

УДК 621.385.833.2+ 537.534.7

© И. С. Мухин, М. С. Мухин, А. В. Феклисов, А. О. Голубок

СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ СЗМ-ЗОНДЫ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ ВИСКЕРНЫХ СТРУКТУР

С помощью сфокусированного ионного пучка в присутствии газа-прекурсора на вершинах W- и Si-острий сформированы и визуализированы каркасные наноструктуры (КНС), составленные из проводящих нановискеров. Минимальный поперечный размер нановискера имеет величину ~ 15 нм. Обсуждаются перспективы использования КНС в специализированных СЗМ-зондах для сканирующей магнитной микроскопии и исследования поверхности дна и вертикальных стенок глубоких микро- и наноканалов.

Кл. сл.: каркасные наноструктуры, вискеры, сфокусированный ионный пучок, сканирующая зондовая микроскопия, СЗМ зонды

ВВЕДЕНИЕ

Свойства твердотельных наносистем с пониженной размерностью активно исследуются как экспериментально, так и теоретически. Подробно исследованы такие низкоразмерные системы, как квантовые ямы, квантовые проволоки, вискеры, квантовые точки, в которых свободное движение электронов ограничено в одном, двух или трех направлениях. Представляет большой интерес (как с теоретической, так и прикладной точек зрения) изучение 2- и 3-мерных нанообъектов, составленных из 1D-наноструктур. Такие нанообъекты могут иметь вид плоских или объемных графов, ребрами которых являются 1D-наноструктуры. При определенных условиях подобные объекты представляют собой одномерные криволинейные наноструктуры [1]. Можно представить себе и более сложные 2- и 3-мерные нанообъекты, составленные из 0D-, 1D- и 2D-элементов. Такие нанообъекты будем называть каркасными наноструктурами (КНС). Как известно, с точки зрения квантовой механики понижение размерности в уравнении Шредингера за счет ограничения движения электронов по одной или нескольким координатам приводит к поперечному квантованию состояний электронов [2]. Как показано в [1], изгиб наноструктуры приводит к появлению в гамильтониане двух дополнительных членов. Один из них обусловлен изменением локальной геометрии наноструктуры, а другой — смещением электрона к внешней стороне квантовой ямы. Таким образом, искривляя в пространстве 1D- и 2D-элементы и сочетая их различным способом в плоскости или в

объеме, можно управлять электронными свойствами КНС. Наносистемы на основе КНС могут использоваться при создании всевозможных устройств нанoeлектроники, нанофотоники, микро- и наномеханики. Особенно следует отметить возможность создания на основе КНС специализированных СЗМ-зондов для исследования локальных механических, электронных и магнитных свойств материалов.

Для создания КНС могут использоваться различные нанотехнологические методы, среди которых молекулярно-пучковая и газофазная эпитаксии [3–4], осаждение структур под действием сфокусированного электронного пучка [5]. При этом для формирования КНС с заранее заданной геометрией необходимо также иметь технологию, обеспечивающую контролируемый изгиб или сопряжение 1D- и 2D-элементов в пространстве.

Можно выделить два подхода к созданию КНС:

- выделение КНС из большого ансамбля наноструктур, например нановискеров, выращенных методами молекулярно-пучковой эпитаксии;
- формирование отдельных КНС с заранее определенной формой и свойствами, например, из одиночных нановискеров.

В первом подходе выделение КНС из большого заранее созданного ансамбля нановискеров осуществляется с помощью сфокусированного ионного пучка (ФИП). Технология ФИП [6] позволяет контролируемо обрабатывать и модифицировать поверхность материалов в нанометровом диапазоне. В работе [7] массив GaAs-вискеров, выращенный на поверхности химически заточенного вольфрамового острия, был обработан сфокусированным пучком ионов Ga⁺, что позволило выделить как одиночный, так и сдвоенный вискеры не-

посредственно на вершине острия. Размещение одиночного GaAs-вискера на вершине W-острия позволило исследовать его электронные характеристики методами упругой туннельной спектроскопии в сверхвысоковакуумном сканирующем туннельном микроскопе (СВВ СТМ). По существу данная наноструктура может рассматриваться как специализированный СТМ-зонд, или как зонд-антенна для оптического микроскопа ближнего поля в ТГц диапазоне частот электромагнитного излучения [8].

Второй подход основывается на технологии роста металлических вискеров под действием электронного пучка в рабочей камере электронного микроскопа в присутствии газов-прекурсоров [5]. Данный метод позволяет контролируемо выращивать одиночные вискеры и КНС на их основе. Отметим, что рост углеродных вискеров можно осуществлять без использования газа-прекурсора [9]. В этом случае используется мишень, покрытая тонкой углеродной пленкой, расположенная вблизи области роста вискера. Электронный пучок частично засвечивает мишень, создавая тем самым в пространстве облако положительно заряженных ионов углерода, а частично экспонирует место зарождения вискера. При этом растущий углеродный вискер визуализируется на экране СЭМ в режиме вторичных электронов. Задавая направление и скорость перемещения пучка электронов относительно неподвижных мишени и поверхности роста, а также площадь экспонирования, ускоряющее напряжение и ток пучка, можно управлять процессом роста вискера. Данный метод позволяет создавать одиночные углеродные вискеры на вершине стандартных кремниевых кантилеверов или химически заточенных вольфрамовых игл. Рабо-

тоспособность СЭМ-зондов, модифицированных одиночными углеродными вискерами, продемонстрирована в [10] при сканировании тестовых решеток в полуконтактной силовой моде.

В данной работе для создания специализированных СЭМ-зондов использовался метод формирования наноструктур заданной геометрии под действием сфокусированных электронного или ионного пучков в присутствии газов-прекурсоров.

КАРКАСНЫЕ НАНОСТРУКТУРЫ НА ОСНОВЕ ПРОВОДЯЩИХ ВИСКЕРОВ

Для создания проводящих вискеров и КНС на их основе применялась технология осаждения материала под действием сфокусированных электронного или ионного пучков в присутствии газов-прекурсоров [5–6]. Для создания наноструктур использовалась установка CrossBeam Neon 40 (Carl Zeiss) с интегрированной системой напуска газов $C_9H_{16}Pt$ или $W(CO)_6$. Под действием электронного или ионного пучков металлоорганические молекулы газа-прекурсора разлагаются и содержащиеся в этих молекулах атомы металла осаждаются на плоскую поверхность подложки, формируя вискер, растущий параллельно первичному электронному пучку. При этом диссоциация молекул газа-прекурсора инициируется не высокоэнергетичным первичным пучком, а вторичными электронами, эмиттируемыми материалом подложки.

Область выхода вторичных электронов определяет латеральный размер растущего вискера [5]. При стандартной реализации этой технологии вискер растет на плоской поверхности параллельно первичному пучку. Следует отметить,

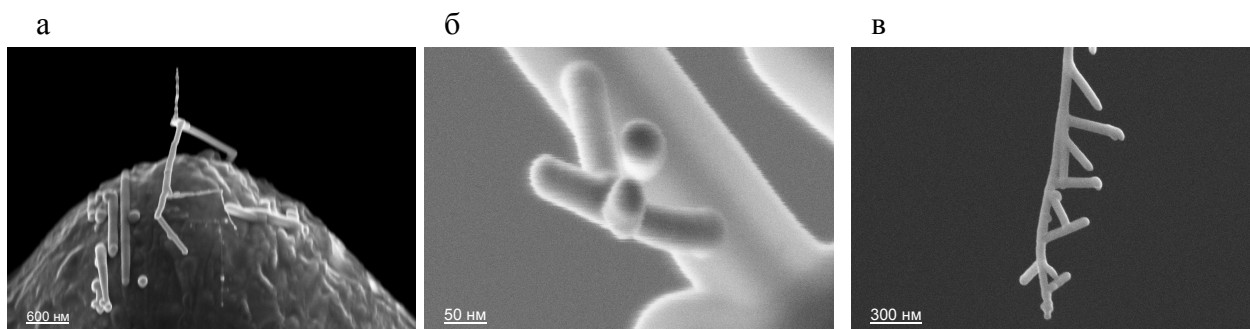


Рис. 1. Изображения КНС, полученные в сканирующем электронном микроскопе в режиме вторичных электронов.

Газ-прекурсор — $C_9H_{16}Pt$, ток пучка — 50 пА, ускоряющее напряжение — 5 кВ, диаметр пучка — 1 нм

что в реальных наноструктурах, созданных данным методом, содержание Pt или W не превышает 30 %, а на 70 % в материале вискера присутствуют органические остатки газа-прекурсора. В нашем случае рост осуществлялся на вершине конусообразной поверхности (вершина заточенной вольфрамовой иглы или кремниевой пирамидки кантилевера) перпендикулярно первичному электронному пучку [7]. Минимальный поперечный размер вискера, выращенного на вершине W-острия в наших экспериментах, составлял около 15 нм. На рис. 1 приведены примеры характерных КНС, выращенных на вершине конусообразной поверхности (на рис. 1, а, видна исходная поверхность роста).

ЗОНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДНА ГЛУБОКИХ МИКРОКАНАЛОВ

На основе данного метода создавались специализированные СЗМ-зонды для исследования образцов с разветвленным поверхностным рельефом с резким перепадом по высоте. Стандартные АСМ-кантилеверы имеют ограниченные возможности при визуализации подобных поверхностей из-за низкого (~ 1) аспектного отношения зонда. На рис. 2, а, представлен модифицированный СЗМ-зонд NSG01 с выращенным одиночным Pt-вискером на вершине пирамидки (радиус

закругления менее 8 нм). Эффективное аспектное отношение такого зонда более 20. Понятно, что такой зонд, в отличие от традиционного зонда, позволяет визуализировать дно глубокого микроканала и увеличивает точность определения положения его боковой стенки в процессе СЗМ-сканирования. Как следует из рис. 3, точность определения положения боковой стенки микроканала с использованием стандартного кантилевера в полуконтактном силовом режиме составляет ~ 200 нм, в то время как использование модифицированного зонда позволяет определить положение стенки с точностью ~ 100 нм.

Вообще говоря, при использовании зондов с высоким аспектным соотношением существует проблема их устойчивости под действием продольного сжатия, имеющего место при силовом взаимодействии зонда с поверхностью образца [11]. Расчет критического давления, при котором происходит разрушение наноструктуры на вершине кантилевера, является самостоятельной задачей, осложненной отсутствием данных для модуля Юнга для материала вискера, представляющего собой некоторое соединение Pt с металлоорганическими остатками газа-прекурсора. Не занимаясь численными расчетами, отметим лишь, что созданный зонд показал устойчивое поведение при многократном сканировании поверхности твердого образца в полуконтактном силовом режиме.

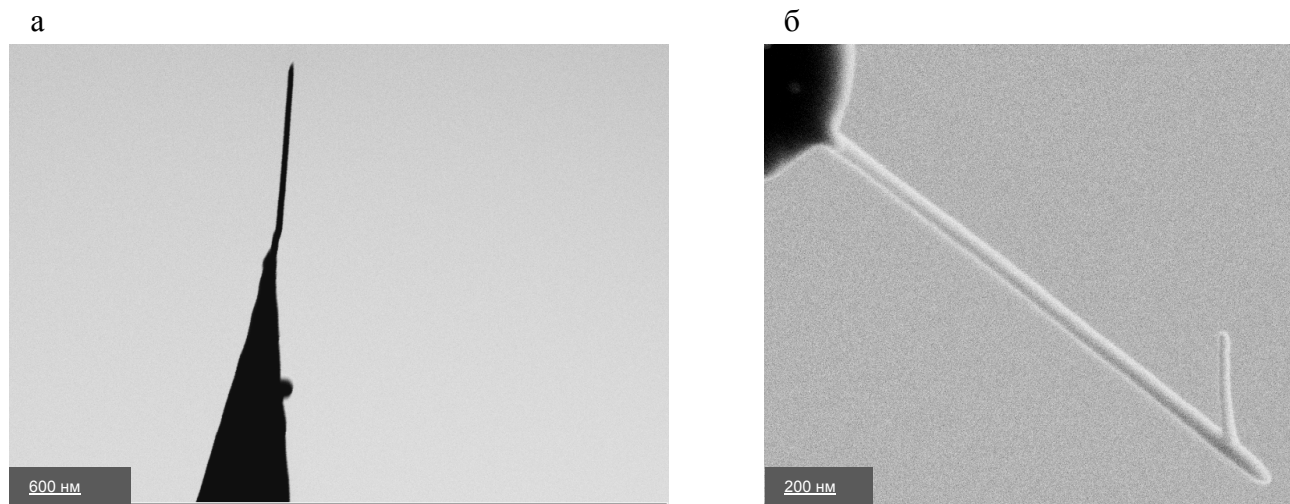


Рис. 2. Изображения Pt-вискером, сформированных на вершине пирамидки кремниевой кантилевера NSG 01, полученные в сканирующем электронном микроскопе в режиме вторичных электронов. а — 1D-наноструктура, б — 2D ортогональная наноструктура

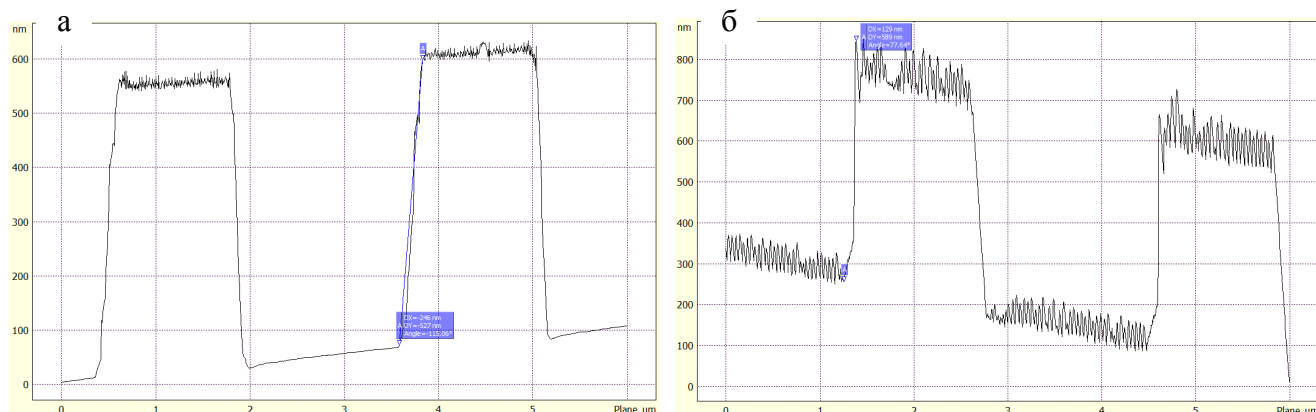


Рис. 3. Поперченные сечения СЗМ-изображений микроканалов, полученные в полуконтактном силовом режиме с помощью различных зондов.

а — стандартный кремниевый кантилевер, б — кремниевый кантилевер с Pt-вискером на вершине

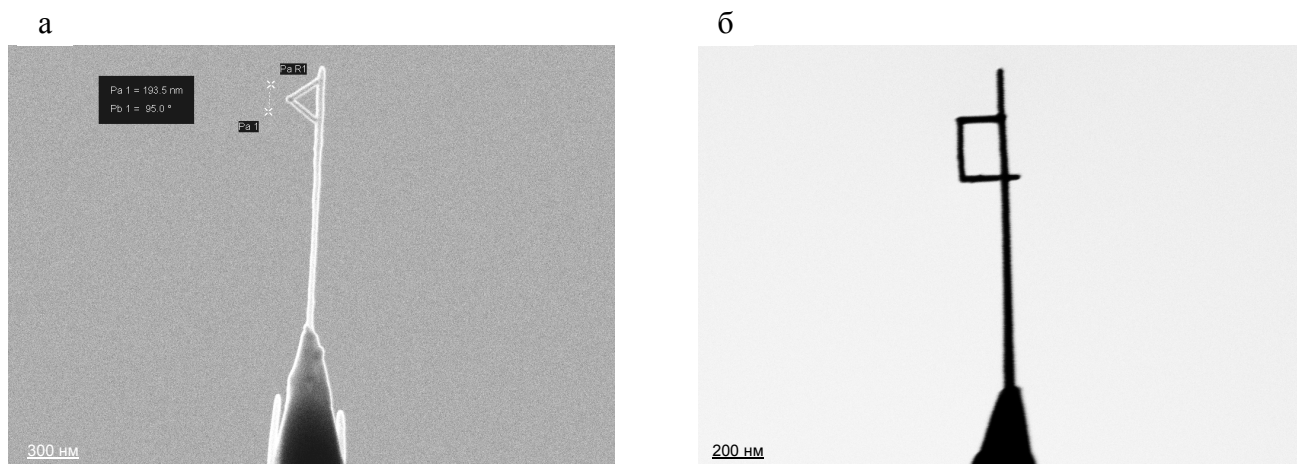


Рис. 4. Изображения замкнутых проводящих КНС из Pt-вискером, сформированных на вершине пирамидки кремниевго кантилевера, полученные в сканирующем электронном микроскопе в режиме вторичных электронов.

а — треугольная нанорамка, б — прямоугольная нанорамка

ЗОНД ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТенок ГЛУБОКИХ МИКРОКАНАЛОВ

Использование зонда даже с высоким аспектным отношением, в принципе, не позволяет исследовать поверхности вертикальных стенок микроканалов. С применением описанной выше технологии был создан специализированный СЗМ-зонд для одновременного исследования дна и стенок глубоких микроканалов. Эта задача представляется весьма актуальной в связи с активным развитием микро- и нанотехнологий. На рис. 2, б, представлен специализированный СЗМ-зонд, ориентированный на решение подобных задач. Зонд представляет собой КНС в виде двух ортогонально

расположенных вискером, выращенных на вершине кантилевера или электрохимически заточенной вольфрамовой иглы. Вискер, параллельный оси острия или пирамидки кантилевера, используется при исследовании дна глубокого микроканала, в то время как ортогональный вискер может работать при сканировании боковой стенки микроканала. После адаптации алгоритма сканирования данный зонд может работать как в туннельном, так и в силовом режимах СЗМ-микроскопа. Так как резонансные колебания кантилевера происходят только в одном выделенном направлении, то для исследования поверхности вертикальных стенок глубоких микроканалов с помощью данного ортогонального зонда в полуконтактном силовом

режиме следует использовать пьезорезонансный зондовый датчик [12] на основе пьезотрубки, который легко адаптировать к колебаниям в двух ортогональных направлениях.

ЗОНДЫ С МНОГОСВЯЗНОЙ ТОПОЛОГИЕЙ

Рассмотрим зонды на основе КНС с многосвязной топологией. В таких структурах могут возникать замкнутые токи и связанные с ними физические явления как классического, так и квантового характера. С классической точки зрения на электроны, двигающиеся по проводящим КНС, во внешнем магнитном поле будет действовать сила Лоренца, в то время как с квантовой точки зрения вектор-потенциал внешнего магнитного поля будет влиять на фазу волновой функции. Замкнутые висцерные наноструктуры (кольца) могут быть использованы для измерения локальных магнитных полей на поверхности образцов на субмикронном уровне пространственного разрешения.

Стандартным решением для магнитной силовой микроскопии (МСМ) является применение кантилеверов, покрытых пленкой магнитного материала [13]. Для исследования магнитной составляющей электромагнитной волны используют заостренные оптические волокна с замкнутым или разорванным металлическим кольцом на их вершине [14].

Недостатком зонда с магнитным покрытием является тот факт, что на первом проходе при визуализации рельефа поверхности магнитное покрытие зонда может разрушаться, ухудшая тем самым характеристики МСМ-изображений, получаемые на втором проходе. Альтернативой МСМ-зонда с магнитным покрытием может являться КНС, сформированная на вершине кантилевера и содержащая замкнутый проводящий наноконтур. Такая КНС, по существу, может рассматриваться как рамка с током нанометровых размеров, поскольку при колебаниях кантилевера в неоднородном магнитном поле в проводящем кольце будет возникать электродвижущая сила (ЭДС), приводящая к возникновению электронного тока. На рис. 4 представлены СЭМ-изображения зондов с проводящими наноработками.

Энергетические потери, обусловленные конечной проводимостью электрического контура, должны приводить к затуханию наведенного тока и возникновению фазового сдвига φ между колебаниями внешнего вибратора, раскачивающего кантилевер на резонансной частоте, и колебаниями свободного конца кантилевера. Оценим величину фазового сдвига, принимая во внимание, что при установившихся колебаниях энергетические потери полностью компенсируются поступающей в колебательную систему энергией. Пусть

$U = U_0 \cos \omega t$ — колебания внешнего вибратора с амплитудой U_0 и частотой ω . Пусть $z = A \cos(\omega t + \varphi)$ — установившиеся колебания кантилевера вдоль нормали к поверхности образца с амплитудой A . Как показано в [15], для фазового сдвига, с учетом потерь на трение кантилевера о воздух, справедливо соотношение:

$$\sin(\varphi) = \frac{A\omega}{\omega_0 u_0} + \frac{QE}{\pi k u_0 A},$$

где Q , ω_0 и k — добротность, собственная частота и жесткость кантилевера соответственно, E — энергетические потери в системе за период колебаний (за вычетом потерь на трение о воздух).

В нашем случае величина E связана с протекающим наведенным током по наноработке. Оценим величину этих потерь за период колебаний. При малых колебаниях кантилевера с наноработкой в неоднородном магнитном поле (плоскость рамки перпендикулярна координате z) для магнитного потока, пронизывающего рамку $\Phi(t)$, справедливо разложение

$$\Phi = \Phi_0 + \Phi'_z z(t).$$

Здесь $\Phi_0 = B_0 S$, где B_0 — магнитное поле, соответствующее равновесному положению кантилевера; S — площадь, охватываемая контуром рамки; $\Phi'_z = B'_z S$, где B'_z — градиент магнитного поля вдоль оси z . Тогда для тока в замкнутом контуре с индуктивностью L справедливо уравнение

$$-\frac{d\Phi}{dt} = IR - L \frac{dI}{dt}.$$

Решив это уравнение с учетом, что $-\frac{d\Phi}{dt} = B'_z S \omega A \sin(\omega t + \varphi)$, получим выражение для электрических потерь:

$$E = \int_0^T I^2 R dt = \frac{B_z'^2 A^2 S^2 \omega}{R^2 + L^2 \omega^2} \pi R.$$

Соответственно для фазового сдвига получим:

$$\sin(\varphi) = \frac{A\omega}{\omega_0 u_0} + \frac{QB_z'^2 AS^2 \omega}{k u_0 (R^2 + L^2 \omega^2)} R.$$

Видно, что, зная геометрию наноработки, удельное сопротивление материала, из которого она изготовлена, и параметры кантилевера, можно оценить фазовый сдвиг при заданном значении градиента магнитного поля у поверхности образца.

Вообще говоря, существует и другой вариант использования наноразмерной рамки с током для детектирования магнитного поля образца в режи-

ме МСМ. Если изготовить нанорамку из сверхпроводящего материала, то в ней можно запасти незатухающий сверхпроводящий ток значительной величины (плотность критического тока в сверхпроводниках — $(10^5\text{--}10^7)$ А/см²). В некотором смысле такую сверхпроводящую рамку, имеющую магнитный момент $m_1 = I \times S$, (где I — протекающий по рамке ток, а S — поперечное сечение рамки), можно считать аналогом магнитного зонда с магнитным моментом $m_2 = \mu \times V$ (где μ — намагниченность единицы объема слоя ферромагнетика, нанесенного на поверхность пирамидки кантилевера, а V — объем магнитного покрытия). Конечно, чувствительность зонда на основе рамки с током будет уступать чувствительности стандартного зонда с магнитным покрытием, однако, она может быть увеличена за счет увеличения числа сверхпроводящих витков. Кроме того, такой зонд представляется перспективным с точки зрения интерпретации данных, получаемых в режиме МСМ.

Для создания сверхпроводящей КНС можно использовать соответствующий газ-прекурсор (например, $W(CO)_6$ для W-вискероов) или напылять на исходную КНС сверхпроводящее покрытие (например, свинец, олово, тантал, ниобий и т. п.). В работе [16] показано, что вискероы, выращенные с помощью сфокусированного ионного пучка, представляют собой смесь 40 % W, 40 % С, 20 % Ga и имеют в отличие от чистого W с низкой критической температурой $T_c = 10$ мК более высокую температуру перехода в сверхпроводящее состояние $T_c = (4\text{--}5)$ К.

Отметим, что на основе сверхпроводящих многосвязных КНС могут быть также созданы квантовые устройства, такие как СЗМ СКВИД-ы [17], детектирующие изменение фазы волновой функции. Такие устройства демонстрируют высокую чувствительность при локальных измерениях пространственного распределения магнитного поля на поверхности образца, и могут быть использованы, в том числе, для детектирования одиночных спинов [18].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, показано, что применение технологии осаждения материала под действием сфокусированных электронного или ионного пучков в присутствии газа-прекурсора позволяет получать на вершине конусообразной поверхности 1D, 2D и 3D каркасные наноструктуры с характерным размером около (30–40) нм. Каркасные структуры, выращенные на вершинах кремниевых кантилеверов или электрохимически заточенных W-острий, могут использоваться в качестве специализиро-

ванных нанозондов для визуализации особенностей нанорельефа на поверхности образцов, а также исследования механических, электронных и магнитных локальных свойств материалов.

Работа выполнена в рамках реализации и при финансовой поддержке ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009–2013 годы (ГК П557, ГК 14.740.11.1155), а также при финансовой поддержке программы У.М.Н.И.К.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Магарилл Л.И., Чаплик А.В., Энтин М.В. Спектр и кинетика электронов в криволинейных наноструктурах // УФН. 2005. Т. 175, № 9. С. 995–1000.
2. Ландау Л.Д., Лившиц Е.М. Краткий курс теоретической физики. Квантовая механика. Книга 2. М.: Наука, 1972. 368 с.
3. Dubrovskii V.G., Soshnikov I.P., Sibirev N.V., et al. Diffusion-induced growth of GaAs nanowhiskers during molecular beam epitaxy: Theory and experiment // Phys. Rev. B. 2005. V. 71, N 105. P. 325–329.
4. Cui Y., Lauhon L.J., Gudiksen M.S., et al. Diameter-controlled synthesis of single-crystal silicon nanowires // Applied Physics Letters. 2001. V. 78. P. 2214–2216.
5. Randolph S.J., Fowlkes J.D., Rack P.D. Focused, nanoscale electron-beam-induced deposition and etching // Critical Review in Solid State and Material Science. 2006. V, 31, N 3. P. 55–89.
6. Alkemade P., Sidorkin V., Chen P., van der Drift E., et al. Hekium ion beam processing for nanofabrication and beam-induced chemistry // Microscopy and Analysis. 2010. V. 10. P. 5–8.
7. Golubok A.O., Mukhin I.S., Popov I.U., Lobanov I.S. Creation and study of 2D and 3D carbon nanographs // Physica E. 2011. (In Press, Corrected Proof). Available online 21 November 2010.
8. Трухин В.Н., Андрианов А.В., Быков В.А. и др. Взаимодействие терагерцового электромагнитного излучения с системой зонд-объект в терагерцовом безапертурном ближнепольном микроскопе // Письма в ЖЭТФ. 2011. Т. 93, № 3. С. 134–138.
9. Чивилихин С.А., Голубок А.О., Мухин И.С. Рост нановискера под воздействием электронного пучка: математическая модель // НТВ СПбГУ ИТМО. 2010. № 2 (66). С. 78–83.
10. Голубок А.О., Ковров А.В., Левичев В.В. и др. Формирование одиночных нановискеров на вершинах зондов сканирующего зондового микроскопа // НТВ СПбГУ ИТМО. 2009. № 4 (62). С. 82–86.
11. 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.
12. Васильев А.А., Кертелева С.Ю., Котов В.В. и др. Датчик локального силового и туннельного взаимодействий в сканирующем зондовом микроскопе //

- Научное приборостроение. 2005. Т. 15, № 1. С. 62–69.
13. *Martin Y., Wickramasinghe H.K.* Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution // *Appl. Phys. Lett.* 1987. V. 50, N 20. P. 1455–1457.
 14. *Burresi M., van Oosten D., Kampfrath T., et al.* Probing the magnetic field of light at optical frequencies // *Science*. V. 326. P. 550–553.
 15. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. Н. Новгород: Институт физики микроструктур РАН, 2004. 114 с.
 16. *Wang J., Singh M., Tian M., et al.* Interplay between superconductivity and ferromagnetism in crystalline nanowires // *Nature Phys.* 2010. V. 6, N 5. P. 389–394.
 17. *Finkler M., Segev Y., Myasoedov Yu., et al.* Self-aligned nanoscale SQUID on a tip // *Nano Lett.* 2010. V. 10, N 3. P. 1046–1049.
 18. *Romans E.J., Osley E.J., Young L., et al.* Three-dimensional nanoscale superconducting quantum interference device pickup loops // *Appl. Phys. Lett.* 2010. V. 97. 222506, doi:10.1063/1.3521262 (3 pages).

Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики (Мухин И.С., Феклистов А.В., Голубок А.О.)

Санкт-Петербургский академический университет — научно-образовательный центр нанотехнологий РАН, Санкт-Петербург (Мухин И.С., Мухин М.С., Голубок А.О.)

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург (Мухин М.С.)

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург (Голубок А.О.)

Контакты: Голубок Александр Олегович,
golubok@ntspb.ru

Материал поступил в редакцию 30.06.2011.

SPECIALIZED SPM PROBE BASED ON WIREFRAME NANOWHISKER STRUCTURES

I. S. Mukhin^{1,2}, M. S. Mukhin^{2,3}, A. V. Feklistov¹, A. O. Golubok^{1,2,4}

¹*Saint-Petersburg State University of Information Technologies, Mechanics and Optics*

²*Institution of the Russian Academy of Sciences Saint-Petersburg Academic University — Nanotechnology research and education centre RAS, Saint-Petersburg*

³*Ioffe Physical Technical Institute RAS, Saint-Petersburg*

⁴*Institute for Analytical Instrumentation of RAS, Saint Petersburg*

By means of focused ion beam technique in the gas-precursor presence wireframe nanostructures (WFNS) consisted of conductive nanowhiskers were created and visualized at the top of W and Si tips. The minimal lateral size of growth nanowhisker was about 15 nm. The perspectives of WFNSs used as specialized SPM-probes for scanning magnetic microscopy and study of surfaces of bottom and vertical walls of deep micro- and nano-channels are discussed.

Keywords: wireframe nanostructures, whiskers, focused ion beam, scanning probe microscopy, SPM-probes