

МАТЕРИАЛЫ

УДК 621.315

**ФОРМИРОВАНИЕ ОСТРИЯ КРЕМНИЕВЫХ ЗОНДОВ
ДЛЯ СКАНИРУЮЩИХ ЗОНДОВЫХ МИКРОСКОПОВ**

Н.Г. ЦИРКУНОВА, Я.А. СОЛОВЬЕВ, О.В. СЕРГЕЕВ, В.Е. БОРИСЕНКО

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
П. Бровки, 6, Минск, 220013, Беларусь**Поступила в редакцию 3 августа 2005*

Проведены исследования и разработана методика формирования кремниевых зондов с требуемой конфигурацией острия для сканирующих зондовых микроскопов. Зонды создавали на пластинах монокристаллического кремния с ориентацией (100) и (111). Установлено, что анизотропное селективное жидкостное травление (травитель для кремния с ориентацией (100) — 5% водный раствор KOH, для кремния с ориентацией (111) — раствор HF:HNO₃:CH₃COOH), как и плазмохимическое травление кремния в среде SF₆, по отдельности не могут обеспечить формирование острия зондов с параметрами на уровне мировых аналогов. Только их комбинация в сочетании с использованием многослойной маски дает возможность получать зонды с заданными параметрами.

Ключевые слова: зондовые датчики, технология изготовления зондов, СЗМ.

Введение

Современные сканирующие зондовые микроскопы позволяют проводить исследования свойств поверхности различных объектов с атомарным и даже субатомарным разрешением [1]. При этом возможно исследование как твердотельных, так и биологических объектов [2, 3]. С каждым днем возрастает потребность в количестве и функциональной направленности зондов. Зондовая микроскопия в настоящее время является практически единственной достаточно дешевой, многопараметровой и универсальной исследовательской методикой наноразмерного разрешения, и потребность в количестве и широкой функциональной направленности зондов с каждым днем возрастает. С развитием науки и высокотехнологичных отраслей промышленности в Беларуси применение сканирующих зондовых микроскопов становится необходимостью не только в исследовательских лабораториях [4], но и в производстве интегральных микросхем, перспективой которых становится переход к субмикронным технологическим нормам.

Зонд является основным элементом, определяющим разрешающую способность проводимых с помощью сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ) исследований. Ведущими научными центрами по разработке зондов для СЗМ являются зарубежные коммерческие фирмы, такие как "NT-MDT", "Whisker", "NanoWorld", "Olympus". Стоимость одного зонда в зависимости от его типа составляет от 30 до 80 долларов США [5–8]. При этом для проведения качественных измерений зонд может быть использован не более 20 раз, а в отдельных случаях не более 5, что существенно увеличивает затраты на применение данного прибора.

Основные проблемы и постановка задачи

Проблема формирования зондов появилась с возникновением сканирующих зондовых микроскопов. Первые зонды изготавливались на основе металлических проволок. Наиболее распространенным материалом был вольфрам благодаря хорошему сочетанию его механических и электрических свойств. Однако технология формирования этих зондов отличается сложностью и низкой воспроизводимостью параметров создаваемых игл. С развитием зондовой микроскопии и по мере роста потребности в количестве зондов с одинаковыми параметрами был осуществлен переход к кремнию. Из кремния можно сформировать зонды различной геометрии, используя стандартные технологические процессы микроэлектроники, и тем самым обеспечить высокую воспроизводимость параметров зондов в серийном производстве.

Основными параметрами острия являются радиус закругления R , угол φ и высота острия h (рис. 1).

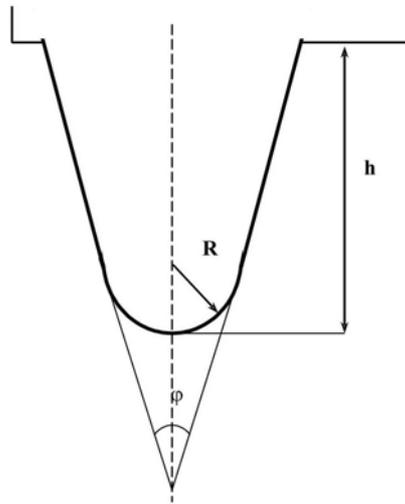


Рис. 1. Типичный зонд для сканирующего зондового микроскопа

Допустим, мы имеем некие исследуемые частицы с радиусом r . Если $r \gg R$, то основное влияние на точность измерения геометрических размеров этой частицы оказывает угол при вершине φ , и получаемый в ходе измерения радиус измеряемой частицы r_c будет равен [5]:

$$r_c = r \left(\cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) + \sqrt{\cos^2\left(\frac{\varphi}{2}\right) + \left(1 - \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right)\left(\frac{\tan(\varphi/2)}{\cos(\varphi/2)}\right) - 1\right) + \tan^2\left(\frac{\varphi}{2}\right)} \right). \quad (1)$$

Если $r \ll R$, то радиус измеряемой частицы r_c будет равен [5]:

$$r_c = 2\sqrt{Rr}, \quad (2)$$

а глубина максимального проникновения ΔH при расстоянии между объектами d меньше, чем диаметр зонда [5]:

$$\Delta H = r \left(1 - \sqrt{1 - \frac{(d/2)^2}{(R+r)^2}} \right). \quad (3)$$

В случае, если высота измеряемых структур больше диаметра зонда, дополнительное влияние оказывает угол при острие φ , а предельная высота ограничена конструктивной высотой зонда h .

Параметры кремниевых зондов, изготавливаемых зарубежными фирмами, приведены в таблице. На сегодняшний день создание таких зондов является одной из важнейших задач для поддержания Беларуси на мировом уровне. Разработка технологии изготовления зондов с па-

раметрами, не уступающими зарубежным аналогам, и стала целью работы, результаты которой приведены в настоящей статье.

Параметры зондов для сканирующих зондовых микроскопов

Параметры острия кремниевых зондов	Единица измерения	Отечественный аналог	Зарубежные аналоги			
			"NT-MDT", Россия [5]	"Вискер", Россия [6]	"Nanoworld" [7]	"Olympus" [8]
Радиус закругления, R	нм	Не существует	10	10	10	15–20
Угол, φ	градусы		22	15–30	–	25–45
Высота острия, h	мкм		10–15	10–15	10–15	2,9

Методика эксперимента

Эксперименты по формированию зондов проводили на двух типах кремниевых пластин — с ориентацией (100) и (111). На первом этапе было решено использовать жидкостное анизотропное селективное травление, так как оно имеет различные скорости по различным кристаллографическим направлениям, а также избирательно в травлении кремния и маскирующего материала (диоксида и нитрида кремния) [9]. Для формирования острия зондов на кремнии с ориентацией (100) использовался 5 % водный раствор КОН. Для кремния с ориентацией (111) травителем служил раствор $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{CH}_3\text{COOH}$ [10]. Работа проводилась с четырьмя формами оснований зондов для выявления наиболее подходящей формы: шестнадцатиугольник, восьмиугольник, четырехугольник, треугольник. Предполагалось, что наилучший угол при острие обеспечит шестнадцатиугольное основание, а наименьший радиус закругления зонда — треугольное основание, служащее основанием пирамиды, вершиной которой и местом пересечения трех плоскостей является точка. В качестве маски использовались оксид и нитрид кремния.

Далее было предложено использовать плазмохимическое травление. Проводимые разработки подобного плана [11] использовали достаточно толстые (порядка 4 мкм) маски из нитрида или диоксида кремния для травления кремния на глубину более 15 мкм, так как соотношение скоростей травления этих материалов в плазме порядка 1:4, что вносит ограничения в высоту формируемого острия h . Формирование больших слоев нитрида и оксида кремния имеет ряд технологических ограничений. Для проведения плазмохимического травления было предложено использовать маску из алюминия или ванадия. Эти металлы, в отличие от нитрида и диоксида кремния, практически не травятся в условиях плазмохимического травления кремния [12], которое проводили в атмосфере SF_6 .

На последнем этапе было предложено использовать сочетание плазмохимического и жидкостного травления. Для воспроизведения заданного рисунка использовали многослойную маску нитрида и диоксида кремния со слоем алюминия. Металл служил защитой при плазмохимическом травлении, а оксид и диоксид кремния — для последующего анизотропного селективного жидкостного травления. Первоначально проводили плазмохимическое травление для задания глубины и профиля формируемой структуры. Затем осуществляли жидкостное травление для доводки острия до заданной формы.

Результаты

Полученные в ходе анизотропного селективного жидкостного травления структуры обладали малой высотой. Наибольшее h (порядка 3,7 мкм) имело острие с шестнадцатиугольным основанием (рис. 2,а). Наибольшим углом при острие (порядка 80°) обладала структура с треугольным основанием (рис.2,б). Лучшие характеристики показала структура с четырехугольником в основании: угол 70° , радиус закругления 20–30 нм (рис. 2,в), высота 3,5 мкм (рис. 2,г).

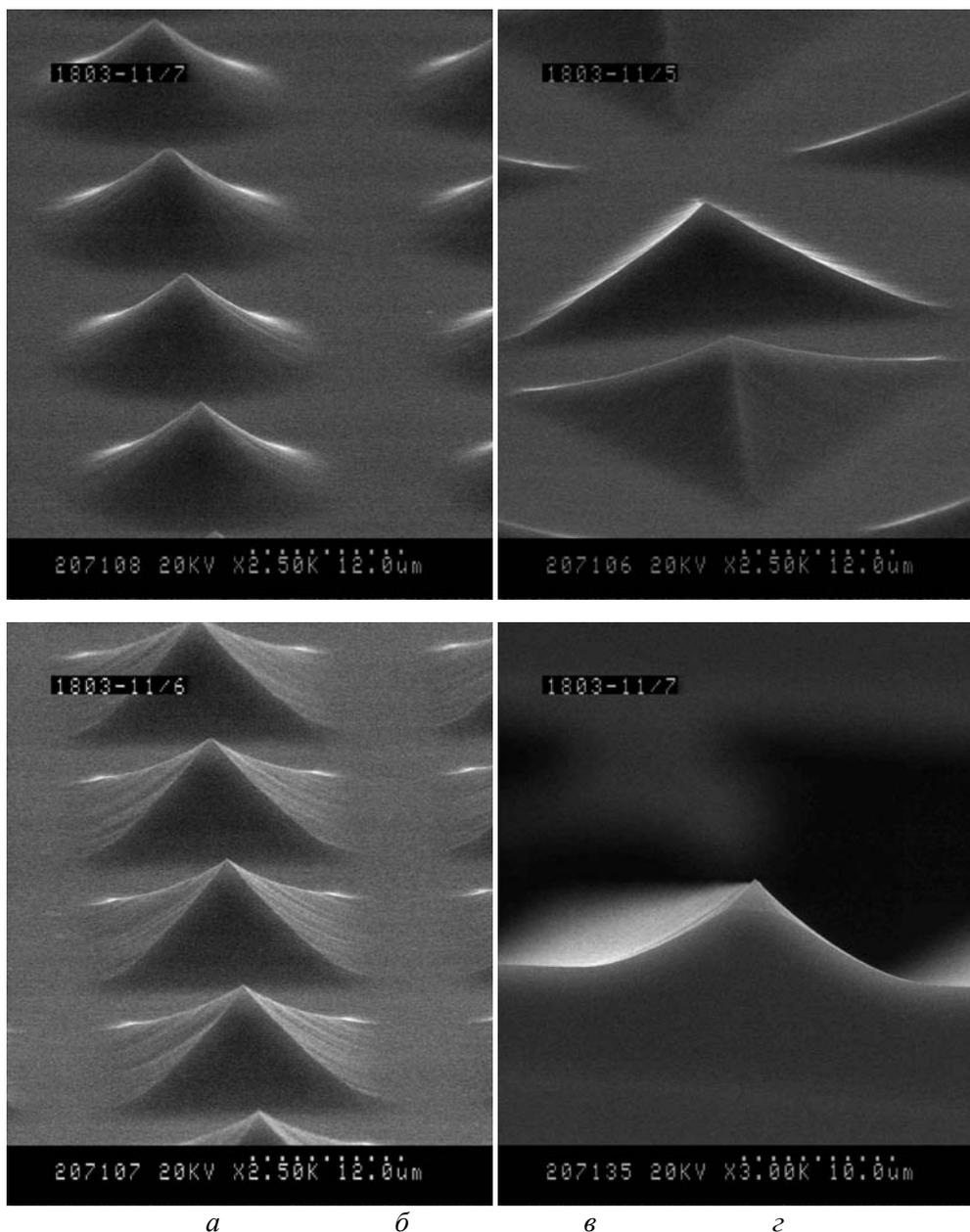


Рис. 2. Зонды, сформированные жидкостным анизотропным травлением кремния для различных форм оснований: а) шестнадцатиугольник; б) треугольник; в) четырехугольник; з) четырехугольник, скол

Жидкостное травление показало хорошие характеристики качества поверхности, однако не дало хороших показателей по высоте и углу при вершине полученных структур. Решение уменьшения угла при острие было предложено авторами работ [13, 14], однако это значительно усложняло технологический процесс, и от проведения исследований в данном направлении было решено отказаться.

Плазмохимическое травление (ПХТ) тоже не принесло хороших результатов. В первом случае часто возникали "восьмерки" из-за осаждения продуктов реакции [15] и острие формировалось с высотой порядка 8 мкм и углом при острие около 50° . Во втором случае возникала большая шероховатость поверхности за счет высокой энергии падающих ионов, наблюдалось загрязнение структуры продуктами реакции, что искажало профиль травления, а формирования острия не происходило.

Только использование сочетания плазмохимического и анизотропного селективного жидкостного травления позволило получить структуры с необходимыми параметрами. Причем обладателями наилучших параметров оказались структуры, имеющие четырехугольное основание (рис. 3).

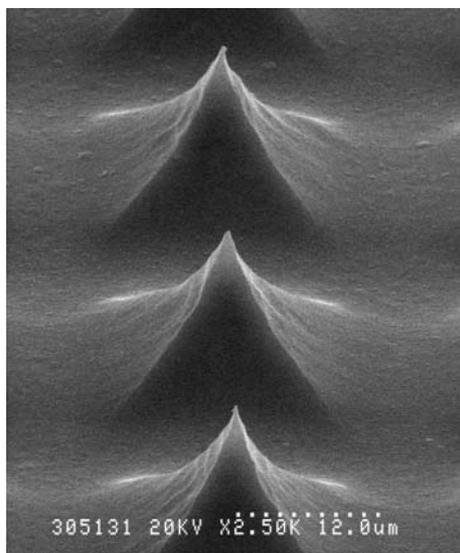


Рис. 3. Зонды, сформированные сочетанием плазмохимического и жидкостного анизотропного травления при четырехугольной форме в основании

Для этих структур высота h составляет не менее 15 мкм, а угол при вершине φ — 10–15°, радиус закругления R в партии колеблется от 10 до 15 нм, что соответствует лучшим зарубежным аналогам (см. таблицу).

Выводы

Жидкостное и плазмохимическое травления монокристаллического кремния по отдельности не позволяют создавать зонды для сканирующих зондовых микроскопов с необходимыми параметрами. Только использование их сочетания и применение многослойной маски обеспечивает достижение требуемых параметров зондов. По разработанной нами методике возможно промышленное производство зондов.

FORMATION OF SILICON TIPS FOR SCANNING PROBE MICROSCOPES

N.G. TSIRKUNOVA, Ya.A. SOLOV'EV, O.V. SERGEEV, V.E. BORISENKO

Abstract

Formation of silicon probes with sharp tips for scanning probe microscopes has been developed and studied. The probes were fabricated on (100) and (111) silicon wafers. It was found that the anisotropic selective wet etching (the KOH water solution for (100) silicon and the HF:HNO₃:CH₃COOH solution for (111) silicon) and plasma etching in SF₆ separately did not allow formation of sharp tip edges. Only combination of these two methods and the use of multilayer mask provide necessary tip parameters.

Литература

1. Зотов А.В., Сарин А.А., Котляр В.Г., и др. // М-лы симпоз. "Нанозифика и нанозлектроника" 2005. Т. 1. С. 107–109.
2. Kukhareiko L.V., Fuchs H., Ilyich G.K., et al. // Physics of Low Dimension Structures. 2004. Vol. 1/2. С. 159–164.
3. Kukhareiko L.V., Fuchs H., Tikhomirov A. et al. // Proc. of the Byelorussian Seminar "Scanning Probe Microscopy". Minsk. Belarus. 2004. P. 88–91.
4. Емельянов В.А., Пономарь В.Н., Чигирь Г.Г., и др. // Изв. Белор. инж. акад. 2003. № 1(15)/4. С. 83–85.
5. www.nt-mdt.ru
6. www.whisker.ru
7. www.nanoworld.ru
8. www.olympus-global.com
9. Wolter O., Bayer Th.J. // J.Vac.Technol. 1991. В 9(2). P. 1353–1357.
10. Петерсен К.Э. ТИИЭР. 1982. 70(5) С. 8–15.
11. EP 0 468 071 A1.
12. Емельянов В.А., Пономарь В.Н., Чигирь Г.Г. и др. // Изв. Белор. инж. акад. 2003. № 1(15)/4, С. 80–82.
13. US Patent 5021364.
14. US Patent 4943719.
15. Зи С. Технологии СБИС. М., 1986. Т. 2.