

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОГО РАДИУСА ОСТРИЯ ЗОНДА АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МОНОДИСПЕРСНЫХ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА КРЕМНИЯ

А. А. ЕФИМОВ*, В. В. ИВАНОВ*, И. А. ВОЛКОВ, А. А. ЛИЗУНОВА**,
С. В. ЛИСОВСКИЙ*, М. А. ЕРМАКОВА***

*Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Россия,
e-mail: newaldan@gmail.ru

**ООО "МЦ РОСНАНО", Долгопрудный, Россия

Разработана методика создания образцов монодисперсного ансамбля сферических наночастиц оксида кремния диаметром $(26,6 \pm 3,5)$ нм, распределенных равномерно на поверхности подложки из монокристаллического кремния площадью 1 см^2 при средней поверхностной концентрации частиц около $0,5 \text{ шт./мкм}^2$. Демонстрируется использование полученной тестовой структуры для определения эффективного радиуса острия зонда сканирующего атомно-силового микроскопа.

Ключевые слова: атомно-силовой микроскоп, радиус острия зонда, монодисперсный ансамбль наночастиц, электростатическое осаждение аэрозольных частиц.

A method of creation of samples of monodisperse ensemble of spherical silicon oxide nanoparticles with diameter of $(26,6 \pm 3,5)$ nm uniformly distributed on the 1 cm^2 surface of single-crystal silicon substrate with average surface concentration of particles of about $0,5 \text{ pieces}/\mu\text{m}^2$ was developed. The use of obtained test structure for determination of the effective radius of tip of an atomic force microscope probe is demonstrated.

Key words: atomic force microscope, probe tip radius, monodisperse ensemble of nanoparticles, electrostatic precipitation of aerosol particles.

При измерениях параметров пространственных наноструктур с использованием сканирующих зондовых атомно-силовых микроскопов (АСМ) необходимо проводить их калибровку, в процессе которой определяют цены делений вертикальной шкалы микроскопа, шкалы микроскопа вдоль направления сканирования и эффективный радиус острия зонда микроскопа R_t . Для выполнения этих калибровок была создана уникальная трапецеидальная рельефная мера нанометрового

диапазона МШПС-2.0К [1-2], сформированная в виде регулярных элементов на поверхности монокристаллического кремния в форме чипа размером 10×10 мм и толщиной 500 мкм. При ширине полосы трапецеидального рельефа в диапазоне 10–1500 нм и его высоте 100–1500 нм возможно выполнение калибровок с погрешностью до ± 1 нм. При калибровке АСМ для определения цены деления вертикальной шкалы микроскопа был создан комплект СТЕПП-ИФП-1 высокоточных мер вертикальных размеров, содержащих атомно-гладкие участки с малой плотностью монокристаллических ступеней на кремнии и их скопления со счетным количеством ступеней, которые могут быть использованы в диапазоне 0,3–30 нм с погрешностью не более $\pm 0,03$ нм [3].

На практике чаще (при каждой смене зонда) требуется определять эффективный радиус острия зонда, чем шкалы микроскопа. Для оперативного определения R_z было предложено проводить сканирование тестовых структур в виде сфер. В частности, использовали полистирольные сферы [4] и частицы золота [5]. Однако в этих работах размеры сфер значительно превышали 30 нм, а такие параметры слишком велики для использования их в качестве калибровочных структур для точного определения радиуса острия зонда, имеющего размер менее 30 нм.

В настоящей работе представлены результаты разработки воспроизводимого формирования ансамбля сферических монодисперсных наночастиц оксида кремния диаметром менее 30 нм, равномерно распределенных на поверхности монокристаллического кремния. Показано использование полученной структуры для определения эффективного радиуса острия зонда АСМ.

Тестовая структура в виде ансамбля сферических монодисперсных наночастиц SiO_2 формируется на поверхности монокристаллической кремниевой подложки с шероховатостью менее 0,7 нм, площадью $1,0 \text{ см}^2$ и толщиной 500 мкм. В качестве прекурсорного раствора наночастиц использован стандартный образец диаметра наночастиц коллоидного раствора SiO_2 ГСО 10145-2012, характеризующего узким нормальным распределением частиц по размерам с $\text{GSD} = 1,20$ при среднечисленном диаметре $(22,7 \pm 2,0)$ нм. Наночастицы коллоидного раствора переведены в аэрозольную форму посредством очищенного воздуха, распыленного потоком в компрессорном небулайзере, и последующего удаления жидкости при прохождении аэрозоля через диффузионный осушитель. Сформированный поток аэрозоля с наночастицами SiO_2 подается на

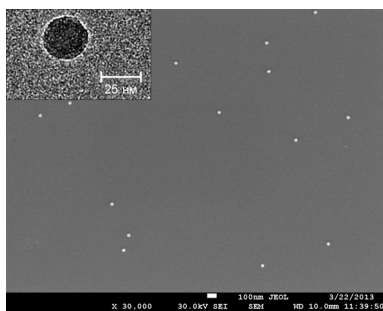


Рис. 1. Изображение наночастиц SiO_2 , осажденных на кремневую подложку, полученное при помощи растрового и просвечивающего (на вставке) электронных микроскопов

вход аэрозольного спектрометра SMPS 3936 (TSI Inc.), в разделительной DMA-колонне которого происходит размерное высокоселективное выделение фракции монодисперсных частиц диаметром около 25 нм. Формирование аэрозоля с заданной монодисперсной фракцией наночастиц обеспечено при установлении определенного напряжения между внешним и внутренним электродами разделительной DMA-колонны. Электростатическое осаждение выделенного потока монодисперсных наночастиц SiO_2 на

кремниевую подложку осуществлено при помощи устройства отбора проб NAS3089 (TSI Inc.). В течение 10 мин на подложке формируется равномерно распределенный ансамбль наночастиц при поверхностной концентрации около 0,5 шт/мкм². Значение концентрации можно регулировать изменением времени осаждения частиц.

Оперативный контроль получаемых образцов сферических монодисперсных наночастиц SiO_2 на кремниевой подложке выполнен методом

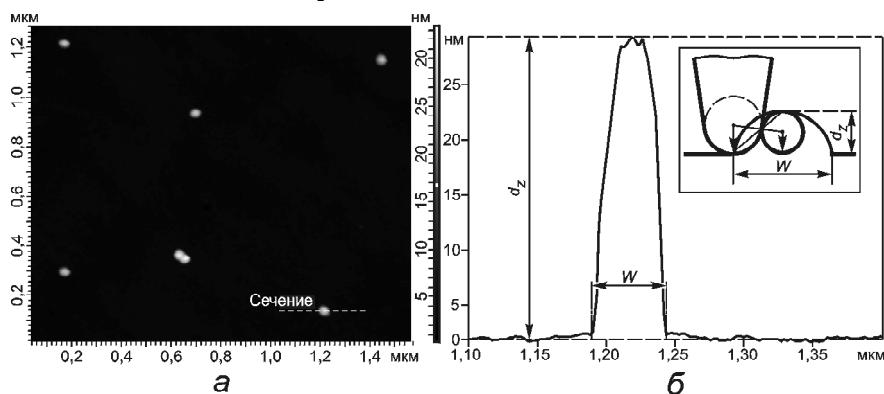


Рис. 2. Характеризация наночастиц SiO_2 на поверхности кремниевой подложки с помощью АСМ:

a — изображения наночастиц в режиме рельефа; b — характерный профиль рельефа наночастицы, осажденной на поверхности кремниевой подложки

растровой электронной микроскопии на приборе JSM-7001F (JEOL, Ltd.). Полученные изображения (рис. 1) свидетельствуют, что осажденный материал выражается в виде ансамбля неагломерированных частиц SiO_2 размером около 25 нм. Дополнительное исследование этих частиц в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100 (JEOL, Ltd.) подтверждают сферическую форму осаждаемых наночастиц SiO_2 (см. вставку на рис. 1).

Детальная характеристика размеров ансамбля наночастиц SiO_2 на подложке проведена на поверенном АСМ, модель NTEGRA Aura (NT-MDT). По выборке из 500

частиц проанализированы размеры и форма изображений. Характерное изображение в АСМ группы наночастиц представлено на рис. 2, а, где можно видеть пять уединенных частиц и один агломерат из двух частиц. Путем анализа всех полученных изображений установили, что количество агломерированных наночастиц на подложке не превышает 9%.

В качестве параметра, характеризующего размер частиц $2r$, принята высота профиля изображения частиц по вертикальной оси микроскопа d_z (рис. 2, б). Она не зависит от формы острия зонда в отличие от латерального размера W , который сильно искажается вследствие эффекта конволюции реального профиля частицы и формы зонда [6]. Гистограмма распределения наночастиц по размерам d_z из данных АСМ, представленная на рис. 3, имеет как уединенные частицы, так и агломераты частиц. При этом распределение уединенных наночастиц размерами менее 35 нм аппроксимируется нормальным распределением с модальным размером частиц 26,6 нм и полушириной $\text{FWHM} = 3,5$ нм. Этот результат удовлетворительно согласуется как с размерами наночастиц, изображения которых получены в электронных микроскопах, так и

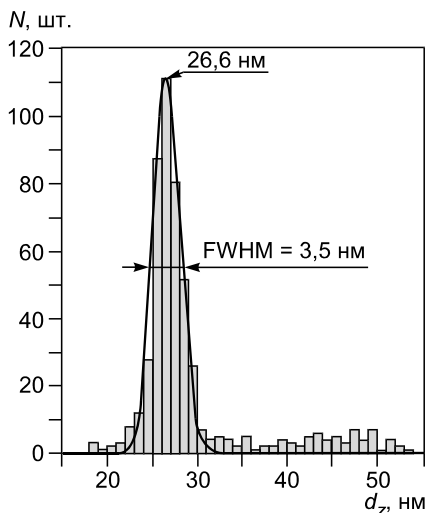


Рис. 3. Гистограмма распределения наночастиц SiO_2 по высотам из данных АСМ

с калибровкой DMA-колонны. Таким образом, сформированный ансамбль сферических наночастиц SiO_2 на кремниевой подложке может быть использован как тестовая структура с размером частиц $(26,6 \pm 3,5)$ нм для калибровки зондов АСМ.

В качестве примера приведем результаты определения эффективного R_t по данным сканирования пяти уединенных наночастиц в полуконтактном режиме (рис. 2 а, б), выполненного с разрешением 800×700 пикселей. Значения параметров профиля изображения, проходящего через наивысшую точку (высоту d_z) для каждой из пяти частиц, и латерального размера профиля W представлены в таблице.

Измеренные значения параметров профилей наночастиц и R_t

№ частицы	$W, \text{нм}$	$d_z, \text{нм}$	$R_t, \text{нм}$
1	54,7	27,1	13,8
2	60,6	25,8	17,8
3	60,6	27,4	16,9
4	52,8	24,7	14,1
5	54,7	26,7	14,0

Расчет эффективного радиуса острия зонда проводили в соответствии с моделью Zenhausern [7] по следующей формуле:

$$R_t = W^2 / 8d_z. \quad (1)$$

Формула (1) позволяет получать достоверные результаты при условии достаточной малости диаметра тестовых частиц

$$R_t \geq r = d_z / 2. \quad (2)$$

Результаты определения эффективного R_t , полученные для каждой из частиц, также представлены в таблице. Среднее значение эффективного R_t и погрешность его определения по пяти частицам составляет $(15,3 \pm 1,7)$ нм.

Сравнивая средние значения R_t и среднее значение радиуса наночастиц $d_z/2 = 13,1$ нм можно заключить, что условие (2) применимости простой модели Zenhausern выполняется и разработанные образцы ансамблей сферических наночастиц SiO_2 на кремниевой подложке применимы для оперативной калибровки АСМ зондов.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. **Гавриленко В. П.** и др. Первые российские стандарты в нанотехнологии // Известия РАН. Сер. физическая. 2009. Т. 73. № 4. С. 454–462.
2. **Тодуа П. А.** Нанометрология — ключевое звено инфраструктуры нанотехнологий // Труды МФТИ. 2011. Т. 3. № 4. С. 81–96.
3. **Латышев А. В., Асеев А. Л.** Моноатомные ступени на поверхности кремния. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2006.
4. **Zeng Z. G. et al.** A simple method for AFM tip characterization by polystyrene spheres // Ultramicroscopy. 2008. V. 108. N 9. P. 975–980.
5. **Xu S., Arnsdorf M. F.** Calibration of the scanning (atomic) force microscope with gold particles // J. Microscopy. 1994. V. 173. P. 199–210.
6. **Шелковников Е. Ю. и др.** Применение параллельных вычислений для повышения качества восстановления СТМ-изображений // Химическая физика и мезоскопия. 2011. Т. 13. № 1. С. 135–139.
7. **Zenhausen F. et al.** DNA and RNA imaged by scanning force microscopy: influence of molecular-scale friction // Scanning. 1992. V. 14. P. 212–217.

Дата принятия 28.08.2013 г.

