

Характеристики кремниевых кантилеверов для атомно-силовой микроскопии компании АО «Ангстрем»

А. Новак, к. т. н.¹, А. Соколов², В. Ковалев³

УДК 621.3 | ВАК 2.2.4

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) представляет собой метод неоптической визуализации с высоким пространственным разрешением, впервые продемонстрированный в работе [1]. С тех пор он превратился в мощный измерительный инструмент для анализа поверхности различных образцов. АСМ позволяет проводить точные и неразрушающие измерения топографических, электрических, магнитных, химических, оптических, механических и других свойств поверхности образца с очень высоким разрешением [2] в воздухе, жидкостях или сверхвысоком вакууме. Это уникальное сочетание возможностей делает АСМ незаменимым в самых передовых научных и технологических лабораториях по всему миру. В статье представлены результаты измерения основных параметров кремниевых кантилеверов производства АО «Ангстрем», предназначенных для работы в полуконтактном и контактном режимах АСМ, а также АСМ-изображения различных образцов, полученные при помощи этих кантилеверов.

Основной принцип работы стандартной АСМ-системы с оптической обратной связью [3] заключается в сканировании поверхности образцов с помощью специальных зондовых датчиков, представляющих собой упругую консоль (кантилевер – cantilever) с острой иглой на свободном конце. Исходя из координат, соответствующих острию во время сканирования поверхности, формируется трехмерное топографическое изображение поверхности. Качество получаемых АСМ-изображений сильно зависит от характеристик кантилеверов, например от радиуса острия иглы. Однако сам кантилевер является расходной деталью, поскольку в процессе сканирования образцов происходит износ острия иглы. Поэтому периодически возникает необходимость в его замене.

Самыми распространенными и используемыми являются кантилеверы, которые изготавливаются из пластин монокристаллического кремния. Технология изготовления кремниевых кантилеверов основана на анизотропном

жидкостном травлении кремния в растворах гидроксида калия (КОН), тетраметиламмония (ТМАН). Данная технология также широко используется при изготовлении различных элементов микроэлектромеханических систем (МЭМС), например чувствительных элементов датчиков давления и ускорения, кантилеверов, микроскопов и др. [4–9].

В России имеется несколько производителей атомно-силовых микроскопов, среди которых: ООО «НТ-МДТ Спектрум Инструментс», ООО НПП «Центр перспективных технологий». Однако до настоящего времени отечественные микроскопы комплектовались зарубежными кремниевыми кантилеверами. Одной из основных причин этого было то, что в России кантилеверы из монокристаллического кремния для атомно-силовой микроскопии не производились. Сейчас на предприятии АО «Ангстрем» разработана технология изготовления кантилеверов из пластин монокристаллического кремния и организовано производство основных моделей для полуконтактного режима сканирования: NSG01/Al/AM, NSG03/Al/AM, NSG10/Al/AM, NSG30/Al/AM, и контактного режима: CSG10/Al/AM, CSG01/Al/AM, CSG30/Al/AM. Стоимость набора из 15 зарубежных кантилеверов, производимых в Швейцарии (NanoWorld) или США (AppNano), составляет около 350 евро (<http://www.ntmdt-tips.com/products/group/non>), а стоимость кантилеверов,

¹ АО «Ангстрем», руководитель лаборатории осаждения, Novak@angstrem.ru.

² АО «Ангстрем», инженер-технолог лаборатории осаждения, SokolovAM@angstrem.ru.

³ АО «Ангстрем», руководитель группы физико-аналитических исследований, Kovalev@angstrem.ru.

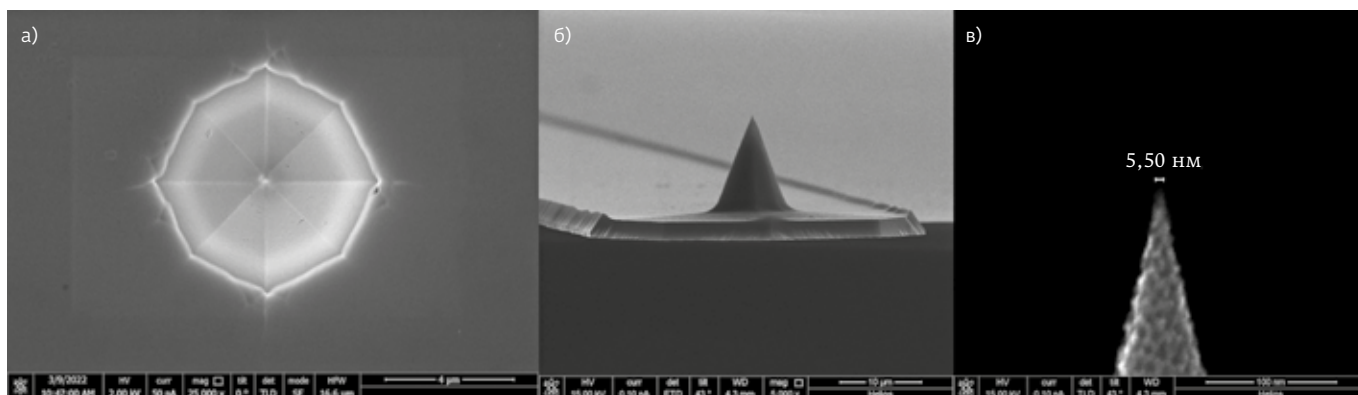


Рис. 1. РЭМ-изображения кремниевой иглы кантилевера: а – вид сверху; б – вид сбоку; в – увеличенный фрагмент, показывающий острие иглы

производимых АО «Ангстрем», существенно меньше зарубежных (<https://www.angstrom.ru/catalog/kantilevery/>).

ПАРАМЕТРЫ ИГЛ И КОНСОЛЕЙ КАНТИЛЕВЕРОВ

Все модели кантилеверов, производимых в АО «Ангстрем», изготавливаются из пластин монокристаллического кремния, легированного бором (КДБ 12) с ориентацией (100) на основе процессов анизотропного жидкостного травления кремния.

Острая кремниевая игла является важной частью кантилевера, поскольку от нее существенно зависит качество получаемого АСМ-изображения. Кремниевые иглы кантилеверов получают при травлении в 70%-ном водном растворе гидроксида калия КОН. Высота игл варьируется от 12 до 15 мкм, аспектное отношение составляет около 1,41. Форма таких игл представляет собой восьмиугольную пирамиду, боковые грани которой образованы восьмью кристаллографическими плоскостями из семейств {311} и {131}. На рис. 1 показаны РЭМ-изображения кремниевой иглы и ее острия.

Из РЭМ-изображения (рис. 1в) видно, что радиус острия иглы кантилевера составляет менее 5 нм, а угол при вершине приблизительно равен 25°. Для получения кремниевых игл с типичным радиусом острия менее 5 нм применяется специально разработанная технология, основанная на заостряющем окислении при температурах менее 1000 °С [7]. Основные геометрические параметры игл, такие как высота, аспектное отношение, радиус острия, одинаковы для всех моделей кантилеверов. В табл. 1 приведены все основные параметры кремниевых игл.

Консоль наряду с острой иглой также является важным элементом кантилевера, поскольку для разных режимов АСМ применяются консоли с различными геометрическими размерами, такими как длина, ширина и толщина. Обычно консоли получают из тонких кремниевых мембран. Для изготовления мембран используется

технология электрохимического стоп-травления кремния в КОН, толщина получаемых мембран составляет 6,0–7,0 мкм. Далее из сформированных мембран с использованием заранее сформированной маски из SiO₂ на лицевой стороне пластины вытравливают консоли кантилеверов. Поскольку в процессе формирования консолей травление идет с обеих сторон мембраны, то в результате толщина консолей получается примерно в два раза меньше толщины мембраны.

Существуют два основных режима отображения топографии поверхности с помощью атомно-силового микроскопа: контактный и полуконтактный (называемый также режимом амплитудно-модуляционной АСМ или режимом теппинга). На рис. 2 приведены РЭМ-изображения консолей моделей кантилеверов NSG10 / Al / AM, NSG01 / Al / AM, предназначенных для полуконтактного режима АСМ (рис. 2а, б) и моделей CSG10 / Al / AM, CSG01 / Al / AM – для контактного режима (рис. 2в, г).

Для контактного режима используются мягкие кантилеверы с силовой постоянной меньше 1 Н/м, которые

Таблица 1. Характеристики игл кантилеверов

Параметр	Значение
Форма иглы	Восьмиугольная пирамида
Высота иглы Н, мкм	12–15
Радиус острия иглы, нм	Типичный – 5, гарантируемый ≤10
Смещение основания иглы от свободного края консоли, мкм	10–15
Аспектное отношение	1,41

имеют достаточно длинную (от 200 до 450 мкм) консоль толщиной менее 2,0 мкм (рис. 2в, г). Для полуконтактного режима применяются жесткие кантилеверы с силовой постоянной больше 1 Н/м. Такие кантилеверы имеют более короткие и толстые консоли, длина которых варьируется от 100 до 200 мкм, а толщина – от 2,0 до 4,0 мкм (рис. 2а, б).

РЕЗОНАНСНАЯ ЧАСТОТА И СИЛОВАЯ ПОСТОЯННАЯ КАНТИЛЕВЕРОВ

Важной характеристикой кантилевера является резонансная частота f , соответствующая изгибным колебаниям консоли с малой амплитудой. Нормальная силовая постоянная (или жесткость) кантилевера C – это отношение силы, приложенной сверху или снизу к свободному концу консоли кантилевера, к смещению свободного конца консоли. Силовая постоянная используется при расчетах оценки взаимодействия зонда с образцом в большинстве режимов работы АСМ. Измерив с помощью РЭМ-изображений такие параметры, как длина, ширина, толщина консоли кантилевера, и зная свойства материала, из которого он сделан, можно рассчитать резонансную частоту f [кГц] и силовую постоянную C [Н/м] при помощи формул (1) и (2) для консоли прямоугольной формы [8, 9]:

$$f = 0,162 \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot \frac{T}{L^2}, \quad (1)$$

$$C = \frac{E}{4} \cdot \frac{W \cdot T^3}{L^3}, \quad (2)$$

где $E=1,69 \cdot 10^{11}$ Н/м² – модуль упругости (модуль Юнга) в направлении <110> кремния; $\rho=2,33$ г/см³=2330 кг/м³ – плотность кремния; W [мкм] – ширина консоли кантилевера; L [мкм] – длина консоли; T [мкм] – толщина консоли.

Помимо расчета резонансной частоты и силовой постоянной по формулам (1) и (2) эти параметры можно определить экспериментально при помощи самого атомно-силового микроскопа. В работе характеристики кантилеверов измеряли на атомно-силовом микроскопе «Солвер Р47» (компании «НТ-МДТ Спектрум Инструментс»). Измеряли резонансную частоту и сигнал лазера, отраженный от обратной стороны консоли. На

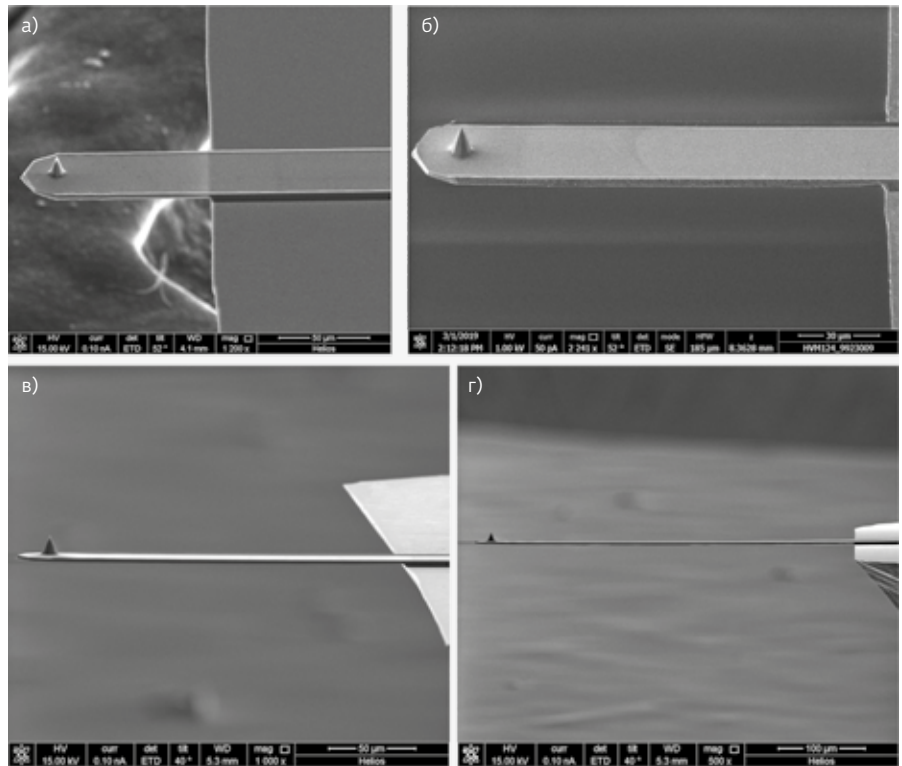


Рис. 2. РЭМ-изображения консолей различных моделей кантилеверов: а – NSG10 / Al / AM; б – NSG01 / Al / AM; в – CSG10 / Al / AM; г – CSG01 / Al / AM

всех кантилеверах используется отражающее покрытие из алюминия (толщиной ≈30 нм), которое увеличивает отраженный сигнал лазера примерно в 2,0–2,5 раза по сравнению с сигналом от консоли без покрытия. На рис. 3 приведены типичные амплитудно-частотные характеристики (АЧХ) для различных моделей кантилеверов.

Из измеряемых АЧХ определяется частота основного резонанса кантилеверов f , что показано на рис. 3 для некоторых моделей кантилеверов. Так, у моделей кантилеверов с длиной консоли меньше 200 мкм и с силовой постоянной C больше 1 Н/м, предназначенных для полуконтактного режима АСМ, резонансная частота составляет: $f=156$ кГц для модели NSG01/Al/AM (рис. 3а), $f=103$ кГц для NSG03 / Al / AM (рис. 3б), $f=242$ кГц для NSG10 / Al / AM (рис. 3в), $f=323$ кГц для NSG30 / Al / AM (рис. 3г). Для моделей с длиной консоли более 200 мкм и с силовой постоянной C меньше 1 Н/м, предназначенных для контактного режима АСМ, резонансная частота составляет: $f=27$ кГц для CSG10 / Al / AM (рис. 3д), $f=13$ кГц для CSG01 / Al / AM (рис. 3е), $f=52$ кГц для CSG30 / Al / AM (рис. 3ж).

В табл. 2 приведены основные геометрические параметры консолей, резонансная частота и силовая постоянная для различных моделей кремниевых кантилеверов, изготавливаемых в АО «Ангстрем».

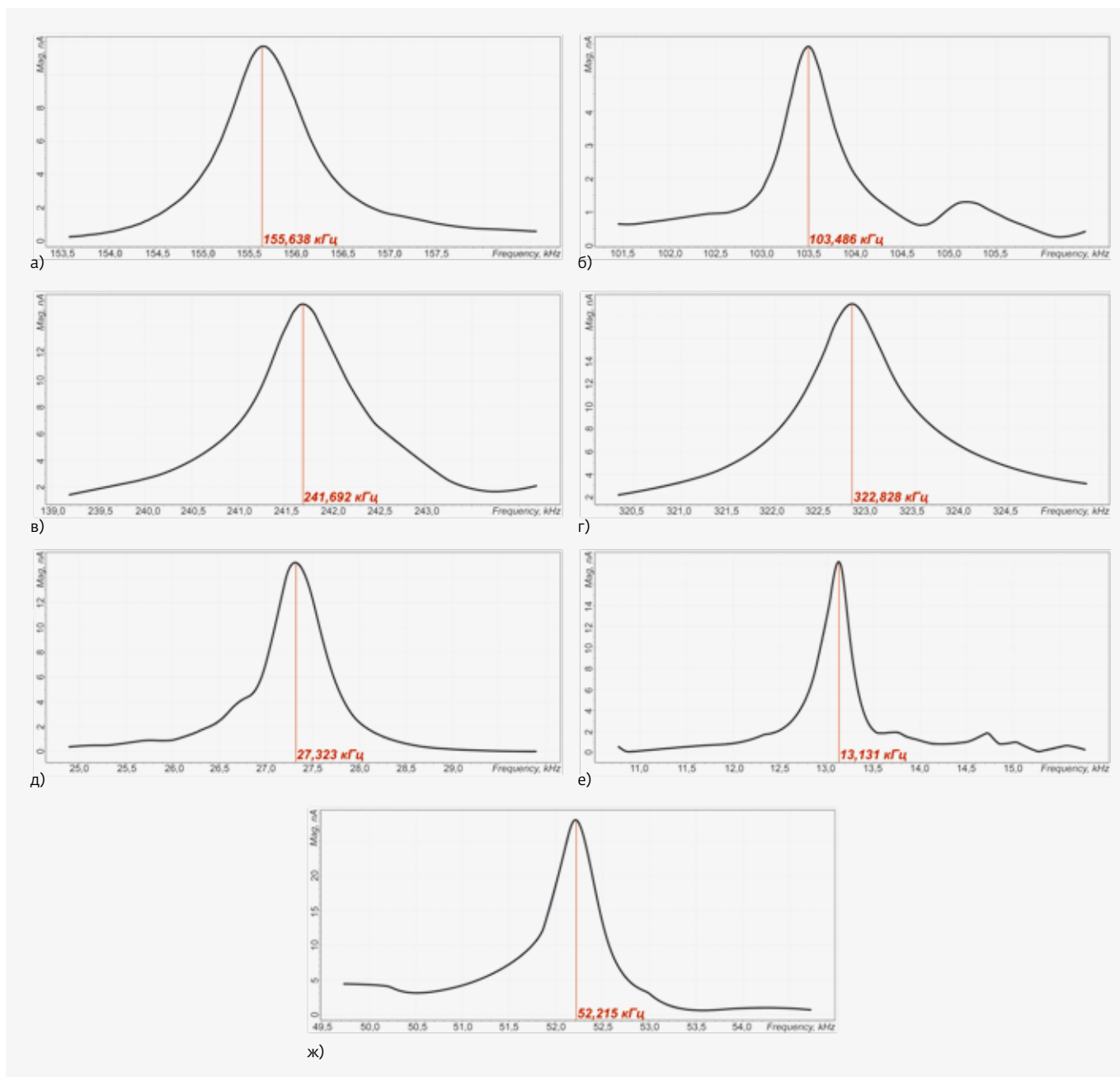


Рис. 3. Типичные амплитудно-частотные характеристики для некоторых моделей кантилеверов: а – NSG01/A1/AM; б – NSG03/A1/AM; в – NSG10/A1/AM; г – NSG30/A1/AM; д – CSG10/A1/AM; е – CSG01/A1/AM; ж – CSG30/A1/AM

АСМ-ИЗМЕРЕНИЯ ОБРАЗЦОВ

Измерения образцов с различной морфологией поверхности проводили при помощи атомно-силового микроскопа «Солвер Р47» в полуконтактном и контактном режимах сканирования, амплитуда колебаний зонда составляла 5–10 нм. В результате АСМ-измерений получали сканы АСМ-изображений размерами 500×500 нм², 1×1 мкм², 10×10 мкм², 12×12 мкм², имеющие разрешение

1024×1024 точек. Для полученных АСМ-изображений, представляющих двумерные функции высоты поверхности $Z(x_i, y_j)$, отсчитанной от базовой плоскости XY, вычисляли основные параметры поверхности [10–14], определяемые стандартами ISO 25178-2:2021 [10] и ASME B46.1-2009 [11] и характеризующие шероховатость, пространственные и корреляционные свойства поверхности. Расчет параметров морфологии и математическую обработку

Таблица 2. Параметры различных моделей кантилеверов для полуконтактного и контактного режимов АСМ

Модель	Длина консоли, мкм (±10 мкм)	Ширина консоли, мкм (±5 мкм)	Толщина консоли, мкм (±0,75 мкм)	Резонансная частота, кГц			Силовая постоянная, Н/м		
				Мин.	Типичная	Макс.	Мин.	Типичная	Макс.
Полуконтактные									
NSG01/Al/AM	170	30	3,0	87	150	230	1,45	5,0	15,1
NSG03/Al/AM	170	30	1,5	47	90	150	0,35	1,74	6,1
NSG10/Al/AM	130	30	3,0	140	240	390	3,1	12,0	37,6
NSG30/Al/AM	110	30	3,5	230	320	430	15	40	90
Контактные									
CSG01/Al/AM	420	30	1,75	4	10	17	0,003	0,03	0,2
CSG30/Al/AM	210	30	2,0	26	50	76	0,13	0,6	2
CSG10/Al/AM	210	30	1,5	8	22	39	0,01	0,11	0,5

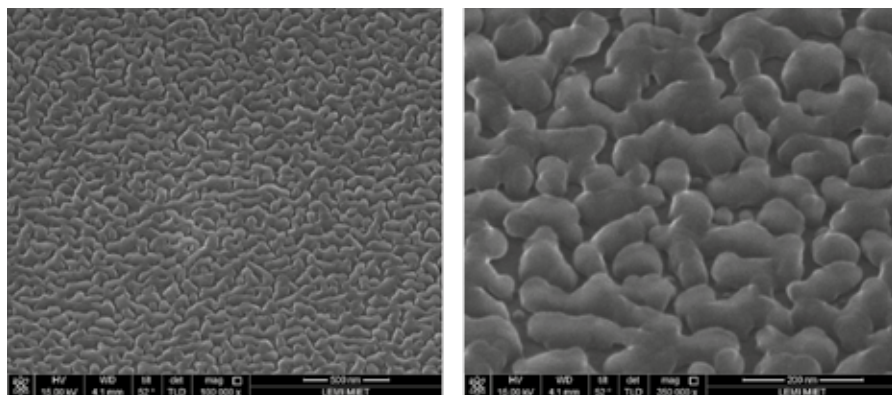


Рис. 4. РЭМ-изображения HSG-Si-пленки с сильноразвитым рельефом

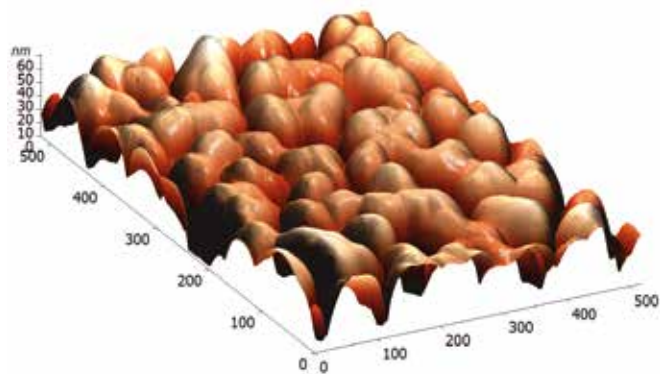


Рис. 5. Трехмерное АСМ-изображение HSG-Si-пленки размером 500×500 нм²

АСМ-изображений проводили при помощи программного пакета Image Analysis P9 (компании «НТ-МДТ Спектрум Инструментс»).

На рис. 4 показано РЭМ-изображение, а на рис. 5 и 6 – АСМ-изображения пленки поликристаллического кремния с полусферическими зернами – hemispherical-grain polysilicon (HSG-Si), которые получают на основе метода парофазного химического осаждения при низком давлении (LPCVD). Данные пленки имеют развитую поверхность, площадь которой в 1,5–2,5 раза больше площади поверхности пленок «гладкого» поли-

кристаллического кремния poly-Si. За счет сильно развитого рельефа поверхности HSG-Si-пленки используются в элементах динамической памяти (DRAM) [13] в качестве нижнего электрода конденсатора хранения, что позволяет увеличить емкость, приходящуюся на единицу площади элемента более чем в два раза по сравнению с «гладким» электродом из поликристаллического кремния.

С точки зрения АСМ-измерений данный образец интересен тем, что HSG-Si-пленка образована зернами, расположенными друг от друга на нанометровом расстоянии, поэтому при измерениях можно определить проникает ли острое иглы кантилевера в эти нанометровые зазоры между зернами [13, 14]. На рис. 6б показан профиль участка АСМ-изображения, где происходит проникновение зонда до самой плоской подложки, на которую осаждали

HSG-Si-пленку. Длина этого плоского участка составляет приблизительно 15 нм. Видно, что радиус острия зонда кантилевера составляет меньше 10 нм. Таким образом, при помощи данного образца можно производить оценку радиуса острия иглы.

Кантилеверами, изготавливаемыми АО «Ангстрем», также проводились измерения других образцов и стандартных тестовых решеток для оценки характеристик зондов. На рис. 7 показаны топографическое и трехмерное АСМ-изображения нанопористого слоя TiO_2 , полученного электрохимическим окислением (размер $1 \times 1 \mu m^2$). Нанопоры проходят на всю толщину осажденного слоя TiO_2 . Из профиля участка АСМ-изображения (рис. 7а) видно, что диаметр пор составляет примерно 30–50 нм.

На рис. 8 показаны топографическое и трехмерное АСМ-изображения стандартной калибровочной решетки TGZ1 (размер $12 \times 12 \mu m^2$), которая используется для калибровки АСМ-микроскопа по вертикали. Калибровочная решетка TGZ1 образована полосками термического SiO_2 на кремниевой пластине, период решетки составляет 3 мкм. Из измеренного профиля участка на АСМ-изображении (рис. 8а) видно, что высота ступеньки из SiO_2 составляет приблизительно 21 нм. Это соответствует значению высоты ступеньки, указанной в спецификации для данной решетки.

На рис. 9 показаны топографическое и трехмерное АСМ-изображения стандартной калибровочной решетки TGP1 (размер $10 \times 10 \mu m^2$), измеренные кантилеверами АО «Ангстрем». Решетка TGP1 образована кремниевыми иглами высотой 400–500 нм, расположенными в шахматном порядке, период между иглами составляет 3 мкм. Иглы получают на основе метода жидкостного изотропного травления кремния. Решетка TGP1 используется для оценки формы иглы кантилевера, в частности посредством метода слепой деконволюции. Из профиля участка на АСМ-изображении (рис. 9а) видно, что высота кремниевой иглы составляет приблизительно 410 нм.

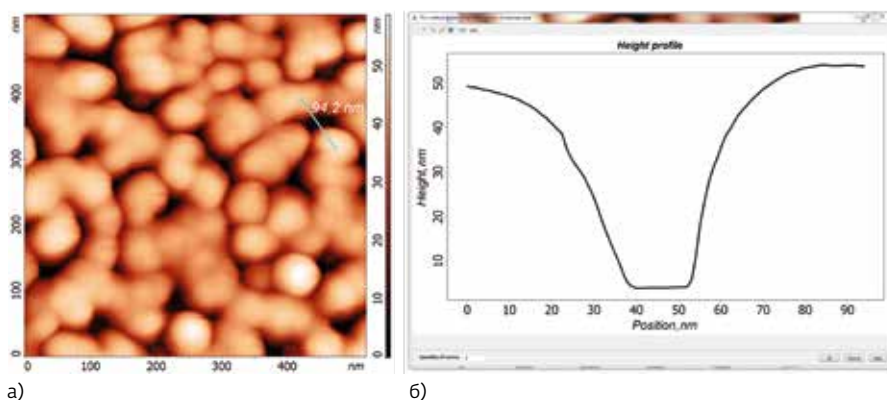


Рис. 6. Топографическое АСМ-изображение HSG-Si-пленки (а) и профиль участка АСМ-изображения между зрнами (б)

На рис. 10 показаны топографическое АСМ-изображение и распределение силы тока, полученное в режиме «отображения сопротивления растекания» для участка микросхемы, при использовании кантилевера CSG10/AI/AM со слоем золота (Au) на лицевой стороне. Слой Au был получен методом магнетронного напыления,

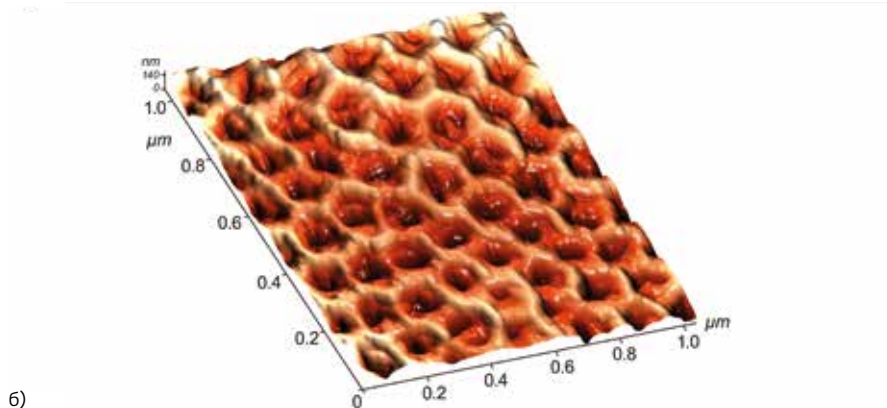
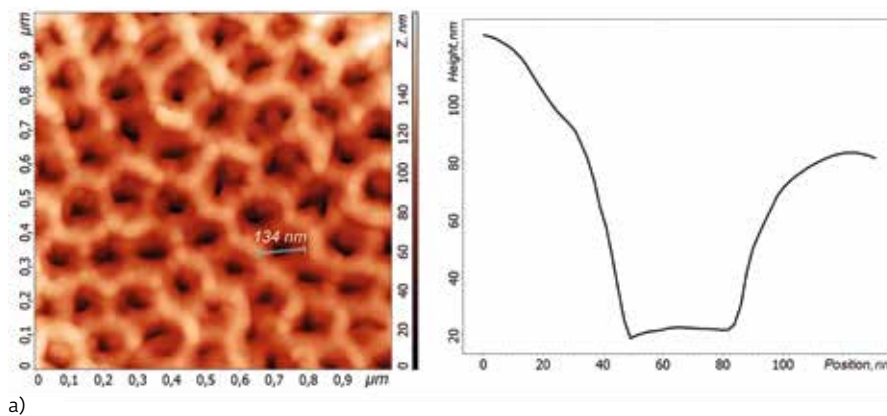
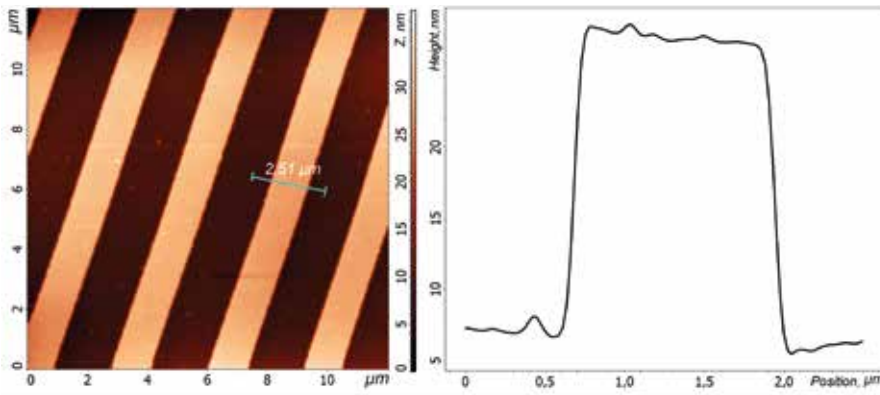
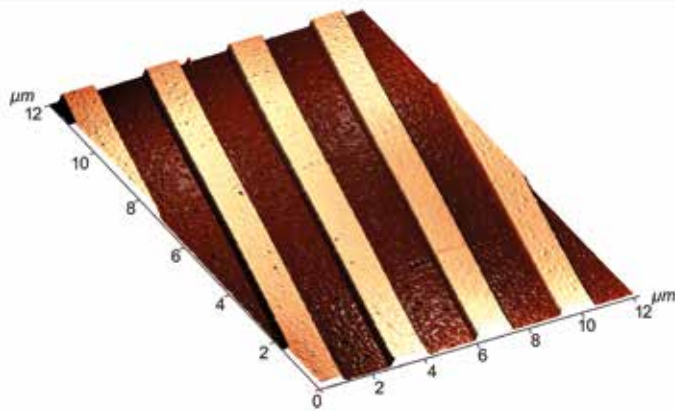


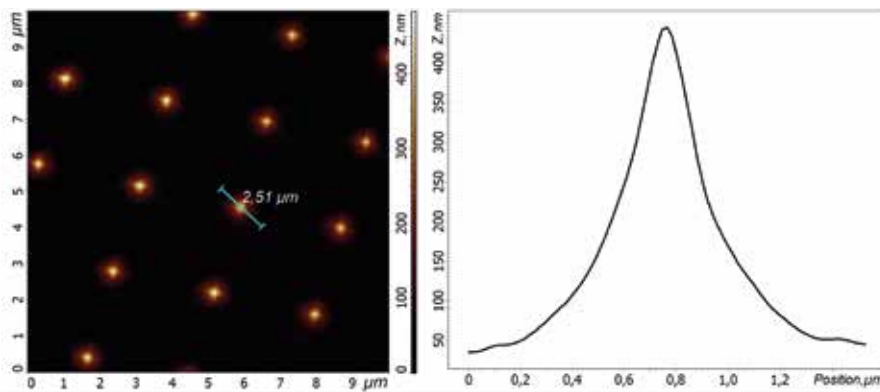
Рис. 7. АСМ-изображения слоя TiO_2 , измеренные кантилеверами АО «Ангстрем»: а – топографическое; б – трехмерное



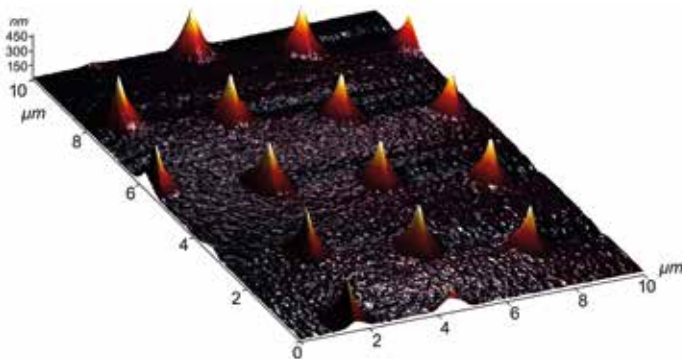
а)



б)



а)



б)

Рис. 8. АСМ-изображения калибровочной решетки TGZ1, измеренные кантилеверами АО «Ангстрем»: а – топографическое; б – трехмерное

толщина слоя составила приблизительно 30 нм. Размер изображений на рис. 10а, б составляет 20×20 мкм², а на рис. 10в, г показана увеличенная область, выделенная квадратом размером 6×6 мкм². Измерение распределения силы тока проводилось при постоянном напряжении $U = 2$ В.

Также кантилеверами CSG10 / Al / AM с проводящим покрытием из Au проводилось сканирование в контактном режиме поверхности проводящего пиролитического графита. Одновременно с измерением топографии поверхности проводилось измерение распределения силы тока при работе в режиме «отображения сопротивления растекания». Из полученных вольт-амперных характеристик следует, что зонды сохраняют проводимость при приложенном напряжении вплоть до ± 7 В. Эти значения вполне соответствуют характеристикам коммерческих кантилеверов, предназначенных для электросиловой микроскопии.

* * *

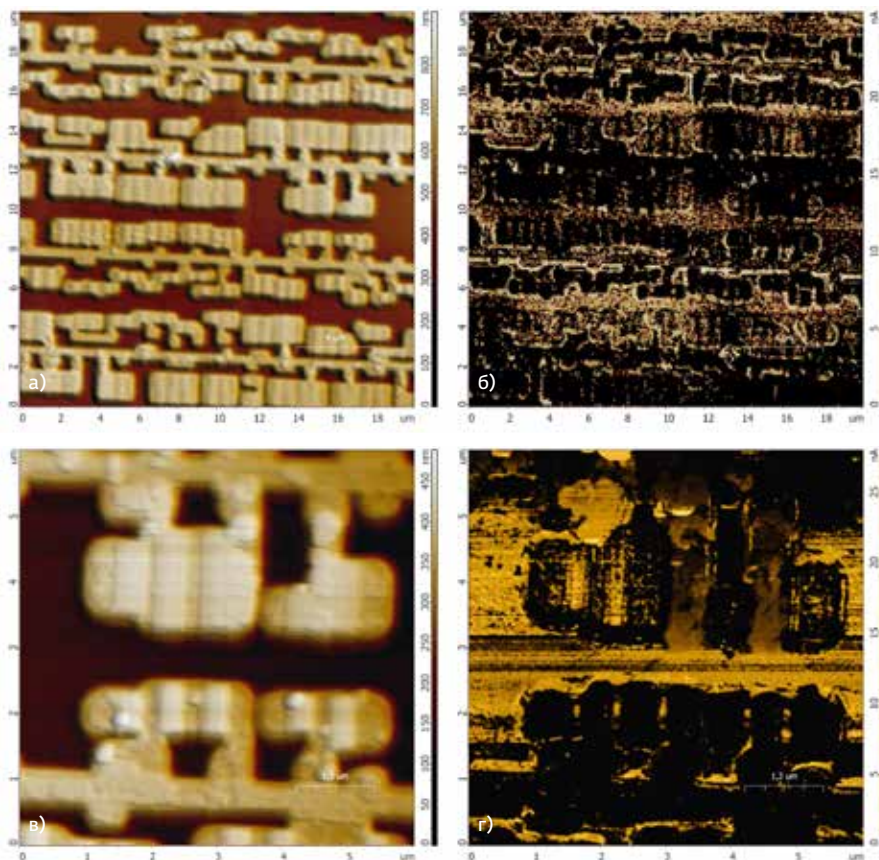
АО «Ангстрем» является единственным в России предприятием, изготавливающим кантилеверы из монокристаллического кремния для атомно-силовой микроскопии. Организовано производство основных моделей кантилеверов для полуконтактного режима сканирования АСМ: NSG01 / Al / AM, NSG03 / Al / AM, NSG10 / Al / AM, NSG30 / Al / AM и контактного режима: CSG10 / Al / AM, CSG01 / Al / AM,

Рис. 9. АСМ-изображения калибровочной решетки TGT1, измеренные кантилеверами АО «Ангстрем»: а – топографическое; б – трехмерное

Рис. 10. Топографическое АСМ-изображение (а, в) и распределение силы тока (б, г) для участка микросхемы, полученные при помощи кантилевера CSG10/Al/AM со слоем золота Au на лицевой стороне кантилевера

CSG30 / Al / AM. Кантилеверы по основным параметрам (радиусу острия иглы, геометрическим размерам иглы и консоли, резонансной частоте и силовой постоянной) соответствуют зарубежным аналогам.

В настоящее время в АО «Ангстрем» с целью обеспечения потребностей различных учебных и научно-исследовательских центров в России ведутся работы по разработке кантилеверов, предназначенных для электросиловой микроскопии (ЭСМ) и магнитно-силовой микроскопии (МСМ). Для проведения электрических измерений на зонд напыляются



ангстрем

Полностью отечественные электронные компоненты:

- >> Аналоговые микросхемы
- >> Микросхемы стандартной логики
- >> Микроконтроллеры
- >> Драйверы
- >> Микросхемы памяти
- >> Радиочастотная идентификация
- >> Силовая электроника

Более 10 000 наименований микросхем собственного производства для космоса, ВПК и гражданского рынка

www.angstrem.ru

проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti, W₂C и др.). В магнитных АСМ-датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Binnig G., Quate C. F., Gerber Ch.** Atomic Force Microscope // Physical Review Letters. 1986. V. 56. No. 9. PP. 930–933.
2. **Marti O., Drake B., Hansma P. K.** Atomic Force Microscopy of Liquid-Covered Surfaces: Atomic Resolution Images // Applied Physics Letters. 1987. V. 51. No. 7. PP. 484–486.
3. **Миронов В. Л.** Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: ТЕХНОСФЕРА, 2013. 144 с.
4. **Иващенко Е. И., Цветков Ю. Б.** Метод размерного стоп-травления кремния в производстве изделий микромеханики // Микросистемная техника. 2000. № 1. С. 16–20.
5. **Seidel H., Csepregi L., Heuberger A., Baumgärtel H.** Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions I. Orientation Dependence and Behavior of Passivation Layers // Journal of The Electrochemical Society. 1990. V. 137. No. 11. PP. 3612–3626.
6. **Новак А. В., Новак В. Р.** Исследование процесса электрохимического стоп-травления кремния при изготовлении кантилеверов // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2020. Т. 25. № 1. С. 31–39.
7. **Новак А. В., Новак В. Р., Румянцев А. В.** Особенности процесса изготовления кремниевых игл для кантилеверов // Известия высших учебных заведений. Электроника. 2021. Т. 26. № 3–4. С. 234–245.
8. **Brugger J., Buser R. A., de Rooij N. F.** Silicon Cantilevers and Tips for Scanning Force Microscopy // Sensors and Actuators A: Physical. 1992. V. 34. No. 3. PP. 193–200.
9. **Wolter O., Bayer Th., and Greschner J.** Micromachined silicon sensors for scanning force microscopy // Journal of Vacuum Science & Technology B. 1991. V. 9. No. 2. PP. 1353–1357.
10. ISO 25178-2:2021 Geometrical product specifications (GPS) – Surface Texture: Areal – Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters.
11. ASME B46.1-2009 Surface Texture (Surface Roughness, Waviness, and Lay), American national standard.
12. **Blunt L., Jiang X.** Advanced Techniques for Assessment Surface Topography: Development of a Basis for 3D Surface Texture Standards "Surfstand" // London: Kogan Page Science, 2003.
13. **Новак А. В., Новак В. Р.** Шероховатость пленок аморфного, поликристаллического кремния и поликристаллического кремния с полусферическими зернами // Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. Вып. 19. С. 32–40.
14. **Новак А. В., Новак В. Р.** Оценка влияния размеров зонда на параметры морфологии поверхности пленок кремния с полусферическими зернами, получаемые методом атомно-силовой микроскопии // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2016. № 9. С. 70–80.



ТЕЛЕГРАММ КАНАЛ
НАУЧНОГО ИЗДАТЕЛЬСТВА
ТЕХНОСФЕРА:



- Онлайн репортажи с крупнейших выставок отрасли
- Анонсы мероприятий с участием технических экспертов отрасли
- Скидки на журналы издательства до 25%
- Конкурсы и розыгрыши от ведущих компаний
- Книжные новинки и презентации новых выпусков журналов

Подписывайтесь и оставайтесь в курсе главных событий научно-технической сферы



ОРГАНИЗАТОР



МИНИСТЕРСТВО ОБОРОНЫ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВЫСТАВОЧНЫЙ ОПЕРАТОР



МКВ

МЕЖДУНАРОДНЫЕ
КОНГРЕССЫ И ВЫСТАВКИ



**МЕЖДУНАРОДНЫЙ
ВОЕННО-ТЕХНИЧЕСКИЙ
ФОРУМ «АРМИЯ-2023»**

**14–20 АВГУСТА
ПАТРИОТ ЭКСПО**

www.rusarmyexpo.ru