

Pásztázó alagútmikroszkóp (STM) alkalmazása

Tartalom

Információk	1
Bevezetés	2
Elméleti összefoglaló	3
Az alagúteffektus	3
Az alagútáram	3
Az alagútmikroszkóp	6
STM üzemmódok	7
Az STM családja	8
Minták	8
Moiré-effektus	9
Feladatok	10
Függelék	11
Műszerek	11
Mérés	14
Képfeldolgozás	15

Információk



MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA
ENERGIATUDOMÁNYI KUTATÓKÖZPONT



Műszaki Fizikai és
Anyagtudományi Intézet

A gyakorlatnak otthont adó intézmény: [MTA EK MFA](#) (Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézet), [Nanoszerkezetek Osztály](#)

Helyszíne: [KFKI telephely](#) (Csillebérc), Budapest XII., Konkoly-Thege M. út 29-33., 26-os épület, f.sz. 1-es labor.

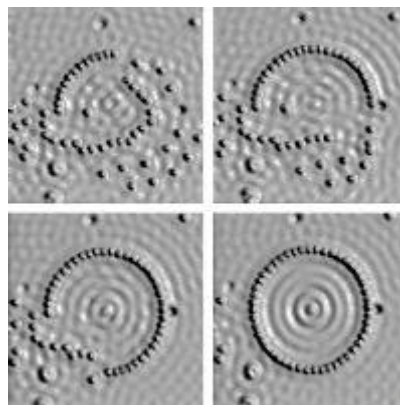
Megközelítése: Az egyetem északi részéről: 56 ill. 56A villamossal a Széll Kálmán térig, onnan a 21-es busszal a végállomásig. Az egyetem déli részéről: 212-es busszal Svábhegyig, onnan a 21-es busszal a végállomásig.

Gyakorlatvezetők: *Kun Péter* (kun@mfa.kfki.hu, telefon: +36-30-3742364), *Pető János* (peto.janos@energia.mta.hu, telefon: +36-1-392-2222/1378)

Bevezetés

A gyakorlat során a hallgatók megismerkedhetnek napjaink egyik legizgalmasabb felületvizsgáló eszközével, a pásztázó alagútmikroszkóppal (STM: Scanning Tunneling Microscope). Lehetőség lesz közvetlen tapasztalatszerzésre STM mérések elvégzésével és az eredmények kiértékelésével. Az alagútmikroszkóp 1981-es kifejlesztése (Gerd Binnig és Heinrich Rohrer, IBM) megnyitotta az utat a nano mérettartományban történő vizsgálatok előtt, munkájukért igen hamar, már 1986-ban meg is kapták a Nobel-díjat. Az STM elektromosan vezető felületek atomi léptékű vizsgálatára és módosítására alkalmas eszköz. Az alagútmikroszkópban egy igen hegyes, ideális esetben egyetlen atomban végződő tűt mozgatunk a felülettől nanométeres távolságra, miközben a tű és a minta közé volt nagyságrendű feszültséget kapcsolunk. Mégha a tű és a minta nem is érintkezik, de elég közel vannak egymáshoz, akkor atomjaik elektronfelhője átfedésbe kerülnek, és a kvantummechanikából ismert alagútjelenség révén elektronok juthatnak át a minta és a tű között.

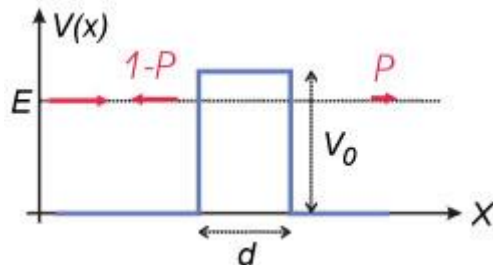
Az STM leggyakrabban alkalmazott üzemmódjában (állandó áramú leképezés) miközben a minta síkjában a tűvel pásztázó mozgást végzünk, egy visszacsatoló hurokkal a tű felület fölötti magasságát úgy szabályozzuk, hogy a tű és a minta közötti, általában nanoamper nagyságrendű alagútáram állandó értéken maradjon. A tű így kialakuló háromdimenziós mozgása adja az STM képet. A megfelelő módon (elektromosan és mechanikailag) zajvédett STM elegendően sima felületeken - pl. hasított egykristály - rutinszerűen képes elérni az atomi felbontást. Mivel az STM segítségével atomi szinten „látunk”, ezért adott a lehetőség, hogy atomokat manipuláljunk, egyesével oda helyezzük, ahova akarjuk (atomi biliárdozás). Erre egy híres példa Crommie és Eigler (IBM, 1993) „kvantum korall” kísérlete. Réz (111) felületre helyeztek 48 vas atomot egy kört formázva, aminek hatására megfigyelhetővé váltak az elektronsűrűség állóhullámok (**1. ábra**). Ellipszist formázva, az egyik fókuszpontba kobalt atomot helyezve megfigyelték a „kvantum tükrözést”: a másik fókuszpontban megjelent az atom tükörképe az STM képen.



1. ábra. Atomi felbontású STM képek mutatják a 48 vas atomból álló „kvantum korall” kialakítását réz (111) felületen. M. Crommie et al., Nature. 363. (1993) 524–527.

Elméleti összefoglaló

Az alagúteffektus



2. ábra. V_0 magasságú és d szélességű potenciálgát. Az E energiával érkező részecske P valószínűséggel hatol át a potenciálgáton és $(1-P)$ valószínűséggel verődik vissza.

Ha két vezető anyag közé elektromos feszültséget kapcsolunk, és ezeket összeérintjük, áram folyik. Az elektródákat eltávolítva egymástól az áram megszűnik. Az áram megszűnése azonban nem ugrásszerűen, hanem fokozatosan történik, az elektródákat távolítva az áram **exponenciálisan** csökken. Makroszkópikus elektróda távolságoknál az áram mérhetetlenül kicsivé válik, tehát minden gyakorlati szempontból nullának tekinthető. Viszont ha az elektródák távolsága elegendően kicsi, azaz a nanométer (nm) tartományba esik, akkor jól mérhető áram folyik. Ezt a jelenséget kvantummechanikai alagúteffektusnak nevezzük. Egy részecske egy d szélességű és V_0 magasságú potenciálgáton (**2. ábra**) akkor is véges valószínűséggel képes áthaladni, ha az E energiája kisebb a potenciálgát magasságánál, $E < V_0$. Az áthaladás valószínűsége:

$$P = \frac{16E(V_0 - E)}{V_0^2} \cdot e^{-2\kappa d} \quad (1)$$

$$\text{ahol } \kappa = \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2(V_0 - E)}}$$

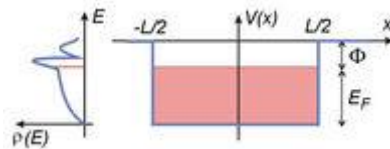
(Ez a képlet csak aszimptotikusan, $\kappa d \gg 1$ határesetben igaz. Itt $\hbar = h / (2\pi)$, ahol h az energia kvantáltsága miatt bevezetésre került Planck-állandó.)

Fém elektródák esetén a potenciálgát V_0 magassága elektronvolt (eV) nagyságrendű. Érdemes megjegyezni, hogy ilyenkor az (1) képlet szerint az átmeneti valószínűség egy nagyságrenddel csökken, ha az elektródák távolságát 0.1 nm -rel (1 angströmmel) növeljük (ez az atomméret nagyságrendjébe esik). Az STM-ben szokásos nm nagyságrendű d értékek esetén P jellegzetes értéke kb. 10^{-5} .

Az alagútáram

Ha a két elektróda közé U_t előfeszítést kapcsolunk, akkor az I_t alagútáram nagysága ettől a feszültségértéktől, az elektródák anyagától és az elektródák közti távolságtól fog függeni. A fémes vezetési legegyszerűbb modellje, a szabadelektron gáz modell szerint a vezetési elektronok a fém belsejében szabadon mozoghatnak, de a határfelületnek belülről nekiütközve

visszaverődnek a fém belsejébe. Mivel a fémek tipikus elektronsűrűsége $n = 10^{29} \frac{1}{m^3}$ körüli és az elektronok átlagos sebessége $v_F = 10^{16} \frac{m}{s}$, időegységenként kb. $\frac{n \cdot v_F}{6} = 1.7 \cdot 10^{34} db$ elektron ütközik a határfelület egységnyi felületén. Ha az (1) képletet figyelembe véve feltesszük, hogy ezeknek P -ed része jut át a másik elektródába, nulladik közelítésként az alagútáramra $\frac{n \cdot v_F \cdot A \cdot P \cdot e}{6} = 2.6 nA$ adódik, ahol e az elektron töltése, továbbá feltettük, hogy az áram egy $A = 0.1 nm^2$ területű alagút csatornán át folyik (ami megfelel egy egyatomos STM tű csúcs felületének).

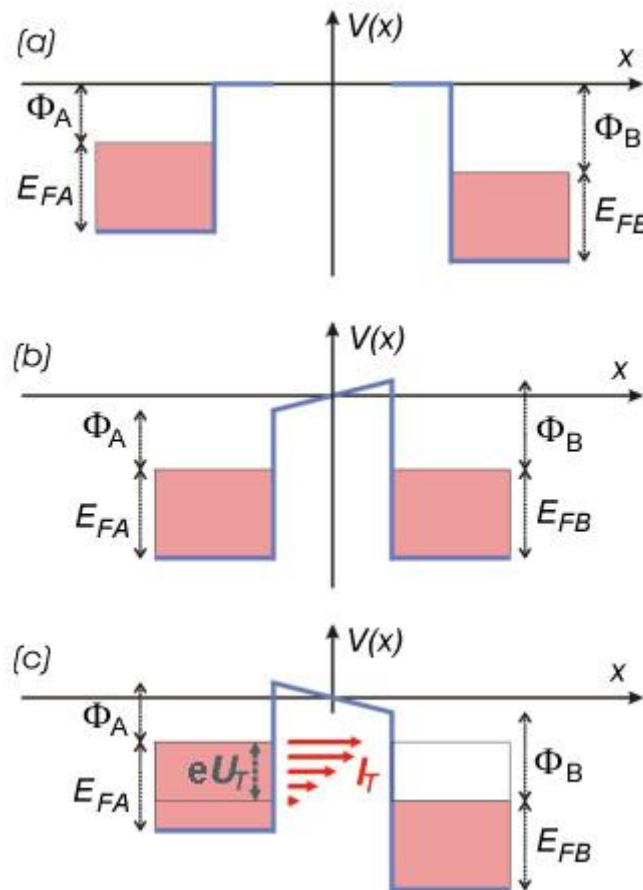


3. ábra. Potenciálgát modell. A $\left[-\frac{L}{2}, \frac{L}{2}\right]$ intervallumban elhelyezkedő fémbe az elektron $-(\Phi + E_F)$ potenciált, az intervallumon kívüli vákuumban nulla potenciált érzékel. A $[-(\Phi + E_F), -\Phi]$ közötti energiaszintek betöltöttek, az e fölötti szintek üresek. A bal oldali ábra egy hipotetikus állapotossűrűség függvényt mutat (az állapotossűrűség az adott energián található állapotok száma). A piros szaggatott vonal jelöli a Fermi-szint helyét. Fémekben a legmagasabb energiájú elektronállapot energiáját hívjuk Fermi-energiának. A Fermi-szinten levő elektronnal Φ energiát kell közölni (kilépési munka), hogy a fémből kijusson.

Bár a kapott alagútáram nagyságrendileg valóban az STM esetén szokásos nA tartományba esik, ez a durva becslés pontosításra szorul. Elsősorban figyelembe kell venni a *Pauli elvet*, ugyanis egy adott E energiájú elektron csak akkor juthat át a másik elektródába, ha azon az energián rendelkezésre áll ott nem betöltött energiaállapot. Másodsorban az is befolyásolja az alagútáramot, hogy milyen az elektronok energia szerinti eloszlása az elektródákban. Ezeket figyelembevéve juthatunk el a fémek legegyszerűbb kvantumfizikai modelljéhez, ami a *potenciálgát modell (1.3. ábra)*. Ez azt feltételezi, hogy a vezetési elektronok egy potenciál dobozba vannak zárva. Ebben a modellben a fém vezetési elektronjainak (azaz a fémbe szabad mozgásra képes, ún. delokalizált, tehát nem valamely atomhoz kötött elektronoknak) két leglényegesebb tulajdonságát vesszük figyelembe:

- *a)* az elektronok a fémbe kötöttek, kiszabadításukhoz munkát kell befektetni, ennek a legkisebb nagysága a Φ kilépési munka
- *b)* az elektronok egy véges energiasávot foglalnak el, melynek szélessége az E Fermi energia és a legmagasabb energiájú betöltött állapot energiája a *Fermi szint*.

Ennek az energiasávnak a szerkezetét a $\rho(E)$ állapotossűrűség függvény (*Density of States, DOS*) írja le, definíció szerint $\rho(E)dE$ az E energia körüli dE infinitezimális energiatartományban található elektronállapotok száma. Az állapotossűrűség függvény ismeretében az adott szilárdtest legtöbb fontos adata (pl. elektromos, optikai, mechanikai, termodinamikai jellemzők) kiszámítható, és mint alább megmutatjuk, az alagútáram nagyságát is a DOS határozza meg.



4. ábra. Az alagútáram kialakulásának sáv szerkezeti modellje. (a) Az A és a B elektróda távol van egymástól. (b) Az elektródákat nm közelségbe hozzuk, a Fermi szintek kiegyenlítődnek és kialakul a kontaktpotenciál. (c) Az elektródák közé U_T előfeszítést kapcsolunk. Az I_T alagútáram az eU_T szélességű energiaintervallumban folyik, az A elektróda betöltött állapotaiból a B elektróda üres állapotaiba. A nagyobb energiájú komponensek áram járuléka nagyobb, a nagyobb átmeneti valószínűségük miatt.

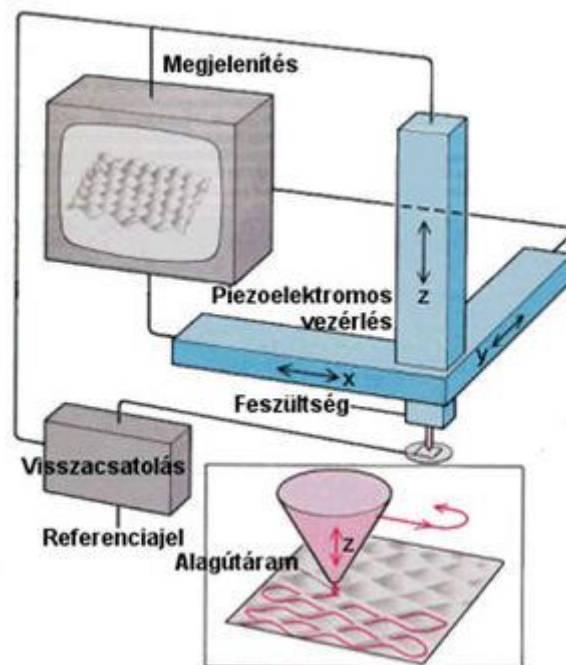
A **4/a. ábrán** a két, egymástól kezdetben makroszkópikus távolságban lévő elektróda potenciálkád sáv szerkezetét ábrázoltuk. Általános esetben a két elektróda (A és B) különböző anyagú, ezért Fermi energiájuk és kilépési munkájuk is eltérő, az ábrán az A elektróda Fermi szintje magasabban helyezkedik el a B Fermi szintjénél. Ha az elektródákat olyan közelségbe hozzuk egymáshoz, hogy az elektronok számottevő valószínűséggel közlekedhessenek egyikből a másikba (alagúteffektussal), akkor az A elektródából elektronok kezdenek átfolyani a B elektródába. Ez azt jelenti, hogy A pozitív, B pedig negatív töltést nyer, minek hatására mindkét elektróda a vákuumszinthez képest elektrosztatikus potenciális energiára tesz szert. Mivel ahhoz, hogy a végtelenből a "+" töltésű A felületéig vigyünk egy elektront "-" munkát, ahhoz viszont, hogy a "-" töltésű B felületéig vigyünk egy elektront "+" munkát kell végezni, A energiaszintjei "-", B energiaszintjei pedig "+" irányban tolnak el a vákuumszinthez képest. Következésképpen a két elektróda közt létrejön a *kontaktpotenciál*. A töltésátfolyás mindaddig tart, amíg a két elektróda Fermi szintje ki nem egyenlítődik (**4/b. ábra**). Mint arról egyszerű számolással meggyőződhetünk, a kiegyenlítődség eléréséhez (fémek esetében) a vezetési elektronok összes számához képest elegendő igen kevés elektronnak átjutnia A-ból B-be, tehát a sáv szélességek változása teljesen elhanyagolható.

Ha ezután a két, d távolságban lévő elektróda közé U_t előfeszítést kapcsolunk, a **4/c. ábrán** vázolt helyzet áll elő. Ilyenkor csak az ábrán jelölt, U_t szélességű energiasávba eső elektronok juthatnak át az A elektródából a B elektródába, mert csak ezeken az energiákon vannak az A elektródában betöltött, a B elektródában pedig üres állapotok. Mivel adott E energia körüli dE intervallumban átjutó elektronok száma a P átmeneti valószínűségtől, valamint attól függ, hogy a két elektródában hány állapot van ebben a dE intervallumban, a teljes eU_t energiaintervallumban folyó I_t alagútáram:

$$I_t \propto \int_{E_F}^{E_F+eU_t} \rho_{tü}(E - eU_t) \cdot \rho_{minta}(E) \cdot P(E, U_t) dE \propto \int_{E_F}^{E_F+eU_t} \rho_{minta}(E) dE \quad (2)$$

Utóbbi közelítés akkor igaz, ha feltesszük, hogy a P és a tü DOS értékek csak elhanyagolható módon függenek az energiától.

Az alagútmikroszkóp



5. ábra. A pásztázó alagútmikroszkóp elvi működése. Az alsó kis ábra azt mutatja be, milyen három dimenziós mozgást végez a tű a pásztázás alatt.

Az STM, mint eszköz (**5. ábra**) az alábbi módon működik.

- Az egyik elektródát (pl. wolfram, platina-ródium vagy platina-irídium) igen hegyes tűnek képezzük ki. Ekkor az alagútáram csak a tű hegye körüli keskeny csatornában fog folyni, mivel az alagutazási valószínűség exponenciális távolságfüggése miatt a tű távolabbi részei és a minta közötti áram elhanyagolhatóan kicsi. Ennek az alagút csatornának a szélessége körülbelül akkora, mint a tű csúcsának a görbületi sugara. Tehát műszerünk felbontását elsősorban az alkalmazott tű hegyessége határozza meg. Ha atomi skálán hegyes tűt alkalmazunk, akkor a felbontás is atomi léptékű lesz.

- A tűt egy olyan háromdimenziós mechanikai mozgató rendszerre szereljük, amely igen finom (század nanométeres, vagy finomabb) pontossággal képes mozgatni a tűt a minta felett. A gyakorlatban erre a célra általában *piezoelektromos* mozgatókat alkalmaznak.
- A tű és a minta közé volt nagyságrendű U_t előfeszítést (bias) kapcsolunk.
- Ezután a tűt óvatosan addig közelítjük a felülethez, amíg megjelenik az alagútáram és elér egy előre beállított I_{SP} referencia értéket (current set point). Minél nagyobb, annál közelebb kerül a tű a felülethez, gyakorlatban a tipikus nagysága nA körüli.
- A minta xy síkjában a tűvel pásztázó mozgást végzünk, hasonlóan a TV készülékekben alkalmazott vezérléshez (**5. ábra**). Természetesen, mivel itt nem elektronsugarat, hanem makroszkopikus tömegeket mozgatunk, a mechanikai rendszer tehetetlensége és rezonanciái miatt az alkalmazható kép- illetve sorsfrekvencia kisebb, mint a TV esetén megszokott. Ezért egy STM kép felvétele általában másodpercekig vagy percekig tart.
- Pásztázás közben a tű minta feletti magasságát (z pozícióját) egy visszacsatoló hurokkal úgy szabályozzuk, hogy a mért alagútáram állandóan megegyezzen az I_{SP} értékkel.
- Ily módon a tű minden egyes (x,y) pozíciójához egy meghatározott z érték fog tartozni. Ezeket a $z(x,y)$ értékeket számítógéppel rögzítjük. (A módszer hőskorában a felületet úgy jelenítették meg, hogy az egyes $z(x,y=const)$ pásztázási sorokat analóg rajzgéppel vastag papírra rögzítették, majd a papírból kivágták és egymás mögé ragasztották.)
- Az STM-ben igen gondos rezgés csillapításra van szükség, mivel a tűt a minta fölött nanométeres távolságban kell mozgatnunk. Ha a tű beleütközik a mintába, az általában a tű hegyének és a mintának a sérülését okozza, továbbá, az alagútköz szélességének véletlenszerű változásai "zajként" jelennek meg a felvett képen. A nagyamplitúdójú zaj elfedi a jellemzően 0.01-0.1 nm-es atomi korrugációt.
- Bár az első STM kísérleteket ultra nagy vákuumban (UHV) végezték, később megállapították, hogy az alagútmikroszkóp normál levegőn, sőt még (szigetelő) folyadékokban is kiválóan működik! Ezért a költséges és nehézkes vákuumrendszereket csak akkor szükséges alkalmazni, ha a mérendő felület tulajdonságai ezt megkívánják, azaz ha a vizsgált minta a levegőn oxidálódna, illetve szennyeződne. Mivel a nem oxidálódó minták (pl. a szén) levegőn vizsgálhatóak, az alagútmikroszkóp egy viszonylag olcsó eszköz, összehasonlítva a modern fizika egyéb mérőeszközeivel, például az elektronmikroszkóppal.

STM üzemmódok

A gyakorlatban az alagútmikroszkópot általában *topográfiai*, vagy *spektroszkópai* üzemmódban használjuk.

- **Topográfiai üzemmódban** rögzített U_t előfeszítés és I_{SP} alagútáram érték mellett a $z(x,y)$ felületet vesszük fel. Ha feltételezzük, hogy az átmeneti valószínűség és a minta állapotsűrűsége mindegyik pontban egyforma, a felület nulladik közelítésben a minta geometriai felületét, topográfiáját fogja megadni. Azonban a gyakorlatban ezek a mennyiségek a helytől is függhetnek, ezért érdemes észben tartani, hogy a mért $z(x,y)$ felület együttesen tartalmazza a topográfiai és az elektronszerkezeti információt. A topográfiai üzemmódban leggyakrabban kicsi előfeszítést alkalmazunk. Ha U_t infinitezimálisan kicsi, a (2) képlet integrandusában az állapotsűrűség (DOS) és P energiafüggése elhanyagolható. Mivel a DOS helyfüggése mellett az átmeneti valószínűség helyfüggése kisebb szerepet játszik, az alagútáram mindenhol a minta állapotsűrűség Fermi szintnek megfelelő értékével lesz arányos:

$$I_t(\underline{r}, U_t) \propto U_t \cdot \rho_{minta}(E = E_F, \underline{r}) \quad (3)$$

- **Spektroszkópiai üzemmódban** (*Scanning Tunneling Spectroscopy, STS*) egy, kiválasztott (x,y) pontban megállunk a tűvel és ideiglenesen kikapcsoljuk a visszacsatoló hurkot is. Ebben a rögzített r_0 tű helyzetben felvesszük az alagútátmenet áram-feszültség karakterisztikáját, azaz az előfeszítést változtatva megmérjük az alagútáram változását. Mivel U_t változtatása a (2) képlet integrálási határa változtatásának felel meg, a mért áram feszültség szerinti deriválásával a képlet integrandusának energiafüggését kapjuk:

$$\frac{dI_t(U_t)}{dU_t} \propto \rho_{minta}(E = E_F + eU_t, \underline{r} = \underline{r}_0) \quad (4)$$

Az STM családja

A zseniális ötletek általában megtermékenyítően hatnak a tudomány fejlődésére. Az STM esetén is így történt, ez vezetett az ún. pásztázó szondás módszerek családjának létrejöttéhez. Mindegyik ilyen eszközben egy hegyes szondát pásztáznak a minta fölött és a szonda és a minta valamiféle kölcsönhatását mérik. A legfontosabb ezek közül az atomerő mikroszkóp (*Atomic Force Microscope, AFM*). Az AFM-ben, hasonlóan az STM-hez, egy hegyes tűt mozgatunk a minta fölött és közben a tűre ható erőt a visszacsatoló hurok segítségével állandó értéken tartjuk. Mivel ez a műszer szigetelő felületek vizsgálatát is lehetővé teszi, az ipari kutatásokban is gyakran használják.

Minták

A minták mérete technikai okok miatt tipikusan nem haladhatja meg a 10 mm -es átmérőt és $2\text{--}3\text{ mm}$ -es vastagságot. A mintákat egy-egy mintatartóra kell rögzítenünk. A rögzítésnek egyszerre kell biztosítania az elektromos vezetést és a mechanikai stabilitást. Mindkét feltételnek megvannak a maga nehézségei, ugyanis egy kicsit is bizonytalan mechanikai illesztést minden megbolygatás után hosszú (akár órákig elhúzódó) relaxációs mozgás követhet. Elektromos kontaktust pedig nem könnyű biztosítani pl. egy olyan párologtatott fémfelülethez, amely esetleg csak néhány nm vastag.

Ahhoz, hogy az STM-mel meg tudjunk mérni egy mintát, szükséges, hogy a felülete elektromosan vezető legyen. Mint tudjuk, a fémek általában kiváló elektromos vezetők, ezért joggal reménykedhetünk abban, hogy az STM-mel jól meg tudjuk mérni őket. Sajnos azonban ez még sincs mindig így. Pl. az *aluminium* kiváló elektromos vezető, de a felületén a szabad levegőn a legrövidebb időn belül is kialakul egy vékony oxid réteg (Al_2O_3), amely viszont a legkiválóbb szigetelők közé tartozik (olyannyira, hogy nagyfeszültségű szigetelő kerámiák legfőbb alapanyaga), és mindennek a tetejében még nagyon kemény is (csiszolóanyag és drágakő, lásd korund, zafír). Hasonlóan tudjuk a *vasról* is, hogy igen hajlamos a rozsdásodásra (oxid és hidroxid vegyesen), és a rozsdá egykettőre olyan vastag lehet, hogy a letapogató tű teljesen elfedi, beszennyezi. Logikus arra gondolni, hogy a nemesfémekkel talán több szerencsénk lesz. És valóban, pl. az *arany* és a *platina* szabad levegőn is egészen jól mérhetők STM-mel, de pl. az egyébként legkiválóbb elektromos vezető *ezüst* nem! Ennek oka nem az oxigén, hanem az oxigén csoportjába tartozó másik kémiai elem, a *kén*. Ez ugyanis az ipari szennyezés miatt mindig jelen van a levegőben, az ezüst pedig igen könnyen alkot vele

szulfidot. (Ez adja az ezüst tárgyak sötétszürke színét is.) A félnemes fémnek tekinthető *vörösréz* sem problémamentes, ugyanis elég könnyen oxidálódik (barna szín), illetve képződik rajta zöldes-kékes színű patina (nitrátok, hidrokarbonátok, stb.). Segítségünkre van viszont, hogy a réz oxidja (CuO) félvezető természetű (a század elején fel is használták egyenirányítási célokra), ilyenformán az alagútáram kialakulását nem akadályozza meg, feltéve, hogy az oxid réteg nem túl vastag. (A frissen vákuumpárolgatott réz réteg napokig is mérhető maradhat szabad levegőn STM-mel.) Bizonyos fémek jól mérhetők szabad levegőn, pl. a *nikkel*, a *króm* és a *molibdén*. Ezekon csak vékony a kialakuló oxid réteg, és ráadásul eléggé félvezető természetű is. (Nem véletlen, hogy tükröző felületek készítésére is használják őket.) Egyes anyagok egyáltalán nem fémek, pl. az SnO_2 , de szép és stabil félvezető kristályokat alkotnak, így remekül mérhetők. A legfontosabb félvezetővel, a *szilíciummal* viszont problémánk van, ugyanis igen gyorsan (a másodperc töredéke alatt) oxidálódik, és az oxidja, a kvarc (SiO_2) a legkiválóbb szigetelők és legkeményebb anyagok közé tartozik. Ezért a szilícium megfelelő STM-es vizsgálata csak ultranagy-vákuumban lehetséges, az ott alkalmazott ("in situ") tisztítást követő korlátozott ideig. A különlegesebb anyagok közül a *fémüvegek* elsősorban akkor mérhetők jól, ha elég nagy mennyiségben tartalmaznak nemesfém összetevőt is. A mágneses szempontból fontos *permalloy* sem reménytelen eset, miután akár 3/4 résznyi nikkelt is tartalmazhat.

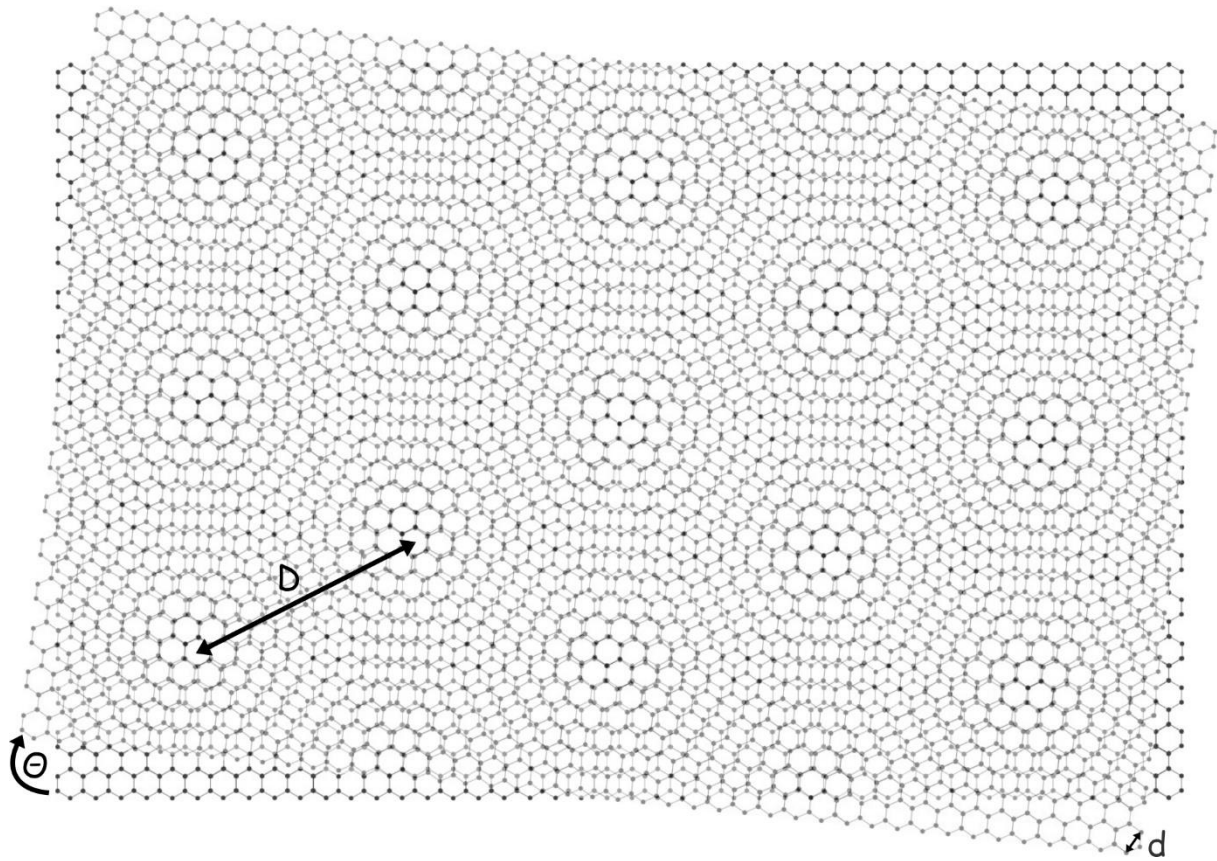
Azonban a szabadlevegős STM-es vizsgálatok leginkább vizsgált anyaga a *grafit*. Ez az anyag úgy él hétköznapi szemléletünkben, mint egy elektromosan vezető, enyhén fémes csillogású, gyenge, könnyen szétmorzsolható anyag. Azonban a könnyű morzsolhatósága kizárólag a rétegeinek egymáshoz képesti könnyű elcsúszásából fakad (ezért tudunk írni a ceruzával), miközben az egyes rétegeken belül a szénatomokat nagyon erős kovalens kötések tartják a helyükön. Ezért a grafit kémiaiilag nagyon kevésbé reaktív elem (nem oxidálódik), elektromosan vezet, és a pártázott felületének számottevő mechanikai tartása is van. Mindezekért viszonylag könnyen elérhetünk rajta akár *atomi felbontást* is. Ehhez legcélszerűbb *HOPG-t* (*Highly Oriented Pyrolytic Graphite*) használunk. Kristályszerkezete méhsejszerű, 0.246 nm rácspériodicitású, hatszögszerű (a szén atomok szabályos hatszög csúcsaiban helyezkednek el) grafénrétegek egymásra pakolásával építhető fel ABAB elrendezéssel. Ez azt jelenti, hogy minden második grafénlap el van csúsztatva a felette/alatta levőhöz képest úgy, hogy egy hatszöget tekintve 3 atom átfedésben van a szomszédos rétegben levővel, 3 pedig a szomszédos szerkezetbeli hatszögek közepe alatt helyezkedik el.

Moiré-effektus

Az optikában jólismert, látványos jelenségnek lehetünk tanúi, ha egymáshoz képest kissé elforgatva helyezünk egymásra két periodikus rácsot. Ilyenkor megjelenik egy új, nagyobb periódusú szuperrács, amit moiré mintázatnak hívunk (**6. ábra**). Például ha két d rácsállandóval (ez nem azonos az atomtávolsággal!) jellemezhető grafénrácsot pakolunk egymásra, egymáshoz képest θ szöggel elforgatva, akkor a megjelenő interferencia-mintázat D szuperperiódusa:

$$D = \frac{d}{2 \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)} \quad (5)$$

Ez a jelenség jól vizsgálható STM-el is, gyakran egymásra pakolt 2 dimenziós rétegek (grafén, hexagonális bór-nitrid, molibdén-diszulfid, stb.) egymáshoz képesti elforgatási szögének meghatározására használják.



6. ábra. Két egymáson fekvő, egymáshoz képest Θ szöggel elforgatott, d rácsállandójú grafén rácson kialakuló, D periódusú szuperrács (moiré mintázat).

Feladatok

- 1.) Mérje meg grafit (HOPG) minta felületi topográfiáját különböző maximális függőleges pásztázási tartomány (z_{limit}) értékekkel, és ennek függvényében vizsgálja az elérhető függőleges felbontás változását!
- 2.) Keressen a HOPG felületén atomi lépcsőket, és határozza meg, hány rétegnek felel meg a különbség!
- 3.) Atomi felbontású mérések felvételéből határozza meg a szén atomok távolságát a kristályrácsban!
- 4.) Az előzetesen a grafitra helyezett grafénon megfigyelhető moiré mintázatból határozza meg a két réteg közti elfordulás szögét!

Függelék

A Függelékben technikai részletek találhatóak, ami a mérés elvégzéséhez (a mérésvezető segítségével), valamint az eredmények kiértékeléséhez nyújtanak segítséget.

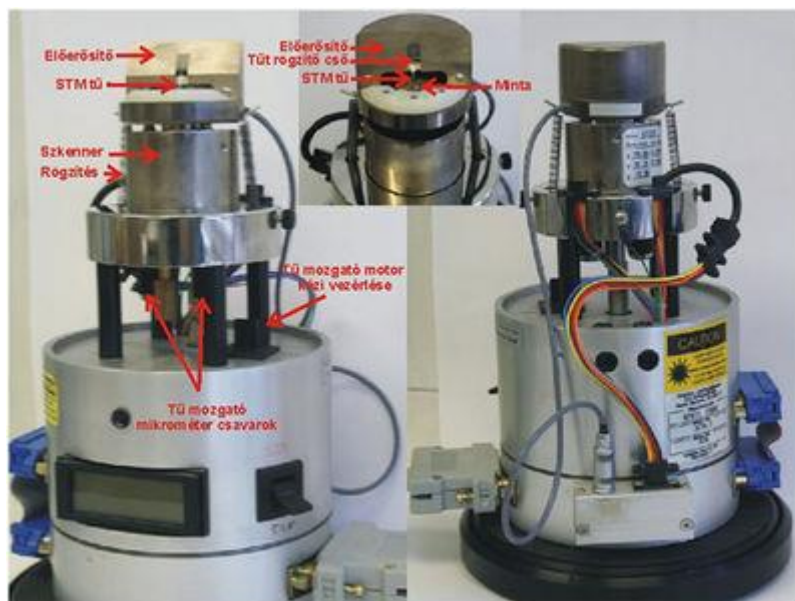
Műszerek

A mérésekhez egy [Veeco](#) (DI) gyártmányú **Nanoscope 3** STM/AFM készülékkel rendelkezünk. Ennek jellemzője a moduláris felépítés, ami lehetővé teszi, hogy különféle pásztázó fejeket, vezérlő elektronikákat és számítógépeket illeszthessünk össze. A berendezés szabad levegőn működik. Esetünkben a mérőfej 15x15 mikron vízszintes és 3 mikron függőleges tartomány pásztázását teszi lehetővé, de ez egyszerűen kicserélhető nagyobb tartomány pásztázására képes fejre is.

A **rezgéscsillapító** alapvető feladata, hogy a külvilág felől érkező mechanikai vibrációkat távol tartsa a tulajdonképpeni STM-től, illetőleg elfogadható szintűre csillapítsa azokat. Ez nagyon fontos része a készüléknek, hiszen a mintát letapogató tű mindössze *nm*-es távolságban kell a minta felületétől mozgatnunk, ezért ha a rezgések ennél nagyobb amplitúdójú relatív elmozdulását okozzák a tűnek és a mintának, akkor a tű beleszaladhat a mintába, ami természetesen a tű hegyének letompulását és a minta lokális roncsolódását okozza. Egészen kisfrekvenciás zavarok esetén a helyzet azért drámainak nem mondható, ugyanis a mindenkorli tű-minta távolságot egy néhány *kHz* frekvenciával reagálni képes negatív visszacsatolás szabályozza. Tehát amíg a rázkódásból eredő relatív elmozdulások nem túl gyorsak és nem lépik túl a szabályozási tartományt, addig az STM megőrzi működőképességét. Sajnos azonban a működőképesség megőrzése még nem jelent optimális működést, ugyanis a sikeresen kompenzált mechanikai rezgés esetén is hozzáadódik a hasznos jelhez a zavaró jel, ami különféle, nem valós periodikus struktúrák megjelenését eredményezi az STM képen. Így tehát elsőrendű feladatunk, hogy a hangfrekvenciás rezgések szintjét *nagyságrendekkel* csillapítsuk, az infrahangokét pedig annyira, amennyire módunkban áll. A csillapítás elvi alapja az, hogy mérsékeljük az STM fejre ható, a külső vibrációkból eredő *gyorsító erőt*, rugalmas felfüggesztés közbeiktatásával.




Az **STM mikroszkóp fejben** (7. ábra) található a készülék "lelke", amely nem más, mint a letapogató tű. Ez voltaképpen egy, az egyik végén atomi léptékben hegyes vékony wolfram, platina-ródium vagy platina-irídium drót. Az STM tűt a mérőfejen található csövecskébe helyezük. Felvetődik a kérdés, hogy hogyan lehet ilyen jól kihegyezni egy drótot? Nos, erre léteznek különféle módszerek (pl. elektrokémiai maratás). Mi a közönséges mechanikai hegyezéshez folyamodunk, a drótot egy éles ollóval, távolító mozdulattal kombináltan elvágjuk. A tűket optikai mikroszkóp alatt ellenőrizzük. Természetesen, nincs arra garancia, hogy az optikailag tökéletesnek látszó tű akárcsak elfogadható is legyen, hiszen az optikai mikroszkópban csak kb. mikronos felbontásban láthatjuk a tű végét, vagyis mintegy 3-4 nagyságrenddel durvábban a kelleténél. A gyakorlat azonban azt mutatja, hogy egy ügyes kezű ember minden második-harmadik hegyezése bizonyos mérésekhez elfogadható tűt eredményez. A tű végének keresztmetszete általában nem körszimmetrikus, hanem valamilyen irányban elnyújtott. A mindkét irányban egyformán hegyes tű sokkal ritkábban sikerül. A mechanikai hegyezéssel előállított tűk jellegzetes hibája, hogy a végükön egymás mellett több ún. nano-csúcs is lehet, amelyek közül az alagútáram az erős távolságfüggés miatt lényegében csak azon át folyik, amelyik a minta felületéhez a legközelebb van. Kellően sík mintánál (pl. HOPG) a mérés alatt végig ugyanaz maradhat az aktív nano-csúcs, miközben tagoltabb felületűeknél (pl.

csiszolt fémeknél) akár többször is megváltozhat egyetlen mérés alatt. (Ilyenkor a pásztázás kissé máshol folytatódik, mint "hiszi" azt az adatgyűjtő program.) Az előbbi tűhibákra a felvett képek minőségéből következtethetünk. Vagyis egy tű jóságát végső fokon onnan tudjuk megítélni, hogy milyen képeket tudunk vele készíteni. Ezért a megfelelő tű elkészítése meglehetősen időigényes eljárás, hiszen egy-egy próba mérés előkészítése és elvégzése sok-sok percre rúghat. Akár egy teljes napot is igénybe vehet a kísérletezés, amíg végre szert teszünk egy kiváló minőségű tűre. Ráadásul a tű egy szempillantás alatt bármikor tönkre is mehet, hiszen elegendő egy icipicit beleütköznie a minta felületébe. A helyzet orvoslására a méréshez 1-1 megfelelően jól hegyezett tűt eleve biztosítunk, de természetesen a diákok is próbálkozhatnak a tűhegyezéssel. A tű közvetlenül egy előerősítőhöz csatlakozik, így lecsökkenthető az alagútáramra tevődő zaj. A berendezés minimum 200 pA alagútáramon képes dolgozni, ennél kisebb áramokon látványosan lelassul az előerősítő.

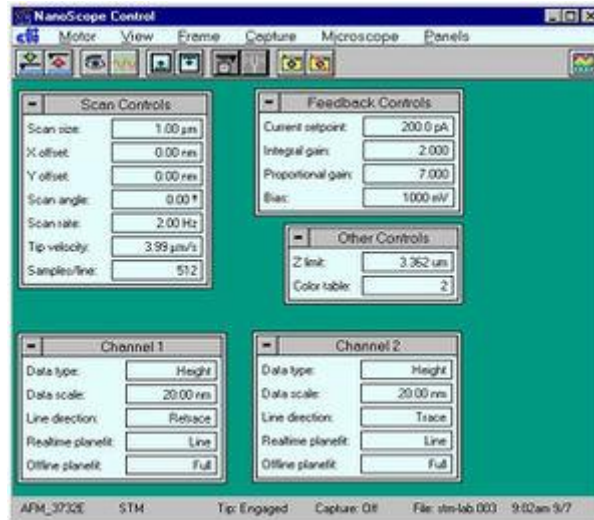


7. ábra. STM mikroszkóp fej.








A minta mechanikai mozgatását (pásztáztatását) egy *piezokerámia szkennel* cső végzi, megfelelő (maximum $\pm 220V$ -os) feszültség hatására. A tű durva közelítését és távolítását egy mikrométer csavar végzi, melyet motor működtet. Minta- illetve tűcsere esetén a tű az előerősítővel együtt levehető. Tűcsere után az előerősítőt rugókkal rögzítjük, a tűt a csavarral kb. 0.1 mm távolságra közelítjük a mintához, majd a számítógép segítségével folytatjuk a tű mozgatását.

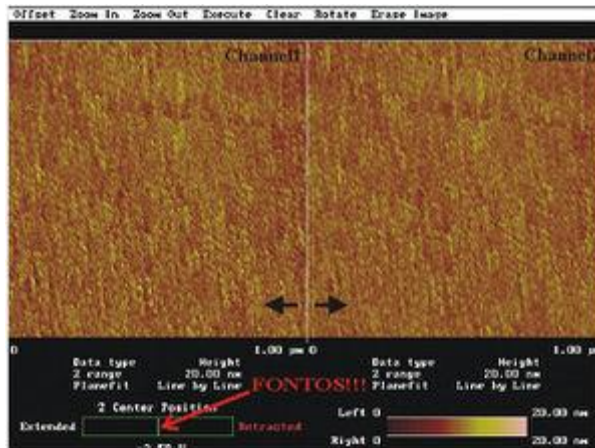
A mérés üzemmód (Realtime) a  gomb segítségével indítható, a rögzített képek (Offline) pedig a  gomb megnyomásával érhetők el. Mérés üzemmódban  (8. ábra) a **Scan Controls** ablakban állítható a pásztázási ablak mérete, a pásztázás helye, szöge, frekvenciája, sebessége és felbontása. A pásztázási sebesség (frekvencia) megválasztásánál figyelembe kell venni a visszacsatoló rendszer tehetetlenségét és a minta durvaságát, mivel a nagy sebesség a minta és/vagy a tű sérülését eredményezheti. Az STM kép felbontása 128, 256 vagy 512 pont/vonal lehet. A **Feedback Controls** ablakban állítható az alagútáram, a tű-minta feszültség és a visszacsatolás erőssége. Nagyobb Integral és Proportional Gain értékek gyorsabb

pásztázást tesznek lehetővé, viszont túl nagy értékek esetén a visszacsatoló hurok begerjed. A maximális függőleges pásztázási tartomány és a színskála az **Other Controls** ablakban állítható. Ismeretlen minta esetén érdemes a maximális függőleges tartományt használni, viszont ez gyengébb függőleges felbontást eredményez (felbontás = $Z_{limit}/2^{16}$). A **Channel** ablakokban választható a rögzített adatok típusa (magasság vagy áram), skála mérete, pásztázás iránya és a dőléskiegyenlítés módja.



9. ábra. STM mikroszkóp fej.




A mérésvezérlő program további ikonjai:  a tűt addig közelíti a mintához, amíg a beállított áram meg nem jelenik.  hatására a tű eltávolodik a mintától.  megnyomásával a készülő képet,  megnyomásával pedig az utolsó pásztázási vonalat jelenítjük meg a képernyőn.  lentről vagy fentről indítja a pásztázást.  be vagy ki kapcsolja a kép rögzítését. A képernyő alján látható a mérőfej típusa, az üzemmód, a tű állapota, képrögzítés állapota, a file neve és az idő. A file neve a **Capture**→**Capture Filename** paranccsal állítható be. Mérés közben a kijelző képernyőn (9. ábra) követhető a pásztázás. A képernyő bal oldalán az 1-es csatorna (jobbról balra pásztázás) adatai láthatók, a képernyő jobb oldalán pedig a 2-es csatorna adatai. **FONTOS** folyamatosan figyelni a képernyő bal alsó sarkában található **Z Center Position** kijelzőt, amely a piezo kerámiára kapcsolt feszültséget jelzi. Ha a piros nyíllal jelzett fehér függőleges vonal a zöld téglalap végéhez ér, akkor a kerémia maximálisan összehúzódott vagy kinyúlt és képtelen a felületet követni. A maximális függőleges tartomány (**Z limit**) növelésével vagy a pásztázási ablak (**Scan size**) csökkentésével általában javítható a helyzet. Ha ez nem sikerül, akkor a tűt fel kell húzni .



9. ábra. Kijelző képernyő.

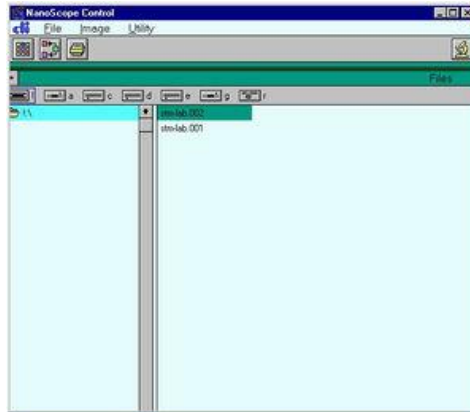
Mérés

A mérés egymást követő lépései a minta konkrét fajtájától függetlenül hasonlóak. Az általános eljárás a következő:

- 1.) Ellenőrizzük, hogy az egyes egységek helyesen vannak-e összekapcsolva, majd a főkapcsolóval egyszerre bekapcsoljuk a vezérlő elektronikát és számítógépet (hogy mielőbb felvegye az üzemi hőmérsékletet). (Ezt a gyakorlatvezető elvégzi a mérés megkezdése előtt.)
- 2.) Előkészítjük a mérendő mintát (hogy mielőbb bekövetkezhessen a mechanikai relaxációja). (Általában a gyakorlatvezető ezt is elvégzi a mérés megkezdése előtt.)
- 3.) Következő lépésként megpróbálunk előállítani egy elfogadhatóan hegyes tűt. (Bár lesz a gyakorlatvezető által előzetesen meghegyezett tű is, a diákoknak is kipróbálhatják a hegyezést.)
- 4.) Ezután egy csipesszel behelyezzük a tűt a foglalatába, a tű-minta távolságot kb. 0.1mm -re csökkentjük, majd a mérőfejet rezgésmentes asztalra helyezzük.
- 5.) Beállítjuk a kívánt pásztázási paramétereket (ablakméret, soronkénti pixelszám, pásztázási sebesség, alagútfeszültség és áram), majd aktiváljuk a durva közelítő mechanizmust .
- 6.) A mérésvezérlő szoftver automatikusan elindítja az adatgyűjtést. Amennyiben a kép megfelelő, úgy elmentjük a HDD-re . Ha a kép nem megfelelő, akkor a paraméterek állításával megpróbálunk javítani rajta. Ha ez semmiképp sem sikerül, annak leggyakoribb oka, hogy a tű szennyezett, vagy tompa. Ekkor leállítjuk a mérést ,
- 7.) A tű-minta távolságot legalább 2mm -re növeljük.
- 8.) Kivesszük a tűt és visszatérünk a 3.)-es ponthoz, vagyis a tű újbóli meghegyezéshez, vagy cseréjéhez.

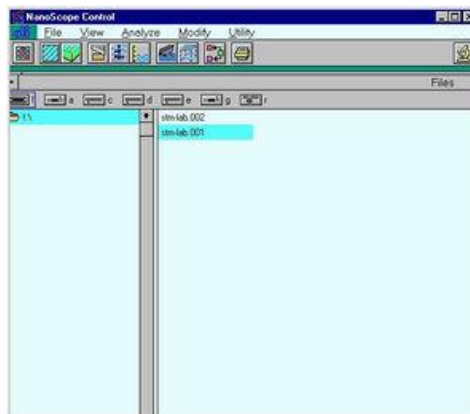
Képfeldolgozás

A rögzített képek Offline üzemmódban  a ! meghajtón található (10. ábra).








10. ábra. Offline üzemmód.

A mérési file általában két képet tartalmaz (Channel1 és Channel2), egyiket jobbról balra, a másikat balról jobbra pásztázva készítjük. A kép szűrése előtt ki kell választani egyik képet az **Image→Select Left Image** vagy **Image→Select Right Image** parancs segítségével. A kép kiválasztása után elérhetővé válnak a szűrési, mérési és megjelenítési lehetőségek (11. ábra).




11. ábra. Képfeldolgozás.


A képfeldolgozást ajánlott a **Modify→Plane fit Auto**  (felület illesztése a rögzített képhez) vagy **Modify→Flatten**  (görbe illesztése a pásztázási vonalakhoz) utasításokkal kezdeni. A képen található tüskék **Modify→Median** (mátrix szűrő) vagy **Modify→Lowpass** (nagy frekvenciákat levágó) szűrővel távolíthatók el. A különösen zajos pásztázási vonalak eltávolíthatók a **Modify→Erase Scan Lines** parancssal. A periodikus struktúrák **Modify→Spectrum 2D** Fourier szűrővel emelhetők ki. A szűrőket minden esetben körültekintően kell használni, mivel azok eltorzíthatják a képet. Távolságokat és magasságokat az **Analyze→Section** (vonalmetszet)  utasítás segítségével mérhetünk. A képek két vagy három dimenziós ábrázolásban a **View→Top View**  vagy a **View→Surface Plot** 


utasításokkal jeleníthetők meg. A képek kontrasztja bármely szűrő használatakor állítható. A képek mentésére a **Utility**→**TIFF Export** utasítás használható.

A Nanoscope program saját formátuma a megszokott képfeldolgozó programok segítségével nem nyitható ki, viszont az ingyenes [WSxM](#) 3.1-es vagy újabb programja képes kinyitni és feldolgozni a Nanoscope fájlokat. A WSxM program működése hasonlít a Nanoscope program működéséhez, viszont a megjelenése és az utasítások megnevezése eltér. A kép dőlését a teljes képhez (**Process**→**Plane**→**Global**) vagy a kép egy részéhez (**Process**→**Plane**→**Local**) illesztett sík kivonásával tudjuk eltávolítani. Szükség esetén a **Process**→**Filter**→**Fit2nd** utasítással másodfokú felületet vonhatunk ki a képből. Az egyes pásztázási vonalak magassága gyakran eltér, ezért általában érdemes végrehajtani a **Process**→**Filter**→**Flatten** parancsot. Ezzel az utasítással minden pásztázási vonalhoz egyenest (**Offset** - nincs dőlés és **Line** - van dőlés) vagy parabolát (Parabola) illesztünk, és azt kivonjuk a pásztázási vonalból. **Process**→**Filter**→**Flatten**→**Line** a **Process**→**Plane**→**Global** parancsot is helyettesíti. A képen található tüskék eltávolíthatók például a **Process**→**Filter**→**Matrix convolution**→**Smooth_3x3** átlagoló mátrixszűrővel. A kép egy részlete a **Process**→**Zoom** paranccsal nagyítható ki. Vonalmetszetet a **Process**→**Profile** paranccsal készíthetünk. A metszeten **Process**→**Measure** distance utasítással lehet megmérni két pont távolságát. A kép 3D megjelenítése a **Display**→**3D Settings and Preview** utasítással módosítható. Itt lehetőség van a kép döntésére és forgatására, valamint a megvilágítás irányának a változtatására is. 2D ábrázolásban (**Display**→**Top View**) fontos színskálát használni. A színskála a **Display**→**Info** paranccsal érhető el.

A képfeldolgozás egy másik alternatívája a [Gwyddion](#) nevű ingyenes képfeldolgozó program használata. Itt található a legfontosabb funkciók rövid összefoglalása. A fájlt megnyitva az **Info**→**Show Data Browser** utasítással megnyitható egy ablak, amiben kiválasztható az elmentett többszörös fájl egy vizsgálandó csatornája (pl. topográfia, áramkép, stb., a program alapból az 1. csatornát nyitja meg). A gyakran használt parancsok kis ikonokra kattintva elérhetőek. Az egyes pásztázási vonalak magassága gyakran eltér, ezért kattintsunk: **Align rows**


using various methods . Az előugró ablakon különböző módszerekkel igazíthatjuk egymáshoz a vonalakat. A képen előforduló horizontális vonalak eltüntetésére: **Correct**

horizontal scars , de ezzel óvatosan bánjunk, mert nagymértékben ronthatja a vonal körüli terület képminőségét. A kép dőlését korrigálhatjuk: **Level data by fitting a plane**

through three points . Ezt követően a képen három pontra kell kattintani, amiről meg vagyunk győződve, hogy 1 síkban van, ehhez vízszintezzük a többi pontot. Jól mutat néha, ha

térben jelenítjük meg az adatokat: **Display a 3D view of data** . A kép egy részletét is

kivághatjuk, további elemzéshez: **Crop data** . Állíthatjuk a színskálát, ami a z tengely

értékeit jeleníti meg: **Stretch color range to part of data** . A színpalettákat a kép melletti színskálára jobb egérr kattintással érhetjük el. A mérés kiértékeléséhez szükségünk lesz kiszűrni a periodikus jelet a zajból, ehhez: **Data Process**→**Correct Data**→**2D FFT Filtering**, és előugrik egy ablak, ahol be kell jelölnünk a várt periodikus minta Fourier-transzformált alakját (pl. bekarikázni a háromszögrács transzformáltját, ami egy hexagon).