

О. Г. Лысенко (г. Киев)

### **Применение сканирующего зондового микроскопа с алмазным острием в качестве нанотехнологического инструмента**

*Представлены экспериментальные результаты применения сканирующего зондового микроскопа для механической обработки поверхности с нанометровой разрешающей способностью. Особенности прибора являются острие из легированного бором монокристалла алмаза и электромагнитная система измерения нановзаимодействия между острием и поверхностью образца. Продемонстрированы трехмерные изображения поверхности золота и кремния после операций наночистки и наноцарапания. Обсуждены возможности использования алмазного наноинструмента для изготовления элементов нанoeлектроники.*

**Ключевые слова:** Нанотехнология, полупроводниковый алмаз, сканирующая зондовая микроскопия.

**Введение.** Современный этап развития нанотехнологии характеризуются необычайно широким развитием методов исследования и формирования характеристик поверхности, основанных на сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Основными представителями СЗМ являются атомно-силовой микроскоп (АСМ) и сканирующий туннельный микроскоп (СТМ). Одной из рабочих функций СЗМ является механическое движение зонда вдоль поверхности образца с контролем взаимодействия между острием зонда и поверхностью. В большинстве методов СЗМ указанное взаимодействие является “пассивным”, а в результате процедуры сканирования строится изображение профиля поверхности или распределение по поверхности какой-либо физической величины. Однако в СЗМ возможно также и “активное” воздействие зонда на поверхность с целью изменения ее характеристик. Одним из таких методов является нанолитография, в которой на поверхности формируют надписи с нанометровым или даже атомарным размером [1—5]. Известен еще один метод “активных” операций с поверхностью, в котором СЗМ используют в качестве “станка” для наномеханической обработки поверхности. В [6—11] продемонстрированы механические методы нанобработки, базирующиеся на СЗМ — резание материалов, таких как кремний, галлий, арсениды и некоторые другие металлические поверхности. В этих исследованиях в качестве обрабатывающих зондов использовали обычные зонды с металлическим острием, хотя изначально они предназначались только для сканирования поверхности. Из-за низкой износостойкости применение металлического острия при нанобработке не может быть эффективным для решения задач практической нанотехнологии.

Использование алмаза в качестве материала для острия зонда в большинстве случаев может решить проблемы, связанные с износом или поломкой острия при наномеханической обработке поверхности. В [12—14] показаны различные методы для наномеханической обработки поверхности, в которых

использовали алмазное острие АСМ. В указанных работах алмаз изготавливали методом газофазного осаждения, а зонд представлял собой гибкую консоль атомно-силового микроскопа. В методе атомно-силовой микроскопии при взаимодействии острия с поверхностью происходит отклонение консоли и, как следствие, вертикальной оси острия. При наномеханической обработке такое явление крайне нежелательно. Здесь предпочтительным является применение СЗМ с жестким зондом сканирующего туннельного микроскопа. В последнее время разработан ряд методик СТМ с острием из легированных бором алмазов для комбинированного исследования поверхности методами индентирования и сканирования [15—17]. В предлагаемой статье приведены результаты применения указанных методик для наномеханической обработки поверхности.

**Экспериментальная методика.** В качестве прецизионного устройства, способного выполнять нанобработку поверхности, использовали СТМ с острием из монокристалла синтетического полупроводникового алмаза (рис. 1). Исполнительными элементами прибора являются устройства контролируемого микро- и наноперемещения острия в трех направлениях. Микроремещение острия осуществляется при помощи прецизионного резьбового механизма, а наноперемещение построено по известной схеме с использованием сегментированного трубчатого пьезоэлемента. Зонд с вмонтированным алмазным острием (рис. 2) крепится непосредственно к управляющему пьезоэлементу. Такой механизм, в отличие от гибкой консоли, наиболее пригоден для многофункциональных нанотехнологических исследований, поскольку ось острия зонда не отклоняется при внедрении в поверхность. Острие зонда изготовлено из синтезированных легированных бором монокристаллов алмаза [15]. Управление трехкоординатным устройством перемещения зонда осуществляется посредством электронного блока, совмещенного с компьютером.

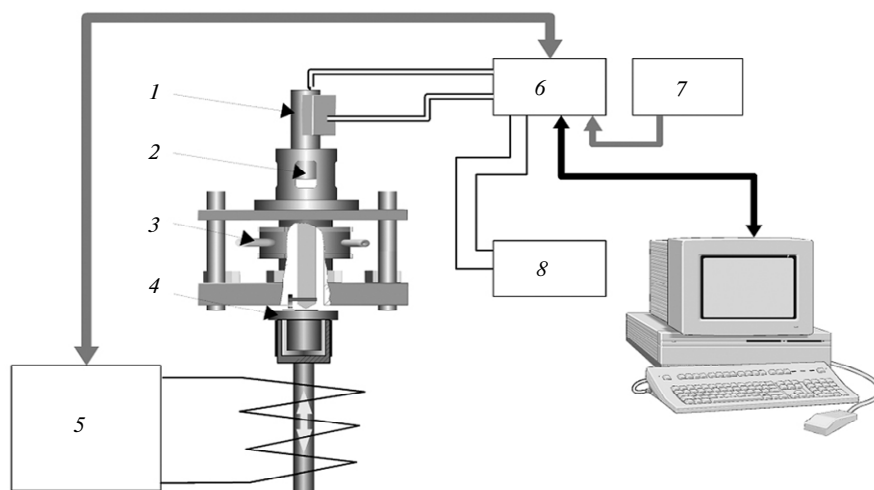


Рис. 1. Структурная схема сканирующего зондового микроскопа с системой силоизмерения: 1 — предварительный усилитель; 2 — трубчатый пьезоэлемент; 3 — резьбовой механизм; 4 — предметный столик; 5 — система силоизмерения; 6 — блок управления; 7 — блок питания; 8 — контрольный осциллограф.

Главной отличительной особенностью разработанного прибора является электромагнитный механизм измерения нагрузки при нановзаимодействии ост-

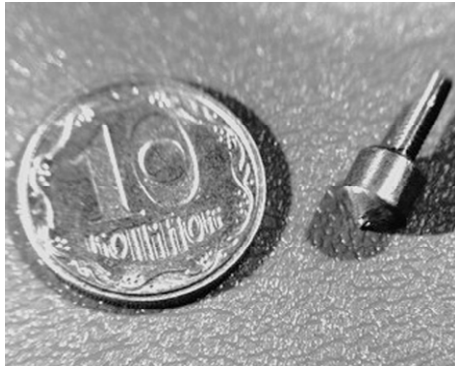


Рис. 2. Внешний вид зонда СЗМ с вмонтированным на вершине полупроводниковым алмазным острием.

рия с поверхностью. Величина нагрузки определяется за счет измерения электрического тока, необходимого для поддержания постоянного положения предметного столика при внедрении острия зонда в поверхность образца. С помощью специально разработанного программного обеспечения имеется возможность отслеживать сближение острия и образца, регистрировать их взаимодействие, обрабатывать собранную информацию, выводить изображение на дисплей и накапливать экспериментальные данные на различных носителях.

Экспериментальные методики состояли в управляемом перемещении алмазного острия, находящегося в контакте с поверхностью, вдоль образца с целью удаления материала с его поверхности. При небольших глубинах возможно удаление приповерхностного слоя материала, который обычно состоит из несвязанных молекул и оксидов. При глубинах более 1 нм возможно удаление непосредственно материала образца и нанесение царапин.

**Результаты экспериментов.** На рис. 3 приведен пример удаления приповерхностного слоя материала в режиме “контактного” сканирования поверхности. В качестве материала образца использовали пленку золота, нанесенную на кремниевую подложку. Как известно, золото стойко к окислению, однако при длительном хранении его поверхность мутнеет за счет адсорбции химических элементов, находящихся в воздухе. При сканировании такая поверхность отображается в виде последовательности нанок капель размером порядка 10 нм. Для наночистки фрагмента поверхности образца золота автор использовал многократное сканирование с шагом 20 нм. Глубина проникновения зонда в образец составляла 10 нм. Такая нанообработка была проведена на участке поверхности шириной 1 мкм. После нанообработки было выполнено сканирование всей поверхности образца в обычном режиме СТМ.

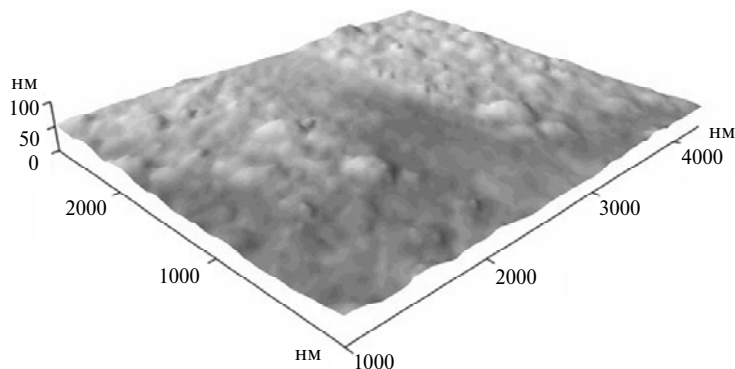


Рис. 3. СТМ-изображение пленки золота после выглаживания алмазным острием фрагмента поверхности шириной 1 мкм.

Для достоверной идентификации результатов эксперимента по очистке поверхности золота алмазным острием была выполнена СТМ-спектроскопия

очищенных и неочищенных участков. На рис. 4 представлены вольт-амперные характеристики туннельных переходов по семи произвольным точкам на одном и том же участке поверхности до (см. рис. 4, *a*) и после (см. рис. 4, *б*) процедуры выглаживания. Как видно из рисунка, вольт-амперные характеристики выглаженной поверхности имеют значительно меньший разброс, что свидетельствует о ее более высокой химической чистоте и эффективности проведенной процедуры.

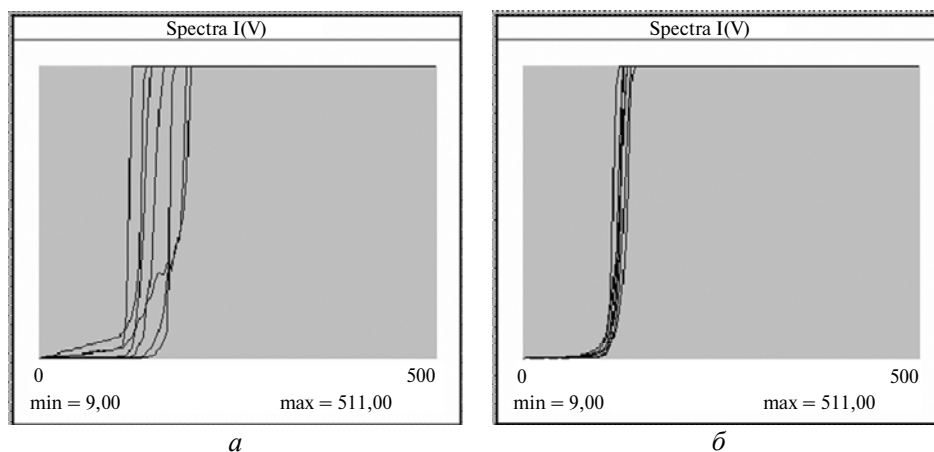


Рис. 4. Вольт-амперные характеристики туннельных переходов на загрязненной углеводородными маслами поверхности золота (*a*) и на участке, где выполняли выглаживание алмазным зондом (*б*) (соответствует вольт-амперной характеристике чистой поверхности золота).

При работе СТМ имеется возможность управления силой прижима зонда к поверхности в ходе сканирования. Это позволяет наносить борозды на поверхность целого ряда твердых материалов глубиной всего несколько нанометров. На рис. 5 показаны результаты экспериментов по нанесению борозд на поверхность кремния, выполненные на СТМ с использованием острия из легированного бором алмаза. Еще одной операцией наномеханической обработки поверхности является формирование регулярных структур путем механического удаления зондом СТМ участка пленки, нанесенной на подложку. Пример такой операции показан на рис. 6.

**Обсуждение результатов.** Как показывают выполненные эксперименты, наномеханическую обработку поверхности с использованием алмазного острия СЗМ можно применять при создании элементов наноэлектроники. Примером может быть следующая процедура (*in deep*) формирования нанодорожек в кремниевых структурах. На первом этапе с помощью СТМ-зонда из монокристалла синтетического алмаза на поверхности кремния выцарапывают контуры дорожек глубиной 10—20 нм. На следующем этапе на эту поверхность с механически модифицированной структурой напыляют слой золота толщиной около 30 нм. Далее тем же алмазным острием выполняют выглаживание золотого слоя до толщины ~ 10 нм. На последнем, четвертом, этапе проводят вытравливание золота в химически активном растворе таким образом, что оно остается только в процарапанных зондом канавках. Поскольку золотые нити уложены в сформированные канавки, полученная структура является более устойчивой к механическим и температурным воздействиям по сравнению со структурами, изготовленными методами традиционной нанолитографии.

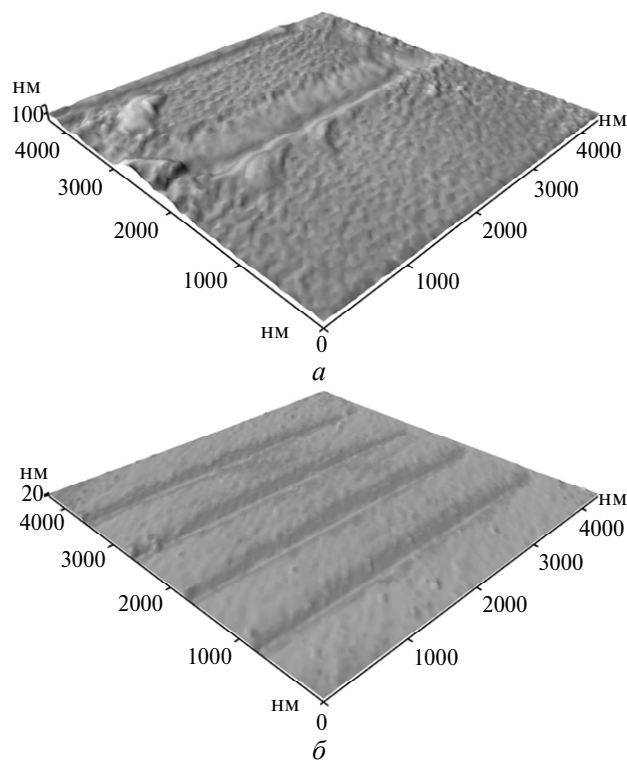


Рис. 5. Борозды на поверхности кремния, нанесенные алмазным пирамидальным острием: одиночная борозда глубиной 60 нм (*a*) и равномерные борозды глубиной ~ 50 нм (*б*).

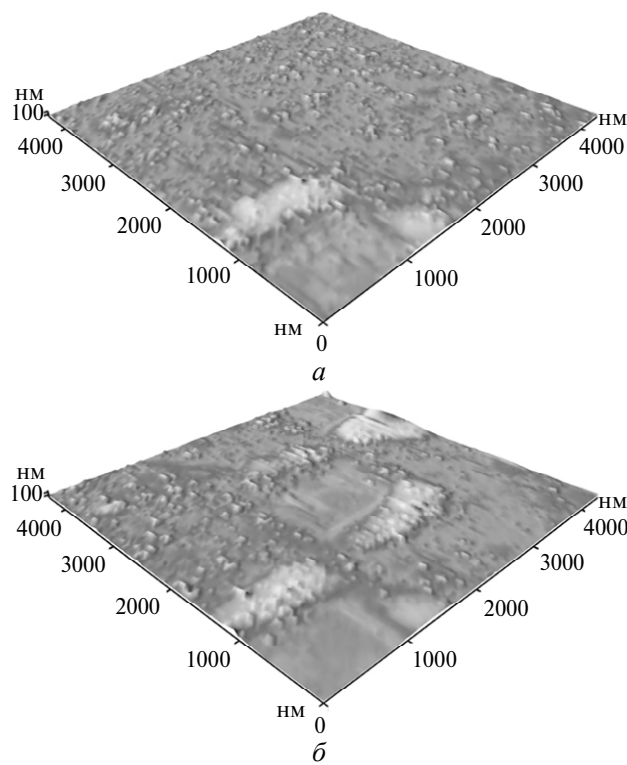


Рис. 6. СТМ-изображение пленки золота на кремниевой подложке после удаления одного (*a*) и трех (*б*) прямоугольных участков золотого слоя.

Эксперименты показали высокую износостойкость легированного бором алмазного острия при наномеханической обработке как мягких поверхностей (золото), так и твердых (кремний). Радиус округления острия измеряли методом электронной микроскопии и после проведения более двухсот экспериментов по нанобработке различных поверхностей износ острия составил около 15 нм.

Необходимо отметить, что наномеханическая обработка поверхности приводит к загрязнению поверхности острия (пример такого загрязнения показан на рис. 7). Поэтому при разработке промышленных технологий, включающих наномеханические поверхности, необходимо предусматривать процедуру очистки алмазного острия.

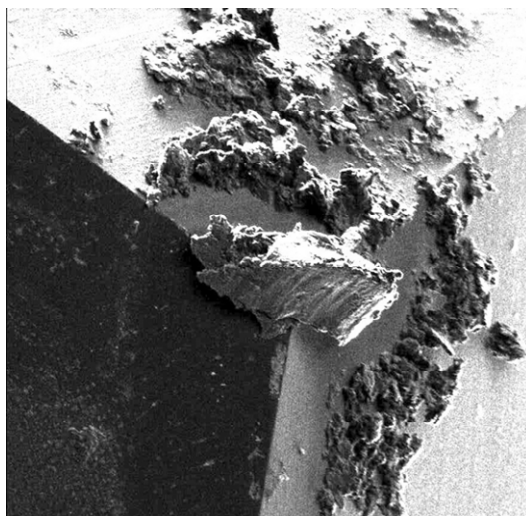


Рис. 7. Загрязнение алмазного острия после операции наномеханической обработки поверхности.

### **Выводы**

Эксперименты по наномеханической обработке поверхности методом сканирующей зондовой микроскопии с алмазным острием показали эффективность применения монокристаллов легированных бором алмазов в качестве рабочих элементов наноинструмента. Электропроводность острия позволяет оценивать качество наночистки поверхности с применением туннельной спектроскопии *in situ*. Для создания промышленных технологий нанобработки необходимы дальнейшие исследования параметров обработанной поверхности и износостойкости острия при различных параметрах нанобработки широкого класса материалов. Необходимо также развитие методик нанобработки с целью повышения производительности метода, что может быть осуществлено повышением скорости перемещения острия зонда относительно поверхности образца и применением многозондовых систем.

Автор выражает благодарность С. А. Ивахненко за предоставление легированных бором алмазов для изготовления острия зонда, В. И. Мицкевичу и А. В. Щербакову за содействие в получении представленных результатов. Проведенные исследования относятся к фундаментальной проблеме создания материалов с заданными свойствами и к программе научного приборостроения, которые выполняются по планам научно-исследовательских работ НАН Украины.

1. *Eigler D. M., Schweizer E. K.* Positioning single atoms with a scanning tunneling microscope // *Nature*. — 1990. — **344**. — P. 524—528.
2. *Nagahara L. A., Thundat T., Lindsay S. M.* Nanolithography on semiconductor surfaces under an etching solution // *Appl. Phys. Lett.* — 1990. — **57**, N 3. — P. 270—272.
3. *Majumdar A., Oden P. I., Carrejo J. P. et al.* Nanometer-scale lithography using the atomic force microscope // *Ibid.* — 1992. — **61**, N 19. — P. 2293—2295.
4. *Davidsson P., Lindell A., Makela T. et al.* Nano-lithography by electron exposure using an atomic force microscope // *Microelectron. Eng.* — 1999. — **45**, N 1. — P. 1—8.
5. *Ishibashi M., Heike S., Kajiyama H. et al.* Characteristics of scanning-probe lithography with a current-controlled exposure system // *Appl. Phys. Lett.* — 1998. — **72**, N 13. — P. 1581—1583.
6. *Gimzewski J. K., Möller R.* Transition from the tunneling regime to point contact studied using scanning tunneling microscopy // *Phys. Rev. B*. — 1987. — **36**. — P. 1284—1287.
7. *McCord M. A., Pease R. F.* Scanning tunneling microscope as a micromechanical tool // *Appl. Phys. Lett.* — 1987. — **50**, N 10. — P. 569—570.
8. *Van Loenen, E. J., Dijkkamp D., Hoeven A. J. et al.* Nanometer scale structuring of silicon by direct indentation // *J. Vac. Sci. Technol. A*. — 1989. — **8**, N 1. — P. 574—576.
9. *Versen M., Klehn B., Kunze U. et al.* Nanoscale devices fabricated by direct machining of GaAs with an atomic force microscope // *Ultramicroscope*. — 2000. — **82**, N 1—4. — P. 159—163.
10. *Miyake S.* 1 nm deep mechanical processing of muscovite mica by atomic force microscopy // *Appl. Phys. Lett.* — 1995. — **67**, N 20. — P. 2925—2927.
11. *Fang T. H., Chang W. J.* Effects of APM-based nanomachining process on aluminum surface // *J. Phys. Chem. Solids*. — 2003. — **64**, N 6. — P. 913—918.
12. *Oesterschulze E., Malave A., Keyser U. F. et al.* Diamond cantilevers with integrated tip for nanomachining // *Diamond Relat. Mater.* — 2002. — **11**, N 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**, N 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**, N 3. — P. 723—729.
15. *Лысенко О. Г., Новиков Н. В., Гонтарь А. Г. и др.* Полупроводниковое алмазное острие для комбинированной сканирующей зондовой микроскопии // *Сверхтв. материалы*. — 2006. — № 6. — С. 3—12.
16. *Lysenko O., Novikov N., Gontar A. et al.* Combined scanning nanoindentation and tunneling microscope technique by means of semiconductive diamond berkovich tip // *J. Phys.: Conf. Ser.* — 2007. — **61**. — P. 740—744.
17. *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.

Ин-т сверхтвердых материалов  
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 20.09.09