Т. 15. – № 1. – С. 62–69.
3. Биргер И.А., Пановко Я.Г. Прочность, устойчивость, колебания. – М.: Машиностроение, 1968. – 567 с.
4. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. – М.: Мир, 1989. – 510 с.

5. Неволин В.К. Зондовые нанотехнологии в электронике. – М.: Техносфера, 2006. – 160 с.
6. Быков В.А., Васильев В.Н., Голубок А.О. Учебно-исследовательская мини-лаборатория по нанотехнологии на базе сканирующего зондового микроскопа NanoEducator // Российские нанотехнологии. – 2009. – № 5–6. – С. 45–48.
7. Пинаев А.Л., Голубок А.О. Микро- и наномодификация металлического слоя на полимерной подложке в режиме динамической силовой литографии // Научно-технический вестник СПбГУ ИТМО. – 2010. – № 68. – С. 67–73.

- Голубок Александр Олегович* – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, доктор физ.-мат. наук, профессор, зав. кафедрой, golubok@ntspb.ru
- Пинаев Александр Леонидович* – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, младший научный сотрудник, pinaich@mail.ru
- Феклистов Андрей Алексеевич* – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, аспирант, feklisloff@yandex.ru
- Чивилихин Сергей Анатольевич* – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, доктор физ.-мат. наук, профессор, chivilikhin@gmail.com