

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК

**ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ ТЕХНОЛОГИИ
МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И ОСОБО ЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**

На правах рукописи

ДРЕМОВ Вячеслав Всеволодович

**РАЗВИТИЕ И ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ СКАНИРУЮЩЕЙ
ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ
ТОЧЕЧНЫХ КОНТАКТОВ**

Специальность 05.27.01 – твердотельная электроника,
радиоэлектронные компоненты, микро- и наноэлектроника,
приборы на квантовых эффектах.

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научные руководители:
профессор
доктор физико-математических наук
Тулин В.А.

доктор физико-математических наук
Зайцев С.И.

Черноголовка 2001

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр
ВВЕДЕНИЕ	4
1. ГЛАВА 1. ИЗМЕРЕНИЕ ПРОВОДИМОСТИ ЗОЛОТОГО ТОЧЕЧНОГО КОНТАКТА.	12
1.1. Методы измерения свойств точечных контактов.	12
1.2. Релейная схема.	15
2. ГЛАВА 2. STM.	27
2.1. Принципы построения сканирующего туннельного микроскопа.	27
2.2. Методика изготовления вольфрамовых игл.	37
2.3. Использование STM для изучения пассивированного кремния.	46
2.4. Исследование проводимости точечного контакта в STM.	53
2.5. Не квантовые теории проводимости в точке.	57
2.6. Одномерная квантовая проводимость..	58
2.7. I-V характеристики.	63
2.8. Эмиссия	65
3 ГЛАВА 3. AFM.	76
3.1. Принципы построения AFM.	76
3.2. Метод изготовления W cantilever.	78
3.3. Метод точечных контактов в AFM.	86
3.4. Результаты	94
3.5. Механические свойства поверхности.	98
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ	
СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ.	
СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.	

ВВЕДЕНИЕ

С момента создания сканирующего туннельного микроскопа (STM) (Binnig et.al. 1982) [1], атомно-силового микроскопа (AFM) (Binnig et.al.1986) [2] и разнообразных методик на их основе, названных в целом сканирующей зондовой микроскопией (SPM) (Savid, 1991) [3], появились широкие возможности исследования различных объектов нанометровых размеров. Впечатляющий прогресс в развитии физики низкоразмерных систем, представляющих неоспоримый как научный, так и практический интерес, во многом обусловлен появлением революционных зондовых методик. Ими же определен и наметившийся прорыв в понимании конструкций и свойств таких важнейших биосистем, как ДНК и тубулины мозга. Можно сказать, что практически во всех успешно развивающихся направлениях человеческих знаний ключевую роль играет применение зондовых микроскопов.

Физические явления, лежащие в основе работы SPM, имеют или чисто квантовую природу, или находятся на границе между классической и квантовой физикой, поэтому изучение возможностей этих методик часто приводит к более глубокому пониманию свойств самого зонда как объекта с пониженной размерностью. Это приводит с одной стороны к развитию все более совершенных методик SPM, а с другой - дает новый стимул к изучению самих свойств низкоразмерных систем, таких как одномерные проводники и квантовые точки. Появление SPM, по сути, предопределило возникновение таких новых областей науки, как нанохимия и на ее основе нанолитография, расширив литографические возможности вплоть до 10нм.

В последние годы сканирующий зондовый микроскоп стал не только исследовательским, но и технологическим инструментом. Его успешно используют для создания новых уникальных физических приборов, таких как одноэлектронный транзистор, спиновый транзистор, а так же для изготовления носителей памяти с гигантскими плотностями записи (до 10^{10} бит/см²). К настоящему моменту ещё не все возможности сканирующей зондовой микроскопии изучены, не все существующие методы нашли своё применение.

Таким образом, **актуальность** темы диссертационной работы обусловлена необходимостью развития новых методов сканирующей зондовой микроскопии и использования их для фундаментальных и прикладных исследований широкого круга объектов и явлений, представляющих интерес для современной наноэлектроники и технологии создания приборов на квантовых эффектах. **Целью** диссертационной работы является развитие новых методов сканирующей зондовой микроскопии и использования их для исследования свойств точечного контакта зондов с поверхностью образцов. На пути к поставленной цели проведён ряд экспериментальных исследований, представленных в диссертационной работе. Все эксперименты были направлены на решение следующих задач:

1. На первоначальном этапе работы главной задачей была **разработка и изготовление STM для работы в газовых или в жидкостных средах, а так же разработка и изготовление комбинированного прибора AFM/STM.**

2. Возможности SPM и в туннельном, и в атомно-силовом режиме определяются качеством зонда, в первую очередь, его остротой и совершенством формы. Поэтому вторая задача диссертационной работы - это **исследование электрохимического процесса травления вольфрама и создание сверхострых вольфрамовых зондов для STM и AFM.**

3. STM является самым мощным инструментом для исследования, контроля и создания наноструктур. В основе его работы лежит явление туннелирования электронов из иглы-зонда в проводящий образец, поэтому самое пристальное внимание с момента создания прибора было уделено проводимости такого наноконтакта. Основная задача, решаемая в данной работе, может быть сформулирована так: **изучение электронных транспортных свойств точечного контакта, образованного металлической иглой с проводящим образцом.**

Научная новизна работы

1. В процессе исследования проводимости точечного контакта металл-металл при комнатной температуре доказано квантование проводимости такого контакта в единицах e^2/h . Впервые были измерены вольт-амперные характеристики точечных контактов при комнатной температуре и доказан одномерный характер их проводимости.

2. При исследовании эмиссии электронов из супертонких вольфрамовых игл обнаружено качественное отличие вольт-амперных характеристик от закона Фауллера-Нордгейма. Впервые наблюдались

двойные пики в производной dI/dV при эмиссии электронов из вольфрамовых игл, что вместе с результатами исследования одномерной проводимости позволяет предполагать существование спинового расщепления в тонких, диаметром в несколько нанометров, вольфрамовых проводниках.

Практическая значимость

1. Разработана технология изготовления рекордно тонких вольфрамовых игл с конусностью порядка 10^0 и радиусом острия порядка 1 нм.

2. Разработана технология выращивания игл из аморфного углерода. Иглы испытаны в качестве зонда AFM, доказано их несомненное преимущество по сравнению со стандартными кремниевыми иглами.

3. Реализован новый алгоритм измерения свойств поверхности методами SPM, позволяющий при контактах сверхтонких игл с образцом избежать их разрушений. Алгоритм позволяет одновременно измерять серию параметров, характеризующих поверхность и объёмные свойства образца – проводимость, жесткость, работу выхода электронов, поляризуемость, адгезию и др.

Этот алгоритм может быть использован для работы SPM как в вакууме, так и в газовых или жидкостных средах.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Проводимость точечного контакта металл-металл при создании и разрыве контакта меняется ступенчато, причем высота ступеней кратна величине e^2/h , что соответствует половине кванта проводимости G_0 .

2. Проводимость точечного контакта, образованного тонкой вольфрамовой иглой и плоской поверхностью золота носит одномерный характер, что проявляется в форме вольт-амперных характеристик. Вольт-амперные характеристики стабильных контактов имеют вид непрерывной кусочно-линейной функции, тангенс наклона которой меняется на величину e^2/h .

3. Эмиссия электронов из тонких вольфрамовых игл в вакуум демонстрирует существенное отличие от закона Фауллера-Нордгейма и имеет особенности, позволяющие предполагать возникновение спинового расщепления в тонких, диаметром в несколько нанометров, вольфрамовых иглах.

4. Новый алгоритм работы SPM, позволяющий избежать разрушения сверхострых игл при контакте их с образцом, позволяет одновременно измерять серию параметров, характеризующих поверхность и объёмные свойства образца – проводимость, жесткость, работу выхода электронов, поляризуемость, адгезию и др.

Апробация работы

Результаты работы докладывались на научных семинарах ИПТМ РАН и ИФФТ РАН, а так же на следующих конференциях:

1. The Conference on Scanning Electron Microscopy and Analytical Methods in Solid State Investigations. Chernogolovka, Russia, 1993.

2. International Symposium Nanostructures: Physics and Technology. St.Petersburg, Russia, 1994.
3. International Symposium Nanostructures: Physics and Technology. St.Petersburg, Russia, 1995.
4. IX Russian Symposium on Scanning Electron Microscopy and Analytical Methods of Solids Investigations. Chernogolovka, Russia, 1995.
5. Всероссийское Совещание “Зондовая микроскопия -99 “. Нижний Новгород, Россия, 1999.
6. International Conference “STM’99”, Seoul, South Korea, 1999.
7. Всероссийское Совещание “Зондовая микроскопия -2000 “. Нижний Новгород, Россия, 2000.

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 7 работ, список которых приведён в конце диссертации.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, трёх глав, заключения и списка литературы. Объём диссертации _____ страниц машинописного текста, включая 55 рисунков и графиков.

ГЛАВА 1.

В своем стремлении изготовить микропроцессоры все более и более интегрированными, а, следовательно, состоящие из все более мелких элементов, мы подошли к рубежу размеров, где классическая физика не в

состоянии корректно описать поведение потоков электронов в таких цепях. Появился целый раздел в области физики твердого тела, посвященный изучению свойства электронного транспорта в таких малых системах – мезоскопика. Электроны в физике мезоскопических объектов проявляют свою волновую природу, поэтому описание явлений основано, в первую очередь, на квантовой механике, однако размеры не настолько еще малы, чтобы учитывать все квантовомеханические параметры, скажем, состояние атомов, составляющих элементы цепей, поэтому можно ограничиться статистическим описанием.

В мезоскопических объектах проявляются физические процессы, которые ранее не были изучены. Эти процессы проявляются, как только по одному измерению размер элементов становится меньше или сравним с какой-либо характеристической длиной электронов проводимости, таких как длина когерентности, длина неупругих столкновений или фермиевская длина волны. В общем случае, если размер системы меньше, чем длина когерентности, то такая система называется мезоскопической.

Экспериментально мезоскопические явления широко изучаются в двумерном электронном газе (2DEG) в полупроводниковых наноструктурах при низких температурах. Однако, в последнее время все большее внимание привлекают к себе металлические наноструктуры, что связано с развитием технологии получения металлических эпитаксиальных пленок и с прогрессом в области литографии, особенно SPM-литографии. Совершенно очевидным является перспективность использования именно металлических наноструктур в наноэлектронике будущего. Это связано с

тем, что концентрация электронов в металлах в среднем на четыре порядка выше, чем в полупроводниках. Кроме того, для металлов характерные параметры длины, такие как длина когерентности, радиус экранирования, длина волны электронов проводимости и т.д. порядка 1-10 нм. Среди металлов можно найти многообразие электронных, магнитных и оптических свойств. Тем не менее, пока основным объектом мезоскопии является 2DEG. Основные достижения в этой области – это открытие квантового эффекта Холла, а так же явления квантования сопротивления в условиях одномерного транспорта. Квантование сопротивления совершенно новое физическое явление, предсказанное Ландауэром в 1957г. [4].

Оказалось, что сопротивление мезоскопических проводников принципиально отличается от сопротивления макроскопических материалов. Если такой проводник имеет форму тонкого цилиндра диаметром в несколько раз больше длины волны электронов, то его проводимость с уменьшением диаметра уменьшается строго на величину кратную e^2/h , и эта величина не зависит от материала. Величина $G_0 = 2 e^2/h$ получила название кванта проводимости и его значение соответствует сопротивлению 12,9 кОм.

Окончательный предел миниатюризации – прибор, состоящий из проводников диаметром в 1 атом. Хотя современные возможности позволяют манипулировать отдельными атомами и создавать из них целые конструкции, такие приборы из-за сложности технологии и нерешенности некоторых физических проблем (стабильность, температурная

чувствительность) не представляет пока коммерческого интереса. Однако, с научной точки зрения и, возможно, для будущего технологий микропроцессоров понимание свойств электронного транспорта через отдельный атом крайне важно.

Металлические контакты атомарного размера возможно создавать, вдавливая иглу STM в поверхность образца, а затем аккуратно вынимая ее, образуя нанопроводничок. Стабильность такой техники достаточна, чтобы проводить измерение не только проводимости, но и **I-V** характеристик. Существует, однако, более надежный и простой способ, в котором тонкая проволока рвется контролируемым образом. В этой методике, называемой *break-junction* [27] атомарный контакт создается тем, что надрезанная (или электрохимически подтравленная) проволока жестко крепится к упругой мембране, а затем рвется при контролируемом изгибе последней **рис. 1**. В процессе разрыва можно измерить проводимость вплоть до туннельной, при этом всегда обнаруживается ступенчатый характер изменения проводимости и величина ступеней близка к G_0 .

Хронологически последним был продемонстрирован метод обнаружения квантования проводимости для металлических контактов с помощью самого ординарного электромеханического реле [5] (**рис 2**). С помощью такого простого устройства удается изучать свойства точечных

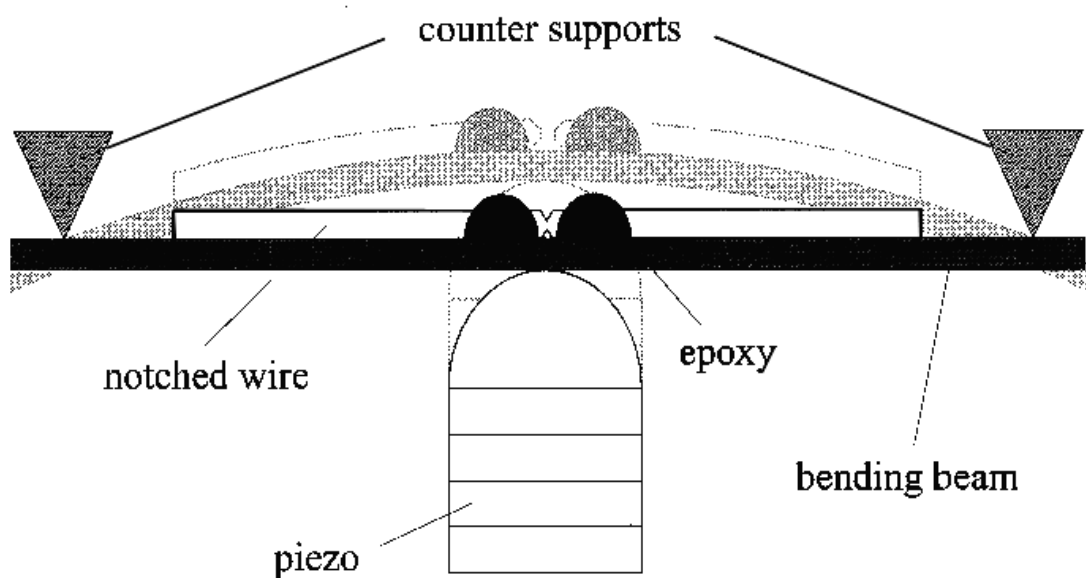


Рисунок 1

Принципиальная схема организации точечного контакта в методе break junction

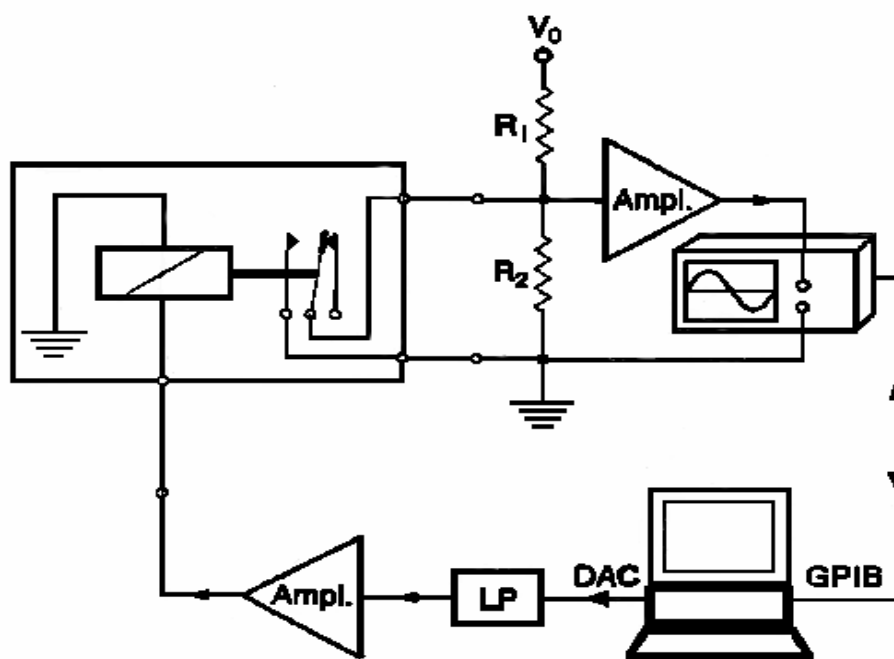


Рисунок 2.

Принципиальная схема измерения проводимости релейного контакта.

контактов, состоящих из любых металлов. Ввиду очевидности экспериментального подхода я начну излагать результаты по изучению квантования проводимости именно с этой методики, нарушая хронологию проведения работ. Кроме всего, такой порядок позволит более логично изложить основные результаты и движущие мотивы постановки тех или иных экспериментов.

Реле.

Если изучить поведение сопротивления при разрыве контактов обычного электромеханического реле с золотыми контактами, то обнаружится ступенчатое уменьшение его с величиной ступеней порядка 13 кОм (рис 4).

Схем измерения можно придумать множество, однако самая простая, которую мы использовали в своей работе, выглядит так (рис.3):

Здесь используется стабильный источник напряжения с шумом не больше 1mV, способный выдавать напряжение до 100 mV. В качестве амперметра используется простейший конвертер ток – напряжение, такой же, который обычно используется для измерения тока в туннельном микроскопе. Для измерения напряжения на выходе конвертера используется высокоскоростной аналого-цифровой преобразователь на базе цифрового осциллографа Tektronix. Контакт создавался между золотой проволокой \varnothing 0,25 мм и толстой золотой пленкой ($\Delta \sim 100$ нм), напыленной на кремневую подложку.

Золотая проволока прикреплялась к пьезопреобразователю. Подавая напряжение на преобразователь, можно приближать проволоку к подложке

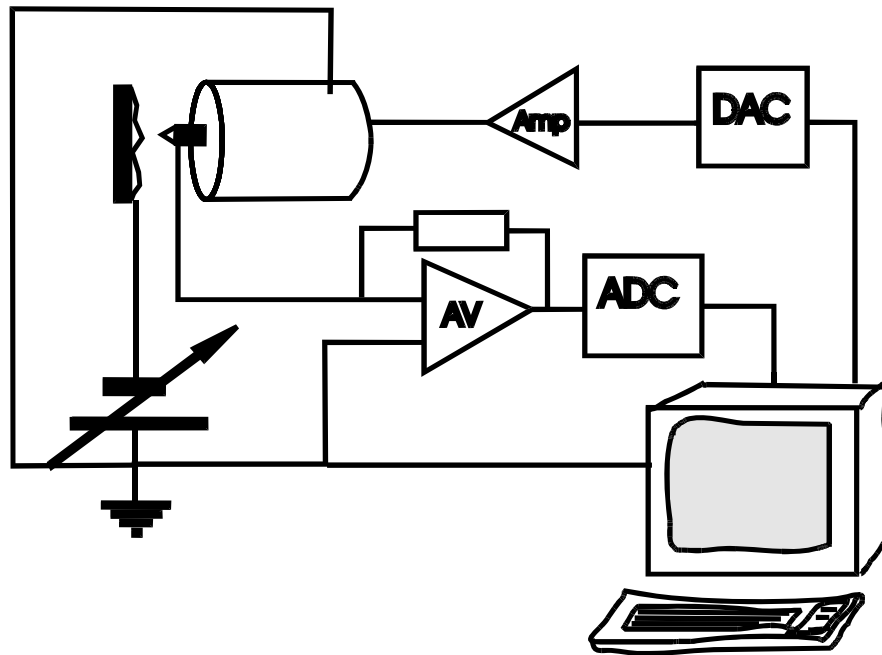


Рисунок 3
Релейная схема.

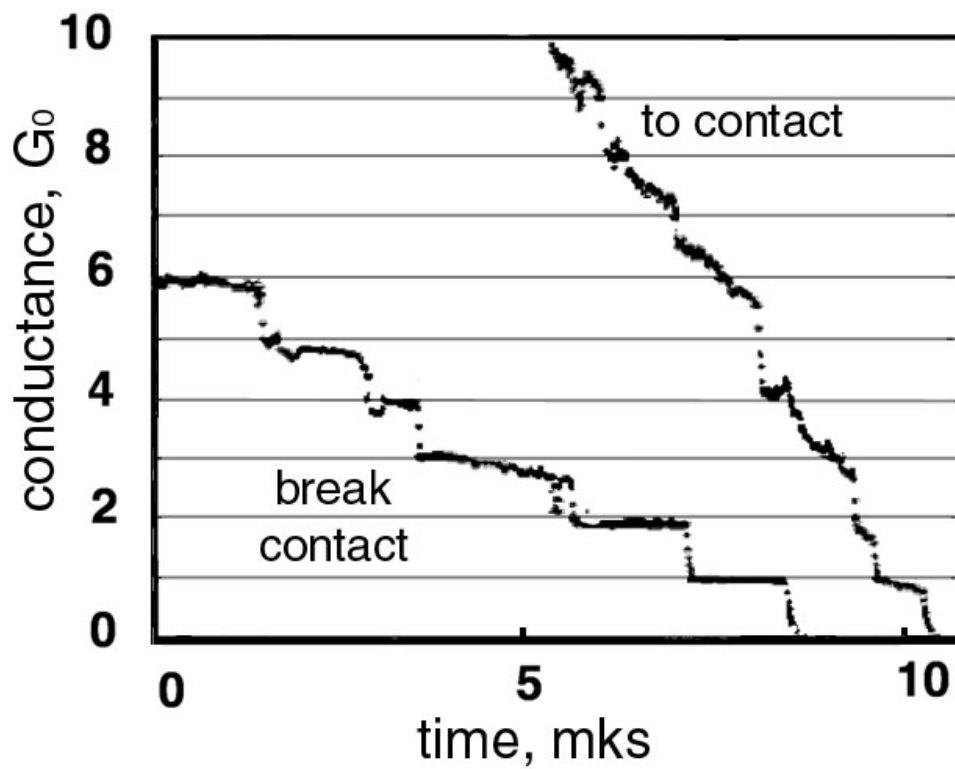


Рисунок 4
Характерное поведение проводимости релейного контакта.

до образования контакта., точно так же легко организуется разрыв контакта.

Измерение тока через контакт от времени фиксируется в памяти осциллографа.

Оказалось, что если удлинение пьезопреобразователя порядка 5 $\mu\text{м}$, то процесс создания и разрыва контакта можно организовать автоматически, подавая на пьезокерамику сигнал треугольной формы от генератора или программируемого цифро-аналогового преобразователя через усилитель. При этом надежность метода такая, что за сутки можно сделать около 20 тысяч измерений $I(t)$, как в процессе формирования контакта, так и при разрыве.

Если контактное сопротивление в процессе создания контакта падает до сотен Ом и меньше, то процесс разрыва характеризуется ясно различимыми ступеньками кривой $I(t)$, при этом последняя ступенька оказывается почти всегда равна одной и той же по величине.

Зависимости $I(t)$ никогда не повторяются, поэтому, чтобы определить являются ли какие-либо значения проводимости выделенными и наблюдаются чаще других, применяется статистический метод обработки результатов, основанный на построении гистограммы значений I . Такой метод обработки был применен нами в работе [6] несколько раньше, чем в обычно цитируемой работе (Olesen *et.al.*) [7,8]. Идея принадлежит автору и С.И.Зайцеву, написавшему алгоритм.

Далее я покажу, что такая обработка результатов крайне эффективна и позволяет легко определить, что при разрыве контакта Au-Au на воздухе

проявляются выделенные значения проводимости очень близкие к целым числам G_0 : nG_0 , где $n=1,2,3,\dots$

В релейной методике каждая кривая $I(t)$, как при создании контакта, так и при разрыве записывается в память осциллографа, по 10^4 точек на кривую. Далее эти кривые передаются по IEEE-488 интерфейсу в PC и обрабатываются программой, написанной на LabView. Использование цифрового осциллографа обусловлено тем, что время, скажем, разрыва контакта порядка десятков микросекунд, а значит, что бы провести хотя бы 100 измерений тока за это время необходимо быстродействие порядка 10МГц и выше. Мы применяли осциллограф с полосой пропускания 100 МГц, который вполне справляется с задачей измерения таких быстрых процессов и легко, стандартным образом, сопрягается с компьютером. При такой автоматизации процесса измерений можно наблюдать в реальном времени как возникает и стабилизируется гистограмма.

На **рис.5** приведена гистограмма значений проводимости в единицах G_0 – результат обработки $5 \cdot 10^3$ кривых $I(t)$ при разрыве контакта. Отчетливо прослеживаются пики при значениях близких к целым числам. При этом так же бросается в глаза смещение пиков в сторону меньшей проводимости, которое нарастает с ростом номера. Это смещение широко обсуждалось в литературе и приписывается присутствию последовательного сопротивления в цепи, содержащей точечный контакт, причем это сопротивление меняется от 300 до 700 Ом в зависимости от металла, образующего контакт. Это сопротивление, *leads resistance*, определяется сопротивлением, т.е. некогерентным рассеянием,

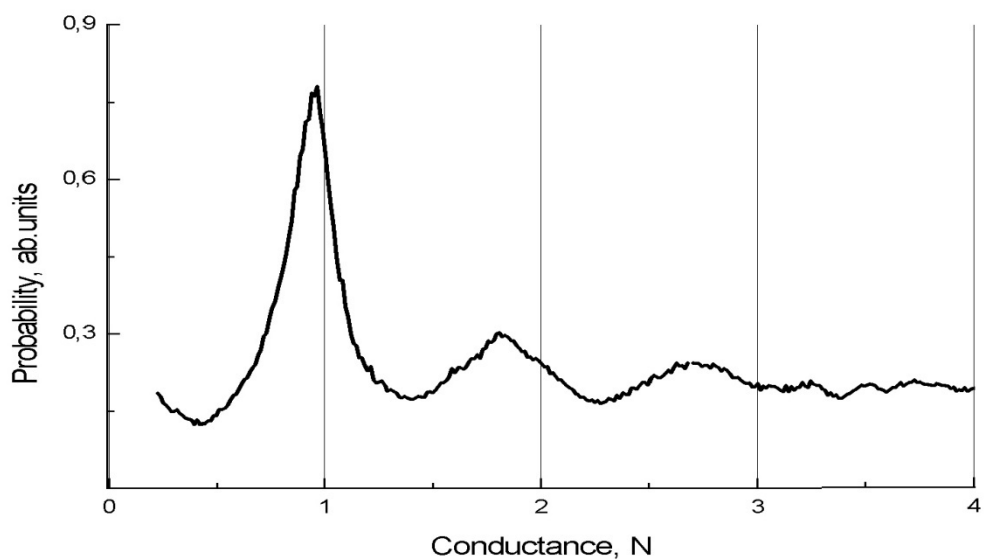


Рисунок 5

Гистограмма значений проводимости реле при разрыве контакта .
 Получена при измерении характеристик процесса разрыва контакта $5 \cdot 10^3$
 раз. Напряжение на контакте 700mV.

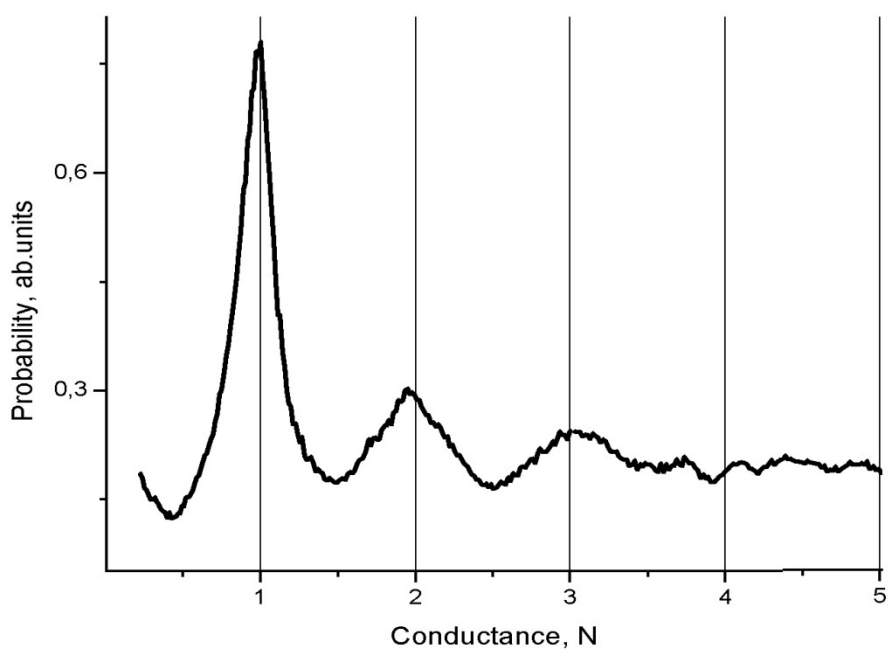


Рисунок 6

Гистограмма значений проводимости реле при разрыве контакта.
 Построена с учетом сопротивления контактных областей -520 Ом

в областях, прилегающих к одномерному контакту, что приводит к эффекту понижения реального напряжения на контакте. В нашем случае *leads resistance* составляет 520 Ом, **рис. 6**.

Из приведенных экспериментальных результатов в силу очевидной соизмеримости проводимости точечного контакта с квантом проводимости, характерным для одномерных систем следует, что мы можем применить к точечному контакту термин «одномерный».

На **рис.7** представлена аналогичная гистограмма для процесса формирования контакта. Притом, что отдельные кривые $I(t)$ проявляют ступенчатый характер, и величина ступеней близка к G_0 , на гистограмме мы видим полное отсутствие выделенных значений проводимости. Этот факт связан с тем, что формирование точечного контакта при произвольной исходной геометрии образующих его кусков металла в первую очередь зависит от пластической деформации, особенно легко достигаемой на золоте. Если при создании контакта мы имеем неконтролируемую геометрию, неконтролируемую чистоту поверхности и, соответственно, неопределенное число рассеивающих центров, то после пластической деформации происходит перемешивание атомов Au, примесей, дефектов. При попытке разрыва контакта вся эта аморфная масса вытягивается, образуя аморфный проводничок, **рис.8**. В работе [9] показана возможность вытягивания золотого провода длиной в десятки нанометров. Понятно, что форма такого провода от эксперимента к эксперименту меняется, неизменным остается факт непрерывного уменьшения его диаметра.

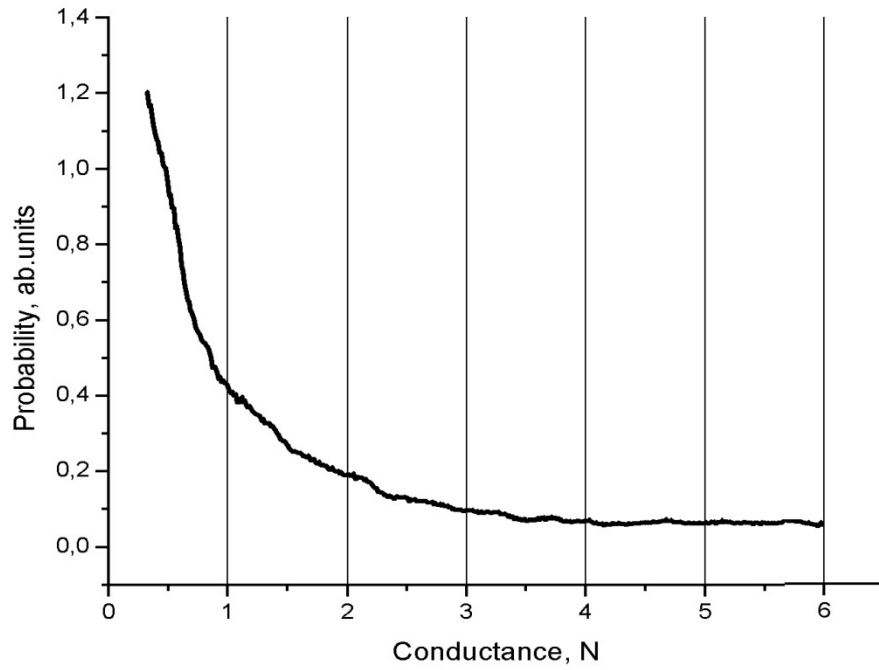


Рисунок 7

Гистограмма значений проводимости реле при образовании контакта. Получена одновременно с гистограммой представленной на рис.5.

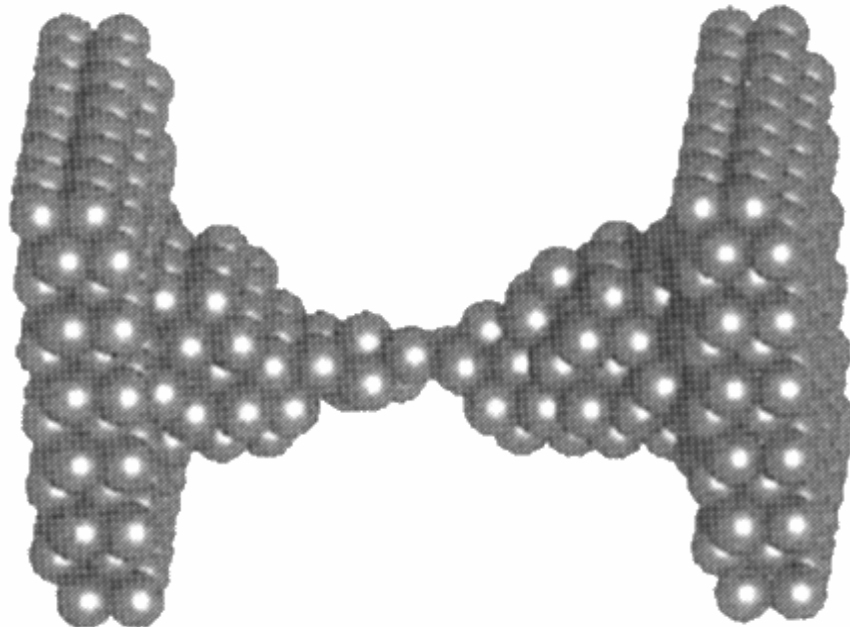


Рисунок 8

Модель одномерного аморфного провода.

Если на формирование нанопровода оказывает влияние процесс перемещения в области механического напряжения, то можно попытаться увеличить коэффициенты диффузии в нанопроводе, проводя измерения при больших напряжениях на контакте. Понятно, что при равных проводимостях это приводит к увеличению тока через контакт. **Рис.6** и **рис.9** демонстрируют гистограммы, полученные при разрыве контакта при различных напряжениях. Очевидно, что качество квантования повышается при увеличении тока.

Однако, гистограммы, полученные при создании контакта, как в том, так и в другом случае не проявляют никаких, или почти никаких особенностей.

Мы попытались стабилизировать условия формирования контакта, проводя эксперименты в масле (5Ф4Э). По нашему предположению, это вещество должно предохранить поверхность металла от кислорода воздуха и водяной пленки, уменьшив, таким образом, окисление контакта.

Однако, результат получился совершенно неожиданный (**рис.10**).

Мы увидели, что пики квантования проводимости появились в неожиданных местах. Так первый пик немного меньше G_0 , а все остальные расположены через $0,5G_0$. Проявление квантования в единицах $0,5G_0$ можно было бы объяснить, если предположить, что по каким-то причинам снялось спиновое вырождение в системе, но мы имеем дело с золотом, в котором трудно ожидать проявления магнетизма.

Совсем недавно (май 2000 г) появилась публикация [10], в которой ученые из университета Флориды сообщают об обнаружении квантования в

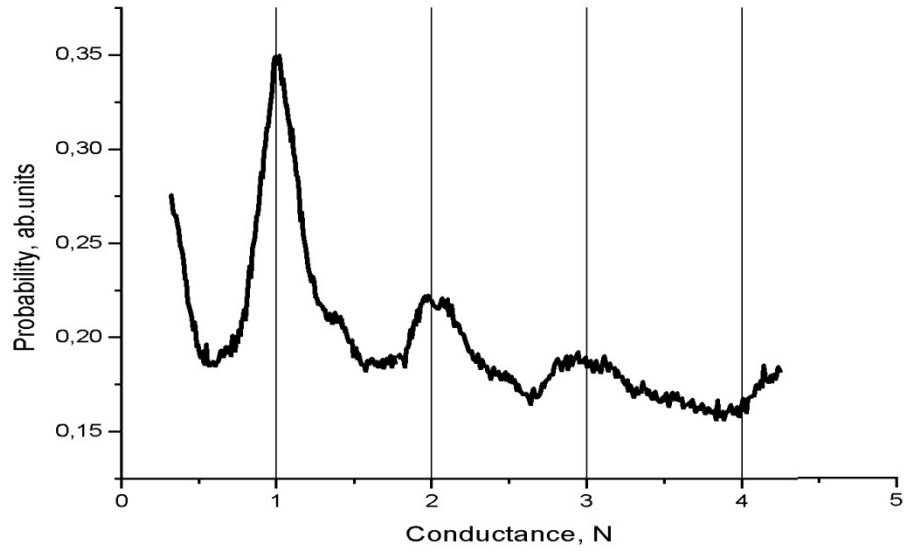


Рисунок 9

Гистограмма значений проводимости реле при образовании контакта. Напряжение на контакте 50 mV, число измерений $4 \cdot 10^3$, leads resistance 500 Ом.

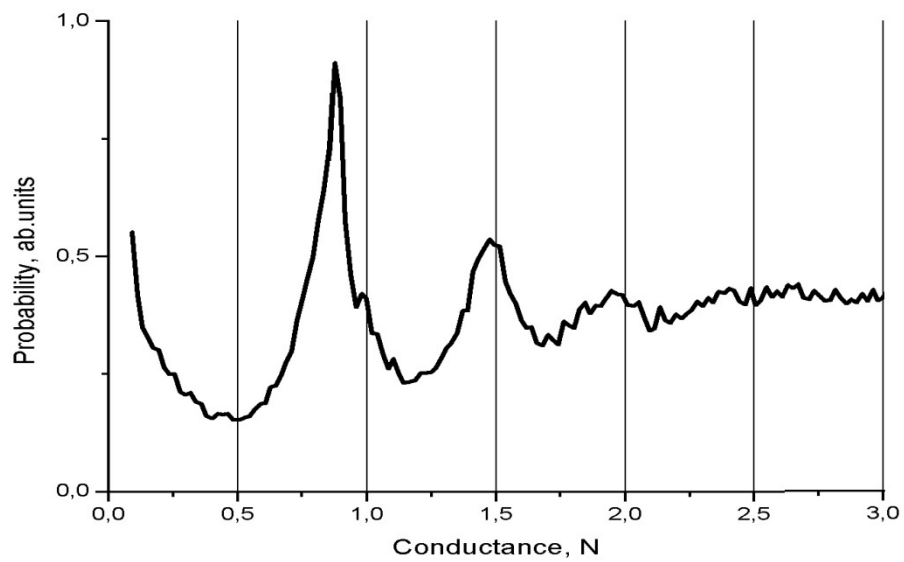


Рисунок 10

Гистограмма значений проводимости реле при образовании контакта в масле. Напряжение на контакте 50 mV, число измерений $4 \cdot 10^3$.

единицах $0,5G_0$ на золоте. Эксперимент проводился с помощью STM по аналогичной релейной схеме. Золотые игла и образец были погружены в электролит NaClO_4 или HClO_4 . Напряжение между ними поддерживалось 52mV , а потенциал электролита можно было менять в широких пределах при помощи двух дополнительных электродов, измерительного и задающего (рис.11). Игла и образец были изолированы так, что с раствором соприкасался только непосредственно точечный контакт. При положительном потенциале электролита вплоть до $+1\text{V}$, потенциала, при котором золото начинает окисляться, наблюдались нормальные пики проводимости: $1G_0$, $2G_0$, и т.д. Однако, при понижении потенциала до $-0,5\text{V}$ появился пик $0,5G_0$, который стал быстро расти с дальнейшим понижением потенциала, и при $-0,8\text{V}$ даже превзошел пик G_0 (рис.12).

Этот неожиданный результат пока не нашел своего объяснения.

Возможно, что необычные результаты наших измерений в масляной среде имеют ту же, неизвестную пока, причину. Но принципиальное отличие результатов полученных в наших экспериментах отсутствие пика на первой половине кондактанса.

Все приведенные результаты свидетельствуют, что проводимость точечного контакта даже при комнатной температуре носит квантовый характер. При этом она качественно описывается в модели одномерной проводимости. Однако, для ее изучения нужны более совершенные методики, которые не приводили бы к необратимым деформациям в области контакта и позволили бы получить больше информации, чем просто изменение проводимости. Важно попытаться измерить вольт-

амперные характеристики точечных контактов с тем, чтобы определить характер электронного спектра.

Развитие таких методов возможно, в первую очередь, на базе STM.

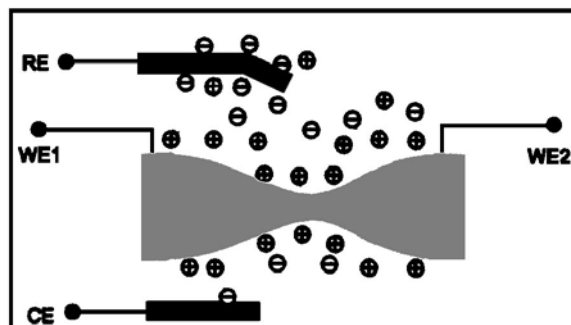


Рисунок 11

Принципиальная схема измерений проводимости точечного контакта в электролите [10]

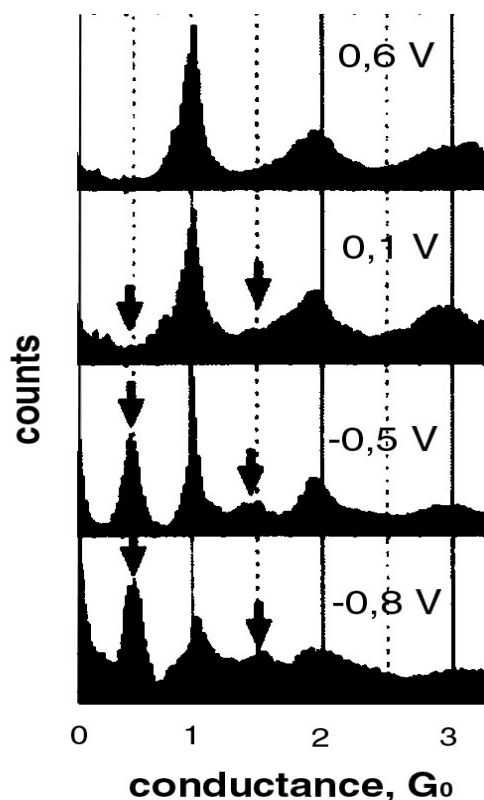


Рисунок 12

Гистограммы проводимости точечного контакта в электролите [10]

ГЛАВА II

STM.

Настоящую революцию в физике нанобъектов сделало создание сканирующего туннельного микроскопа (Binnig G. *et al.* 1982) [1].

Сам по себе, прибор не несет в себе ни одной новой физической идеи и не содержит ни одного нового элемента. Однако революционным оказалось успешное сочетание известных физических принципов для получения качественно новых результатов. С появлением этого прибора у физиков появилась возможность довольно просто получать информацию о таких фундаментально важных свойствах, как конструкция поверхности кристаллов, дефектах на поверхности, о свойствах эпитаксиальных слоев, о распределении плотности электронных состояний на Таммовских уровнях, об ориентации спинов электронов в отдельных атомах на поверхности. И это далеко не полный перечень возможностей, которые открылись с созданием STM. В недалеком будущем станет возможным измерение ЭПР и ЯМР спектров отдельных атомов и молекул и, наконец, использование STM для нанолитографии в промышленных технологиях.

Потенциальные возможности STM были сразу же оценены научным сообществом, и в 1986 году авторы получили Нобелевскую премию.

В нашей стране первый туннельный микроскоп появился в 1988 году в Институте Физических проблем в лаборатории М.С.Хайкина [11]. Первым

прибором, который мы использовали в своих исследованиях, был STM конструкции Хайкина.

На сегодняшний день в мире накоплен огромный опыт по конструированию STM, созданы конструкции, работающие, практически, в любых средах (вакуум, газ, жидкость) в широком температурном диапазоне (от милликельвинов до 1000^0K), в сильных магнитных полях и т.д. Мы же в своих работах использовали самодельные STM, работающие на воздухе (или в инертном газе).

В основу работы прибора положено явление туннелирования электронов из одного металла в другой через малый, нанометровый, промежуток. Если поднести металлическую иглу к поверхности проводящего образца и приложить между ними напряжение V , то потечет ток, который упрощенно можно описать выражением:

$$I=(V/z) e^{(-A\sqrt{\phi}) \cdot z}$$

где V – напряжение;

z - расстояние между иглой и образцом;

ϕ – работа выхода;

$$A = 1,2A^{-1} \cdot V^{-1/2}.$$

В случае, когда материалы иглы и образца разные, т.е. имеют различную работу выхода электронов, то

$$\phi = (\phi_A + \phi_B)/2$$

Такая сильная зависимость туннельного тока от расстояния позволяет организовать отрицательную обратную связь в схеме

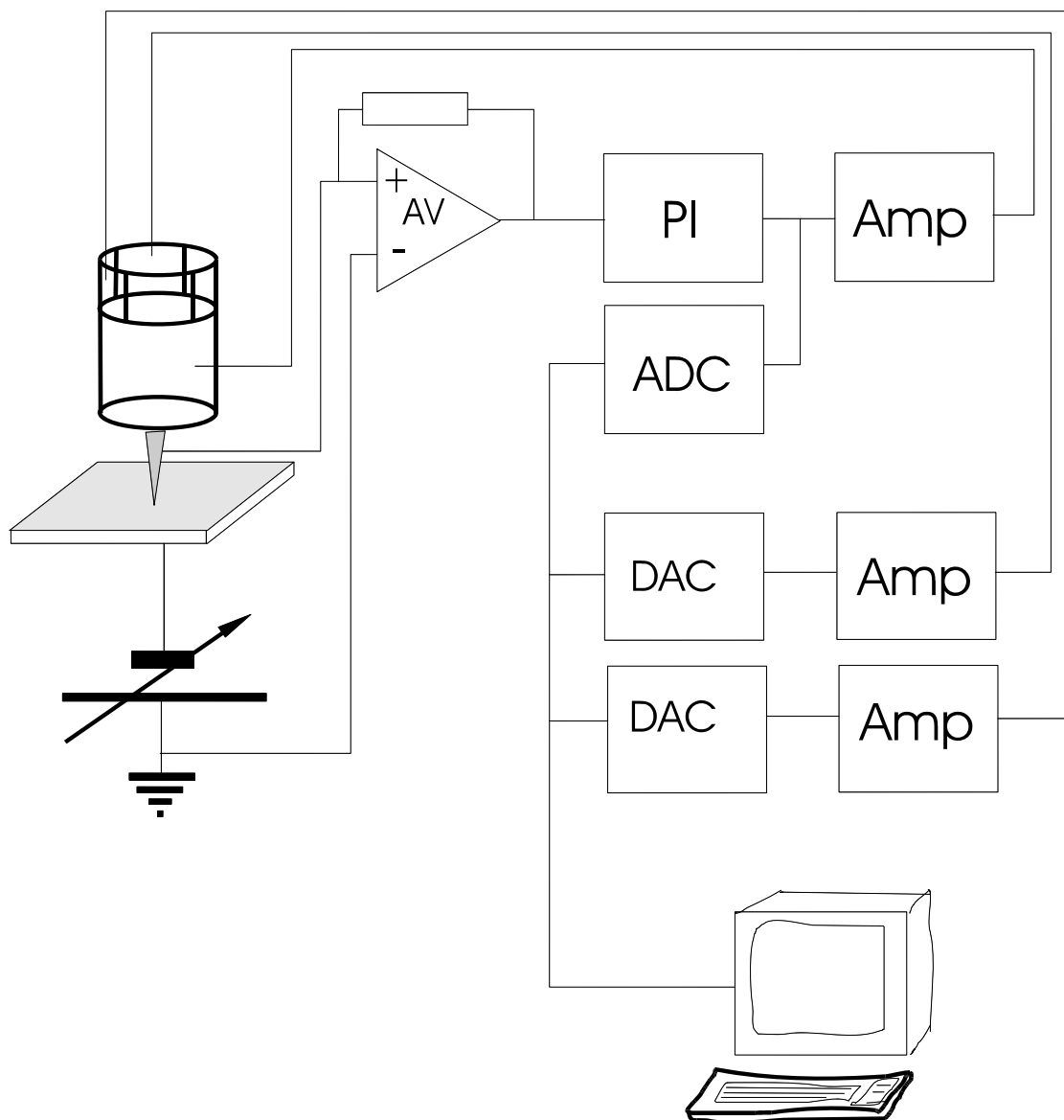


Рисунок 13

Принципиальная схема простейшего STM.

автоматического поддержания тока достаточно эффективную, чтобы стабилизировать зазор между иглой и образцом с точностью $\sim 0,1\text{Å}$.

Для этого прикрепляют один из электродов, пусть для определенности это будет игла, к пьезоэлементу, который способен удлиняться и укорачиваться при подаче на него напряжения. Обычная чувствительность пьезопреобразователей напряжение–перемещение – 10нм/V . Далее с помощью прецизионного малошумящего конвертера ток–напряжение измеряют туннельный ток при неизменном напряжении на образце; сравнивают его с установленным, рабочим током, обычно порядка 1нА и сигнал рассогласования подают на вход ПИ (пропорционально-интегрального) регулятора. Регулятор обрабатывает этот сигнал и выдает на выходе сигнал управления, который после прохождения высоковольтного усилителя подается на электроды пьезопреобразователя. Блок-схема приведена на **рис.13**. Как уже упоминалось, с помощью такой простой схемы удастся регулировать зазор между иглой и образцом с точностью $\sim 0,1\text{Å}$. При этом величина зазора, в общем-то, не определена, известно только сопротивление туннельного контакта, которое обычно бывает порядка 10^8 Ом .

Основные сложности при создании такого прибора, как и сама возможность, определяются экспоненциальной зависимостью тока от расстояния. Необходимость поддержания постоянного зазора, а его величина варьируется от 1Å до 100Å , заставляет позаботиться об исключении всех паразитных влияний. Основными из них являются термодрейф и акустический шум, т.е. всякого рода вибрации.

С термодрейфом можно справиться, если термоизолировать механическую часть прибора, или сконструировать механическую часть так, чтобы терморасширение отдельных ее частей скомпенсировали друг друга. Термоизолировать головку прибора можно, поместив ее, скажем, в криостат, но для большинства случаев оказывается вполне достаточным просто прикрыть ее на воздухе колпаком. Это связано с тем, что время проведения измерения в STM порядка минут и даже, если за это время температура под колпаком изменится на $0,1^{\circ}\text{C}$, то, скорее всего, (и опыт подтверждает это), влияние изменения размеров деталей конструкции будет плавной монотонной функцией, обычно линейной, а такую функцию очень легко вычестить из полученных результатов.

Для обеспечения долговременной термостабильности необходимо максимально симметризовать конструкцию головки и сбалансировать набор используемых конструктивных материалов по термическому коэффициенту расширения с учетом реальных размеров. Самый простейший вариант – это коаксиальное размещение пьезопреобразователей в виде вложенных одна в другую трубок. На одной крепится игла, а на другой – образец.

Выполненная нами такая конструкция обеспечивала дрейф на уровне $\sim 0,1\text{Å}/\text{мин}$, что является одним из лучших показателей для STM работающих на воздухе [12].

Для борьбы с вибрациями придумано множество антивибрационных систем, на которых крепится головка STM. Основными критериями качества таких систем служат собственная резонансная частота и

добротность. Влияние добротности очевидно: чем меньше добротность, тем быстрее затухнет паразитное возмущение. Обычно реализуется добротность величиной в несколько единиц.

Частота внешних возмущений определяется, в основном, конструкцией здания, в котором размещен прибор, и ее значение лежит в области 10 Гц. Поэтому резонансную частоту антивибрационной системы стараются сделать как можно ниже. Достаточно просто добиться частоты порядка 1 Гц.

Следующий шаг на пути уменьшения влияния вибраций – это создание как можно более жесткой конструкции измерительной головки STM, для обеспечения высокой резонансной частоты. Выбор резонансной частоты определяется соотношением

$$\Delta x \sim A(\omega/\omega_p)^2,$$

где A – амплитуда возмущения на частоте ω ;

Δx - амплитуда реакции на резонансной частоте ω_p .

Видно, что все определяется квадратом отношения частоты антивибрационной системы к резонансной частоте головки микроскопа. Опыт показывает, что для достижения стабильности туннельного зазора порядка $0,1\text{\AA}$ необходимо обеспечить резонансную частоту механической части STM более 1-2 кГц [51].

Следующим важным элементом STM является система подвода, или система сближения иглы и образца. Этот механизм должен обеспечивать подвод с дискретностью не меньше одного микрона, при этом не вызывая вибраций с амплитудой больше этой величины с тем, чтобы не разрушить

тонкий зонд-иглу. Критическая величина в 1 мкм довольно условная, в основном она определяется тем, что при указанной ранее известной чувствительности пьезопреобразователя, обычно обеспечивается непрерывное перемещение иглы к образцу в диапазоне 1 – 2 мкм.

На современном этапе общеприняты две схемы подвода. Первая – с помощью шагового двигателя и рычажного преобразователя, а вторая – инерционный двигатель. Первая схема, ввиду своей простоты, предпочтительнее, если речь идет о работе прибора на воздухе или в UHV условиях. Однако, для работы в условиях низких температур следует применять вторую схему. В своих работах мы уделили много внимания развитию именно инерционных двигателей.

Для того, чтобы понять принцип работы инерционного двигателя рассмотрим тело, покоящееся на горизонтальной поверхности, например, стеклянной пластинке, прикрепленной к пьезопреобразователю. И пусть пьезопреобразователь ориентирован так, что при подаче на него напряжения $V(t)$ он совершает перемещение $x(t)$ в горизонтальной плоскости, тогда тело будет совершать такое же перемещение вместе с пьезопреобразователем, пока инерционная сила не превосходит силу трения покоя. Допустим, мы подаем на пьезопреобразователь напряжение в виде периодической функции с разной крутизной $dV/dt(t)$ переднего и заднего фронтов. Если монотонная функция переднего фронта такая, что скорость перемещения такая, что $x'(t) < F_{тр}/m$, то тело переместится по горизонту на полную амплитуду функции $x(t)$. Пусть монотонная функция заднего фронта наоборот такая, что почти всегда $x'(t) > F_{тр}/m$, тогда в этой

фазе периодического движения пьезопреобразователя тело будет проскальзывать по плоской поверхности стеклянной пластинки и по окончании периода не вернется в исходную точку. Таким образом по окончании одного периода тело сместилось в направлении удлинения пьезопреобразователя на некоторое расстояние. Величина этого смещения зависит от коэффициента трения, массы тела и ускорения, которое способен обеспечить пьезопреобразователь. На практике на такой инерциальный двигатель подают сигнал треугольной формы с вертикальным передним или задним фронтом в зависимости от того, в какую сторону нужно обеспечить движение.

Основываясь на этом простом принципе, удастся изготовить двигатели, обеспечивающие не только горизонтальное перемещение с «шагом» порядка 10 нм и больше, но и способные поднимать вертикально массу в десяток грамм.

В своей работе мы разработали несколько конструкций вертикальных и горизонтальных инерционных двигателей, отличающихся высокой (с погрешностью не более 10%) воспроизводимостью шага в диапазоне от единиц нанометров до нескольких микрон. Был произведен широкий поиск материалов скользящей пары и определено, что инструментальная сталь У-8-стекло – лучшее сочетание с точки зрения надежности, простоты и обеспечения работоспособности в высоком вакууме и при низких температурах. Нами установлено, что если на пьезопреобразователь подавать нарастающее напряжение в виде импульса, не треугольной формы, а описываемого уравнением окружности с обрывом

в точке бесконечной производной, то эффективность двигателя возрастает в несколько раз. Это значит, что то же перемещение, тот же шаг можно получить, прикладывая напряжение меньшей амплитуды. Такое улучшение эффективности пьезодвигателя является определяющим при работе в условиях низких температур, где пьезомодули керамики падают в 3-7 раз.

Работа сканирующего туннельного микроскопа, т.е. получение изображения объекта, состоит в том, что сначала при совместной работе ПИ регулятора и двигателя игла подводится к поверхности на расстояние, обеспечивающее заданный туннельный ток, а потом сканируется по поверхности образца при постоянном токе. Для того, чтобы обеспечить постоянный ток, а значит и постоянное расстояние до поверхности, необходимо в процессе латерального перемещения поднимать и опускать иглу в соответствие с рельефом. Сканирование, так же, как и обеспечение заданной величины тока, выполняется с помощью одного пьезопреобразователя, который называют пьезосканером.

Наиболее распространенная и удобная конструкция сканера – это пьезокерамическая трубка с электродами на внешней и внутренней поверхности. Схема расположения электродов и их подключения приведена на **рис. 14**. Подобные сканеры обеспечивают перемещение по всем трем координатам. Поле сканирования легко варьируется в зависимости от требований эксперимента от нанометров до сотен микронов.

Вообще существует несколько различных систем сканеров, выбор зависит от решаемой задачи. Если нужно большое поле сканирования – это

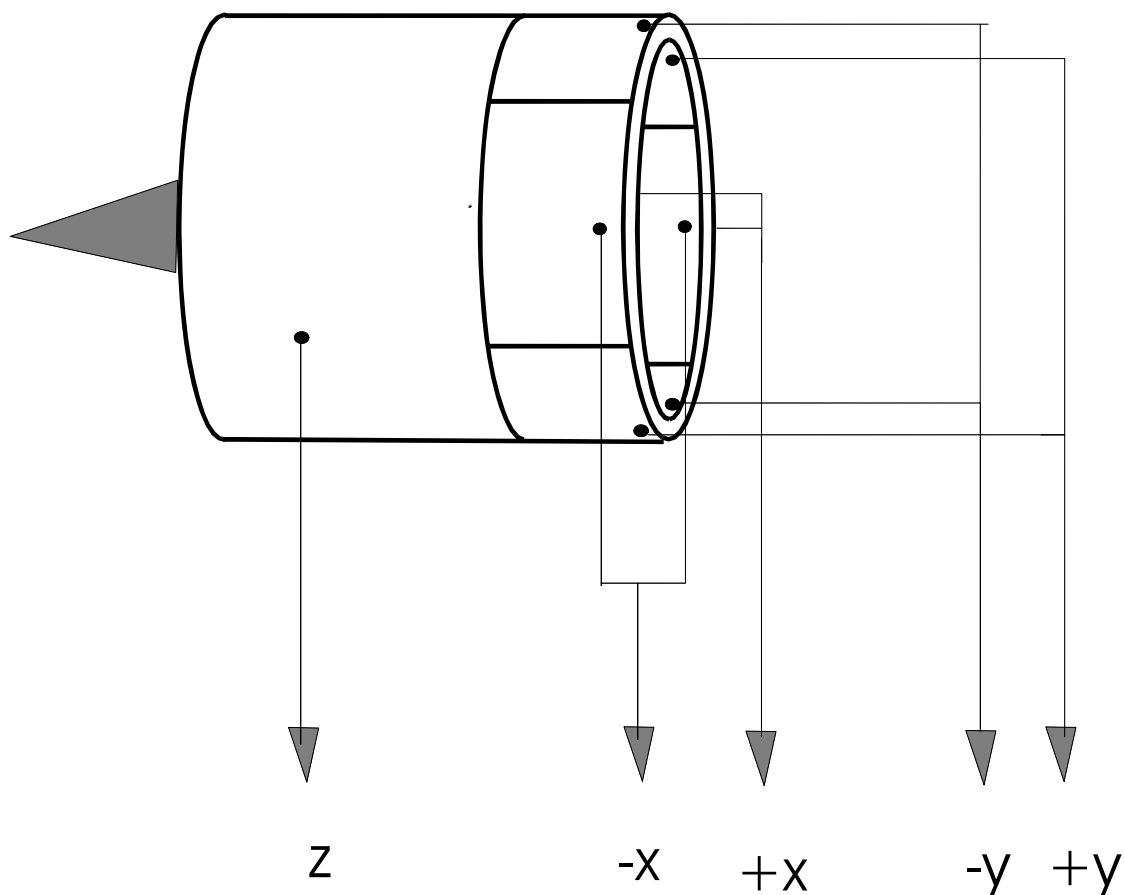


Рисунок 14

Схема расположения электродов на трубчатом пьезосканере.

один сканер, если нужно атомарное разрешение – это другой, если объект исследуется при низких температурах – третий и т.д. Появляются все новые и новые конструкции, единого универсального сканера пока не существует.

И, наконец, самый ответственный элемент STM – зонд-игла.

Методика изготовления вольфрамовых игл.

Обычно, STM – зонды изготавливаются из вольфрамовой или платино-иридиевой проволоки. множество методов приготовления STM зондов описано в (Melmed, 1991) [13]. Однако, самый распространенный – это метод электрохимического травления ввиду его простоты и дешевизны. Лучшие методики травления W-игл дают радиус на конце иглы 50 - 100 Å [14]. Мы разработали, скорее усовершенствовали, свой метод электрохимического травления W, который позволяет довольно надежно получать иглы с радиусом порядка 10Å и углом при вершине конуса <20°. При этом мы дополнили существующие методики процессом электрохимической очистки W-игл от остаточных окислов.

Мы использовали метод электрохимического травления при постоянном напряжении, т.к. в этом случае получается игла в виде гиперблоида, т.е., в целом, более острая форма по сравнению с простым конусом, который получается при травлении на переменном токе. В этом методе анодное растворение W проволоки происходит вблизи границы раздела электролит-воздух, приводя к тому, что часть проволоки, находящаяся в растворе, отрывается и падает вниз. Это происходит, когда вес нижней части превосходит предел прочности по механическому напряжению в самом узком месте шейки травления. В момент отрыва необходимо прекратить процесс травления как можно быстрее, иначе часть проволоки с иглой, находящаяся в растворе будет продолжать травиться, при этом угол конуса и радиус иглы будут увеличиваться.

Для изготовления игл мы травили W проволоку Ø25 мм в 2М растворе NaOH. Второй электрод может быть произвольной формы и

размещен на любом расстоянии от места погружения W в раствор. Обычно, в качестве катода мы использовали или золото, или нержавеющую сталь. При травлении использовался источник постоянного напряжения $+10V$.

Последовательно с катодом включалось сопротивление ~ 100 Ом. Напряжение на этом сопротивлении пропорциональное току травления использовалось для контроля процесса.

Вольфрамовая проволока погружалась на 2 мм в раствор. Время травления порядка 12 минут.

Когда нижняя часть проволоки обрывается, площадь поверхности погруженной части резко уменьшается, ток травления падает. С помощью простейшей электронной схемы, отслеживающей величину тока, прекращается подача напряжения на анод. В электронной схеме, аналогичной описанному в литературе (см., например, [15]) используется скоростной компаратор, соединенный с реле. Когда происходит резкое падение тока ниже уровня, заданного на компараторе, компаратор своим выходным транзистором замыкает электроды за время около 5 мксек, а затем, спустя 2 мсек срабатывает реле, и цепь полностью разрывается. Именно подбор этих временных задержек определяет остроту получающихся игл. Установлено, что первое время, время закоротки, не должно превышать 5 мксек. Это время определяется только быстродействием компаратора. Когда происходит отрыв нижней части проволоки в условиях, описанных ранее, конечный радиус перешейка получается порядка 10 нм. Это определяется весом оторвавшейся части. Нами установлено, что если погрузить в раствор проволоку на глубину,

меньшую, чем полтора миллиметра, обрыва не происходит, нижняя часть скорее вся растворится, чем отпадет. Поэтому 2 мм, погружаемые в раствор, обеспечивают минимальный вес отрывающейся части проволоки, а значит, и минимальный радиус перешейка в момент отрыва. Наши эксперименты показывают, что если по сигналу с компаратора вытащить иглу из раствора за время меньше миллисекунды, то ее радиус будет порядка 50-100Å. Однако, если после срабатывания компаратора и закоротки электродов пройдет несколько секунд, то радиус иглы будет существенно больше (до 100 нм) и к тому же игла будет покрыта окислом. Причина состоит в том, что при закорачивании электродов между W и вторым электродом погруженными в электролит, остается контактная разница потенциалов, и процесс травления продолжается.

Мы использовали это дополнительное травление для последующей заточки иглы. Экспериментально было определено время задержки в 2 мсек перед тем, как окончательно разорвать цепь с помощью реле. В этом случае удастся получать чистые вольфрамовые иглы диаметром до двух нанометров (**рис15**). Все параметры нашей методики приведены для $t=20^{\circ}\text{C}$.

Полученные иглы проверялись с помощью STM, просвечивающего микроскопа JEOL JEM 20000FXII и JEOL Оже - микропроба. STM исследования показали, что не все иглы пригодны для получения изображения высокого разрешения. При этом Оже – спектроскопия показывает присутствие окислов и углерода. Присутствие углерода, по-видимому, связано с недостаточной чистотой химреактивов, а наличие

окислов, как показывают исследования в просвечивающем электронном микроскопе, факт случайный (т.е. мы не обнаружили явного параметра, ответственного за появление окисла), но довольно регулярный.



Рисунок 15

ТЕМ изображение сверхтонкой вольфрамовой иглы.

Поэтому для последующей очистки игл мы применили другой электрохимический процесс, названный в литературе *backpolishing process* [16]. Этот процесс проводился в той же самой электрохимической ячейке только с другим раствором: 20% Na_2SO_3 и 0,5% гидрохинона. Десять импульсов синусоидального напряжения амплитудой 10V и частотой 400Гц прикладывалось между W иглой и вторым электродом. Утверждалось в [16], что после такой обработки всегда получаются чистые вольфрамовые

острия, которые потом исследовались и использовались в ионном микроскопе.

Однако, нам после такой обработки не всегда удавалось получить чистые иглы. Одна из таких игл показана на **рис.16**. Виден слой загрязнения толщиной 30-50 Å. Оже-спекрометрия показала наличие окислов вольфрама, присутствие углерода, серы и натрия, т.е. всех элементов, находящихся в растворе. Вместе с тем, как показали некоторые фотографии, полученные в электронном микроскопе, часто под слоем загрязнений образуется очень острый вольфрамовый конус

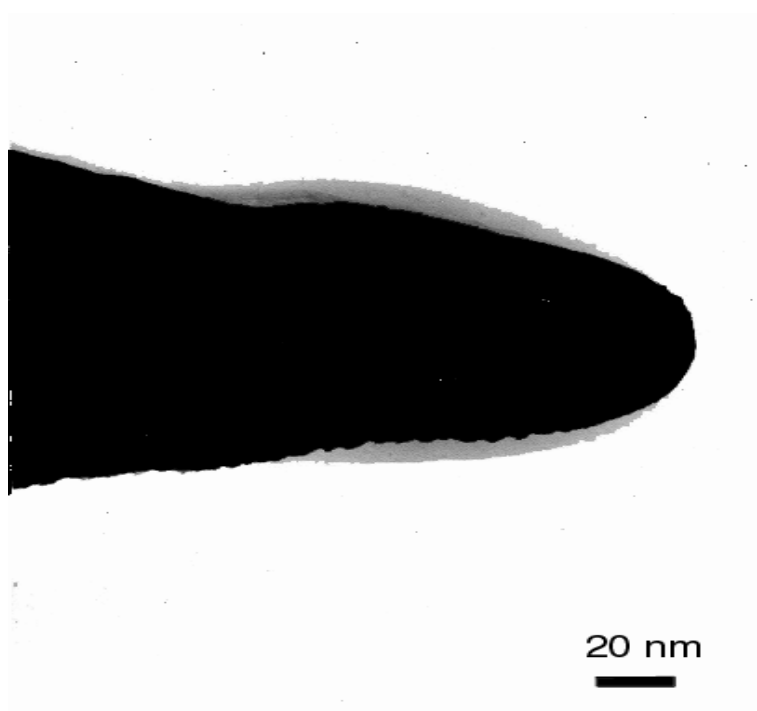


Рисунок 16

ТЕМ фотография вольфрамовой иглы после травления при постоянном напряжении 9V. Хорошо виден окисел, более светлый слой.

(рис.17). Эти наблюдения заставили нас более подробно исследовать сам процесс очистки на переменном токе.

Оказалось, что качество полученных после очистки игл зависит от того, в какой фазе напряжения, положительной или отрицательной по отношению ко второму электроду, заканчивается процесс *backpolishing*. Если он был остановлен сразу после положительной фазы напряжения, иглы получались вполне чистыми. В противном случае – они получались с загрязнением.

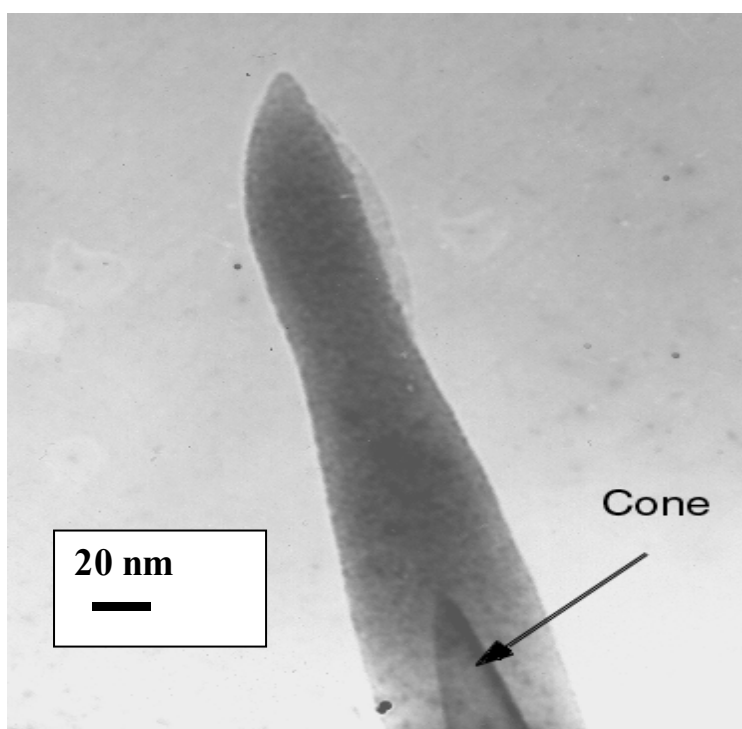


Рисунок 17

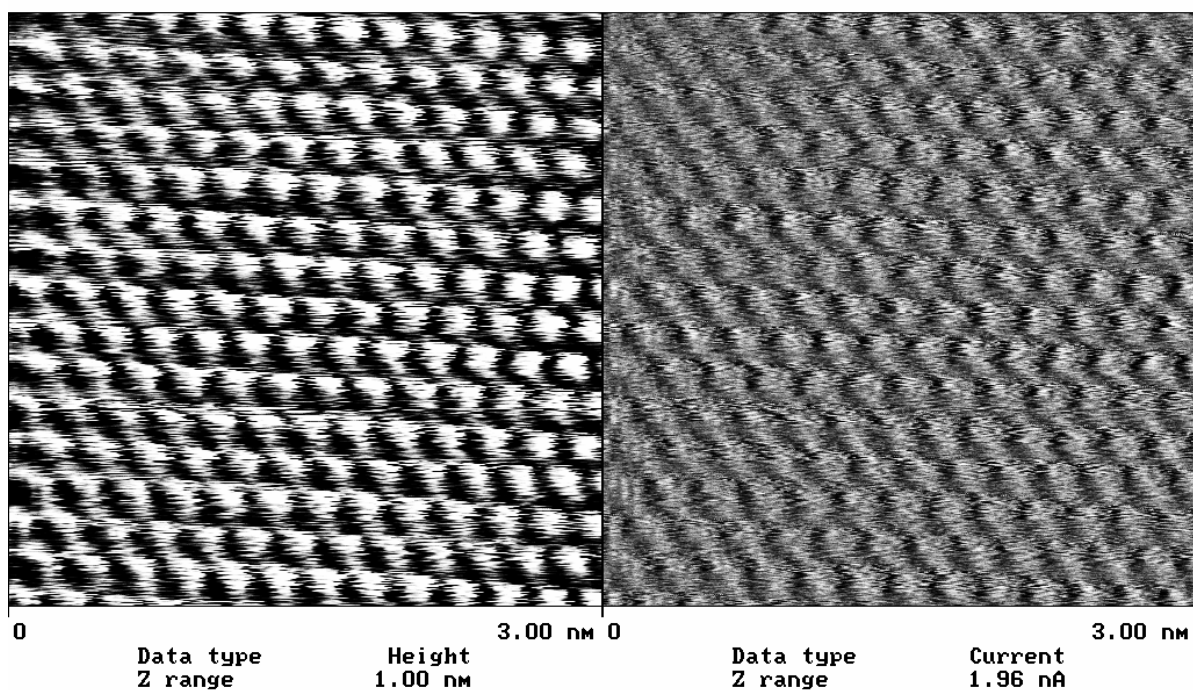
ТЕМ фотография вольфрамового конуса пол слоем окисла.

Следующим дополнением к процессу очистки стала окончательная отмывка игл в кипящей дистиллированной воде. После этой отмывки удалялись все остатки серы, натрия и растворимых окислов W, что подтверждается Оже-спектроскопией.

При использовании разработанной нами методики приготовления W игл получают чистые, рекордно острые зонды для STM.

Простейший способ проверки качества зонда STM – это получение атомарного разрешения на графите НОРГ. Пример такой проверки приведен на **рис.18**.

Это вкратце все основные проблемы, которые встречались и были успешно преодолены при создании сканирующего туннельного микроскопа.



4-12.008

Рисунок 18

STM изображение поверхности пиролитического графита (НОРГ).

Использование STM для изучения пассивированного кремния.

Мы использовали одну из своих моделей STM для исследования возможности очистки кремния в водородной ЭЦР плазме. В современной микроэлектронике кремний остается наиболее широко используемым материалом. В то же время субмикронная технология ставит важную задачу разработки методов исследования структуры и свойств поверхности этого материала с высоким разрешением, чтобы использовать кремний в нанoeлектронике. Сканирующая туннельная микроскопия позволяет изучать поверхность материала с разрешением вплоть до атомарного. Однако в случае кремния наличие на поверхности тонкого слоя естественного окисла препятствует получению высокого разрешения при наблюдении с помощью STM на воздухе. Поэтому такого рода эксперименты, как правило, проводят в сверхвысоком вакууме на отожженных образцах. Структура и свойства поверхности таких образцов отличается от тех, которые имела бы исходная поверхность. Обычно интерес представляет изучение материала в условиях более приближенных к естественным. Поэтому актуальной является задача подготовки образцов кремния для исследования с помощью STM на воздухе. Для решения этой задачи может быть использовано травление пластин в водном растворе HF или NH_4F [17]. При этом естественный слой окисла удаляется, а оборванные связи на поверхности пассивируются водородом. В результате такой обработки скорость окисления кремния сильно уменьшается, что

позволяет даже получать атомное разрешение на небольших участках поверхности [18].

Для преодоления описанных выше проблем при STM экспериментах на воздухе мы предлагаем проводить обработку кремния в водородной плазме, полученной в условиях электронного циклотронного резонанса (ЭЦР плазма). Достоинством этого метода является его простота в сравнении со сложными многостадийными процессами пассивации в водных растворах HF или NH₄F [17-19], требующих высокой чистоты исходных химических веществ. Кроме того, обработка в ЭЦР плазме характеризуется высокой чистотой и отсутствием радиационного повреждения образцов, обусловленного низкой энергией активных частиц плазмы (менее 10 эВ). При этом происходит стравливание слоя естественного окисла и эффективная пассивация поверхности водородом [20], что дает возможность изучать атомную структуру поверхности без особых затруднений.

В экспериментах использовались пластины кремния n-типа, легированного мышьяком с удельным сопротивлением 0.01 Ом-см (КЭМ0.01) и ориентацией (111), прошедших стандартную предэпитаксиальную обработку более двух лет назад. Пластины загружались в ЭЦР установку [21], которая представляла собой вертикальный цилиндрический реактор из нержавеющей стали, откачиваемый турбомолекулярным насосом. ЭЦР плазменный источник с электромагнитами размещался в верхней части реактора. Через кварцевое окно осуществлялся ввод СВЧ мощности от магнетрона, который

соединялся с реактором посредством волновода прямоугольного сечения. В источнике возбуждалась плазма в условиях электронного-циклотронного резонанса на частоте 2.45 ГГц при напряженности магнитного поля 875 Э. Пластины обрабатывались в течение 20 мин. при давлении водорода 10^{-3} Тор и расходе $10 \text{ см}^3/\text{мин}$. Подводимая СВЧ мощность составляла порядка 150 Вт. Нагрев подложек в плазме не превышал 50°C . Образцы в процессе обработки находились под плавающим потенциалом. Плотность ионного тока насыщения в этих условиях равнялась $1 \text{ мА}/\text{см}^2$.

Для исследований был изготовлен простой СТМ на основе трубчатого пьезосканера и инерционного пьезодвигателя для приближения образца к игле. Благодаря малым ($30 \times 30 \times 80 \text{ мм}^3$) размерам и высокой жесткости микроскоп не требовал сложных систем виброизоляции и обладал малым (менее $0.01 \text{ нм}/\text{с}$) дрейфом. В качестве зондов использовались отрезки платино-иридиевой проволоки диаметром 0.5 мм , обрезанные дважды под углом 30° к оси проволоки (второе обрезание проводилось после поворота проволоки на 90° вокруг оси.)

Сразу после обработки в ЭЦР реакторе образец помещался на платформу инерционного пьезодвигателя. Наши эксперименты показали, что обработка кремниевых пластин в водородной ЭЦР плазме позволяет легко получать СТМ изображения хорошего качества на воздухе при напряжениях на зонде $-(0.5-1) \text{ В}$ относительно образца и туннельном токе $0.2-1 \text{ нА}$. На **рис.19** и **рис.20** представлено изображение поверхности кремния с атомным разрешением, полученное в режиме постоянной средней величины туннельного зазора. Хорошо видна поверхностная

структура из атомов Si. Измеренное значение постоянной решетки $c = 0.4$ нм, причем симметрия решетки атомов соответствует Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ (поверхность является моногидридной, т.е. каждый атом кремния соединен с одним атомом водорода). В нижнем правом углу рисунка наблюдается область без определенной атомной структуры, что, возможно, указывает на тригидридное ($\sim\text{SiH}_3$) покрытие поверхности, аналогичное обнаруженному в работе [22]. Следует отметить, что на поверхности преобладала структура Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$. На **рис.21** показан участок поверхности достаточно большой площади, полученный в режиме постоянного туннельного тока. На изображении видны ступеньки, отмеченные буквами A, B, C, D и атомно-гладкие террасы, с одной из которых было получено изображение на **рис.20**. Высота ступеньки A составляет около 0.32 нм, высота ступенек B и C была около 0.64 нм, а ступеньки D — 1.3 нм. Это соответствует одной, двум и четырем бислойным ступенькам. Наличие террас и ступенек обусловлено разориентацией пластины относительно плоскости (111).

Следует отметить, что мы наблюдали изображения, подобные представленным выше, в течение нескольких часов без заметного ухудшения их качества. Атомное разрешение получалось практически в любой точке образца в отличие от работы [18], где атомное разрешение на воздухе удавалось наблюдать только на 1 % исследуемой поверхности. В отличие от результатов представленных в работе [23] мы не обнаружили изменения СТМ изображений при многократном сканировании в процессе наблюдения одного и того же участка **рис.21**, что свидетельствует о высокой чистоте и стойкости к окислению пассивированной в водородной

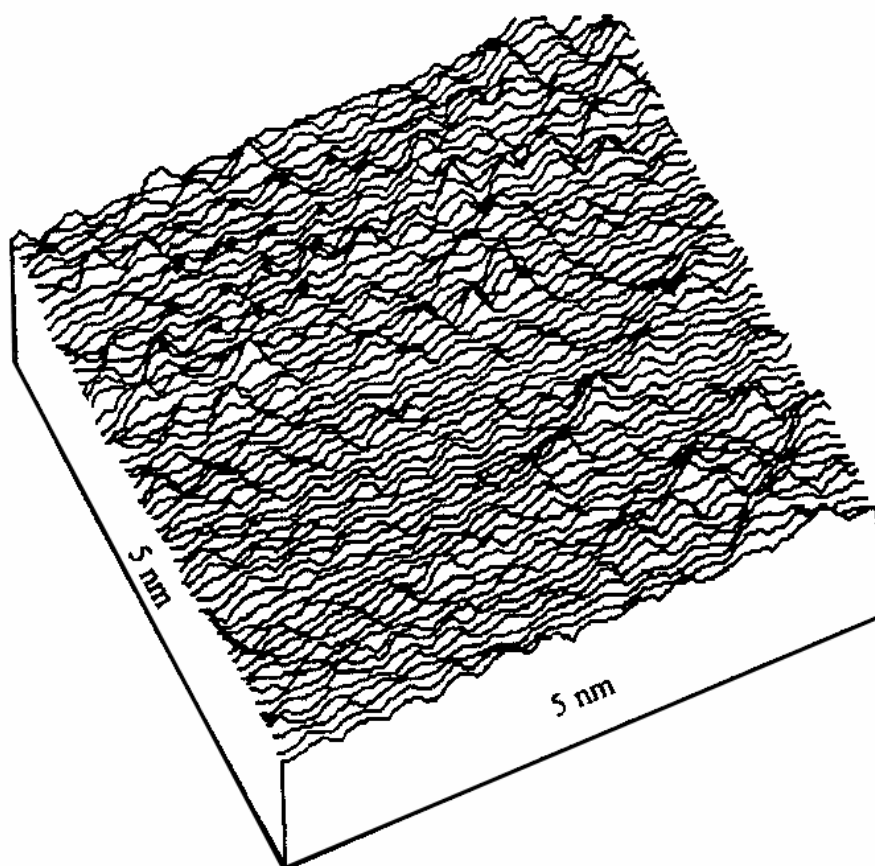


Рисунок 19

Изометрическое изображение атомарно гладкой поверхности кремния .

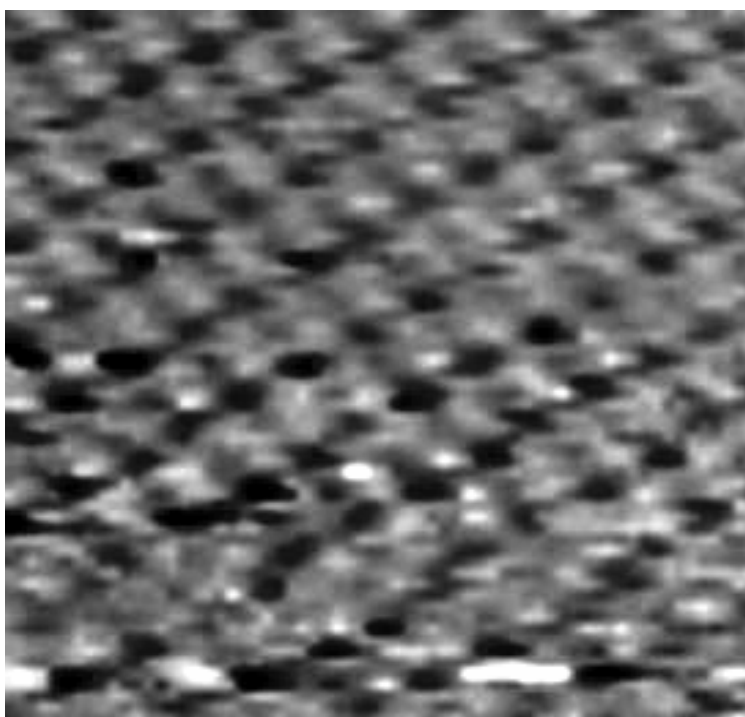


Рисунок 20

Top view той же поверхности.

ЭЦР плазме поверхности Si(111). Так же следует обратить внимание на атомную гладкость террас. Подобную поверхность получают при пассивации в NH_4F , обработка в HF , как правило, приводит к микрошероховатостям [24]. Несомненно, что обработка в водородной ЭЦР плазме кремния с получением атомно-гладких поверхностей не ограничивается использованием при СТМ визуализациях, а имеет также большое значение для приборных применений в микро- и нанoeлектронике,

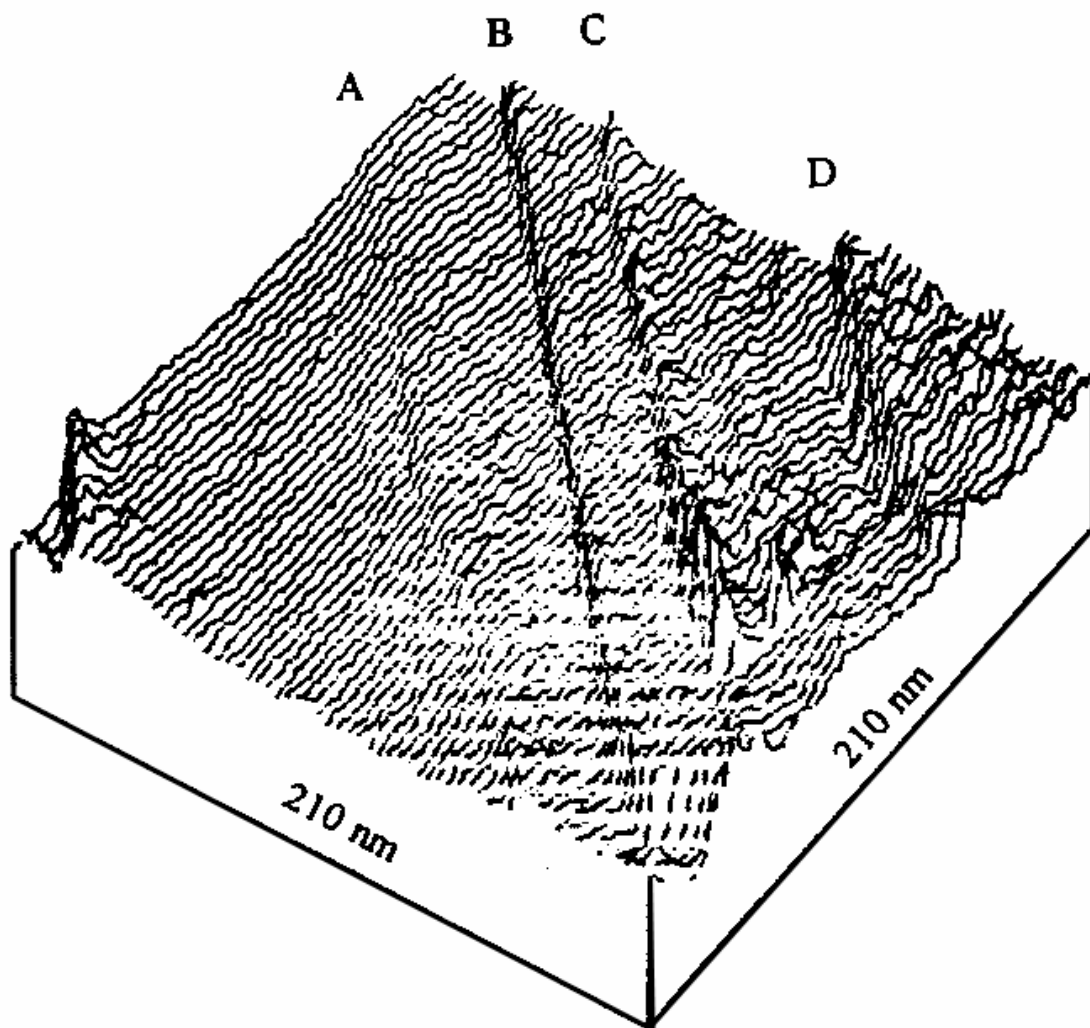


Рисунок 21

Ступеньки на поверхности Si[111]. Получено в режиме постоянного тока 0.2 nA при напряжении на образце 0.8V.

где атомная гладкость поверхности Si может быть решающим фактором высокого качества структур, например, при формировании подзатворного диэлектрика субмикронных приборных структур металл-окисел-полупроводник или в качестве подложек для металлических наноструктур.

Исследование проводимости точечного контакта в STM.

Имея в руках такую совершенную методику, как сканирующая туннельная микроскопия, возможно изучать не только свойства поверхности или размерные эффекты на наноструктурах естественный и искусственных, но и свойства отдельных атомов. Мы использовали STM для изучения проводимости атомарных контактов, размер которых составляет счетное число атомов, вплоть до одного. В ранее опубликованных научных статьях [25,26] обнаружено, что изменение проводимости контакта, образованного иглой STM и зависимость туннельного тока от расстояния игла-образец имеет ступенчатый вид. Эти результаты полностью аналогичны полученным при квантовании проводимости в микроконтактах, образованных затворами в 2DEG или в релейной методике, обсуждавшейся в этой работе ранее.

Все наши эксперименты по изучению прыжков проводимости в контакте, образованном иглой STM проводились на воздухе при комнатной температуре. Мы полагали, что проведение таких экспериментов при гелиевых температурах не имеет смысла, т.к. энергетический спектр

электронов в микроконтакте определяется поперечным размером, и расстояние между энергетическими уровнями при диаметре r порядка 1 нм

$$\Delta E \sim \hbar/mr^2 \approx 0,1 \text{ eV}$$

существенно больше, чем $kT \approx 25 \text{ meV}$ при комнатной температуре.

Исследовалась проводимость точечного контакта образованного между вольфрамовой иглой и золотой пленкой, напыленной на кремниевую подложку, толщина пленки порядка 100 нм.

Для обеспечения более точного перемещения образца к игле в конструкцию STM был добавлен пьезопреобразователь с меньшей чувствительностью $\sim 7 \text{ \AA/V}$. Перед измерением зависимости тока от перемещения $I(z)$ с помощью электронной схемы STM устанавливался ток, соответствующий проводимости $0,1e^2/h$. После этого отрицательной обратной связи STM вводилась в режим чуть ниже порога генерации и игла перемещалась вдоль поверхности до тех пор пока схема вновь не войдет в режим генерации. Генерация наступает тогда, когда коэффициент пропорциональности ПИ регулятора превосходит некоторое пороговое значение и обратная связь становится положительной. В нашем случае увеличение коэффициента пропорциональности происходит из-за возрастания крутизны функции $I(z)$ туннельного контакта. Это возрастание крутизны связано с увеличением значения работы выхода, которое стоит в показателе экспоненты функции $I(z)$ (). При работе STM на воздухе уменьшение значения работы выхода на однородных образцах связано с наличием на поверхности загрязнений. Мы же действуя по этому алгоритму находили место с максимальным значением работы выхода, то есть

максимально чистое место. В областях, где схема входила в генерацию, производились измерения значений функции $I(z)$.

Для этого мы замораживали обратную связь и с помощью дополнительного регулируемого источника напряжения придвигали образец к игле, измеряя при этом ток при фиксированном напряжении между иглой и образцом.

На **рис.22** показана типичная зависимость $I(z)$ при уменьшении туннельного зазора. Следует отметить, что при этом образец перемещается на расстояние в несколько ангстрем Å . Зависимость $I(z)$ имеет явно выраженный ступенчатый характер.

Отличительной особенностью такой зависимости является тот факт, что проводимость контакта перед первым резким увеличением до значения $2e^2/h$ сравнима по величине с кондактансом ($2e^2/h$). Это значение проводимости непосредственно перед прыжком много больше той, что наблюдалась в ранних работах, где первый подъём происходит от тока, соответствующего сопротивлению туннельного зазора в 20 МОм.

Эта разница является следствием различия в силах притяжения между иглой и образцом, зависящей от радиуса иглы. В нашем случае игла имеет существенно меньший радиус, а значит силы, приводящие электроды в механический контакт, меньше [28].

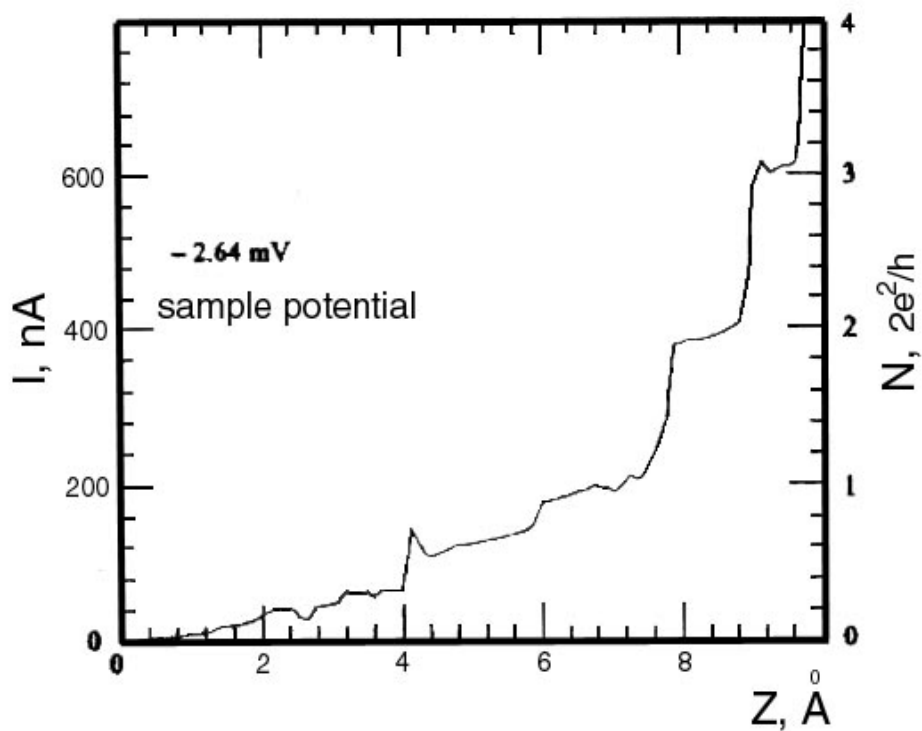


рисунок 22

Типичная зависимость тока I от перемещения z при уменьшении туннельного зазора.

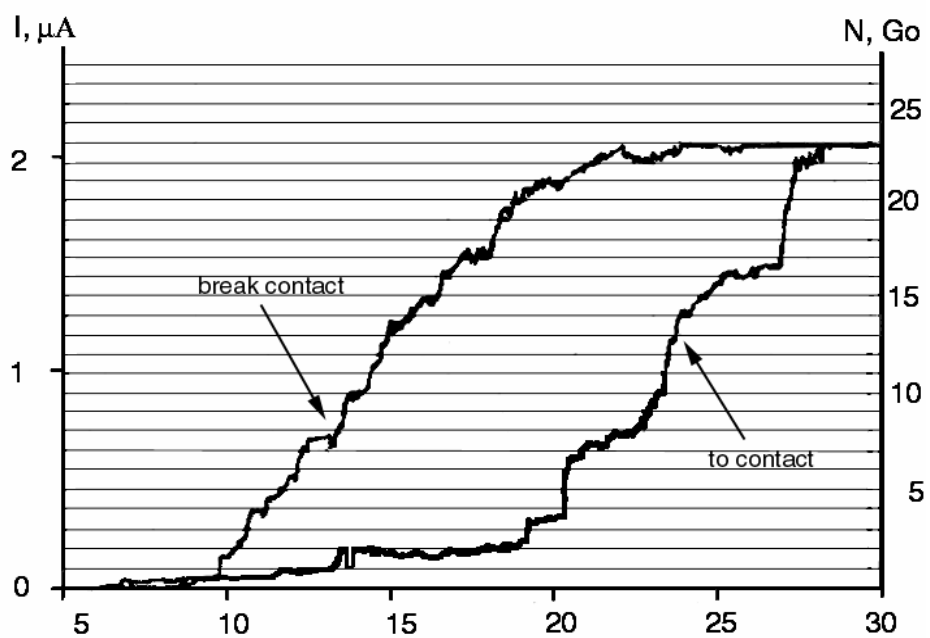


Рисунок 23

Типичная зависимость тока I от перемещения z при уменьшении туннельного зазора с разрушением иглы.

Зависимость $I(z)$ при перемещении образца на большое расстояние (~ 3 нм) показана на **рис.23**. Показаны вместе кривые при движении образца к игле и обратно. Макроступени, величиной в несколько кондактансов, отчетливо видны. По нашему мнению эта ситуация соответствует режиму разрушения иглы и хорошо описывается модельными вычислениями, приведенными в работе [29]. В этой модели макроступени возникают при послойном разрушении монокристаллической иглы.

Фотография приведенная на **рис.15**, была получена в просвечивающем электронном микроскопе после эксперимента по измерению $I(z)$ при уменьшении туннельного зазора. Нет видимых следов разрушения иглы.

Таким образом, можно утверждать, что природа ступеней на **рис.22** и **рис.23** различна.

Тот факт, что прыжок проводимости наблюдается при создании контакта, когда никакой нанопровод еще не сформирован, как в случае реле, заставляет говорить о том, что эти прыжки проводимости соответствуют прыжкам атомов в процессе формирования контакта. В силу сингулярности сил, действующих на атом в решетке, атомы, находящиеся в зоне контакта, совершают далеко неравномерное движение при плавном сближении двух решеток. В этом случае сама контактная область между иглой и образцом формируется за счет резкого смещения (прыжка) атомов с иглы на поверхность золота и/или наоборот. Атомы смещаются на межатомные расстояния.

Доквантовая проводимость точечного контакта.

Сравним значения проводимости моноатомного контакта получаемые в рамках разных теорий. С позиции классической диффузионной модели сопротивления металлов, Максвелл [30] получил следующее выражение для проводимости точечного контакта радиуса α

$$\sigma = 2\alpha/\rho$$

здесь ρ - удельное сопротивление материала образующего контакт,

$\alpha \gg l$, l – длина пробега электронов в материале.

Сопротивление моноатомного контакта для золота, исходя из этой формулы, равно всего 100 Ом. Совершенно очевидно, что в нашем случае использование диффузионного приближения не корректно, так как размер атома много меньше длины свободного пробега электронов.

Спустя полвека Ю.В.Шарвин [31] решил эту же задачу для баллистического движения электронов в области точечного контакта. Формула для проводимости получена из полуклассических предположений и дает значение проводимости для точечного контакта радиуса α между двумя массивными металлами

$$G_m = (2e^2/h)(k_f \alpha/2)^2.$$

Этот результат демонстрирует, что даже в условиях, когда нет никакого рассеяния, сопротивление точечного контакта не равно нулю. Предполагая диаметр моноатомного контакта порядка межатомного расстояния и принимая, что $\lambda_\alpha = \hbar/2\pi k_f$ -того же порядка, мы получаем значение, близкое величине кондактанса (12.9 кОм).

Эти оценки утверждают нас в предположении, что прыжки проводимости, наблюдаемые при образовании контакта – результат прыжков атомов, при этом движение электронов в области контакта баллистическое.

Однако, как установлено в наших экспериментах и в опубликованных работах [25-27], контакты, сформированные разными металлами (Na, Au, Pt, Pb, W) и различными способами, проявляют одинаковые прыжки проводимости, равные кондактансу, в то время как значение коэффициента $(k_f a/2)^2$ из формулы Шарвина далеко не всегда равно единице **рис.24**.

Одномерная квантовая проводимость.

Эта универсальность можно попробовать объяснить с точки зрения волноводного или одномерного движения электронов в точечном контакте. Удивительное свойство точечного контакта проявлять сопротивление при отсутствии рассеяния в контакте, что демонстрирует формула Шарвина, находится в противоречии с классическими и полуклассическими теориями, где ток рассматривается как функция напряженности электрического поля. Однако ещё в 1957 г. Ландауэр показал [4], что проводимость это нечто большее, чем просто проявление сопротивления. В системах малых размеров (порядка фермиевской длины волны) электрон нельзя рассматривать как частицу, необходимо учитывать его волновую природу, поэтому баллистический проводник необходимо представить в виде волновода. Спектр электронов в одномерном проводнике из-за поперечного квантования по координатам x, y записывается так

$$E_n(\mathbf{p}) = E_n(0) + p^2/2m$$

Здесь \mathbf{p} – импульс в направлении z ,

$E_n(0)$ – собственное значение энергии, уровень поперечного квантования,

m – масса электрона.

Принято говорить, что n уровню квантования соответствует n канал проводимости, а соответствующую волновую функцию называют n – модой. Количество каналов проводимости ограничено энергией Ферми

$E_n(0) < E_f$. Канал n соответствует одномерной энергетической зоне $E_n(p)$ содержащей непрерывный набор импульсов p , то есть в направлении z движение электронов свободно.

То, что квантование проводимости в одномерном случае должно происходить, можно проиллюстрировать следующими рассуждениями. Рассмотрим ситуацию, когда есть только один канал проводимости, для плотности тока можно записать выражение:

$$dj = e \cdot (dn/dE) (\partial E / \partial p) dE$$

(Вспомним формулу: $j = env$.)

Плотность состояний в фазовом пространстве для одномерного случая

$$dn = 2dp/h$$

(двойка появляется в случае спинового вырождения).

Следовательно, предыдущую формулу можно переписать с учетом этой плотности как

$$dj = 2e/h \cdot dE.$$

Интегрировать по сечению тока в одномерном случае лишено смысла, остается проинтегрировать по энергии, т.е. по $e dV$. Получаем:

$$I = (2e^2/h)V.$$

Таким образом мы получили конечную проводимость в системе с баллистическим транспортом электронов. Очевидно, что сопротивление такой квантовой системы не зависит от параметров материала из которого она составлена. Величина $G_0 = 2e^2/h$ называется квантом проводимости и её

значение соответствует сопротивлению $12,9\text{кОм}$. Это значение находится в полном соответствии с нашими экспериментальными результатами.

Проявляется кажущееся противоречие. С одной стороны мы говорим о точечном контакте, то есть об объекте, в общем-то, имеющем нулевую размерность, а с другой – обнаруживаем в нем квантование проводимости, характерное для одномерных систем.

В самом общем виде проводимость через узкое место, в котором происходит поперечное квантование, была исследована в работе Глазмана и др.[32]. Решение этой задачи показало, что в этом случае движение электронов одномерное, и, самое важное для нас, дало критерий минимальной длины одномерного канала. Оказывается, что форма ступеней проводимости зависит от кривизны R в центре сужения диаметра D и условие их резкости записывается как

$$\pi^2(2R/D)^{1/2} > 1.$$

Численный коэффициент π^2 обеспечивает резкость ступеней даже при $R=D$. Этот критерий полностью разрешает наше противоречие. Так как точечный контакт не может иметь размер меньше атома, а длина волны электрона в металле порядка атомного размера, то критерий одномерности выполняется всегда.

Таким образом, упоминавшаяся ранее универсальность прыжков проводимости в экспериментах проводимых по релейной схеме, по методике break junction или в туннельном микроскопе может быть объяснена в модели волнового характера движения электронов в волноводе образованным в области точечного контакта. Если металлическая система

ограничена размером d , то в ней возникают особенности в энергетическом спектре, разнесенные на величину порядка $\Delta E \sim \hbar^2/md^2$, где m – масса электрона. Поэтому при диаметре контакта ~ 1 нм мы вправе ожидать проявления поперечного квантования даже при комнатной температуре, так как в этом случае $\Delta E \gg kT$.

Волновод формируется при смещении атома в контакт, который обеспечивает перекрытие волновых функций электронов в игле и образце. В получившейся таким образом системе «образец-атом-игла» самое «узкое» место служит волноводом, в котором движение электронов квантовано
рис.25.

Наличие рассеивающих центров в самом сужении катастрофически влияет на квантование, что показано в работах [33-34]. Именно наличием такого влияния можно объяснить отсутствие явных признаков квантования проводимости при статистической обработке кривых $I(t)$, соответствующих процессу формирования контакта.

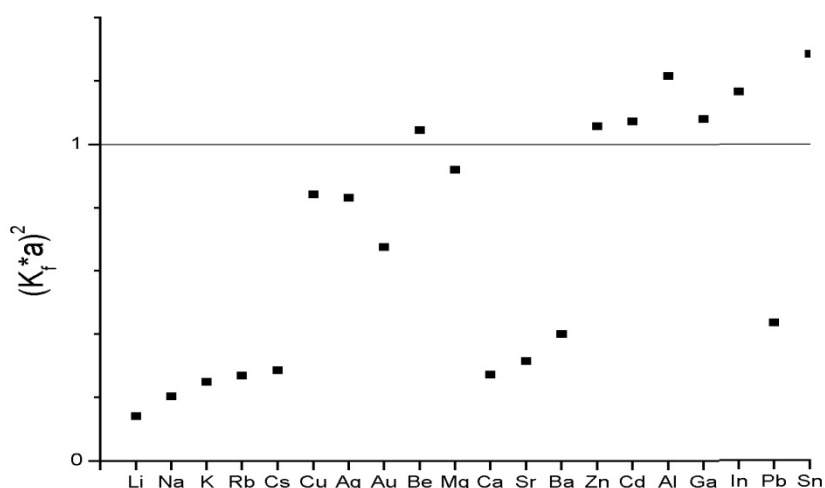
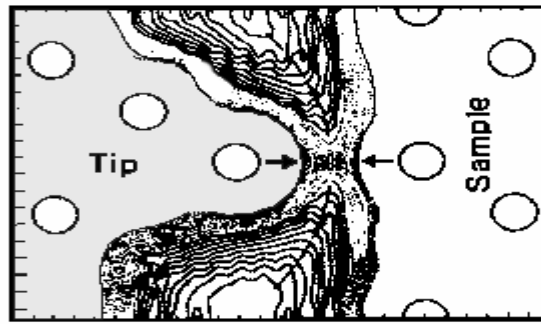
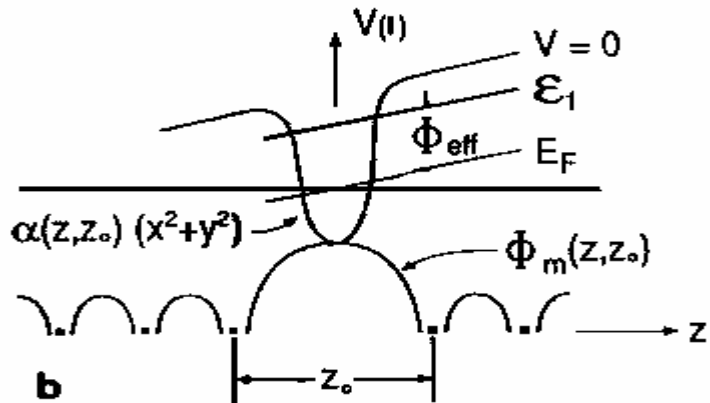


Рисунок 24. Значение коэффициента $(k_f a/2)^2$. из формулы Шарвина.



a



b

Рисунок 25

Теоретическая модель точечного контакта из работы S. Ciraci (1992).

Таким образом, проводимость точечного контакта можно описать на языке одного или нескольких волноводов, включенных параллельно. Если в системе присутствует один волновод, то прыжки проводимости – это включение в процесс проводимости новых волноводных мод или каналов проводимости. Возможна другая ситуация, когда число каналов в волноводе постоянно, а прыжки проводимости связаны с параллельным подключением новых волноводов.

I–V характеристики.

Чтобы однозначно доказать волноводный, а значит квантовый, характер проводимости контакта, мы провели эксперименты по измерению вольт-амперных характеристик точечных контактов. Опасаясь разрушающего воздействия выделяемой в области контакта энергии, мы подавали на образец напряжение в виде коротких ($t \approx 100\mu\text{s}$) прямоугольных импульсов со скважностью $1:10^3$. Для контроля неизменности размера контакта в промежутках между импульсами измерялся ток i через контакт при малом напряжении ($V = 65 \text{ mV}$). По постоянству этого тока судили о стабильности контакта во время измерений

Теоретически I - V характеристики таких систем были рассмотрены в работе Глазмана и Хаецкого [35]. Было показано, что если проводимость одного канала при малом напряжении выражается формулой

$$G = (2e^2/h) n,$$

где n – число подзон, дно которых E_d лежит ниже уровня Ферми E_f , то дифференциальная проводимость при напряжении V

$$g_n(V) = (2e^2/h)k + (e^2/h)l \quad (2)$$

где k – число подзон, для которых $E_d < (E_f - eV/2)$,

l – число подзон, для которых $E_f - eV/2 < E_d < E_f + eV/2$.

Таким образом, в модели одного волновода мы вправе ожидать, что вольт-амперная характеристика будет непрерывной функцией с производной, соответствующей формуле (2).

Если во время измерения вольт-амперных характеристик будет происходить подключение параллельных волноводов, то мы увидим скачок

не только в производной, но и в токе, т.к. волноводы подключаются при произвольном ненулевом напряжении и токи просто суммируются. Результаты проведённых измерений опубликованные в работе [36], однозначно показывают, что $I-V$ характеристика аппроксимируется кусочно-линейной непрерывной функцией, что является свидетельством

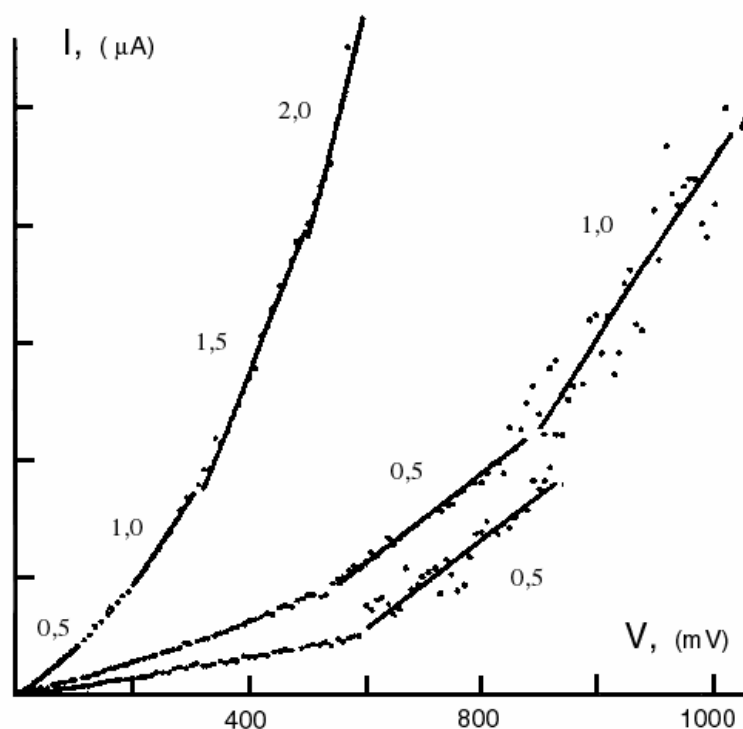


Рисунок 26

Типичные зависимости $I(V)$ для стабильных контактов между вольфрамовой иглой и поверхностью золота.

квантового характера проводимости точечного контакта. На **рис 26**.

Приведены типичные зависимости $I(V)$ для стабильных контактов между вольфрамовой иглой и поверхностью золота. В тех же случаях, когда ток i изменялся во время эксперимента, функция $I(V)$ претерпевала разрывы в точках изменения тока i .

В этих же экспериментах было обнаружено, что очень часто проводимость при малых напряжениях равна не $2e^2/h$, а вдвое меньшей величине. При этом вольт-амперная характеристика линейна и проходит через ноль напряжения.

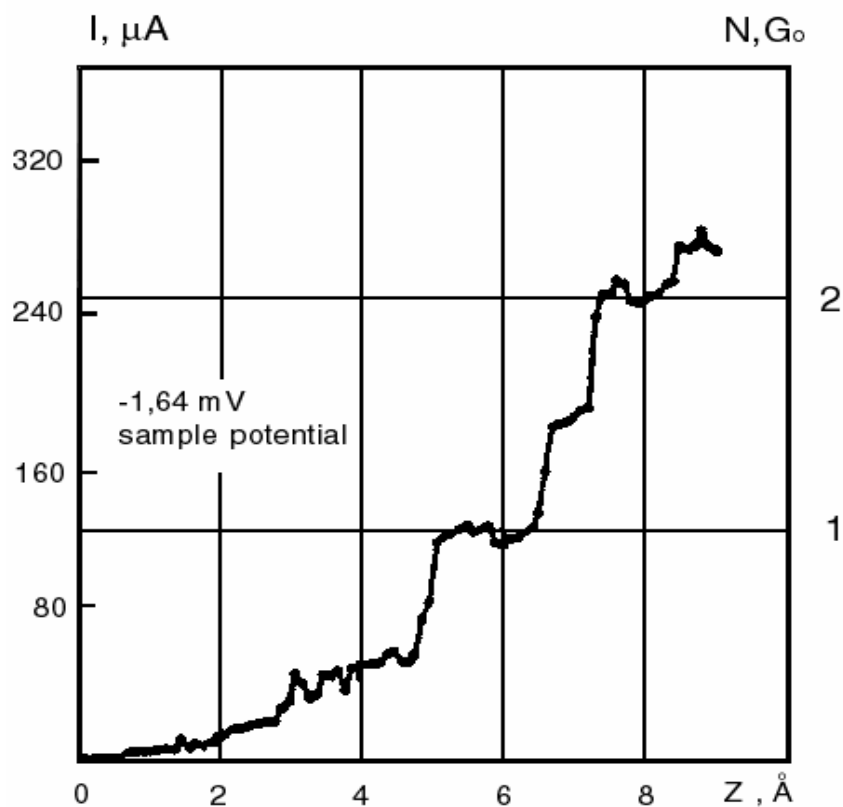


Рисунок 27

Зависимость тока I от перемещения z при уменьшении туннельного зазора. Наблюдаются ступеньки высотой в e^2/h .

Более внимательное изучение $I(z)$ характеристик показало, что действительно, часть ступенек, соответствующих прыжкам проводимости, оказываются высотой в e^2/h (рис.27).

На основании этих наблюдений мы сделали предположение о проявлении еще одного размерного эффекта – снятии вырождения по спинам в вольфрамовой игле.

Эмиссия.

В очередной раз поиск ответа на конкретный вопрос порождает новые вопросы. Вопрос о снятии спинового вырождения в вольфраме очень важный и не лишен оснований. Важность его определяется тем, что в этом случае игла становится источником поляризованных электронов. А в этом огромная практическая ценность.

Основание для предположения о магнетизме W в том, что атом W имеет 4 неспаренных электрона, являясь при этом парамагнетиком. В то же время мы знаем, что 3d-металлы (Ni, Fe, Co) являются ферромагнетиками, имея соответственно 2, 3 и 4 неспаренных электрона. Если предположить, что отсутствие ферромагнетизма у вольфрама - это результат его электронного спектра, то в квазиодномерном W в виде тонкой иглы этот спектр совсем иной и, возможно, что электронам проводимости не удастся экранировать магнитные моменты атомов.

Для исследования этого вопроса мы изучали автоэмиссию электронов из ультратонких вольфрамовых игл в условиях UHV.

Был изготовлен STM, который монтировался на пружинном подвесе в установке УСУ-6. Образец, он же анод, представлял из себя золотую пленку на поверхности кремния. Игла-эмиттер устанавливалась на специальном пьезопреобразователе, позволявшем перемещать иглу на расстояние порядка 10 мкм. Мы добавили в алгоритм подвода проверку расстояния с помощью относительно медленного придвижения иглы к образцу после каждого шага инерционного двигателя. Эта

предосторожность была предпринята, чтобы избежать случайного разрушения иглы при работе двигателя.

Иглу мы размещали на расстоянии порядка 10 мкм от анода. Ток измеряли с помощью конвертера ток-напряжение, присоединенного непосредственно к игле. Все измерения делались при комнатной температуре в вакууме не хуже 10^{-8} Торр.

Процесс автоэмиссии электронов – это туннелирование из металла в вакуум через барьер работы выхода, деформированный внешним полем. Он описывается уравнением Фаулера-Нордгейма [37]

$$j = B E^2 / \phi_0 \exp[-A \phi_0^{3/2} / E], \quad (3)$$

где j – плотность тока эмиссии,

ϕ_0 - работа выхода эмиттера,

E – напряженность поля на поверхности эмиттера,

A, B – константы.

При использовании острых эмиттеров напряженность E электронного поля описывается выражением

$$E = V/r (k/f(\ln(L/r))).$$

Здесь V – напряжение, приложенное между катодом и анодом,

r – радиус катода,

L – расстояние от катода до анода,

k – коэффициент, зависящий от формы иглы.

Функция $f(\ln(L/r))$ введена, чтобы продемонстрировать слабую зависимость напряженности поля на острие от расстояния до анода и, соответственно, слабую зависимость от его формы.

Обычно, автоэмиссию наблюдают при $E > 10^6$ В/см. Из закона эмиссии (3) можно оценить радиус катода. Для этого результаты измерения вольт-амперной характеристики представляют в координатах

$$y = \ln(I/V^2);$$

$$x = 1/V,$$

называемых координатами Фаулера-Нордгейма.

Чем удобно это представление понятно, если переписать формулу (3) в виде

$$\ln(I/E^2) = b - a/E$$

или с учетом того, что $E \sim V/r$:

$$\ln(I/V^2) = b' - a'/V.$$

В координатах Фаулера-Нордгейма – это прямая линия с углом наклона

$$a' = A \varphi_0^{3/2} r.$$

Мы видим, что наклон прямой определяется радиусом эмиттера и работой выхода. Заметим, что на поверхность острия, даже если оно монокристаллическое, выходят разные грани кристалла, имеющие различные работы выхода φ_i . Поэтому использовать значение угла наклона прямой Фаулера-Нордгейма для определения радиуса иглы проблематично. Возможно только качественно определить r эмиттера или, зная r по изображению в электронном микроскопе, измерить некоторое взвешенное значение работы выхода φ_{cp}

Полученные нами вольт-амперные характеристики на иглах, диаметром более 10 нм, хорошо согласуются с законами эмиссии. При этом нам приходилось прикладывать напряжения на аноде в несколько сотен вольт, чтобы получить наноамперы эмиссионного тока.

Однако, в некоторых случаях, когда иглы были более острые $r \sim 1-3$ нм, что следует из наклона графика в координатах Фаулера-Нордгейма, мы получали токи эмиссии при напряжении в десятки вольт. Вольт-амперные характеристики при этом существенно отличались от обычных, подчиняющихся закону Фаулера-Нордгейма. Одна из таких зависимостей показана на **рис.28**.

Одновременно с измерением $I-V$ характеристики мы измеряем производную зависимости тока эмиссии от анодного напряжения dI/dV , модулируя анодное напряжение с амплитудой в несколько вольт. На графике производной отчетливо видны пики, которые сгруппированы в пары **рис.29**.

Стоит сказать несколько слов об удивительных свойствах автоэмиссии из суперострых одноатомных катодов. В 1990 году появилась экспериментальная работа [38], в которой изучалась эмиссия из W катодов, сформированных методами ионной микроскопии до одного атома на вершине кристаллической пирамиды [40] ориентации вдоль оси [111]. На таком эмиттере были получены стабильные токи до 10 μ A при напряжениях на аноде в несколько сотен вольт. При этом авторы утверждают, что в их эксперименте поток электронов имел угол вылета в несколько градусов и разброс электронов по энергиям $\Delta E \sim 0,2$ eV [39].

Если значение ΔE хорошо согласуется с предсказаниями Фаулера-Нордгейма для комнатной температуры, то малое изменение угла вылета просто удивительно.

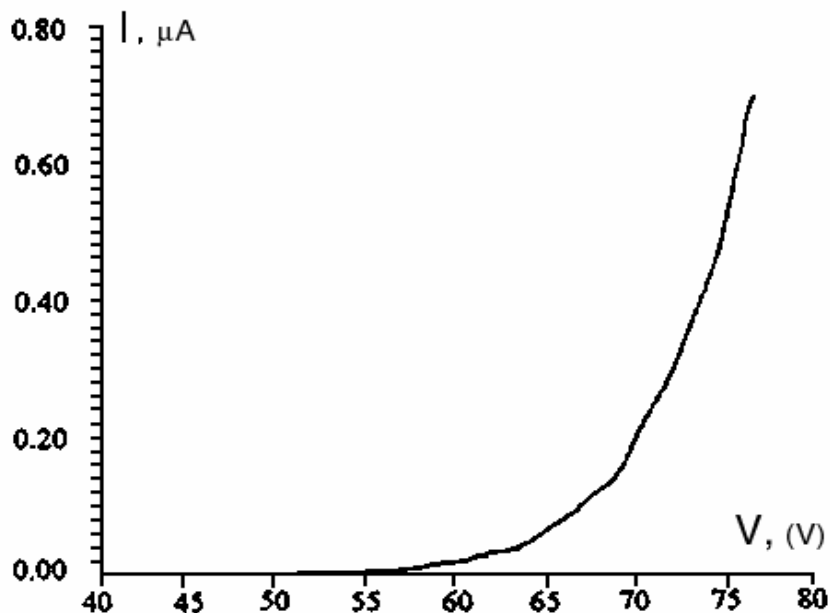


Рисунок 283

Вольтамперная характеристика процесса эмиссии электронов из сверхтонких вольфрамовых игл.

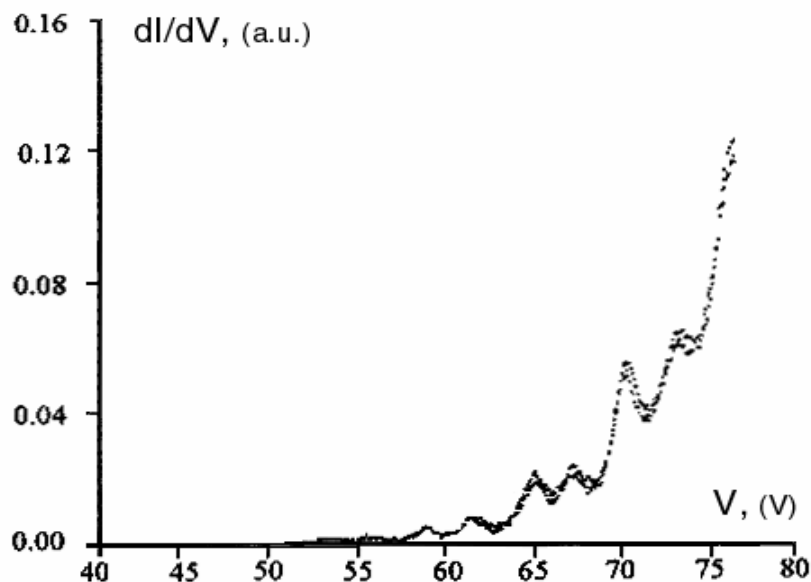


Рисунок 29

Зависимость dI/dV полученная одновременно с вольтамперной характеристикой на **рис.29**.

В 1990 году появилась теоретическая работа (Cigaci [41]), в которой дано объяснение этому явлению с точки зрения одномерного протекания электронов в свободное состояние в вакууме при полном подавлении барьера работы выхода. Было показано, что при напряженности полей на игле порядка 1 V/ \AA в барьере работы выхода возникает узкое место, типа горловины, в которой высота барьера ниже уровня Ферми электронов в металлической (рис. 30). Это горловина является одномерным волноводом для эмитирующих электронов, и в этих условиях происходит коллимация тока, т.е. подавление поперечного импульса электронов. В такой конструкции эмиттера зависимость тока от напряжения уже не может подчиняться закону Фаулера-Нордгейма, а должна следовать закону

$$I \sim G \sqrt{V} + I_{\text{ф.н.}},$$

т.к. высота барьера понижается пропорционально \sqrt{V} (закон Шотки). В этой же работе был оценен угол вылета электронов, он составил $5-6^\circ$, что хорошо согласуется с экспериментом.

В последующих работах было показано, что энергетическое распределение электронов при таком механизме эмиссии сужается до $0,1 \text{ eV}$. Этот вывод прекрасно подтвержден в экспериментальной работе [39], где, кроме того, продемонстрирован разброс в энергии 64 meV при охлаждении вольфрамового катода до азотной температуры.

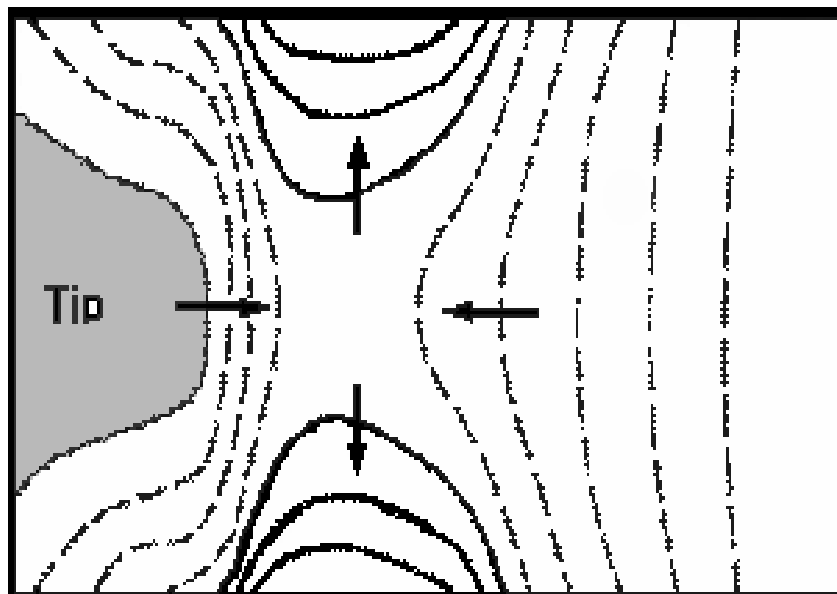


Рисунок 30

Теоретическая модель одномерного канала у поверхности эмиттера.

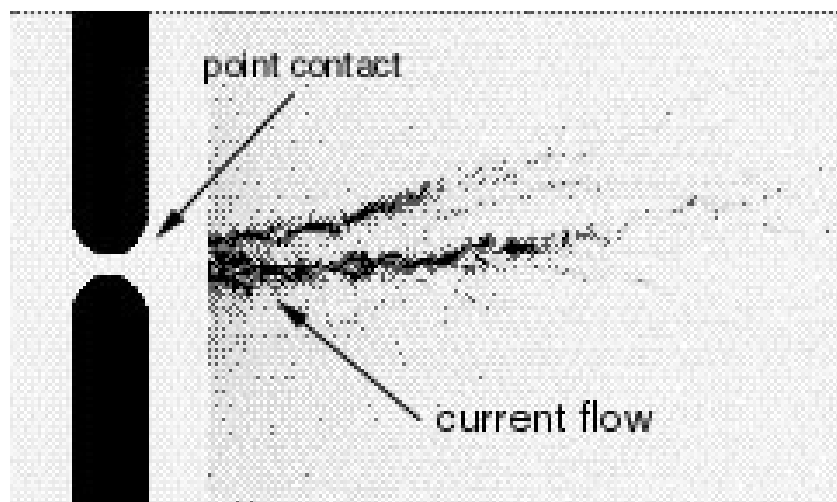


Рисунок 31

Плотности электронных состояний в 2DEG в условиях протекания тока через точечный контакт, образованный затворами.[42].

Совсем недавно появилась работа [42] по картрированию плотности электронных состояний в 2DEG в условиях протекания тока через точечный контакт, образованный затворами. Полученные результаты подтверждают выводы теоретической работы Ciraci [41] о коллимации электронного потока при прохождении через одномерный волновод (рис. 31).

С учетом всего сказанного можно дать следующую интерпретацию наших измерений свойств эмиссии из супертонких W игл. По-видимому, мы имеем дело с эмиссией сквозь барьер работы выхода, т.е. до условий, описанных в теории Ciraci. Об этом говорит общий экспоненциальный ход зависимости тока от напряжения. Однако, спектр электронов одномерный, если интерпретировать волнообразный ход I от V , как сумму экспоненциальной функции и квадратного корня с подключением второй и третьей подзон в точках перегиба.

Все это, однако, требует дальнейших исследований. Необходимо измерить ширину спектра электронов тока эмиссии, угол вылета и все это сравнить с теорией, написанной для одномерной эмиссии. Если бы удалось создать устойчиво работающий эмиттер с такими характеристиками $I \sim 10$ мкА, $\alpha \sim 3^\circ$, $\Delta E \sim 0,06$ eV, то он бы так же качественно отличался от ныне используемых, как лазер от фонарика.

Остается еще один неожиданный факт – наличие двойных пиков на графике дифференциальной проводимости. Если возникновение пика связано с открытием очередной подзоны одномерного волновода, то двойной пик - может свидетельствовать о расщеплении каждой подзоны.

Таким образом, требуется экспериментальная проверка факта спиновой поляризации тока эмиссии.

Такую проверку реально можно провести с помощью STM. Группа Wiesendanger R. из Гамбурга [43] продемонстрировала зависимость туннельного тока поляризованных электронов от магнитной ориентации доменов Fe с латеральным разрешением в несколько ангстрем. Таким образом, STM стал самым мощным инструментом в руках исследователей при изучении магнитного состояния поверхности на атомарном уровне. Для широкого круга исследований в этом направлении вольфрамовая игла, источник поляризованных электронов, стала бы просто незаменимым зондом.

AFM.

Вскоре после изобретения сканирующего туннельного микроскопа этой же группой ученых был предложен принципиально новый сканирующий прибор атомно-силовой микроскоп (AFM).

Достоинство нового прибора в том, что для получения информации, скажем о топографии поверхности, в нем используется не зависимость туннельного тока от расстояния до поверхности, а зависимость сил Ван дер Ваальса. Таким образом, теперь круг исследуемых образцов не ограничивается только проводниками, появилась возможность исследовать полупроводники, изоляторы, а так же поверхность образцов, находящихся в жидком состоянии. В исследования был вовлечен целый класс объектов – биологические наноструктуры.

Для нас необходимость создания AFM во многом определялась желанием разрешить возникшие из исследования транспортных свойств точечных контактов задачи. При исследовании сверхтонких W игл в туннельном микроскопе мы столкнулись с проблемой предохранения игл от разрушения при контакте с поверхностью.

Дело в том, что алгоритм работы STM заставляет иглу продвигаться к поверхности и, во что бы то ни стало, добиться заданного тока. В том случае, если на поверхности образца вдруг оказалась область, покрытая окислом или другим непроводящим слоем игла вдавливаются в эти загрязнения с силами, достаточными для ее разрушения. Даже при сканировании поверхности такого благородного материала как золото,

возникает тангенциальная сила, действующая на иглу, до 10^{-7} Н (рис.36,37).

Поэтому необходимо иметь независимый от туннельного тока метод контроля сил, действующих на иглу. Таковую возможность предоставляет методика атомно-силовой микроскопии.

Между STM и AFM, как уже отмечалось, есть принципиальная разница в физических явлениях, лежащих в основе работы этих методов. Однако, их аппаратурная реализация содержит много общего. Это касается организации схем обратной связи, конструкции сканеров. Все требования, предъявляемые к STM: термоустойчивость, виброизоляция и т.д., предъявляются и к AFM. Различия только в конструкции зондов и в схемах регистрации. Если в STM зонд – это просто проводящая игла, то в AFM – это упругий лепесток “кантилевер”, несущий иглу, которая необязательно проводящая. В STM регистрируется туннельный ток с помощью конвертера ток-напряжение, в AFM, обычно используются оптические методы измерения изгиба кантилевера. Существуют и другие способы измерения изгиба – тензорезистивный, емкостной, однако, наиболее распространены два оптических – “beam deflection”[44,45] и интерференционный [46,47].

В первом методе луч полупроводникового лазера фокусируется на зеркальную поверхность кантилевера, отражается и попадает на четырехквadrантный фотодетектор. Четыре фотоприемника коммутированы таким образом, чтобы регистрировать перемещение

отраженного луча в двух ортогональных направлениях (рис.33). Сигнал

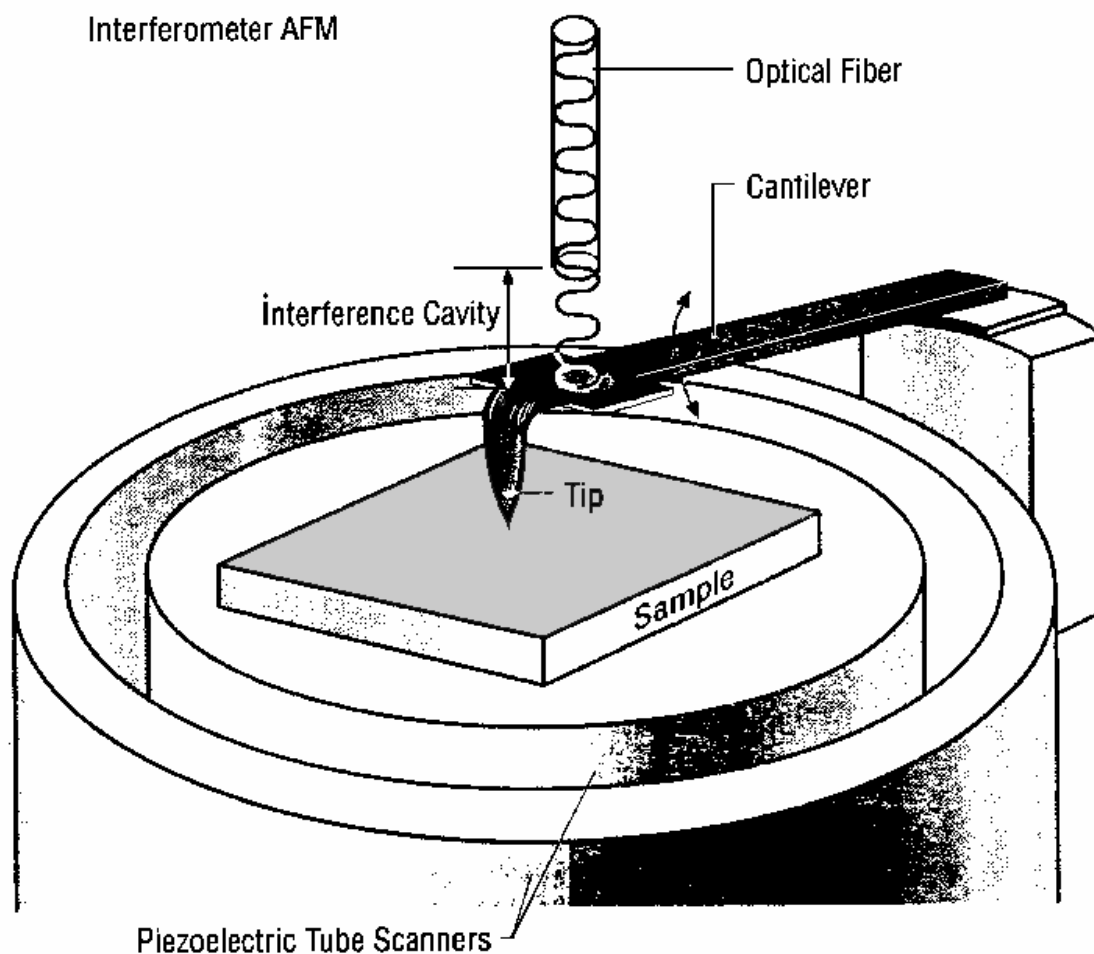


Рисунок 32

Принципиальная схема измерения изгиба кантилевера с помощью интерферометра

перемещения луча, соответственно изгибу кантилевера, поступает на вход регулирующей схемы как в STM. Чувствительность такой схемы, обычно, $0,1\text{Å}$. В интерференционном методе используется величина интерференционного сигнала при отражении лазерного луча от торца оптоволокну и от поверхности кантилевера (рис.32). Для этого конец оптоволокну придвигают к зеркальной поверхности кантилевера на расстояние порядка 10-20 мкм. Чувствительность этого метода может быть доведена до 10^{-4}Å .

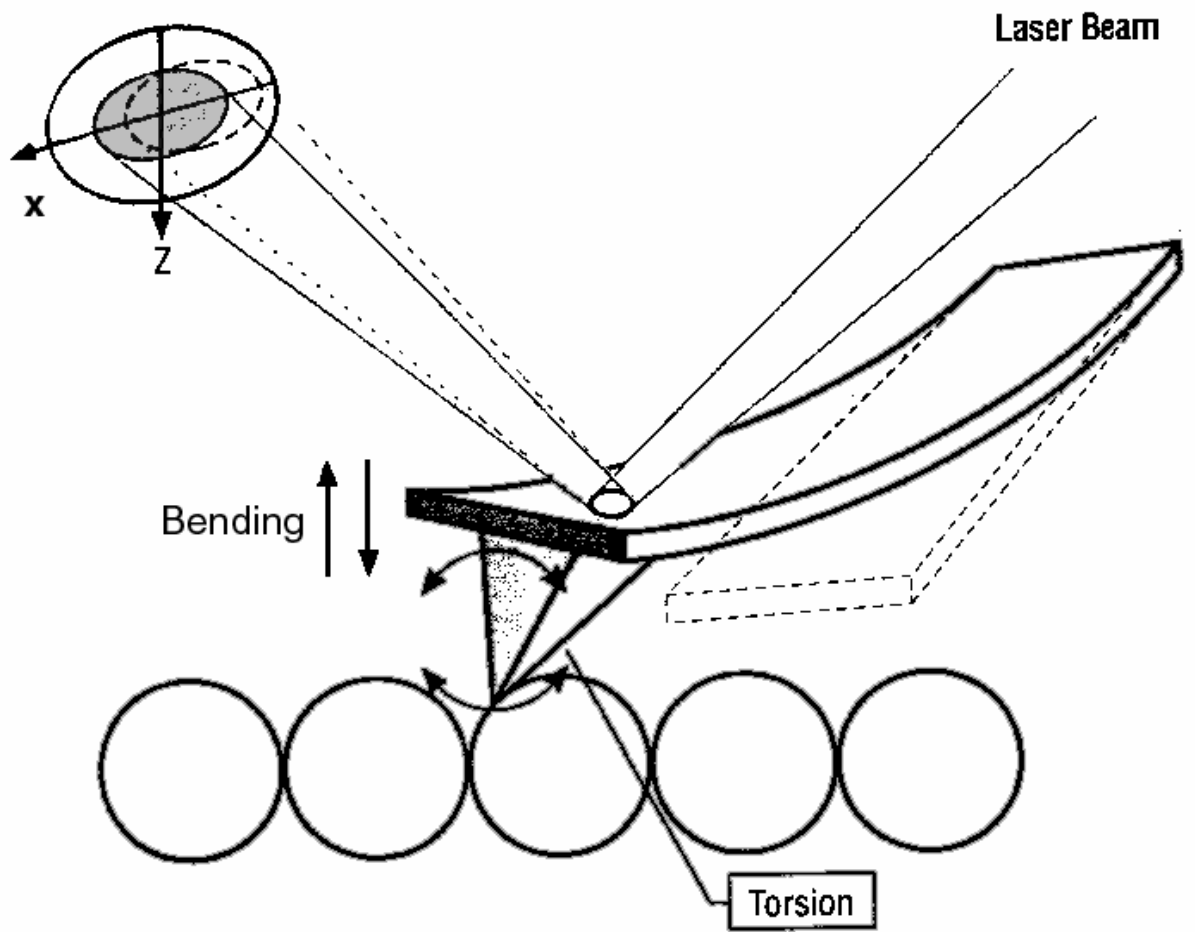


Рисунок 33

Принципиальная схема измерения изгиба кантилевера методом beam deflection.

Метод изготовления вольфрамового кантилевера.

По-прежнему, основным элементом, определяющим пространственное разрешение AFM, является игла. Так как мы уже имеем технологию изготовления острых игл для STM, то мы поставили себе задачу разработки технологии изготовления W кантилеверов с супертонкими иглами. Более того, такой кантилевер позволил бы совместить две уникальные методики STM и AFM в одном приборе, что в свою очередь открывает практически неограниченные возможности для использования всех известных методов зондовых исследований.

Нам удалось создать метод электрохимического изготовления прямоугольного кантилевера из вольфрамовой проволоки (рис.34,35). Зонд для атомно-силового микроскопа представляет собой иглу с радиусом конца ~ 1 нм и углом при вершине 10-15 градусов, отогнутую под углом $\pi/2$ к плоскости лепестка, плоской пружины-сенсора для атомо-силового микроскопа. Лепесток, в свою очередь, довольно резко переходит в цилиндр вольфрамовой проволоки (рис.34). Вся конструкция изготавливается методом электро-химического травления W проволоки диаметром 0.2 мм. Игла очищается от окислов и загрязнений с помощью электрохимической полировки, так называемого процесса backpolishing. Механические свойства лепестка, такие как жесткость и резонансная частота, задаются геометрией и размерами. Из проволоки диаметром 0,2 мм удается вытравить довольно плоский, зеркально гладкий лепесток

толщиной вплоть до 5 мкм, шириной 50-100 мкм и длиной до 5 мм. В диапазоне этих размеров жесткость такой пружины можно варьировать от 0,1 до 100 Н/м, т.е. во всем диапазоне работы SPM методов. Резонансные частоты при этом лежат в области от 5 до 50 кГц.

Собственно зонд-игла вытравливается из предварительно согнутого лепестка, так как это описано в работе [50]. Возможность электрохимически вытравить плоскую пружинку из W проволоки основана на следующих особенностях этого процесса. Сам факт перетрава W проволоки, вертикально опущенной в раствор NaOH,

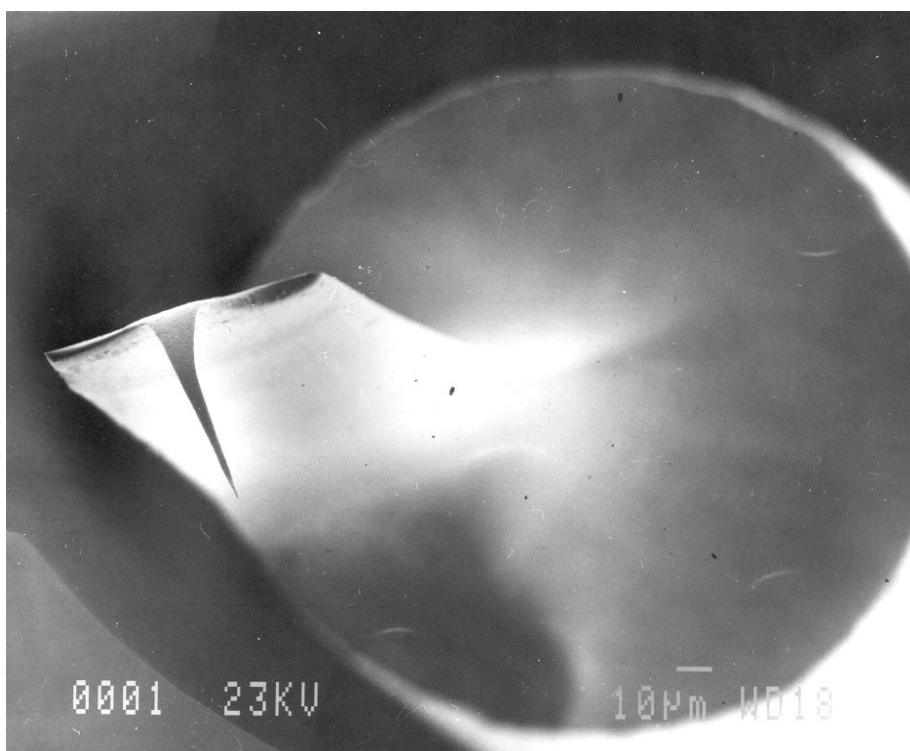


Рисунок 34

РЭМ фотография вольфрамовой проволоки с кантилевером изготовленным электрохимическим травлением.

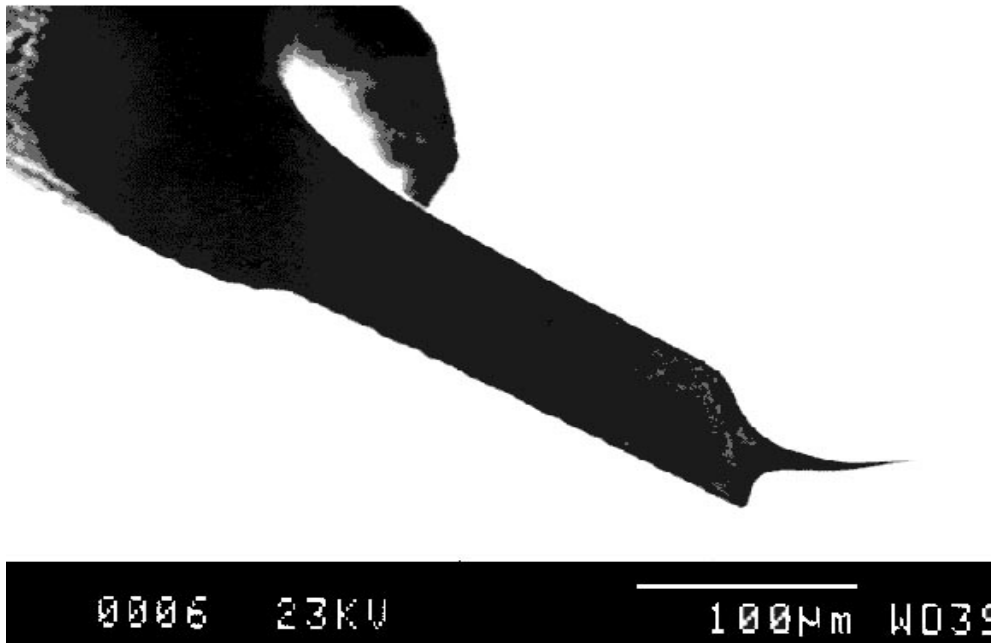


Рисунок 35

Другая проекция проволоки с вольфрамовым кантилевером.

говорит о существенной неоднородности скорости травления по длине погруженной части. Скорость травления почти нулевая на самой поверхности электролита, что связано с ограничением по скорости диффузии в область реакции. До глубины погружения порядка 0,5 мм скорость травления возрастает, а затем опять падает. Уменьшение скорости реакции опять-таки связано с диффузионным ограничением, которое возникает не из-за близости поверхности раздела электролит-воздух, а из-за экранировки нижней части продуктами реакции. Эта экранировка возникает потому, что H_2WO_4 имеет плотность, существенно превышающую плотность раствора. Положение точки максимальной скорости реакции, то есть точки перетрава, можно варьировать, меняя напряжение на аноде. Следовательно, цилиндрическая проволока W, помещенная горизонтально в раствор NaOH близко к поверхности раздела с воздухом, будет травиться с боковых сторон быстрее, чем сверху и снизу.

Чтобы получить максимальную анизотропию, мы экспериментально подобрали глубину погружения и напряжение травления. Глубина погружения оказалась “отрицательной”, то есть необходимо, чтобы проволока помещалась в мениск, образовавшийся из-за смачивания W электролитом. Оптимальное напряжение близко к $+4U$. Чтобы травление происходило в заданном месте проволоки, вся остальная часть W , которая соприкасается с электролитом, предварительно покрывается цветным лаком для ногтей. Его затем легко смыть в ацетоне или в горячей щелочи. При таком способе травления удастся надежно получать “плоские” пружинки толщиной 5-10 мкм, шириной 50-100 мкм и длиной от 0.5 до 5 мм, ограниченные с двух сторон цилиндрической частью проволоки.

Способов изготовить из такой пружинки лепесток-сенсор можно придумать несколько. Мы остановились на следующем. Сначала отравливается почти вся цилиндрическая часть на свободном конце заготовки. Оставляется $\sim 0,3$ мм на конце, чтобы обеспечить достаточную для работы автоматики силу тока при изготовлении иглы. Затем лепесток вертикально опускается в электролит таким образом, чтобы над поверхностью осталась часть пружинки заданной длины, и травится, пока ширина пружинки в узком месте не станет вдвое меньше. Заготовка вынимается из раствора и пружина загибается. Место изгиба будет в самом тонком месте, и именно в этом месте получится в дальнейшем игла. Загнув утоненную часть пружинки под углом, близким к $\pi/2$, опускаем эту часть в раствор и вытравливаем иглу под контролем автоматики. Поменяв

электролит на Na_2SO_3 , проводим очистку иглы от окисла backpolishing процессом, как описано ранее.

Другой важной характеристикой сенсора является жесткость k . Используя оптический микроскоп, можно оценить габариты изготовленной плоской пружины. Исходя из ширины и толщины исходной пружинки перед изготовлением иглы вычисляется длина сенсора для обеспечения требуемой жесткости:

$$l = \sqrt{\frac{Ea^3b}{4k}},$$

где $E=4 \cdot 10^{11}$ н/м² - модуль Юнга для W, b - ширина лепестка, a - толщина лепестка, k - требуемая жесткость. На расстоянии l от основания сенсора изготавливается игла. Действительное значение жесткости кантилевера может быть получено из измерения резонансной частоты. Для этого кантилевер помещали в цилиндрический держатель на конце пьезокерамической трубки и подавали на неё синусоидальное напряжение от генератора, чтобы колебания были ортогональны плоскости кантилевера. Меняя частоту генератора и наблюдая в оптический микроскоп за амплитудой колебания лепестка, определяли его резонансную частоту. Затем вычисляли k , исключая самый неопределенный параметр - толщину:

$$k=2b (\pi lf)^3 \rho^{3/2} E^{-1/2}$$

здесь $\rho=19 \cdot 10^3$ кг/м³ - плотность W. Изготовленные таким образом сенсоры имеют добротность на воздухе порядка 10^2 .

Для демонстрации работоспособности W кантилеверов исследовалась поверхность термически напыленного на кремниевую подложку золота в режиме туннельного микроскопа, то есть между иглой и поверхностью поддерживался постоянным туннельный ток $I \sim 1$ nA, при напряжении на образце $V \sim 0.03$ V. Одновременно с помощью оптоволоконного интерферометра измеряли изгибы лепестка. Результаты измерений показаны на **рис 36,-37** Второй из приведенных рисунков показывает карту тангенциальных сил действующих на иглу туннельного микроскопа при сканировании развитого рельефа.

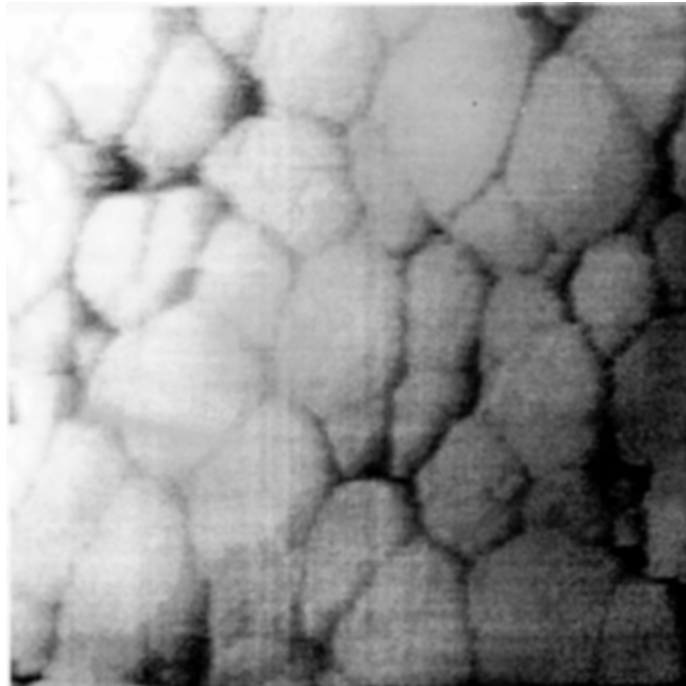


Рисунок 36

Изображение поверхности золотой пленки полученное в режиме постоянного туннельного тока.

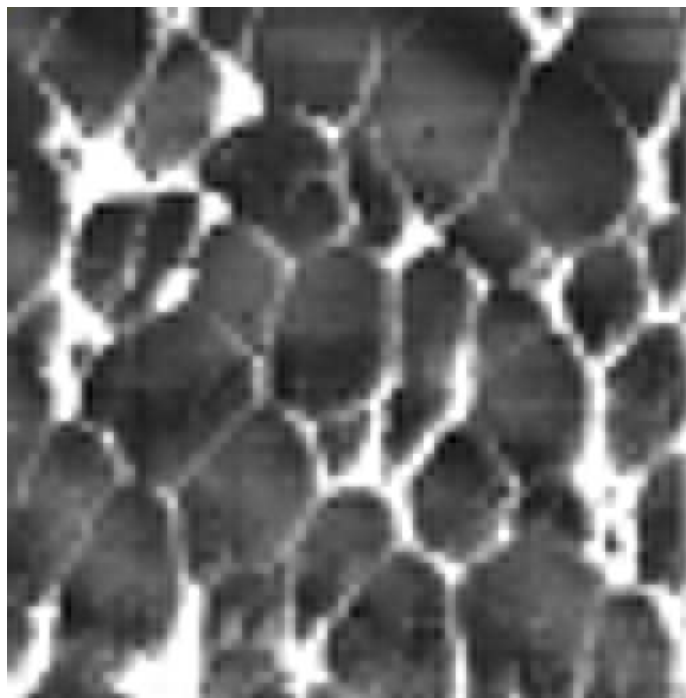


Рисунок 37

Карта сил действующих на иглу в процессе получения изображения **рис 36**.

В дальнейших исследованиях мы широко использовали подобные W кантилеверы и убедились, что они хорошо подходят для использования в приборах, совмещающих в себе STM и AFM

Метод точечных контактов в AFM.

Непрерывное развитие методов и техники STM и AFM микроскопии совершенно логично предопределило возникновение ряда новых способов исследования поверхности, то, что в современной научной литературе объединено под одним названием SPM микроскопия.

Главным в любом методе, конечно же, является чувствительный элемент – зонд, с помощью которого измеряют то или иное свойство поверхности. Современные зондовые микроскопы используют проводящие иглы для измерения проводимости, плотности электронных состояний (STM), механические зонды для измерения рельефа или жесткости поверхности, магнитные зонды (MFM), оптические (NSOM), термопарные и т.д. Объединяет все эти методы то, что в каждую точку поверхности необходимо поместить тот или иной зонд, провести измерение, а затем перейти к следующей точке. При этом важно как можно точнее знать координаты точек, в которых производятся измерения, и обеспечить сохранность зонда, т.е. избежать его разрушения и загрязнения.

В зондовой микроскопии для решения этих задач используют пьезоэлементы различных видов для прецизионного сканирования поверхности и широкий спектр модуляционных методик, позволяющих

достаточно хорошо избежать вязкого трения при движении зонда над поверхностью. Однако при этом приходится жертвовать разрешением, так как зонд движется достаточно высоко над поверхностью и жестких. На самом деле при работе любого SPM микроскопа нет никакой необходимости все время поддерживать зонд в контакте с поверхностью. Более надежным был бы метод, когда зонд подводится к поверхности - при этом контролируются силы взаимодействия, чтобы избежать разрушения зонда, проводятся необходимые измерения и зонд удаляется от поверхности в область, где нет взаимодействия, а затем переводится в следующую точку измерения. По существу, такое сканирование напоминает работу швейной машинки.

В этой главе я хочу продемонстрировать результаты, полученные таким методом сканирования различных поверхностей и показать возможности, которые открывает метод точечных контактов при одновременном измерении нескольких свойств поверхности.

Описание метода.

При работе мы использовали самодельные приборы AFM с различными оптическими схемами контроля изгиба кантилевера. В одном приборе использовался оптоволоконный интерферометр, в другом – схема регистрации смещения отраженного луча света (beam deflection). В качестве зондов использовались иглы на конце прямоугольной кремниевой консоли - кантилевера и самодельного прямоугольного кантилевера, изготовленного электрохимическим травлением из вольфрамовой проволоки диаметром 0,2 мм. Использование самодельного кантилевера связано с тем, что мы всегда можем получить требуемую жесткость, а главное, с тем, что из вольфрама удается получать проводящие иглы с радиусом на конце до 1 нм. Для объяснения принципа работы наших приборов следует рассмотреть поведение зонда-иглы на упругой консоли вблизи исследуемой поверхности. На **рис.38а** показана типичная зависимость силы, действующей на иглу, от расстояния до поверхности.

Рассмотрим простейший случай чистой жесткой поверхности. Пусть жесткость консоли κ меньше, чем максимум функции $\delta F/\delta z$; и $\kappa = F/\Delta x$, где Δx - отклонение конца консоли с иглой от равновесного положения под действием силы F . Если держатель консоли расположить в точке z_1 , то под действием сил притяжения консоль изогнется, игла будет находиться в точке z_2 - пересечение кривой $F(z)$ и прямой из точки z_1 , с наклоном $\tan \alpha = \kappa$, где выполняется условие равенства сил

$$F(z_1) = \kappa \cdot \Delta x(z_1), \quad \text{где} \quad \Delta x(z_1) = (z_2 - z_1).$$

Построим качественную зависимость функции $\Delta x(z)$ от положения держателя (**рис.38б**) при уменьшении z . В точке **A** такой, что $\delta F/\delta z = \kappa$ при соблюдении равенства сил нарушаются условия устойчивого равновесия, так как слева от нее $\delta F/\delta z > \kappa$, поэтому игла вынужденно перейдет в точку **A₁**. На зависимости $\Delta x(z)$ мы получим разрыв функции – скачок. При дальнейшем уменьшении z функция $\Delta x(z)$ - почти прямая с единичным наклоном в силу резкой в этой области зависимости $F(z)$, асимптотически приближающейся к оси ординат. В точке **C** происходит смена знака $\Delta x(z)$, эту точку можно назвать точкой касания поверхности. При обратном ходе по z , то есть при увеличении z , проявляется неустойчивость в точке **B** такой, что $\delta F/\delta z = \kappa$, и мы вновь получим скачок функции $\Delta x(z)$. Такой гистерезис в зависимости

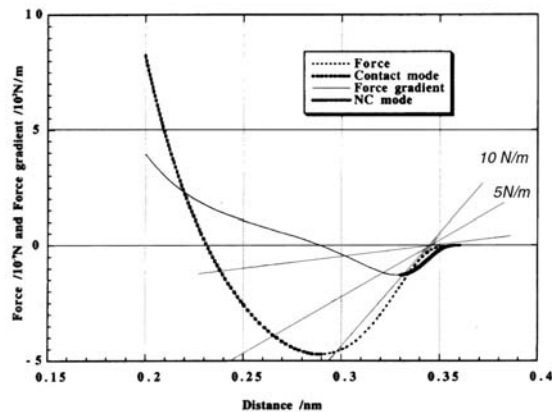


Рисунок 38а.

Теоретическая зависимость сил от расстояния для двух атомов кремния. Демонстрирует порядки величин сил и расстояний.

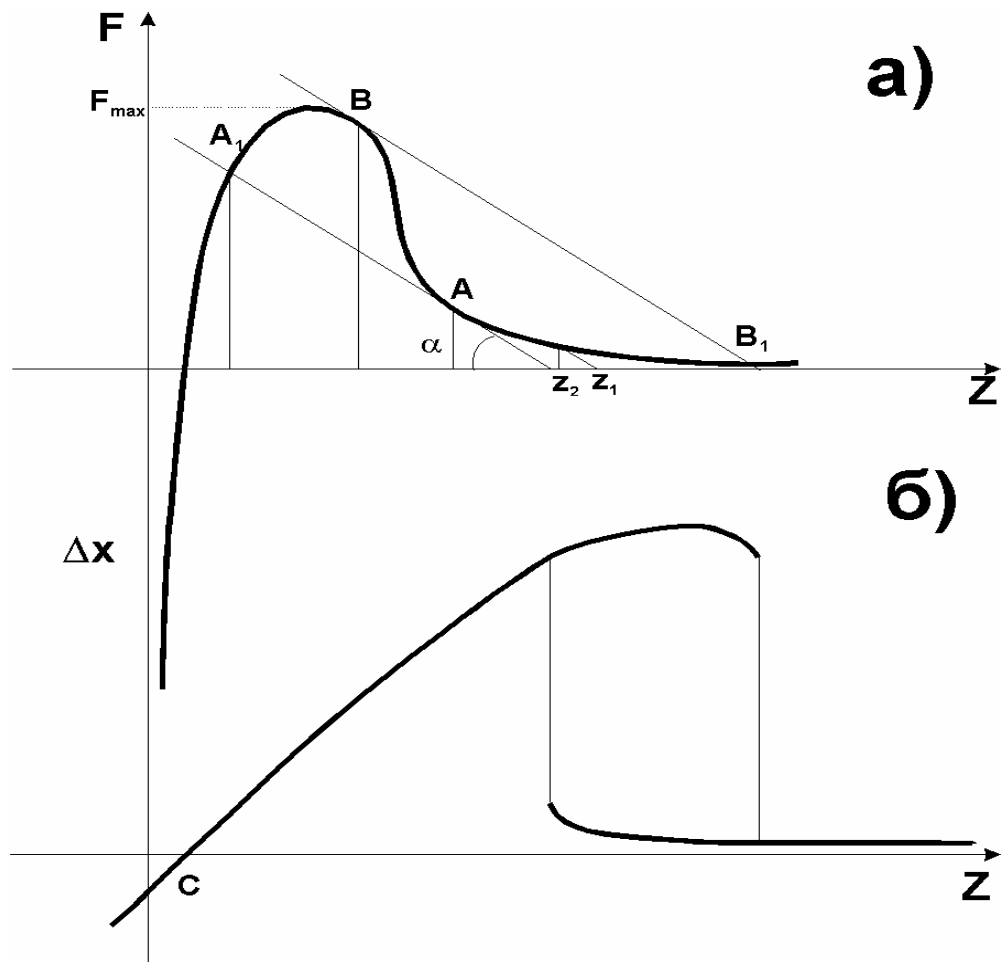


Рисунок 38

Зависимость силы, действующей на иглу, от расстояния до поверхности **а)**,
и зависимость сигнала оптической следящей системы **б)**

отклонения кантилевера от расстояния до поверхности проявляется всегда, когда жесткость кантилевера κ меньше максимума производной $(\delta F/\delta z)_{\max}$. Сама функция $F(z)$, а с ней и $\delta F/\delta z$, зависит от целого ряда параметров, из которых наиболее существенным для нас является радиус иглы. Тем не менее, можно утверждать, что если κ порядка 1 Н/м, для достаточно острых игл вы всегда получите гистерезис при измерении зависимости отклонения кантилевера от расстояния до поверхности.

Условимся называть максимальную силу притяжения F_{\max} – силой адгезии. Понятно, что в случае, когда поверхность покрыта жидкой подвижной пленкой, поведение $\Delta x(z)$ существенно изменится. На **рис.39** приведена типичная зависимость $\Delta x(t)$ при наличии на поверхности пленки воды. В этом случае F_{\max} есть сумма сил адгезии и капиллярных сил, и в таком случае ее лучше назвать силой прилипания (*gluing force*) F_{gl} . Точка А на **рис.38**, точка скачка к поверхности, характеризуется условием $\delta F/\delta z = \kappa$. Расстояние от А до С условимся называть расстоянием равного градиента S_{tap} . Обозначение *tap* позаимствовано из названия *tapping mode*, название одного из самых распространённых методов работы AFM, так как по сути, именно поверхность постоянного $\delta F/\delta z$ и получают в этом методе.

Как мы уже условились, точка С – точка касания поверхности. Множество этих точек описывают рельеф поверхности S_{tch} с точки зрения касания (*tuch*).

Таким образом, измерив параметры функции $\Delta x(z)$, скажем, в квадратной сетке точек $N \times N$ на исследуемой поверхности, мы можем

построить собственно рельеф S_{tch} , карту высот постоянного градиента S_{tap} , а так же карту сил прилипания F_{gl} . Если при этом в $N \times N$ точках

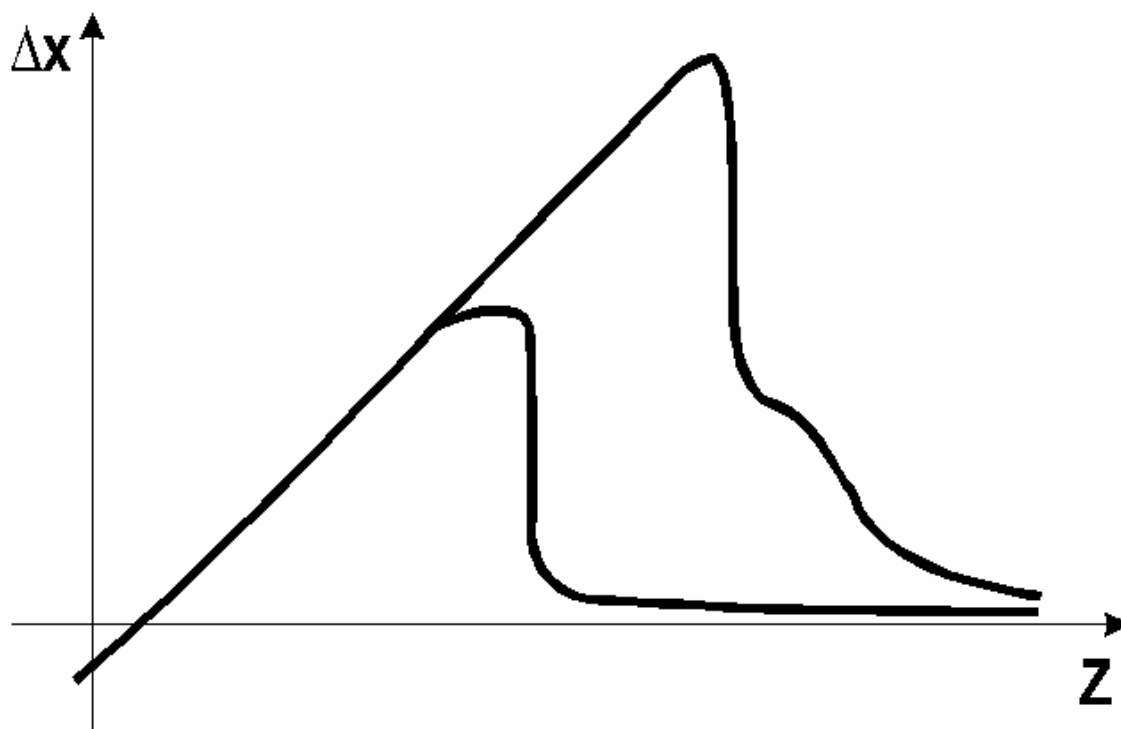


Рисунок 39

Типичная зависимость $\Delta x(z)$ при наличии на поверхности пленки воды.

произвести любое другое X измерение, например проводимость в точках S (рис.38) функции $\Delta x(z)$ или жесткости поверхности, как тангенс наклона функции $\Delta x(z)$ в области сил отталкивания ($z < 0$), то мы получим дополнительную карту S_x поверхности по параметру X .

Достоинство такого подхода к измерениям свойств поверхности в том, что нет необходимости «тащить» иглу по поверхности, рискуя поломать ее о резкий выступ или «испачкать» в мягкой липкой «грязи» на поверхности. Для контроля движения иглы к поверхности не нужно запоминать всю зависимость $\Delta x(z)$, достаточно отметить точку S_{tap} по резкому изменению оптического сигнала, а затем аккуратно произвести

подвод иглы к поверхности. Этот метод существенно облегчает борьбу с дрейфом оптического тракта, так как каждый раз, когда игла находится вне действия сил со стороны поверхности, можно переопределить «ноль» оптической схемы.

Основной параметр, по которому этот метод уступает всем ранее известным, это время получения информации. В зависимости от сложности образца это время меняется от 5 до 20 минут при кадре 128X128. Быстродействие во многом определяется качеством изготовления всего микроскопа, его резонансной частотой, быстродействием электроники и, главное, радиусом иглы. Если игла тупая ($r > 10\text{нм}$), сила прилипания велика, то есть приходится далеко отводить держатель кантилевера от образца, а затем долго ждать пока затухнут колебания после отрыва иглы от поверхности. С другой стороны, все эти требования относятся и к любому другому методу. Но в отличие от всех остальных, метод точечных контактов не позволяет работать с тупыми ($r > 10\text{нм}$) иглами.

Приведённые ниже примеры демонстрируют возможности метода точечных контактов на различных материалах, а также возможности использования АФМ для измерения таких свойств, как проводимость, поляризуемость, наличие загрязнений.

На **рис.40**, и **рис.41** представлена поверхность некоторого катализатора на основе оксида алюминия с разным увеличением. Поверхность отличается сильно развитым рельефом, диапазон от черного до белого на **рис.40** соответствует 0,2 микрона. На **рис.42** приведена карта сил прилипания снятая одновременно с рельефом. Видно, что сила

прилипания сильно меняется по площади кадра, причем это различие не связано с особенностями рельефа, а, скорее всего, связано с наличием загрязнений адсорбированных пористым материалом. И, наконец, на **рис.43** представлено полное изображение поверхности с нанесённой зелёным цветом карты сил прилипания.

На **рис.44** представлено изображение фрагмента матрицы островков золота на поверхности GaAs. Золото вжигалось в полупроводник для получения омического контакта. Соответствующая карта проводимости представлена жёлтым. Проводимость измерялась при напряжении +0.3V на образце.

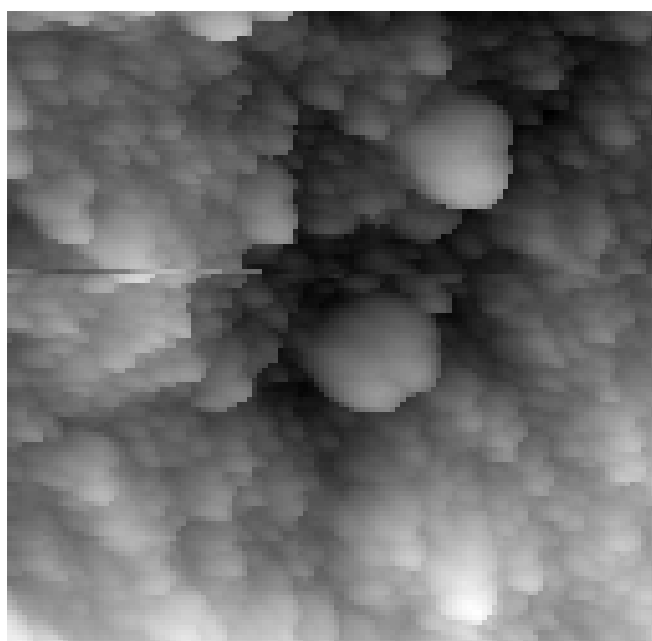


Рисунок 40

Поверхность катализатора 4x4 микрона.

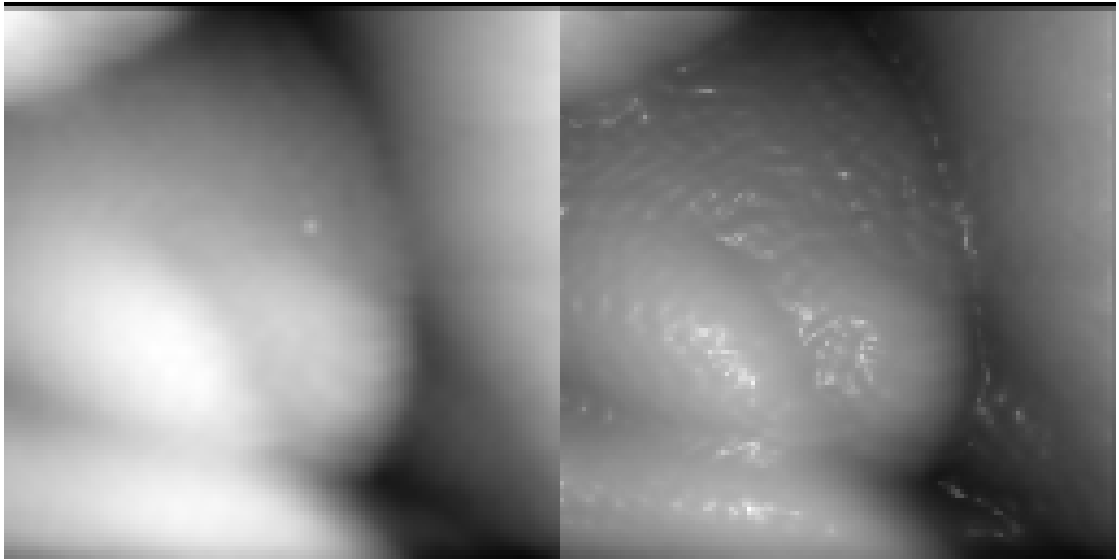


Рисунок 44

Поверхность катализатора 100x100 нанометров. На правом рисунке добавлена функция освещения.



Рисунок 42

Карта сил прилипания к поверхности катализатора полученная одновременно с изображением рельефа **рис.41**.

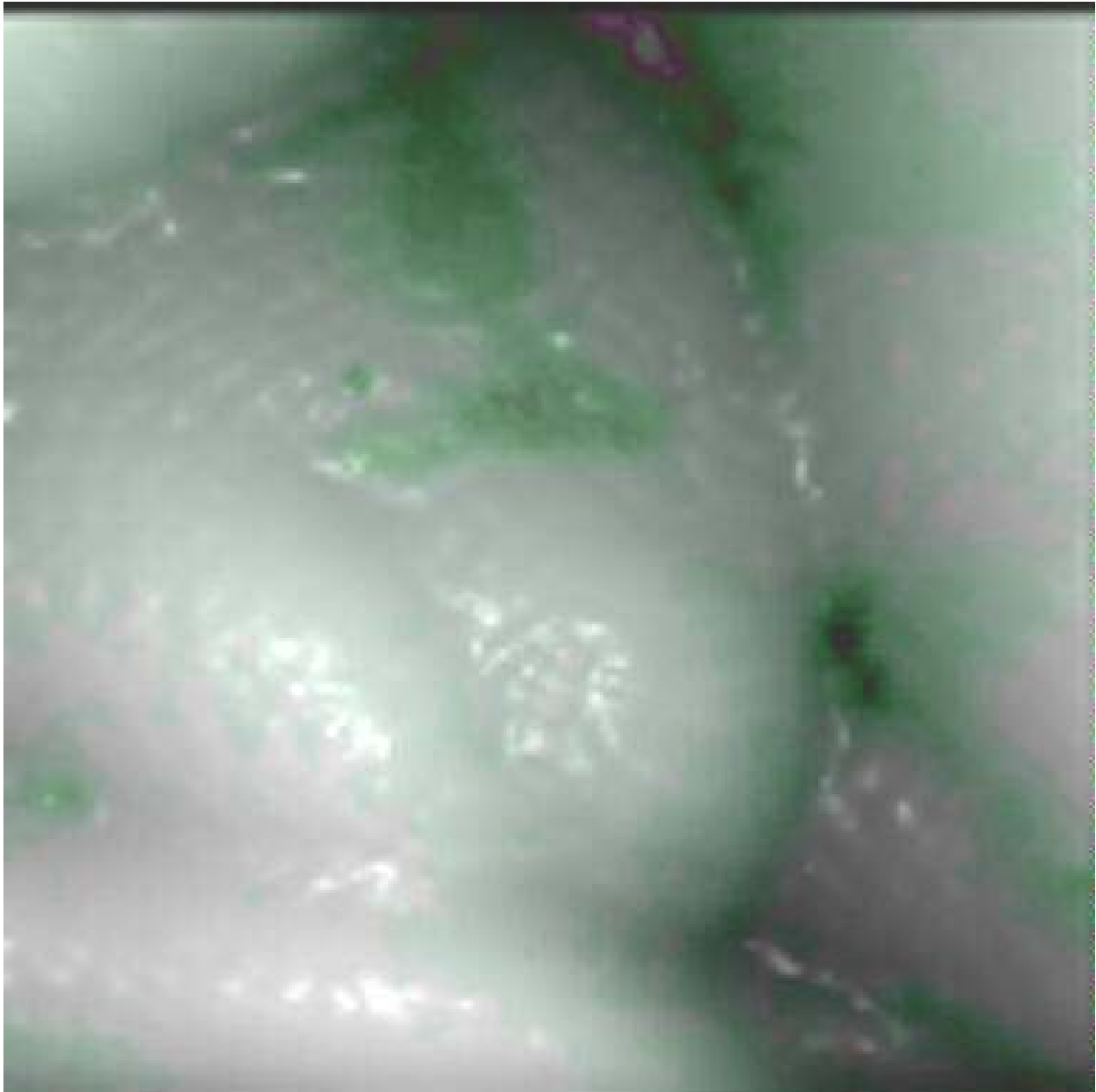


Рисунок 43

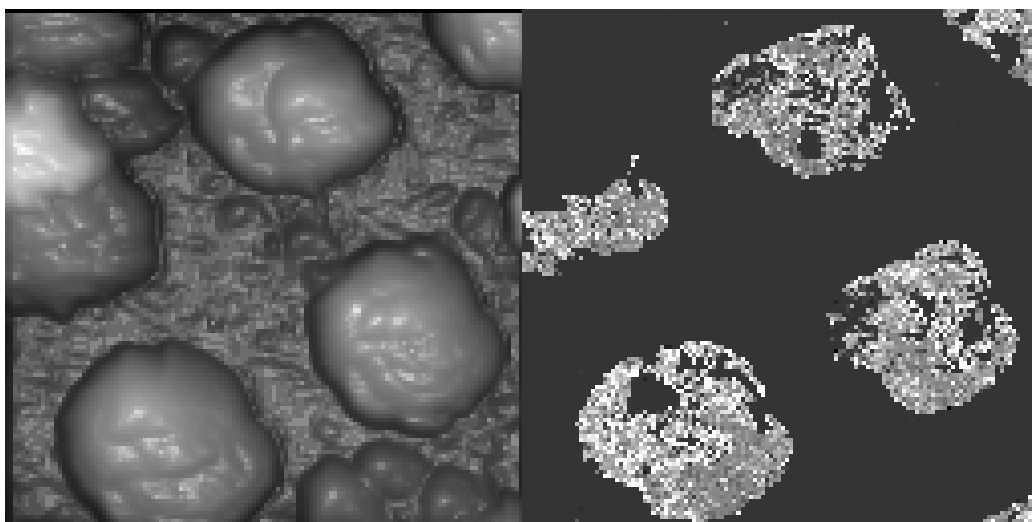


Рисунок 44

Изображение фрагмента матрицы островков золота на поверхности GaAs. Размер кадра 4x4 микрона. Справа показана карта проводимости снятая одновременно с топографией при напряжении 1 V на образце.

Возможности метода при работе с мягкими образцами демонстрируется на поверхности 2 миллиметрового шарика ртути. На **рис.46** изображение поверхности ртути размером 1x1 микрон полученное в режиме, когда игла не касалась поверхности, то есть после скачка иглы к поверхности она сразу же отводилась. Таким образом построена поверхность постоянного градиента сил ($\delta F/\delta z = 4\text{Н/м}$). Данные представленные на **рис.47** и **рис.48** получены при повторном сканировании нижней левой четверти этой же поверхности. Но в этом случае игла приводилась в контакт с силой отталкивания 10^{-9} Н. Рельеф представлен на **рис.47**, а на **рис.48** изображена карта S_{tap} . Если совместить два

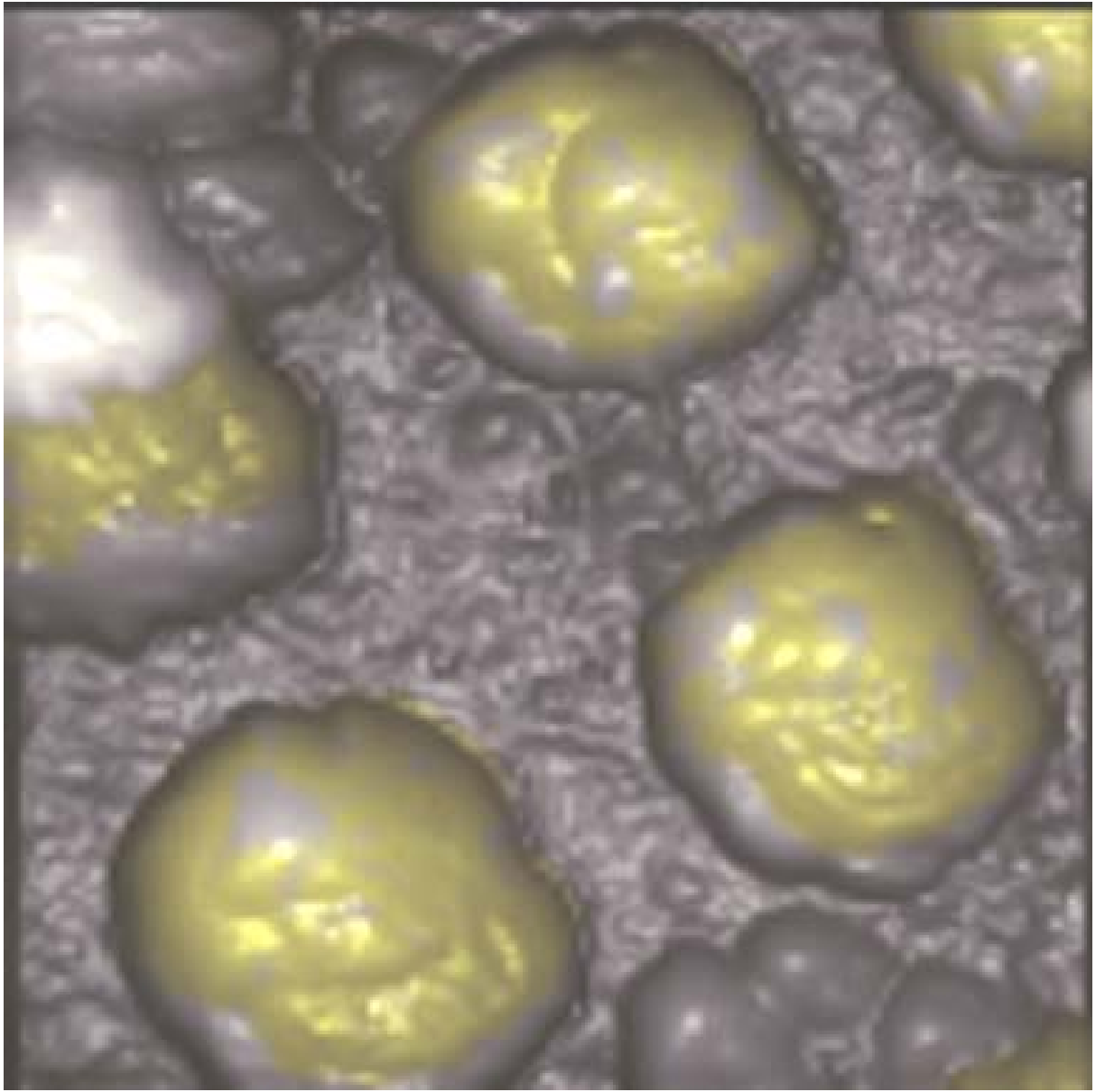
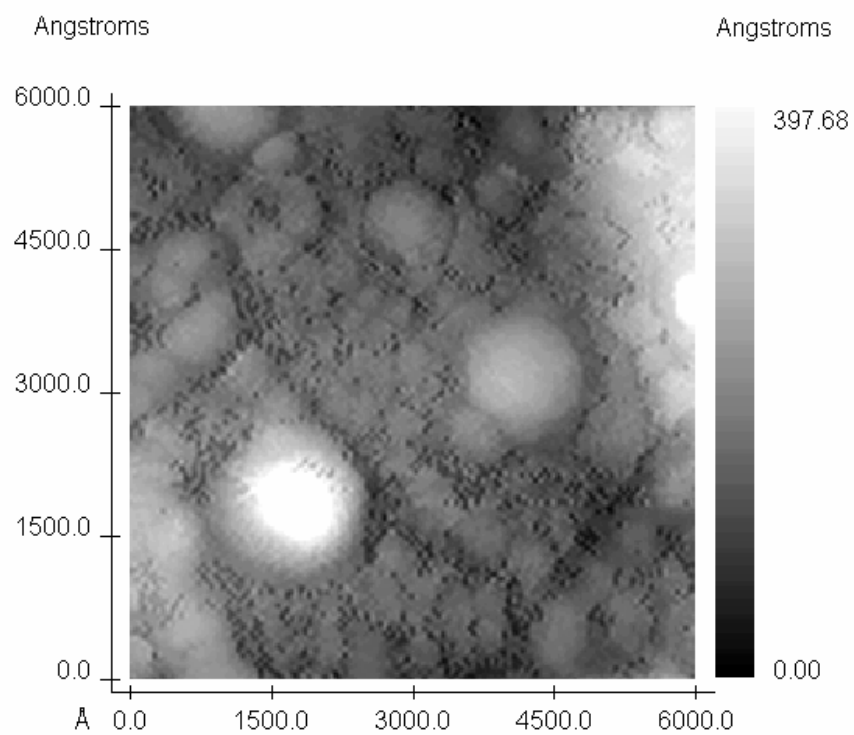


Рисунок 45

изображения (**рис.47** и **рис.48**), то получится точная копия нижней левой четверти кадра на **рис.46**. Этот пример иллюстрирует насколько сильно могут различаться изображения поверхности полученные по постоянному уровню сил отталкивания и по постоянному градиенту.

Следующий пример демонстрирует возможность различать вещества с разной диэлектрической проницаемостью ϵ . На поверхности кремниевой пластины ($\epsilon \cong 11$) методом электроннолучевой литографии создан рельеф в виде матрицы плоских треугольников толщиной 200нм из РММА (полиметилметакрилат - электронный резист, $\epsilon \cong 2$). Фрагмент этого рельефа представлен на **рис.49**. На **рис.50** изображена карта поляризационных сил, которые определялись как добавка к F_{gl} возникающая при приложении к образцу напряжения +5V.



Surface of the dirty mercury droplet. "Tapping" mode (noncontact)- the surface of the constant gradient (4N/m).

Рисунок 46

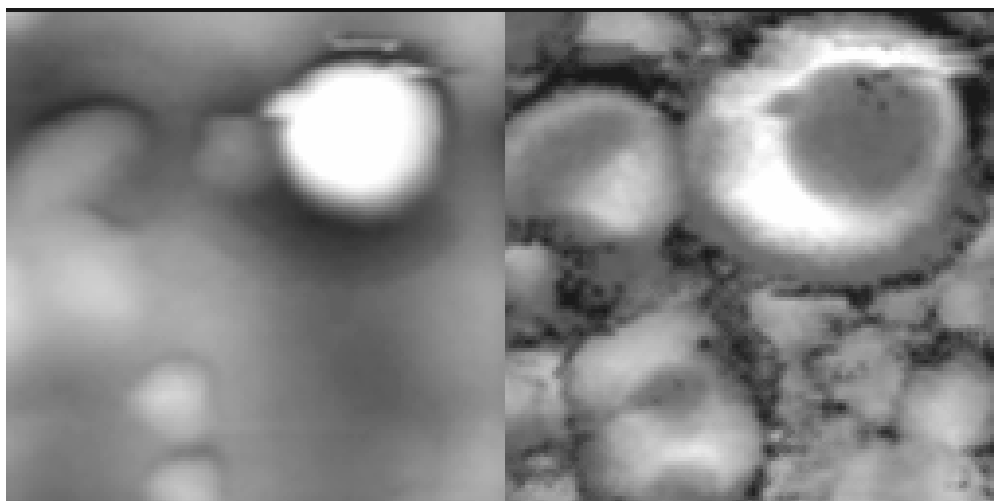


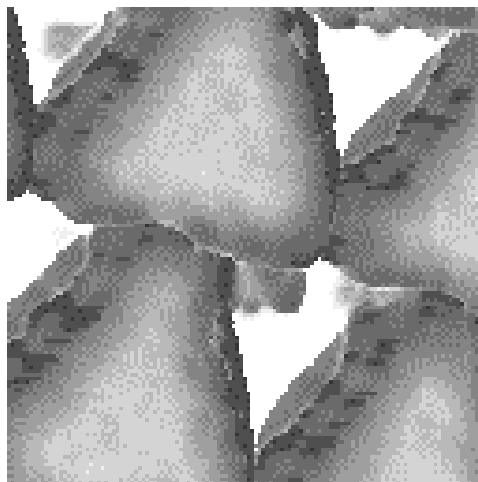
Рисунок 47/

Рисунок 48



Рисунок 49

Рисунок 50



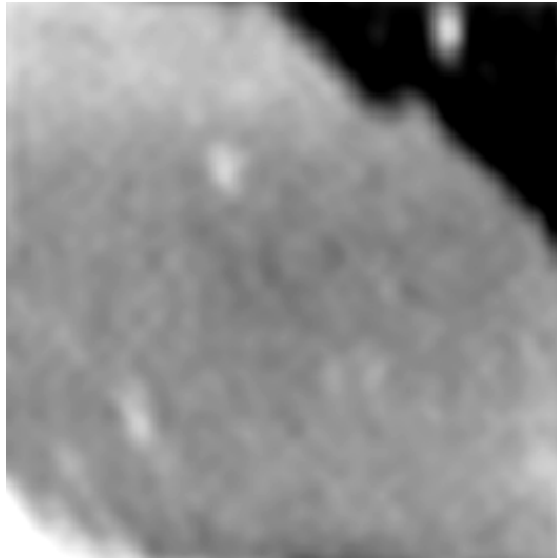


Рисунок 51

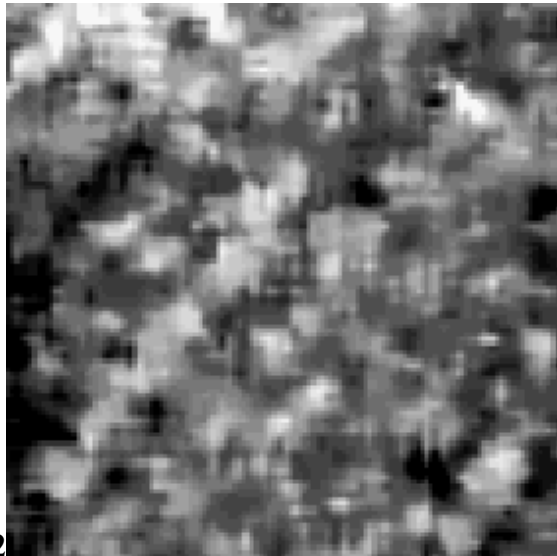


Рисунок 52

Разрешающая способность метода точечных контактов хорошо демонстрируется на примере топографического изображения поверхности кристалла фуллерита. На **рис.23** и **рис.24** представлены изображения поверхности кристалла C_{60} . Мономолекулярная ступенька **рис.23** имеет высоту 1 нм в полном соответствии с размером молекулы C_{60} .

Из приведенных примеров следует, что метод точечных контактов позволяет надёжно работать на поверхностях с самыми разными физическими характеристиками и пригоден для реализации практически любого метода SPM микроскопии. При этом он не требует сложной электроники, всё, что нужно, это компьютер типа IBM PC, три 16-разрядных ЦАПа, АЦП, усилители для пьезосканера, оптическая следящая система.

Реализация метода точечных контактов возможна при работе, как в вакууме, так и в жидкости.

Вольфрамовые кантилеверы обладают существенным недостатком – сложностью изготовления, кроме того, W игла подвержена окислению, что приводит к увеличению её радиуса. Для преодоления этих проблем была разработана технология выращивания игл из аморфного углерода в растровом электронном микроскопе (РЭМ). Иглы выращивались на кремниевых пирамидах стандартных кантилеверов для AFM. Рост происходит в направлении перпендикулярном направлению потока электронов в РЭМ. Иглы формируются или из остаточных паров масла в

камере микроскопа, или из предварительно нанесённого на поверхность пирамиды органического вещества.

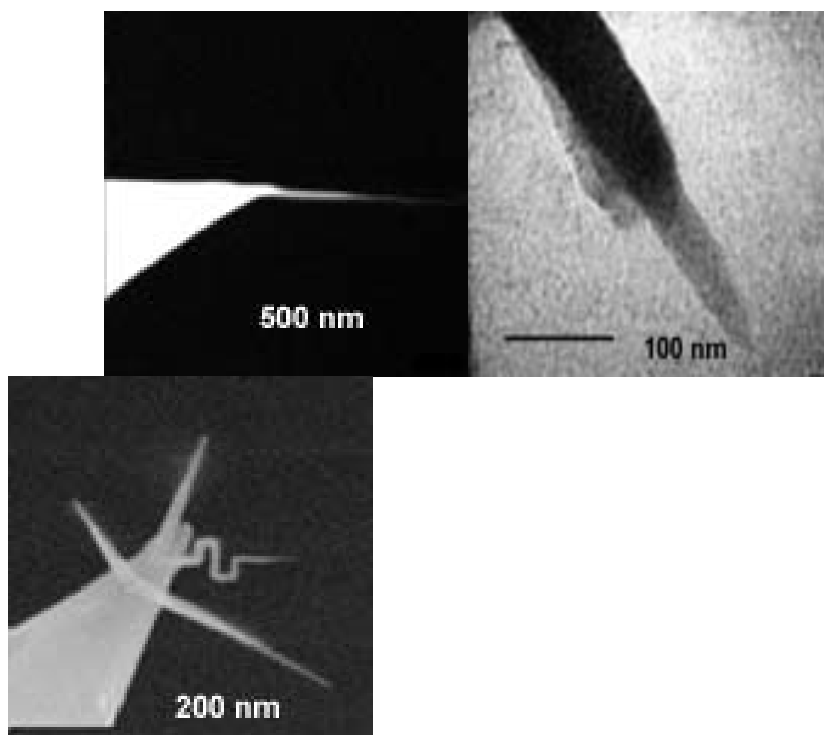


рис.25

рис.26

рис.27

Этот метод позволяет выращивать иглы в заданном направлении (рис.25), сложной формы (рис.27), при этом радиус на конце иглы получается не больше 5 нм (рис.26). Прочность и химическая стойкость зондов AFM из аморфного углерода значительно выше, чем у кремниевых или металлических зондов.

Заключение.

В заключении хочется отметить, что, результаты представленные в 1 и 2 главах являются во многом оригинальными и в основном отвечают на поставленные вопросы. Однако в поведении проводимости одномерных

систем проявляются особенности (дробное $0.5G_0$ квантование), которые не объяснены в рамках признанных теорий. Кроме того, в некоторых наших экспериментах мы наблюдали прыжки проводимости на величину $1/3G_0$ и $1/4G_0$. Пока эти результаты нельзя признать доказанными, хотя в ряде теоретических работ предложены механизмы гипотетической дробной проводимости. Все неудачи поиска дробной проводимости, по-видимому, связаны с отсутствием одномерных объектов с необходимой структурой и достаточно стабильных во времени. Точечный контакт между твёрдотельными электродами не удовлетворяет этим требованиям. Улучшение временной стабильности можно добиться использованием жидкого электрода (ртуть, галлий), а также заменой иглы STM на гибкий кантилевер. При такой постановке эксперимента появляется возможность обратимым образом изменять конфигурацию контакта, не разрушая сверхтонкую иглу. Одновременно можно буквально заморозить контакт в определённом состоянии, в случае Ga электрода.

Первые такие эксперименты проведённые с W иглой и ртутью подтверждают высокую стабильность точечных контактов. Вместе с тем в них же проявилась быстрая деградация проводимости связанная с химическим взаимодействием Hg и W.

Необычные свойства электронной эмиссии из сверхтонких вольфрамовых игл так же требуют дальнейшего экспериментального изучения. В первую очередь необходимо измерить распределение потока электронов по углам вылета и их функцию распределения по энергии.

Такие измерения предполагается провести в условиях высокого вакуума с эмиттером в виде иглы на конце W кантилевера. Предполагаемая схема измерения – классическая трёхэлектродная [50]. Отличительной особенностью является использование катода в виде тонкой мембраны с микронным отверстием затянутой платиновой плёнкой толщиной 2-5 нм. Известно, что такая плёнка прозрачна для электронов с энергией порядка 100 eV. Ожидается, что с помощью SPM, работающего методом точечных контактов, удастся поместить эмиттер строго по центру отверстия на заданном расстоянии от анода. Как показывает опыт, в этом случае этот метод гарантирует сохранность сверхтонкой иглы эмиттера.

Но это задачи на будущее, а пока на основании приведенных в диссертации результатов можно сформулировать следующие **общие выводы**.

1. Впервые продемонстрировано, что при измерении проводимости точечного контакта с помощью туннельного микроскопа при комнатной температуре проявляется размерное квантование на целых и дробных ($1/2$) числах. Разработана методика отбора и измерения вольт-амперных характеристик квантующих контактов. Использование этой методики позволило подтвердить наличие зон одномерной проводимости в точечном контакте.

2. Показано, что проводимость точечного контакта образованного золотыми электродами меняет характер квантования в зависимости от

среды, в которой формируется контакт. Если на воздухе проявляется целочисленное квантование, то в среде масла появляется дробное квантование, кратное $0,5G_0$.

3. Измерены вольт-амперные характеристики автоэмиссии электронов из ультратонких вольфрамовых игл в условиях глубокого вакуума. Особенности, обнаруженные на экспериментальных кривых $dI/dV(V)$, позволяют сделать предположение о наличии уровней размерного квантования в зоне проводимости вольфрамовых игл. Дуплетный характер пиков $dI/dV(V)$, по-видимому, является следствием спинового расщепления, что согласуется с дробным квантованием в точечных контактах образованных вольфрамовыми иглами.

4. Разработаны электрохимические методики изготовления вольфрамовых игл с углом конуса порядка 10° и радиусом острия ~ 1 нм, а так же вольфрамовых кантилеверов для сканирующих зондовых микроскопов.

5. Реализован новый алгоритм измерения физических свойств объектов методами сканирующей зондовой микроскопии, позволяющий избежать разрушения сверхтонких игл при контактах с поверхностью. Алгоритм позволяет одновременно измерять серию параметров, характеризующих поверхность и объёмные свойства образца – проводимость, жесткость, работу выхода электронов, поляризуемость, адгезию и др.

6. Разработана технология выращивания игл из аморфного углерода. Иглы испытаны в качестве зонда сканирующего зондового микроскопа, доказано их несомненное преимущество по сравнению со стандартными кремниевыми иглами.

**Основные результаты диссертации опубликованы в
следующих работах:**

1. V.V.Dremov, V.A.Makarenko, S.Yu.Shapoval, O.V.Trofimov, V.G.Beshenkov, I.I.Khodos, Sharp and clean tungsten tips for STM investigations. - Nanobiology, 1994, 3, pp.83-88.
2. V.V.Dremov, S.Yu.Shapoval, and E.V.Sukhorukov, The conductance jumps in STM at room temperature in air. - Phys. Low.-Dim. Struct., 1994, 11/12, pp.29-36.
3. В.В.Дрёмов, С.Ю.Шаповал, Квантование проводимости металлических наноконтактов при комнатной температуре. - Письма в ЖЭТФ, 1995, том 61, вып.4, стр.321-324.
4. В.Л.Гуртовой, В.В.Дрёмов, В.А.Макаренко, С.Ю.Шаповал, Наблюдение атомарной структуры пассивированной в водородной ЭЦР плазме поверхности Si (111) с помощью сканирующего туннельного микроскопа на воздухе. - Физика и техника полупроводников, 1995, том 29, вып.10, стр.1888-1892.
5. В.В.Дрёмов, С.П.Молчанов, Альтернативный метод работы SXM при исследовании поверхности. - Материалы Всероссийского Совещание “Зондовая микроскопия -99 “, Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия, 1999, стр. 404-410.
6. V.V.Dremov, S.P.Molchanov, An alternative approach to using SXM in the surface studies. – STM’99: 10th International Conference on Scanning

Tunelling Microscopy/Spectroscopy and Related Proximal Probe Microscopy, ed. Lotte, Seoul, Korea, 1999, pp. 389-391.

7. В.А.Быков, В.В.Дрёмов, Г.М.Михайлов, В.В.Лосев, С.А.Саунин, Зонды «вискер-типа» и магнито-силовые зонды для СЗМ. - Материалы Всероссийского Совещание “Зондовая микроскопия -2000“, Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, Россия, 2000, стр. 298-302.

Благодарность.

В первую очередь мне хочется высказать слова благодарности моим научным руководителям Тулину Вячеславу Александровичу и Зайцеву Сергею Ивановичу.

Благодарю за ценные критические дискуссии и стимулирование исследований Гантмахера Всеволода Феликсовича и Быкова Виктора Александровича, за сотрудничество и помощь в работе Шаповала Сергея Юрьевича, Сухорукова Евгения Викторовича, Прядкина Сергея Леонидовича, Ходос Игоря Ивановича, а также Дубоноса Сергея Валентиновича, Лапина Николая Васильевича, Матвеева Виктора Николаевича, Трофимов Олега Владимировича.

И, конечно же, дирекцию института за терпение, за предоставленную возможность заниматься научной работой.

Список цитируемой литературы.

1. Bining G. *et al.* Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys.Rev.Lett.* **49**, 57-61, 1982.
2. Bining G. *et al.* Atomic force microscope. *Phys.Rev.Lett.* **56**, 930-933, 1986.
3. Sarid D. Scanning force microscopy. Oxford University, New York, 1991.
4. Landauer R. *IBM J. Res. Dev.* **1**, 223, 1957.
5. Hansen K. *et al.* Quantized conductance in relays. *Phys.Rev.B*, **56**, 4, 2208-2220, 1997.
6. V.V.Dremov, *et al.* The conductance jumps in STM at room temperature in air. *Phys. Low.-Dim. Struct.*, **11/12**, 29-36, 1994.
7. J.Krans *et al.* *Phys. Rev. Lett.* **74**, 2146, 1995.
8. Olesen L. *et al.* *Phys. Rev. Lett.* **74**, 2147, 1995.
9. Cuevas J. *et al.* Evolution of conducting channels in metallic atomic contacts under elastic deformation *Phys.Rev.Lett.*, **81**, 2990-2993, 1998.
10. Shu C. *et al.* Fractional conductance in metallic nanoconstrictions under electrochemical potential control. *Phys.Rev.Lett.* **84**, 22, 5196-5199, 2000.
11. Хайкин М.С. ПТЭ, **1**, 161, 1987.
12. Dremov V.V. *et al.* Simple scanning tunneling microscope. The conference on scanning electron microscopy and analytical methods in solid state investigations. Chernogolovda, 26, 1993.
13. Melmed A. The art and science and other aspects of making sharp tips. *J. Vac. Sci. Technol.*, **B9**, 601-608, 1991.

14. Hacker B. *et al.* Preparation and characterisation of tips for scanning tunneling microscopy of biological specimens. *Ultramicroscopy*, **42-44**, 1514-1517, 1992.
15. Ibe J. *et al.* On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy. *J. Vac. Sci. Technol.* **A8**, 3570-3575, 1990.
16. Fasth J. *et al.* Preparation of contamination-free tungsten specimens for the field-ion microscopy. *Journal of Scientific Instruments*, **44**, 1044-1045, 1967.
17. Higashi R. *et al.* *Appl.Phys.Lett.*, **58**, 1656, 1991.
18. Nakagawa Y. *et al.* *J.Vac.Sci.Technol.* **A8**, 262, 1990.
19. Neuwald H. *et al.* *Appl.Phys.Lett.*, **60**, 1307, 1992.
20. Ishi M. *et al.* *Appl.Phys.Lett.*, **58**, 1378, 1991.
21. Shapoval S. *Et al.*, *J.Vac.Sci.Technol.* **A9**, 3171, 1991.
22. Morita Y. *et al.*, *Appl.Phys.Lett.*, **59**, 1347, 1991.
23. Болотов Л. *et al.* *ФТП*, **27**, 1375, 1991.
24. Chabal Y. *et al.* *J.Vac.Sci.Technol.* **A7**, 2104, 1989.
25. Agrait N. *et al.* *Phys.Rev.*, **B46**, 5814, 1992.
26. Agrait N. *et al.* *Phys.Rev.*, **B47**, 12345, 1993.
27. Krans J. *et al.* *Phys.Rev.*, **B48**, 14721, 1993.
28. Pethica J. *et al.* *J.Vac.Sci.Technol.* **A6**, 2494, 1988.
29. Todorov T. *et al.* *Phys.Rev.Lett.* , **70**, 2138, 1993.
30. Maxwell J.C. *A Teatise on Electricity and Magnetism*, Clarendon, Oxford, 1904.
31. Sharvin Yu. *JETP*, **21**, 655, 1965.

32. Glazman L. *et al*, JETP Lett., **48**, 238, 1988.
33. Nixon J. *et al*. Phys.Rev., **B43**, 12638, 1991.
34. Langton M. *et al*. Phys.Rev., **B40**, 1150, 1991.
35. Глазман Л.И., Хаецкий А.Е. Нелинейная квантовая проводимость микросужения. Письма в ЖЭТФ, **48**, 10, 546-549, 1988.
36. Дрёмов В.В., Шаповал С.Ю. Квантование проводимости металлических наноконтактов при комнатной температуре. Письма в ЖЭТФ, **61**, 4, 321-324, 1995.
37. Добрецов Л.Н. Гомоюнова М.В. Эмиссионная электроника. «Наука», Москва, 1966.
38. Fink H.W. *et al*. Phys.Rev.Lett. , **65**, 1204, 1990.
39. Morin R. Fink H.W. Highly monochromatic electron point-source beams. Appl. Phys. Lett., **65**, 18, 2362-2364, 1994.
40. Fink H.W. Mono-atomik tips for scanning tunneling microscopy. IBM J.Res.Develop., **30**, N4, 1986.
41. Tekman E. Ciraci S. Theoretical study of collimated field emission s of electrons from a point source. Phys.Rev., **B42**, 14, 9221-9224, 1990.
42. Topinka M. *et al*. Imaging coherent electron flow from a quantum point contact. Science, 289, 29 September, 2323-2326, 2000.
43. Pietzsch O. *et al*. Real-space observation of dipolar antiferromagnetism in magnetic nanowires by spin-polarized scanning tunneling spectroscopy. Phys.Rev.Lett., **84**, 5212-5215, 2000.
44. Meyer G. and Amer N.M. Appl.Phys. Lett., **53**, 1045, 1988.

46. Alexander S. *et al.* J.Appl.Phys., **69**, 164, 1989.
47. Erlandsson R. *et al.* J.Vac.Sci.Technol., **A6**, 266, 1988.
48. Rugar D. *et al.* Rev.Sci.Instr., **59**, 2337, 1988.
49. Dremov V.V. *et al.* Sharp and clean tungstem tips for STM investigations. Nanobiology, **3**, 83-88, 1994.
50. Young R.D., Muller E.W. Phys.Rev., **113**, 115, 1959.
51. Pohl D. Some design criteria in scanning tunneling microscopy. IBMJ.Res.Develop., **30**, N 4, 417-427, 1986.