

Д.А. Усанов, Р.К. Яфаров

Усанов Д.А., Яфаров Р.К.

Исследование поверхности материалов методом сканирующей туннельной микроскопии: Учеб. пособие для студ. факультета нано- и биомедицинских технологий. – Изд-во Сарат. ун-та, 2007.- 51 с.; ил.

## **Исследование поверхности материалов методом сканирующей туннельной микроскопии.**

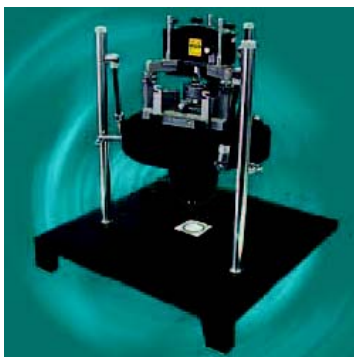
Учебное пособие  
для студентов факультета нано- и биомедицинских технологий

Учебное пособие представляет собой руководство к практическим занятиям по курсу «Физика полупроводников». Содержит расширенное описание материала, знание которого необходимо при выполнении лабораторной работы по исследованию поверхности материалов методами сканирующей зондовой микроскопии.

Для студентов, обучающихся по направлению «Электроника и микроэлектроника», специальностям «Физика твердого тела», «Физика», «Медицинская физика», «Материалы и компоненты твердотельной электроники», «Микроэлектроника и полупроводниковые приборы», «Микроэлектроника и твердотельная электроника», «Нанотехнологии в электронике».

Рекомендуют к печати

Кафедра физики твердого тела факультета нано- и биомедицинских технологий  
Саратовского государственного университета



УДК 533.722:541.183

Издательство Саратовского университета

2007

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
1. Теоретическая часть.....	5
1.1.Туннелирование электронов через потенциальный барьер.....	5
1.2. Методы получения изображений поверхности в СТМ.....	8
1.3. Методика измерения локальной работы выхода в СТМ.....	11
1.4. Туннельная спектроскопия.....	12
1.5. Изготовление зондов для туннельных микроскопов.....	16
2. Практическая часть.....	18
2.1. Описание СЗМ типа <i>P4-SPM-MDT</i> .....	18
2.2.Управление работой СТМ.....	18
2.3. Формирование и обработка СЗМ изображений.....	21
2.4. Фурье - фильтрация СЗМ изображений.....	23
2.5. Измерение вольт-амперных характеристик туннельного контакта.....	25
2.6. Порядок выполнения работы.....	26
<i>Список литературы</i> .....	28

## Введение

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) - один из наиболее современных методов исследования микротопографии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. В настоящее время практически ни одно исследование в области физики поверхности и тонкопленочных технологий не обходится без применения методов СЗМ. В результате значительного прогресса в разработке и совершенствовании чувствительных элементов сканирующих микроскопов постоянно появляются принципиально новые датчики и приборы. Так, в последние годы были созданы ионный сканирующий микроскоп, сканирующий микроскоп на поверхностных плазмонах, фотонный сканирующий туннельный микроскоп и др. Развитие сканирующей зондовой микроскопии послужило также основой для развития новых методов в нанотехнологии – технологии создания структур с нанометровыми размерами.

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) – первый из семейства зондовых микроскопов - был изобретен в 1981 году швейцарскими учеными Гердом Биннигом и Генрихом Рорером [1,2]. В своих работах они показали, что это достаточно простой и весьма эффективный способ исследования поверхности с пространственным разрешением вплоть до атомарного. Настоящее признание данная методика получила после визуализации атомарной структуры поверхности ряда материалов и, в частности, реконструированной поверхности кремния. В 1986 году за создание туннельного микроскопа Г. Биннигу и Г. Рореру была присуждена Нобелевская премия по физике. Вслед за туннельным микроскопом в течение короткого времени были созданы атомно-силовой микроскоп (АСМ), магнитно-силовой микроскоп (МСМ), электросиловой микроскоп (ЭСМ), ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) и многие другие приборы, имеющие сходные принципы работы и называемые сканирующими зондовыми микроскопами. В настоящее время зондовая микроскопия -это бурно развивающаяся область техники и прикладных научных исследований.

## 1. Теоретическая часть

### 1.1. Туннелирование электронов через потенциальный барьер.

Принцип работы СТМ основан на явлении туннелирования электронов через узкий потенциальный барьер в виде непроводящего вакуумного зазора между металлическим зондом и проводящим образцом во внешнем электрическом поле.

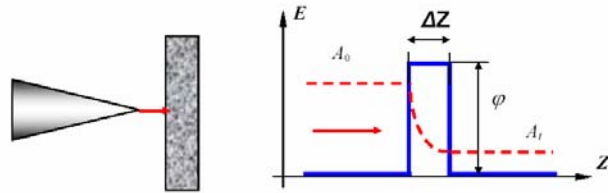


Рис. 1. Схема туннелирования электронов через потенциальный барьер в туннельном микроскопе

При подведении зонда к поверхности образца на расстояния в несколько ангстрем образуется туннельно-прозрачный потенциальный барьер, величина которого определяется, в основном, значениями работы выхода электронов из материала зонда  $\phi_p$  и образца  $\phi_s$ . При качественном рассмотрении барьер можно считать прямоугольным с эффективной высотой, равной средней работе выхода материалов:

$$\phi^* = 0,5(\phi_p + \phi_s) \quad (1)$$

Как известно из квантовой механики [3,4], вероятность туннелирования электрона (коэффициент прохождения) через одномерный барьер прямоугольной формы равна

$$W = |A_1|^2 / |A_0|^2 \cong \exp(-k\Delta Z),$$

где  $A_0$  - амплитуда волновой функции электрона, движущегося к барьеру;  $A_1$  - амплитуда волновой функции электрона, прошедшего сквозь барьер;  $k$  - постоянная затухания волновой функции в области, соответствующей потенциальному барьеру;  $\Delta Z$  - ширина барьера. Для туннельного контакта двух металлов, разделенных потенциальным барьером шириной  $\Delta Z$ , постоянная затухания имеет вид:

$$k = (4\pi / h) (2m \phi^*)^{1/2}, \quad (2)$$

где  $m$  - масса электрона,  $\phi^*$  - средняя работа выхода электрона,  $h$  - постоянная Планка.

Аналитическое выражение для вероятности  $W(E_z)$ , с которой электрон может проникать через тонкий потенциальный барьер высотой  $V = \eta + \phi^*$  (рис.2), где  $\eta$  - положение уровня Ферми, может быть получено методом ВКБ (Вентцеля - Крамерса - Бриллюэна) и имеет вид:

$$W(E_z) = \exp \left\{ - (4\pi/h) (2m)^{1/2} \int_0^{\Delta Z} (\eta + \phi^* - E_z)^{1/2} dz \right\}, \quad (3)$$

После интегрирования (3) получим [5]:

$$W(E_z) \cong \exp[-A(\eta + \phi^* - E_z)^{1/2}], \quad (4)$$

где  $A = (4\pi\Delta Z/h)(2m)^{1/2}$ .

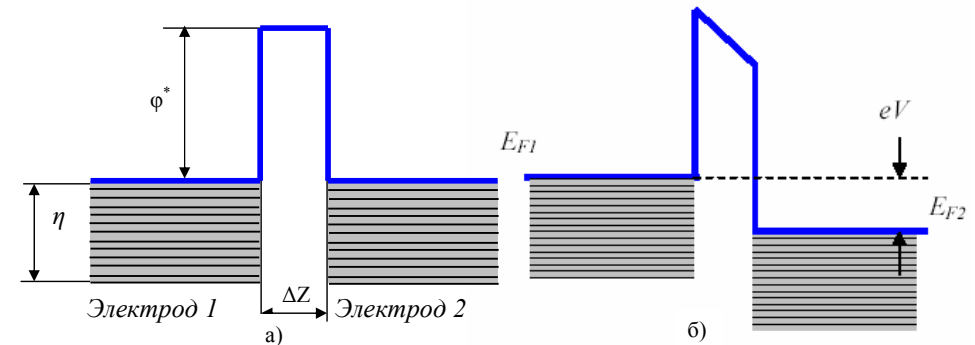


Рис. 2. Прямоугольный потенциальный барьер в изолирующем промежутке между металлическими электродами: а)  $V = 0$ , б)  $eV < \phi^*$ .

Зная вероятность туннелирования электрона через данный потенциальный барьер можно определить количество  $N_1$  туннелированных электронов через барьер от электрода 1 к электроду 2:

$$N_1 = \int_0^{v_m} v_z n(v_z) W(E_z) dv_z = (1/m) \int_0^{E_m} n(v_z) W(E_z) dE_z, \quad (5)$$

где  $E_z = mv_z^2/2$  - компонента энергии электрона в направлении оси  $z$ ,  $E_m$  - максимальная энергия электронов в электроде,  $n(v_z)dv_z$  - число электронов в единице объема со скоростью  $v_z$  и  $v_z + dv_z$ . Для изотропного спектра скоростей число

электронов в единице объёма со скоростью, колеблющейся между бесконечно малыми пределами, определяется по известной формуле:

$$n(v) dv_x dv_y dv_z = (2m^4/h^3) f(E) dv_x dv_y dv_z$$

где  $f(E)$  – функция распределения Ферми – Дирака, следовательно

$$n(v_z) = (2m^4/h^3) \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(E) dv_x dv_y = (4\pi m^3/h^3) \int_0^{\infty} f(E) dE_r \quad (6)$$

В выражении (6) интеграл выражен в полярных координатах; то есть:

$$v_r^2 = v_y^2 + v_x^2 \\ E_r = mv_r^2.$$

Подставляя выражение (6) в (5), получим:

$$N_1 = (4\pi m^2/h^3) \int_0^{E_m} W(E_z) dE_z \int_0^{\infty} f(E) dE_r \quad (7)$$

В условиях динамического равновесия число туннелированных электронов через барьер от электрода 1 к электроду 2 ( $N_1$ ) и обратно ( $N_2$ ) равно друг другу ( $N_1 = N_2$ ) (рис.2а). При приложении к туннельному контакту разности потенциалов  $V$  между зондом и образцом появляется туннельный ток  $J$ , который определяется разностью числа туннелированных электронов через барьер от электрода 1 к электроду 2 ( $N_1$ ) и от электрода 2 к электроду 1 ( $N_2$ ) (рис.2б). Если электрод 2 имеет положительный потенциал  $V$  по отношению к электроду 1, то выражение для тока может быть записано в виде:

$$J = e (N_1 - N_2) = e \left\{ (4\pi m^2/h^3) \left[ \int_0^{E_m} W(E_z) dE_z \int_0^{\infty} f(E) dE_r - \int_0^{E_m} W(E_z) dE_z \int_0^{\infty} f(E+eV) dE_r \right] \right\}, \quad (8)$$

где  $f(E+eV)$  – функции распределения Ферми – Дирака для электрода 2,

В процессе туннелирования участвуют, в основном, электроны с энергией в окрестности уровня Ферми  $E_F$ . В случае контакта двух металлов выражение для туннельного тока (в одномерном приближении) было получено в работах [5,6] подстановкой (4) в (8) и интегрирования:

$$J = J_0 \{ \varphi^* \exp(-A \sqrt{\varphi^*}) - (\varphi^* + eV) \exp[-A(\varphi^* + eV)^{1/2}] \}, \quad (9)$$

где параметр  $J_0$  задается выражением:

$$J_0 = e/2\pi h (\Delta Z)^2.$$

Из формулы (9), в частности видно, что при  $V = 0$  (это будет состояние динамического равновесия) ток величиной  $J_0 \varphi^* \exp(-A \sqrt{\varphi^*})$  течёт в любом направлении.

При условии малости напряжения смещения на втором электроде ( $eV < \varphi^*$ ), выражение для тока можно представить в более простом виде. Линеаризуя вторую экспоненту в выражении (9) по параметру  $eV$ , получаем

$$J = J_0 \exp(-A \sqrt{\varphi^*}) \{ \varphi^* - (\varphi^* + eV) [1 - A eV/2(\varphi^*)^{1/2}] \}, \quad (10)$$

Наконец, пренебрегая членом  $eV$  по сравнению с  $\varphi^*$  выражение для тока можно записать следующим образом:

$$J = 0,5 J_0 A eV (\varphi^*)^{1/2} \exp(-A \sqrt{\varphi^*}). \quad (11)$$

Поскольку экспоненциальная зависимость очень сильная, то для оценок и качественных рассуждений часто пользуются упрощенной формулой (11), в которой  $k$  имеет вид выражения (2):

$$J = J_1(V) \exp(-k\Delta Z). \quad (12)$$

В выражении (12) величина  $J_1(V)$  считается не зависящей от изменения расстояния зонд-образец. Для типичных значений работы выхода ( $\varphi \sim 4$  эВ) значение константы затухания  $k = 2 \text{ \AA}^{-1}$ , так что при изменении  $\Delta Z$  на  $\sim 1 \text{ \AA}$  величина тока меняется на порядок. Реальный туннельный контакт в СТМ не является одномерным и имеет более сложную геометрию, однако экспоненциальная зависимость тока от расстояния зонд-образец, сохраняются также и в более сложных моделях, что подтверждается экспериментально.

## 1.2. Методы получения изображений поверхности в СТМ

Экспоненциальная зависимость туннельного тока от расстояния (12) позволяет осуществлять регулирование расстояния между зондом и образцом в туннельном микроскопе с очень высокой точностью. На этом основан принцип работы СТМ, который представляет собой электромеханическую систему с отрицательной обратной связью. Система обратной связи поддерживает величину туннельного тока между зондом и образцом на заданном уровне ( $I_0$ ), выбираемом оператором. Поддержание заданной величины туннельного тока осуществляется за счет

изменения размера пьезокерамики в вертикальном направлении (а, следовательно, перемещения зонда микроскопа вдоль оси  $Z$ ) в соответствие с рельефом поверхности (рис. 3). Зондом служит тонкое металлическое острие, смонтированное на электромеханическом приводе ( $X, Y, Z$  – позиционере). Когда такое острие подводится к участку исследуемой поверхности на расстояние  $\leq 10 \text{ \AA}$ , то при приложении между острием и образцом небольшого (от 0,01 до 10 В) напряжения смещения  $V_s$  через вакуумный промежуток  $\Delta Z$  начинает протекать туннельный ток  $I_0$  порядка  $10^{-9}$  А. Полагая, что электронные состояния (орбитали) локализованы на каждом атомном участке при сканировании поверхности образца в направлении  $X$  и/или  $Y$  с одновременным измерением выходного сигнала в цепи  $Z$  можно получить картину поверхностной структуры на атомном уровне. Эта структура может быть отображена в двух режимах. В режиме постоянного туннельного тока (рис. 4 (а)) зонд перемещается вдоль поверхности, осуществляя растровое сканирование; при этом изменение напряжения на  $Z$  - электроде пьезоэлемента в цепи обратной связи (с большой точностью повторяющее рельеф поверхности образца) записывается в память компьютера в виде функции  $Z = f(x,y)$ , а затем воспроизводится средствами компьютерной графики.

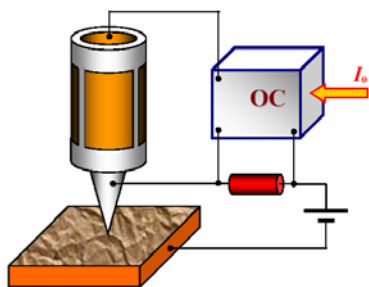


Рис. 3. Схема организации обратной связи по туннельному току.

При исследовании атомарно гладких поверхностей часто более эффективным оказывается получение СТМ изображения поверхности в режиме постоянной высоты  $Z = const$ . В этом случае зонд перемещается над поверхностью на расстоянии нескольких ангстрем, при этом изменения туннельного тока

регистрируются в качестве СТМ изображения поверхности (рис. 4б)). Сканирование производится либо при отключенной ОС, либо со скоростями, превышающими скорость реакции ОС, так что ОС обрабатывает только плавные изменения рельефа поверхности. В данном способе реализуются очень высокие скорости сканирования и высокая частота получения СТМ изображений, что позволяет вести наблюдение за изменениями, происходящими на поверхности, практически в реальном времени.

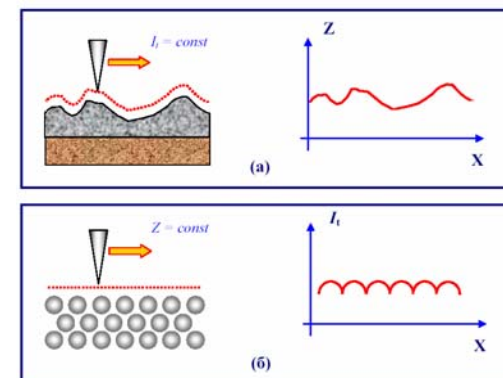


Рис. 4. Формирование СТМ изображений поверхности по методу постоянного туннельного тока (а) и постоянного среднего расстояния (б)

Разрешение СТМ по нормали к поверхности достигает долей ангстрема. Латеральное же разрешение зависит от качества зонда и определяется, в основном, не макроскопическим радиусом кривизны кончика острия, а его атомарной структурой. При правильной подготовке зонда на его кончике находится либо одиночный выступающий атом, либо небольшой кластер атомов, который позволяет локализовать туннельный ток с размеров поверхностей, много меньших, чем характерный радиус кривизны острия (рис. 5). Размер такого выступа над поверхностью зонда составляет величину порядка периода кристаллической решетки. Поскольку зависимость туннельного тока от расстояния экспоненциальная, то ток в этом случае течет, в основном, между поверхностью образца и выступающим атомом на кончике зонда.

С помощью таких зондов получено пространственное разрешение вплоть до атомарного, что продемонстрировано на образцах из различных материалов.

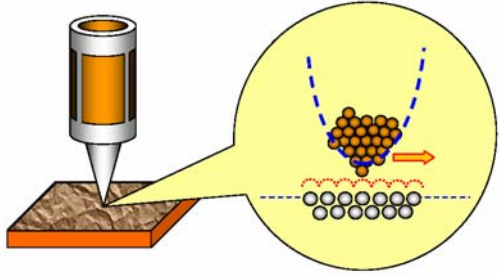


Рис. 5. Реализация атомарного разрешения в сканирующем туннельном микроскопе

### 1.3. Методика измерения локальной работы выхода в СТМ

Для неоднородных образцов туннельный ток является не только функцией расстояния от зонда до образца, но и зависит от значения локальной работы выхода электронов в данном месте поверхности. Для получения информации о распределении работы выхода применяется метод модуляции расстояния зонд - образец  $\Delta Z$  (рис.6). С этой целью в процессе сканирования к управляющему напряжению на Z-электроре сканера добавляется переменное напряжение с внешнего генератора на частоте  $\omega$ . Тогда напряжение на Z-электроре сканера можно представить в виде

$$U = U_0(t) + U_m \sin(\omega t)$$

Это приводит к тому, что расстояние зонд - образец также изменяется с частотой  $\omega$ :

$$\Delta Z(t) = \Delta Z_0(t) + \Delta Z_m \sin(\omega t),$$

где  $\Delta Z_m$  и  $U_m$  связаны между собой через коэффициент электромеханической связи пьезосканера  $K$ :

$$K = \frac{\Delta Z_m}{U_m}$$

Частота  $\omega$  выбирается выше частоты полосы пропускания петли обратной связи для того, чтобы система обратной связи не могла обрабатывать данные колебания зонда. Амплитуда переменного напряжения  $U_m$  выбирается достаточно малой, чтобы возмущения туннельного промежутка также были малыми.

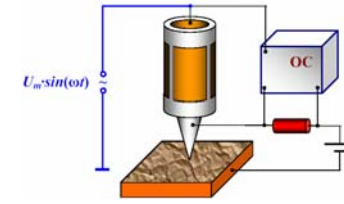


Рис. 6. Схема регистрации локальной работы выхода.

В свою очередь, колебания расстояния зонд-образец приводят к тому, что в соответствии с выражением (12) появляется переменная составляющая тока на частоте  $\omega$ :

$$I_t \cong I_0(V) \exp[-k(\Delta Z_0 + \Delta Z_m \sin(\omega t))].$$

Поскольку амплитуда сигнала модуляции и соответственно амплитуда колебаний туннельного промежутка малы, туннельный ток может быть представлен в виде

$$I_t \cong I_0(V) (1 - k \Delta Z_m \sin(\omega t)) \exp(-k \Delta Z_0).$$

Таким образом, используя выражение (2), амплитуду малых колебаний туннельного тока на частоте  $\omega$  можно представить выражением

$$I_{\omega} = I_0 K U_m (4\pi/h) (2m \varphi^*(x,y))^{1/2},$$

из которого следует, что она оказывается пропорциональна корню квадратному из величины локальной работы выхода электронов с поверхности образца. Таким образом, детектируя амплитуду колебаний туннельного тока в каждой точке кадра, можно построить одновременно с рельефом  $Z = f(x,y)$  распределение величины локальной работы выхода  $\varphi(x,y)$  на исследуемом участке поверхности.

### 1.4. Туннельная спектроскопия

Если наблюдать СТМ -изображения при различных напряжениях смещения  $V_s$  или, отключив на короткое время цепь обратной связи, снять зависимость туннельного тока  $I_t$  от  $V_s$  при постоянном значении зазора  $\Delta Z$  между острием и образцом, можно получить картину распределения оборванных связей, а также других электронных состояний, отвечающих разным энергиям, поскольку в процессе туннелирования в этом случае будут участвовать электроны с разными энергиями (из зоны проводимости, валентной зоны, локализованных состояний).

Дальнейшее развитие этого подхода привело к появлению сканирующей туннельной спектроскопии, при которой измеряется зависимость  $dI/dV_s = f(V_s)$ , непосредственно связанная с плотностью состояний в окрестности уровня Ферми.

Сканирующий туннельный микроскоп позволяет получать вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта зонд-поверхность в любой точке поверхности и исследовать локальные электрические свойства образца. Для характерных напряжений на туннельном контакте порядка 0.1 – 1 В и туннельных токов на уровне 0.1 – 1 нА сопротивление туннельного контакта  $R_t$  по порядку величин составляет  $10^8 \div 10^{10}$  Ом. Как правило, сопротивление исследуемых в СТМ образцов  $R_s$  существенно меньше  $R_t$ , и характер ВАХ определяется, в основном, свойствами небольшой области образца вблизи туннельного контакта.

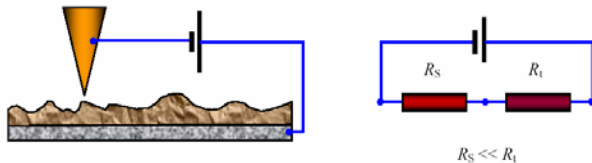


Рис. 7. Эквивалентная схема туннельного контакта по постоянному току

Характер туннельной ВАХ существенно зависит от энергетического спектра электронов в образце (рис. 8).

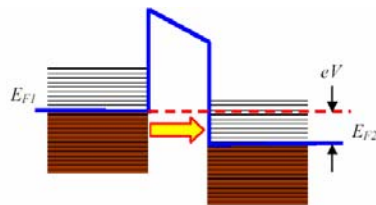


Рис. 8. Энергетическая диаграмма туннельного контакта двух металлов.

При прямом смещении (положительный потенциал на электроде 2 – образце) электроны туннелируют из заполненных состояний зоны проводимости зонда на свободные состояния зоны проводимости образца. При обратном смещении электроны туннелируют из образца в зонд. Величина туннельного тока определяется напряжением смещения, коэффициентом прозрачности барьера и плотностью состояний вблизи уровня Ферми. Выражение для туннельного тока в случае

дискретного электронного спектра было получено в работах [7-9]. В приближении квазинепрерывного спектра электронов выражение для туннельного тока может быть представлено в следующем виде [6,10]:

$$dI_t = BW(E) \rho_P(E) f_p(E) \rho_S(E) (1 - f_s(E)) dE,$$

где  $B$  – некоторая постоянная,  $\rho_P(E)$ ,  $\rho_S(E)$  - плотность состояний в материале зонда и исследуемого образца, соответственно. В простейшем случае прямоугольного барьера при низких температурах и в предположении, что плотность состояний вблизи уровня Ферми в металле зонда практически постоянна, выражение для тока можно записать в виде

$$I(V) = B \int_0^{eV} \rho_S(E) dE$$

В этом случае зависимость туннельного тока от напряжения определяется, в основном, плотностью состояний в энергетическом спектре образца. На практике величину  $\rho_S(E)$  оценивают по величине производной туннельного тока по напряжению:

$$\rho_S(eV) \sim \frac{\partial I}{\partial V}$$

Что касается самих СТМ-изображений, то оказалось, что изображения, полученные при разных  $V_s$  (то есть соответствующие различным энергетическим состояниям) выглядят по разному (рис. 9 а) и б) [11,12]. Так, выступы, наблюдаемые на изображении заполненных состояний (рис. 9а), обусловлены туннелированием в зону проводимости через оборванные связи атомов, в то время как впадины, видимые на изображении незаполненных состояний, определяются туннелированием электронов из валентной зоны или локализованных состояний кремния через оборванные связи  $sp^3$  – атомов (так называют атомы первого поверхностного слоя) и атомов, расположенных в угловых ямках.

Таким образом, СТМ способен отображать локализованные состояния электронов, в частности, распределение плотности состояний в прямом пространстве и расположение уровней на энергетической шкале. Но это означает, что СТМ позволяет наблюдать не сами атомы, а распределение в пространстве

вокруг атомов плотности электронов различной энергии и дает не просто топографию, а скорее изображение электронной структуры поверхности в окрестности уровня Ферми. Это обстоятельство, с одной стороны, существенно повышает информативность метода, так как именно поведение электронов, энергия которых близка к уровню Ферми, определяет основные свойства поверхности, с другой – затрудняет расшифровку истинных поверхностных атомных структур.

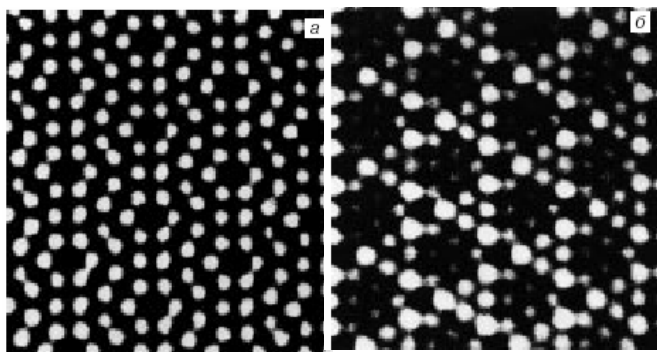


Рис. 9. СТМ – изображения поверхности Si(111) – 7x7 при разных напряжениях смещения: а -  $V_s = +2,4$  В (изображение заполненных состояний, электроны туннелируют из острия в образец); б -  $V_s = -2,4$  В (изображение незаполненных состояний, электроны туннелируют из образца в острие – зонд).

Существенный вклад в туннельный ток дают также поверхностные состояния и уровни энергии, связанные с адсорбированными на поверхности чужеродными атомами. Неконтролируемое присутствие на поверхности адсорбированных атомов сильно усложняет интерпретацию получаемых в эксперименте туннельных спектров. Кроме того, тепловые возбуждения приводят к значительному уширению дискретных уровней энергии, соответствующих локализованным состояниям, а также сильно размывают положение краев зоны проводимости и валентной зоны. Поэтому исследования локальных туннельных спектров полупроводниковых материалов проводят в условиях высокого вакуума и при низких температурах. В качестве примера на рис. 10 приведен туннельный спектр GaAs, полученный в работе [13].

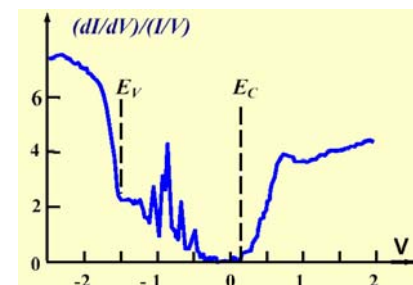


Рис. 10. СТМ спектр поверхности кристалла n-GaAs

Туннельные спектры позволяют определить положения краев зоны проводимости и валентной зоны относительно уровня Ферми, а также идентифицировать спектральные пики, связанные с примесными состояниями внутри запрещенной зоны полупроводников.

### 1.5. Изготовление зондов для туннельных микроскопов

В сканирующих туннельных микроскопах используются зонды нескольких типов. В первое время широкое распространение получили зонды, приготовленные из вольфрамовой проволоки методом электрохимического травления. Данная технология была хорошо известна и использовалась для приготовления эмиттеров для автоионных микроскопов. Процесс приготовления СТМ зондов по данной технологии выглядит следующим образом. Заготовка из вольфрамовой проволоки укрепляется так, чтобы один из ее концов проходил сквозь проводящую диафрагму (Д) и погружался в водный раствор щелочи КОН (рис. 11). Контакт между диафрагмой и вольфрамовой проволокой осуществляется посредством капли КОН, расположенной в отверстии диафрагмы.

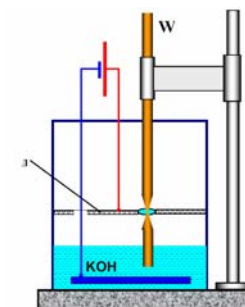




Рис. 11. Схема изготовления СТМ зондов из вольфрамовой проволоки с помощью электрохимического травления.

При пропускании электрического тока между диафрагмой и электродом, расположенным в растворе КОН, происходит перетравливание заготовки. По мере травления толщина перетравливаемой области становится настолько малой, что происходит разрыв заготовки за счет веса нижней части. При этом нижняя часть падает, что автоматически разрывает электрическую цепь и останавливает процесс травления.

Другая широко применяемая методика приготовления СТМ зондов – перерезание тонкой проволоки из *PtIr* сплава с помощью обыкновенных ножниц. Перерезание производится под углом порядка 45 градусов с одновременным натяжением *P* проволоки на разрыв (рис. 12).

Процесс формирования острия в этом случае отчасти сходен с процессом изготовления острия из вольфрама. При перерезании происходит пластическая деформация проволоки в месте резки и обрыв ее под действием растягивающего усилия *P*. В результате в месте разреза формируется вытянутое острие с неровным (рваным) краем с многочисленными выступами, один из которых и оказывается рабочим элементом СТМ зонда. Данная технология изготовления СТМ зондов применяется сейчас практически во всех лабораториях и почти всегда обеспечивает гарантированное атомарное разрешение при СТМ исследованиях поверхности.

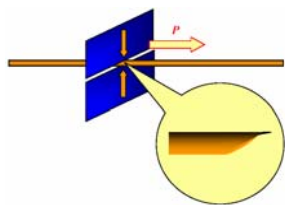


Рис. 12. Схема процесса формирования СТМ острия при перерезании проволоки из PtIr сплава.

## 2. Практическая часть.

### 2.1. Описание СЗМ типа *P4-SPM-MDT*.

СЗМ состоит из основания с виброзащитной подвеской, подвесной платформы с установленным на ней шаговым двигателем для перемещения пьезосканера. На пьезосканере имеется крепление для исследуемых образцов. Его вертикальное перемещение по оси *Z* контролируется обратной связью, а перемещение в плоскости задает площадь сканирования. Движитель с системой грубого подвода обеспечивают подведение образца к зонду в зону рабочего диапазона сканера. В основании микроскопа размещена электронная плата - процессор, управляющая работой микроскопа (рис. 13). На платформу устанавливается головка СЗМ, которая может работать как в режиме СТМ, так и в режиме сканирующего атомно-силового микроскопа (АСМ) в зависимости от того, какой на нее поставлен юстировочный столик - с иглой СТМ или с кантилевером АСМ. Ток, протекающий через диэлектрический промежуток между иглой СТМ и образцом в процессе сканирования, усиливается в предусилителе, установленном на том же юстировочном столике, что и игла, и попадает в цепь обратной связи, а также после АЦП становится сигналом, который регистрируется программой обработки и построения изображений сканируемой поверхности. Считываемая в процессе сканирования информация передается на рабочую станцию -IBM PC совместимый компьютер, посредством которого осуществляется управление микроскопом.

### 2.2. Управление работой СТМ.

Схема системы управления СТМ представлена на рис. 14. Система управления состоит из цифровой части в виде набора ЦАП и АЦП, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Напряжение на туннельном промежутке задается оператором с помощью ЦАП - *U*, а поддерживаемый системой обратной связи ток - с помощью ЦАП - *I*. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП - *X* и ЦАП - *Y* служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи

состоит из предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке СТМ, разностного усилителя РУ, фильтра низких частот ФНЧ, усилителей У4 и У5, пьезопреобразователя, регулирующего величину туннельного промежутка.

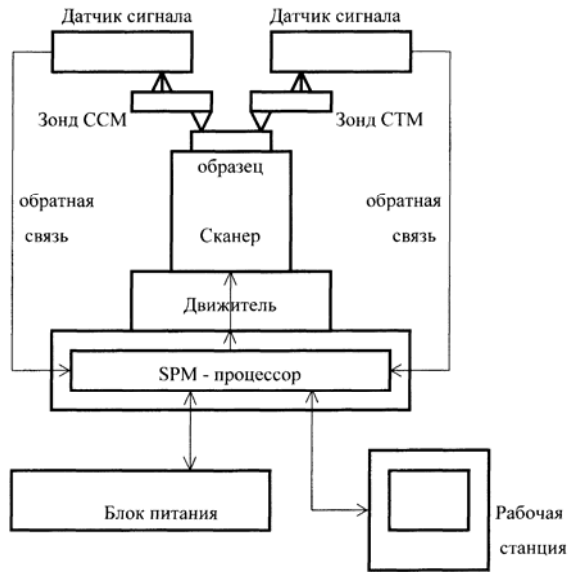


Рис. 13. Схема взаимодействия компонентов СЗМ

Перед началом работы оператор устанавливает рабочие параметры туннельного тока и напряжения и включает систему сближения зонда и образца. При этом управляющее напряжение подается на двигатель с ЦАП – Д. В начальном состоянии ток в петле обратной связи отсутствует, и сканер максимально вытянут в направлении к образцу. При появлении туннельного тока обратная связь отодвигает сканер, и система переходит в режим точной установки образца. В этом режиме происходит совместное движение образца и отодвигание (системой ОС) зонда до тех пор, пока сканер не встанет в середину своего динамического диапазона. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянное выбранное оператором значение туннельного тока.

Сканирование образца осуществляется при подаче напряжений пилообразной формы на внешние электроды трубчатого сканера с помощью двухканальных ЦАП

– X и ЦАП – Y и двухканальных высоковольтных усилителей У1 и У2. При сканировании система обратной связи поддерживает постоянным туннельный ток. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение туннельного тока  $I_t$  сравнивается на разностном усилителе со значением  $I_0$ , заданным оператором. Разностный сигнал  $(I_t - I_0)$  усиливается (усилителями У4 и У5) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Таким образом, при сканировании напряжение на Z-электроне сканера оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Сигнал с выхода усилителя У4 записывается с помощью АЦП как информация о рельефе поверхности.

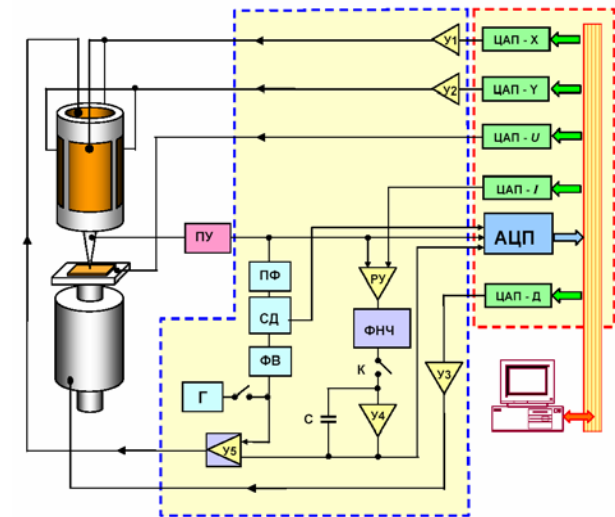


Рис. 14. Схема системы управления сканирующего туннельного микроскопа

Для получения информации о распределении локальной работы выхода сигнал с генератора Г смешивается через усилитель У5 с напряжением на Z-электроне. Соответствующая компонента туннельного тока на частоте  $\omega$  выделяется полосовым фильтром ПФ и детектируется с помощью синхронного детектора СД, на который также подается опорное напряжение с задающего генератора. Фаза сигналов синхронизируется с помощью фазовращателя ФВ. Амплитуда тока на частоте  $\omega$  записывается в память компьютера с помощью АЦП как сигнал, пропорциональный локальной работе выхода.

Регистрация ВАХ туннельного контакта в заданной точке образца осуществляется следующим образом. Обратная связь разрывается на короткое время электронным ключом К. Напряжение на внутреннем электроде пьезотрубки поддерживается постоянным с помощью конденсатора С, так что зонд на короткое время зависает над поверхностью. После этого с ЦАП -  $U$  на туннельный промежуток подается напряжение  $U(t)$  пилообразной формы, и синхронно с ним в АЦП записывается информация о туннельном токе с выхода предварительного усилителя ПУ. После этого ключ К замыкается, и система обратной связи восстанавливает состояние туннельного контакта, соответствующее условию  $I_t = const$ . При необходимости процедура снятия ВАХ повторяется  $N$  раз для формирования усредненных зависимостей туннельного тока от напряжения.

### 2.3. Формирование и обработка СЗМ изображений

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), затем переходит на следующую строку (кадровая развертка). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра - двумерного массива целых чисел  $a_{ij}$  (матрицы). Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов  $ij$  соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилась запись информации:

$$x_i = x_0 i, y_j = y_0 j.$$

Здесь  $x_0$  и  $y_0$  – расстояния между соседними точками вдоль оси X и Y, в которых производилась запись информации. Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер  $2^n$  (в основном  $256 \times 256$  и  $512 \times 512$  элементов). Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При 3D визуализации изображение поверхности  $Z = f(x,y)$ , соответствующей СЗМ данным, строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (рис. 15). При этом удается подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D СЗМ изображений. При 2D визуализации каждой точке поверхности  $Z = f(x,y)$  ставится в соответствие цвет. Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности. На рис. 16 для примера приведено 2D и 3D изображения участка поверхности высокоориентированного пиролиитического графита (ВОПГ).

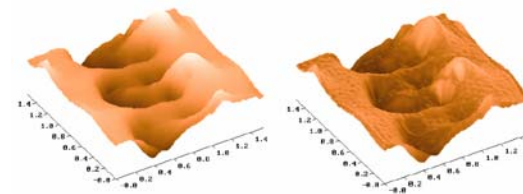


Рис. 15. 3D визуализация рельефа поверхности с подсветкой по высоте (а) и с боковой подсветкой (б).

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На рис. 17 схематически представлены возможные искажения в СЗМ

изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

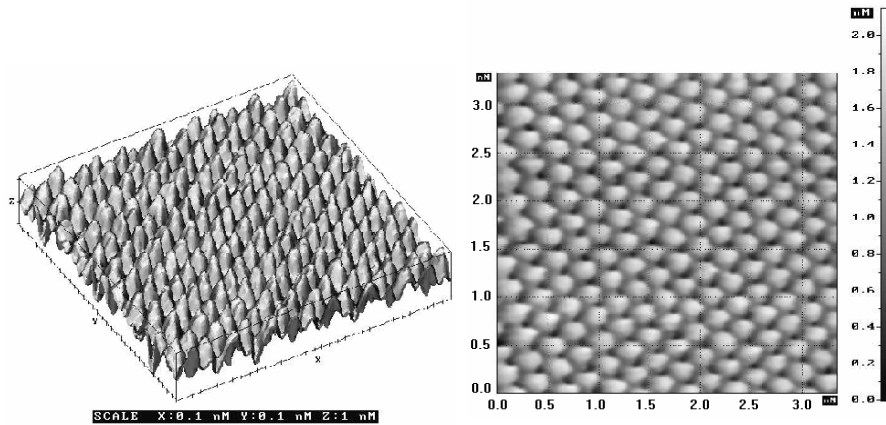


Рис.16. СТМ – изображение ВОПГ: слева – 3D; справа – 2D яркостное. изображение.

Искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры (постоянную составляющую, постоянный наклон, неидеальность свойств пьезосканера) удаляются из СЗМ кадра программными способами. Шумы аппаратуры (в основном, это шумы высокочувствительных входных усилителей), нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений также могут быть удалены программными средствами (См. «Руководство пользователя. Ч.1. Сканирующий зондовый микроскоп *P4-SPM-MDT*»).

#### 2.4. Фурье - фильтрация СЗМ изображений.

Одним из мощных методов коррекции СЗМ изображений является спектральная фильтрация на основе преобразований Фурье. Как известно, любая функция может быть представлена в виде интеграла Фурье. В случае СЗМ кадра преобразование Фурье производится над дискретными величинами.

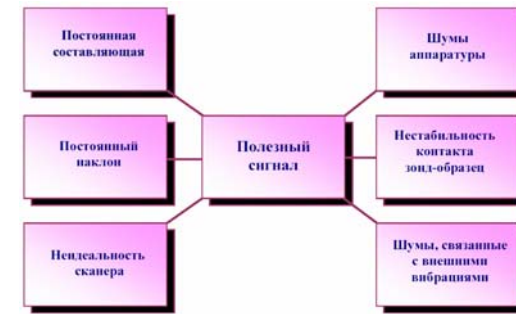


Рис. 17. Возможные искажения в СЗМ изображениях

При Фурье-фильтрации производятся преобразования над пространственным спектром поверхности. Преобразованный Фурье-образ поверхности можно записать в виде:

$$F'_{\alpha\beta} = F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta}$$

где  $H_{\alpha\beta}$  представляет собой спектральную функцию применяемого фильтра. Тогда отфильтрованное изображение получается в результате обратного преобразования Фурье для обработанного спектра поверхности:

$$Z'_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta} \exp\left[-2\pi v\left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N}\right)\right]$$

Наиболее распространенными являются фильтры низких и высоких частот с круговыми и квадратными окнами. Для фильтров низких частот спектральные функции фильтров определяются в виде

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 1 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 0 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 1 & \text{для } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 0 & \text{для } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases}$$

где величины  $R$  и  $A$  представляют собой соответственно радиус кругового и размер квадратного окна функции фильтра. По аналогии для фильтра высоких частот имеем:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 0 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 1 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 0 & \text{для } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 1 & \text{для } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases}$$

На рис. 18 показаны результаты Фурье - фильтрации СТМ изображений ВОПГ, представленных на рис. 16.

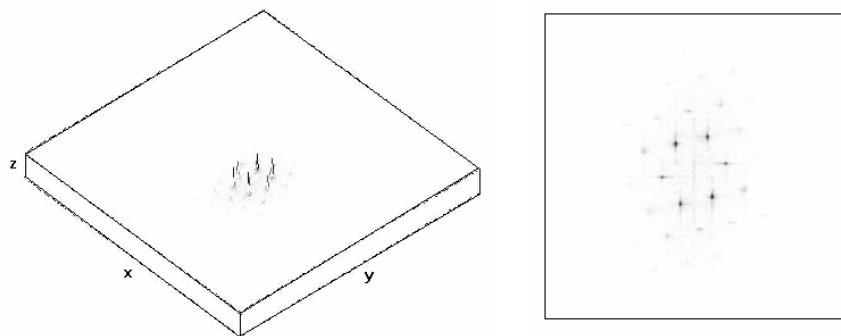


Рис.18. Изображение карты Фурье ВОПГ: слева – 3D; справа – 2D.

Таким образом, стандартное программное обеспечение зондовых микроскопов включает в себя достаточно широкий набор средств по визуализации и обработке СЗМ данных. Кроме того, изображения, полученные на сканирующем зондовом микроскопе, могут быть сохранены в одном из графических форматов, что позволяет использовать дополнительные возможности, предоставляемые современными пакетами компьютерных программ по обработке и коррекции изображений.

### 2.5. Измерение вольт-амперных характеристик туннельного контакта

С помощью СТМ можно измерять вольт-амперные характеристики (ВАХ) туннельного контакта в различных точках поверхности, что позволяет судить о локальной проводимости образца и изучать особенности локальной плотности состояний в энергетическом спектре электронов. Для регистрации вольт-амперных характеристик туннельного контакта в СТМ применяется следующая процедура (рис. 19). На СТМ изображении поверхности выбирается область образца, в которой предполагается произвести измерения. Зонд СТМ выводится сканером в соответствующую точку поверхности. Для получения ВАХ контакта обратная связь на короткое время разрывается, и к туннельному промежутку прикладывается

линейно нарастающее напряжение. При этом синхронно с изменением напряжения регистрируется ток, протекающий через туннельный контакт. Во время снятия ВАХ на время разрыва обратной связи на электрод сканера подается потенциал, равный потенциалу непосредственно перед разрывом.

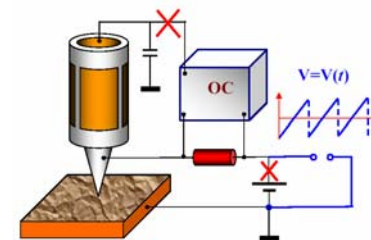


Рис. 19. Схема регистрации ВАХ туннельного промежутка СТМ

В каждой точке производится измерение ВАХ несколько раз. Итоговая вольт-амперная характеристика получается путем усреднения набора ВАХ, измеренных в одной точке. Усреднение позволяет существенно минимизировать влияние шумов туннельного промежутка.

### 2.6. Порядок выполнения лабораторной работы «Исследование поверхности материалов методом сканирующей туннельной микроскопии»

1. Ознакомиться с «Руководством пользователя СЗМ *P4-SPM-MDT*» и «Инструкцией по порядку проведения зондовых измерений на СЗМ *P4-SPM-MDT*».
2. Получить СТМ - изображение микро топографии графитовой пленки в режиме постоянства туннельного тока  $I_t = const$ .
3. Получить СТМ – изображение поверхности графитовой пленки в режиме постоянного зазора между зондом и поверхностью образца  $z = const$ .
4. Произвести обработку полученных СТМ изображений с использованием программных средств СЗМ *P4-SPM-MDT*
5. Провести Фурье – преобразование СТМ - изображений поверхности графитовой пленки и получить 2D и 3D карты Фурье

6. Получить распределение величины локальной работы выхода  $\phi(x,y)$  на исследуемом участке поверхности.

7. Произвести измерение ВАХ туннельного контакта на графитовых и металлических пленках.

### Список литературы

1. G. Binnig, H. Rohrer - Scanning tunneling microscopy. // *Helv. Phys. Acta*, v. 55, № 6, p. 726 – 735 (1982).
2. G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel. Tunneling through a controllable vacuum gap. // *Appl. Phys. Lett.*, v. 40, p. 178 (1982).
3. Д.И. Блохинцев. Основы квантовой механики, Москва, "Наука", 1983 г.
4. Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теоретическая физика том 3 - Квантовая механика, М.: "Физматлит", 2001, 804 с.
5. J.G. Simons. Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film // *J. Appl. Phys.*, 34, 1793 (1963).
6. J.G. Simons. Electric tunnel effect between dissimilar electrodes separated by a thin insulating film // *J. Appl. Phys.*, 34, 2581 (1963).
7. J. Tersoff and D. R. Hamann. Theory and application for scanning tunneling microscope. // *Phys. Rev. Lett.* v. 50, p. 1998-2001 (1983).
8. J. Tersoff and D. R. Hamann. Theory of the scanning tunneling microscope. // *Phys. Rev. B*, v. 31 (2), 805-813 (1985).
9. J. Tersoff. Method for the calculation of scanning tunneling microscope images and spectra. // *Phys. Rev. B*, v. 40 (17), 11990-11993 (1989).
10. Г.Е. Пикус. Основы теории полупроводниковых приборов, М.: Наука, 1965, 448 с.
11. Р.З. Бахтизин Сканирующая туннельная микроскопия – новый метод изучения поверхности твердых тел. // *Соросовский Образовательный Журнал*. Т.6. № 11. 2000.С.83-89.
12. Лифшиц В.Г. Современные приложения сканирующей туннельной микроскопии для анализа и модификации поверхности.// *Соросовский Образовательный Журнал*. Т.7. № 5. 2001.С.110-116.
13. R.M. Feenstra, V. Ramachandran, H. Chen. Recent development in scanning tunneling spectroscopy of semiconductor surfaces. // *Appl. Phys.*, A 72, p. 193 – 199 (2001).

