



## НОВОЕ В ИССЛЕДОВАНИЯХ НАНОСТРУКТУР И НАНОМАТЕРИАЛОВ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ И ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

### NEW IN STUDIES OF NANOSTRUCTURES AND NANOMATERIALS USING ELECTRON AND SCANNING PROBE MICROSCOPY

Д.Георгиев / [printcomrussia@mail.ru](mailto:printcomrussia@mail.ru)  
D.Georgiev

С 1 по 4 июня в городе Черноголовка (Московская обл.) прошел XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел и III Школа молодых ученых "Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов", организованный Институтом проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН (ИПТМ РАН) и Институтом кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН (ИК РАН). Финансовую поддержку мероприятию оказали Российский фонд фундаментальных исследований, а также компании Tokyo Boeki, CMA, "Оптэк", TechnoInfo, Bruker и Oxford Instruments.

June 1-4, Chernogolovka hosted the XIX Russian Symposium on scanning electron microscopy and analytical methods of solids and III School of young scientists "Electron and scanning probe microscopy in studies of nanostructures and nanomaterials" organized by Institute of Microelectronics Technology and High-Purity Materials of the Russian Academy of Sciences and the Shubnikov Institute of Crystallography of the Russian Academy of Sciences. Financial support was provided by Russian Foundation for Basic Research, as well as by companies Tokyo Boeki, CMA, Optec, TechnoInfo, Bruker and Oxford Instruments.

Симпозиум и конференция ежегодно привлекают ведущих российских ученых, работающих в области электронной и зондовой микроскопии. В исследованиях применяется самая современная техника, поэтому в деловой программе принимают активное участие представители ведущих компаний-производителей оборудования. В частности, гостями прошедшего мероприятия были руководители и специалисты компаний JEOL (см. врезку) и FEI (читайте интервью на стр.). При этом и в России наметились тенденции к возрождению приборостроения, и предлагаются весьма интересные разработки. Некоторые из них были представлены в разделе симпозиума "Электронная оптика и новые приборы, обработка изображений".

О.Агеев, О.Ильин, А.Федотов и Н.Рудык из Института нанотехнологий, электроники и приборостроения (Таганрог) Южного федерального университета представили результаты разработки и исследования наноразмерной взрывной литографии на основе фокусированных ионных пучков. Эта тех-

нология предназначена для создания элементной базы нанoeлектроники и наносистемной техники, в частности, для формирования каталитических областей с размерами от нескольких десятков нанометров для выращивания одиночных углеродных нанотрубок (УНТ). Процесс включает импульсное лазерное осаждение жертвенного слоя на основе пленки оксида цинка на кремниевую подложку, травление фокусированным ионным пучком, нанесение пленки никеля методом магнетронного распыления, травление в водном растворе аммиака и выращивание УНТ методом PECVD. Применение ионного травления, в отличие от сопоставимой по разрешающей способности электронно-лучевой литографии, позволяет исключить операции сушки, экспонирования, проявления и задубливания резиста. Разработанная технология наноразмерной взрывной литографии характеризуется прецизионным контролем толщины и высокой однородностью жертвенного слоя, возможностью проведения высокотемпературных технологических процессов и использования любых материалов осаждения,



#### Тацуми Хитаки, компания JEOL:



"В области электронной микроскопии можно отметить несколько тенденций. Все более заметным становится разделение модельных линеек на сложные, специализированные приборы, которые востребованы исследователями, работающими на переднем краю науки, и базовые, легкие в управлении модели,

предназначенные для широкого круга исследовательских задач, учебного процесса, использования в промышленных лабораториях.

Задачи, которые стоят перед исследователями в фундаментальных областях науки, требуют применения приборов со все более высоким разрешением. Отвечая этой тенденции, в прошлом году мы выпустили просвечивающий электронный микроскоп JEOL Grand ARM (JEM-ARM300F) с ускоряющим напряжением 300 кВ. Реализованная в этой модели уникальная система коррекции сферической аберрации обеспечивает разрешение до 63 пм, что позволяет получать изображения исследуемых объектов с детализацией на уровне атомов. Вместе с тем, для многих задач необходимо малое ускоряющее напряжение, так как исследуются все более хрупкие образцы – эту тенденцию мы также учитываем при разработке новых приборов.

Что касается базовых моделей, которые просты в управлении, не требуют высоких инвестиций и, вместе с тем, могут успешно применяться для большинства научных, образовательных и промышленных задач, то в России наиболее востребованы просвечивающие

электронные микроскопы JEM-2100 и JEM-1400, а также сканирующие электронные микроскопы JSM-6510 и JSM-6610. Эти приборы универсальны, и используются в самых разных областях – от материаловедения и электроники до биологии и медицины.

Хотелось бы отметить рост спроса на наши приборы в промышленности – за последнее время мы выполнили несколько установок сканирующих электронных микроскопов на российских металлургических комбинатах. Это свидетельствует о переходе промышленных технологий на новый уровень развития. Также все больше пользователей наших приборов работает в нанодиапазоне, то есть наноиндустрия действительно развивается.

Россия – традиционно один из важнейших рынков для JEOL. Российская наука во многих направлениях находится на передовых позициях, а для этого ученым требуются самые современные приборы. Хотя в текущем году рынок переживает спад из-за политической и экономической нестабильности в мире, мы уверены, что развитие продолжится и все новые российские научные центры будут получать исследовательское оборудование от JEOL".

позволяя формировать металлические области с размером от 10 нм.

В.Гавриленко, А.Заблоцкий, А.Кузин, В.Митюхляев, П.Тодуа и М.Филиппов из ОАО "Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума" (Москва), Московского физико-технического института (Долгопрудный) и Института общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова (Москва) разработали меры для калибровки растровых электронных микроскопов в диапазоне увеличений от x10 до x100K с учетом требований стандарта ASTM E766-98 (2008). Мера представляет собой совокупность рельефных шаговых структур с номинальными значениями шага от 0,6 мкм до 4 мм на поверхности кремниевой монокристаллической пластины размером 10×10 мм<sup>2</sup>. Значение шага определяется как расстояние между центрами рельефных элементов. Рельефные структуры сформированы с применением электронной литографии и образованы полосками субмикронной высоты для значений шага в диапазоне от 180 мкм до 4 мм и канавками трапециевидальной или треугольной формы для значений шага 80 мкм и менее. Расположение рельефных элементов позволяет проводить калибровку увеличения по осям X и Y по одному кадру. Для аттестации зна-

чений шага меры разработана методика, основанная на использовании керамической концевой меры длины фирмы Mitutoyo номинальным размером 4 мм и вспомогательной многоэлементной шаговой структуры. Методика реализуется с использованием растрового электронного микроскопа автоэмиссионного типа, который в режиме компарирования методом "деления" осуществляет переход от длины 4 мм к размерам до 2 мкм. При аттестации структур меры пределы допускаемых отклонений от паспортных значений составили 0,15% в диапазоне значений шага от 3 до 4000 мкм и 5 нм для значений шага менее 3 мкм.

В.Гелевер, Е.Усачев и А.Манушкин из Московского государственного технического университета радиотехники, электроники и автоматики сообщили о режимах работы гибридного наноскопа (ГН) – прибора экономкласса для проведения комплексных исследований поверхности и структуры объектов на микро- и наноуровне. ГН имеет модульное построение, что позволяет сочетать основные типы систем микроскопии, а также спектроскопические детекторы. По принципиальной конструкции – это РЭМ, адаптированный для работы в рентгеновском режиме. Основной элемент конструкции в настольном варианте электронно-зон-



дового модуля – колонна с магнитными линзами и отклоняющими системами, на которой размещены элементы откачной системы и детекторы с отбором вторичных и обратноотраженных электронов через канал объективной линзы. Линзы жестко скреплены и установлены на столе так, что объективная линза находится сверху, и пространству около нее и над ней полностью свободно. Это позволяет применять сменные полюсные наконечники объективной линзы, различные варианты столиков и камеры, а также с минимум затрат размещать детекторы, в том числе рентгеноспектральные, микроскопы и другие устройства. Режим рентгеновской наноскопии в ГН реализуется при переходе на ближнефокусный режим, когда объекты размещаются на микронных и субмикронных расстояниях от фокусного пятна с применением соответствующих по толщине подложек. При этом режим вторичных электронов РЭМ используется как вспомогательный для фокусировки электронного пучка на мишени. В результате, рентгеновская часть имеет небольшие габариты, что облегчает защиту и установку. Быстрый переход из электронного режима в рентгеновский осуществляется путем замены объекта на рентгеновскую мишень с последующим размещением объекта и детектора на воздухе. Одни и те же участки объекта можно исследовать с помощью электронных пучков, рентгена, зонда и света, а также спектральных детекторов. В настоящее время ведется отработка рентгеновских и электронных режимов.

А.Иржак, В.Дикан, А.Маширов, Д.Захаров, В.Афонина и другие исследователи из ИПТМ РАН, Национального исследовательского технологического университета "МИСиС" (Москва), Института радиотехники и электроники им. В.Л.Котельникова (Москва) и Национального исследовательского ядерного университета "МИФИ" (Москва) представили композитный наноактюатор – нанопинцет для манипуляции микрообъектами. Устройство захвата микро- и нанообъектов имеет рабочее тело на основе быстрозакаленного сплава с эффектом памяти формы (ЭПФ)  $Ti_2NiCu$ . На плоский боковой торец ленты сплава наносится слой платины для создания упругого слоя композита, а затем, вблизи слоя платины формируется прямоугольное отверстие. В результате, образцу придается форма консоли с просветом на конце для управляемого обратимого прогиба. Полученный образец композитной микро-структуры с ЭПФ служит рабочим телом нанопинцета. Скорость срабатывания нанопинцета определяется скоростью прямого и обратного фазового перехода мартенсит-аустенит и скоростью срабатывания электронной системы управления нагревом.

Измеренная скорость срабатывания составила менее 200 мс, а число циклов "сжатие-разжатие" – более 150 раз.

В.Казьмирук, С.Червонобродов и И.Яминский из ИПТМ РАН и МГУ им. М.В.Ломоносова разработали гибридный электронно-зондовый 3D нанопринтер-наноскоп, который позволяет создавать различные приборные структуры с нанометровыми размерами элементов. В отличие от традиционной 3D-печати, нанонитями или порошками, предлагается использовать так называемые нано-гибридные технологии, в частности, Super Critical Fluid Deposition (SCFD) и Electron Beam Induced Deposition (EBID). Эти технологии дают возможность применять редуцированный графен (rGO), металлы и диэлектрики для создания как автономных элементов – прямых проводов, постов, подвесных узлов, – так и приборных структур – транзисторов, датчиков и т.п. Основу установки составляют РЭМ и СЗМ (туннельный или атомно-силовой), причем каждый из этих приборов может использоваться как для выполнения технологических операций, так и для контроля. Установка выполнена по модульному принципу, что позволяет оптимальным образом сконфигурировать систему в зависимости от задач. В базовом варианте использована трехлинзовая электронно-оптическая система на постоянных магнитах и источник электронов с обычным вольфрамовым катодом. Для обеспечения приемлемых характеристик при низких управляющих напряжениях применяется промежуточное ускорение электронов по принципу GEMINI-колонны. Для совмещения с СЗМ и другими приставками ускоряющий элемент (так называемый, "бустер") находится внутри колонны, а образец заземлен. В дальнейшем предполагается улучшить характеристики электронно-оптической системы путем использования автоэмиссионного катода либо катода Шоттки и двухлинзовой системы. Для создания высокого вакуума в районе катода при одновременном сохранении малых габаритов дополнительно с системой на базе турбомолекулярного насоса предлагается использовать откачку на основе неиспаряемого геттера, который не создает дополнительных полей и наводок вблизи катода и не требует источников питания. Дополнительно в камере могут быть установлено до четырех механических зондов для электроизмерений и несколько экструдеров для реализации режимов SCFD и EBID.

В.Казьмирук, М.Князев, И.Курганов, Н.Осипов, А.Подкопаев и Т.Савицкая из ИПТМ РАН предложили способ оптимизации процесса совмещения в электронно-лучевой литографии наноструктур. Разработанные структуры маркерных знаков для



оптимизации позиционирования пластин под электронным пучком содержат две зеркально симметричные 13-элементные непериодические последовательности Баркера, причем выступы соответствуют положительным значениям кода Баркера, а промежутки между ними – отрицательным. Ширина одного элемента составляет 500 нм, высота 200 нм. Метки представляют собой никелевые структуры на кремниевой подложке, полученные методом ЭЛЛ, с последующим травлением никеля, что обеспечивает необходимый контраст в РЭМ. Для определения положения метки экспериментальный сигнал с детектора РЭМ коррелируется с опорным сигналом, полученным с помощью компьютерного моделирования. Использование в качестве реперных знаков структур, содержащих непериодическую последовательность, обеспечивает повышенную точность и надежность регистрации их положения по сравнению с широко распространенными крестообразными метками, или метками, состоящими из периодически расположенных полосок. Повышение точности позиционирования может быть достигнуто путем оптимизации ширины и высоты полосок, общего размера метки, количества элементов, а также характеристик электронного пучка: диаметра, точки фокусировки, энергии электронов. Кроме того, совмещение может быть объединено с определением положения точки фокусировки пучка относительно подложки.

В.Казьмирук, И.Курганов и Т.Савицкая также сообщили о методе оптимизации электростатического отклонения пучка в низковольтной электронно-зондовой системе для литографии. В настоящее время в РЭМ и ЭЛУ широко используются электромагнитные отклоняющие системы, однако электростатические системы обеспечивают более высокие скорости отклонения и более технологичны в изготовлении. В разработанной высокопроизводительной электронно-зондовой системе с полем сканирования 200×200 мкм использована двухъярусная отклоняющая система, состоящая из двух восьмиполосных электростатических дефлекторов. Каждый из дефлекторов представляет собой восемь электродов, с помощью которых образуется два взаимно перпендикулярных дипольных поля. Такая конструкция обладает малыми габаритами и имеет низкие аберрации отклонения. Кроме того, двухъярусная компоновка позволяет расположить точку качания электронного пучка (pivot) при сканировании в выбранной точке объективной линзы. При отклонении через передний фокус линзы в случае идеальной оптической системы с идеальным отклонением, электронный пучок будет падать перпендикулярно любой точке поверхности мишени, что дает возможность избежать ошибок позиционирования и ошибок при измерении размеров в электронно-зондовой системе. ■

## ПРОЕКТ РАЗРАБОТКИ НАНОМОДИФИЦИРОВАННОГО УГЛЕВОЛОКНА ПОБЕДИЛ В ПРОГРАММЕ "УМНИК"

Сотрудница Научно-исследовательского центра "Композит" Мария Болотова – молодой ученый и аспирантка РХТУ им. Менделеева стала победителем программы "УМНИК" и получила грант на проведение научно-исследовательских работ. Коллегия жюри признала перспективным ее проект разработки углеродных волокон, модифицированных добавлением нанотрубок.

Конкурс в рамках программы "Участник молодежного научно-инновационного конкурса" ("УМНИК") проводит "Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере". В нем принимали участие работы по следующим направлениям: медицина будущего, современные материалы и технологии их создания, биотехнологии, информационные технологии, новые приборы и аппаратные комплексы. Конкурс проводится с целью предоставления финансовой господдержки (грантов) молодым ученым для выполнения ими научно-исследовательских работ. Конкурсный отбор выполнялся в несколько этапов: вначале – в инновационно-технологических центрах, затем – экспертным советом фонда.

М.Болотова представила на конкурс проект "Разработка наномодифицированных углеродных волокон". Идея заключается в том, чтобы добавлять

нанотрубки в полимерный раствор, из которого получают полиакрилонитрильное волокно (ПАН прекурсор) – сырье для изготовления углеродного волокна. Добавки в виде нанотрубок позволяют существенно улучшить прочностные характеристики углеродного волокна.

М.Болотова: "Проект находится в процессе проведения экспериментальной работы, поэтому говорить о том, что мы определенно достигли положительного результата еще рано. Но полученные промежуточные данные весьма позитивны, поэтому развитие проекта интересно и для нас и, как оказалось, для членов жюри конкурса".

Университеты в США, Китае, Польше, Израиле ведут аналогичные исследования, но М.Болотова уверена, что ее проект имеет шанс стать более успешным, так как используемые функционализированные наноматериалы значительно лучше распределяются в среде синтеза, чем исходные наночастицы, которые склонны к образованию агломератов.

PlastInfo.Ru