

**О.Г. Лисенко**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, Київ

## **БАГАТОФУНКЦІОНАЛЬНИЙ СКАНУВАЛЬНИЙ ЗОНДОВИЙ МІКРОСКОП З АЛМАЗНИМ ВІСТРЯМ. НАНОТЕХНОЛОГІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ПРИ АТМОСФЕРНИХ УМОВАХ**



*Представлена авторська конструкція сканувального зондового мікроскопа (СЗМ), який поєднує операції сканування поверхні та її модифікації. Особливостями приладу є вістря з легованого бором алмазу та електромагнітний механізм вимірювання рівня навантажень при нановзаємодіях вістря з поверхнею зразка. Показано методики комбінованих нанотехнологічних досліджень тонких плівок та результати формування поверхневих наноструктур контактним методом.*

*Ключові слова: сканувальна зондова мікроскопія, зондова нанотехнологія, електропровідний алмаз.*

Розвиток науки та технологій неможливий без відповідного метрологічного забезпечення. Особливо це стосується нанотехнології, де необхідно проводити вимірювання з нанометровою роздільною здатністю. Одним з методів, що дає можливість проводити вимірювання з нанометровою роздільною здатністю, є сканувальна зондова мікроскопія (СЗМ), в якій інформація про профіль або інші характеристики поверхні отримується за допомогою твердотільного зонда.

Першим сканувальним зондовим мікроскопом можна вважати прилад, створений Янгом зі співробітниками в 1972 р. [1]. Прилад складався з п'єзокерамічного сканера, вольфрамового вістря й мікрометричного механізму підведення вістря до зразка. Подібну конструкцію мають більшість сучасних СЗМ. Основними представниками СЗМ є сканувальний тунельний мікроскоп (СТМ) [1–5], принцип дії якого базується на реєстрації зміни тунельного струму між вістрям та поверхнею зразка при

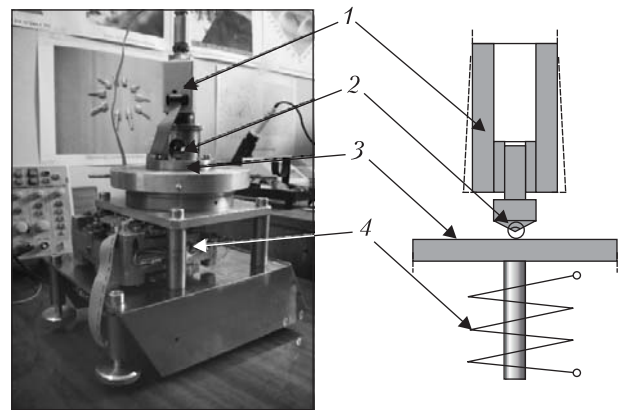
зміні відстані між ними, та атомно-силовий мікроскоп (АСМ) [6–8], в якому реєструється відхилення гнучкої консолі зонда при силовій взаємодії вістря зонда з поверхнею зразка. Названі прилади працюють в основному в режимі сканування поверхні. Відомі також СЗМ, що мають додаткову функцію наноконтактної дії на поверхню для оцінки механічних характеристик зразка [9–11] або механічної нанобробки поверхні [12–14]. У подібних багатофункціональних приладах зазвичай використовуються тригранні алмазні вістря, розміщені на гнучкій консолі. У такій конструкції при взаємодії з поверхнею відбувається відхилення вертикальної осі алмазної піраміди, що призводить до спотворень при оцінці механічних характеристик матеріалів на нанорівні. Більш придатною в даному випадку була б конструкція виконавчого пристрою, в якому вертикальна вісь вістря не змінює свого положення при його проникненні в поверхню. Такий підхід може бути реалізований при використанні алмазного вістря, вмонтованого в жорсткий зонд СТМ. Ще однією перевагою СТМ є те, що на

відміну від АСМ при скануванні поверхні роздільна здатність не залежить від радіуса округлення вістря, а визначається лише розмірами каналу тунелювання. Оскільки в тунельній мікроскопії вістря повинне бути електропровідним, то його необхідно виготовляти з легovanого бором алмазу.

Таким чином, при розробці приладу автором була поставлена задача забезпечити роздільну здатність при скануванні поверхні не нижче 1 нм та можливість наноконтакної дії на зразок з вимірюванням величини навантажень. При виконанні проекту в рамках програми наукового приладобудування НАНУ був розроблений багатофункціональний СЗМ з електропровідним алмазним вістря, призначений для комбінованих нанотехнологічних досліджень, що включають операції сканування поверхні, наоіндентування та нанесення наноподрипин. Результати, отримані при виконанні проекту, були опубліковані у провідних виданнях [15–17], монографії [18] та доповідались на фахових наукових конференціях [19–21]. У даній статті наведені особливості авторської конструкції багатофункціонального СЗМ з алмазним вістря та найновіші результати його використання в атмосферних умовах. У наступному повідомленні планується представити конструкцію та результати використання СЗМ з алмазним вістря для роботи в умовах вакууму.

#### КОНСТРУКЦІЯ ТА ПРИНЦИП ДІЇ ПРИЛАДУ

При розробці приладу були використані як традиційні підходи до конструювання компонентів СЗМ, так і оригінальні структурні рішення, пов'язані з особливістю багатофункціональних нанотехнологічних досліджень. Схема і зовнішній вигляд розробленого багатофункціонального СЗМ наведена на рис. 1. Виконавчими елементами приладу є пристрої контролюваного мікро- і нанопереміщення вістря в 3-х напрямках. Мікропереміщення вістря здійснюється за допомогою прецизійного різьбового механізму, а нанопереміщення здійснюється за відомою схемою з використанням



**Рис. 1.** Загальний вигляд та структурна схема багатофункціонального СЗМ: 1 – трубчастий п'єзоелемент, 2 – алмазне вістря, 3 – предметний столик, 4 – електромагнітний механізм

сегментованого трубчастого п'єзоелементу [22]. Зонд з вмонтованим алмазним вістря кріпиться безпосередньо до п'єзоелементу. Такий механізм, на відміну від гнучкої консолі, найбільш придатний для багатофункціональних нанотехнологічних досліджень, оскільки вісь вістря зонда не відхиляється при впровадженні в поверхню. Вістря зонда виготовлено із синтезованих легованих бором монокристалів алмазу [15, 23]. Керування 3-координатним пристроєм переміщення зонда здійснюється за допомогою електронного блока, сполученого з комп'ютером.

Особливістю розробленого приладу є електромагнітний механізм вимірювання навантажень при нановзаємодіях вістря з поверхнею зразка. Величина навантаження визначається за рахунок вимірювання електричного струму, необхідного для підтримки постійного положення предметного столика при впровадженні вістря зонда у поверхню зразка. За допомогою спеціально розробленого програмного забезпечення відслідковується зближення вістря і зразка, реєструється їх взаємодія, обробляється зібрана інформація та накопичуються експериментальні дані на різних носіях.

При дослідженнях поверхні кожен експеримент проводиться в три стадії. На першій ста-

дії здійснюється дослідження топографії поверхні зразка методом сканування. На цій стадії прилад працює як традиційний тунельний мікроскоп. Цей етап завершується аналізом отриманого зображення та вибором ділянки поверхні зразка, на якому відсутні значні нерівності (з перепадом висот не більше 30–50 нм). На наступному етапі проводиться індентування або дряпання. На заключній стадії експерименту проводиться сканування отриманого відбитка та його аналіз.

#### ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕРХНІ МЕТОДОМ СКАНУВАННЯ ТА ІНДЕНТУВАННЯ

На рис. 2–5 (див. кольорову вклейку) наведені результати застосування розробленого приладу для комбінованих досліджень методом сканування та індентування поверхні з нанометровою роздільною здатністю. Об'єктом досліджень були плівкові наноструктури на основі Ti-Ta-N, що застосовуються як покриття в інструментальному виробництві, медицині та електроніці. Відомо, що термічна обробка матеріалів може покращувати їх властивості, однак при термообробці покриттів часто погіршується адгезія між покриттям та основою. Недослідженим залишається вплив термообробки на характеристики профілю плівкових структур. Досліджувалися дві групи зразків Ti-Ta-N до та після нагрівання до температури 800 °С.

Як видно з рис. 2, профіль поверхні зразка до нагрівання має характерну регулярну форму з послідовних підйомів та впадин. Поверхня плівки після термообробки є більш гладкою з поодинокими вкрапленнями. Перепад висот по поверхні обох зразків не перевищував 20 нм.

На рис. 3 показані результати експериментів по індентуванню на зразках плівок Ti-Ta-N з різним рівнем навантаження. Як видно з рисунка, результат експерименту може бути використаний для розрахунку твердості прямим методом по площі відбитка з огляду на те, що границі відбитка досить чіткі і площа проекції відбитка може бути легко визначена.

Необхідно відзначити, що стандарт ISO14577 регламентує використання прямого методу для розрахунку твердості лише при розмірі відбитка більше 6 мкм. При менших розмірах відбитка рекомендується визначати твердість по кривій навантаження. Метод кривої навантаження не враховує різноманітних викривлень відбитка (т. зв. *навали* та *провали*), шорсткість поверхні та інші фактори, тому він не завжди дає достовірну інформацію про твердість зразка. Вочевидь рекомендації ISO пов'язані з тим, що вимірювання в нанометровому діапазоні є надзвичайно складною задачею: зазвичай для індентування та визначення параметрів відбитка використовуються різні прилади. Розроблений багатофункціональний СЗМ дає можливість проводити ці дослідження без зміни положення зразка на одному приладі, що суттєво спрощує експерименти та створює підґрунтя для розробки стандартних методик вимірювань твердості прямим методом в нанометровому діапазоні. Для створення таких методик необхідна досить об'ємна робота, яка б визначила вимоги до розмірів вістря, шорсткості поверхні, вплив масштабного фактора та відповідні рекомендації щодо використання поправочних коефіцієнтів та ін.

Відзначимо, що методика індентування в комбінації з дослідженням параметрів відбитка також дає змогу робити порівняльний аналіз адгезії зразків тонких плівок. При низькій адгезії плівки з підкладкою індентування зразка призводить до відриву плівки від підкладки. Приклад такого відриву показано на рис. 4, в. Авторські дослідження показали, що термообробка плівок Ti-Ta-N не погіршує їх адгезію до підкладки. Характерний профіль відбитка з признаками відриву плівки були отримані лише в одному експерименті з нетермообробленою плівкою.

#### ФОРМУВАННЯ ПОВЕРХНЕВИХ НАНОСТРУКТУР КОНТАКТНИМ МЕТОДОМ

Здатність СЗМ з алмазним вістряма виконувати операції індентування може бути використана для формування профілю поверхні з

заданою регулярною структурою. Така поверхня являє собою послідовність відбитків, що може представляти двійниковий код носія цифрових даних. Подібний підхід використовується в так званому *контактному* методі запису інформації [24]. На рис. 4 наведені результати експериментів по формуванню поверхневих наноструктур контактним методом. Спочатку було визначене мінімально допустиме навантаження, при якому можна достовірно розрізнити окремий відбиток (рис. 4, а). Також була визначена максимально можлива щільність послідовності відбитків на поверхні зразка (рис. 4, б), що може скласти величину порядку 5–10 Тбіт/дюйм<sup>2</sup>. У порівнянні з іншими зондовими методами надщільного запису інформації, де як нулі та одиниці можуть бути використані кластерні групи та щільність запису інформації сягає порядку 100 Тбіт/дюйм<sup>2</sup> в умовах вакууму [24–26], метод інденування має значно менші показники щільності інформації. Однак він є більш надійним та дає можливість зберігати інформацію при атмосферних умовах. Очевидно, що при використанні однозондових СЗМ такий метод запису інформації є надто повільним для практичного застосування. Проте з розвитком багатозондових СЗМ [27] метод виглядає досить перспективним, особливо для систем довгострокового зберігання інформації, що мають особливу цінність (архівні документи, живопис, література та ін.).

Ще одним прикладом технологічного використання СЗМ є так званий метод *трибонології*, одним з елементів якого є формування наноструктури за рахунок дряпання поверхні [27]. На рис. 5 показані результати експериментів по дряпанню поверхні кремнію алмазним вістря СЗМ з різною орієнтацією вісі тригранного алмазного вістря відносно напрямку руху зонда. В експерименті, представленому на рис. 5 зліва, дряпання провадилося гранню вістря, справа — ребром. Таким чином, відповідна орієнтація вістря дозволяє створювати поверхневу наноструктуру, придатну для виготовлення на її основі мікросхем, пристроїв пам'яті та ін. Провід-

никові доріжки на таких пристроях можуть бути утворені осадженням електропровідних матеріалів в отриманих канавках.

## ВИСНОВКИ

Розроблено багатофункціональний прилад та комбіновані методики на базі СЗМ з алмазним вістря, що дозволяють проводити нанотехнологічні дослідження, які об'єднують функції сканування та інденування або дряпання поверхні. Прилад відрізняється системою вимірювання параметрів силової взаємодії між вістря та поверхнею зразка, а також використанням того самого легovanого бором алмазного вістря для модифікації та сканування поверхні. На зразках тонких плівок Ti-Ta-N досліджено особливості наноструктури поверхні та характер відбитків при наноінденуванні та нанодряпанні. СЗМ з алмазним вістря є досить перспективним засобом для використання як технологічного інструменту при виготовленні елементів нанoeлектроніки та носіїв інформації надвисокої щільності.

*Автор висловлює подяку інженерам В.М. Кір'єву, В.І. Міцкевичу та А.В. Щербакову за виготовлення елементів конструкції, електроніки та програмного забезпечення приладу.*

## ЛІТЕРАТУРА

1. Yong R., Ward J., Scire F. Topografiner. An Instrument for Measuring Surface Microtopography // Rev. Sci. Instrum. — 1972. — **43**. — P. 999–1000.
2. Binnig G., Rohrer H. Scanning Tunneling Microscopy // Helv. Phys. Acta. — 1982. — **55**. — P. 726–735.
3. Binnig G., Rohrer H., Gerber Ch. et al. 7x7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space // Phys. Rev. Lett. — 1983. — **50**, № 2. — P. 120–123.
4. Binnig G., Rohrer H. Scanning Tunneling Microscopy // Surface Science. — 1985. — **152**. — P. 17–26.
5. Binnig G., Rohrer H. Scanning Tunneling Microscopy — from Birth to Adolescence // Rev. Mod. Phys. — 1987. — **59**, № 3. — P. 615–625.
6. Binnig G., Quate C.F., Gerber Ch. Atomic Force Microscope // Phys. Rev. Lett. — 1986. — **56**, № 9. — P. 930–933.
7. Neubauer G., Cohen S.R., McClelland G.M. Measurement of micromechanical properties using a bidirectional atomic force microscope with capacitive detection // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. — 1989. — **153**. — P. 307–316.

8. *Mate C.M., Erlandsson R., McClelland G.M. et al.* Atomic force microscopy studies of frictional forces // *J. Vac. Sci. Technol. A.* — 1988. — **6**, № 3. — P. 575–576.
9. *Bhushan, B., Koinkar, V.N.* Nanoindentation Hardness Measurements Using Atomic Force Microscopy // *Appl. Phys. Lett.* — 1994. — **64**. — P. 1653–1655.
10. *Syed Asif S.A., Wahl K.J., Colton R.J.* Nanoindentation and contact stiffness measurement using force modulation with a capacitive load-displacement transducer // *Rev. Sci. Instrum.* — 1999. — **70**, № 5. — P. 2408–2413.
11. *Bec S., Tonck A., Georges J.-M. et al.* Improvements in the indentation method with a surface force apparatus. *Phil. Mag. A.* — 1996. — **74**. — P. 1061–1072.
12. *Oesterschulze, E., Malave, A., Keyser, U.F. et al.* Diamond Cantilevers With Integrated Tip for Nanomachining // *Diam. Rel. Mater.* — 2002. — **11**, № 3–6. — P. 667–671.
13. *Ashida K., Morita N., Yushida Y.* Study on Nano-Machining Process Using Mechanism of a Friction Force Microscope // *JSME Int. J., Ser. C.* — 2001. — **44**, № 1. — P. 244–253.
14. *Kawasegi N., Takano N., Oka, D., et al.* Nanomachining of Silicon Surface Using Atomic Force Microscope With Diamond Tip // *J. Manuf. Sci. Eng.* — 2006. — **128**, № 3. — P. 723–729.
15. *Lysenko O., Novikov N., Grushko V. et al.* Fabrication and Characterization of Single Crystal Semiconductive Diamond Tip for Combined Scanning Tunneling Microscopy // *Diamond Relat. Mater.* — 2008. — **17**. — P. 1316–1319.
16. *Lysenko O., Novikov N., Grushko V. et al.* Combined Scanning Nanoindentation and Tunneling Microscope Technique by Means of Semiconductive Diamond Berkovich Tip 2007 *J. Phys.: Conf. Ser.* 61. — P. 740–744.
17. *Lysenko O., Mamalis A., Andruschenko V. and Mitskevich E.* Surface nanomachining using scanning tunneling microscopy with a diamond tip // *Nanotechnology Perceptions.* — 2010. — **6**, № 1. — P. 41–50.
18. *Лысенко О.Г., Грушко В.И., Новиков Н.В.* Сканирующая зондовая микроскопия: основы метода, исследования и модификация поверхности алмазным нанозондом. — К.: Феникс, 2009. — 246 с.
19. *Лысенко О.Г., Грушко В.И., Новиков Н.В.* Сканирующая зондовая микроскопия с алмазным острием: результаты и перспективы. Сборник докладов IX Международной конференции «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии». — Минск, 2010. — С. 17–23.
20. *Lysenko O., Grushko V., Mitskevich E. and Mamalis A.* Scanning Probe Microscopy with Diamond Tip in Tribo-nanolithography. *MRS Proceedings (2011)*, 1318: mrsf10-1318-vv05-07.
21. *Lysenko O., Novikov N., Grushko V., et al.* High-density data storage using diamond probe technique, 2008 *J. Phys.: Conf. Ser.* **100** 052032 (4pp).
22. *Binnig G., Smith D.P.E.* «Single—Tube Three-Dementional Scanner for Scanning Tunelling microscopy» // *Rev. Sci. Instrum.* — 1986. — **57**(8). — P. 1688–1689.
23. *Лысенко О.Г., Новиков Н.В., Гонтарь А.Г. В и др.* Полупроводниковое алмазное острие для комбинированной сканирующей зондовой микроскопии // *Сверхтвердые материалы.* — 2006. — **164**, № 6. — С. 3–12.
24. *High-density data storage using proximal probe techniques / H.J. Mamin, B.D. Terris, L.S. Fa et al.* // *Proximal probe microscopies.* — 1995. — **39**, № 6. — P. 681–699.
25. *Sato A., Tsukamoto Y.* Nanometre-scale recording and erasing with the scanning tunnelling microscope // *Nature.* — 1993. — **363**. — P. 431–432.
26. *Becker R., Golovchenko A., Swartzentruber B.* Atomic-scale Surface Modifications Using a Tunneling Microscope // *Nature.* — 1987. — **325**. — P. 419–421.

О.Г. Лысенко

МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ  
СКАНИРУЮЩИЙ ЗОНДОВИЙ МИКРОСКОП  
С АЛМАЗНЫМ ОСТРИЕМ.  
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ  
ПРИ АТМОСФЕРНЫХ УСЛОВИЯХ

Представлена авторская конструкция сканирующего зондового микроскопа (СЗМ), который объединяет операции сканирования поверхности и ее модификации. Особенностями прибора является острие из легированного бором алмаза и электромагнитный механизм измерения уровня нагрузок при нановзаимодействиях острия с поверхностью образца. Показана методика комбинированных нанотехнологических исследований тонких пленок и результаты формирования поверхностных наноструктур контактным методом.

*Ключевые слова:* сканирующая зондовая микроскопия, зондовая нанотехнология, электропроводный алмаз.

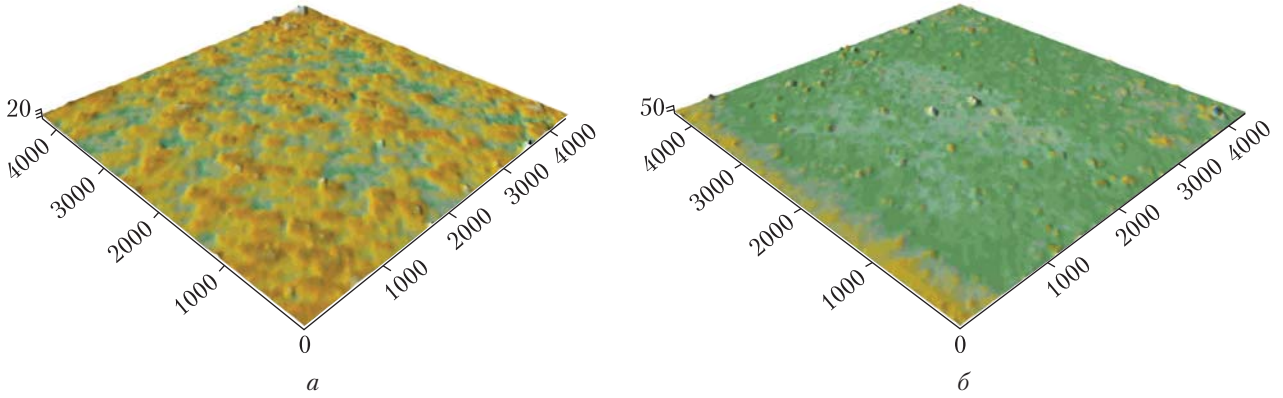
O.G. Lysenko

MULTIFUNCTION SCANNING PROBE  
MICROSCOPE WITH DIAMOND TIP.  
NANOTECHNOLOGICAL RESEARCH  
AT AMBIENT CONDITIONS.

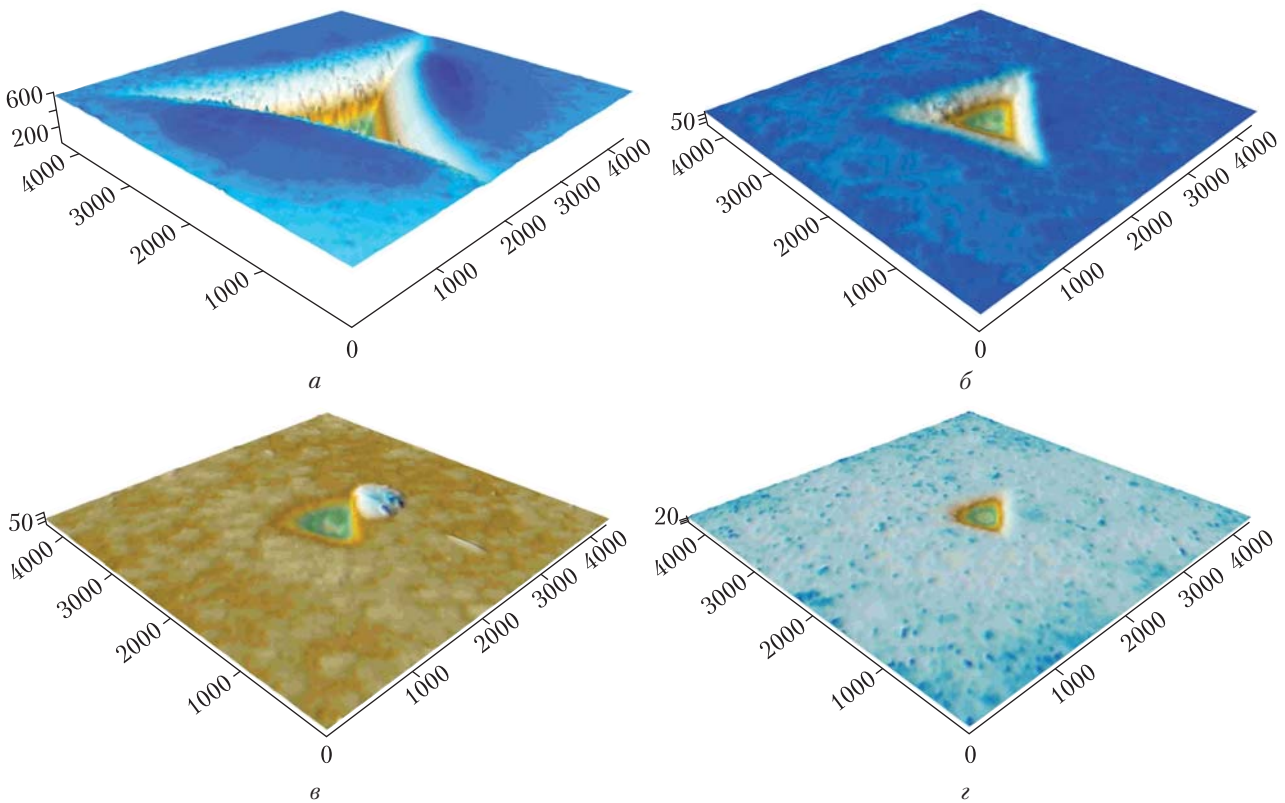
The author's design of scanning probe microscope (SPM), which combines surface scanning and modifications is presented. The features of the device are boron doped diamond tip, and electromagnetic mechanism to measure the level of loads during nanointeractions between the tip and the sample surface. The techniques of combined nanotechnology research of thin films and the results of the formation of surface nanostructures with contact method are shown.

*Key words:* scanning probe microscopy probe nanotechnology, conductive diamond.

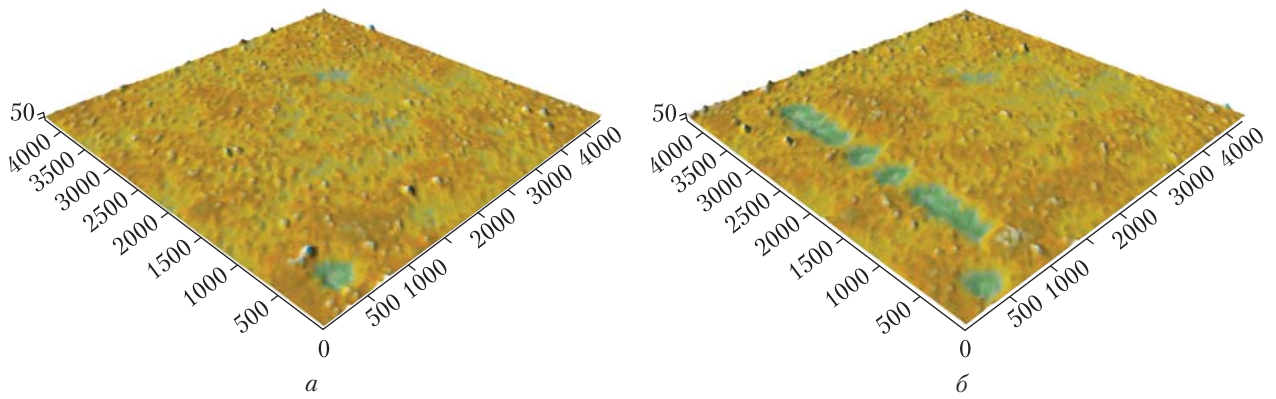
Стаття надійшла до редакції 04.01.12



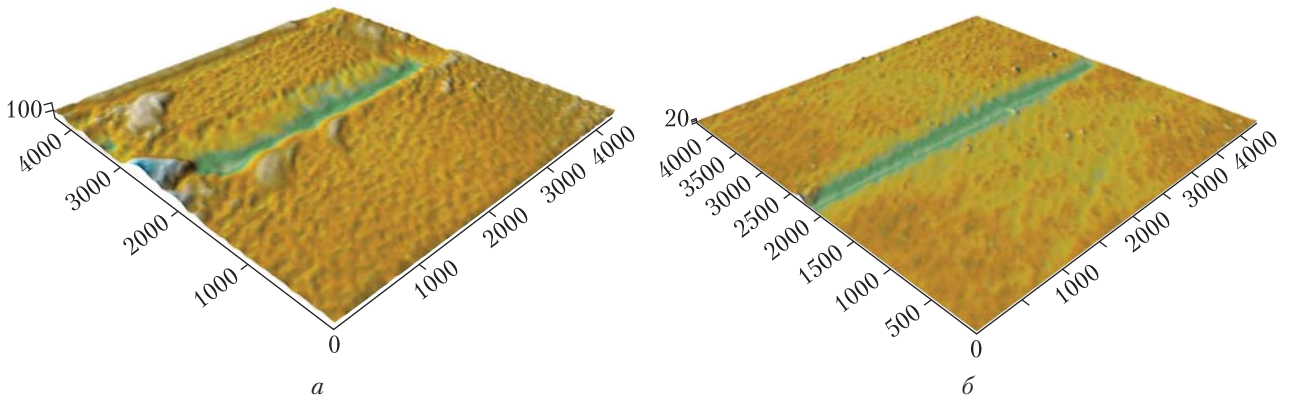
**Рис. 2.** Тривимірне СТМ-зображення фрагментів поверхні плівок Ті–Та–N: *a* – вихідна плівка, *б* – плівка після термічної обробки при температурі 800 °С



**Рис. 3.** Тривимірне СТМ-зображення фрагментів поверхні плівок Ті–Та–N після інденування



**Рис. 4.** Формування поверхневих наноструктур алмазним нанозондом методом нановдавлювання



**Рис. 5.** Формування поверхневих наноструктур алмазним нанозондом методом нанодряпання