

чение 2003 г. провести инвентаризацию полученных результатов научно-технологической деятельности в области наноматериалов и нанотехнологий, определить перечень наиболее готовых к практической реализации разработок и наметить первоочередные меры по формированию механизмов их продвижения в отечественную промышленность, что в условиях назревающей технологической революции позволит создать базис для реализации научно-технологических приоритетов России в XXI веке и сформировать рынки конкурентоспособной наукоемкой продукции новых поколений.

Для осуществления координации работ по наносистемам, выполняемых различными министерствами и ведомствами, крупными научными коллективами, необходимо сформировать Научно-координационный совет "Наноматериалы, нанотехнологии и основы наноиндустрии", который будет осуществлять межведомственную координацию работ в области развития наноматериалов и нанотехнологий как основы формирования новых технологических укладов в хозяйствующих субъектах реального сектора экономики по рассматриваемой проблеме.

УДК 535:621.375.826

К. А. Атласов, В. П. Вейко, д-р техн. наук,
А. И. Калачев, канд. техн. наук,
Л. Н. Капорский, канд. физ.-мат. наук,
Санкт-Петербургский Государственный
институт точной механики и оптики
(технический университет)

ЛАЗЕРНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ФОРМИРОВАНИЯ БЛИЖНЕПОЛЬНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ЗОНДОВ*

Новые возможности в микро- и нанозлектронике открывают применение приборов сканирующей зондовой микроскопии и микроскопии ближнего поля. Основным инструментом является зонд (например, заостренное оптоволокно) с размерами вершины ~100 нм. Проведены исследования лазерной технологии формирования зондов, направленные на изучение параметров процесса изготовления зондов, отвечающих за их качество, некоторые технические характеристики и воспроизводимость.

Введение

Ближнепольные оптические устройства все более и более становятся обычным инструментом не только в исследовательских лабораториях институтов и научных центров, но также и на высокотехнологичных предприятиях. Такие устройства все чаще применяются в качестве измерительных приборов и в виде технологического оборудования для формирования микро- и наноструктур. Техника сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (СБОМ) широко применяется в таких разных областях, как биология, химия, микроэлектроника и др. При биомедицинских и химических

исследованиях ведется изучение микрообъектов и одиночных молекул *in vivo*, используется СБОМ и для реализации точных химических сенсоров. В микроэлектронике техника СБОМ применяется при исследовании полупроводниковых структур субмикронных размеров, границ раздела в полупроводниках, возбуждения фототока с последующим анализом характеристик полупроводниковых структур методами спектроскопии [1], а также в задачах нанесения рельефа с размерами элементов 10–100 нм в нанолитографии на фоторезистивных пленках, фоточувствительных полимерах, ферроэлектрических поверхностях [2–5] и т. д. Делаются также попытки производства интегральных микросхем. На сегодняшний день эта техника далеко не совершенна и встречается со многими трудностями, наиболее важной из которых является проблема интерпретации получаемых ближнепольных изображений. Эта проблема обусловлена в первую очередь невозможностью априорного определения размера и формы апертуры, которой обладает ближнепольный оптический зонд (БОЗ). Поэтому дальнейшее развитие и распространение ближнепольной техники требует постановки и решения следующих первоочередных задач:

- повышение воспроизводимости характеристик БОЗ в процессе их изготовления;
- развитие методов контроля характеристик БОЗ в процессе их изготовления;
- разработка методов контроля и тестирования зондов, которые позволили бы получать информацию об их оптических свойствах.

Разрешение в СБОМ и его эффективность определяются главным образом характеристиками БОЗ, используемого в ближнепольном эксперименте. В данной статье рассматривается процесс изготовления БОЗ на основе вытяжки из оптического волокна с лазерным нагревом. Для того чтобы выполнить вытяжку зондов с заданными харак-

*Работа выполнена в рамках проекта подпрограммы "Электроника". Код 208.06.01.091.

теристиками и получить при этом хорошую воспроизводимость результатов, необходимо детально изучить параметры процесса. Для этого проводится исследование процесса по измерению временных параметров вытяжки, изучению основных закономерностей формирования геометрии БОЗ и закономерностей нагрева оптического волокна при вытяжке.

Изучение процесса "лазерной вытяжки" БОЗ

В большинстве случаев БОЗ представляет собой заостренное оптическое волокно с размерами острия при вершине, много меньшими длины волны света (порядка 100 нм). Для изготовления БОЗ в настоящее время применяется один из двух наиболее распространенных методов: химическое травление либо механическая вытяжка разогретого до вязкотекучего состояния локального участка волокна. Для нагрева в методе "лазерной вытяжки" применяется излучение CO_2 -лазера на длине волны 10,6 мкм (хорошее поглощение в кварце — материале оптоволокна). "Лазерная вытяжка" является наиболее широко используемым методом среди "тепловых". К одному из основных преимуществ этого метода относится высокая производительность. Однако осуществление контроля параметров вытяжки в ходе процесса представляет собой достаточно сложную задачу. Контроль важен для обеспечения высокого качества БОЗ и воспроизводимости. Сложность задачи обусловлена быстротой протекания процесса "лазерной вытяжки".

Для того чтобы осуществить "лазерную вытяжку" БОЗ с заданными характеристиками, а также обеспечить хорошую воспроизводимость, необходимо знать параметры процесса. Основными технологическими параметрами являются удлинение разогретого участка волокна и его температура во времени. Даже небольшие изменения температуры в ходе процесса могут привести к изменениям геометрических характеристик формируемого БОЗ.

Форма БОЗ в значительной степени зависит от симметричности источника тепла, сформированного на поверхности волокна за счет поглощенного лазерного излучения. Таким образом, для процесса "лазерной вытяжки" необходима оптическая схема фокусировки излучения, способная создать равномерную кольцевую засветку локального участка волокна. Такая схема была разработана, экспериментально проверена и описана в работе [6]. Основным элементом является сферическое зеркало, которое обеспечивает создание кольцевого источника тепла на волокне (рис. 1). Механическая часть данной установки содержит двухсто-

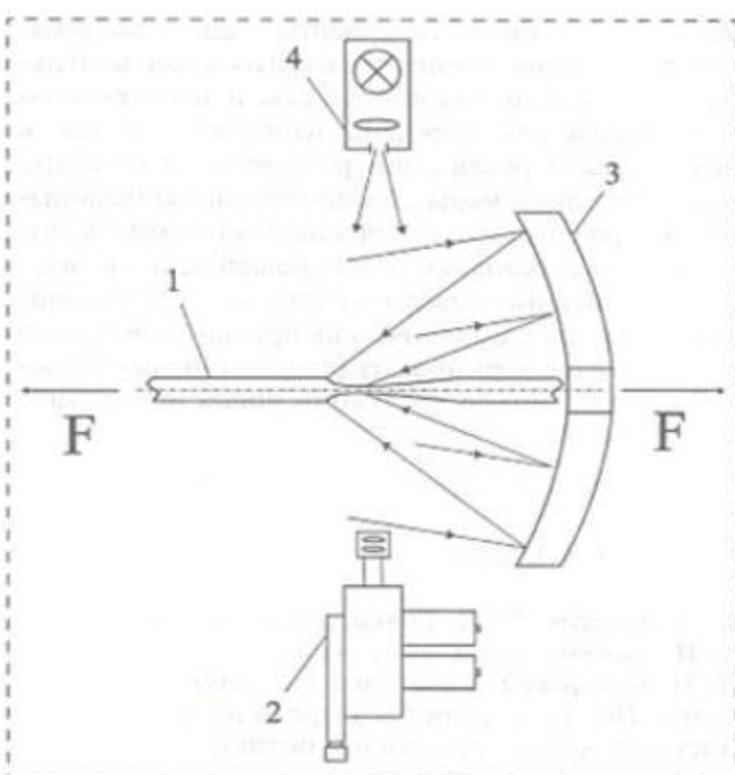


Рис. 1. Оптическая схема для высокоскоростной кино съемки "лазерной вытяжки" БОЗ:

1 — оптоволокно; 2 — высокоскоростная кинокамера СКС-1М; 3 — сферическое зеркало; 4 — осветительная система

ронный растягивающий в горизонтальной плоскости механизм.

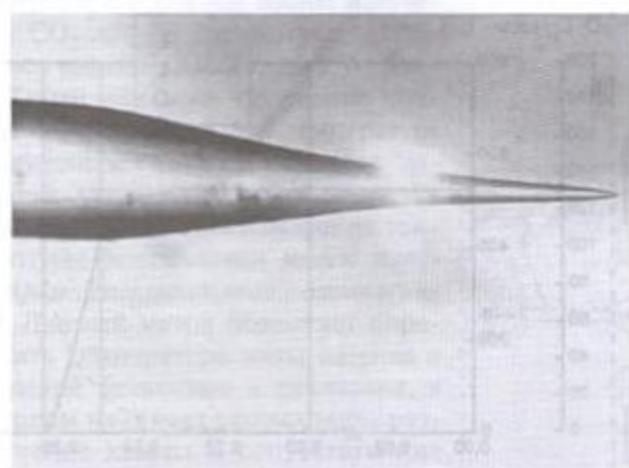
На установке были получены зонды с субмикрометровыми размерами острия на основе одномодового кварцевого волокна (диаметр световедущей жилы 9,5 мкм, диаметр кварцевой оболочки 125 мкм). Фотографии полученных острий БОЗ представлены на рис. 2. В дальнейшем установка была использована как при изучении кинетики "лазерной вытяжки", так и в экспериментах по изучению изменения температуры волокна в процессе.

Высокоскоростная кино съемка

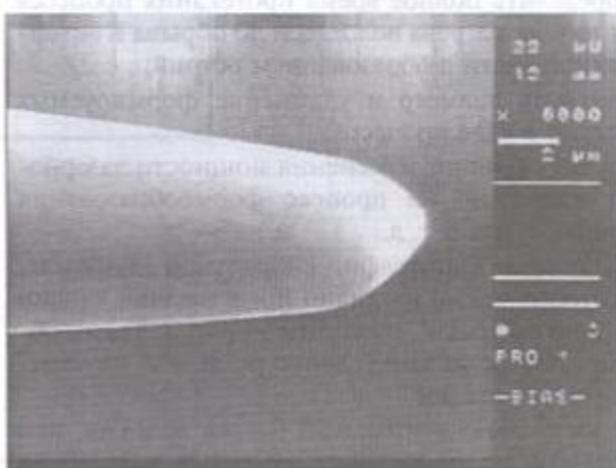
Для кино съемки процесса была использована камера СКС-1М, позволяющая проводить съемку со скоростью 150—4000 кадров в секунду. Для синхронизации кино съемки и начала нагрева волокна применен электромеханический затвор, общий как для осветительной системы, так и для источника лазерного излучения. Съемка проведена с пятикратным увеличением при скорости 600—1000 кадров в секунду.

Скоростная кино съемка позволяет получить некоторые новые знания о процессе "лазерной вытяжки" БОЗ из оптического волокна, а именно:

- пронаблюдать и изучить процесс визуально; выделить основные его стадии (рис. 3);



а)



б)

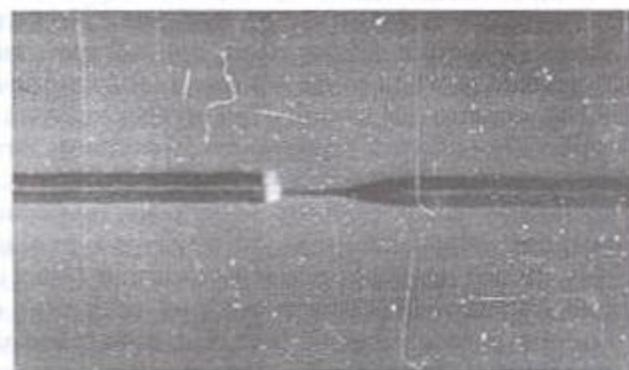
Рис. 2. Фотографии полученных острий БОЗ:

а — с увеличением 200^x; б — с увеличением 6000^x

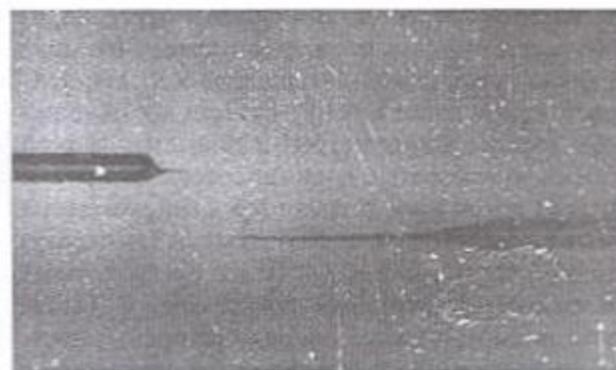
а)



б)



в)



г)

Рис. 3. Основные стадии "лазерной вытяжки". Кадры получены на основе скоростной киносъемки (5^x; 1000 кадр/с):а — $t = 0,16$ с; б — $t = 0,25$ с; в — $t = 0,26$ с; г — $t = 0,27$ с

- определить полное время протекания процесса от начала нагрева волокна и до обрыва в источенной части с образованием острий;
- измерить диаметр и удлинение формируемых острий в ходе процесса;
- изучить влияние изменения мощности лазерного излучения на процесс формообразования микроострия и т. д.

Некоторые фотографии скоростной киносъемки, которые также наглядно представляют стадии "лазерной вытяжки", показаны на рис. 3. Таким образом, процесс можно условно разделить на четыре основные стадии:

- относительно длительный нагрев волокна, при котором не происходит заметных изменений диаметра (рис. 3, а). Время — от начала отсчета и до момента t — составляет 0,15–0,16 с;
- небольшое плавное утончение разогретой части (рис. 3, б). Время $t = 0,15 \pm 0,24$ с;
- быстрое уменьшение диаметра при максимальном разогреве материала волокна в фокусе сферического зеркала, $t = 0,22 \pm 0,27$ с (рис. 3, в);
- разрыв с образованием острий (рис. 3, г).

Как видно на фотографиях, показанных на рис. 3, несмотря на двустороннюю "лазерную вытяжку" и фокусировку сферическим зеркалом сформированные после разрыва острия имеют различную геометрическую конфигурацию (по удлинению и углу конусности). Это объясняется следующим образом. В начальный момент времени фокусирующиеся лучи образуют на волокне кольцевую зону нагрева, которая сначала приводит к симметричному утончению диаметра и удлинению в обе стороны при растяжении. Далее по мере утончения волокна формирующееся острие со стороны зеркала (справа) выходит из зоны нагрева (рис. 3) и практически все излучение фокусируется на противоположном острие (слева). Это обуславливает более сильный нагрев острия слева и перераспределение его материала на острие справа, что приводит большему удлинению последнего. Дальнейшее растяжение ведет к тому, что при достижении размера десятка микрометров в диаметре тонкой перетяжки сказывается влияние расфокусировки кольцевого источника, а также эффекта рассеяния излучения (поскольку $\lambda = 10,6$ мкм), и температура в тонкой части снижается. Далее следует обрыв с образованием субмикрометровых острий. Таким образом, несмотря на все очевидные преимущества оптическая схема со сферическим зеркалом не является оптимальной, имея единственный экспериментально выявленный недостаток.

По данным киносъемки была построена зависимость минимального диаметра волокна в зоне нагрева $D(t)$ во времени (рис. 4), а также зависимость размеров длин острий $L_1(t)$ и $L_2(t)$. Длины

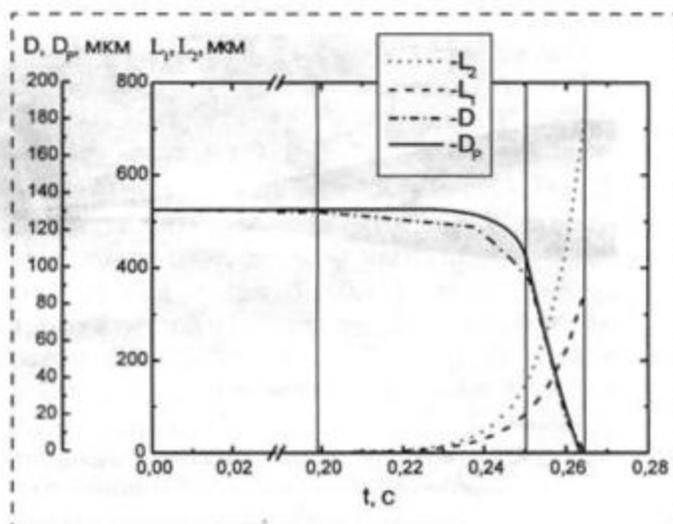


Рис. 4. Зависимости геометрических параметров формируемых острий БОЗ в ходе "лазерной вытяжки"

острий в процессе измерены от точки наименьшего диаметра тонкой перетяжки, соответственно вправо и влево до точки $D = 125$ мкм.

Полученные экспериментальные данные достаточно хорошо подтверждают теоретический анализ процесса "лазерной вытяжки" и математическую модель, основанную на законе вязкого течения Ньютона с учетом зависимости температуры от вязкости. Основные положения модели приведены в работе [7]. На рис. 4 также показана кривая $D_p(t)$, полученная в результате теоретического расчета.

Измерение температуры методом спектрального отношения

Вытяжка острий из кварцевого волокна представляет собой весьма сложный технологический процесс, так как данный материал имеет достаточно высокую температуру размягчения. Несколько выше находится температура, при которой кварц переходит в жидкую фазу и где возможно начало интенсивного испарения. При вытяжке острий необходимо работать в узком температурном интервале, и это составляет некоторые технологические трудности. Если в процессе вытяжки температура волокна опустится ниже температуры размягчения, то это приведет к отвердеванию и сколу острий, окончательный диаметр которых не достиг еще нанометрового размера. В случае, если температура приблизится к температуре испарения и материал перейдет в жидкую фазу, будет сильно сказываться действие сил гравитации на расплавленный объем и вытяжка острий будет протекать с искажением формы. Особенную трудность представляет поддержание нужной температуры с момента, когда диаметр волокна в зоне нагрева становится со-

измеримым с длиной волны излучения CO_2 -лазера и начинают проявляться явления рассеяния [8].

Таким образом, получение точной информации о температуре кварцевого волокна в процессе "лазерной вытяжки" острий является важной задачей. Для измерения температуры использован метод пирометрии спектрального отношения [9]. Данный метод позволяет определить температуру зоны нагрева с большой точностью в диапазоне, в котором начинается происходить размягчение кварца и сопутствующие изменения диаметра волокна при растяжении.

Схема экспериментальной установки представлена на рис. 5. Излучение CO_2 -лазера мощностью 1,2 Вт фокусируется на оптическое волокно 2 с помощью сферического зеркала 1, создавая на поверхности волокна кольцевой тепловой источник. Нагрев волокна сопровождается интенсивным испусканием теплового излучения. Часть этого излучения собирается с помощью оптических световодов 3. Далее "вырезаются" две полосы, соответствующие двум определенным длинам волн. Это сделано с помощью интерференционного светофильтра 4, $\lambda_1 = 1,06$ мкм, (совместно с оптическим светофильтром ИКС-7) и интерференционного светофильтра 5, $\lambda_2 = 0,69$ мкм (совместно с СЗС-25). Интенсивность этих полос измеряется с помощью фотоприемников 6 (ФД-24к). Сигнал от фотоприемников проходит через усилитель 7 и фиксируется на запоминающем осциллографе 8.

В основу работы пирометров спектрального отношения заложен тот факт, что при увеличении температуры тела максимум испускаемого им теплового излучения смещается в сторону малых длин волн. Таким образом, соотношение интенсивностей при двух длинах волн будет определенным образом изменяться в зависимости от температуры.

В пирометрии спектрального отношения измеряется соотношение потоков монохроматического излучения в двух участках спектра, которым сопоставляется так называемая цветовая температура. Далее переход от цветовой температуры T_c к истинной T_0 осуществляется по известному соотношению [10]

$$\frac{1}{T_0} = \frac{1}{T_c} + \frac{\lg \varepsilon_1 / \varepsilon_2}{C_2(1/\lambda_1 - 1/\lambda_2)},$$

где λ_1 и λ_2 — длины волн, на которых проводятся измерения спектрального отношения; ε_1 и ε_2 —

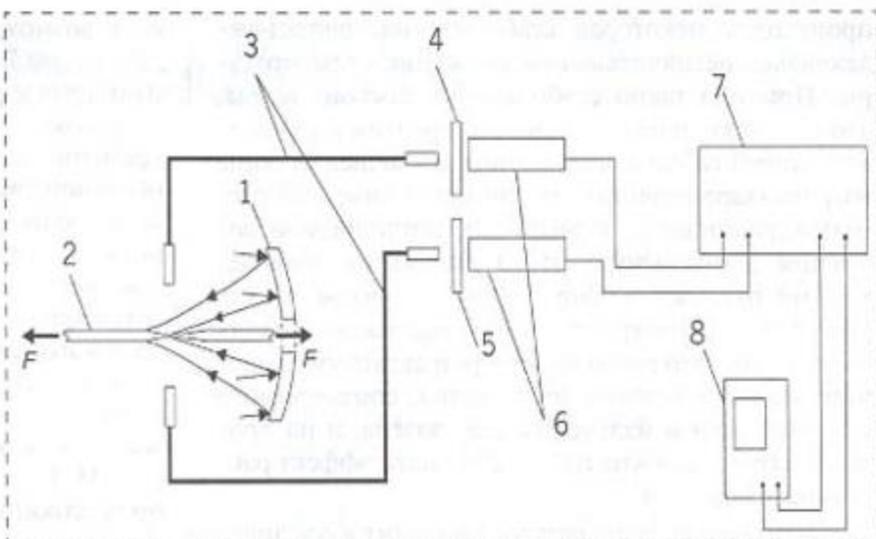


Рис. 5. Зависимости геометрических параметров формируемых острий БОЗ в ходе "лазерной вытяжки"

спектральные коэффициенты серости для этих длин волн; $C_2 = 1,44 \cdot 10^{-2}$ м · К.

В результате эксперимента была получена зависимость температуры волокна от времени в ходе "лазерной вытяжки" острий БОЗ (рис. 6). График построен исходя из того факта, что кварц можно считать "серым" телом, для которого наблюдается постоянство излучательной способности по спектру (т. е. $\varepsilon_1 = \varepsilon_2$) и, следовательно, его цветовая температура равна термодинамической.

На диаграмме показан процесс вытяжки, длительность которого составила 0,19 с. Это хорошо согласуется с данными скоростной киносъемки, полученными при схожих условиях эксперимента.

Как видно из графика на рис. 6, в начале вытяжки температура волокна в зоне нагрева начинает резко расти, достигая порядка 2500 К. Далее

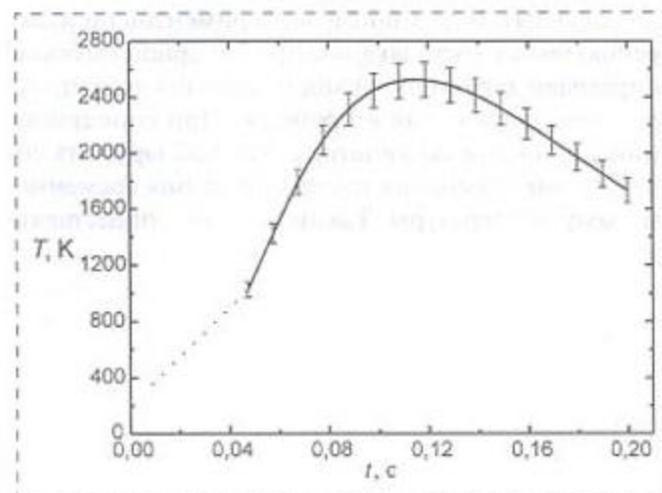


Рис. 6. Временной ход температуры кварцевого волокна в процессе "лазерной вытяжки" острий БОЗ

происходит некоторая стабилизация, сопровождающаяся незначительным снижением температуры. Причина такой стабилизации состоит в том, что общее количество теряемой энергии посредством конвективного охлаждения и смещения зоны нагрева (характерного для данной оптической схемы) выравнивается с энергией, поглощаемой волокном. Длительность этого участка на графике, видимо, отвечает за общую длину получаемого острия. Далее температура в зоне растяжения начинает падать. Это происходит в результате уменьшения диаметра волокна до значения, соизмеримого с длиной волны излучения CO_2 -лазера, и на процесс нагрева волокна начинает влиять эффект рассеяния излучения.

Уменьшение температуры приводит к увеличению вязкости, что ведет к обрыву волокна в наиболее тонкой части при температуре 1600 К. Обрыв при низкой температуре благоприятен при вытяжке, так как в этом случае можно избежать заплывания вершины острия под действием сил поверхностного натяжения, которое, в конечном итоге, могло бы принести к снижению коэффициента пропускания и эффективности БОЗ.

Заключение

В статье рассмотрены особенности лазерной технологии формирования оптоволоконных зондов для СБОМ — особенности тепловой вытяжки с лазерным нагревом. На основе данных скоростной киносъемки процесса изучена кинетика "лазерной вытяжки" зондов. Показано, что процесс занимает 0,2—0,28 с, включая длительный период нагрева до температуры размягчения (соответственно, 0,15—0,25 с) и очень короткую стадию непосредственного формирования острия (сотые доли секунды). В результате экспериментов по измерению температуры волокна при "лазерной вытяжке" определен характерный ход изменения температуры зоны растяжения в процессе. При сопоставлении с данными по кинетике легко обнаружить соответствие изменения геометрии острия временно-му ходу температуры. Таким образом, представля-

ется возможность проконтролировать некоторые параметры БОЗ в процессе их изготовления — длину острия и размеры вершины — путем введения в установку соответствующей обратной связи по времени нагрева оптоволоконка. Реализация такой обратной связи в представленной в статье установке позволило несколько оптимизировать процесс и получить улучшение характеристик БОЗ — снижение общей длины и уменьшение размеров вершины острия. Это должно положительно отразиться на пропускании БОЗ и обеспечиваемой им разрешающей способности устройств СБОМ. В свою очередь, данные характеристики БОЗ являются весьма важными при практическом использовании СБОМ, в том числе и в приложениях микро- и нанoeлектроники.

Список литературы

1. Létal P., Grmela L., Tománek P. Near-field photocurrent Spectroscopy: supersolving method for of Semiconductor interfaces // 8th co-mat-tech 2000, 4, stu Bratislava. 2000. P. 141—146.
2. Herndon M. K., Collins R. T., Hollingsworth R. E., Larson P. R., and Johnson M. B. Near-field scanning optical nanolithography using amorphous silicon photoresists // Appl. Phys. Lett. — Jan. 1999. 74 (1). P. 141—143.
3. Smolyaninov I., Mazzoni D. L., and Davis C. C. Near-Field, Direct-Write Ultra-Violet Lithography and Force Microscopic Studies of the Lithographic Process // Appl. Phys. Lett. 1995. 67. P. 3859—3861.
4. Davy S., and Spajer M. Near field optics: snapshot of the field emitted by a nanosource using a photosensitive polymer // Appl. Phys. Lett. 1996. 69. P. 3306.
5. Massanell J., Garcia N., and Zlatkin A. Nanowriting on ferroelectric surfaces with a scanning near-field optical microscope // Opt. Lett. 1996. 21. P. 12.
6. Kalachev A. I., Smirnov I. B., Veiko V. P. et al. Peculiarities of laser-assisted drawing-out processing of optical probes for SNOM // Proceedings SPIE. 1999. Vol. 3822. P. 199—206.
7. Атласов К. А., Вейко В. П., Калачев А. И., Капорский Л. Н., Яковлев Е. Б. Экспериментальные и теоретические исследования процесса "лазерной вытяжки" оптических ближнепольных зондов // Известия АН. Сер. физ. 2001. Т. 65. № 6. С. 941—945.
8. Williamson R. L., and Miles M. J. Melt-drawn Scanning Near-Field Optical Microscopy Probe Profiles // Appl. Phys. 1996. 80 (9). P. 4804—4812.
9. Снопко В. Н. Основы методов пирометрии по спектру теплового излучения. Минск: Ин-т физики им. Б. И. Степанова НАН Беларуси. 1999. 224 с.
10. Рибо Г. Оптическая пирометрия. М. Л.: ГТТИ. 1934. 455 с.