

纳米级变形的扫描隧道显微镜测量研究¹⁾

谢惠民 戴福隆 王欢

(清华大学工程力学系,北京 100084)

杨海强 刘宁 高聚宁 庞世瑾

(中国科学院真空物理实验室,北京 100080)

摘要 提出了应用扫描隧道显微镜及利用物质原子结构测量纳米级变形的新方法,对高定向裂解石墨、单晶硅材料的纳米级变形进行了测量研究,得到了强激光辐照石墨的残余应变场,对拨原子后单晶硅形成的纳米裂纹附近区域的残余变形进行了分析.

关键词 扫描隧道显微镜 (STM), 网格法, 纳观变形

引言

扫描隧道显微镜是 G. Bing 和 H. Rohrer^[1] 在 1982 年发明的具有高分辨率的测量仪器,它具有原子尺度的分辨率且可以对物体形貌进行纳米尺度的三维测量. 它的出现使人类在认识和改造自然方面进入了一个新的层次. 同时推动了物理材料、生物、化学、微电子等学科研究的发展. 随着纳米技术的发展,微米/纳米微机械在受载条件下的失效机理研究日益成为力学工作者关注的问题. 对于实验力学工作者来讲,建立纳观变形的测量方法并进行纳观尺度范围内物体的破坏机理实验研究,是需要迫切解决的问题.

本文根据上述需要,提出了用物质结构作为网格进行纳米变形量测的新方法,文中对测量原理和此方法的测量灵敏度进行了分析,并应用该方法对强激光辐照石墨原子结构的损伤变形和单晶硅进行原子操作后的损伤区域残余变形进行了测量研究.

1 测量原理和方法

1.1 STM 测量原理

扫描隧道显微镜选择极细探针(小于 1 nm)与被测试样表面作为两个电极,当试样与探针的距离小于 1 nm,且两极间加有外电场时,电子穿过两电极之间的势垒流向另一个电极,此现象称为隧道效应. 隧道电流 I 与针尖和试样间距 S 及平均功函数之间的关系为

$$I = V_b \exp(-A\phi^{\frac{1}{2}}S) \quad (1)$$

式中 V_b 为偏置电压, ϕ 为针尖和样品功函数的平均值, A 为实验常数.

应用 (1) 式原理利用电子反馈线路控制隧道电流恒定,并使用压电陶瓷控制针尖在样品表面扫描,探针在垂直于样品表面的高低变化表示出样品表面的起伏,将针尖在样品表面扫描时运动的轨迹记录下来,可以得到反映试样表面原子结构的图像.

1) 国家自然科学基金和中国科学院基金资助项目.

1996-02-12 收到第一稿,1996-07-29 收到修改稿.

1.2 纳米变形的 STM 测量方法

本实验中,分别选用高定向裂解石墨(HOPG)和单晶硅 Si(111)在超高温真空中退火处理后形成的 7×7 二维结构(文中记为 Si(111) 7×7)作为研究对象,进行纳米级变形测量.将 $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ (长 \times 宽 \times 高)的试样用导电胶粘接于 STM 的载物台上,使得探针尖垂直于试样表面.在所选定的扫描范围内分别得到变形前石墨和硅原子结构图像如图 1, 图 2 所示.对同种材料的不同区域扫描,若保持偏置电压 V_b , 参考隧道电流 I_{ref} 恒定,得到的原子排列图像是完全相同的.据此,可以将 STM 的原子结构图像视为具有原子尺度的超细微网格,应用于纳米级变形测量.

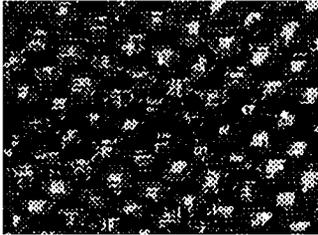


图 1 HOPG 石墨的原子结构(基准网格)
Fig.1 The atomic structure of HOPG graphite (standard grid)

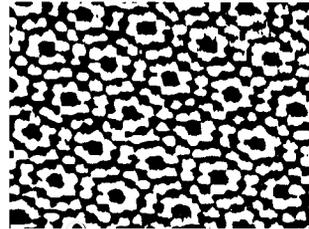


图 2 单晶硅 Si(111) 7×7 的原子结构(基准网格)
Fig.2 The atomic structure of single crystal silicon Si(111) 7×7 (standard grid)

选定如图 3 所示变形前沿 OA_i 方向的原子结构平面点阵网格为基准网格. $O, A_1, A_2, \dots, A_i (i=1, 2, 3, \dots)$ 表示原子特征量所在的位置,其对应坐标为 $(x_o, y_o), (x_{A_1}, y_{A_1}), (x_{A_2}, y_{A_2}), \dots, (x_{A_i}, y_{A_i})$, 变形后 O, A_1, A_2, \dots, A_i 变为 $O', A'_1, A'_2, \dots, A'_i$, 其对应座标为 $(x_o', y_o'), (x_{A'_1}, y_{A'_1}), (x_{A'_2}, y_{A'_2}), \dots, (x_{A'_i}, y_{A'_i})$, 则变形后 O 点沿 OA_i 方向的欧拉型正应变 $E_{OA_i}^E$ 可表示为

$$E_{OA_i}^E = \frac{|OA'_i - OA_i|}{|OA_i|} \tag{2}$$

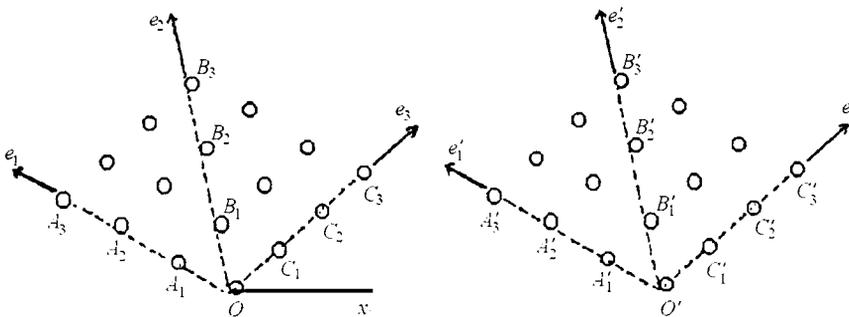


图 3 变形分析示意图
Fig.3 The diagram of deformation analysis

若选定如图 3 中沿 OA_i, OB_i, OC_i 三组不同方向原子特征量的排列进行测量时,可以得到这三个方向的正应变,由此可确定 O 点平面上的应变状态.

1.3 测量灵敏度分析

此方法测量应变时,以原子结构作为网格,其测量应变的灵敏度取决于该网格的间距和 STM 下扫描图像的范围,例如:在 STM 下选用扫描范围为 $200\text{A} \times 200\text{A}$ 时,若原子结构网格间

距为 22 ,对经 STM 放大的图像进行测量(运用精度为 0.02 mm 的游标卡尺测量网格间距变化)则最小应变量为 260 μ .

2 应用实例

应用本文方法研究了强激光辐照高定向裂解石墨(HOPG)的残余变形场(YAG 激光器参数:功率为 75 mJ,频率为 50 Hz,入射角为 80°,光斑直径为 1.00 mm),在 STM 下拍摄的辐照后的 HOPG 原子结构如图 4,图 5. 图 4 为距激光辐照光斑中心距为 0.01 mm 处的原子结构网格,这里称为近场.图 5 为距激光辐照光斑中心距为 1.01 mm 处拍摄的原子结构网格,称为远场.选择图 1,图 4,图 5 中的石墨原子点阵(亮点)为网格,由公式(2),并分别量出图 4,图 5 变形网格与图 1 所示基准网格的间距变化,可以得到图 4,图 5 对应的残余应变场,列于表 1(θ_j 分别为 OA_i, OB_i, OC_i 与 x 轴的夹角, $j=1,2,3$).

表 1
Table 1

area	strain		
	$\epsilon_{OA_i}^E (\theta_1 = 77.2^\circ)$	$\epsilon_{OB_i}^E (\theta_2 = 110.1^\circ)$	$\epsilon_{OC_i}^E (\theta_3 = 161.9^\circ)$
Fig. 4	10.2 %	8.0 %	8.5 %
Fig. 5	3.4 %	- - 1.3 %	3.6 %

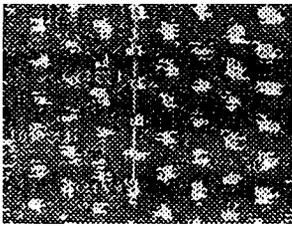


图 4 激光辐照后的石墨原子网格(近场)
Fig. 4 The graphite atom grid after laser irradiation(near the irradiated area)

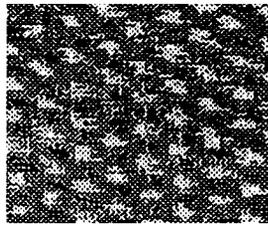


图 5 激光辐照后的石墨原子网格(远场)
Fig. 5 The graphite atomgrid after laser irradiation(far away from the irradiated area)

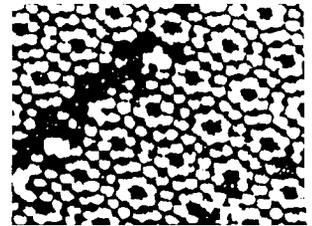


图 6 拨原子后的 Si(111)7x7 结构
Fig. 6 The Si(111)7x7 structure after atom manipulation

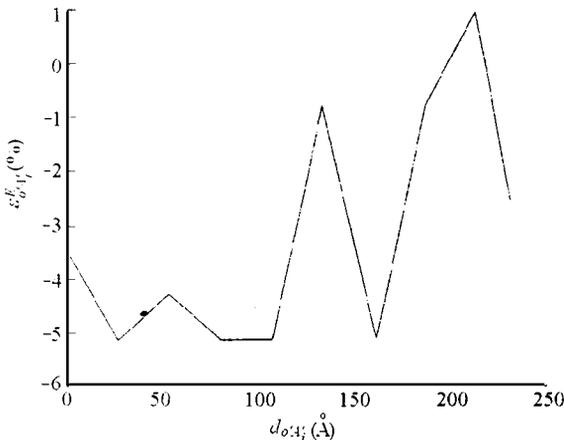


图 7 残余应变分布规律(沿 OA_i 线)
Fig. 7 The distribution law of the residual strain (along line OA_i)

作者还将本方法应用于单晶硅 Si(111)7x7 拨原子过程的残余变形测量,实验中应用 STM 探针对 Si(111)7x7 表面进行操作,形成了一纳米裂纹 OD(如图 6),OD 与 x 轴夹角为 47°.O 点为坐标原点.在 STM 下观察原子结构的变化,得到了拨原子后的 Si(111)7x7 的原子结构如图 6. 本研究中,分别选择图 2,图 6 中硅原子团(亮点)包围的原子空位(黑点)构成的网格作为基准网格和变形网格,且选择 OA_i 与 OD 平行,这里 O 点座标为 (120A, 10A). 比较拨原子前后图 6 与图 2 中空位网格间距的变化,由公式(2)可以计算出残余应变 $\epsilon_{OA_i}^E$ 沿 OA_i 线的分布,如图 7 所示.图中 d_{OA_i} 为测点沿 OA_i 方向与 O 点的距离.

3 结论

1) 运用 STM 和原子结构作为微网格进行纳米级变形测量是可行的. 本文研究为纳米级面内变形测量提供了一种实用方法.

2) 强激光辐照后的高定向裂解石墨原子结构在损伤辐照区内部及其附近区域存在很大的残余应变.

3) 单晶硅 Si(111)7 ×7 结构在实施拨原子过程后,存在很大的残余变形,裂纹附近残余变形呈不规则变化.

感谢国家自然科学基金、德国洪堡基金(AVH)及德国克劳斯特新工业大学(T. U. Clausthal)对本文工作的资助与支持.

参 考 文 献

- 1 Bing G and Roher H. *Helv. Phys Acta*, 1982, 55: 726
- 2 Shen Jian, Zhu Chang Xin, Ma Zili, Pang Shijin. Observation of small metal clusters on graphite surface with scanning tunneling microscopy. *Applied Surface Science*, 1992, 60/ 61: 648 ~ 652
- 3 李勇,龙政. 纳米级加工测控技术及其应用. *仪器仪表学报*, 1995: 16(1), 8 ~ 13
- 4 Jensen F, Besenbacher F, Lagsgaard E. Dynamics of oxygen - induced reconstruction of Cu(100) studied by scanning tunneling microscopy. *Physical Review B*, 1990, 42(14): 9206 ~ 9209
- 5 刘宁,古乾军. 用原子操纵在 Si(111)7 ×7 表面形成规则纳米结构. *仪器仪表学报*, 1996, 17(1): 118 ~ 121

THE STUDY OF NANOMETER - - DEFORMATION WITH THE SCANNING TUNNELING MICROSCOPE

Xie Hui min Dai Fulong Wang Huan

(Dept. of Engrg. Mech. , Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Yang Haiqiang Liu Ning Gao Juning Pang Shijin

(Lab. of Vacuum Physics, Chinese Academy of Science, Beijing 100080, China)

Abstract By using the scanning tunneling microscope, a new method was put forward for measuring the nanometer - deformation with the atom structure. This measuring principle was used to measure the residual deformations of the irradiated single crystal graphite (HOPG) and the Si(111) 7 ×7 surface after atom manipulation. The experimental results verify the present nanometer grid method for measuring nanometer - deformation.

Key words scanning tunneling microscope, grid method, nanometer - deformation