

УДК 534.1, 539.3

## РЕЗОНАНСНЫЕ СВОЙСТВА МНОГОСЛОЙНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОКАНТИЛЕВЕРОВ<sup>1</sup>

И. В. Уваров, ЯрГУ, аспирант, ilnik88@mail.ru

В. В. Наумов, ЯФ ФТИАН РАН, ст. научный сотрудник, к. ф.- м. н., vvnau@rambler.ru

И. И. Амиров, ЯФ ФТИАН РАН, зам. директора по научной работе, д. ф.- м. н., amirov@yf-ftian.ru

### Аннотация

Исследуются резонансные свойства трехслойных металлических кантилеверов, имеющих толщину 40 нм. Были изготовлены два типа кантилеверов: Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti. Резонансные частоты кантилеверов определялись по экспериментально полученным резонансным кривым. Возбуждение колебаний кантилеверов осуществлялось электромагнитным полем, для регистрации колебаний применялся метод светового рычага. Экспериментально получены зависимости первой и второй резонансных частот кантилеверов от длины и ширины. Проведен анализ экспериментальных данных, выполнено сравнение с результатами расчетов. Обсуждается связь резонансных свойств с формой и материалом нанокантилеверов.

**Ключевые слова:** наномеханические системы; нанокантилевер; резонансная частота; изгибные колебания; световой рычаг; шероховатость поверхности

### Введение

Кантилеверы широко применяются в микро- и наноэлектромеханических системах. Они используются в биосенсорах [1], детекторах различных веществ [2], для исследования молекулярных взаимодействий [3] и различных квантовых эффектов [4] и др. Уменьшение размеров кантилеверов позволяет снизить энергопотребление и повысить чувствительность устройств, поэтому все чаще вместо микрокантилеверов используются нанокантилеверы.

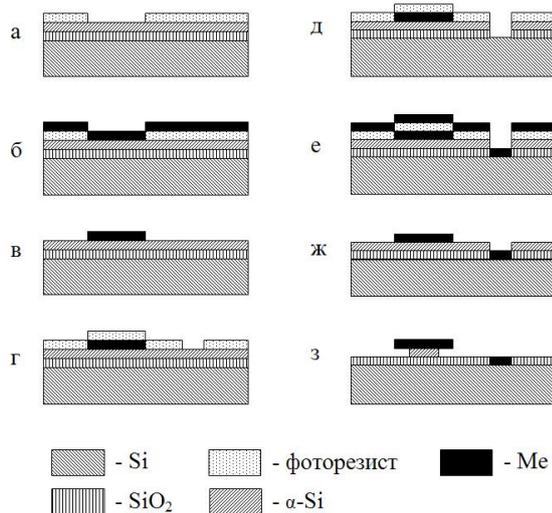
Нанокантилеверы зачастую изготавливаются из монокристаллических материалов, таких, как Si [5], SiC [6], AlN [7] и GaAs [8]. Данные материалы позволяют получать кантилеверы, обладающие высокой добротностью, что является важным для резонансных сенсоров. Использование металла в качестве структурного материала кантилеверов связано с определенными трудностями, так как металлические пленки имеют зернистую структуру, высокую шероховатость по-

верхности и содержат остаточные напряжения [9]. В то же время, металлы пластичны, хорошо отражают свет и являются проводниками [10]. Для интеграции нанорезонаторов с другими электронными устройствами, а также для производства изделий, в которых кантилевер должен быть проводящим (например, наномеханических переключателей [11]), необходимо уметь изготавливать металлические кантилеверы. В данной работе исследуются резонансные свойства сверхтонких металлических кантилеверов, имеющих трехслойную структуру.

### 1. Технология изготовления нанокантилеверов

Нанокантилеверы состояли из трех слоев металла и изготавливались в двух вариантах: Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti. Маршрут изготовления кантилеверов показан на рис. 1. На окисленную КДБ-пластину (толщина слоя SiO<sub>2</sub> 0.9 мкм) магнетронным напылением наносился жертвенный слой аморфного кремния ( $\alpha$ -Si) толщиной 2 мкм. Затем пластина покрывалась слоем позитивного фоторезиста, в котором методом контактной фотолитографии выполнялся рисунок кантилеверов

<sup>1</sup>Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Диагностика микро- и наноструктур» при финансовой поддержке министерства образования и науки РФ и гранта РФФИ № 10-07-00447-а.



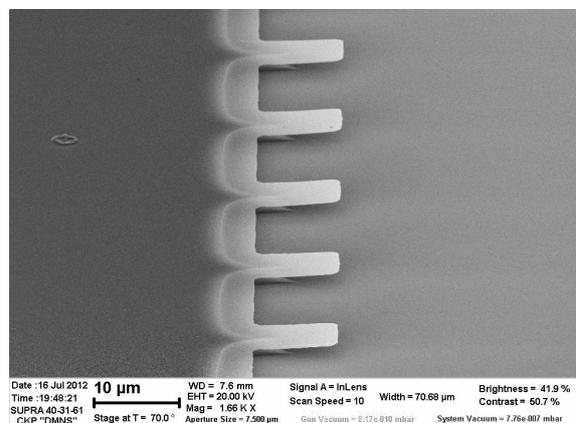
**Рис. 1.** Процесс изготовления нанокантилеверов

(рис. 1а). Магнетронным напылением на пластину наносились слои металла (Cr-Al-Cr или Ti-Al-Ti толщами 5-30-5 нм), затем производилось удаление оставшегося фоторезиста (взрывная литография, рис. 1б, в). Далее пластина снова покрывалась слоем фоторезиста, в котором методом контактной фотолитографии выполнялся рисунок контактной площадки (рис. 1г). Через окно в слое фоторезиста выполнялось травление слоя  $\alpha$ -Si в плазме  $SF_6$  и травление слоя  $SiO_2$  в растворе  $HF/NH_4F$  (рис. 1д). Затем напылялся слой Al толщиной 100 нм и производился "взрыв" (рис. 1е, ж). Далее выполнялось удаление жертвенного слоя  $\alpha$ -Si из-под кантилеверов в плазме  $SF_6$ , происходило освобождение кантилеверов (рис. 1з). Таким образом, воздушный зазор между кантилеверами и слоем  $SiO_2$  составлял 2 мкм. Изготавливаемые кантилеверы имели длину от 10 до 100 мкм, ширину от 2 до 10 мкм и толщину 40 нм. На рис. 2 показано СЭМ-изображение нанокантилеверов размерами 10 мкм  $\times$  4 мкм  $\times$  40 нм. Толщина кантилеверов измерялась с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Zeiss Supra-40, а также с помощью профилометра TALYSTEP фирмы Taylor-Hobson. Наличие тонких слоев Cr и Ti контролировалось с помощью времяпролетного вторично-ионного масс-спектрометра IONTOF SIMS5.

Освобождение – ключевой этап изготовления кантилеверов. Удаление жертвенного слоя зачастую выполняется с помощью жидкого травите-

ля [9]. Недостатком данного метода является возможность прилипания кантилеверов к подложке при высыхании жидкости, жидкостный метод освобождения требует специальных процедур сушки. Недостатком сухого травления жертвенного слоя является сильный нагрев освобожденной части кантилевера в плазме, так как при удалении жертвенного слоя уменьшается отвод тепла от кантилевера. Поэтому важно подобрать параметры травления таким образом, чтобы не перегреть кантилевер, но освободить его полностью. Не были освобождены кантилеверы шириной 10 мкм, так как для этого требовалось травить  $\alpha$ -Si достаточно долго. При этом уже освобожденные кантилеверы меньшей ширины сильно нагревались и приходили в негодность. Также не удавалось изготовить кантилеверы длиной более 70 мкм, так как они имели недостаточную для противостояния адгезионным силам [12] жесткость и прилипали к подложке.

Еще одной проблемой является изгиб кантилеверов при освобождении. При магнетронном напылении металла на подложку в слоях металла появляются остаточные напряжения, которые остаются неосвобожденными до тех пор, пока кантилевер связан с жертвенным слоем. При удалении жертвенного слоя кантилевер может изгибаться в ту или иную сторону под действием остаточных напряжений [13]. Нанокантилеверы изготавливались трехслойными, при этом слой алюминия был заключен между двумя более тонкими слоями хрома или титана. Верхний и нижний тонкие слои играли стабилизирующую роль, уменьшая изгибающее действие остаточных напряжений.



**Рис. 2.** СЭМ-изображение нанокантилеверов

## 2. Измерение резонансных характеристик нанокантилеверов

Резонансные характеристики нанокантилеверов исследовались с помощью собранного в ЯФ ФТИАН РАН стенда для диагностики МЭМС и НЭМС. Возбуждение колебаний кантилевера осуществлялось электромагнитным полем [14]. На контактную площадку кантилевера и контактную площадку кремниевой подложки устанавливались вольфрамовые иглы (рис. 3), подключенные к прецизионному генератору ГЗ-122. Между кантилевером и кремниевой подложкой прикладывалась разность потенциалов, кантилевер притягивался к подложке. Слой  $\text{SiO}_2$  служил изолятором. Возбуждение производилось синусоидальным сигналом, при этом кантилевер притягивался к подложке дважды за период возбуждающего сигнала, поэтому частота вынужденных колебаний кантилевера в 2 раза превышала частоту возбуждения. Амплитуда возбуждающего сигнала не превышала 15 В.

Регистрация колебаний кантилеверов осуществлялась методом светового рычага. Данный метод был предложен для регистрации отклонения кантилевера от начального положения в работе [15]. Он не требует подведения электрических контактов к кантилеверу, по чувствительности не уступает другим методам детектирования малых перемещений [16], является простым и надежным. Кроме того, метод удобно применять для исследуемых кантилеверов, так как коэффициент отражения света от металлических поверхностей относительно высок.

Луч He-Ne лазера ЛГН-207Б, проходя через оптическую систему стенда (рис. 4), фокусировался объективом на поверхность кантилевера. Диаметр сфокусированного пучка составлял 5 мкм. Отраженный от поверхности луч, проходя оптическую систему в обратном направлении, попадал на позиционно-чувствительный фотоприемник (ФП). Основным элемент ФП – двухсекторный фотодиод, сигнал с каждого сектора которого пропорционален освещенности сектора. Сигналы с секторов поступали на дифференциальный усилитель, так формировался выходной сигнал ФП. Начальная настройка стенда выполнялась таким образом, что при отсутствии колебаний кантилевера отраженный от его поверхности луч попадал на границу секторов (0 В на выходе ФП). Когда кантилевер совершал

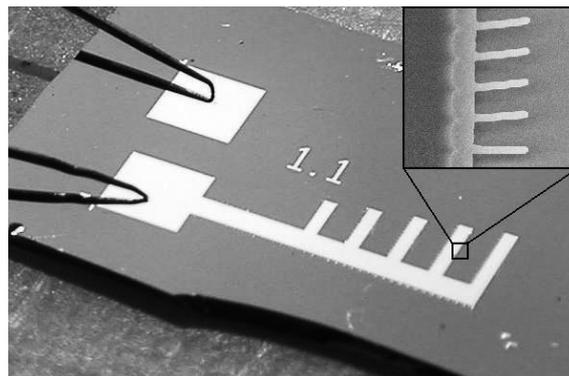


Рис. 3. Образец с установленными вольфрамовыми иглами

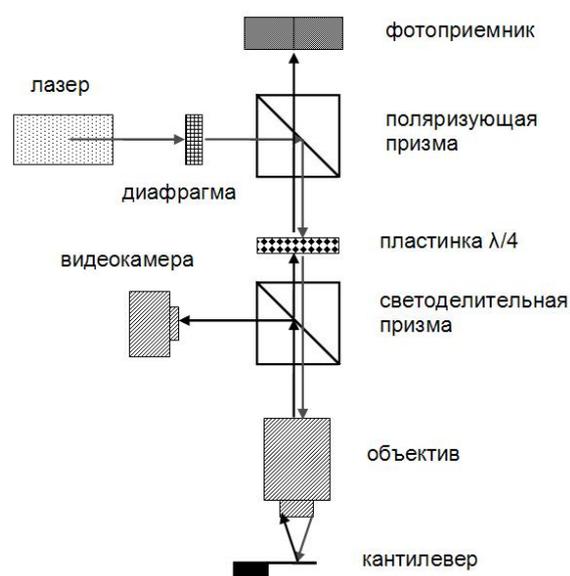


Рис. 4. Оптическая схема измерительного стенда

колебания, отраженный от его поверхности луч отклонялся от начального положения и поочередно перекрывал сектора ФП, на выходе которого наблюдался переменный электрический сигнал. Этот сигнал поступал на вольтметр В7-46/1. Приборы ГЗ-122 и В7-46/1 управлялись персональным компьютером через интерфейс GPIB с помощью модульной PXI-платформы фирмы National Instruments. Компьютерная программа задавала генератору частоту и амплитуду возбуждения и считывала показания вольтметра, затем задавала следующую частоту и т. д. Был обеспечен автоматический съем резонансной кривой кантилевера в заданном интервале частот с заданным шагом по частоте (максимальный диапазон частот – от 0 до 1 МГц, минимальный шаг по частоте –

0.001 Гц).

По резонансным кривым определялись резонансные частоты кантилеверов. Измерения проводились в воздухе при нормальных условиях. Экспериментально полученная резонансная кривая одного из кантилеверов показана на рис. 5.

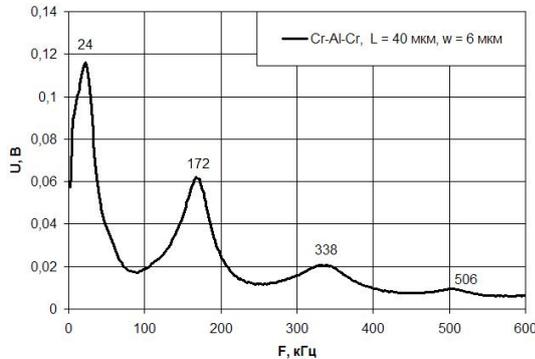


Рис. 5. Экспериментально полученная резонансная кривая нанокантилевера

### 3. Анализ резонансных частот

На экспериментально полученных резонансных кривых (рис. 5) наблюдались, как правило, не менее двух резонансных пиков. Резонансные пики могут соответствовать изгибным и крутильным колебаниям кантилевера [17]. Согласно классической теории балок Эйлера-Бернулли, собственные частоты изгибных колебаний кантилевера длиной  $L$  и толщиной  $t$ , состоящего в направлении оси  $z$  (по толщине) из  $N$  слоев с толщинами  $t_i$ , плотностями  $\rho_i$  и модулями Юнга  $E_i$ , задаются выражением [18]

$$f_n^{\text{изг}} = \frac{\omega_n}{2\pi} = \frac{k_n^2}{2\pi L^2} \left( \frac{\int_t E(z - z_0)^2 dz}{\sum_{i=1}^N t_i \rho_i} \right)^{1/2}, \quad (1)$$

где  $k_n$  – соответствующая  $n$ -й частоте постоянная ( $k_n = 1.8751, 4.6941$  для первой и второй моды соответственно),  $z_0$  – координата нейтральной линии (линии, которая не меняет свою длину при изгибе кантилевера). Координата  $z_0$  может быть найдена из условия равенства нулю напряжения растяжения/сжатия, проинтегрированного по поперечному сечению кантилевера:

$$\int_t E(z - z_0)^2 dz = 0. \quad (2)$$

Собственные частоты крутильных колебаний кантилевера задаются выражением

$$f_n^{\text{крут}} = \frac{(2n - 1)\sqrt{3}}{wL} \left( \frac{\int_t G(z - z_0)^2 dz}{\sum_{i=1}^N t_i \rho_i} \right)^{1/2}, \quad (3)$$

где  $n = 1, 2, 3, \dots, w$  – ширина кантилевера,  $G$  – модуль сдвига. Выражения (1) и (3) использовались при расчете собственных частот кантилеверов. При этом кантилеверы полагались трехслойными: внешние слои Cr или Ti толщиной по 5 нм каждый, внутренний слой Al толщиной 30 нм. Использовались следующие значения модулей Юнга, модулей сдвига и плотностей:  $E_{Cr} = 279$  ГПа,  $E_{Ti} = 112$  ГПа,  $E_{Al} = 70$  ГПа,  $G_{Cr} = 115$  ГПа,  $G_{Ti} = 41$  ГПа,  $G_{Al} = 26$  ГПа,  $\rho_{Cr} = 7150$  кг/м<sup>3</sup>,  $\rho_{Ti} = 4506$  кг/м<sup>3</sup>,  $\rho_{Al} = 2700$  кг/м<sup>3</sup>. Согласно (1), собственные частоты изгибных колебаний должны изменяться обратно пропорционально квадрату длины кантилевера и не должны зависеть от его ширины. Согласно (3), собственные частоты крутильных колебаний должны изменяться обратно пропорционально длине и ширине кантилевера.

Добротности кантилеверов, рассчитанные по первым двум резонансным пикам, составляли порядка 4. Расчеты показывают, что таким добротностям соответствует сдвиг резонансной частоты относительно собственной не более чем на 3%. Это позволяет не учитывать демпфирование при сравнении измеренных резонансных частот с рассчитанными собственными частотами [19].

На рис. 6а и 6б показаны зависимости 1-й и 2-й резонансных частот кантилеверов Cr-Al-Cr от длины кантилевера. Точки соответствуют экспериментальным данным, линии – результатам расчетов с помощью выражения (1). Видно, что в случае первой резонансной частоты (рис. 6а) экспериментальные данные хорошо согласуются с теорией для первой изгибной моды. Характер зависимости соблюдается для кантилеверов различной ширины. В случае второй резонансной частоты (рис. 6б) наблюдается расхождение эксперимента с теорией для второй изгибной моды, в особенности у кантилеверов длиной 10 мкм. Однако если предположить, что вторая резонансная частота соответствует крутильной моде, то должна наблюдаться зависимость частоты от ширины кантилевера (см. выражение (3)). На рис. 6б такой зависимости не наблюдается, кантилеверы различных ширин имеют близкие резонансные частоты.

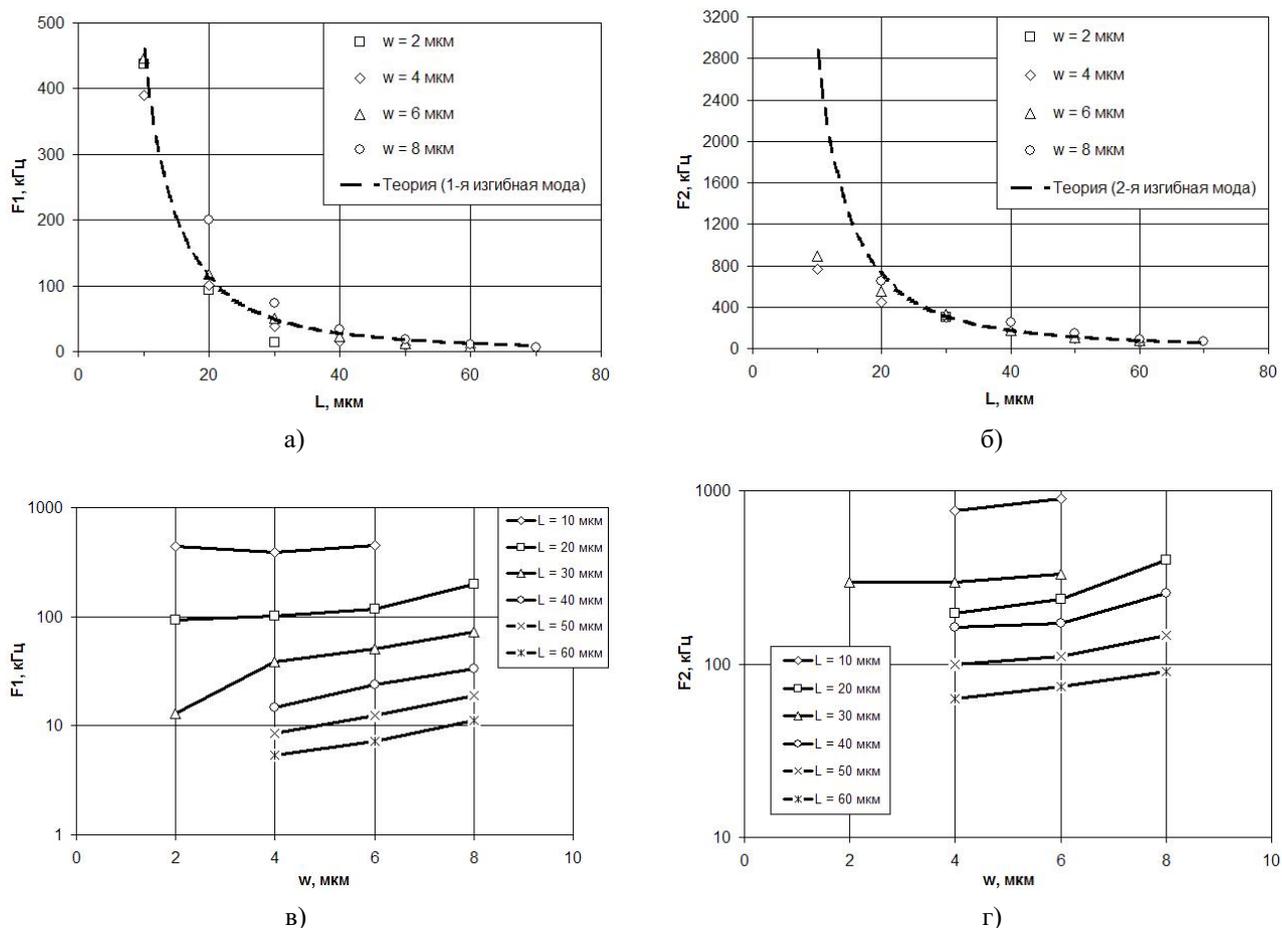


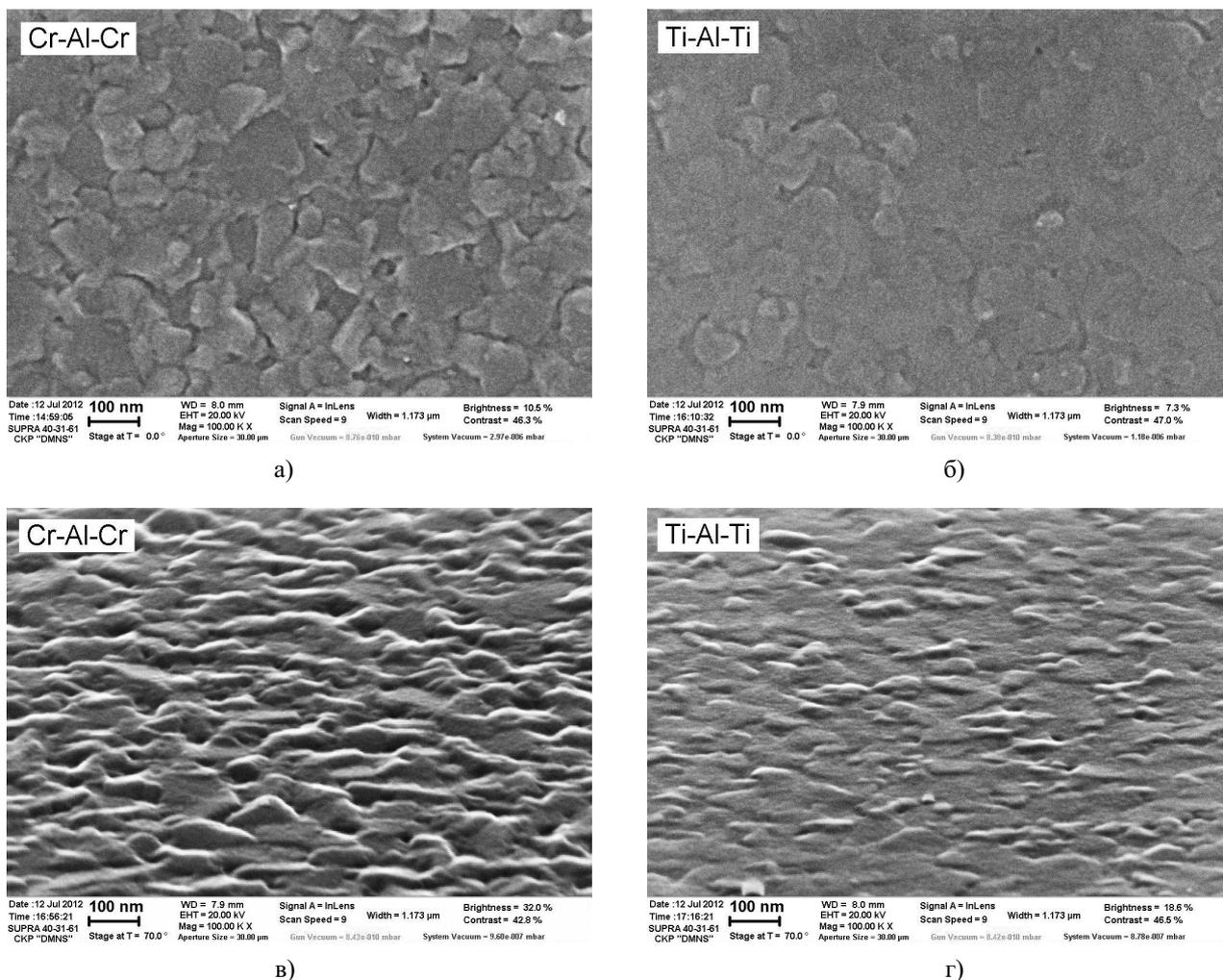
Рис. 6. Зависимость 1-й и 2-й резонансных частот кантилеверов Cr-Al-Cr от длины (а, б) и ширины (в, г)

На рис. 6 в и 6 г показаны экспериментально полученные зависимости 1-й и 2-й резонансных частот кантилеверов от ширины кантилевера. Видно, что с увеличением ширины резонансные частоты кантилеверов увеличиваются. Это говорит о том, что и 1-я, и 2-я частоты не могут соответствовать крутильным модам, так как, согласно (3), частоты крутильных мод должны уменьшаться с ростом ширины кантилевера. В то же время, согласно (1), частоты изгибных мод не должны зависеть от ширины кантилевера. Наблюдаемый рост частоты может быть вызван дефектами, возникающими в процессе изготовления кантилеверов [20]. Одним из таких дефектов является неполное удаление жертвенного слоя из-под кантилевера. На рис. 2 виден остаток слоя  $\alpha$ -Si под кантилеверами в области крепления к опорной площадке. Чем больше ширина кантилевера, тем больше аморфного кремния необходимо удалить, чтобы освободить его. Кантилеверы раз-

личных длин и ширины освобождались одновременно. Плазменное травление жертвенного слоя  $\alpha$ -Si производилось в течение 30 с. За это время узкие кантилеверы полностью освобождались, а под более широкими оставался удаленный  $\alpha$ -Si. При этом чем шире был кантилевер, тем длиннее была неосвобожденная область и тем меньше была эффективная длина кантилевера. Поэтому более широкие кантилеверы имели более высокие резонансные частоты изгибных колебательных мод.

#### 4. Сравнение образцов Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti

На рис. 7 показаны СЭМ-изображения поверхности кантилеверов Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti. На изображениях, полученных под углом  $90^\circ$  к поверхности (рис. 7 а и 7 б), видна зернистая структура металлической пленки. Латеральные размеры зерен у образцов Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti были одинаковыми и составляли порядка  $50 \div 100$  нм. На



**Рис. 7.** СЭМ-изображения поверхности кантилеров Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti под углами 90° (а, б) и 30° (в, г) к плоскости кантилевера

изображениях, полученных под углом 30° к поверхности (рис. 7 в и 7 г), видно, что неровности на поверхности кантилевера Ti-Al-Ti имеют меньшую высоту, чем на поверхности Cr-Al-Cr. Шероховатая поверхность – недостаток кантилеров Cr-Al-Cr. Желательно, чтобы поверхность кантилевера была как можно более гладкой, так как шероховатость поверхности может влиять на его резонансные частоты [21] и добротности [22]. С этой точки зрения кантилеверы Ti-Al-Ti имеют преимущество. Недостатком же их является высокая газопоглощительная способность титана. Кислород из воздуха может поглощаться верхним и нижним слоями кантилевера, что со временем может привести к изменению его резонансных свойств.

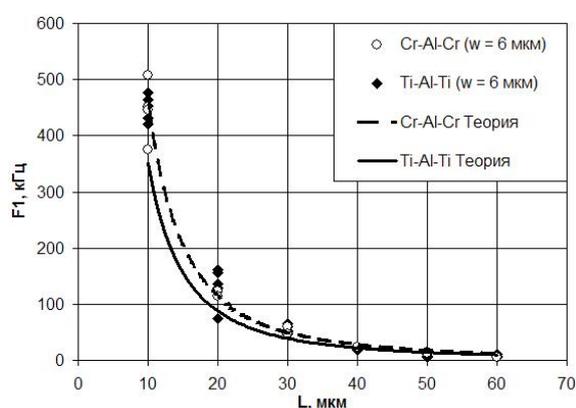
На рис. 8 показаны экспериментально полученные значения 1-й резонансной частоты кан-

тилеров Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti шириной 6 мкм, а также рассчитанные по формуле (1) зависимости 1-й резонансной частоты от длины кантилевера. Согласно расчетам, резонансные частоты кантилеров Cr-Al-Cr должны быть несколько выше, чем Ti-Al-Ti. В эксперименте не было обнаружено систематических различий в резонансных частотах образцов Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti. Это может говорить о том, что слои Cr и Ti толщиной 5 нм с учетом шероховатости поверхности кантилевера практически не отличались друг от друга по упругим свойствам.

### Заключение

В работе исследовались резонансные свойства трехслойных металлических кантилеров Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti толщиной 40 нм. Были экспериментально получены зависимости 1-й и 2-й рез-

онансных частот от длины и ширины кантилеверов. Обе резонансные частоты соответствовали изгибным колебаниям кантилевера. Экспериментально полученные значения 1-й резонансной частоты хорошо согласуются с расчетной зависимостью частоты от длины кантилевера. В случае 2-й резонансной частоты наблюдается расхождение с теорией для кантилеверов длиной 10 мкм. Наблюдается увеличение резонансных частот с ростом ширины кантилевера. Возможно, это связано с неполным освобождением широких кантилеверов. Cr-Al-Cr кантилеверы имели более шероховатую поверхность, чем Ti-Al-Ti. Разница в шероховатости поверхности могла привести к тому, что кантилеверы двух типов имели практически одинаковые резонансные свойства.



**Рис. 8.** Зависимость 1-й резонансной частоты кантилеверов Cr-Al-Cr и Ti-Al-Ti от длины кантилевера

## Литература

- Arlett J.L., Myers E.B., Roukes M.L. Comparative advantages of mechanical biosensors. // *Nature Nanotechnology*. 2011. Vol. 6. P. 203–215.
- Boisen A., Dohn S., Keller S.S. *et al.* Cantilever-like micromechanical sensors. // *Reports on Progress in Physics*. 2011. Vol. 74. 036101. 30 pp.
- Kwon T., Eom K., Park J. *et al.* Micromechanical observation of the kinetics of biomolecular interactions. // *Applied Physics Letters*. 2008. Vol. 93. 173901. 3 pp.
- Blencowe M. Quantum electromechanical systems. // *Physics Reports*. 2004. Vol. 395. P. 159–222.
- Cleland A.N., Roukes M.L. Fabrication of high frequency nanometer scale mechanical resonators from bulk Si crystals. // *Applied Physics Letters*. 1996. Vol. 69. P. 2653–2655.
- Yang Y.T., Ekinici K.L., Huang X.M.H. *et al.* Monocrystalline silicon carbide nanoelectromechanical systems. // *Applied Physics Letters*. 2001. Vol. 78. P. 162–164.
- Cleland A.N., Pophristic M., Ferguson I. Single-crystal aluminum nitride nanomechanical resonators. // *Applied Physics Letters*. 2001. Vol. 79. P. 2070–2072.
- Dana A., Ho F., Yamamoto Y. Mechanical parametric amplification in piezoresistive gallium arsenide microcantilevers. // *Applied Physics Letters*. 1998. Vol. 72. P. 1152–1154.
- Nelson-Fitzpatrick N., Ophus C., Luber E. *et al.* Synthesis and characterization of Au-Ta nanocomposites for nanomechanical cantilever devices. // *Nanotechnology*. 2007. Vol. 18. 355303. 7 pp.
- Luber E., Mohammadi R., Ophus C. *et al.* Tailoring the microstructure and surface morphology of metal thin films for nanoelectromechanical systems applications. // *Nanotechnology*. 2008. Vol. 19. 125705. 7 pp.
- Loh O.Y., Espinosa H.D. Nanoelectromechanical contact switches. // *Nature Nanotechnology*. 2012. Vol. 7. P. 283–295.
- Bhushan B. Adhesion and stiction: Mechanisms, measurement techniques, and methods for reduction. // *Journal of Vacuum Science and Technology B*. 2003. Vol. 21. P. 2262–2296.
- Fang W., Wickert J.A. Determining mean and gradient residual stresses in thin films using micromachined cantilevers. // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. 1996. Vol. 6. P. 301–309.
- Abdel-Rahman E.M., Younis M.I., Nayfeh A.H. Characterization of the mechanical behavior of an electrically actuated

- microbeam. / Journal of Micromechanics and Microengineering. 2002. Vol. 12. P. 759–766. // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2005. Vol. 15. P.1454–1458.
15. Meyer G., Amer N.M. Novel optical approach to atomic force microscopy. // Applied Physics Letters. 1988. Vol. 53. P. 1045–1047.
16. Ekinici K.L. Electromechanical transducers at the nanoscale: Actuation and sensing of motion in nanoelectromechanical systems (NEMS). // Small. 2005. Vol. 1, № 8-9. P. 786–797.
17. Reinstaedtler M., Rabe U., Scherer V. *et al.* Imaging of flexural and torsional resonance modes of atomic force microscopy cantilevers using optical interferometry. // Surface Science. 2003. Vol. 532-535. P. 1152–1158.
18. Sandberg R., Svendsen W., Molhave K. *et al.* Temperature and pressure dependence of resonance in multi-layer microcantilevers. // Journal of Micromechanics and Microengineering. 2005. Vol. 15. P.785–791.
19. McFarland A. W., Poggi M. A., Bottomley L. A. *et al.* Characterization of microcantilevers solely by frequency response acquisition. / Journal of Micromechanics and Microengineering. 2005. Vol. 15. P. 785–791.
20. Guillon S., Saya D., Mazonq L. *et al.* Effect of non-ideal clamping shape on the resonance frequencies of silicon nanocantilevers. // Nanotechnology. 2011. Vol. 22. 245501. 9 pp.
21. Duan H., Xue Y., Yi X. Vibration of cantilevers with rough surfaces. // Acta Mechanica Sinica. 2009. Vol. 22, No. 6. P. 550–554.
22. Palasantzas G. Surface roughness influence on the quality factor of high frequency nanoresonators. // Journal of Applied Physics. 2008. Vol. 103. 046106. 3 pp.

## RESONANCE PROPERTIES OF MULTILAYER METALLIC NANOCANTILEVERS

I. V. Uvarov, P. G. Demidov Yaroslavl State University

V. V. Naumov, P. G. Demidov Yaroslavl State University

I. I. Amirov, P. G. Demidov Yaroslavl State University

### Abstract

Resonant properties of three-layer metallic cantilevers with 40 nm thickness are investigated. Two types of nanocantilevers were fabricated: Cr-Al-Cr and Ti-Al-Ti. Resonant frequencies of nanocantilevers were determined from experimentally obtained resonant curves. Cantilever oscillations were excited by electric force, registration of cantilever motion was performed by optical lever method. Dependencies of first and second resonant frequencies on cantilever length and width were experimentally obtained. Experimental data analysis and comparison with theoretical predictions were performed. Relations between cantilever resonance properties and its dimensions and material are discussed.

**Keywords:** nanoelectromechanical systems; nanocantilever; resonant frequency; flexural mode; optical lever; surface roughness