

УДК 621.9

В. С. Антонюк¹, д.т.н., Ю. Ю. Бондаренко², к.т.н., М. О. Бондаренко², к.т.н.,
С. О. Білокін², В. О. Андрієнко²

¹Національний технічний університет України «КПІ»

²Черкаський державний технологічний університет

ПЕРСПЕКТИВИ ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ АТОМНО-СИЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ ПРИ КОМПЛЕКСНОМУ КОНТРОЛІ ЕЛЕМЕНТІВ ПРИЛАДІВ ТОЧНОГО ПРИЛАДОБУДУВАННЯ

Показана можливість використання методу атомно-силової мікроскопії (АСМ) при комплексному контролі елементів виробів точного приладобудування. Приведена технологія модифікування вимірювальних зондів АСМ функціональними покриттями, що дозволяє проводити вимірювання різних фізичних параметрів і експлуатаційних характеристик досліджуваних поверхонь. Запропонований спосіб формування матриці зондів на єдиній основі для комплексного дослідження різних властивостей матеріалів в одному вимірювальному циклі.

Ключові слова: атомно-силова мікроскопія, точне приладобудування, вимірювальний зонд.

Показана возможность использования метода атомно-силовой микроскопии (АСМ) при комплексном контроле элементов изделий точного приборостроения. Приведена технология модифицирования измерительных зондов АСМ функциональными покрытиями, позволяющими проводить измерения различных физических параметров и эксплуатационных характеристик исследуемых поверхностей. Предложен способ формирования матрицы зондов на единой основе для комплексного исследования различных свойств материалов в одном измерительном цикле.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия, точное приборостроение, измерительный зонд.

The use of method of atomic-force microscopy (AFM) is shown at complex control of elements of exact instrument-making. Technology over is brought for retrofitting of measuring probes of ASM by functional coverages. It allows to conduct measuring of different physical parameters and operating descriptions of the investigated surfaces. The method of forming of matrix of probes on single basis for complex research of different material properties in one measuring loop was offered.

Keywords: atomic-force microscopy, exact instrument-making, measuring probe.

Актуальність. В останніх час, коли мова йдеться про розвиток технічної бази точного приладобудування передбачається використання нового та перспективного напрямку у технологіях, а саме – нанотехнологій. Використання таких нанотехнологій дозволяє зменшити розміри компонентів систем приладобудування до 1-100 нм, що призводить до прояву нових унікальних властивостей у матеріалів з яких ці компоненти виготовлені. Проте, використання нанотехнологій у точному приладобудуванні можливе лише із залученням нових методів контролю різних фізико-механічних та техніко-експлуатаційних характеристик матеріалів та виробів на їх основі. Найбільш популярними та ті, що користуються попитом на сьогодні серед таких методів контролю є методи зондової, електронної мікроскопії (мікро- та нанорельєф поверхні), дефектоскопії (мікро- та нанодефекти поверхні), а також різноманітні трибологічні та склерометричні методи контролю (мікротвердометрії, контролю зносостійкості та адгезійної міцності). Крім того, особливу роль грають методи дослідження та контролю електричних та магнітних властивостей як самого матеріалу, так і структурних елементів, що входять в нього (кластери, доменні структури тощо).

Серед існуючого різноманіття таких методів найбільш перспективним, на нашу думку, є методи зондової мікроскопії, серед яких слід відмітити метод атомно-силової мікроскопії (АСМ), що має високу точність вимірювання нанорельєфу (роздільна здатність методу АСМ в горизонтальній площині сягає 0,8-2 нм, у вертикальній площині – до 0,2 нм), швидкість (до 2,5 хвилин), універсальність та простоту дослідження [1]. В той же час використання цього методу дозволяє не лише контролювати нанорельєф поверхонь, але й їх фізико-механічні, оптичні та електромагнітні властивості. Проте дослідження різних властивостей матеріалів за допомогою АСМ вимагає використання окремих, як за принципом дії, так і за конструкцією зондів, що вимагає постійної заміни вимірювального датчика. При цьому заміна зондів унеможливає дослідження одного і того ж самого нанометричного об'єкту, що призводить до спотворення загальної картини дослідження. Тому, актуальною задачею є удосконалення методу АСМ для комплексної діагностики і контролю елементів приладів точного приладобудування шляхом модифікації вимірювального датчика

зондових мікроскопів, а також створення та використання матриці з вимірювальних зондів, які призначені для вимірювання різних фізичних параметрів та експлуатуються в одному циклі сканування.

Модифікація зондів АСМ. В роботі використовувалась методика отримання тонких покриттів на поверхнях нанометричного інструменту методом термічного осадження у вакуумі з подальшим формуванням на них впорядкованих наноструктур електронною обробкою [2]. Особливістю такого комбінованого методу є здійснення його в одному технологічному циклі «термовакuumне осадження – електронно-променева обробка» при незмінних умовах робочого середовища (вакуум $p = 5 \cdot 10^{-5}$ Па), що виключає утворення хімічних сполук покриття з елементами оточуючого середовища на проміжному етапі формування наноструктури. Процес формування покриття здійснювався резистивним осадженням порошків функціональних покриттів за наступних режимів: струм нагрівача 70-150 А, час осадження 15-65 с. На наступному етапі здійснювалось формування наноструктур на покриттях шляхом їх термічної обробки методом електронно-променевої модифікації через маску за наступних режимів: питома потужність електронного потоку $(3,5-9,7) \cdot 10^3$ Вт/м², струм променю 25-70 мА, час дії $(1-4) \cdot 10^{-6}$ с. Відстань від наважки з порошком до поверхні, на яку здійснювалось осадження у всіх трьох випадках складало 30 мм (кут розпилення 120°). Після припинення процесу осадження наступала витримка на протязі 10-15 с при постійній температурі $360 \pm 0,5$ °С.

Проведення та обговорення результатів технологічного експерименту. Розглянемо можливості модифікованих кремнієвих зондів при визначенні різних фізико-механічних та експлуатаційних характеристик виробів точного приладобудування.

Нанорельєф поверхні. Основним призначенням АСМ є дослідження нанорельєфу поверхні. Фізичний принцип дослідження рельєфу полягає у міжмолекулярній взаємодії між зондом та матеріалом поверхні. Для дослідження рельєфу найчастіше використовуються кремнієві зонди. При цьому, в залежності від пружно-механічних властивостей досліджуваного матеріалу можуть застосовуватися зонди різної форми: сферичні зонди з радіусом вістря до 100 нм – для дослідження високопружних або біологічних об'єктів; зонди пірамідальної або конусної форми з радіусом вістря до 10 нм – для дослідження рельєфу гладких твердих поверхонь; зонди з тонкою (до 1 нм) і довгою (до 3 мкм) голкою (віскери) – для дослідження заглиблень або матеріалів з розвиненою поверхнею. При цьому, найбільше використання знайшли саме конічні кремнієві зонди [3]. В результаті проведених досліджень, при яких сканувався рельєф калібрувальної решітки TGZ1 (висота рельєфу, що заявляється виробником (NT-MDT, Росія) становить $21,6 \pm 1,5$ нм) визначався граничний термін служби зонду (тобто максимальний час за який значення висоти рельєфу, що визначалася зменшувалося на 5% - до значення 19,1...22 нм), рис. 1.

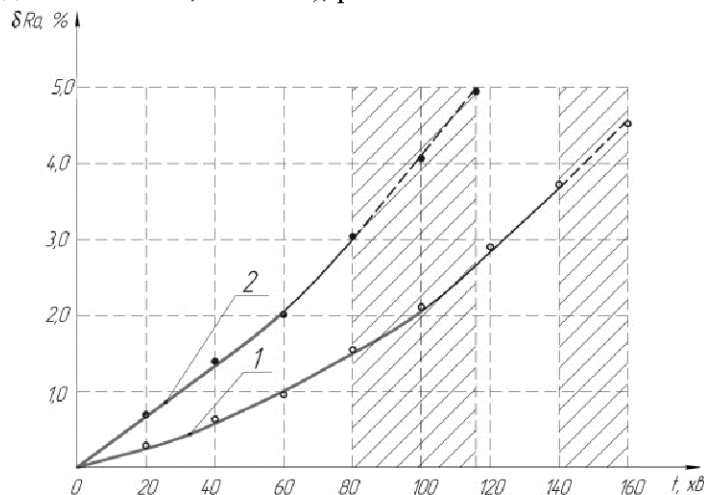


Рис. 1 – Відхилення висоти рельєфу калібрувальної решітки TGZ1 від терміну служби зонда модифікованого вуглецевим покриттям (○, 1) та не модифікованого кремнієвого зонда (●, 2).
Заштрихована область – період часу в який відбувається руйнування зонду

Таким чином, в результаті проведених досліджень встановлений граничний термін служби кремнієвих зондів CSC38 для АСМ, а саме: 80...115 хв. – для немодифікованих зондів та 140...160 хв. – для кремнієвих зондів модифікованих вуглецевим покриттям.

Механічні властивості. Використання мікроскопів з зондами, модифікованими вуглецевим покриттям (3-5 нм) дає можливість досліджувати механічні властивості, а саме мікротвердості, зносостійкості, модуля Юнга тощо [4]. Дана методика є руйнівною і досягається шляхом фізичного контакту зонда і зразка методами наноіндентування або склерометрії (рис. 2).

ПЕРСПЕКТИВНІ ТЕХНОЛОГІЇ ТА ПРИЛАДИ

Наноіндентування проводиться шляхом проникнення зонда в досліджувану поверхню під зусиллям 0,05-1,25 мН, внаслідок чого будується залежність сили вдавлювання зонда від глибини проникнення зонда у зразок (рис. 2-а). Аналіз кривої дозволяє досліджувати механічні властивості за різними методиками. Суть склерометрії полягає у «дряпанні» зондом досліджуваного зразка з подальшим скануванням місця проведення дослідження. Механічні властивості матеріалу залежать від об'єму видавленого матеріалу в бугри і величини утвореної канавки (рис. 2-б). Крім того, дана методика не лише є надточним методом нанолітографії, але й активно використовується в нанoeлектроніці для створення доріжок.

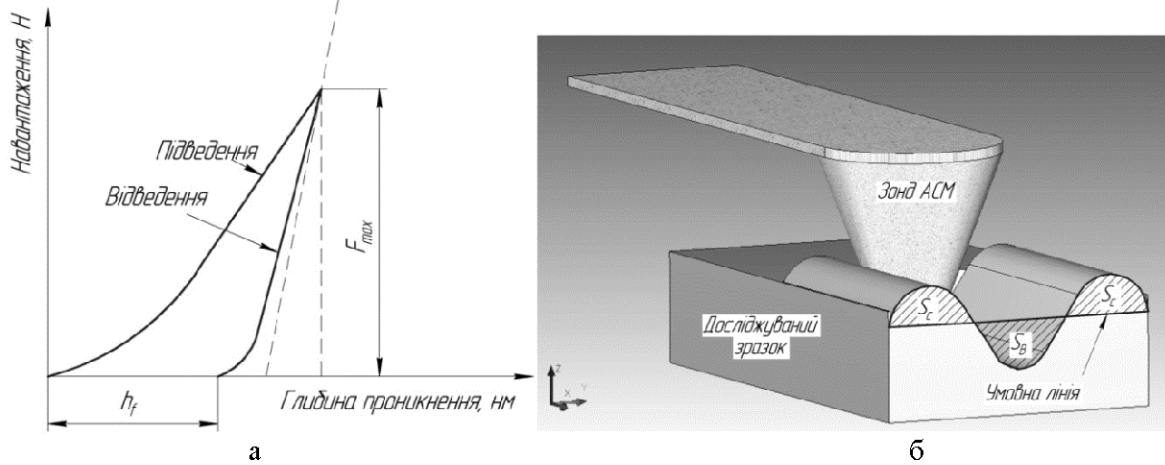


Рис. 2 – Методи дослідження механічних властивостей матеріалу: а – залежність навантаження від глибини проникнення зонда в зразок при наноіндентуванні; б – модель дослідження за методикою склерометрії.

В цілому, залежність точності визначення мікротвердості різних матеріалів для модифікованих та не модифікованих зондів АСМ в залежності від глибини проникнення зонду в досліджувану поверхню наведена на рис. 3.

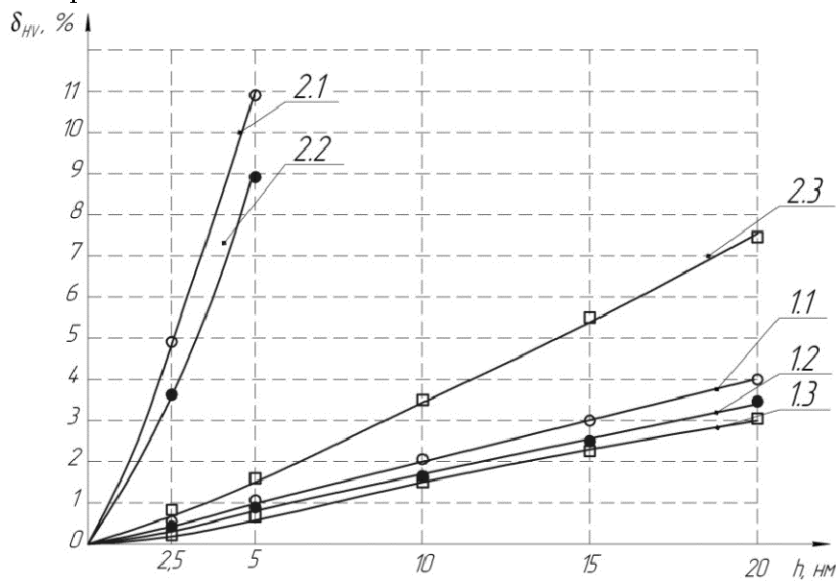


Рис. 3 – Залежності відхилення величини мікротвердості тонкого покриття SiO_2 на кремнієвій підкладці від глибини проникнення наноіндентора в поверхню: 1 – для зонда модифікованого вуглецевим покриттям; 2 – для немодифікованого кремнієвого зонда

Як видно із залежностей, представлених на рис. 3, зі збільшенням глибини проникнення не модифікованих кремнієвих зондів величина мікротвердості тонкого покриття SiO_2 збільшується на 4% за експоненціальним законом. При цьому значення мікротвердості отриманих зондами модифікованими вуглецевим покриттям збільшується на 11%, що підтверджує ефективність використання таких модифікованих зондів при дослідженнях механічних властивостей поверхонь.

Теплові властивості досліджуються за допомогою скануючої теплової мікроскопії (СТЕМ), яка також може бути реалізована методом АСМ. СТЕМ призначена для одночасного дослідження карти розподілу теплових властивостей (температури та теплопровідності) та рельєфу поверхні

нанорозмірних об'єктів. Для отримання СТем-зображення використовують зонди на основі оксиду кремнію (SiO_2) з терморезистивним покриттям на них, рис. 4.

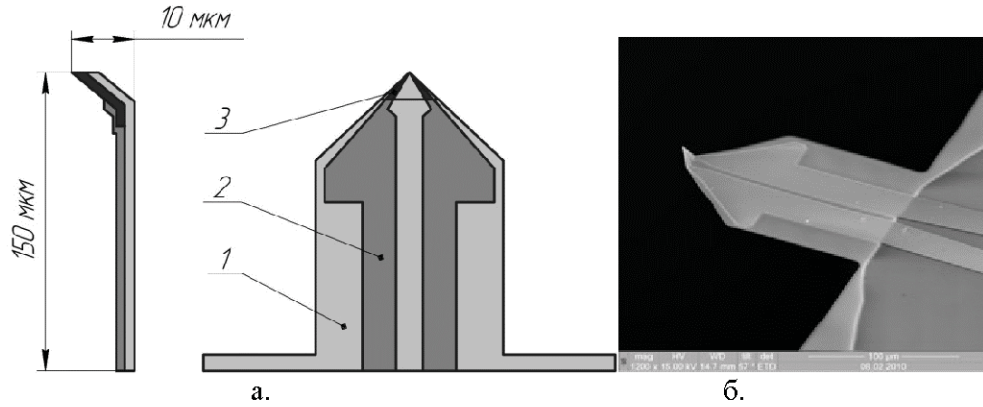


Рис. 4 – Схема (а) та зовнішній вигляд (електронна мікроскопія) зондів для скануючої теплової мікроскопії на базі АСМ.

Терморезистивний шар наноситься на зонд таким чином, що в процесі сканування з поверхнею зразка контактує частина шару, що знаходиться на вістрі. Зміни температури вістря зонда впливають на зміну величини термоопору, відстежуючи які, система реєструє локальні температури або теплопровідність зразка.

Електричні властивості. Для дослідження електричних властивостей можуть бути використані кремнієві зонди модифіковані тонким (до 2 нм) покриттям срібла. Це дозволяє досліджувати поверхневі заряди на напівпровідниках та діелектриках шляхом генерації між зондом і зразком постійної напруги. Дослідження області розподілення поверхневих зарядів на поверхні можливе з використанням двопрохідного сканування за методикою електросилової мікроскопії (рис. 5) [5].

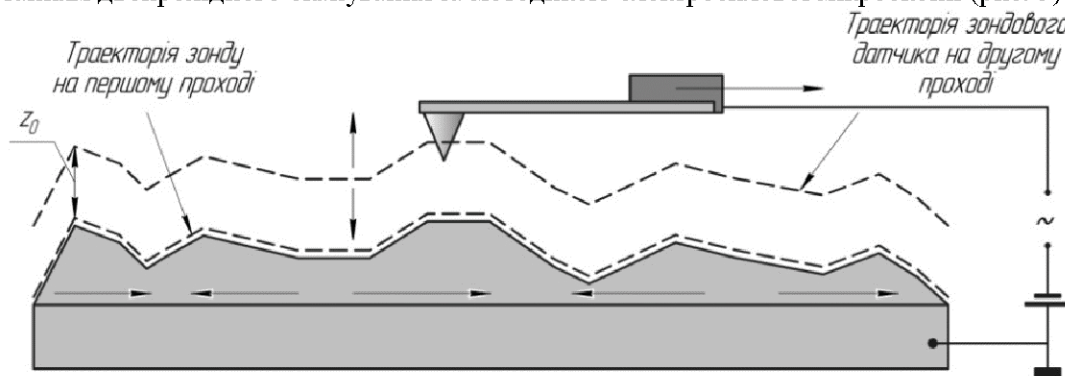


Рис. 5 – Схема двопрохідної методики електросилової мікроскопії

Так, при першому проході за допомогою п'єзовібратора збуджуються коливання на частоті, близькій до резонансної частоти і знімається зображення рельєфу в напівконтактному режимі. При другому проході зонд відводиться від поверхні на певну відстань, подається змінна напруга і здійснюється повторне сканування по вже відомій траекторії. Зміна амплітуди коливань буде пов'язана зі зміною ємності системи зонд-зразок внаслідок зміни діелектричних властивостей зразка.

Магнітні властивості. Такий різновид АСМ, як магнітно-силова мікроскопія (рис. 6) використовується для дослідження локальних магнітних властивостей зразків за допомогою зонду, що покритий феромагнітним матеріалом з питомою намагніченості $M(r)$.

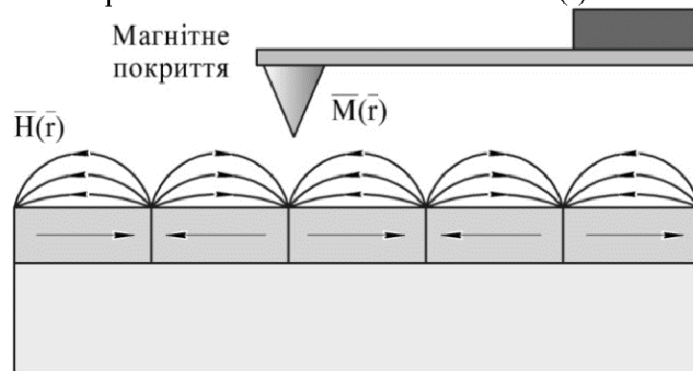


Рис. 6 – Схема магнітно-силової мікроскопії в магнітному полі зразка

Для дослідження магнітних полів гладкої поверхні проводиться дослідження на фіксованій відстані h від поверхні, при цьому реєструється значення деформації консолі під дією полів і записується у формі карти розподілу магнітного поля поверхні. Для дослідження магнітних полів сильно розвиненої поверхні використовується методика двопрхідного сканування: при першому проході знімається зображення рельєфу поверхні, при другому проході зонд відводиться на деяку відстань h від поверхні і здійснюється повторне сканування по вже відомій траєкторії з метою дослідження магнітних властивостей поверхні.

Комплексне дослідження поверхонь. Таким чином, метод зондової мікроскопії є найбільш перспективним методом дослідження фізико-механічних та техніко-експлуатаційних характеристик досліджуваних поверхонь. Проте, для кожного окремого дослідження необхідно використовувати спеціальний зонд, який принципово відрізняється від інших. Так, використання зондів, модифікованих вуглецевим покриттям дозволяє досліджувати рельєф та механічні властивості різноманітних матеріалів. Між тим, використання даного типу зондів для дослідження, наприклад електромагнітних властивостей, неможливе через конструктивні особливості їх виготовлення. Таким чином, проблема уніфікації зондів унеможливує повне комплексне дослідження матеріалів за допомогою одного їх типу. Тому, колективом авторів запропоноване використання матриці зондів, що створені на єдиній підкладинці і мають принципово різне призначення. Така матриця створювалась на чипі з п'єзоелектричної кераміки в якій методом комбінованої електронної мікрообробки створювалися доменно-дисипативні структури, використання яких дозволяє проводити незалежне керування кожним зондом окремо [6]. Таким чином, використання матриці зондів дає змогу досліджувати широкий спектр властивостей матеріалів у точному приладобудуванні в одному циклі вимірювання.

Не дивлячись на явні переваги розглядуваного комплексного дослідження поверхонь із застосуванням матриці зондів, на сьогодні основними перепонами застосування таких матриць є проблема заміни усієї матриці зондів при виході з ладу хоча б одного зонду. Ще однією проблемою є технологічна проблема утворення матриці зондів на п'єзокерамічному датчику та розведення кожної контактної групи зондів до модулів обробки відповідної інформації. Вирішенню цих питань і будуть присвячені подальші дослідження колективу авторів.

Висновки. Встановлено, що використання модифікованих зондів у методі атомно-силової мікроскопії дозволяє проводити комплексні дослідження та контроль нанометричних елементів виробів точного приладобудування. Це дозволяє розширити функціональні можливості методу та проводити більш точні експрес-дослідження фізико-механічних та техніко-експлуатаційних характеристик поверхонь.

Розглянута можливість комплексного дослідження різних властивостей матеріалів в одному вимірювальному циклі за допомогою матриці зондів на єдиній основі.

Інформаційні джерела

1. Антонюк В.С. Методи та засоби мікроскопії [Текст]: моногр. / В.С.Антонюк, Г.С.Тимчик, Ю.Ю.Бондаренко, П.П.Петльований, С.О.Білокінь та ін. – К.: НТУУ «КПІ», 2013. – 336 с.
2. Шелестовская С.А. Формирование упорядоченных наноструктур на поверхностях кремниевых зондов для атомно-силовой микроскопии комбинированным термовакуумным методом / С.А. Шелестовская [и др.] // Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии : IX междунар. конф., 12-15 октября 2010 г., сб. докл. – Минск, 2010. – С. 162-168.
3. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. / В. Л. Миронов. // Российская академия наук. Институт физики микроструктур г. Нижний Новгород, 2004 г. - 110 с.
4. Антонюк В.С. Особенности измерения микротвердости диэлектрических поверхностей кремниевым зондом атомно-силового микроскопа / В.С. Антонюк, С.А.Билоконь [и др.] - Наноинженерия. – 2014. - №3 (33). – С. 13-16.
5. Бондаренко М.О. Механізм виникнення та нейтралізація залишкової трибоелектрики при скануванні кремнієвим зондом атомно-силового мікроскопу діелектричних поверхонь / М.О.Бондаренко, С.О.Білокінь, В.С.Антонюк, Ю.Ю.Бондаренко // Журнал нано- та електронної фізики, 2014, Том 6, № 2. – С.02018-1 – 02018-5.
http://jnep.sumdu.edu.ua/ru/component/profile/reviewing_articles/article_details/601 (10.06.14).
6. Бондаренко М.О. Вивчення умов формування впорядкованих доменно-дисипативних структур в п'єзоелектричній кераміці методом комбінованої електронної мікрообробки / М.О.Бондаренко // Тези II Всеукраїнської конференції молодих вчених «Сучасне матеріалознавство: матеріали та технології СММТ-2011», 16–18 листопада 2011 года, Київ. - С.11.