

05;11;12

## **Полевая реконструкция плотнупакованных атомных комплексов на поверхности вольфрама**

© Т.И. Мазилова

Научно-исследовательский и конструкторский институт  
вакуумного машиностроения, Украина, Харьков

Поступило в Редакцию 27 апреля 1998 г.

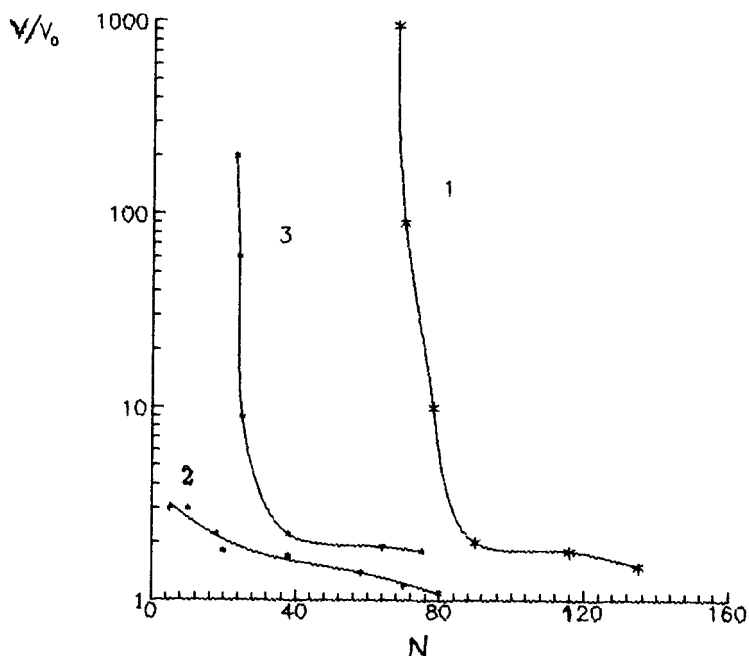
Сообщается о наблюдении методом полевой ионной микроскопии низкотемпературной полевой реконструкции атомных кластеров на плотноупакованной грани металла. Проанализирована конфигурация неплотнупакованных зигзагообразных атомных цепочек, формируемых при распаде кластеров.

Явление низкотемпературного испарения металлов в сильных электрических полях используется при формировке острых микронзондов для сканирующих туннельных, атомно-силовых микроскопов и других разновидностей сканирующих зондовых микроскопов [1,2]. С помощью полевого испарения формируется идеально атомногладкая поверхность зондов с локальными радиусами у вершины до нескольких нанометров, что позволяет реализовать атомное разрешение и стабильные эмиссионные характеристики. Для обеспечения надежности интерпретации атомно-зондовых изображений и воспроизводимости эксплуатационных параметров созданных на их базе нанотехнологических устройств необходима детальная информация о конфигурации атомных комплексов на вершине зондов, на которых локализуется туннельная эмиссия. В частности, трудности в определении поверхностных атомов могут быть связаны с явлениями поверхностной релаксации и реконструкции. Эти

явления на поверхности макроскопических объектов достаточно полно изучены с помощью метода дифракции медленных электронов [3], однако практически полностью отсутствует информация о специфике протекания атомной релаксации в поверхностных нанокластерах. В настоящей работе исследовалась низкотемпературная реконструкция атомных комплексов на плотноупакованной грани {110} микрокристаллов вольфрама, находящихся в сильных электрических полях.

Исследования проводились в двухкамерном полевом ионном микроскопе с охлаждением образцов жидким водородом и азотом. Давление остаточных газов в рабочей камере составляло  $10^{-7}$ – $10^{-6}$  Па. В качестве изображающего газа использовался гелий при давлении  $10^{-3}$ – $10^{-2}$  Па. Образцы, ориентированные вдоль направления [110], с радиусами кривизны в интервале 4.5–50 nm изготавливались электрохимическим травлением и последующим полевым испарением. Полевое испарение осуществлялось наложением постоянного положительного либо импульсного потенциала в интервале 1–25 kV. Длительность импульсов —  $0.25 \mu\text{s}$  и крутизна фронта —  $0.05 \mu\text{s}$ . Скорость испарения в постоянном режиме составляла 0.1–0.01 атомного слоя (110) в секунду. Импульсное испарение со скоростью  $10^5$ – $10^7$  sheet/s осуществлялось при напряженности поля, на 12–14% превышающей пороговую напряженность испарения в постоянном режиме.

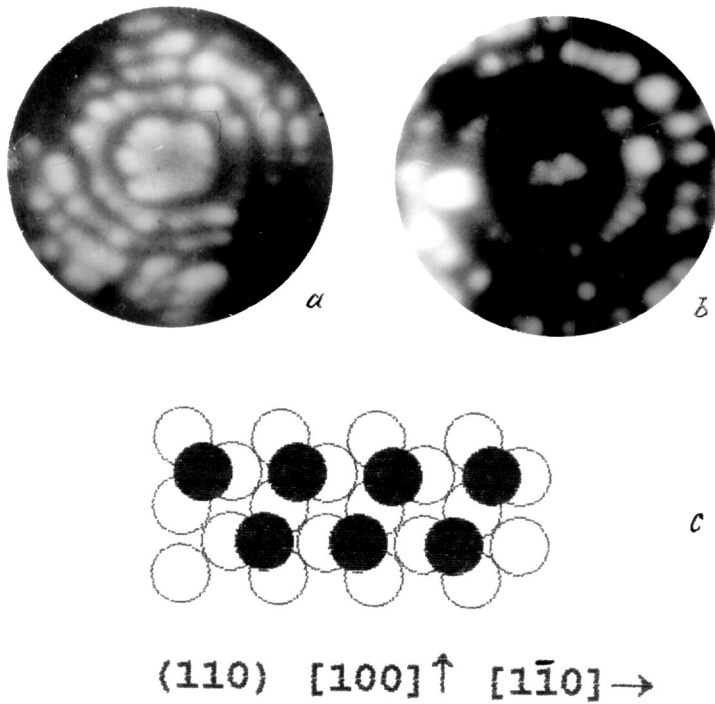
Скорость испарения атомов со ступенек граней (110) микрокристаллов с радиусами кривизны у вершины более 15 nm резко возрастала с уменьшением размеров комплекса атомов. На рис. 1 (кривая 1) представлена зависимость приведенной скорости испарения  $v/v_0$  от количества атомов  $N$  в комплексе на грани (110) микрокристалла радиусом 22 nm. Текущая  $v$  и начальная  $v_0$  скорости испарения определяются как  $dN/dt$ , где  $t$  — время. Скорость  $v_0$  измерялась непосредственно после испарения предыдущего атомного слоя. Следует отметить, что при испарении таких наноконструкций сохранялась высокая плотность упаковки, проявлявшаяся, в частности, в отсутствии атомного разрешения и вариаций контраста изображения на внутренних участках граней. Количество атомов в комплексах рассчитывалось по занимаемой ими площади поверхности. Возможность возрастания скорости полевого испарения с уменьшением радиуса ступеньки грани непосредственно следует из геометрической модели формирования поверхности полевым испарением [4], однако легко показать, что геометрический эффект по крайней мере на порядок меньше наблюдаемого явления [5]. Аналогич-



**Рис. 1.** Зависимость приведенной скорости испарения от количества атомов в комплексе при 78 К. Испарение микрокристаллов с радиусами кривизны  $R = 22$  нм (1) и  $R = 11$  нм (2) осуществлялось при постоянном напряжении; микрокристалл с  $R = 12$  нм (3) испарялся в импульсном режиме.

ный эффект наблюдался и при импульсном испарении микрокристаллов с радиусами кривизны в исследованном интервале 15–50 нм.

В связи с резким возрастанием скорости испарения ни в одном из  $10^3$  экспериментов не удалось остановить процесс полевого испарения по достижении наноконструкцией размера порядка десяти атомов. Это в значительной мере ограничивает достижимую локальность взаимодействия рабочей части микрозонда сканирующего туннельного микроскопа с исследуемой или обрабатываемой поверхностью. Однако при уменьшении радиусов исследуемых острий до 12–15 нм эффект ускоренного испарения в режиме постоянного напряжения практически исчезал: наблюдалось лишь относительно небольшое возрастание  $v/v_0$



**Рис. 2.** Формирование зигзагообразных атомных цепочек в процессе полевого испарения грани  $\{110\}$  (*a*, *b*) и схема расположения атомов в цепочке (*c*).

при уменьшении размера комплекса (рис. 1, кривая 2), обусловленное требованием сохранения сферичности испаряемой поверхности. В импульсном режиме эффект ускоренного полевого испарения сохранялся (рис. 1, кривая 3) во всем исследованном диапазоне радиусов кривизны 4.5–50 nm.

В постоянном режиме испарения острий радиусом менее 10 nm сброс напряжения при визуальном контроле процесса позволял получать атомные комплексы малых размеров вплоть до моноатомных. Комплексы в процессе испарения по достижении размера порядка десяти атомов теряли устойчивость и первоначально круговые плотноупакованные группы

атомов (рис. 2, *a*) распадались на зигзагообразные цепочки (рис. 2, *b*). Рассмотрение конфигураций зигзагообразных цепочек показало, что они имеют постоянную ширину  $0.32 \pm 0.05$  nm. При определении среднего значения ширины цепочки рассчитывался радиус кривизны на участке между выходами полюсов  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 321 \rangle$  и линейные размеры цепочек на изображении сопоставлялись с расстояниями между противоположными полюсами граней  $\{211\}$ . В импульсном режиме независимо от размеров исследуемых кристаллитов не происходила конверсия плотноупакованных кластеров в цепочки.

Конфигурация цепочек соответствовала наблюдавшимся ранее комплексам на гранях  $\{110\}$ , сформированным в результате комбинированного термополевого воздействия [6]. Анализ конфигураций подяка  $10^2$  зигзагообразных цепочек показал, что звенья цепочек формируются парами атомов. Точность непосредственного определения углов между смежными звеньями из-за частичного перекрытия изображений атомов не превышает  $10^\circ$ . Однако углы могут быть рассчитаны с учетом ширины, длины и количества атомов в зигзагообразных цепочках. Такие расчеты показывают, что углы между смежными звеньями цепочек (парами атомов) на ионно-микроскопических изображениях непрерывно изменяются с уменьшением длины цепочек. Звенья цепочек из 9–10 атомов ориентированы в пределах ошибок измерения вдоль направлений  $\langle 113 \rangle$ . По мере испарения и укорочения цепочек угол между смежными атомами непрерывно увеличивался и достигал значения  $(60 \pm 5)^\circ$ . Наблюдаемое непрерывное изменение углов между смежными атомами гантельками на ионно-микроскопических изображениях не может отражать реального распределения метастабильных положений атомов на плотноупакованной грани  $\{110\}$ . Как было показано в работе [4], в сильных электрических полях возможен переход атомов из узлов объемной кристаллической решетки в метастабильные положения, соответствующие расположению поверхностного атома над тройкой нижележащих атомов. Непрерывное изменение углов на ионно-микроскопических изображениях связано с неоднородностью локального увеличения над неосесимметричными выступами на исследуемой поверхности. По мере уменьшения длины цепочек выравниваются главные радиусы кривизны возмущенного участка эффективной электронной поверхности и уменьшается анизотропия увеличения микроскопа [7]. В соответствии с результатами анализа ионно-микроскопических изображений неосесимметричных образцов [7] угол между парами атомов на изображе-

ниях, увеличиваясь, приближается к реальному углу между звеньями зигзагообразных цепочек. На рис. 2, с приведена схема расположения атомов в рассматриваемом комплексе. Обнаружение формирования неплотноупакованных комплексов атомов вплоть до 20 К свидетельствует о возможности практически безактивационного смещения атомов на расстояния, существенно превышающие наименьшее расстояние между стабильными и метастабильными положениями поверхностных атомов [4]. Возможной причиной наблюдаемого эффекта является индуцированное электрическим полем диполь-дипольное отталкивание атомов [3] в окрестности ступенек нанокластеров.

В заключение автор выражает признательность И.М. Михайловскому за внимание к работе и полезные обсуждения.

## Список литературы

- [1] *Magonov S.N., Whangbo M.-H.* Surface Analysis with STM and AFM. Berlin: Springer-Verlag, 1996. 450 p.
- [2] *Ksenofontov V.A., Mikhailovskij J.M., Shulaev V.M.* et al. // Physics, Chemistry, and Application of Nanostructures / Eds. V.E. Borisenko et al. Minsk, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics. 1995. P. 244–245.
- [3] *Васильев М.А.* Структура и динамика поверхности переходных металлов. Киев: Наук. думка, 1988. 245 с.
- [4] *Мюллер Э., Цонг Т.* Автоионная микроскопия. М.: Metallurgiya, 1972. 360 с. (Muller E.W. and Tsong T.T. Field Ion Microscopy. New York: American Elsevier Publishing Company, 1969. 314).
- [5] *Михайловский И.М., Дранова Ж.И., Ксенофонтов В.А.* и др. // ЖЭТФ. 1979. Т. 76. № 4. С. 1309–1315.
- [6] *Nishigaki S., Nakamura S.* // Japan. J. Appl. Phys. 1975. V. 14. С. 769–772.
- [7] *Михайловский И.М., Гейшерик В.С.* // Радиотехника и электроника. 1974. Т. 19. № 7. С. 1490–1493.