

13.1;15

Износ острия зонда в зависимости от режима взаимодействия с поверхностью образца при работе в режиме амплитудно-модуляционной атомно-силовой микроскопии

© А.В. Новак^{1,2}, В.Р. Новак³, А.В. Румянцев¹¹ Национальный исследовательский университет „МИЭТ“, Зеленоград, Москва, Россия² АО „Ангстрем“, Зеленоград, Москва, Россия³ ООО „НТ-МДТ Спектрум Инструментс“, Зеленоград, Москва, Россия

E-mail: novak-andrei@mail.ru

Поступило в Редакцию 7 марта 2024 г.

В окончательной редакции 10 апреля 2024 г.

Принято к публикации 15 апреля 2024 г.

Изучена зависимость износа острия зонда от режима силового взаимодействия с поверхностью образца при работе в режиме амплитудно-модуляционной атомно-силовой микроскопии. Найдено, что в режиме сил притяжения износ острия является незначительным в отличие от режима сил отталкивания. После десяти сканов жесткой и шероховатой поверхности пленок поликремния с полусферическими зёрнами (HSG-Si) в режиме притяжения радиус острия увеличился с 3 до 4 nm, а в режиме отталкивания — с 4 до 20 nm. Сделана оценка величины энергии диссипации за один период колебаний, которая составляла 2.1 eV в режиме притяжения и 98 eV в режиме отталкивания.

Ключевые слова: амплитудно-модуляционная атомно-силовая микроскопия, износ острия зонда, режим сил притяжения, режим сил отталкивания, энергия диссипации.

DOI: 10.61011/PJTF.2024.15.58436.19915

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) основана на измерении силового взаимодействия острия зонда с образцом. При этом в процессе сканирования поверхности образца неизбежно в той или иной степени (в зависимости от режима взаимодействия) происходит износ острия. При проведении АСМ-исследований широко используется режим амплитудно-модуляционной АСМ, называемый также „тепшинг-модой“ и „прерывисто-контактной модой“ [1–4]. В случае амплитудно-модуляционной АСМ возбуждаются колебания кантилевера на частоте, близкой к резонансной, с амплитудой свободных колебаний A_0 в диапазоне 5–100 nm [3]. Далее производят подвод острия к поверхности образца. По мере приближения к поверхности с некоторого расстояния начинается взаимодействие между острием и образцом и соответственно происходит уменьшение амплитуды колебаний A . Устанавливают определенное „рабочее“ значение амплитуды колебаний A , которое поддерживается постоянным в процессе сканирования поверхности посредством системы обратной связи. При этом возможно существование двух различных режимов силового взаимодействия острия и образца: притяжения и отталкивания. Согласно определениям, введенным в [2], в режиме притяжения сила взаимодействия острия с поверхностью образца, усредненная за один период колебаний, является отрицательной, а в режиме отталкивания — положительной. Проблеме износа острия посвящено значительное количество исследований, особенно для случая контактной АСМ [5]. В случае амплитудно-модуляционной АСМ изучалось влияние на износ острия таких параметров,

как амплитуда свободных колебаний зонда A_0 , рабочая амплитуда A , скорость подвода, величина интегрального коэффициента обратной связи, величина пиковой силы отталкивания, а также влияние материала покрытия острия [6–8]. Однако следует заметить, что износ острия изучался в основном для режима сил отталкивания и при размерах острия около 20 nm и более.

В настоящей работе изучается износ острия зонда кремниевого кантилевера и проводится оценка величины силового взаимодействия острия с поверхностью образца для режима притяжения и режима отталкивания амплитудно-модуляционной АСМ. Износ изучается для сравнительно острых зондов, имеющих начальный радиус острия менее 5 nm.

АСМ-измерения проводились на микроскопе Solver P47 („НТ-МДТ СИ“). Использовались кремниевые кантилеверы модели NSG10 с одинаковыми характеристиками: резонансная частота 252 kHz, силовая постоянная 18 N/m, радиус острия игл менее 5 nm. Изучался износ острия, возникающий в результате проведения определенного числа сканов (десять сканов размером 520×520 nm, содержащих 512×512 точек) довольно жесткой и шероховатой поверхности (пленки поликремния с полусферическими зёрнами, HSG-Si). Пленка HSG-Si представляла собой слой из примерно одинаковых зёрен Si на поверхности плоской подложки (средние высота и латеральный размер зёрен 50 и 70 nm) [9,10]. Методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) проводились измерения остриев кантилеверов до и после АСМ-измерений.

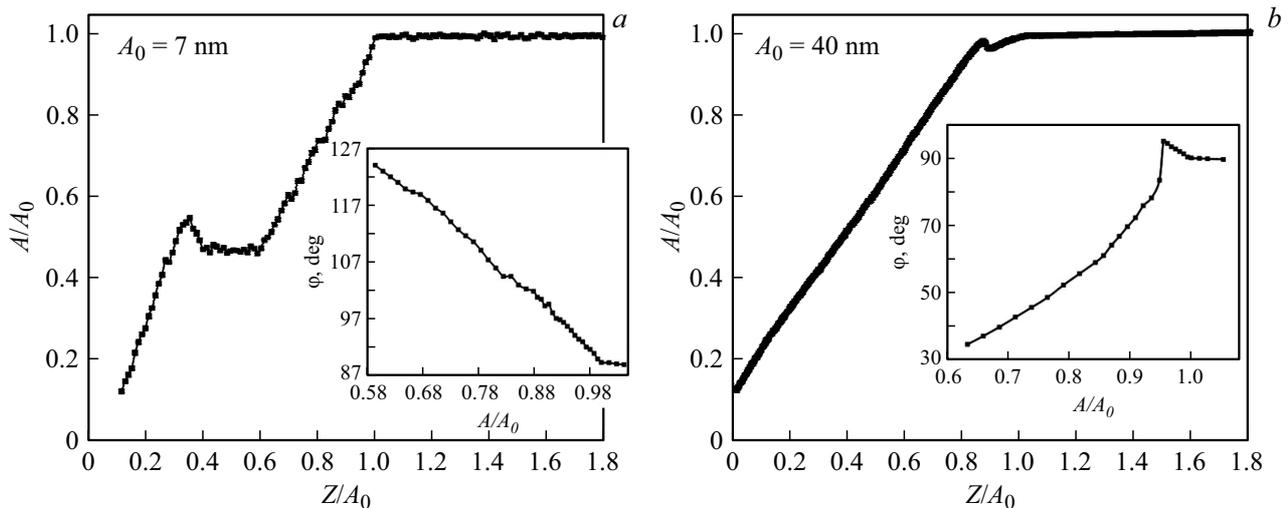


Рис. 1. Зависимости амплитуды колебаний зонда A от расстояния Z между острием и образцом, нормированные на амплитуду свободных колебаний A_0 , и сдвига фазы φ от отношения A/A_0 (на вставках), измеренные при значениях $A_0 = 7$ (а) и 40 нм (б).

Реализация определенного режима взаимодействия (притяжения или отталкивания) существенно зависит от установленных значений амплитуды свободных колебаний A_0 и рабочей амплитуды A (регулируемых при настройке), а также от радиуса острия, жесткости и частоты колебаний кантилевера, вязкоупругих свойств образца [2,4,11,12]. Ключевыми характеристиками, позволяющими определить область существования того или иного режима взаимодействия, являются зависимости амплитуды A и сдвига фазы φ колебаний кантилевера (относительно колебаний возбуждающей силы) от расстояния между острием и образцом, измеренные при определенных значениях амплитуды свободных колебаний A_0 [2–4], причем измерение сдвига фазы φ является наиболее практичным и эффективным методом, обеспечивающим возможность определения режима силового взаимодействия [2]. Так, согласно [2,4,11,13], в случае режима притяжения сдвиг фазы колебаний зонда φ больше 90° , а в случае режима отталкивания сдвиг фазы колебаний зонда φ меньше 90° .

На рис. 1 приведены зависимости амплитуды колебаний зонда A от расстояния Z между острием и образцом, нормированные на амплитуду свободных колебаний A_0 (A/A_0 от Z/A_0), и сдвига фазы φ от отношения A/A_0 , измеренные нами при значениях амплитуды свободных колебаний $A_0 = 7$ (а) и 40 нм (б). Зависимости, полученные при $A_0 = 7$ и 40 нм, аналогичны типичным зависимостям, наблюдаемым в случае достаточно малых и в случае больших значений амплитуды свободных колебаний A_0 [2,4,11,12]. При малых колебаниях ($A_0 = 7$ нм, рис. 1, а) на зависимости $A/A_0(Z/A_0)$ при уменьшении расстояния Z сначала реализуется режим притяжения. Затем, по мере уменьшения Z , при некотором значении ($A/A_0 \sim 0.4–0.6$) происходит скачкообразный переход, который соответствует переходу к режиму отталкивания. Непосредственным подтверждением того, что для

$A_0 = 7$ нм при значениях $A/A_0 > 0.6$ реализуется режим притяжения, является зависимость сдвига фазы, из которой видно, что при уменьшении A/A_0 от 1 до 0.6 сдвиг фазы $\varphi > 90^\circ$, что, согласно [2], соответствует режиму притяжения. При $A_0 = 40$ нм, как и в случае больших значений A_0 [2], с уменьшением расстояния Z почти сразу происходит переход от режима притяжения к режиму отталкивания, причем на кривой $A/A_0(Z/A_0)$ этот переход не является резким, как в случае малых A_0 , а на зависимости $\varphi(A/A_0)$ этот переход происходит скачкообразно (при $A/A_0 = 0.95$) с уменьшением φ от 95 до 85° . Таким образом, при $A_0 = 40$ нм и $A/A_0 < 0.95$ реализуется режим отталкивания. Для реализации режима притяжения были выбраны параметры работы прибора $A_0 = 7$ нм, $A/A_0 = 0.95$, для реализации режима отталкивания — $A_0 = 40$ нм, $A/A_0 = 0.90$. Были использованы два кантилевера, каждым было сделано по десять сканов поверхности пленки HSG-Si (первым в режиме притяжения, вторым в режиме отталкивания). РЭМ-изображения, сделанные до АСМ-измерений и после десяти сканов, для первого кантилевера (режим притяжения) приведены на рис. 2, а, для второго (режим отталкивания) — на рис. 2, б. В случае режима притяжения после десяти сканов (рис. 2, а) радиус острия увеличился незначительно (с 3 до 4 нм, т.е. в 1.3 раза). В случае режима отталкивания (рис. 2, б) произошло „катастрофическое“ увеличение радиуса острия (с 4 до 20 нм, т.е. в 5 раз).

На рис. 3 приведены АСМ-изображения пленки HSG-Si после первого и десятого сканирования для режимов притяжения (а) и отталкивания (б). Видно, что в режиме притяжения площадь темных участков, на которых игла при сканировании проникает до областей плоской подложки, лежащих между зернами Si, довольно хорошо прописывается как для первого, так и для десятого скана, а в случае режима отталкивания

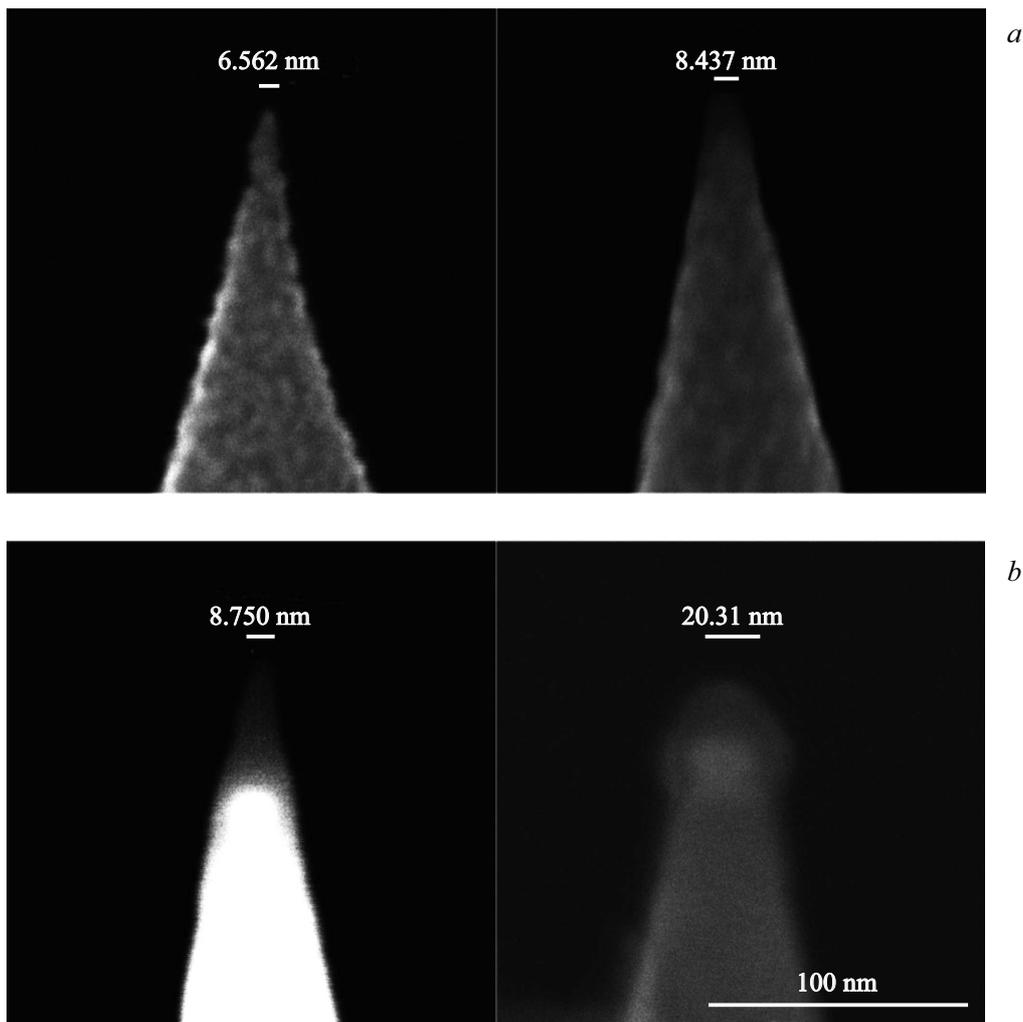


Рис. 2. РЭМ-изображения двух остриев игл до (слева) и после (справа) АСМ-измерений. *a* — для первого кантилевера (режим притяжения), *b* — для второго (режим отталкивания).

для десятого скана наблюдается значительное уменьшение площади темных участков, что непосредственно указывает на затупление острия. Исходя из АСМ-изображений рассчитывались основные параметры, характеризующие шероховатость поверхности, в частности относительное приращение площади поверхности S_{dr} (ISO 25178–2012). Согласно [9,10], для образца пленки HSG-Si параметр S_{dr} является наиболее чувствительным к степени остроты зонда и может быть использован для оценки величины износа острия. Так, при значениях радиуса острия 4 и 14 nm, измеренных после сканирования, величина параметра S_{dr} составляла 80 и 34% соответственно [9]. В нашем случае при работе в режиме притяжения S_{dr} уменьшается незначительно, а именно с 67% (первый скан) до 59% (десятый скан). В случае режима отталкивания происходит значительное, причем монотонное уменьшение S_{dr} с 46% (первый скан), 37% (второй скан), 32% (третий скан) и т.д. до 20% (десятый скан). Это указывает на существенное увеличение

радиуса острия, а также на то, что износ в значительной мере происходит в процессе сканирования.

Измерение фазового сдвига φ колебаний зонда относительно возбуждающей силы позволяет сделать количественную оценку величины силового взаимодействия, а именно величины энергии диссипации, теряемой из-за взаимодействия острия с образцом. Аналитические выражения, связывающие энергию диссипации, обусловленную взаимодействием острия с образцом, с фазовым сдвигом φ , были получены ранее в работах [1,3]. Выражение для энергии диссипации E_{dis} , рассеиваемой за один период колебаний, в том случае, когда частота колебаний совпадает с резонансной частотой, исходя из соотношений, приведенных в [1,3,13], имеет вид

$$E_{dis} = \frac{\pi k A A_0}{Q} \left(\sin \varphi - \frac{A}{A_0} \right), \quad (1)$$

где A — амплитуда колебаний острия, A_0 — амплитуда свободных колебаний, k — жесткость кантилевера, Q —

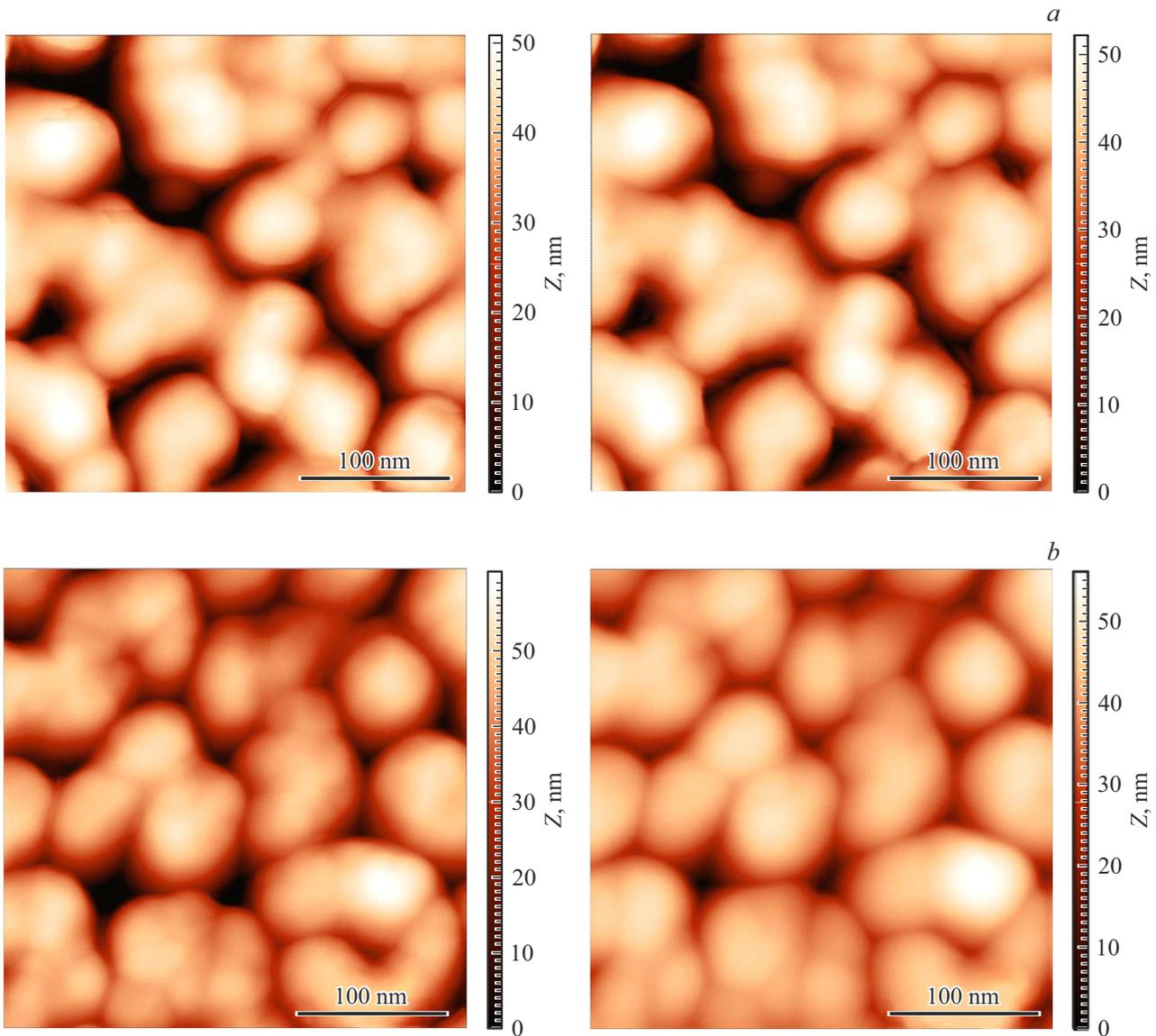


Рис. 3. АСМ-изображения пленки HSG-Si после первого (слева) и десятого (справа) сканирования для режимов притяжения (*a*) и отталкивания (*b*).

добротность. В нашем случае в режиме притяжения ($A_0 = 7 \text{ nm}$, $A/A_0 = 0.95$) величина энергии диссипации за один период колебаний $E_{dis} = 2.1 \text{ eV}$, а в режиме отталкивания ($A_0 = 40 \text{ nm}$, $A/A_0 = 0.90$) $E_{dis} = 98 \text{ eV}$.

Таким образом, показано, что использование достаточно малой амплитуды колебаний зонда, обеспечивающей работу в режиме притяжения, позволяет существенно уменьшить износ острия зонда по сравнению с режимом отталкивания. При этом обеспечивается достаточно высокое разрешение получаемого АСМ-изображения. Так, после десяти сканов довольно жесткой и шероховатой поверхности в режиме притяжения (при $A_0 = 7 \text{ nm}$, $A/A_0 = 0.95$ и величине энергии диссипации за период колебания $E_{dis} \sim 2 \text{ eV}$) радиус острия увеличился незначительно (с 3 до 4 nm), а в режиме отталкивания

(при $A_0 = 40 \text{ nm}$, $A/A_0 = 0.90$ и величине $E_{dis} \sim 98 \text{ eV}$) радиус острия увеличивается с 4 до 20 nm.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J.P. Cleveland, B. Anczykowski, A.E. Schmid, V.B. Elings, *Appl. Phys. Lett.*, **72**, 2613 (1998). DOI: 10.1063/1.121434
- [2] R. García, A. San Paulo, *Phys. Rev. B*, **60**, 4961 (1999). DOI: 10.1103/PhysRevB.60.4961
- [3] A. San Paulo, R. García, *Phys. Rev. B*, **64**, 193411 (2001). DOI: 10.1103/PhysRevB.64.193411

- [4] R. García, R. Pérez, Surf. Sci. Rep., **47**, 197 (2002). DOI: 10.1016/S0167-5729(02)00077-8
- [5] S. Huang, Y. Tian, T. Wang, Sensors, **23**, 4084 (2023). DOI: 10.3390/s23084084
- [6] C. Su, L. Huang, K. Kjoller, K. Babcock, Ultramicroscopy, **97**, 135 (2003). DOI: 10.1016/S0304-3991(03)00038-X
- [7] V. Vahdat, D.S. Grierson, K.T. Turner, R.W. Carpick, ACS Nano, **7**, 3221 (2013). DOI: 10.1021/nn403435z
- [8] B. Xue, Y. Yan, Z. Hu, X. Zhao, Scanning, **36**, 263 (2014). DOI: 10.1002/sca.21099
- [9] А.В. Новак, В.Р. Новак, А.В. Румянцев, Изв. вузов. Электроника, **26** (3-4), 234 (2021). DOI: 10.24151/1561-5405-2021-26-3-4-234-245
- [10] А.В. Новак, В.Р. Новак, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 9, 70 (2016). DOI: 10.7868/S0207352816090109 [A.V. Novak, V.R. Novak, J. Surf. Investig., **10**, 949 (2016). DOI: 10.1134/S1027451016050104].
- [11] S. Santos, L. Guang, T. Souier, K. Gadelrab, M. Chiesa, T.P. Thomson, Rev. Sci. Instrum., **83**, 043707 (2012). DOI: 10.1063/1.4704376
- [12] A.G. Temiryazev, A.V. Krayev, M.P. Temiryazeva, Beilstein J. Nanotechnol., **12**, 1226 (2021). DOI: 10.3762/bjnano.12.90
- [13] N.F. Martínez, R. García, Nanotechnology, **17**, S167 (2006). DOI: 10.1088/0957-4484/17/7/S11