

УДК 621.385.833.2 (047)

Сверхвысоковакуумный СТМ, совмещенный с электронным спектрометром ESCALAB-5 / А. О. Голубок, В. А. Тимофеев, В. Ю. Аристов, С. Г. Гелахова // Научное приборостроение — 1992. — Т. 2. — N 1. — С. 74-84.

Описана конструкция сверхвакуумного СТМ, встроеного в многофункциональную установку для исследования поверхности ESCALAB-5. Описано построение электронной системы управления и сбора данных. Приводятся СТМ-изображения и карты локальной работы выхода, демонстрирующие возможности прибора при исследовании поверхности полупроводников и систем металл — полупроводник. Библ. — 10 назв. Ил. — 5.

А. О. Голубок, В. А. Тимофеев

(Институт аналитического приборостроения РАН, С.-Петербург)

В. Ю. Аристов, С. Г. Гелахова

(Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка)

СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНЫЙ СТМ, СОВМЕЩЕННЫЙ С ЭЛЕКТРОННЫМ СПЕКТРОМЕТРОМ ESCALAB-5 *

Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) – прибор, позволяющий исследовать структуру и электронные свойства проводящих поверхностей с экстремально высоким пространственным разрешением [1]. Во многих случаях адекватную информацию о расположении атомов на исследуемой поверхности, плотности электронных состояний, работе выхода, спиновой поляризации, распределении поверхностного заряда можно получить лишь в условиях сверхвысокого вакуума после предварительной очистки поверхности исследуемого образца и используемого острия-инжектора [2, 3]. При этом очевидно, что интерпретация экспериментальных данных может оказаться более простой и надежной при условии совмещения СТМ-методики с другими, традиционными методиками исследования поверхности.

Сверхвысоковакуумный СТМ, оснащенный комплексом традиционных методик подготовки и диагностики поверхности представляет собой сложный и дорогостоящий прибор, не всегда доступный широкому кругу исследователей. В связи с этим перспективной представляется разработка СТМ-приставок к серийно выпускаемым многометодовым установкам для исследования поверхности. При этом первостепенной становится задача включения СТМ в единую систему транспортировки образцов и обеспечения оперативной замены острий без нарушения вакуума в рабочей камере.

Следует отметить, что, с одной стороны, для уменьшения влияния вибраций и тепловых дрейфов предпочтительно применять компактные симметричные конструкции с высокой собственной резонансной частотой. С другой стороны, включение СТМ в имеющуюся транспортную систему ведет к «разбуханию» конструкции и, следовательно, к ухудшению его параметров. На практике приходится, как правило, выбирать компромиссные решения [4, 5].

* Авторы выражают благодарность Давыдову Д. Н., Грохольскому А. С., Нахабцеву Д. В., Виноградовой С. А. и Жилину В. Ю. за помощь и участие в обсуждении результатов этой статьи.

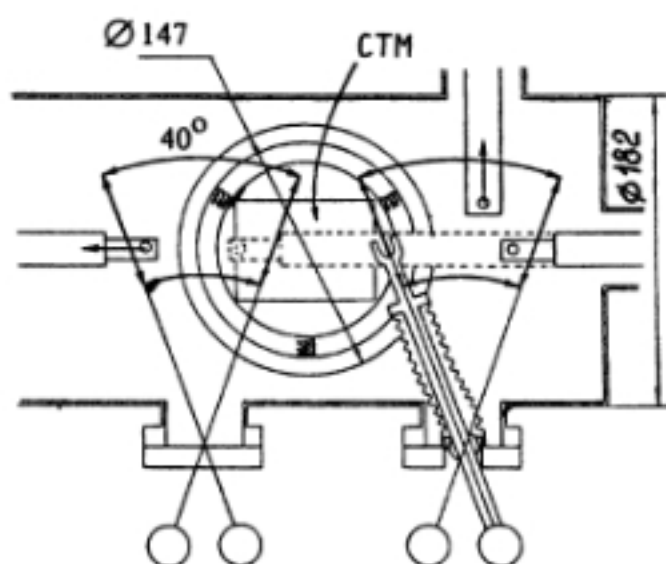


Рис. 1. Схема функционирования транспортной камеры подготовки образцов установки ESCALAB-5

Серийный электронный спектрометр ESCALAB-5 представляет собой сверхвысоковакуумную (базовое давление $5 \cdot 10^{-11}$ торр) многофункциональную установку, предназначенную для исследования химического состава, атомной и электронной структуры поверхности твердых тел. Она состоит из шлюзовой камеры, камер подготовки и анализа. Для подготовки поверхности образцов установлены системы скола, очистки ионным пучком, прогрева до 1300°C , напуска газа, количество и состав которого контролируются квадрупольным масс-спектрометром, напыления тонких, порядка нескольких монослоев, металлических пленок. Для анализа поверхности образцов установка оснащена методиками оже-электронной спектроскопии, дифракции медленных электронов, ультрафиолетовой и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, спектроскопии характеристических потерь энергии электронов высокого разрешения. В камере подготовки имеется расположенный вертикально свободный фланец ДУ-160 Conflat. Схема функционирования транспортной системы камеры подготовки приведена на рис. 1. Указаны области перемещения манипуляторов относительно установленного в камере СТМ. Применяемый держатель образца и схема его фиксации показаны на фрагменте 1 рис. 2.

Описываемый СТМ является дальнейшим развитием конструкции, описанной в работе [6], и предназначен для совместной работы с установкой ESCALAB-5. В качестве элемента, осуществляющего перемещение острия по координатам X , Y (лежащим в плоскости образца) и Z (направленной по нормали к ней), используется пьезосканер 1 (см. рис. 2) трубчатой конструкции из материала типа ПКР-8. Для закрепления в аналитическом узле пьезокерамическая трубка оканчивается фланцем 2 из того же материала. На поверхность пьезосканера нанесены серебряные электроды для управления по X , Y и Z координатам. Соединения соответствующих сегментов и контактные площадки размещены на присоединительном фланце 2. Крепежные винты служат одновременно и тоководами. Держатель острия с цанговым зажимом 3 изготовлен из нержавеющей стали и прикреплен к пьезосканеру механически. Отсутствие клееных соединений свело к минимуму газовыделение. Диапазон

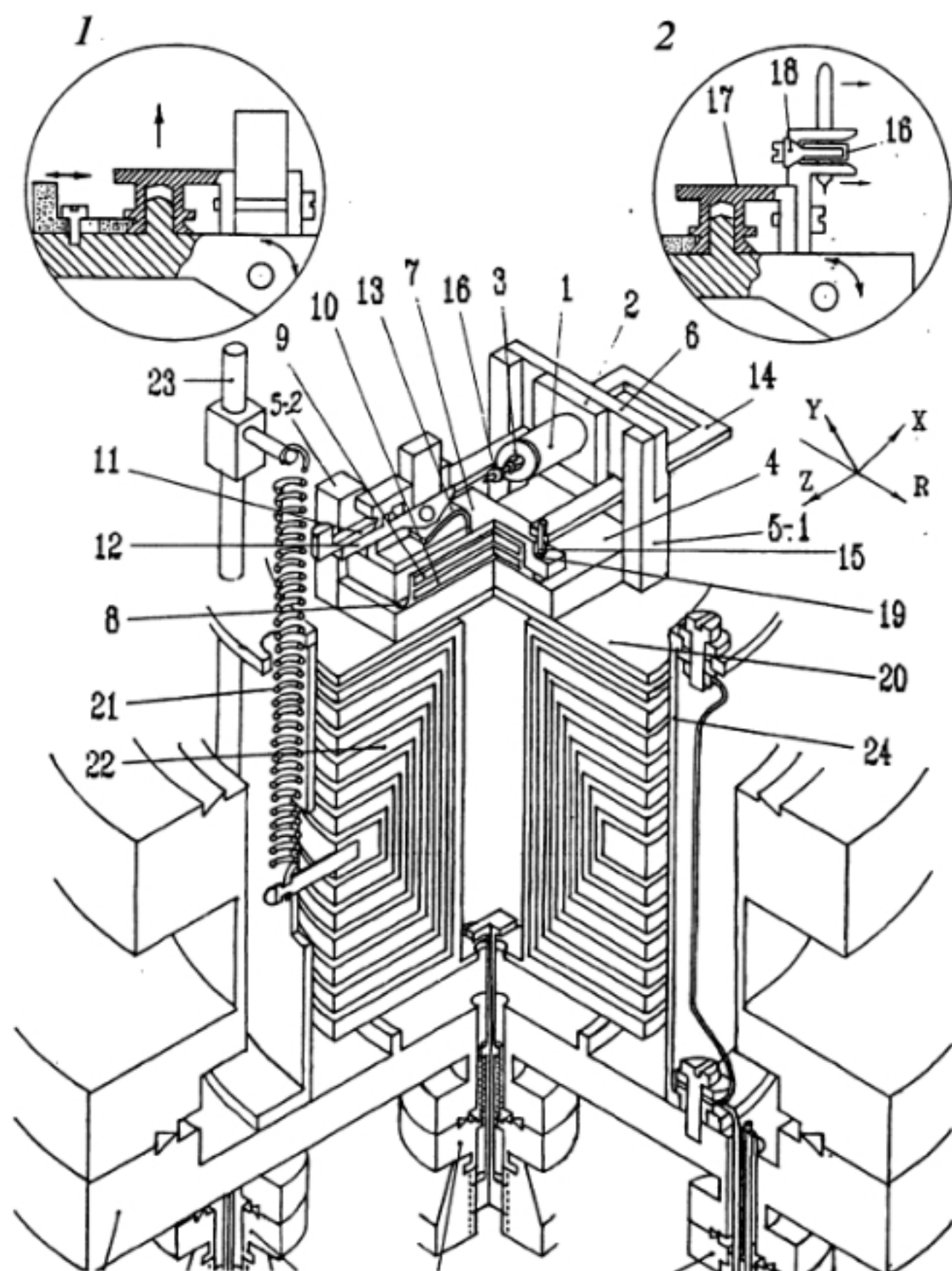


Рис. 2. Конструкция сверхвысоковакуумного СТМ. Фрагмент 1 – держатель образца; фрагмент 2 – носитель острия

сканирования по осям X и Y составил 3.5×3.5 мкм², по оси Z – 1 мкм. Пьезосканер крепится к кварцевому основанию 4 горизонтально при помощи массивных стоек 5.1 и кронштейна 6. Для обеспечения одинаковых условий сканирования по осям X и Y пьезосканер закреплен таким образом, что обе оси направлены под углом 45° к горизонту. В данной конструкции без каких-либо переделок можно устанавливать различные типы пьезосканеров. Единственным требованием является постоянство посадочных размеров присоединительного фланца. По основанию 4 перемещается двухкоординатный инерциальный пьезодвигатель грубого подвода образца к острию 7. Скользящими опорами пьезодвигателя служат механически прикрепленные к нему три сапфировых шара 8 диаметром 4 мм. Для надежности работы в условиях сверхвысокого вакуума трущиеся поверхности опор и основания 4 обработаны дисульфидом молибдена. В качестве активного элемента пьезодвигателя используются установленные внутри корпуса пластины 9 и 10 из пьезокерамики ПКР-8. Пластина 9 приводит пьезодвигатель в движение по оси Z (сближение образца с острием), а пластина 10 перемещает его в горизонтальной плоскости перпендикулярно острию (ось R). Перемещением вдоль оси R достигается выбор области сканирования. Диапазон перемещения по оси Z составляет 15 мм, по оси R – 6 мм с минимальным устойчивым шагом 20 нм. Сверху на корпусе пьезодвигателя установлен фиксатор образца 11 с механизмом поворота на 90° (кантователь) 12, имеющим два устойчивых состояния. На фрагменте 1 рис.2 показан образец, расположенный горизонтально (лицевой поверхностью вверх). В этом положении механизма производится установка и снятие держателя образца при помощи левого манипулятора типа «wobble-stick». Этим же манипулятором производится запираение и отпуская фиксатора 11 и переворот кантователя. Следует заметить, что защелка фиксатора 11 устроена таким образом, что в открытом для замены образца состоянии она блокирует кантователь 12. Переворот кантователя возможен только при закрепленном держателе образца, что исключает его случайное падение. В вертикальном положении, при котором образец расположен лицевой поверхностью к острию, кантователь фиксируется пружиной 13. Для исключения касания острия и порчи пьезосканера при проведении перезарядки предусмотрена фиксация пьезодвигателя 7 арретиром. Он представляет собой металлическую рамку 14, шарнирно прикрепленную одним концом к стойкам 5.2 таким образом, что может поворачиваться вокруг оси закрепления в вертикальной плоскости. Рамка проходит над пьезодвигателем 7, не касаясь его, и прижимается пружиной к нижней стороне кронштейна 6. Правым манипулятором типа wobble-stick можно опустить рамку 14 вниз. При этом пьезодвигатель 7 будет прижат к основанию 4 штифтами 15 рамки 14 в любом положении в пределах области перемещения. Для ускорения эксперимента грубые перемещения пьезодвигателя, например, в крайнее заднее положение для перезарядки или для выбора области сканирования могут быть осуществлены левым манипулятором. Более подробно остановимся на способе замены острия. Для транспортировки и замены острие, снабженное пояском 16, установлено вертикально хвостовой частью вверх в носитель 17; по установочным размерам аналогичен держателю образца. Вдоль своей оси острие может иметь ход, ограниченный люфтом между пояском и пазом в носителе (около 0,2 мм), а в направлении, указанном стрелкой, только поджимается охватывающей пружиной 18. Для установки острия на пьезосканер носитель с острием устанавливается на место держателя образца на пьезодвигатель 4 и разворачивается кантователем, после чего пьезодвигатель двигается по направлению к пьезосканеру. После перемеще-

ния пьезодвижителя на величину свободного хода (15 мм) установленные на нем ловители 19 захватываются штифтами 15. При этом острие оказывается точно напротив отверстия цангового зажима 3. Захваченный штифтами пьезодвижитель может быть перемещен только вдоль оси пьезосканера. При дальнейшем перемещении пьезодвижителя манипулятором хвостовая часть острия вводится в цанговый зажим. После того, как острие вдвинуто и штифты 15 уперлись в ограничители, пьезодвижитель фиксируется арретиром. Это так называемое положение перезарядки острия. После арретирования пьезодвижителя поворачивается кантователь. Слабая пружина 18 отпускает поясok 16 острия, оно остается в держателе, а кантователь принимает горизонтальное положение. Арретир отпускается, пьезодвижитель отодвигается в положение перезарядки, носитель острия можно снять. Снятие острия производится в другом порядке. Пьезодвижитель с установленным на нем в горизонтальном положении пустым носителем острия устанавливается в положение перезарядки острия и арретируется. Затем поворачивается кантователь, при этом носитель захватывает острие за поясok. После этого отпускается арретир, и пьезодвижитель манипулятором оттягивается назад. При этом носитель вытягивает острие из цангового зажима. В крайнем заднем положении пьезодвижителя кантователь снова приводится в горизонтальное положение. Цикл перезарядки острия окончен. Необходимо отметить, что в процессе перезарядки острия пьезосканер подвергается только осевым нагрузкам, в направлении которых он имеет наибольшую прочность. Описанный выше узел туннелирования для удобства монтажа и настройки закреплен на металлическом диске 20 и монтируется на систему виброзащиты как единое целое.

Система виброзащиты состоит из двух ступеней. Первая – пружинная подвеска с резонансной частотой 2.5 Гц, состоящая из трех спиральных пружин 21. Вторая – многоступенчатый гаситель колебаний 22 типа «сэндвич», между металлическими элементами расположены демпфирующие прокладки из резины типа WITON. Особенностью конструкции типа «сэндвич» является то, что во избежание возникновения в системе крутильных колебаний центры тяжести и инерции каждого его элемента находятся в одной точке, расположенной в плоскости закрепления пружин 21 первой ступени виброзащиты. Пружины 21 закреплены на стойках 23 таким образом, что при сборке возможна грубая регулировка высоты закрепления в пределах 50 мм. Вся система виброзащиты помещена внутрь несущего стакана 24, поддерживающего стойки 23 и служащего для размещения на нем через соответствующие изоляторы экранированных (к острию и образцу) и оголенных проводников управления СТМ. Для защиты от вибраций электрические соединения между жесткими проводниками, закрепленными на стакане 24, и узлом туннелирования выполнены в виде пружин из тонких (30 мкм) оголенных проводников. Стойки 23 опираются на вакуумные вводы перемещения 25, установленные на несущем фланце 26 ДУ-200 Conflat. Вводы 25 имеют рабочий ход 8 мм. Это позволяет при необходимости выравнять СТМ при провисании пружин от прогрева и провести юстировку положения системы виброзащиты для работы ее арретира. Арретир системы виброзащиты 27 представляет собой вакуумный ввод, аналогичный 25, притягивающий первый элемент «сэндвича» с установленным на нем узлом туннелирования к фланцу 26. На фланце 26, кроме того, установлены электроразъемы 28 для ввода туннельного тока и напряжения, управления пьезодвижителем грубого подвода и сканированием. С внешней стороны фланца к разъему 28 привинчивается корпус преобразователя ток — напряжение.

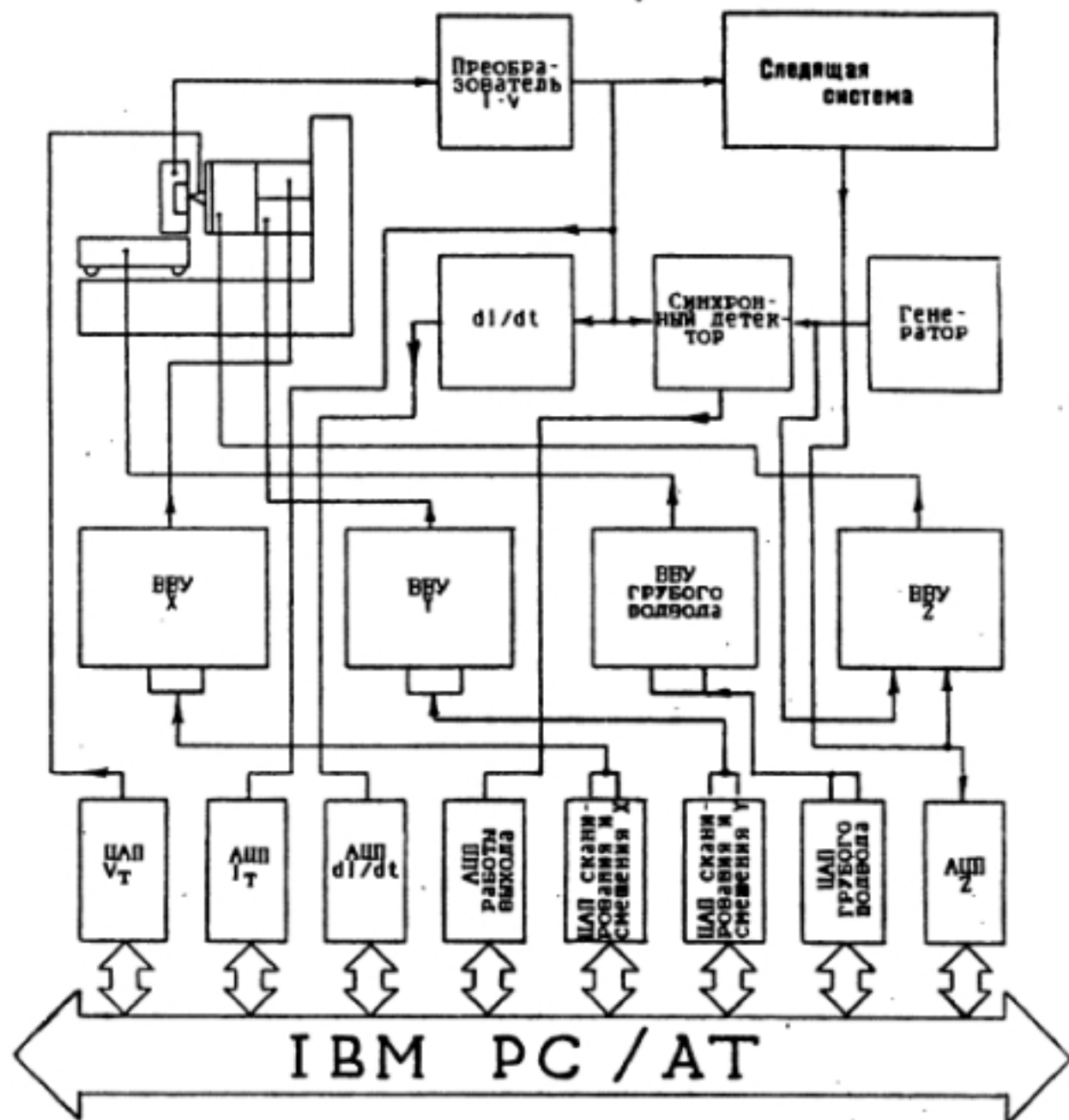


Рис. 3. Блок-схема системы управления и сбора данных

Электронная система управления и сбора данных (ЭСУСД) СТМ состоит из электронных блоков, выполненных в стандарте КАМАК, персонального компьютера типа IBM PC/AT и программного обеспечения. Блок-схема системы приведена на рис. 3. Блок преобразователя ток — напряжение для уменьшения входной емкости расположен непосредственно на фланце 26 (см. рис. 2). Блоки следящей системы, высоковольтных усилителей грубого подвода и сканирования, дополнительного источника напряжения с диапазоном от -100 до $+100$ В (на рис. не показан), разработаны специально для использования в СТМ и изготовлены в конструктиве КАМАК, остальные — серийные модули КАМАК. Все модули помещены в один стандартный крейт. Вне крейта находятся применяемые в ЭСУСД серийные генератор, синхрон-

ный детектор, осциллограф и источник питания. Связь между компьютером и магистралью КАМАК осуществляется специализированным интерфейсом через контроллер К-16.

Преобразователь *ток – напряжение* собран по традиционной схеме на микросхеме 544УД1А и имеет коэффициент преобразования 10^8 В/А в полосе 0 – 20 кГц при туннельных токах от 0.1 до 100 нА. Источник туннельного напряжения имеет диапазон от 0 до 10 В при дискретности установки 10 мВ. В ЭСУСД применена аналоговая следящая система. Она осуществляет поддержание постоянной величины туннельного тока, задаваемого с дискретностью 0.1 нА, в полосе 0 – 300 Гц и имеет амплитудно-частотную характеристику, исключающую ее самовозбуждение на резонансных частотах электронных блоков и механических частей узла туннелирования. Это достигается введением в схему специальных фильтров. Для устойчивой работы следящей системы при исследовании в СТМ образцов различной природы, эффективная работа выхода которых может варьироваться в пределах 0.1 – 5 эВ, и при различных значениях туннельных токов коэффициент усиления петли обратной связи может изменяться в пределах трех декад.

С выхода следящей системы сигнал ошибки поступает на высоковольтный усилитель ВВУ_z, подключенный к Z – сегменту пьезосканера. Максимальное напряжение на выходе ВВУ_z составляет 450 В, полоса частот 0 – 10 кГц. Для повышения точности измерений и удобства работы весь диапазон напряжений разбит на два поддиапазона 0 – 45 и 0 – 450 В. Это достигается ступенчатым изменением коэффициента передачи ВВУ от 10 до 100. Уровень шума с учетом чувствительности пьезосканера по оси Z не превышает $7 \cdot 10^{-3}$ нм.

Для управления сканированием по осям X и Y используются два идентичных усилителя – ВВУ_x и ВВУ_y. Использование идентичных каналов X и Y позволяет в процессе эксперимента менять местами оси сканирования. Максимальное выходное напряжение составляет 450 В в полосе частот 0 – 2 кГц. Для повышения точности измерений и удобства работы коэффициент передачи ВВУ_x и ВВУ_y также может ступенчато изменяться. Предусмотрены два диапазона сканирования $3.5 \cdot 3.5$ и $0.35 \cdot 0.35$ мкм². Эти диапазоны, в свою очередь, разбиты на четыре поддиапазона каждый. В результате имеется возможность менять площадь сканирования от $3.5 \cdot 3.5$ мкм² до $2.8 \cdot 2.8$ нм² и величину шага от 350 до 0.01 нм. В ВВУ_x и ВВУ_y имеются специальные схемы, служащие для суммирования сигналов сканирования с постоянными сигналами. Это обеспечивает режим выбора начальной точки сканирования в пределах максимальной площади. Уровень шума на выходе ВВУ_x и ВВУ_y с учетом чувствительности пьезосканера по осям X и Y не превышает 0.01 нм.

Для измерения работы выхода образца в следящей системе предусмотрена возможность накладывать на выходной сигнал синусоидальную модуляцию частотой несколько выше частоты среза следящей системы (1 – 3 кГц), и амплитудой, приведенной к амплитуде колебаний туннельного промежутка, 0.01 – 0.1 нм. Выделение отклика в туннельном токе производится синхронным детектором. По измеренному отклику рассчитывается работа выхода, как описано, например, в работе [7]. Для измерения вольт-амперных характеристик предусмотрена возможность разрывать петлю обратной связи на время до 50 мс с запоминанием на время разрыва выходного напряжения схемой выборки-хранения. В то время, когда петля следящей системы разомкнута, сканирование остановлено и ширина туннельного зазора зафиксирована, происходит развертка туннельного напряжения и измерение соответствующего изменения туннельного тока. В режиме туннельной спектроскопии для снятия производных

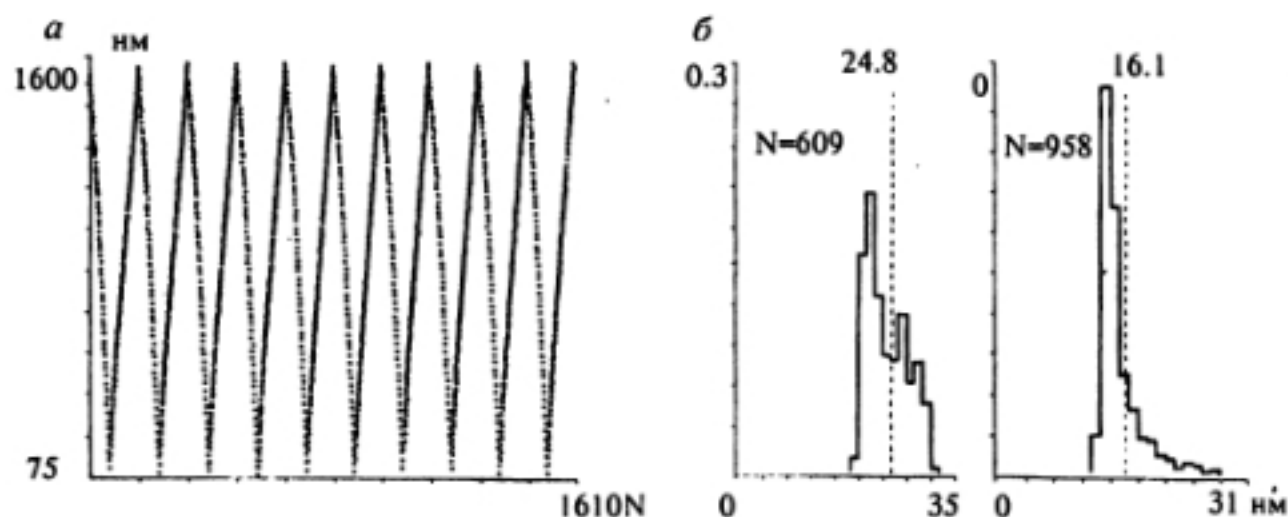


Рис. 4. Распределение величины шагов инерциального пьезодвижителя грубого подвода при движении по направлению к острию и от острия: а – график; б – гистограммы.

вольт-амперных характеристик применяется схема аналогового дифференцирования [8] и модуляционная методика, описанная, например, в работе [9]. Для обеспечения возможности воздействия на образец и острие имеется дополнительный источник туннельного напряжения с диапазоном от -100 до $+100$ В и дискретностью установки 100 мВ. Для управления пьезодвижителем разработаны специальные усилители грубого подвода с максимальным выходным напряжением 450 В и скоростью нарастания выходного сигнала 10 В/мкс при емкостной нагрузке 20 нФ.

Все используемые в ЭСУСД входные сигналы — опорное напряжение, задающее величину туннельного тока, туннельное напряжение, напряжения управления сканированием и выбором области сканирования, сигналы управления пьезодвижителем формируются 10-разрядными цифроаналоговыми преобразователями (ЦАП). Считывание всей информации производится аналого-цифровыми преобразователями (АЦП). Сигнал топографии — 16-разрядным АЦП с быстродействием 60 мкс, работы выхода — 14-разрядным, снятие вольт-амперных характеристик и их производных — 12-разрядными АЦП. Управление всеми переключениями в ЭСУСД осуществляется регистром управления реле.

ЭСУСД обеспечивает автоматическое управление экспериментом во всех режимах работы СТМ. Предусмотрены режимы грубого подвода образца к острию-инжектору, сканирования со сбором данных, снятия карты работы выхода, спектроскопии в режимах постоянного туннельного зазора и постоянного туннельного сопротивления, первичной обработки данных, вывода информации на экран и печатающее устройство, управления файловой системой данных.

Программное обеспечение, написанное на языке TURBO-PASCAL, имеет диалоговый интерфейс высокого уровня. Интерфейс компьютер-пользователь представляет собой развитую систему оконных меню, в каждом окне которого производится установка параметров, необходимых при работе в данном режиме СТМ.

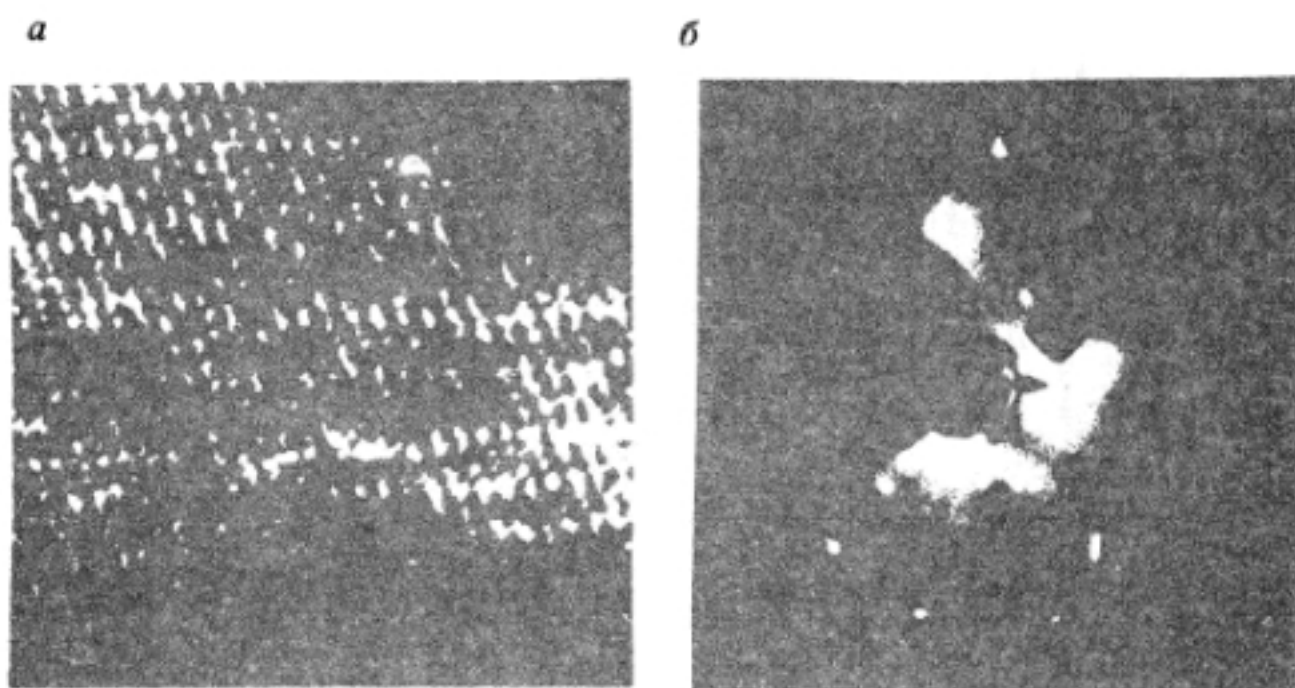


Рис. 5. Поверхность скола кристалла GaAS (110): *a* – STM-изображение; *б* – картина электронной дифракции

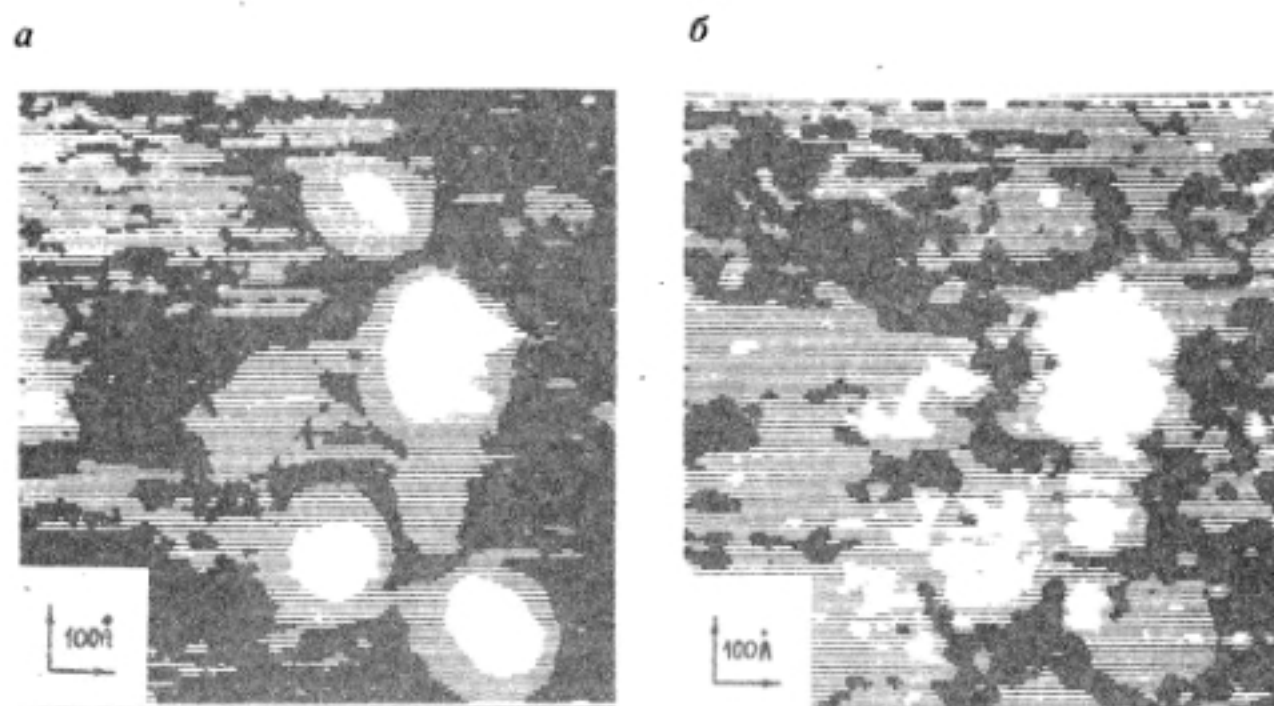


Рис. 6. Поверхность скола кристалла GaAS (110) с напыленным монослоем меди: *a* – STM-изображение; *б* – карта пространственного распределения величины локальной работы выхода

В процессе эксплуатации прибора в течение года подтвердилась правильность принятых технических решений и надежность работы всех узлов. Предельный вакуум, достигнутый в установке с пристыкованным СТМ, составил $2 \cdot 10^{-11}$ торр. После многократных прогревов до 170°C надежно функционирует пьезодвижитель грубого подвода (наиболее «капризный» элемент сверхвысоковакуумных СТМ). На рис.4 приведены график перемещения пьезодвижителя грубого подвода (а) и гистограммы распределения величины шага при движении по направлению к острию и от острия (б), измеренные по методике, описанной в работе [6]. Не вызывает затруднений смена образцов и острий. Собственная резонансная частота описанной конструкции составляет величину порядка 1 КГц. Это уступает конструкции, описанной, например, в работе [5], но позволило обеспечить простую замену острий и образцов штатными манипуляторами установки ESCALAB-5 и работу с образцами большой длины, что важно при исследовании сколов кристаллов.

В заключение приведем некоторые результаты, демонстрирующие возможности описанного СТМ. На рис. 5 приведены СТМ-изображение (а) и картина электронной дифракции (б) скола кристалла GaAs(110), на рис. 6 дано СТМ-изображение скола кристалла GaAs(110) с напыленным слоем меди моноатомной толщины (а) и карта пространственного распределения локальной работы выхода (б), полученная одновременно с СТМ-изображением. Отметим, что дифракционная картина, соответствующая изображению рис.6, а, аналогична приведенной на рис.5, б и отличается только повышенной интенсивностью фона (см. также работу [10]).

Симметрия и параметры элементарной ячейки, наблюдаемые на рис. 5, а, соответствуют параметрам кристаллической решетки GaAs(110), т. е. в описанной конструкции СТМ получено атомное разрешение при исследовании поверхности полупроводника в условиях сверхвысокого вакуума.

Корреляция между СТМ-изображением (рис.6, а) и картой локальной работы выхода (рис.6, б) позволяет сделать вывод о том, что особенности приведенных изображений обусловлены присутствием кластеров меди на поверхности GaAs. Это демонстрирует эффективность использования различных СТМ-методик для надежной интерпретации данных СТМ-эксперимента.

Таким образом, описанная установка позволяет совместить методику СТМ с традиционными методиками, реализованными в ESCALAB-5, что существенно расширяет класс задач, решаемых при исследовании поверхности в условиях сверхвысокого вакуума.

ЛИТЕРАТУРА

1. Binnig G., Rohrer H., Gerber Ch., Weibel E. // Appl. Phys. Lett. 1982.—40(2).—P. 178.
2. Hansma P., Tersoff J. // J. Appl. Phys.—1987.—61.—P.R1.
3. Эдельман В. С. // ПТЭ.—1990, N5. — С. 25.
4. Poirier G. E., White J. M. // Rev. Sci. Instr.—1989.—60(10).—P. 3133.
5. Эдельман В. С. // ПТЭ.—1989.—N4. — С. 149.

6. Голубок А. О., Давыдов Д. Н., Тимофеев В. А., Типицев С. Я. Электронно-ионная оптика.— В сб.: Научное приборостроение. — Л.: Наука, 1989.— С. 72.
7. Abraham D., Hamin H., Ganz E., Clarke J. // IBM J. of Research and Development.—1986.—3(5).—Р.492.
8. Голубок А.О., Давыдов Д.Н., Нахабцев Д.В. Электронно-ионная оптика.— В сб.: Научное приборостроение. — Л.: Наука, 1989. — С. 77.
9. Kaiser W. J., Jaclevic R. C. // Surf. Sci.—1987.—181(1/2).—Р. 55.
10. Аристов В. Ю., Болотин И. Л., Гелахова С. Г. // ЖЭТФ.—1990.—97(6).—С. 2005.

Рукопись поступила 24.09.91