

扫描电子显微镜与扫描隧道显微镜联用装置*

李成基**

李韞言

商广义

(中国科学院半导体研究所 北京 100083)

(中国科学院化学研究所 北京 100080)

摘要: 在 KYKY-1000B 型扫描电子显微镜 (SEM) 上所开发的与其联用的袖珍型扫描隧道显微镜 (STM) 主要有四个部分: (1) 减震阻尼装置, (2) 隧道探针, (3) 探针扫描与逼近装置, (4) 电子控制与图象采集系统。它的分辨率约为 1 nm。并用它观察了半导体光栅与硅上金膜的细微结构。

关键词: 扫描电子显微镜; 扫描隧道显微镜; 联用装置

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(1999)01-0005-04

扫描电子显微镜 (SEM) 和扫描隧道显微镜 (STM) 都是在实现观察物体表面形态的重要工具, 有着非常广泛的应用。普通型的扫描电子显微镜的扫描范围较大, 具有 10 nm 左右的分辨率和 $10 \sim 10^5$ 的放大倍数, 并易于进行选区扫描, 而且它还有很长的工作距离和很大的景深, 适于观察粗糙表面。扫描隧道显微镜, 具有极高的空间分辨率 (0.1 ~ 0.2 nm) 和极高的放大倍数 ($10^5 \sim 10^7$), 适于观察表面起伏很小的光滑表面。它的扫描面积较小, 也难以实现选区扫描。如果将扫描电子显微镜与扫描隧道显微镜结合起来, 就可以实现从宏观到微观, 从 mm 范围到 nm 范围, 从粗糙表面到光滑表面的直接观察, 也可以解决扫描隧道显微镜难于定位的难题, 使普通的扫描电子显微镜升级改造为超高分辨率的扫描电子显微镜。

扫描电子显微镜与扫描隧道显微镜结合的工作, 最早是诺贝尔奖获得者 Binnig 等将袖珍型扫描隧道显微镜与俄歇谱仪结合 (1986 年)^[1], 后来日本的 Ichinkawa (1987 年)^[2], 法国的 Vasquef (1988 年) 和 Troyon (1991 年) 也将袖珍型的扫描隧道显微镜与扫描电子显微镜相结合, 使扫描电子显微镜能达到 nm 分辨率的水平。甚至日本的日立公司也已经于 1994 年推出了与扫描电子显微镜相结合的 V-3000 型扫描隧道显微镜。我们在国产的 KYKY-1000B 型扫描电子显微镜上开发了一种袖珍型扫描

隧道显微镜, 它的分辨率约为 1 nm。

1 与扫描电子显微镜相结合的扫描隧道显微镜的结构与性能

1.1 扫描电子显微镜 (SEM)

扫描电子显微镜是国产 KYKY-1000B 普通型扫描电子显微镜, 实际分辨率约为 10 nm; 放大倍数 $10 \sim 10^5$; 加速电压 0 ~ 30 kV; 真空度约 5×10^{-5} 。样品在 X、Y 方向上移动范围为 0 ~ 25 mm。为了有足够的空间安装扫描隧道显微镜, 我们选用了低位样品台, 并把扫描电镜中的旋转和倾斜部件卸掉, 以便安装 STM。在 SEM 样品室的一个备用窗口上, 配置了一个 19 芯真空密封插座, 用于 STM 的各种引出线。

1.2 扫描隧道显微镜 (STM)

扫描隧道显微镜主要由减震阻尼装置、隧道探针针尖、针尖扫描与逼近装置和电子控制线路与计算机数据采集系统所组成。它的总体尺寸为 90 mm × 70 mm × 70 mm。为了与扫描电子显微镜 (SEM) 联用, 在 STM 的设计上改变了传统的水平或垂直的探针配置模式, 将样品与探针的配置改成 45° 结构 (样品与探针仍为正交)。电子束可以从两者之间入射, 以便选择观察区域 (图 1)。下面分别介绍各部分的结构与功能。

* 中国科学院仪器设备研制项目

** 通讯联系人。

收稿日期: 1998-08-10。

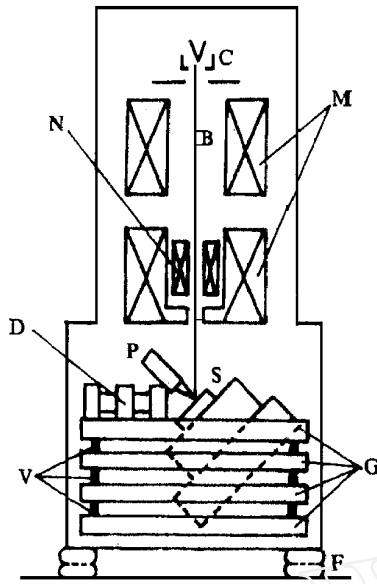


图 1 扫描电子显微镜与扫描隧道显微镜联用装置的结构示意图

C 电子枪; B 电子束; M 磁透镜; N 扫描线圈; D 逼近装置; P 扫描器与针尖; S 样品; V 橡胶柱; G 金属板; F 气垫。

Fig. 1 A schematic diagram of scanning tunnelling microscope combined with scanning electron microscope.

C. electron gun; B. electron beam; M. magnetic lens; N. scanning coil; D. micropositioner; P. scanner and tip; S. sample; V. viton; G. metal; F. air cushion

1. 2. 1 减震阻尼装置^[5] 由于 STM 在工作时, 针尖与样品之间的距离一般小于 1 nm, 而隧道电流与隧道距离成指数关系, 任何微小振动都会对仪器的稳定性产生致命的影响。解决防震问题是任何 STM 所必不可少的。目前解决震动隔离方法主要有: (a) 隔离墩; (b) 沙箱减震; (c) 气垫减震; (d) 弹簧悬挂; (e) 磁性涡流阻尼; (f) 多层金属板与橡胶柱组成的减震垫等。在 STM + SEM 的情况下, 我们采用了 (c)、(f) 两种减震措施。气垫是扫描电镜上已有的防震装置, 扫描电子显微镜的镜筒和样品室均置于其上, 起到一级防震作用, 主要是吸收一些大的低频振动。STM 的二级防震措施是将 STM 的探头部分放置在一个由四层铝板叠置而成的平台上, 每层铝板都用橡胶小园柱把它们分开, 其作用与气垫相似, 具有较好的阻尼作用。

1. 2. 2 隧道针尖 隧道针尖是 STM 技术中需解决的主要问题之一, 针尖的形状和大小直接影响着 STM 图像的分辨率和稳定性。如果针尖的最尖端只有一个原子, 就可能获得原子级的图像分辨率。

目前制作针尖的方法主要有电化学腐蚀法和机械成型法 (或剪切法)。在腐蚀法中所用材料主要是

钨或钼。在剪切法中多用 Pt - Ir 合金。在探针电解腐蚀方法中, 有交流 (AC) 与直流 (DC) 两种方法, 交流法的腐蚀速度很快, 针细而长, 针尖呈园锥形, 也不够尖。直流法制成的针尖呈双曲线形状, 针尖比 AC 法制作的更尖锐更适合于 STM 的成像。

直流法腐蚀针尖的方法: 在一玻璃器皿中, 盛有 2 mol/L 的氢氧化钠溶液, 在其中插入要腐蚀的钨丝 (直径 250 ~ 300 μm) 作为阳极, 当外加 9 V 的直流电压, 则腐蚀电流开始为数十毫安, 然后就线性下降, 当腐蚀快完成时, 电流就迅速下降。在腐蚀电流成零之前, 应迅速切断电流, 才可以获得比较理想的针尖 (即纵横比小, 曲率半径小)。为了解决这个难题, 我们开发了一个简单而有效的控制电路, 即用可控硅的电流在小于其维持电流时的自动关断特性, 来实现腐蚀电流的快速切断。用这种方法所作的针尖, 其曲率半径约 50 nm。

1. 2. 3 探针扫描与逼近装置 (a) 单管压电陶瓷管扫描器: 我们采用是最常用的压电陶瓷管, 直径 ~ 6.35 mm, 长 12.7 mm, 壁厚 ~ 0.5 mm。陶瓷管外部的电极分割成面积相等的四份, 管子内部为一整体电极。在其中的一个上施加电压, 管子的这一部分就会伸展或收缩, 导致陶瓷管向垂直于管轴的方向弯曲, 通过在相邻的两个电极上按一定顺序施加电压, 就可以实现在 X - Y 方向扫描, 在 Z 方向的运动是通过在管子内壁施加电压, 使管子整体收缩实现的。在压电陶瓷管的轴线上固定一个针管, 用于置放隧道针尖, 当针尖与针管前端的距离约 3 mm 时, 它的最大扫描范围约为 1 μm × 1 μm。(b) 探针逼近装置—推挽式微动装置^[4,5] (见图 2): 在一般的

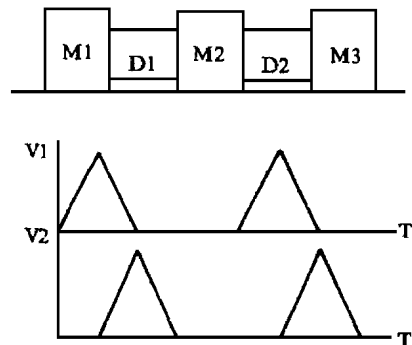


图 2 推挽式隧道探针微动装置及其控制电压波形示意图 D₁, D₂: 压电堆; M₁, M₂, M₃: 箱位器; V₁, V₂: 驱动电压; T: 时间

Fig. 2 Schematic diagram of piezoelectric push - pull micropositioner and its control voltage waveforms

D₁, D₂: piezoelectric actuators; M₁, M₂, M₃: magnet feet; V₁, V₂: voltage waveforms; T: time

STM 中,针尖向着样品的逼近都采用步进马达,但因体积较大,不宜置于扫描电子显微镜中,故我们采用商广义等人发明的专利产品“一种推挽式一维微移动装置”(专利号:ZL 95 2 25291.0),作为针尖逼近装置。

该微动装置是由两个驱动单元(即压电堆) D_1 , D_2 和三个钳位体 M_1 , M_2 , M_3 所组成。钳位体内均镶嵌一个小的永久磁铁,使其与铁质导轨之间产生基本相同的三个摩擦力 F_1 , F_2 和 F_3 。压电元件的驱动力远大于钳位体与导轨之间的摩擦力。其微动过程是:首先,在 D_1 上加电压 V_1 , D_1 随着 V_1 的增加而伸长。由于 F_1 小于 $(F_2 + F_3)$, 并且 F_1 与 F_2 和 F_3 的方向相反,所以 M_1 向左移动直到 V_1 达到最大值 V_{max} ; 而 M_2 , M_3 保持不动。然后,加在 D_1 上的电压 V_1 下降,同时 D_2 上的电压 V_2 上升,并且 V_2 等于 $(V_{max} - V_1)$ 。由于 F_2 小于 $(F_1 + F_3)$ 以及 F_2 与 F_1 和 F_3 方向相反,所以 M_2 向左移动直到电压 V_1 为 0, 电压 V_2 达到最大值为止。最后,驱动电压 V_2 下降直至为 0, 由于 F_3 小于 $(F_1 + F_2)$ 并且二者方向相反,因此 M_3 向左移动,而 M_1 , M_2 不动。如此循环,微动则持续进行下去。

这种微动装置的步距为 200 nm, 移动速度可达 100 步/s, 或 20 $\mu\text{m/s}$ 。

1. 2. 4 电子控制电路与图像采集系统 STM 的电子控制系统主要由前置放大器和反馈控制线路所组成。针尖与样品之间的偏压由控制箱提供,它所产生的隧道电流用 $10^6 \sim 10^9$ V/A 增益的前置放大器来测量。为了减小噪声尽量缩短隧道电流引线到前放的引线长度,前置放大器和 STM 的扫描探头置于一起。由前置级输出的讯号经过对数放大器使

其线性化。然后把测量的隧道电流与设定的电流 (I_0) 进行比较,将差值输入到主反馈放大器。它输出的反馈信号,经高压运算放大器放大后,输出到压电陶瓷扫描器的 Z 轴,以控制针尖与样品的距离。在 X, Y 方向的扫描可由计算机的数模转换通道给出,经过高压运算放大器后,再加入到压电陶瓷扫描器的 X, Y 轴上。

计算机控制系统的任务,主要是实验条件设置、仪器控制、数据采集、存储和图象显示等。它是由 486 PC 机配置上 STM 用的 D/A 及 A/D 转换卡完成的。其操作软件为化学所本原公司开发的 SPM 专用软件。

2 初步实验结果

2. 1 STM 与 SEM 的联用

将扫描隧道显微镜置入扫描电子显微镜后,扫描电镜的真空度和 X, Y 的移动都不受影响。STM 的电、磁元件对 SEM 的电子束扫描也没有影响。由于电子束电流 ($\sim 10^{-11}$ A), 远远小于隧道电流 ($\sim 10^{-9}$ A), 它基本上不影响 STM 的工作。完全实现了 STM - SEM 的联用。

2. 2 STM 图象的观察

2. 2. 1 半导体光栅 我们采用周期为 230 nm 的一级光栅。为使其导电,上面喷镀约数十纳米厚的金膜。图 3 为 230 nm 光栅的 STM 像。图 4 为它的 SEM 像。由于该光栅作得不够完整,沟槽有宽有窄,时断时续,STM 像可以显示出更多的细节。

2. 2. 2 抛光硅片上的金膜 在光滑表面上真空蒸发的金膜,往往都会产生 nm 级的小丘,可以用于 STM 分辨率的估算。图 5 是抛光的硅片上蒸发的金膜的 STM 像。

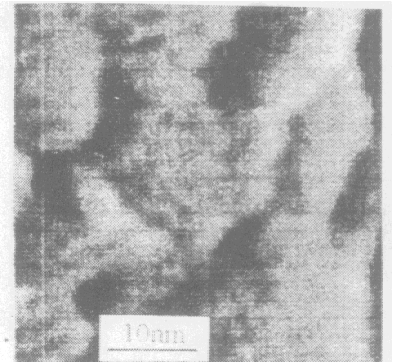
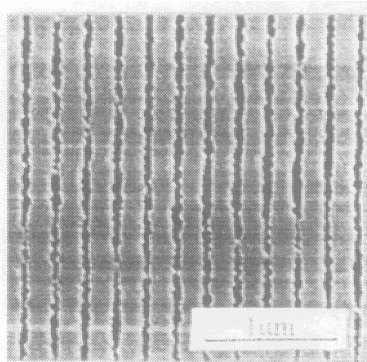
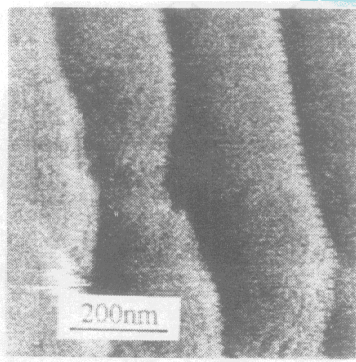


图 3 半导体光栅的扫描隧道显微镜像

图 4 半导体光栅的扫描电子显微镜像

图 5 抛光硅片上的金膜的扫描隧道显微镜像

Fig. 3 The STM image of semiconductor grating

Fig. 4 The SEM image of semiconductor grating

Fig. 5 The STM image of gold film on polished silicon

根据最小金丘尺寸估计,它的分辨率约 1 nm (或优于 1 nm)。

参考文献

- [1] Gerber Ch, Binnig H, Fuchs O, Martiand O, Rohrer M H. Scanning tunneling microscope combined with a scanning electron microscope [J]. Rev. Sci. Instrum., 1986, 57(2):221.
- [2] Ichinokawa T, Miyazaki Y, Koga Y. Scanning tunnelling microscope combined with scanning electron microscope[M]. Private Communication, 1987.
- [3] 白春礼. 扫描隧道显微镜及其应用[M]. 上海:科学技术出版社, 1992, 55.
- [4] 商广义. 用于 STM 中样品与探针逼近的压电微动技术[J]. 仪器仪表学报, 1996, 17(1):58.
- [5] Shang Guangyi, Qin Xiaohui, Wang Chen, Bai Chunli. Piezoelectric push - pull micropositioner for ballistic electron emission microscope[J]. Rev. Sci. Instrum, 1997, 68(10):3803.

Scanning Tunnelling Microscope Combined with Scanning Electron Microscope

LI Chengji LI Yunyan

(Institute of Semiconductors, the Chinese Academy of Sciences Beijing 100083)

SHANG Guangyi

(Institute of Chemical, the Chinese Academy of Sciences Beijing 100080)

Abstract : A pocket scanning tunnelling microscope (STM) has been built on a KYKY-1000B scanning electron microscope (SEM). It consists of (1) a vibration-reduced system. (2) tunnelling tip. (3) tip scanning and approach system. (4) electric control and image acquisition system. The resolution of STM is about 1 nm. The semiconductor grating and gold film have been measured with this SEM + STM combined system.

Key Words : scanning electron microscope; scanning tunnelling microscope; combination system

Classifying : O657.32