

УДК 538.971

## МОДИФИКАЦИЯ ДЕРЖАТЕЛЯ ОБРАЗЦА ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕГО ТУННЕЛЬНОГО МИКРОСКОПА VT STM (OMICRON)

© 2013 г. В. Г. Котляр\*, \*\*, Б. К. Чурусов\*, \*\*, Д. А. Олянич\*, \*\*, Т. В. Утас\*,  
Д. В. Грузнев\*, \*\*, А. В. Зотов\*, \*\*, \*\*\*, А. А. Саранин\*, \*\*

\* Институт автоматики и процессов управления ДВО РАН

Россия, 690041, Владивосток, ул. Радио, 5

E-mail: vasily@iacp.dvo.ru

\*\* Школа естественных наук Дальневосточного федерального университета, Владивосток

\*\*\* Владивостокский государственный университет экономики и сервиса

Поступила в редакцию 08.10.12 г.

После доработки 18.12.2012 г.

Описана конструкция держателя образца для сканирующего туннельного микроскопа с изменяемой температурой образца VT STM (Omicron), существенно расширяющая диапазон исследуемых материалов, структура поверхности которых чувствительна к малым концентрациям загрязнений. Устройство изготовлено на основе деталей стандартного держателя с возможностью термообработки образца в области температур от 100 до 1500 К. Работоспособность модифицированного держателя продемонстрирована на примере получения поверхности Si(100)-2 × 1 с предельно низким содержанием структурных дефектов.

DOI: 10.7868/S0032816213050182

Сканирующая туннельная микроскопия (с.т.м.) в настоящее время является одним из наиболее эффективных методов исследования структуры поверхности твердых тел на атомарном уровне. Широкое распространение в мире получили микроскопы фирмы Omicron, в частности модель VT STM (Variable Temperature STM) [1], которая позволяет проводить термообработку образца, а также получать изображения его поверхности в достаточно широком диапазоне температур. Такие возможности реализуются за счет специальной конструкции держателя образца (рис. 1а), элементом которой является керамическая пластина, контактирующая с образцом. Наш многолетний опыт работы с таким держателем образца показал, что он обладает рядом недостатков, основным из которых является то, что керамическая пластина оказывается источником загрязнений поверхности образца. Такой эффект обнаруживался, например, при попытках получить поверхность кремния Si(100)-2 × 1 с низким содержанием структурных дефектов. Известно, что эта поверхность представляет собой упорядоченный массив рядов, образованных димерами Si, и ее структурные дефекты обусловлены в основном поверхностными загрязнениями. Так, наличие металлов (например, никеля) в приповерхностной области приводит к возникновению димерных вакансий [2], вплоть до формирования ими поверхностной структуры 2 × n (6 ≤ n ≤ 10) [3]. Более того, из-за присутствия на поверхности молекул воды про-

исходит образование так называемых С-дефектов (C defects) [4, 5]. Японскими исследователями Хата и др. [2] была предложена методика приготовления образцов Si(100)-2 × 1, позволяющая значительно уменьшить концентрацию дефектов на поверхности. Однако даже при ее использовании в случае стандартного держателя образца концентрация дефектов оставалась достаточно высокой.

В данной работе описывается конструкция модифицированного держателя образца (рис. 1б) для сканирующего туннельного микроскопа VT STM (Omicron), изготовленного на основе комплектующих деталей стандартного держателя. Цель модификации держателя – улучшение качества поверхности образцов, чувствительных к загрязнениям.

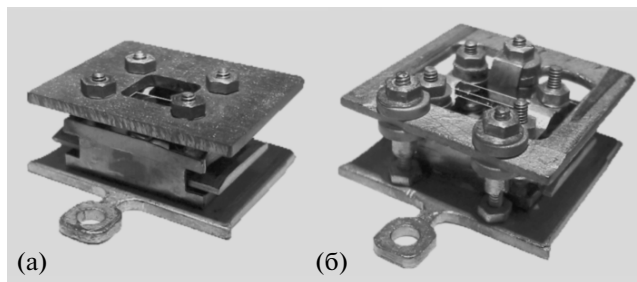


Рис. 1. Держатель образца для VT STM до (а) и после (б) модификации.

С.т.м. имеет устройства для нагрева и охлаждения образца в диапазоне температур от 100 К (в случае охлаждения жидким азотом) до 1500 К. Для охлаждения применяется проточный гелиевый (азотный) криостат. В вакуумной камере охлаждение держателя образца обеспечивает подвижной охлаждаемый прижимной блок за счет плотного контакта с основанием держателя *1* (рис. 2а). Опорой держателя служит верхняя керамическая пластина с прямоугольным вырезом для подведения иглы к образцу. Как оказалось, применение керамической пластины накладывает существенные ограничения на выбор материала образцов и может приводить к их пластической деформации при нагреве. Кроме того, крепление элементов держателя на общих шпильках снижает его надежность и усложняет эксплуатацию.

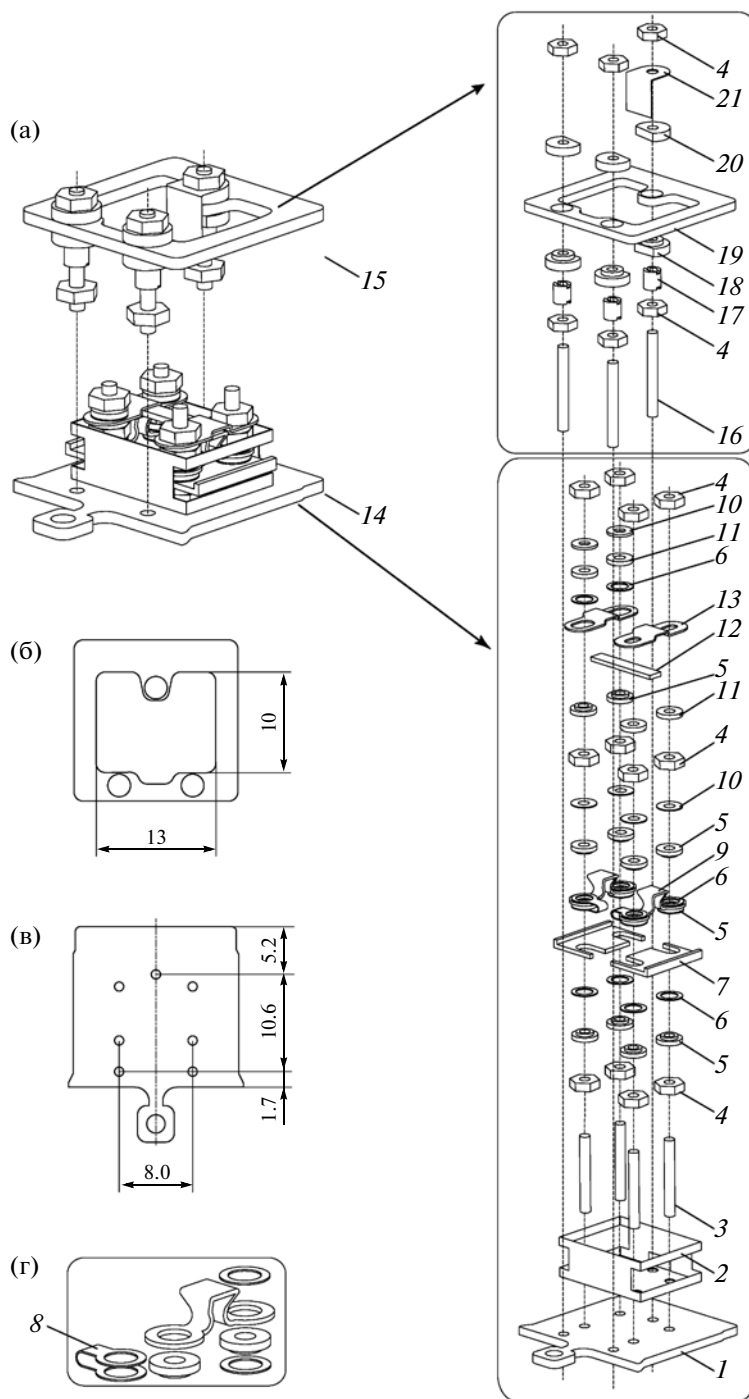
Технический результат модификации стандартного держателя заключается в расширении его функциональных возможностей, упрощении процедуры смены образца и повышении надежности его работы. Это достигается тем, что в предлагаемой конструкции держателя образца вместо верхней керамической пластины, которая является теплоизолирующей опорой держателя, использована молибденовая пластина с вырезом *19* (рис. 2а, 2б) толщиной 1 мм, закрепленная на трех дополнительных шпильках *16*. Для теплоизоляции пластины выбраны керамические втулки *18* ВГВ-М1.6 с соответствующими диаметрами 3,8, 2,7 и 1,7 мм (производство Tectra GmbH, Германия). Коэффициент теплопроводности алюмооксидной керамики 35 Вт/(м · К). Керамические шайбы *20* изготовлены на основе керамических втулок *18*. Для придания керамическим деталям нужной формы их шлифовали алмазным диском. Применение трех дополнительных шпилек потребовало увеличения поперечного размера основания держателя *1* на 1,7 мм (рис. 2в).

Опорой образца служат две площадки  $\Omega$ -образной формы *9* высотой 2,4 мм, изготовленные из танталового листа толщиной 0,3 мм. Для придания заготовкам соответствующей формы использовали пресс и специальную оправку. После окончательной обработки и подгонки обе площадки прикрепляли к массивному основанию и шлифовали верхние поверхности размером 2,0 × 3,0 мм, добиваясь их горизонтального расположения в одной плоскости. В модернизированном держателе образец прижимается к танталовым площадкам молибденовыми или танталовыми пластинами *13* толщиной 0,2 мм, что способствует снятию механических напряжений при нагреве/охлаждении и упрощает процедуру смены образца. Нагрев образца осуществляется пропусканием тока через две контактные планки держателя *7*, так же как в случае стандартного держателя. Для уменьшения

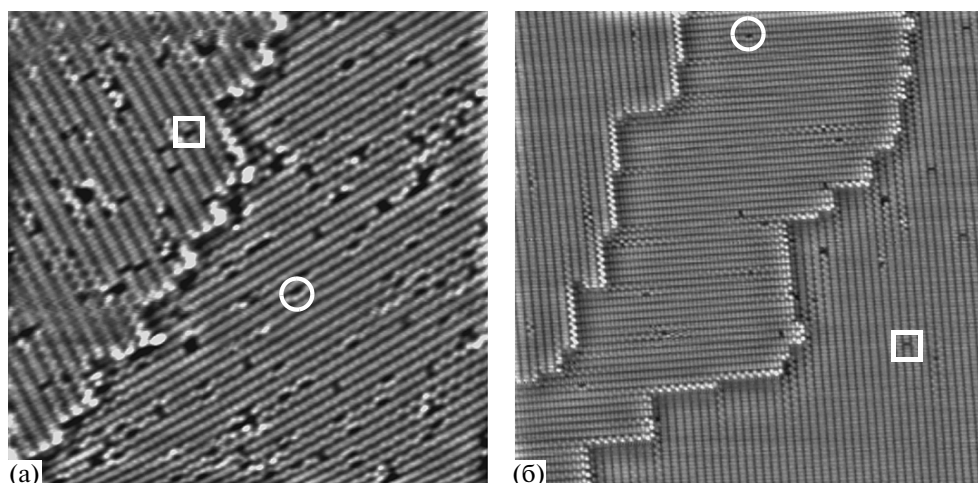
теплового потока через контактные планки держателя образца *7* использованы дополнительные керамические втулки *5* из комплекта запасных частей Omicron VT STM и перемычки  $\delta$  шириной 3 мм с двумя отверстиями  $\varnothing 2$  мм, вырезанные из танталовой фольги толщиной 0,1 мм (рис. 2а, 2г). При такой конструкции образец не имеет непосредственного контакта с керамическими деталями. Конструкция держателя позволяет изменять тепловой поток через заземленный край образца (не изолированный от основания держателя). Этого можно добиться, например, заменой двух гаек *4*, фиксирующих молибденовую (танталовую) пластину для прижима образца *13*, на цилиндрические гайки *17* с меньшей площадью контакта к прижимным пластинам или, напротив, заменой керамических колец *11* на молибденовые шайбы из комплекта деталей стандартного держателя. Кроме того, при таком подходе появляется возможность добиваться равномерного нагрева вдоль образца. Следует отметить, что при применении модифицированного держателя длина выступающей части иглы с.т.м. за пределы фиксирующей ее трубки не должна превышать 3 мм, что связано с выступающими над верхней пластиной деталями.

При сборке деталей держателя избегали их контакта с нержавеющей сталью. Гайки *4*, фиксирующие площадки  $\Omega$ -образной формы *9* на шпильках *3*, закручивали пинцетом с танталовыми наконечниками. После инструментальной обработки детали из тантала очищали травлением в царской водке. Детали из молибдена подвергались электрополировке в 2 н. растворе NaOH с дальнейшей промывкой в ультразвуковой ванне в воде. Очистку керамических деталей осуществляли с помощью прокалывания на воздухе ( $\sim 800^\circ\text{C}$ ) и последующего травления в разбавленной соляной кислоте (для удаления кремния проводили травление керамики в смеси HF и HNO<sub>3</sub>).

Поверхность Si(100)-2 × 1 с пониженным содержанием дефектов приготавливали в сверхвысоковакуумной камере с.т.м. с базовым давлением  $1 \cdot 10^{-8}$  Па. Держатель с образцом помещали в стол манипулятора, который оснащен косвенным нагревом с возможностью пропускания тока через образец. Температуру образца измеряли с помощью термодпары, встроенной в стол манипулятора, а при температурах образца выше 800°С применяли оптический пирометр "Проминь-М" с пределом основной погрешности 14°С. После загрузки образца в камеру с.т.м. проводили дегазацию образца и элементов держателя косвенным прогревом при температуре 550°С в течение 1–12 ч. Для удаления естественного окисла образцы кремния *n*-типа (100) с  $\rho = 0.008$  Ом · см размером 9,5 × 2,0 × 0,5 мм быстро разогревали до  $\sim 1200^\circ\text{C}$



**Рис. 2.** Держатель образца для VT STM: **а** – схема нижней и верхней частей держателя образца в собранном и разобранном виде (*1* – основание держателя образца; *2* – экран; *3* – шпильки М1.2 (длина 9.2 мм); *4* – гайки М1.2; *5* – керамические втулки; *6* – шайбы ( $\varnothing 2.0$  и  $\varnothing 3.0$  мм); *7* – контактные планки; *8* – перемычки; *9* – площадки образца (2 отв.  $\varnothing 2$  мм); *10* – шайбы; *11* – керамические шайбы; *12* – образец; *13* – пластины для прижима образца; *14* – нижняя часть держателя в сборе; *15* – верхняя часть держателя в сборе; *16* – шпильки М1.2 (длина 10.2 мм); *17* – цилиндрические гайки М1.2; *18* – керамические втулки; *19* – верхняя пластина с прямоугольным вырезом; *20* – керамические шайбы; *21* – экран); **б, в** – соответственно верхняя пластина и основание держателя образца с размерами добавленных элементов; **г** – узел площадки образца в разобранном виде. В держателе образца использованы металлические детали из молибдена, за исключением деталей *6, 8* и *9*, изготовленных из тантала. Детали *1, 6, 8, 9, 16, 18–21* не входят в комплект стандартного держателя образца.



**Рис. 3.** С.т.м.-изображения заполненных состояний ( $-2.0$  В,  $0.4$  нА) поверхности  $\text{Si}(100)\text{-}2 \times 1$  в масштабе  $30 \times 30$  нм, записанные при работе со стандартным держателем (а) и модифицированным держателем в масштабе  $50 \times 50$  нм (б). Одиночная димерная вакансия и С-дефект отмечены соответственно квадратом и кружком.

и выдерживали при этой температуре в течение 1 мин. Хороший результат достигается при условии, если давление в камере не поднимается выше  $1.3 \cdot 10^{-7}$  Па и быстро восстанавливается. После удаления окисла проводили повторную дегазацию (до 12 ч) косвенным прогревом при температуре  $750^\circ\text{C}$ . Атомарно-чистую поверхность получали разогревом образца ( $\sim 1280^\circ\text{C}$ ) импульсами тока, не допуская возрастания давления в камере выше  $1.3 \cdot 10^{-7}$  Па. Обычно после такой процедуры на поверхности формируются димерные вакансии и значительное количество С-дефектов. Для формирования поверхности с пониженным содержанием С-дефектов и димерных вакансий проводили дальнейший прогрев образца при  $750\text{--}800^\circ\text{C}$  в течение 1 ч с последующим импульсным прогревом при  $1150^\circ\text{C}$  в течение 10–40 с [2]. Длительность последнего отжига задается в зависимости от ширины террас на поверхности образца (уменьшается в случае широких террас), при этом давление в камере не должно подниматься выше  $5.3 \cdot 10^{-8}$  Па. Запись с.т.м.-изображения поверхности проводили через 1 ч после остывания образца. При необходимости во время записи применяли режим компенсации теплового дрейфа (Drift Correction) [1]. При использовании модернизированного держателя указанная процедура позволяла получать поверхность  $\text{Si}(100)\text{-}2 \times 1$ , практически свободную от С-дефектов с количеством димерных вакансий в пределах 0.3–0.7%. На рис. 3а, 3б приведено сравнение записанных при комнатной температуре с.т.м.-изображений заполненных состояний поверхности  $\text{Si}(100)\text{-}2 \times 1$  в случае применения соответственно стандартного и модернизированного держателя образца. Как видно из

этого рисунка, в случае применения стандартного держателя образца на площади  $50 \times 50$  нм<sup>2</sup> наблюдается 9 С-дефектов, а количество димерных вакансий составляет 0.5% (на с.т.м.-изображении рис. 3б наблюдаются редкие, преимущественно одиночные, димерные вакансии).

Применение модернизированного держателя образца в течение двух лет позволяет судить о надежности данной конструкции. Держатель образцов успешно применялся в режиме охлаждения жидким азотом в с.т.м. Температуру образца измеряли с помощью криогенного температурного датчика – кремниевого диода DT-670C-SD (Cryogenic Temperature Sensor), расположенного в месте крепления медного жгута от подвижного блока к охлаждаемому узлу. Температуру образца определяли по стандартной зависимости кремниевого диода при токе 10 мкА с соответствующей поправкой [1]. Степень охлаждения образца оценивали при проведении ряда экспериментов, например при исследовании возможности манипуляции иглой с.т.м. фуллеренов  $\text{C}_{60}$  на поверхности  $\text{Au}/\text{Si}(111)$  в присутствии незначительного количества атомов индия в виде двумерного газа. При применении стандартного держателя образца нами обнаружено, что на такой поверхности при температуре ниже 125 К атомы индия на с.т.м.-изображениях выглядят “замороженными”, т.е. соответствующие им максимумы становятся неподвижными [6]. При работе с модернизированным держателем такой эффект уверенно наблюдали через 1 ч после перехода в режим охлаждения жидким азотом. Запись с.т.м.-изображений поверхности проводили через 1 ч после начала охлаждения держателя. Качественные с.т.м.-изображения размером  $30 \times 30$  нм получали при величине компенсации дрейфа не выше 0.05

нм/с по любой из координат. Таким образом, применение модернизированного держателя позволяет добиваться более быстрого и глубокого охлаждения образцов по сравнению со стандартным держателем VT STM.

Суть предлагаемой модификации держателя заключается в применении танталовых площадок образца  $\Omega$ -образной формы, существенно улучшающих эксплуатационные характеристики держателя. Предложенная модификация стандартного держателя образца сканирующего туннельного микроскопа VT STM (Omicron) открывает новые возможности для проведения исследований материалов, чувствительных к поверхностным загрязнениям, в частности получать атомарно-чистую поверхность Si(100)- $2 \times 1$  с предельно низким содержанием дефектов.

Работа выполнена при поддержке ДВО РАН (проект 12-III-A-02-07) и РФФИ (проекты 12-02-31496 и 12-02-31810).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. VT STM User's Guide. Version 2.0. 2003. Omicron NanoTechnology.
2. Hata K., Kimura T., Ozawa S. et al. // J. Vac. Sci. Technol. A. 2000. V. 18. № 4. P. 1933.
3. Niehus H., Kohler U.R., Copel M. et al. // J. Microscopy. 1988. V. 152. P. 735.
4. Hamers R.J., Kohler U.K. // J. Vac. Sci. Technol. A. 1989. V. 7. № 4. P. 2854.
5. Nishizawa M., Yasuda T., Yamasaki S. et al. // Phys. Rev. B. 2002. V. 65. P. 161302(4).
6. Gruznev D.V., Filippov I.N., Olyanich D.A. et al. // Phys. Rev. B. 2006. V. 73. P. 115335.