

*Московский государственный технический
университет имени Н.Э.Баумана*

С.Д. Карпухин,

Ю.А. Быков,

М.А. Щёкотов

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

**Сканирующая туннельная микроскопия.
Аппаратура, принцип работы, применение**

Под редакцией профессора, д.т.н.

Ю.А. Быкова

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана

Введение

Первый сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) был создан сравнительно недавно, в 1982 году. Тем не менее, в настоящее время он нашёл применение во многих научных и производственных лабораториях, и область его использования продолжает интенсивно расширяться.

Интерес к СТМ объясняется его уникальным разрешением, позволяющим проводить исследования на атомном уровне. При этом для работы микроскопа не требуется высокий вакуум, в отличие от электронных микроскопов других типов. Он может работать на воздухе и даже в жидкой среде.

Применение СТМ позволяет выявить особенности кристаллического строения поверхности различных материалов, её шероховатость с нанометровым разрешением, наблюдать закономерности зародышеобразования при выращивании плёнок, изучать вирусы, молекулы ДНК и т.д.

Цель данного учебного пособия - научить слушателей грамотно использовать возможности туннельной микроскопии в своей научно-исследовательской и других видах деятельности. В пособии рассмотрены: принцип работы СТМ, его устройство, технические характеристики, методы подготовки объектов для исследований и особые требования к ним, программное обеспечение аппаратуры, области применения сканирующей туннельной микроскопии. Кроме того, настоящее пособие может служить руководством к проведению лабораторных работ с демонстрацией функционирования СТМ и его возможностей по профилю подготовки специалистов.

В большинстве случаев в своей будущей работе слушатели будут выступать в роли "потребителей" результатов исследований на СТМ. Поэтому в пособии предусматривается обучение слушателей постановке задачи исследования перед оператором СТМ, а также расшифровке выдаваемой аппаратурой компьютеризированной информации с последующим её анализом.

Авторы выражают благодарность разработчику туннельного микроскопа СММ-2000Т канд. физ-мат. наук Б.А. Логинову за консультации и предоставленные иллюстративные материалы, рецензентам д-ру техн. наук, проф. Н.М. Рыжову, д-ру физ.-мат. наук, проф. М.И. Кисилёву, д-ру техн. наук Ю.И. Матросову.

Принцип работы сканирующего туннельного микроскопа

По своей природе электрон обладает как волновыми, так и корпускулярными свойствами. Его поведение описывается с помощью решения уравнения Шрёдингера – волновой функции, квадрат модуля которой характеризует плотность вероятности нахождения электрона в данной точке пространства в данный момент времени.

Расчёты показывают, что волновые функции электронов в атоме отличны от нуля и за пределами сферы, соответствующей поперечнику эффективного сечения атома (размеру атома). Поэтому при сближении атомов волновые функции электронов перекрываются раньше, чем начинает существенно сказываться действие межатомных сил отталкивания. Появляется возможность перехода электронов от одного атома к другому. Таким образом, возможен обмен электронами и между двумя телами, сближенными без соприкосновения, то есть без механического контакта.

Для обеспечения направленного движения электронов (электрического тока) между такими телами необходимо выполнение двух условий:

1) у одного тела должны быть свободные электроны (электроны проводимости), а у другого – незаполненные электронные уровни, куда могли бы перейти электроны;

2) между телами требуется приложить разность потенциалов, и её величина несоизмеримо мала в сравнении с той, что требуется для получения электрического разряда при пробое воздушного диэлектрического зазора между двумя телами.

Электрический ток, возникающий при заданных условиях, объясняется туннельным эффектом и называется туннельным током.

На практике явление туннелирования в СТМ реализуется, когда один из проводников представляет собой иглу (зонд) 1, а другой – поверхность исследуемого объекта 3 (рис. 1).

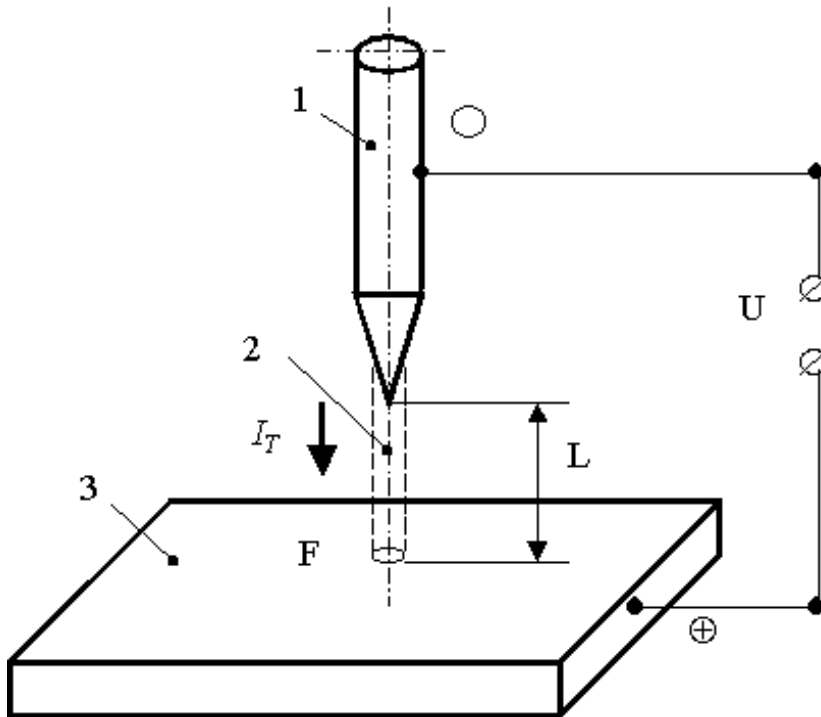


Рис. 1. Схема протекания туннельного тока между зондом и объектом: 1 – зонд; 2 – пучок электронов; 3 – объект (образец); U – разность потенциалов между зондом и объектом; I_T – туннельный ток; L – расстояние между зондом и объектом; F – площадь туннельного контакта

Электронам проводимости на острие зонда 1 необходимо получить определенную энергию, чтобы перейти в зону проводимости объекта 3. Величина этой энергии зависит от расстояния между зондом и поверхностью объекта L , разности потенциалов между ними U и величинами работы выхода электронов Φ_1 и Φ_2 с поверхности зонда и поверхности исследуемого объекта соответственно.

При сближении зонда и поверхности объекта на расстояние $L \approx 5 \text{ \AA}$ (когда волновые функции электронов ближайших друг к другу атомов зонда и объекта перекроются) и приложении разности потенциалов

$U \approx 0,1 \dots 1$ В, между зондом и объектом возникает ток, обусловленный туннельным эффектом:

$$I_T \approx e \cdot n \cdot V \cdot D \cdot F, \quad (1)$$

где $e=1,6 \times 10^{-19}$ К – заряд электрона; $n \approx 10^{28} \text{ м}^{-3}$ – концентрация электронов проводимости; $V \approx 10^6$ м/с – скорость электронов; F – площадь поперечного сечения пучка электронов; D – вероятность прохождения электронов через зазор L в режиме туннельного эффекта, которая может быть оценена формулой

$$D \approx e^{-2k_0L}, \quad (2)$$

(здесь

$$k_0 = \sqrt{\frac{2m\Phi}{\hbar^2}}, \quad (3)$$

где m – масса электрона, $m = 9,1095 \times 10^{-31}$ кг; Φ – величина эффективного энергетического барьера системы зонд-объект; \hbar – постоянная Планка, $\hbar = 1,05 \times 10^{-34}$ Дж·с).

Для подавляющего большинства пар зонд-объект значение эффективного энергетического барьера составляет $\Phi \approx 7,2 \times 10^{-19}$ Дж (4,4 эВ), и, как следует из расчёта по формуле (3), $k_0 \approx 1,1 \text{ \AA}^{-1}$.

При оценке туннельного тока I_T полагают, что поток электронов "стекает с крайнего атома" на кончике иглы, образуя пучок электронов 2 (см. рис. 1) диаметром порядка 4 \AA (что обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа по плоскости объекта). В этом случае площадь поперечного сечения пучка электронов $F \approx 10^{-19} \text{ м}^2$.

Подставив расчётные параметры в уравнение (1), получим ориентировочные значения туннельного тока:

$$I_T \approx 3 \times 10^{-9} \text{ А}$$

Туннельный ток экспоненциально зависит от расстояния между зондом и образцом. Расстояние L входит в показатель степени экспоненциальной зависимости D от L - см. формулу (2) - и, соответственно, влияет на значение I_T - см. формулу (1). Поэтому при увеличении расстояния только на 1 \AA показатель D и, соответственно, туннельный ток I_T уменьшаются почти в 10 раз. Это обеспечивает высокую разрешающую способность микроскопа по высоте объекта, поскольку незначительные изменения по высоте рельефа поверхности вызывают существенное увеличение или уменьшение туннельного тока.

Сканирующий туннельный микроскоп функционирует следующим образом (рис. 2).

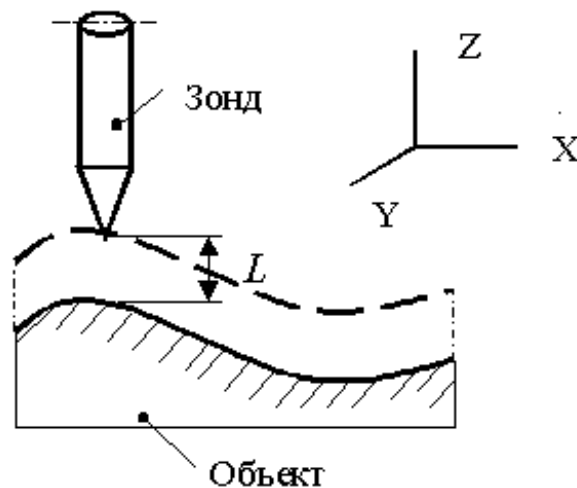


Рис. 2. Схема перемещения зонда над поверхностью объекта

Зонд подводят по вертикали (ось Z) к поверхности образца до появления туннельного тока. Затем перемещают зонд над поверхностью по осям X , Y (сканирование), поддерживая ток постоянным посредством перемещения иглы зонда по нормали к поверхности. При сканировании зонд остаётся на одном и том же расстоянии L от поверхности образца. Вертикальное перемещение зонда для сохранения расстояния L прямо отражает рельеф поверхности образца.

При работе СТМ расстояние между объектом и зондом $L \approx 3 \dots 10 \text{ \AA}$, поэтому вероятность нахождения между ними молекул воздуха при нормальных атмосферных условиях очень мала, т.е. протекание туннельного тока происходит в «вакууме». Окружающая среда влияет только на чистоту исследуемой поверхности, определяя химический состав адсорбционных слоёв и окисление её активными газами атмосферы.

Отсюда вытекает важный для практического применения принцип работы СТМ: для работы сканирующего туннельного микроскопа вовсе не требуется высокий вакуум, как для электронных микроскопов других типов.

Устройство сканирующего туннельного микроскопа

Рассмотренный принцип работы микроскопа для исследования структуры поверхности материала или шлифа, основанный на использовании в качестве инструмента измерения туннельного тока, был сформулирован в начале XX века после открытия основных положений квантовой механики.

Однако практические трудности по разработке высокоточных двигателей для перемещения острия зонда, регистрирующих и следящих приборов, задержали появление конструкции туннельного микроскопа вплоть до конца XX столетия.

Первый прибор был создан в 1982 году сотрудниками исследовательской лаборатории фирмы ИВМ в Рюшликоне (Швейцария). За создание прибора Герду Биннингу (Швейцария) и Генриху Рореру (Германия) в 1986 году была присуждена Нобелевская премия [1].

Блок-схема СТМ, работающего в режиме постоянного туннельного тока, представлена на рис. 3.

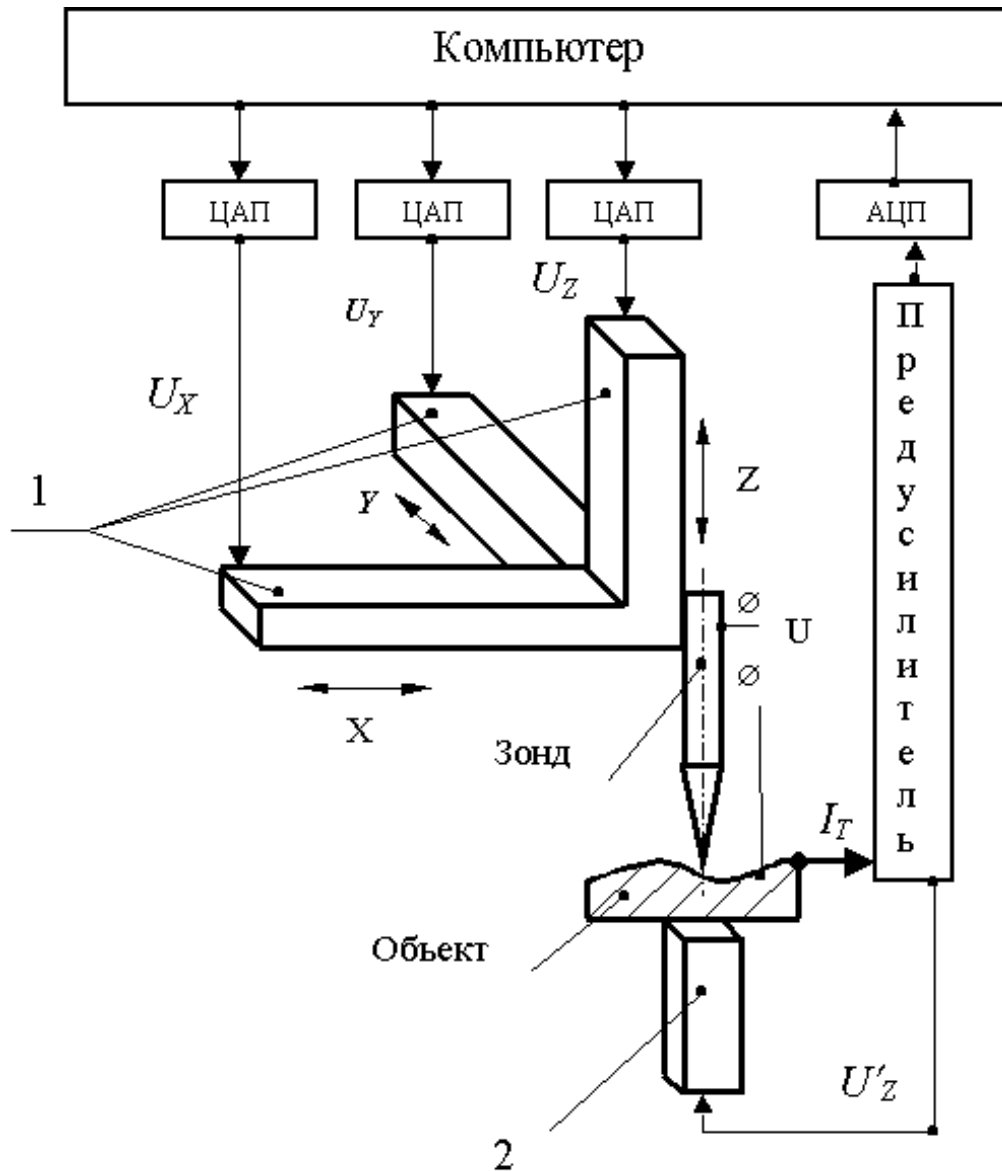


Рис. 3. Блок-схема сканирующего туннельного микроскопа: 1 – двигатели для перемещения зонда по осям X , Y , Z ; 2 – двигатель для перемещения объекта по оси Z ; U_x , U_y , U_z , - напряжения, подаваемые на двигатели 1; U_z' – напряжение, подаваемое на двигатель 2; U – разность потенциалов между зондом и объектом; I_t – туннельный ток

Зонд перемещается в плоскости объекта XY и по нормали к ней Z с помощью трёх двигателей 1. Объект подводится к острию зонда с помощью двигателя 2.

От цифроаналогового преобразователя (ЦАП) подаются напряжения U_x и U_y на X - и Y -двигатели 1, управляющие сканированием зонда в плоскости XY объекта. На Z -двигатель 1 подается напряжение U_z обратной связи $U_z = f(I_t)$, и двигатель начинает перемещать зонд по нормали к поверхности

объекта до тех пор, пока туннельный ток I_T цепи зонд – образец не будет стабилизирован на заданном уровне. Таким образом, изменение U_z при сканировании поверхности $U_z=f(U_x, U_y)$ будет количественно отражать характер изменения рельефа поверхности $z=f(x, y)$. Для регистрации этих зависимостей используется компьютер, обрабатывающий сигнал из АЦП. Это позволяет быстро менять параметры эксперимента, проводить математическую обработку трёхмерного массива данных, запоминать и выводить данные в различной форме. Сигнал на АЦП поступает из предусилителя, который служит для усиления туннельного тока.

Электронные устройства, используемые в СТМ, традиционны, и вся специфика прибора в основном связана с конструкцией двигателей перемещения зонда и образца. К этим двигателям предъявляются жесткие и отчасти противоречивые требования.

Во-первых, они должны обеспечивать по возможности большие перемещения при высокой жесткости устройства, что необходимо для защиты СТМ от механических вибраций. Поэтому они должны обладать высокими частотами собственных механических колебаний, что желательно также и для обеспечения быстродействия.

Во-вторых, задаваемые перемещения должны быть воспроизводимы и, по возможности, линейно зависеть от управляющего напряжения.

В-третьих, учитывая, что даже в термоскомпенсированной конструкции локальные источники тепла приводят к изменению температуры по направлению (появлению градиента температур) и вызывают искажения линейных размеров деталей конструкции микроскопа, необходимо уменьшать мощность управляющих сигналов.

Этим требованиям наиболее полно удовлетворяют двигатели из пьезокерамики, обладающей высоким коэффициентом преобразования электрической энергии в механическую (до 40 %).

Далее устройство и принцип работы СТМ будут подробно рассмотрены на примере сканирующего туннельного микроскопа СММ-2000Т (сканирующий мультимикроскоп туннельный), разработанного российским

предприятием "КПД".

В состав микроскопа СММ-2000Т входят: сетевой фильтр, защищающий электронику микроскопа от возможных высокочастотных импульсов питающей сети; блок питания, выдающий высокостабилизированное напряжение; блок электроники, обеспечивающий перевод измеряемых аналоговых сигналов в цифровые и цифровых сигналов в управляющие аналоговые, контроль туннельного тока, выдачу управляющих сигналов на пьезодвигатели перемещения зонда и образца; программное обеспечение, управляющее процессом обработки цифровой информации, поступающей от блока электроники; головка микроскопа со сканером.

Головка микроскопа СММ-2000Т (рис. 4) состоит из корпуса 16 диаметром 150 мм с крышкой 1, внутри которого на вибропоглощающих прокладках стоит основание 11 микроскопа. Корпус 16 стоит на трех ножках 13 с резиновыми шариками 14 на конце. Эти ножки имеют возможность выдвигаться на 20 мм и фиксироваться в выдвинутом состоянии, чтобы установить головку горизонтально головки.

Внутри корпуса головки в нижней его части находится предусилитель 15 (электронный блок). В предусилителе туннельный ток, малую величину которого (наноамперы) сложно измерить, при прохождении через мощное сопротивление ($R=2$ МОм) преобразуется в "высокое" напряжение U_T (милливольты), регистрируемое электронным блоком. Величина этого напряжения U_T при сканировании поддерживается блоком электроники на постоянном уровне. Отклонение напряжения от этого уровня в процессе сканирования служит сигналом, формирующим соответствующее напряжение U_z , управляющее пьезодвигателем подачи зонда по нормали к поверхности объекта.

Вторая функция предусилителя состоит в том, что он задаёт напряжение U'_z , управляющее двигателем подачи столика 9 с образцом 7 (см. рис. 4).

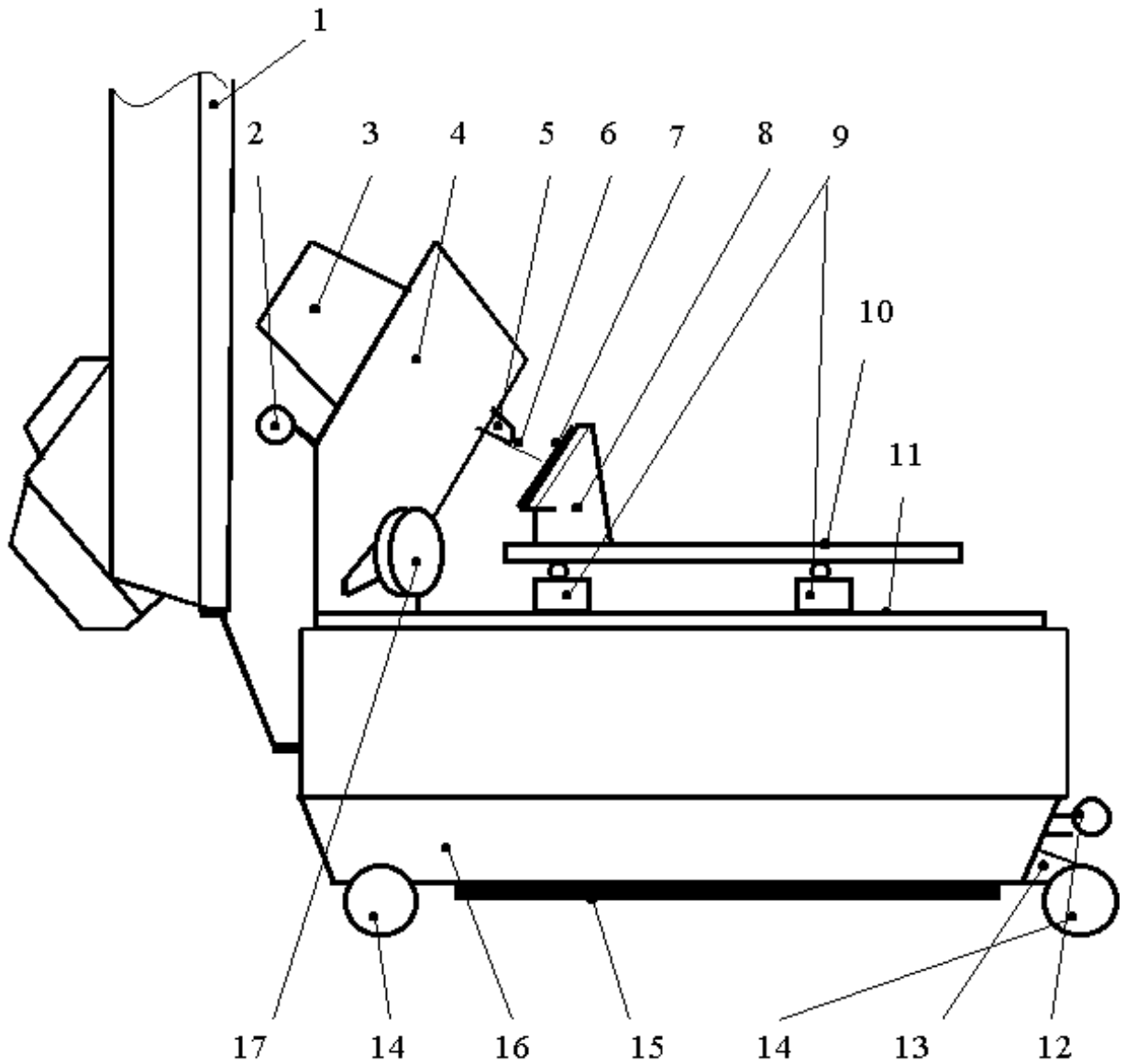


Рис. 4. Схема конструкции головки сканирующего туннельного микроскопа СММ-2000Т: 1 – крышка; 2 – стопорная защёлка; 3 – крышка сканера; 4 – сканер; 5 – держатель иглы; 6 – игла; 7 – образец; 8 – держатель образца; 9 – двигатель подачи столика; 10 – столик; 11 – основание; 12 – рычажок столика; 13 – ножка; 14 – резиновые шарики; 15 – предусилитель; 16 – корпус; 17 – XY – винты;.

На основании головки собраны две конструкции: сканер 4 для перемещения зонда (иглы) 6 и столик 10 для перемещения образца.

Сканер 4 имеет две ступени перемещения зонда. Одна из них – перемещение зонда вручную с помощью XY-винтов 17 вдоль плоскости образца, укрепленного держателем образца 8 под 45° к горизонту. Диапазон

ручного перемещения зонда составляет около 5 x 5 мм. Перемещение осуществляется при опускании вниз стопорной защёлки 2 и используется только для предварительного подведения иглы к месту исследования.

На второй ступени перемещение зонда во время сканирования по осям X и Y обеспечивается двумя двигателями в виде трубки из пьезокерамики, приклеенной к фланцу, закрытому крышкой сканера 3. Зондом является платиновая игла, впаянная в держатель иглы 5 из нержавеющей стали. При изготовлении зонда кончик платиновой проволоки диаметром 0,8 мм срезают под углом $\sim 45^{\circ}$ с приложением небольшой разрывной силы. При разрывании платины образуются несколько микроскопических острий длиной порядка микрона и радиусом закругления порядка 10 \AA . Обычно самое длинное острие выдаётся на расстояние сотен Ангстрем за все остальные острия. Это острие (игла) и является зондом при сканировании. Перемещение зонда перпендикулярно плоскости XY по оси Z осуществляется Z-пьезодвигателем, также имеющим вид пьезокерамической трубки.

Столик 10 для перемещения образца представляет собой диск из лёгкого дюралюминиевого сплава жёсткой конфигурации, на котором через керамические изолирующие шайбы крепится держатель образца.

Столик имеет высокоточные кварцевые направляющие, скользящие по трём стальным шарикам. Одна из кварцевых направляющих плоская, для того чтобы несоосность двух других направляющих или неточность установки стальных шариков убиралась автоматически.

Стальные шарики укреплены на концах трёх небольших пьезокерамических трубок, являющихся двигателем столика 9, другие концы трубок приклеены к основанию головки.

Перемещение столика с образцом к зонду на один шаг осуществляется следующим образом. При подаче напряжения все трубки одновременно начинают медленно изгибаться в ту или иную сторону в зависимости от направления, в котором надо перемещать столик, - вперед или назад от зонда. Столик перемещается. После снятия напряжения с пьезотрубок они

моментально возвращаются в исходное состояние. При этом сила инерции столика почти на два порядка превышает силу трения покоя направляющих столика о шарики, и столик сохраняет свое положение относительно основания, тогда как шарики проскальзывают относительно его направляющих и встают на исходное место. Вся система подачи столика готова к следующему шагу. Величина одного шага подачи столика с объектом к зонду составляет 0,5 мкм с точностью приблизительно 50° А.

Для быстрого перемещения столик имеет также грубую систему ручного передвижения.

При работе столик вначале подводится к зонду вручную поворотом рычажка столика 12 (см. рис. 4) на расстояние примерно 0,5 мм, а затем включается автоматический подвод столика в пошаговом режиме, описанном выше. На очередном шаге между поверхностью образца и зондом может быть зарегистрирован туннельный ток. Механического контакта между объектом и иглой зонда, а также разрушения последнего не происходит. З-пьезодвигатель отводит зонд от соприкосновения с поверхностью объекта, при этом сохраняется протекание туннельного тока.

Во всех случаях зонд всегда успевает избежать механического контакта с образцом, так как скорость изменения системой обратной связи положения зонда почти в 100 раз выше скорости движения столика. В СММ-2000Т разность потенциалов между зондом и поверхностью образца создаётся за счёт приложения напряжения U к образцу, а на зонде всегда поддерживается нулевой потенциал.

Технические возможности сканирующего туннельного микроскопа

Основными техническими характеристиками СТМ являются разрешение по нормали к исследуемой поверхности объекта и разрешение в плоскости XY.

Высокое разрешение СТМ по нормали к поверхности ($\Delta z <$

$0,1 \text{ \AA}^0$) определяется крутой экспоненциальной зависимостью туннельного тока от расстояния между объектом и зондом -см. формулы (1) и (2), - а в плоскости XU объекта – с диаметром пучка электронов (см. рис. 1), т.е., прежде всего, - с качеством острия зонда и шагом сканирования в этой плоскости.

Для вольфрамовых зондов, используя технологию химического травления, можно сформировать на конце острия лишь один атом и при многократном прохождении зонда с шагом сканирования примерно $0,2 \text{ \AA}^0$ достигнуть разрешения около $0,3 \text{ \AA}^0$ (размеры атомов) в плоскости XU объекта.

Реальное разрешение СТМ зависит от ряда факторов, основными из которых являются внешние вибрации, акустические шумы и качество приготовления зондов. СММ-2000Т - прибор, наиболее оптимизированный для широкого применения. Достижение атомного разрешения на нем возможно, но сопровождается затратами, уровень которых может быть выше, чем для специально ориентированных на атомное разрешение микроскопов, и в особенности высоковакуумных моделей СТМ.

В обычных (не виброзащищённых) лабораторных помещениях на микроскопе СММ-2000Т при использовании в качестве зондов платиновых игл легко реализуется уровень разрешения в 10 \AA^0 по плоскости XU и 5 \AA^0 по высотам рельефа образца.

На рис. 5 показана структура свежего скола по кристаллографической плоскости (0001) высокоориентированного пиролитического графита (HOPG), полученная с помощью СММ-2000Т, при установке его в помещениях с различными уровнями внешних воздействий. В этом случае был использован графит, поскольку на воздухе поверхность без оксидных плёнок и адсорбированных слоёв можно получить только для свежеприготов-

ленного образца из инертных материалов. Поле сканирования составляло $25^{\circ} \text{Å} \times 20^{\circ} \text{Å}$.

Изображения структур на рис. 5, а, б, в получены в условиях низкого, среднего и высокого уровней помех с вибрациями примерно 40, 60 и 80 дБ и акустическими шумами в 20, 40 и 60 дБ соответственно.

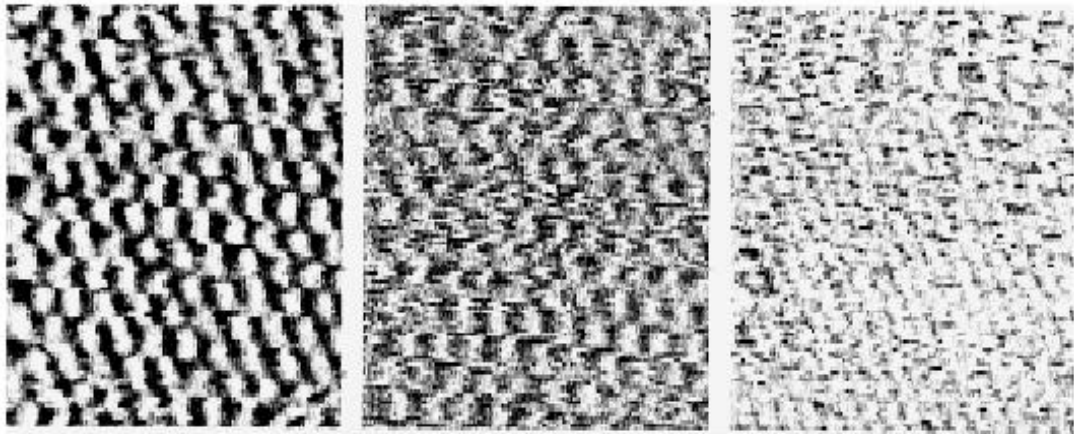


Рис. 5. Изображение структуры поверхности свежего скола по кристаллографической плоскости (0001) высокоориентированного пиролитического графита при разных уровнях помех а, б, в.

Изображение структуры на рис. 5,а получено в условиях, когда на трёхметровых виброгасящих пружинах подвешена плита массой в 50 кг, на которой стоит головка микроскопа, закрытая специальной крышкой для погашения внешних акустических шумов и электромагнитных наводок, а также для пассивной стабилизации температуры находящейся внутри неё головки. Разрешение в этом случае составило $0,3^{\circ} \text{Å}$ в плоскости XY и $0,2^{\circ} \text{Å}$ по оси Z.

Изображение структуры на рис. 5,б зафиксировано в условиях лаборатории для проведения голографических экспериментов с наличием виброизолирующего голографического стола. Было достигнуто разрешение 1°Å по осям X, Y и Z.

Изображение структуры на рис. 5, в получено в обычных лабораторных условиях, то есть при высоких уровнях помех. Достигнутое разрешение имеет минимальные значения: 8 \AA в плоскости XU и 3 \AA по нормали к ней (ось Z).

Помимо разрешения микроскопа его важной характеристикой является полезное увеличение. Оно определяется как

$$N = d_r / d_m, \quad (4)$$

где d_r – разрешение глаза, равное 200 мкм , d_m – максимальное разрешение микроскопа в плоскости XU , равное $0,3 \text{ \AA}$.

Для СТМ полезное увеличение составит около 7 млн раз (для сравнения: у оптического микроскопа - 1000 раз).

Другая важная характеристика СТМ – максимальный размер поля сканирования в плоскости XU и максимальное перемещение зонда по нормали к поверхности. Первые конструкции СТМ имели очень малое поле сканирования (не более $1 \times 1 \text{ мкм}$). Микроскоп СММ-2000Т оснащён сканером с широким полем ($20 \times 20 \text{ мкм}$) и перемещением по оси Z до 2 мкм , что позволяет наблюдать крупные участки структуры при небольших увеличениях (приблизительно от $\times 5000$), а затем, уменьшая поле сканирования, исследовать требуемый участок при больших увеличениях (до $\times 7$ млн). В настоящее время разрабатываются широкопольные сканеры с возможностью сканирования по площади $250 \times 250 \text{ мкм}$, что позволит сравнивать изображения структур, полученные с помощью СТМ и обычного оптического микроскопа.

К техническим характеристикам микроскопа относится также диапазон задаваемого напряжения U между зондом и поверхностью образца, который составляет от -10 В до $+10 \text{ В}$ с шагом изменения 5 мВ . Поддерживаемый туннельный ток можно менять от $0,01$ до 160 нА с точностью до $0,1\%$, что позволяет исследовать объекты с разной проводимостью. По-

требуемая мощность микроскопа – 12 Вт, сканера – 0,2 Вт.

Технические возможности СТМ могут быть существенно расширены. С этой целью проводят энергетический анализ туннелирующих электронов, т.е. получают спектральную зависимость туннельного тока.

Туннелирование электронов происходит с занятых энергетических уровней атомов, расположенных на острие иглы, на свободные энергетические уровни атомов на поверхности объекта (при обратной полярности потенциала туннелирование идёт из объекта). По значению разности потенциалов между иглой и образцом определяют, электроны какого энергетического уровня атомов иглы будут туннелировать и на какой энергетический уровень атомов объекта.

Значит, при заданной разности потенциалов туннельный ток определяется плотностью электронных состояний иглы и объекта. Изменяя разность потенциалов и измеряя одновременно туннельный ток, можно определить плотность электронов на различных энергетических уровнях, т.е. построить энергетический спектр иглы.

Осуществляют это следующим образом. После фиксации зонда над определённой точкой поверхности с заданным значением туннельного тока быстро меняют напряжение (развёртка), приложенное между объектом и зондом в заданном диапазоне, в том числе с переходом из одной полярности в другую. При этом измеряют величину туннельного тока и строят вольтамперную характеристику (ВАХ) туннельного перехода: $I_T=f(U)$. На самом деле игла вибрирует с какой-то амплитудой и частотой относительно объекта вследствие действия на головку микроскопа внешних вибраций. Поэтому для уменьшения погрешностей при съёмке ВАХ необходима высокая быстрота развёртки.

Характер изменения зависимости $I_T=f(U)$ и её дифференцирование dI_T/dU позволяют найти распределение энергетических уровней электронов с атомарным разрешением. Это даёт возможность судить о типе проводимости, в частности, для полупроводников – установить валентную зону, зону проводимости, примесную зону. Кроме того, можно определить хи-

мический тип связи между атомами поверхности объекта и, что наиболее практически важно, – химический состав поверхностного слоя объекта (СТМ-спектроскопия). Для реализации СТМ-спектроскопии требуется сведения до минимума уровня помех, т.е. проведение исследований в специальных виброзащищённых помещениях.

Требования к объектам исследования и методы их подготовки

К объектам для исследования на СТМ предъявляются два основных требования: низкая шероховатость поверхности и хорошая проводимость материала.

Требования по шероховатости поверхности регламентируются перемещением зонда сканера по нормали к поверхности объекта, т.е. технической характеристикой микроскопа. При исследованиях с помощью микроскопа СММ-2000Т необходимо, чтобы размах колебаний между впадинами и выступами на поверхности объекта не превышал 2 мкм. В противном случае зонд может или воткнуться в поверхность и разрушиться, или отойти от неё на такое расстояние, при котором протекания туннельного тока невозможно.

Экспериментальным путём установлено, что для существования туннельного тока между зондом и поверхностью её электрическое сопротивление, измеренное между щупами тестера при расстоянии порядка 1 см, не должно превышать 2 кОм.

Из требований к исследуемой поверхности вытекают и методы её подготовки. Во-первых, желательно, чтобы поверхность образца была полированной (с шероховатостью порядка $R_a=0,025$ мкм). Во-вторых, если сопротивление поверхности превышает 2 кОм, то на неё напыляют тонкую проводящую плёнку толщиной порядка $10...40 \text{ \AA}$. Для этой цели часто используют графит. При этом разрешение структуры поверхности ухудшается на значение, соответствующее толщине плёнки.

Необходимо иметь в виду, что на большинстве металлов и их сплавов

с течением времени образуются оксидные плёнки. Пока их толщина мала, они не мешают наблюдению поверхности металла. Это объясняется тем, что радиус нахождения поверхностного электрона (дебаевский радиус) проводящей поверхности объекта увеличивается до $100 \dots 200 \text{ \AA}$ при контакте этой поверхности с диэлектрическим твёрдым телом, каковым является оксидная плёнка.

При больших толщинах плёнки происходит срыв туннельного тока. Для большинства металлов толщина оксидных плёнок начинает превышать $100 \dots 200 \text{ \AA}$ через $10 \dots 30$ минут после очистки поверхности, поэтому рекомендуется исследовать образцы на СТМ сразу же после их подготовки.

Покрытие поверхности объекта тонким слоем диэлектрической жидкости не влияет на результат измерения топографии и может быть использовано для консервации рельефа поверхности и предохранения её от внешних воздействий.

В ряде случаев используют специальные методы подготовки объектов к исследованию на СТМ. В первую очередь это относится к биологическим объектам – бактериям, молекулам ДНК и другим, которые исследуются в тонкой прослойке жидкости, где перемещается игла зонда.

Требования к размерам исследуемых объектов определяются конструкциями головки СТМ и держателя образцов. Для рассматриваемого микроскопа СММ-2000Т в качестве образцов рекомендуются пластины площадью примерно 10×10 мм и толщиной до 3 мм.

Области использования сканирующей туннельной микроскопии

Этот метод начал использоваться в научных исследованиях сравнительно недавно, но уже сейчас области его применения довольно разнообразны. Они могут быть представлены следующим образом.

1. Физика и химия поверхности на атомном уровне.

С помощью туннельной микроскопии удалось осуществить рекон-

струкцию атомного строения поверхности многих материалов. СТМ позволяет получать спектр электронных состояний с атомным разрешением и определять химический состав поверхностного слоя, распределение потенциалов при протекании тока через образец и др.

2. *Нанометрия* – исследование с нанометровым разрешением шероховатости поверхности образца.

3. *Нанотехнологии* – исследование, изготовление и контроль приборных структур в микроэлектронике.

На основе СТМ, в частности, возможны запись и воспроизведение информации. При записи используют эффект локального воздействия зонда на поверхность носителя информации. Это воздействие может быть механическим, создающим на поверхности искусственный рельеф в виде ямок – битов памяти. Искусственный рельеф может создаваться и путём термодесорбции. В этом случае зонд выступает в роли носителя материала для создания битов информации. Зонд может использоваться также и в роли точечного источника электронов для осуществления электронной литографии, химических или структурных локальных перестроек поверхности.

При записи информации методом электронной литографии (нано-литографии) через острие зонда пропускают кратковременно большой силы туннельный ток I_T при повышенной разности потенциалов U , происходит эмиссия электронов или ионов с острия на поверхность объекта или наоборот, и образуются на поверхности ямки или впадины, которые и несут бит информации. Плотность записи достигает до 10^{12} бит/см². Для сравнения: плотность записи на современном накопителе информации, где использован магнитный эффект (магнитные диски), составляет 10^7 бит/см², при лазерном воздействии (компакт диски - CD) – до 10^9 бит/см².

4. *Исследование биологических объектов* – макромолекул (в том числе и молекул ДНК), вирусов и других биологических структур.

Следует отметить, что большая часть (примерно 80 %) всех опубликованных работ относится к первой группе областей применения СТМ. В последнее время увеличивается количество публикаций относящихся к

четвёртой группе.

5. *СТМ имеет широкие перспективы в области материаловедения* - при изучении микро-, суб- и кристаллических структур различных материалов. Объектами для исследования структуры материалов на СТМ могут служить, как и в других случаях (оптическая и электронная микроскопия), микрошлифы. Рельеф микрошлифа, получаемый при травлении, будет отражать структуру материала. Исследование рельефа на СТМ с высоким разрешением позволит выявить особенности, прежде всего, субструктурного строения. Представляется, что метод сканирующей туннельной микроскопии откроет широкие возможности для исследования дефектов кристаллического строения (вакансий, дислокаций и т.д.), различных сегрегаций атомов, в том числе и при фазовых превращениях, особенно на их ранних стадиях. Определение, наряду с изучением структуры материала, химического состава локальных зон поверхностного слоя объекта (СТМ-спектроскопия), позволит составить конкуренцию растровой электронной микроскопии, микрорентгеноструктурному анализу, превосходя последний по уровню разрешения.

Работ в области материаловедения, особенно фундаментального характера, с использованием СТМ пока крайне мало. В настоящее время имеются работы по исследованию на СТМ некоторых металлов и сплавов, плёнок металлов толщиной от 5 \AA , дифракционных решёток (изготовленных методами микроэлектроники и голографии), полупроводников, ферритовых головок, усталостных трещин в металлических материалах, углеродных микропористых фильтров, алмазоподобных плёнок, металлических монокристаллов, теплоизолирующих материалов на основе спечённых кварцевых волокон, порошковых материалов, алмаза и других природных камней, фуллеренов и подобных им образований, плёнок жидких кристаллов и др. Эти исследования в основном связаны с выявлением структуры различных материалов.

Развитие микроскопии ближнего поля и расширение области её применения

Микроскопия ближнего поля – это методы исследования, принцип работы которых основан на использовании малой диафрагмы, обеспечивающей излучение малого диаметра, или зонда, выполняющего ту же роль, близко поднесённых к изучаемому объекту.

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) также относится к приборам микроскопии ближнего поля.

При наличии уникальных возможностей СТМ:

неразрушающий характер анализа поверхности материала, обусловленный отсутствием механического контакта образца и низкой энергией туннелирующих электронов;

разрешение на атомном уровне;

получение реального трёхмерного изображения рельефа поверхности;

работа не только в вакууме, но и на воздухе - область применения СТМ ограничивается проводящими объектами. Это ограничение связано с использованием эффекта туннелирования электронов для регистрирующего (сенсорного) и управляющего устройств. Использование сенсорных устройств, основанных на других физических принципах, позволяет расширить область применения микроскопов ближнего поля с остриём в качестве зонда.

Микроскопия ближнего поля бурно развивается. С каждым годом появляются новые конструкции микроскопов, которые благодаря своей относительной дешевизне внедряются не только в научно-исследовательские центры, но и на производстве. Рассмотрим принципы работы других, уже разработанных или только проектирующихся микроскопов ближнего поля [2].

Микроскоп атомных сил (МАС). В этом микроскопе в качестве сенсора использованы силы отталкивания (примерно 10^{-9} Н), которые возни-

кают при приближении зонда к поверхности на межатомное расстояние и являются результатом взаимодействия волновых функций электронов атомов зонда и образца. Последнее достижение в этой области – создание *лазерного силового микроскопа*, который измеряет силы отталкивания до 10^{-11} Н на расстоянии до 200 \AA , с разрешением порядка 50 \AA . Такой инструмент удобен для исследования, например, неровностей поверхности элементов микросхем на всех этапах их изготовления.

Микроскоп магнитных сил (ММС). В приборе использован принцип силового микроскопа ближнего поля, где в качестве зонда применяется намагниченное острие. Его взаимодействие с поверхностью образца позволяет регистрировать магнитные микрополя и представлять их в качестве карты намагниченности. Разрешение микроскопа составляет около 250 \AA , при размере доменов около 2000 \AA .

Микроскоп электростатических сил (МЭС). Острие и образец рассматриваются как конденсатор, а с помощью лазерного силового микроскопа измеряется изменение ёмкости до 10^{-22} Ф с полосой пропускания 1 Гц. Микроскоп позволяет изучать изменение потенциала вдоль поверхности образца бесконтактным методом.

Оптический микроскоп ближнего поля. Принцип ближнего поля – малой диафрагмы, поднесённой близко к рассматриваемому объекту, даёт возможность повысить разрешение микроскопа

Максимальная разрешающая способность оптического микроскопа соответствует условию

$$d = \lambda / 2 \cdot A, \quad (5)$$

где λ - длина волны света, A – числовая апертура объектива.

Для освещения объекта наиболее часто применяют белый свет, длину волны которого можно принять $\lambda \approx 5500 \text{ \AA}$. Максимальное значение числовой апертуры, достигаемое при использовании иммерсии, составляет $A=1,44$. В соответствии с условием (5), разрешающая способность оптического микроскопа будет равна $d \approx 2000 \text{ \AA}$.

Если освещать образец через диафрагму с диаметром отверстия d , намного меньшим длины волны падающего света и регистрировать интенсивность проходящего через объект или отражённого от него излучения, то размер диафрагмы будет определять разрешение прибора. Так, для $d \ll 5500 \text{ \AA}$ получено разрешение около 500 \AA , что существенно выше, чем у оптического микроскопа.

Расширение области использования микроскопов ближнего поля предусматривает их применение для записи и воспроизведения информации. Все перечисленные выше способы получения изображения в принципе могут быть использованы для этой цели. В качестве элемента, несущего бит информации, в зависимости от используемого микроскопа могут выступать: искусственный рельеф с минимальным размером элемента, равным диаметру одного атома (МАС); магнитная структура поверхности с минимальным размером, равным величине магнитного домена (ММС); неоднородность потенциала или заряда (МЭС).

Программное обеспечение. Форма сохранения и выдачи информации

Программное обеспечение микроскопа СММ-2000Т позволяет осуществить: автоматический подвод зонда к поверхности образца до захвата туннельного тока (после ручного подвода на расстояние $\sim 0,5 \text{ мм}$); сканирование зонда по поверхности образца; преобразование полученного трёхмерного оцифрованного массива данных в пространственное изображение поверхности (рис. 6) и его математическую обработку.

Программное обеспечение даёт возможность представлять полученное изображение в двумерном виде, когда высоты рельефа поверхности образца отображаются 64 градациями цвета – от нулевой (обычно максимально тёмного цвета) до 63-й (обычно максимально светлого). Нулевой градации соответствует нижняя высота рельефа поверхности (впадина). Имеется возможность создания палитры различных цветов.

В программном обеспечении СММ-2000Т есть возможность вывода результатов и в трёхмерном виде с учётом освещения поверхности скана одним виртуальным (мнимым, созданным программным обеспечением) источником света с тенями, отходящими от бугорков и находящимися в ямках её рельефа.

Трёхмерное изображение скана можно поворачивать на различные углы относительно двух осей, при этом меняя высоту и угол освещения виртуального источника света.

Программное обеспечение позволяет на двумерном изображении поверхности производить метрологические измерения рельефа поверхности по высоте в любом направлении.

Программное обеспечение реализовано под операционную среду Windows, что обеспечивает возможность дальнейшей обработки информации любыми программами, в том числе графическими и текстовыми редакторами, совместимыми с системой Windows.

Использование компьютера в качестве управляющего, контролирующего, обрабатывающего устройства в технологическом процессе исследований на СТМ позволяет проводить эксперименты на СММ-2000Т в дистанционном режиме, в том числе применять СТМ в дистанционном обучении.

Возможность сохранения изображений поверхности образца в оцифрованном трёхмерном виде и записи на электронный носитель (дискета 3,5") позволяет выводить и обрабатывать изображение на устройствах обработки и вывода, расположенных там, где удобно исследователю.

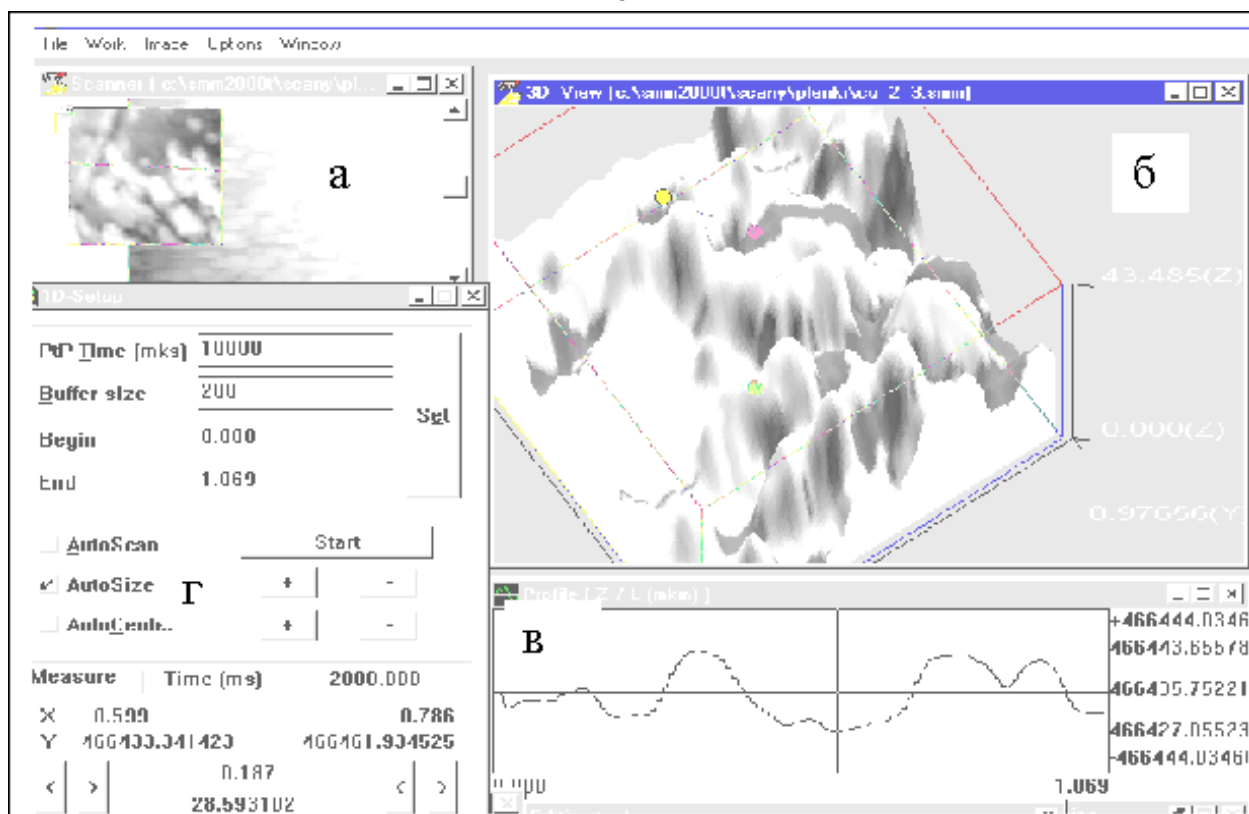


Рис. 6. Пример информации, выдаваемой после проведения исследований на СТМ: а – двумерное изображение исследованной поверхности с проведённой на нём линией сечения; б – трёхмерное изображение поверхности объекта; в – профилограмма по сечению двумерного изображения; г – окно установки параметров измерения профиля по сечению.

Пример выдаваемой информации приведён на рис. 6: а – двумерное изображение поверхности с проведённой на нём линией сечения (окно Scanner); б – трёхмерное изображение поверхности объекта, где размеры изображения по оси X и Y отложены в микрометрах, по оси Z – в нанометрах (окно 3D-View); в – профилограмма по сечению двумерного изображения, где по горизонтальной оси отложена длина сечения в микрометрах, а по вертикальной – высота неровностей по оси Z в нанометрах (окно Profile); г – окно установки параметров измерения профиля по сечению, где в нижней части в разделе "Measure" между значками $< >$ и $< >$ приведено расстояние между точками профиля, ограниченными двумя вертикальными линиями на профилограмме: по горизонтальной оси (верхнее

значение) в микрометрах и по вертикальной оси, оси Z (нижнее значение) – в нанометрах (окно 1D-Setup).

Самостоятельная работа

Самостоятельная работа предусматривает выполнение следующих заданий:

1. Творчески проработать материал учебного пособия, а также предоставляемую преподавателем техническую литературу, и составить краткий конспект, отражающий следующие вопросы: название работы; принцип работы СТМ; устройство аппаратуры (блок-схема и описание основных узлов); технические возможности аппаратуры; области применения; подготовка объектов для исследования и особые требования к ним.

2. С использованием программного обеспечения провести обработку файлов, содержащих массив данных, полученных при сканировании поверхностей различных объектов. Проанализировать изображения поверхностей, количественную оценку элементов структуры и сделать заключение по каждому объекту.

3. Составить техническое задание на проведение исследований на СТМ самостоятельно выбранного или предоставленного преподавателем объекта. Задание должно включать разделы: описание объекта исследования (материал, технология обработки, метод термической обработки, метод химико-термической обработки и т.д.); задача исследования (обоснование выбора метода исследования – сканирующей туннельной микроскопии); требования к предварительным методам исследования; требования к подготовке образцов, передаваемых на исследования СТМ; требования к форме выдачи отчётной документации по результатам исследования

Литература

1. Биннинг Г., Рорер Г., Сканирующая туннельная микроскопия – от рождения к юности // Успехи физических наук. Т. 154, вып. 2, 1988. С. 261-278.
2. Ермаков А.В., Адамчук В.К., Федосеенко С.И. // Электронная промышленность. 1993. № 10. С. 14-20.

Оглавление

Введение.....	2
Принцип работы сканирующего туннельного микроскопа	3
Устройство сканирующего туннельного микроскопа.....	7
Технические возможности сканирующего туннельного микроскопа	13
Требования к объектам исследования и методы их подготовки.....	18
Области использования сканирующей туннельной микроскопии	19
Развитие микроскопии ближнего поля и расширение области её применения	22
Программное обеспечение. Форма сохранения и выдачи информации	24
Самостоятельная работа	27
Литература	28