

УДК 539.2

М.А. Бондаренко, канд. техн. наук, Ю.Ю. Бондаренко, канд. техн. наук, С.А. Шелестовская

## Исследование влияния состояния поверхности кремниевых зондов для атомно-силовой микроскопии на точность и качество получаемых топограмм

Результаты проведенных в работе исследований влияния состояния поверхности кремниевых зондов Ultrasharp CSC12 для АСМ на точность и качество получаемых топограмм позволили установить предельный срок их эксплуатации до полного разрушения, который составляет 80-115 минут. Исследования в данной работе проводились с применением методов РЭМ (JEOL JSM-6700F) и АСМ (NT-206). Показана возможность модификации поверхностей зондов, прошедших интенсивную эксплуатацию, осаждением на них тонких (порядка 5...8 нм) покрытий с дальнейшей электронной обработкой. Данная модификация приводит к частичному восстановлению их эксплуатационных свойств (снижает вероятность возникновения артефактов сканирования на 20...22%, увеличивает срок эксплуатации на 20 минут) и может служить основой технологии повышения износостойкости и эксплуатационной пригодности зондов для АСМ.

In the article the results of researches of influence of the state of silicic probes' surface of Ultrasharp CSC12 for AFM on exactness and quality of the got topograms are presented. The results allowed to determine the border term of its exploitation as 80-115 minutes until complete destruction. Researches were conducted by the SEM (JEOL JSM-6700F) and AFM (NT-206) methods. Possibility of modification of surfaces of probes which was intensively exploited, by deposition of thin (about 5...8 nm) coat and further electronic treatment is demonstrated in the article. It results in partial renewal of its operating properties (reduces probability of origin of artefacts of scan-out down to 20...22%, increases the term of exploitation up to 20 minutes) and can serve as a basis of technology to increase the wearproofness and service ability of probes for AFM.

**Ключевые слова:** атомно-силовая микроскопия, кремниевый зонд, топограмма поверхности, предельный срок эксплуатации, комбинированный метод термовакuumного осаждения.

### Введение

В последнее время, благодаря интенсивному использованию новых наноматериалов и структур на их основе, которые нашли широкое распространение во всех областях науки, техники и технологии, бурное развитие приобретают новейшие методы и средства нанометрических измерений. Среди экспресс-методов измерения микро- и наногеометрии поверхностей различных материалов можно выделить метод атомно-силовой микроскопии (АСМ) [1-3]. Данный метод обладает высокой точностью (разрешающая способность метода менее 1 нм) и чувствительностью ( $10^{-12} \dots 10^{-14}$  Н), а также относительной простотой и дешевизной.

Основными инструментами современных средств АСМ являются зонды, огромное разнообразие которых представлено рядом фирм во всем мире. Однако все существующие на сегодняшний день зонды имеют ряд недостатков, среди которых следует отметить их достаточно высокую стоимость, а также невысокий срок эксплуатации (до 100 минут) для зондов бюджетной категории. Невысокий срок эксплуатации связан, как правило, с их быстрой изнашиваемостью (особенно при исследовании сверхтвердых материалов: алмазоподобных покрытий, карбидов и т.п.). В тоже время, технология получения зондов со сверхтвердым покрытием для исследования таких материалов достаточно сложна и подобна технологии синтеза нанокристаллических алмазоподобных частиц. При этом зонды, полученные по такой технологии, требуют дополнительной калибровки, что приводит к дополнительному увеличению их стоимости и уменьшению точности измерений проводимых ними.

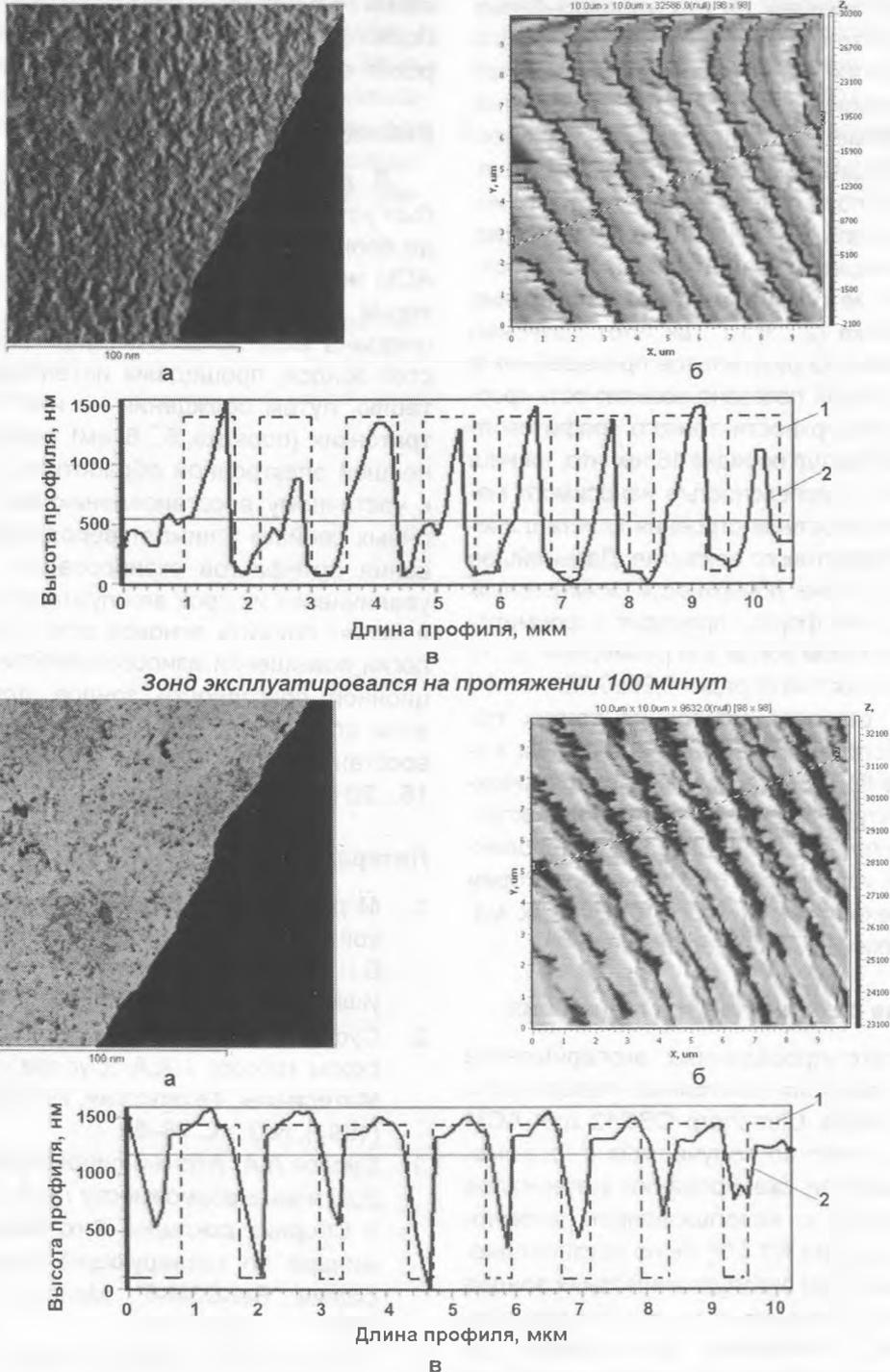
Поэтому актуальной задачей является изучение динамики изменения точности и качества получаемых методом АСМ топограмм в зависимости от изнашиваемости инструмента атомно-силового микроскопа, а именно – кремниевого зонда.

Целью данной работы является исследование влияния состояния поверхности кремниевых зондов для атомно-силовой микроскопии на точность и качество получаемых с их помощью топограмм.

**1. Методика проведения эксперимента**

В качестве исследуемых образцов были взяты кремниевые зонды Ultrasharp CSC12 в количестве 10 штук. Все образцы были разделены на две группы по пять штук в каждой. Первая группа состояла из образцов, которые исследовались непосредственно перед их эксплуатацией. Вторая группа образцов подвергалась интенсивной эксплуатации на протяжении

80...120 минут в процессе сканирования плоских поверхностей материалов различной твердости, в качестве которых были выбраны графит (С; абсолютная твердость 1), серебро (Ag; абсолютная твердость 10), кварцевое стекло (SiO<sub>2</sub>; абсолютная твердость 100), корунд (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; абсолютная твердость 400), карбид вольфрама (WC; абсолютная твердость 1500).



Зонд, поверхность которого восстановлена комбинированным термовакuumным осаждением графита (С)  
 Рис.1. Микроснимки (а) поверхностей кремниевого зонда Ultrasharp CSC12 (JEOL JSM-6700F), топограмма (б) и профилограмма (в) поверхности дифракционной решетки (период решетки – 1,2 мкм), исследуемой этим зондом (NT-206): 1 – исходный профиль дифракционной решетки; 2 – профиль решетки снятый зондом, который эксплуатировался

Коллективом Международного учебно-научного Центра «Микронанотехнологии и оборудование» (МУНЦ МНТО) (г. Черкассы, Украина) был разработан метод комбинированного термовакуумного формирования упорядоченных наноструктур на диэлектрических поверхностях, в основу которого положено термическое осаждение в вакууме тонких и ультратонких (порядка 5...8 нм) высокооднородных покрытий с дальнейшим формированием на них упорядоченных структур нанометрических размеров. Как было показано в работах [4-6], такая комбинированная технология позволяет получать соизмеримые структурные элементы на поверхностях диэлектриков, обладающие высокой упорядоченностью.

Графитовые покрытия на зонды после их интенсивной эксплуатации наносились из мелкодисперсного порошка графита (дисперсность 0,12...0,32 мкм) методом резистивного испарения в вакууме порядка  $(2...3) \cdot 10^{-3}$  Па. Этот материал выбирался исходя из результатов приведенных в работе [7], в которой показана возможность формирования на поверхности тонкого графитового покрытия наноструктур порядка 15 нм, что, на наш взгляд, связано с дисперсностью наносимого материала и особенностями строения кристаллической решетки графитового покрытия. Дальнейшее воздействие на такие поверхности электронным потоком ленточной формы приводит к формированию на кремниевом зонде зон размерами до 15 нм и упорядоченностью порядка  $0,98 \pm 0,02$ .

Отработка режимов нанесения тонких покрытий осуществлялась на универсальном вакуумном poste ВУП-5, а получение упорядоченных наноструктур на поверхностях диэлектрических зондов проводилось на модифицированной вакуумной установке УВН-71 в лаборатории «Вакуумной техники и электронно-лучевых методов обработки» ЧГТУ (г. Черкассы).

## 2. Обсуждение результатов исследования

В результате проведенных экспериментов по изучению влияния состояния поверхности кремниевых зондов Ultrasharp CSC12 для АСМ на точность и качество получаемых с их помощью топограмм при сканировании материалов разной твердости с использованием атомно-силового микроскопа NT-206 было установлено, что предельный срок эксплуатации таких зондов (то есть время в течении которого вероятность возникновения артефактов сканирования не превысила 40%) составляет от 80 минут (для алмаза) до 115 минут (для графита).

Эффективным методом исследования поверхностей кремниевых зондов является также метод растровой электронной микроскопии [8],

который обладает высокой разрешающей способностью (до 1 нм), оперативностью и возможностью проведения высокочувствительного анализа методом энергетической дисперсии (уровень энергий – 10...18 кэВ). Поэтому исследования поверхностей кремниевых зондов и сформированных на них наноструктур проводились на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6700F (Япония) в Центре коллективного пользования украинского представительства «Токуо-Воекі» (г. Киев), а также на атомно-силовом микроскопе «NT-206» (МУНЦ МНТО), рис. 1.

## Выводы

В результате проведенных исследований, был установлен предельный срок эксплуатации до полного разрушения кремниевых зондов для АСМ на примере зондов Ultrasharp CSC12, который составляет 80-115 минут. Также была показана возможность модификации поверхностей зондов, прошедших интенсивную эксплуатацию, путем осаждения на них тонких и ультратонких (порядка 5...8 нм) покрытий с дальнейшей электронной обработкой, что приводит к частичному восстановлению их эксплуатационных свойств (снижает вероятность возникновения артефактов сканирования на 20...22%, увеличивает их срок эксплуатации на 20 минут) и может служить основой для создания технологии повышения износостойкости и эксплуатационной пригодности зондов для АСМ. При этом следует отметить недолговечность таких восстановленных зондов, которая составляет 15...20 минут до их полного разрушения.

## Литература

1. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии: учеб. пособие / В.Л.Миронов – Нижний Новгород: РАН ИФМ, 2004. – 114 с.
2. *Суслов А.А.* Сканирующие зондовые микроскопы (обзор) / А.А. Суслов, С.А. Чижик // *Материалы, Технологии, Инструменты.* – Т.2 (1997), №3. – С.78–89.
3. *Суслов А.А.* Атомно-силовой микроскоп NT-206: новые возможности / А.А. Суслов [и др.] // *Сборник докладов 6-го Белорусского семинара по сканирующей зондовой микроскопии "БелСЗМ-6"*, Минск, 12-15 октября 2004 г. – С.123-130.
4. Формирование упорядоченных тонких структур на поверхностях пьезокерамических элементов комбинированным электронным методом / М.А. Бондаренко, Ю.Ю. Бондаренко // *Вісник Черкаського*

- державного технологического университета. Спецвипуск. – 2008. – С.122-123.
5. *Bondarenko M.A.* Study of forming terms thin diamond similar nanostructures thermal vacuum-depositing / M.A.Bondarenko [etc] // Вісник Черкаського державного технологічного університету, Черкаси: ЧДТУ, 2009 (спецвипуск). – С.114-116.
  6. Формирование упорядоченных наноструктур на пьезоэлектрической керамике системы ЦТС термическим осаждением в вакууме / М.А. Бондаренко [и др.] // Материалы Десятой Юбилейной международной промышленной конференции [«Эффективность реализации научного, ресурсного и промышленного потенциала в современных условиях»], – сел. Славське, Львівської обл., Карпати, 18-22 лютого 2010. – С. 159–160.
  7. *Шелестовская С.А.* Формирование упорядоченных наноструктур на поверхностях кремниевых зондов для атомно-силовой микроскопии комбинированным термовакуумным методом / С.А. Шелестовская, М.А. Бондаренко, А.В. Котляр, П.В. Петлеваний, П. И. Куриленко // Сборник докладов IX Международной конференции «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии "БелСЗМ-9"», г.Минск, 12-15 октября 2010 г. – С.162-168.
  8. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Дж. Брандон, У. Каплан – М.: Техносфера. – 2004. – 384 с.