УДК 537.221

ИССЛЕДОВАНИЕ ЛОКАЛЬНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПЛЕНОК ТИТАН – ФУЛЛЕРИТ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОСИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Л.В. Баран

Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, Минск, Беларусь E-mail: brlv@mail.ru

Методом электросиловой микроскопии исследованы изменения локальных электрических свойств пленок титан - фуллерит, подвергнутых термическому воздействию в вакууме. Выявленные изменения пространственного распределения электрического поля вблизи поверхности пленок, емкости системы зонд – образец, поверхностного потенциала свидетельствуют об образовании новых фаз в пленках титан – фуллерит при отжиге.

Введение

Создание новых материалов с наноразмерными элементами структуры является одним из приоритетных направлений развития научных исследований. Применение таких материалов в качестве структурных элементов различных микросхем требует детального исследования их свойств. Атомно-силовая микроскопия позволяет с атомарным разрешением не только изучать структурные неоднородности материалов, но и выявлять области с различной проводимостью. Для этого разработаны методики электросиловой микроскопии (ЭСМ), которые успешно реализуются на многих моделях сканирующих зондовых микроскопов различных производителей.

В работе представлены результаты исследования методом электросиловой микроскопии локальных электрических свойств пленок титан – фуллерит, подвергнутых термическому воздействию. Интерес к исследованиям пленок титан – фуллерит обусловлен широкой перспективой их использования в биомедицине и электронной технике [1, 2].

Методика эксперимента

Пленки получены методом термического напыления в вакууме на установке «ВУП-5М» при давлении остаточных паров воздуха 1·10-3 Па. В качестве исходного материала использовались титан марки ВТ1-0 и фуллеритовый порошок С60 чистоты 99,9 %. Сублимация фуллеренов происходила из танталовой лодочки при температуре 870 К. Пленки наносились на подложки из окисленного монокристаллического кремния: сначала конденсировалась пленка фуллерита, затем титана. Полученные пленки отжигались в вакуумной малоинерционной печи при температуре 570 К. Время отжига составляло 3 и 6 ч.

Метод атомно-силовой микроскопии использовался для исследования топографии поверхности и локальных электрических свойств пленок титан – фуллерит. Измерения проводились на сканирующем зондовом микроскопе «Solver P47 PRO».

В электросиловой микроскопии для получения информации о свойствах поверхности используется электрическое взаимодействие между зондом и образцом. Если тонкий слой на подложке представляет собой полупроводник или диэлектрик, то он может содержать поверхностный заряд. Подавая между зондом и образцом постоянное и переменное напряжения, можно детектировать сигналы, пропорциональные распределению электрических сил вблизи поверхности, емкости и поверхностного потенциала исследуемых пленок.

При проведении измерений образец устанавливается на подложку с пружинным контактом. Для исключения влияния рельефа поверхности на результаты исследования используется двухпроходная методика. В процессе сканирования производится следующая процедура. На первом проходе сканируемой строки определяется рельеф поверхности по полуконтактному методу. На втором проходе зонд отводится от поверхности образца на расстояние dZ. С помощью пьезодрайвера зонд приводится в колебательное состояние на резонансной частоте, между зондом и образцом подается постоянное напряжение смещения U0 и (или) переменное напряжение U1·sin(ω t), и осуществляется повторное сканирование. Зондовый датчик движется над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф поверхности образца. Регистрируя изменения фазы, амплитуды колебаний зонда или напряжения U0 в процессе сканирования, получаем соответственно пространственные распределения электрического поля, емкости или потенциала вблизи поверхности исследуемого образца [3].

В качестве зондовых датчиков использовались стандартные проводящие кантилеверы для полуконтактных методов (NSG10/TiN, $\omega = 266$ кГц, коэффициент жесткости 11,5 H/м, толщина покрытия 20–30 нм, радиус закругления зонда 35 нм, электросопротивление 100 мкОм·см). Расстояние от зонда до поверхности на втором проходе составляло 10 нм (напряжение смещения 1 В) в методах электросиловой микроскопии и зонда Кельвина и 50 нм (напряжение смещения 3 В) в методе емкостной микроскопии.

Результаты и обсуждение

При конденсации фуллеритовой пленки толщиной 500 и 2500 нм на подложку из окисленного монокристаллического кремния формируется гранулированная структура с латеральным размером гранул 20–40 нм и 130–200 нм соответственно. При осаждении титановой пленки толщиной 200 нм на подложки, имеющие различную шероховатость подстилающего слоя фуллерита, формируются слои титана, повторяющие рельеф фуллеритовой пленки, при этом размер структурных элементов практически не меняется и составляет 35 и 150 нм соответственно. Установлено, что после 3 ч отжига при T = 570 К пленок С60 (h = 500 нм) – Ti (h = 200 нм) размер гранул увеличился до 35–45 нм, после 6 ч отжига – до 50–70 нм (рис. 1). После 3 ч отжига пленок С60 (h = 2500 нм) – Ti (h = 200 нм) размер гранул увеличился до 200–300 нм, при этом на поверхности появляются крупные образования размером 500–700 нм (рис. 2).

На рис. 3 представлены ЭСМ-изображения пленок C60 (h = 2500 нм) – Ti (h = 200 нм) до и после отжига. Отсутствие контраста на исходных пленках свидетельствует об однородном распределении электрических сил вблизи поверхности.



Рис. 1. АСМ-изображения поверхности пленок C₆₀ (h = 500 нм) – Ti (h = 200 нм): a – до отжига; δ – после отжига при T = 570 K, t = 3 ч; e – после отжига при T = 570 K, t = 6 ч (размер области сканирования 1x1 мкм²)



Рис. 2. АСМ-изображения поверхности пленок C₆₀ (h = 2500 нм) – Ti (h = 200 нм): a – до отжига; δ – после отжига при T = 570 K, t = 3 ч; e – после отжига при T = 570 K, t = 6 ч (размер областисканирования 9х9 мкм²)



Рис. 3. ЭСМ-изображения распределения z-составляющей электрических сил вблизи поверхности пленок C60 (h = 2500 нм) – Ti (h = 200 нм): a – до отжига; б – после отжига при T = 570 K (t = 3 ч); e – после отжига при T = 570 K (t = 6 ч)

Анализ рисунков показал, что электрические свойства отожженных пленок отличаются от исходных, о чем свидетельствует наличие контраста на изображениях. На ЭСМ-изображениях выделяются области с разной проводимостью, что свидетельствует о наличии разных фаз. Области темного цвета соответствуют фазе с большей проводимостью. Фуллерит обладает удельным электросопротивлением 10^7 Ом·см [4], титан марки ВТ1-0 – 42 мкОм·см. Следовательно, темные области на ЭСМизображениях соответствуют фазе, обогащенной титаном, или чистому титану. Измерения емкости системы зонд – образец и поверхностного потенциала отожженных пленок в течение 3 и 6 ч коррелируют с распределением z-составляющей электрических сил. Так, на ЭСМ-изображении емкости системы зонд – пленка C₆₀ (h = 2500 нм) – Ti (h = 200 нм), отожженной в течение 3 ч, можно выделить три характерных оттенка: яркие области, соответствующие участкам с большей емкостью, области темного цвета и области серого цвета, обладающие меньшей емкостью. Анализируя профиль сечения вдоль выделенного направления на изображении емкости (рис. 4, ∂), можно сделать вывод о том, что емкость отдельных участков пленки отличается в 27 раз.

Среднее значение поверхностного потенциала отожженных пленок составляет 30 ± 15 мВ, однако имеются области, в которых поверхностный потенциал составляет 160 мВ (рис. 4, e).



Рис. 4. ЭСМ-изображения распределения z-составляющей емкости (a, δ, c, d) и поверхностного потенциала (e, e) пленок C₆₀ (h = 2500 нм) – Ti (h = 200 нм): a, c – после отжига при T = 570 К (t = 3 ч); δ, e, d, e – после отжига при T = 570 К (t = 6 ч)

Полученные распределения емкости, поверхностного потенциала дают наглядную качественную характеристику изменения локальных электрических свойств образцов при отжиге. Появление ярких областей на изображениях емкости и поверхностного потенциала свидетельствует о присутствии диэлектрической фазы на поверхности. Этой фазой может быть фуллерит, островки которого появляются на поверхности при отжиге.

На рис. 5 представлены ЭСМ-изображения отожженных пленок C_{60} (h = 500 нм) – Ti (h = 200 нм). Наличие контраста на изображениях свидетельствует об образовании при отжиге фаз с различной проводимостью. Однако в отличие от пленок с толщиной фуллерита 2500 нм интенсивность сигнала, пропорционального емкости, в два раза меньше, поверхностный потенциал изменяется в пределах 1–20 мВ. Эти отличия обусловлены меньшим содержанием фуллерита в образцах.



Рис. 5. ЭСМ-изображения распределения поверхностного потенциала (a, δ, c, d) и z-составляющей емкости (e, e) вблизи поверхности пленок C₆₀ (h = 500 нм) – Ti (h = 200 нм): a, c – до отжига; δ, e, d, e – после отжига при T = 570 K (t = 6 ч)

Заключение

При напылении пленки фуллерита толщиной 500 и 2500 нм на подложку из окисленного монокристаллического кремния формируется гранулированная структура со средним размером гранул 30 и 150 нм соответственно. В результате термического отжига в вакууме при T = 570 К пленок C₆₀ (d = 500 нм) – Ti (d = 200 нм) и C₆₀ (d = 2500 нм) – Ti (d = 200 нм) происходит увеличение размера гранул до значений 50– 70 нм и 200–300 нм соответственно. В результате отжига в пленках титан – фуллерит образуются новые фазы, о чем свидетельствует неоднородность распределения электрического заряда на поверхности отожженных пленок. Локальные электрические свойства пленок титан - фуллерит изменяются в результате термической обработки: после отжига при T = 570 К на поверхности пленок C₆₀ (d = 2500 нм) – Ti (d = 200 нм) появляются области со значением поверхностного потенциала, в пять раз превышающим среднее значение. Установлено, что емкость системы зонд – отожженная пленка C_{60} (d = 2500 нм) – Ti (d = 200 нм) в два раза больше емкости системы зонд – отожженная пленка C_{60} (d = 500 нм) – Ti (d = 200 нм).

Таким образом, электросиловая микроскопия может эффективно применяться для исследования локальных электрических свойств материалов, содержащих области с различной проводимостью.

Литература

- Лашнева В.В., Ткаченко Ю.Г., Щур Д.В., Матвеева Л.А. Возможности использования материалов с фуллереновым покрытием в эндопротезах суставов // Фуллерены и фуллереноподобные структуры в конденсированных средах: Сб. тез. докл. Минск: УП «Технопринт», 2002. С. 202–203.
- 2. Витязь П.А., Жданок С.А., Шпилевский Э.М. Фуллеренсодержащие структуры для практических приложений // Углеродные наноструктуры: Сб. научн. тр. Минск: ИТМО НАНБ, 2006. С. 3–15.
- 3. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2004. 144 с.
- 4. Мастеров В.Ф. Физические свойства фуллеренов // Соросовский образовательный журнал. 1997. №1. С. 92–99.