

实验十三 扫描隧道显微镜 (STM)

1982年,IBM瑞士苏黎士实验室的葛·宾尼(Gerd Binnig)和海·罗雷尔(Heinrich Rohrer)研制出世界上第一台扫描隧道显微镜(Scanning Tunneling Microscope,简称STM)。STM使人类第一次能够实时地观察单个原子在物质表面的排列状态和与表面电子行为有关的物化性质,在表面科学、材料科学、生命科学等领域的研究中有着重大的意义和广泛的应用前景,被国际科学界公认为80年代世界十大科技成就之一。为表彰STM的发明者们对科学研究的杰出贡献,1986年宾尼和罗雷尔被授予诺贝尔物理学奖。

与其它表面分析技术相比,STM具有如下独特的优点:

1. 具有原子级高分辨率,STM在平行和垂直于样品表面方向的分辨率分别可达0.1nm和0.01nm,即可以分辨出单个原子。
2. 可实时再现样品表面的三维图象,用于对表面结构的研究及表面扩散等动态过程的研究。
3. 可以观察单个原子层的局部表面结构,因而可直接观察到表面缺陷、表面重构、表面吸附体的形态和位置。
4. 可在真空、大气、常温等不同环境下工作,样品甚至可浸在水和其它溶液中,不需要特别的制样技术并且探测过程对样品无损伤。这些特点特别适用于研究生物样品和在不同实验条件下对样品表面的评价,例如对于多相催化机理、超导机制、电化学反应过程中电极表面变化的监测等。
5. 配合扫描隧道谱(STS)可以得到有关表面电子结构的信息,例如表面不同层次的态密度、表面电子阱、电荷密度波、表面势垒的变化和能隙结构等。
6. 利用STM针尖,可实现对原子和分子的移动和操纵,这为纳米科技的全面发展奠定了基础。

STM也存在因本身的工作方式所造成的局限性。STM所观察的样品必须具有一定的导电性,因此它只能直接观察导体和半导体的表面结构,对于非导电材料,必须在其表面覆盖一层导电膜,但导电膜的粒度和均匀性等问题会限制图象对真实表面的分辨率。然而,有许多感兴趣的研究对象是不导电的,这就限制了STM应用。另外,即使对于导电样品,STM观察到的是对应于表面费米能级处的态密度,如果样品表面原子种类不同,或样品表面吸附有原子、分子时,即当样品表面存在非单一电子态时,STM得到的并不是真实的表面形貌,而是表面形貌和表面电子性质的综合结果。

【实验目的】

1. 学习和了解扫描隧道显微镜的原理和结构;
2. 观测和验证量子力学中的隧道效应;
3. 学习掌握扫描隧道显微镜的操作和调试过程,并以之来观察样品的表面形貌;
4. 学习用计算机软件处理原始数据图象。

【实验仪器】

NanoView-I型扫描隧道显微镜,Pt-Ir金属探针,金薄膜(团簇)样品,高序石墨(HOPG)

样品等.

【实验原理】

1. 隧道电流

扫描隧道显微镜的工作原理是基于量子力学的隧道效应. 对于经典物理学来说, 当一粒子的动能 E 低于前方势垒的高度 V_0 时, 它不可能越过此势垒, 即透射系数等于零, 粒子将完全被弹回. 而按照量子力学的计算, 在一般情况下, 其透射系数不等于零, 也就是说, 粒子可以穿过比它的能量更高的势垒, 这个现象称为隧道效应, 它是由于粒子的波动性而引起的, 只有在一定的条件下, 这种效应才会显著. 经计算, 透射系数

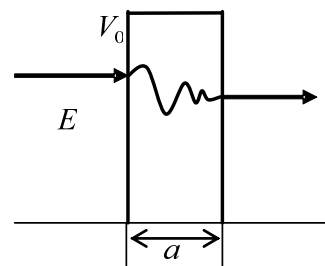


图1 量子力学中的隧道效应

$$T \approx \frac{16E(V_0 - E)}{V_0^2} e^{-\frac{2a}{h}\sqrt{2m(V_0 - E)}} \quad (1)$$

由式中可见, 透射系数 T 与势垒宽度 a 、能量差 $(V_0 - E)$ 以及粒子的质量 m 有着很敏感的依赖关系, 随着 a 的增加, T 将指数衰减, 因此在宏观实验中, 很难观察到粒子隧穿势垒的现象.

扫描隧道显微镜是将原子线度的极细探针和被研究物质的表面作为两个电极, 当样品与针尖的距离非常接近时(通常小于1 nm), 在外加电场的作用下, 电子会穿过两个电极之间的势垒流向另一电极. 隧道电流 I 是针尖的电子波函数与样品的电子波函数重叠的量子度, 与针尖和样品之间距离 S 和平均功函数 Φ 有关

$$I \propto V_b \exp(-A\Phi^{1/2}S) \quad (2)$$

式中 V_b 是加在针尖和样品之间的偏置电压, 平均功函数 $\Phi \approx (\Phi_1 + \Phi_2)/2$, Φ_1 和 Φ_2 分别为针尖和样品的功函数, A 为常数, 在真空条件下约等于1. 隧道探针一般采用直径小于1mm的细金属丝, 如钨丝、铂-铱丝等, 被观测样品应具有一定的导电性才可以产生隧道电流.

由(2)式可知, 隧道电流强度对针尖和样品之间的距离有着指数的依赖关系, 当距离减小0.1nm, 隧道电流即增加约一个数量级. 因此, 根据隧道电流的变化, 我们可以得到样品表面微小的高低起伏变化的信息, 如果同时对 $x-y$ 方向进行扫描, 就可以直接得到样品的表面三维形貌图.

2. STM 的结构和工作模式

STM 仪器由具有减振系统的 STM 头部、电子学控制系统和包括 A/D 多功能卡的计算机组成(图2). 头部的主要部件是用压电陶瓷做成的微位移扫描器, 在 $x-y$ 方向

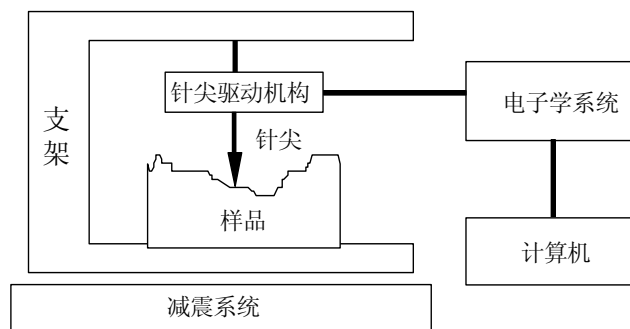


图2 STM 基本构成

扫描电压的作用下，扫描器驱动探针在导电样品表面附近作 $x-y$ 方向的扫描运动。与此同时，由差动放大器来检测探针与样品间的隧道电流，并把它转换成电压，反馈到扫描器，作为探针 z 方向的部分驱动电压，以控制探针作扫描运动时离样品表面的高度。

STM 常用的工作模式主要有以下两种：

(1) 恒流模式

如图 3 (a)，利用压电陶瓷控制针尖在样品表面 $x-y$ 方向扫描，而 z 方向的反馈回路控制隧道电流的恒定，当样品表面凸起时，针尖就会向后退，以保持隧道电流的值不变，当样品表面凹进时，反馈系统将使得针尖向前移动，则探针在垂直于样品方向上高低的变化就反映出了样品表面的起伏。将针尖在样品表面扫描时运动的轨迹记录并显示出来，就得到了样品表面态密度的分布或原子排列的图像。这种工作模式可用于观察表面形貌起伏较大的样品，且可通过加在 z 方向的驱动电压值推算表面起伏高度的数值。恒流模式是一种常用的工作模式，在这种工作模式中，要注意正确选择反馈回路的时间常数和扫描频率。

(2) 恒高模式

如图 3 (b)，针尖的 $x-y$ 方向仍起着扫描的作用，而 z 方向则保持绝对高度不变，由于针尖与样品表面的局域高度会随时发生变化，因而隧道电流的大小也会随之明显变化，通过记录扫描过程中隧道电流的变化亦可得到表面态密度的分布。恒高模式的特点是扫描速度快，能够减少噪音和热漂移对信号的影响，实现表面形貌的实时显示，但这种模式要求样品表面相当平坦，样品表面的起伏一般不大于 1 nm ，否则探针容易与样品相撞。

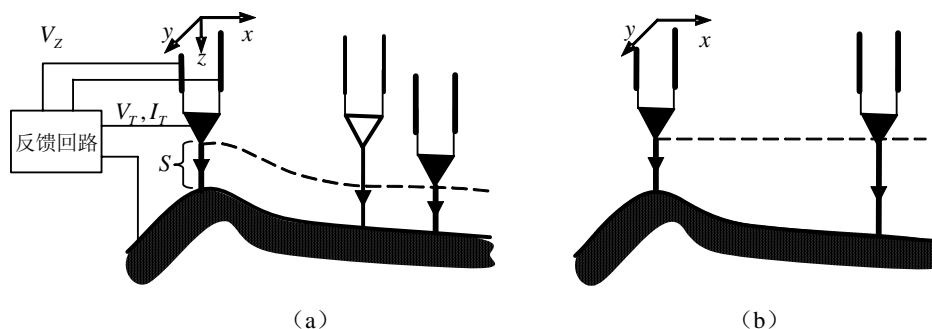


图 3 扫描隧道显微镜的两种工作模式 (a) 恒电流模式 (b) 恒高度模式

【实验内容】

1. 准备和安装样品、针尖

针尖在扫描隧道显微镜头部的金属管中固定，露出头部约 5 毫米。

将样品放在样品座上，应保证良好的电接触。将下部的两个螺旋测微头向上旋起，然后把头部轻轻放在支架上(要确保针尖和样品间有一定的距离)，头部的两边用弹簧扣住。小心地细调螺旋测微头和手动控制电机，使针尖向样品逼近，用放大镜观察，在针尖和样品相距约 $0.5-1$ 毫米处停住。

2. 金膜表面的原子团簇图像扫描

运行 STM 的工作软件，单击“在线扫描”，出现“STM 扫描控制”控制界面。

“隧道电流”置为 $0.25-0.3\text{ nA}$ ，“针尖偏压”置为 $200-250\text{ mV}$ ，“扫描范围”设为 1000 nm 左右，“扫描角度”设为 $0-90$ 度，“扫描速度”设为 0.1 s/行 左右，“采样”设

为 256, “放大倍率”设为 1; 选择“马达控制”, 点击“自动进”, 马达自动停止后, 不断点击“单步进”或“单步退”, 直到“隧道电流”的显示杆落入||区域之内; 如此时“平衡”的显示杆尚未进入相应的||区域之内, 可使用控制箱面板上的“平衡”旋钮, 将其调入; 选择“扫描方式”, 点击“恒流模式”进行扫描.

扫描结束后一定要将针尖退回!“马达控制”用“自动退”, 然后关掉马达和控制箱.

3. 图像处理

(1) 平滑处理: 将像素与周边像素作加权平均.

(2) 斜面校正: 选择斜面的一个顶点, 以该顶点为基点, 线形增加该图像的所有像数值, 可多次操作.

(3) 中值滤波: 对当前图像作中值滤波.

(4) 傅立叶变换: 对当前图像作 FFT 滤波, 此变换对图像的周期性很敏感, 在作原子图像扫描时很有用.

(5) 边缘增强: 对当前图像作边缘增强, 使图像具有立体浮雕感.

(6) 图像反转: 对当前图像作黑白反转.

(7) 三维变换: 使平面图像变换为立体三维图像, 形象直观.

4. 高序石墨原子 (HOPG) 图像的扫描 (选做)

在上面实验的基础上, 可进一步扫描石墨表面的碳原子. 用一段透明胶均匀地按在石墨表面上, 小心地将其剥离, 露出新鲜石墨表面, 保证样品台和样品座之间有着良好的电接触. 采用恒流工作模式, 先将“隧道电流”置于 0.25~0.3 nA, “针尖偏压”置于-200~-250 mv, “扫描范围”设为 1000 nm 左右, “扫描角度”设为 0~90 度, “扫描速度”设为 0.1s/行左右, “采样”设为 256, “放大倍率”设为 1, 找出新鲜的石墨表面台阶; 在两台阶之间选取一块平坦的地方, 逐渐减小扫描范围, 提高隧道电流, 增加放大倍率 (5 倍或 25 倍, 直至能渐渐看到原子图象; 最后, “扫描范围”设为 10 nm 以下, “隧道电流”置于 0.45 nA 左右, “针尖偏压”置于-255 mv 左右, 并细心地维持“平衡”的显示杆在||区域之内, 这样扫描约 20 分钟, 待其表面达到新的热平衡后, 可以得到比较理想的石墨原子排列图像.

【思考题】

1. 恒流模式和恒高模式各有什么特点?
2. 不同方向的针尖与样品间的偏压对实验结果有何影响?
3. 隧道电流设置的大小意味着什么?
4. 若隧道电流能在 2% 范围内保持不变, 试估算样品表面的高度测量的误差.

【参考文献】

- [1] G. Binnig and H. Rohrer, *Helv. Phys. Acta*, 55 (1982) 726
- [2] H. -J. Guntherodt and R. Wiesendanger, *Scanning tunneling microscopy I-III*, Springer-Verlag, Berlin, 1992
- [3] 曾谨严, 量子力学, 科学出版社
- [4] 白春礼, 扫描隧道显微术及其应用, 上海科学技术出版社
- [5] C. Julian Chen, *Introduction to scanning tunneling microscopy*, Oxford University Press, 1993