Техническое описание научно-исследовательской платформы «Нанолаб»

РЦ «Физические методы исследования поверхности»

2016

Содержание

Общее описание **3**

Модуль Prevac - VG Scienta **4**

Общее описание 4

Аналитическая камера 7

Камера подготовки образцов 8

Камера загрузки образцов 10

Камера хранения образцов 10

Камера переориентации образцов 11

Камера радиального робота-раздатчика 11

Модуль Omicron **13**

Общее описание 13

Аналитическая камера 15

Камера подготовки образцов 18

Камера загрузки образцов 18

Требования к образцам. Держатели образцов. Передача образца между модулями **20**

Приложение A: чертежи аналитической камеры модуля Prevac - VG Scienta **24**

Приложение B: чертежи камеры подготовки образцов модуля Prevac - VG Scienta **29**

Приложение C: чертежи модуля Omicron **33**

Общее описание

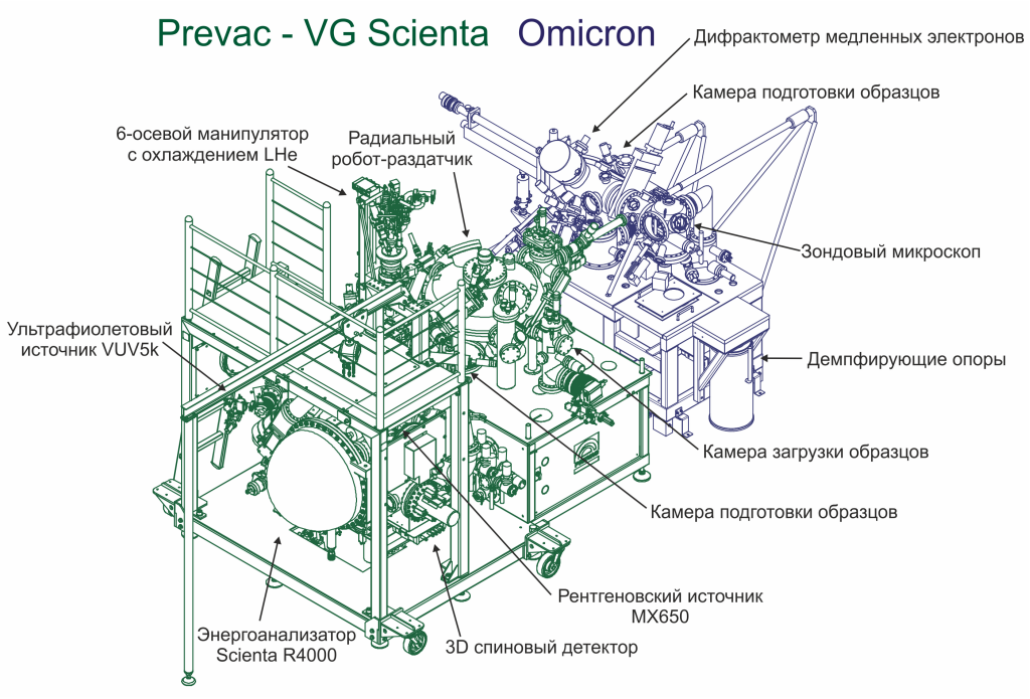


Рис. 1: Общая схема научно-исследовательской платформы «Нанолаб».

Научно-исследовательская платформа «Нанолаб» состоит из двух модулей: Prevac - VG Scienta и Omicron (см. рис. 1 и 2). Эти модули соединены для передачи образцов между ними без нарушения сверхвысоковакуумных условий и являются независимыми экспериментальными установками. Таким образом, существует возможность последовательных измерений одного и того же образца в модулях Prevac - VG Scienta и Omicron или параллельного измерения двух образцов одновременно.

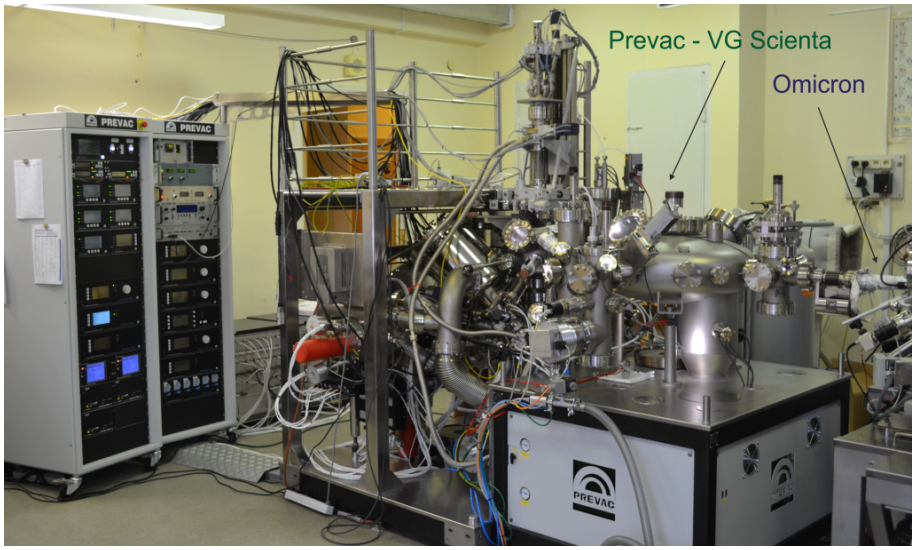


Рис. 2: Общий вид научно-исследовательской платформы «Нанолаб».

Модуль Prevac - VG Scienta

Общее описание

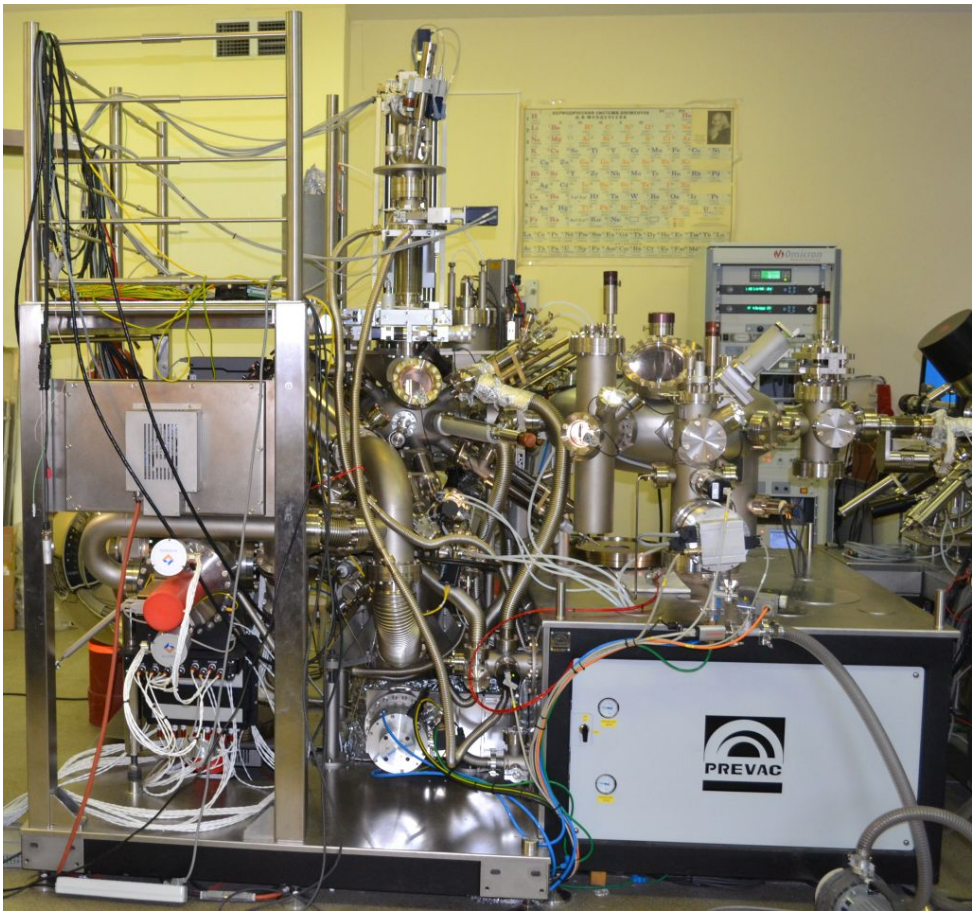


Рис. 3: Модуль Prevac - VG Scienta.

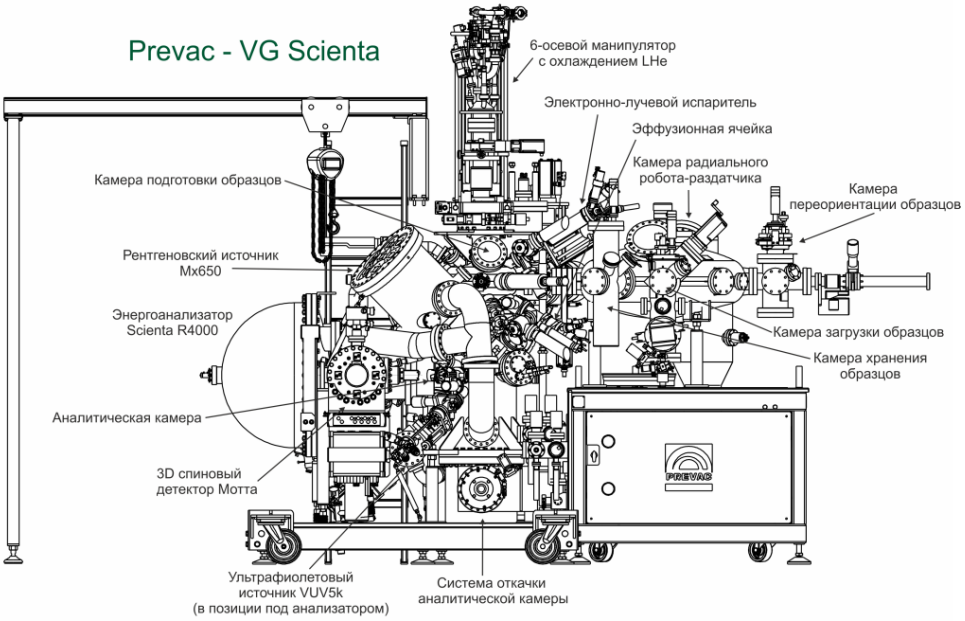


Рис. 4: Общая схема модуля Prevac - VG Scienta.

В модуле Prevac - VG Scienta реализованы следующие методы:

1. Фотоэлектронная спектроскопия остовных уровней[1] (источник излучения: VG Scienta MX 650, см. раздел «Аналитическая камера»)

2. Фотоэлектронная спектроскопия валентной зоны с угловым и спиновым разрешением[2] (анализатор: VG Scienta R4000 с 3D спин-детектором, источник излучения: VG Scienta VUV 5k см. раздел «Аналитическая камера»)

3. Дифракция медленных электронов[3] (дифрактометр: OCI BDL800IR, см. раздел «Камера подготовки образцов»)

4. Оже-электронная спектроскопия[4] (используется оптика дифрактометра OCI BDL 800IR, см. раздел «Камера подготовки образцов»)

Доступная для получения информация об объектах:

1. Электронная и спиновая структура валентной зоны и внутренних уровней

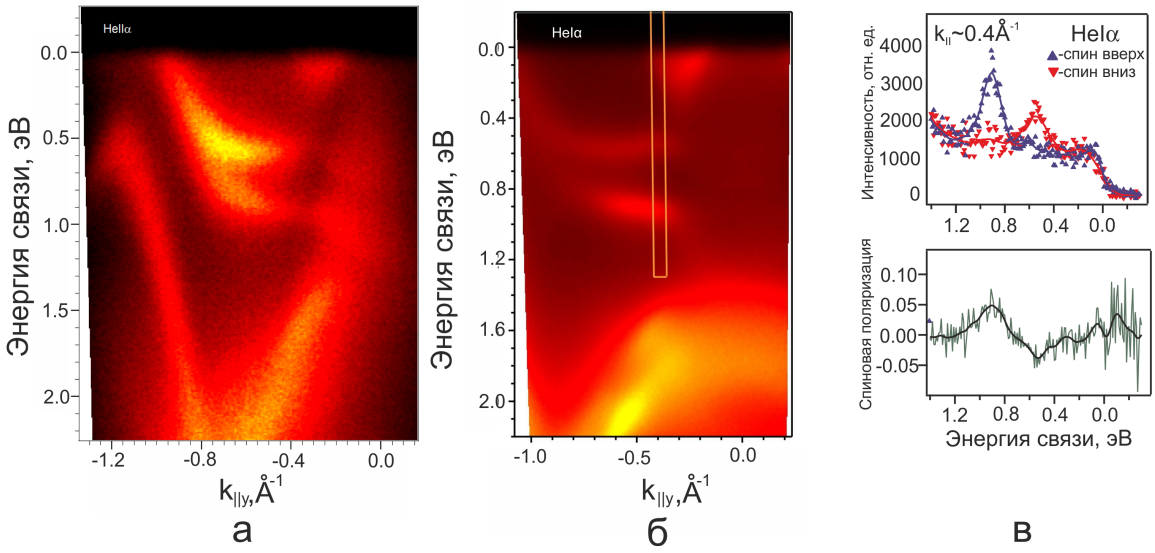


Рис. 5: Фотоэлектронные спектры со спиновым разрешением системы 1 ML Au / W(110) в направлении $\bar{\Gamma}\bar{S}$ зоны Бриллюэна: а) энергия фотонов - 40.8 эВ (линия HeIIα), б) энергия фотонов - 21.2 эВ (линия HeIα), в) спин-разрешённый спектр и его спиновая поляризация, энергия фотонов - 21.2 эВ (линия HeIα)

[1]Photoelectron spectroscopy (PES) of core levels
[2]Spin and Angle Resolved Photoelectron Spectroscopy (SARPES) of valence band
[3]Low Energy Electron Difraction (LEED)
[4]Auger Electron Spectroscopy (AES)

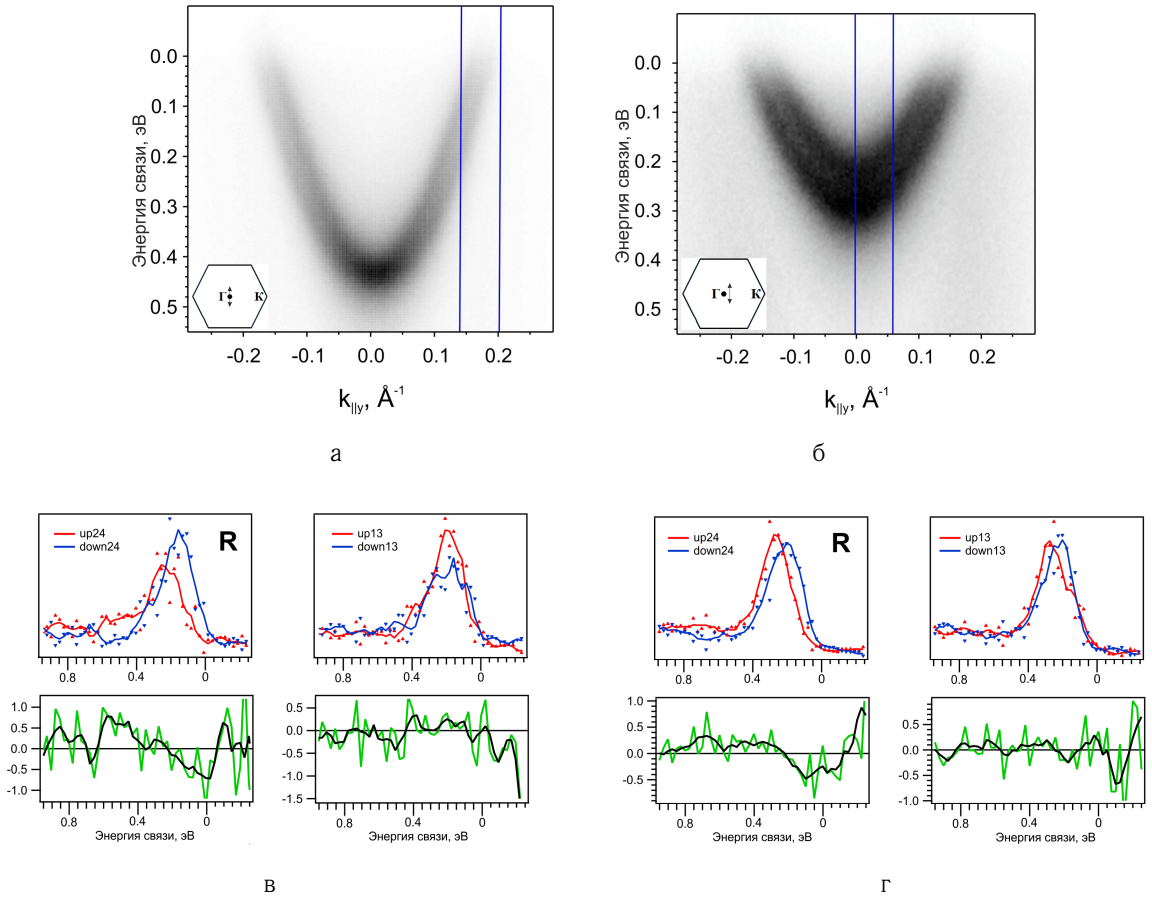


Рис. 6: Поверхностные состояния Шокли на Au(111): а) энергия фотонов - 21.2 эВ (линия HeIα), Ep=5 эВ, режим работы линз - 14°, щель - 300 (0.2 мм), б) энергия фотонов - 21.2 эВ (линия HeIα), Ep=5 эВ, режим работы линз - 14°, щель - 300 (0.2 мм), полярный угол - 3°, в) спин-разрешённые спектры для $k_{\|x} = 0$, $k_{\|y} \sim 0.17$Å^{-1}, энергия фотонов - 21.2 эВ (линия HeIα), Ep=10 эВ, режим работы линз - 14°, щель - 500 (0.5 мм), «белый» детектор, апертура #3, угол наклона - 3.5°, г) спин-разрешённые спектры для $k_{\|}$=0.15Å^{-1}, $k_{\|y} \sim 0.03$Å^{-1}, энергия фотонов - 21.2 эВ (линия HeIα), Ep=10 эВ, режим работы линз - 14°, щель - 400 (0.3 мм), «чёрный» детектор, апертура #3, полярный угол - 3.5°.

2. Кристаллическая структура

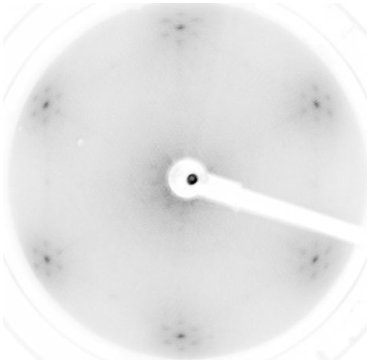


Рис. 7: Изображение ДМЭ структуры графен/Au/Co/W110. Энергия пучка - 110 эВ.

3. Химические сдвиги

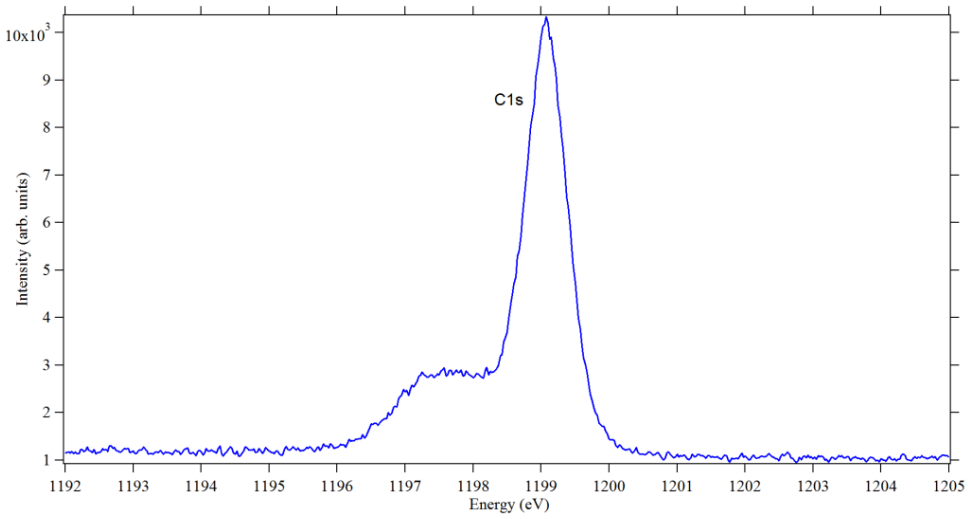


Рис. 8: Углерод, находящийся в разных химических состояниях в соединении SiC(1000).

Аналитическая камера

Экспериментальная станция состоит из четырёх камер, имеющих независимые системы откачки (см. рис. 31): аналитической камеры (см. рис. 9), камеры подготовки образцов (см. рис. 11), камеры радиального робота-раздатчика (см. рис. 14) и камеры загрузки образцов (см. рис. 12). К камере радиального робота-раздатчика подсоединены камера хранения образцов (см. рис. 13а) и камера переориентации образцов (см. рис. 13б). Базовое давление в аналитической камере - $1 - 2 \cdot 10^{-10}$ мбар.

Материал аналитической камеры: μ-металл. В ней расположено следующее оборудование (см. рис. 10):

1. Энергоанализатор VG Scienta R4000 WAL-01.1 XPS/UPS/ARPES с 3D спин-детектором
2. Монохроматизированный рентгеновский источник излучения VG Scienta MX 650: источник SAX-100 K_α-Al, монохроматор XM-780
3. Цифровая камера
4. Узкополосный высокоинтенсивный источник ультрафиолетового излучения VG Scienta VUV 5k с выдвижным капилляром
5. Электронный источник Prevac FS40A1 для компенсации заряда (с шилдом)[5]

[5] см. http://www.prevac.eu/en/2,offer/37,instruments/124,flood-source-40a1.html

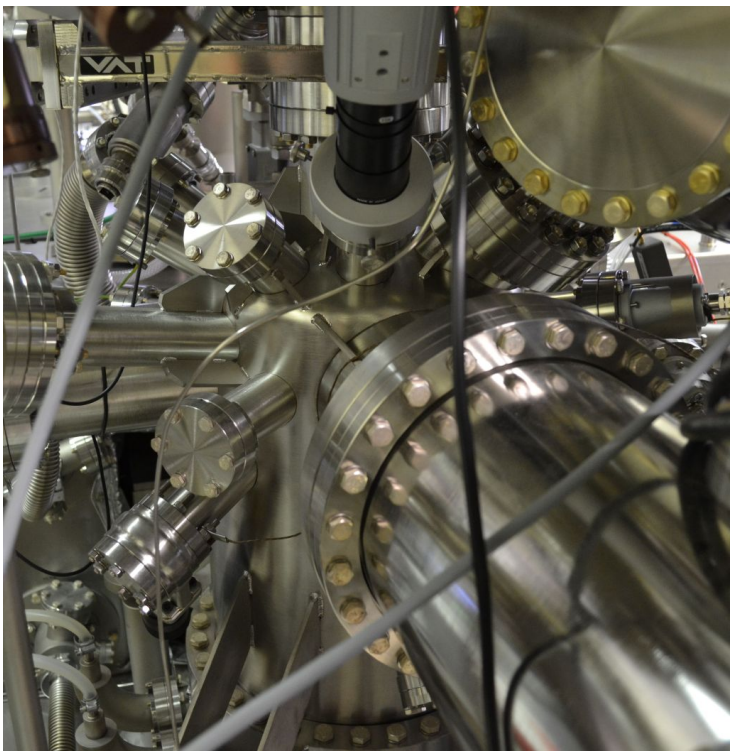


Рис. 9: Аналитическая камера модуля Prevac - VG Scienta.

6. Лазерный указатель
7. Растровый ионный источник Prevac IS40E1[6]

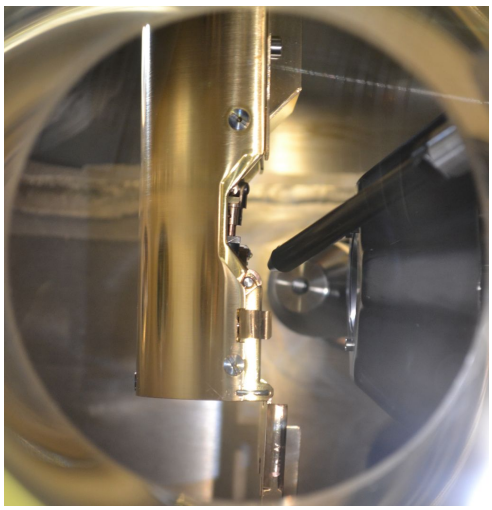


Рис. 10: Внутри аналитической камеры модуля Prevac - VG Scienta.

Камера подготовки образцов

Материал: нержавеющая сталь. В камере подготовки образцов (см. рис. 11) расположено следующее оборудование:

[6] см. http://www.prevac.eu/Media/catalog/file/en/6/rys-tech-ion-source-is40e1.pdf

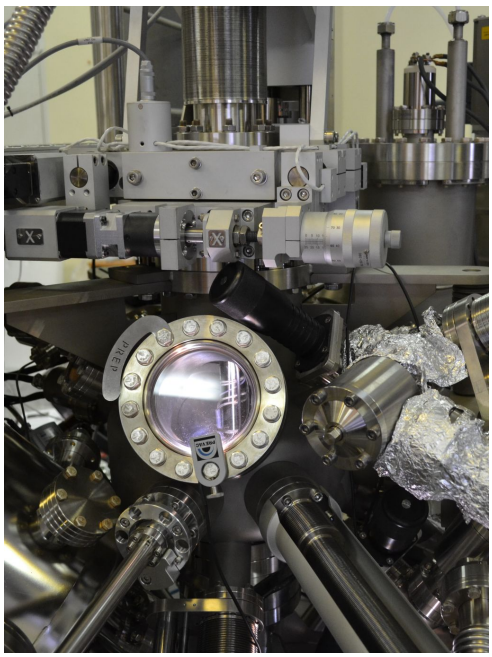


Рис. 11: Камера подготовки образцов модуля Prevac - VG Scienta.

1. Система подсчёта толщины напыления для источников Prevac TM13[7]
2. Эффузионная ячейка Prevac EF 40C1[8]
3. Электронный испаритель Prevac EBV 40A1[9]
4. Дифрактометр OCI BDL800IR с оптикой для оже-электронной спектроскопии[10]
5. Ионный источник Prevac IS 40C1[11]
6. 6-осевой моторизированный[12] манипулятор Prevac с возможностью охлаждения жидким гелием (общий с аналитической камерой)
7. Газоанализатор SRS RGA100[13]
8. Станция для высокотемпературного прогрева образцов (до 2000 °C)
9. Система перемещения образцов в камере без нарушения сверхвысоковакуумных условий

[7] см. http://www.prevac.eu/en/news,10/27,new-thickness-monitor-controller-tmc-13.html

[8] см. http://www.prevac.eu/en/2,offer/37,instruments/126,effusion-cell-ef-40c1.html

[9] см. http://www.prevac.eu/en/2,offer/37,instruments/125,electron-beam-evaporator-ebv-40a1.html

[10] см. http://www.ocivm.com/spectrometer_bdl800ir.html

[11] см. http://www.prevac.eu/en/2,offer/37,instruments/123,electron-source-40c1.html

[12] см. http://www.prevac.eu/en/2,offer/44,motor-controllers-for-simple-transfering-system/87,smcd-10.html

[13] см. http://www.thinksrs.com/products/RGA.htm

Камера загрузки образцов Prevac - VG Scienta

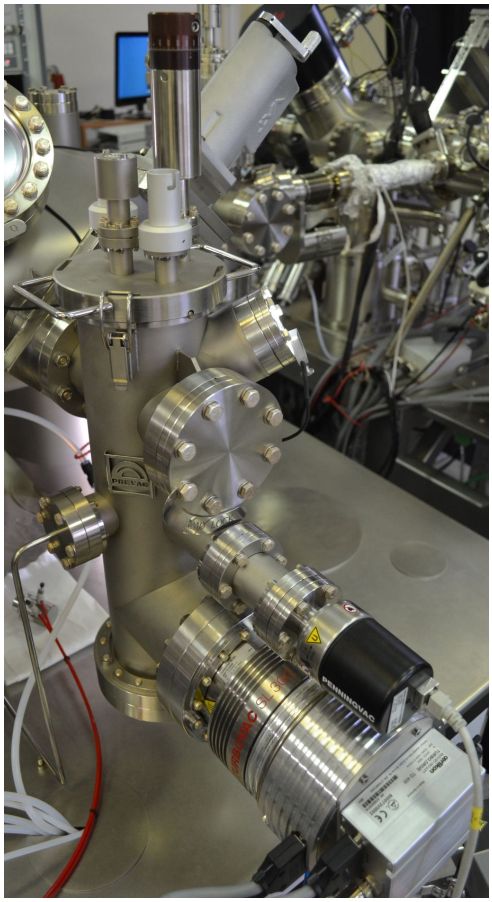


Рис. 12: Камера загрузки образцов модуля Prevac - VG Scienta.

Камера загрузки образцов (см. рис. 12) является частью системы, в которой происходит непосредственный ввод образцов с атмосферы и их выгрузка после проведения измерений. Ввод осуществляется с помощью специальной отделяемой от установки и фиксирующейся на ней с помощью витонового кольца секции. За один цикл из камеры можно извлечь до 4-х адаптеров типа PTS/OMC (см. раздел «Требования к образцам. Держатели образцов. Передача образца между модулями»). Камера ввода образцов не является сверхвысоковакуумной камерой, но при этом система откачки позволяет получить давление около $1 \cdot 10^{-8}$ мбар.

Камера хранения образцов модуля Prevac - VG Scienta

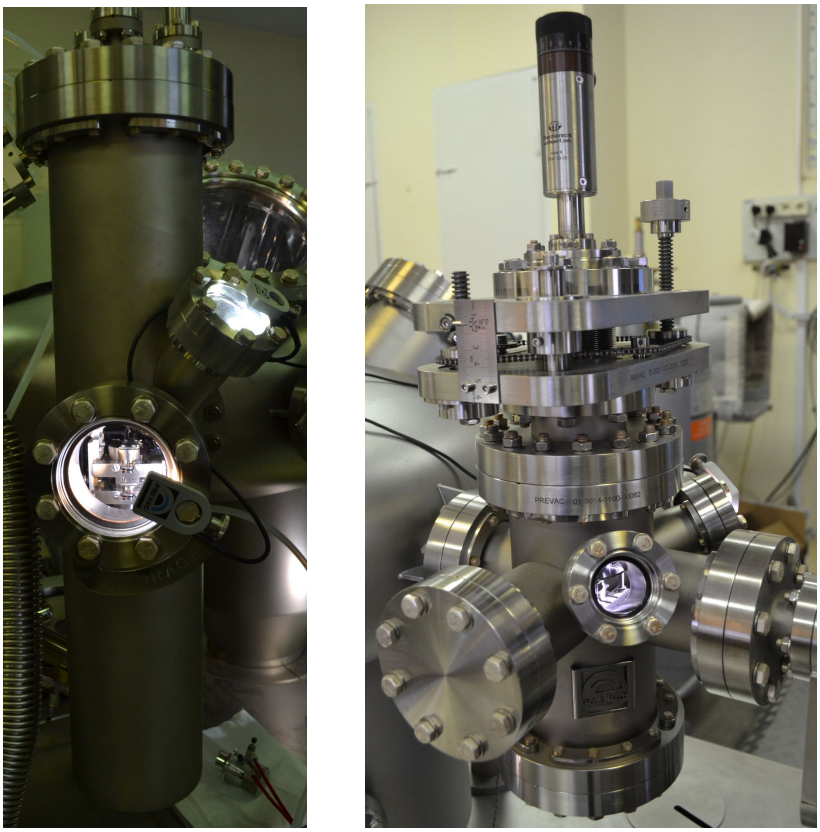
Камера хранения образцов (см. рис. 13а) предназначена для размещения образцов между экспериментами в сверхвысоковакуумных условиях. Одновременно возможно размещение до 10 адаптеров PTS/OMC (см. раздел «Требования к образцам. Держатели образцов. Передача образца между модулями»).

Камера переориентации образцов Prevac - VG Scienta

Камера переориентации образцов (см. рис. 13б) расположена между камерой радиального робота-раздатчика Prevac - VG Scienta и аналитической камерой Omicron и предназначена для временного размещения держателей во время передачи образцов между модулями.

Состав камеры переориентации образцов:

1. сверхвысоковакуумная камера
2. 2-осный манипулятор
3. окна и заглушки
4. металлический сильфон для виброизоляции
5. ручной шибер DN VAT DN40CF



а б

Рис. 13: а) камера хранения образцов, б) камера переориентации образцов

Камера радиального робота-раздатчика модуля Prevac - VG Scienta

Камера радиального робота-раздатчика (см. рис. 14) предназначена для переноса образцов между камерой загрузки образцов, камерой хранения образцов, камерой

переориентации образцов и камерой подготовки образцов.

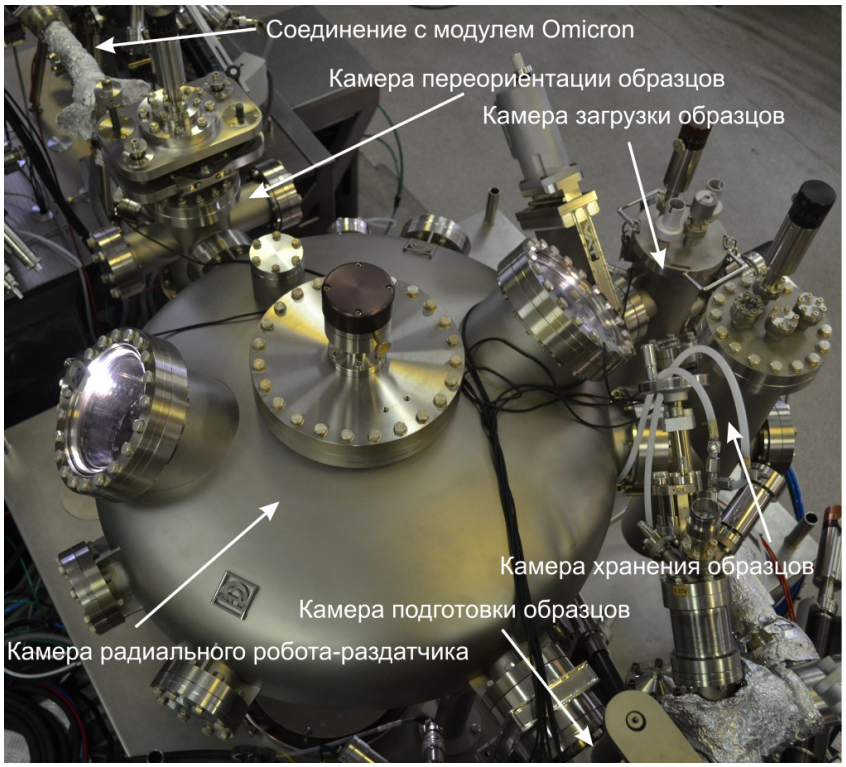


Рис. 14: Камера радиального робота-раздатчика модуля Prevac - VG Scienta вместе с камерой переориентации образцов и камерой загрузки образцов.

Модуль Omicron

Общее описание

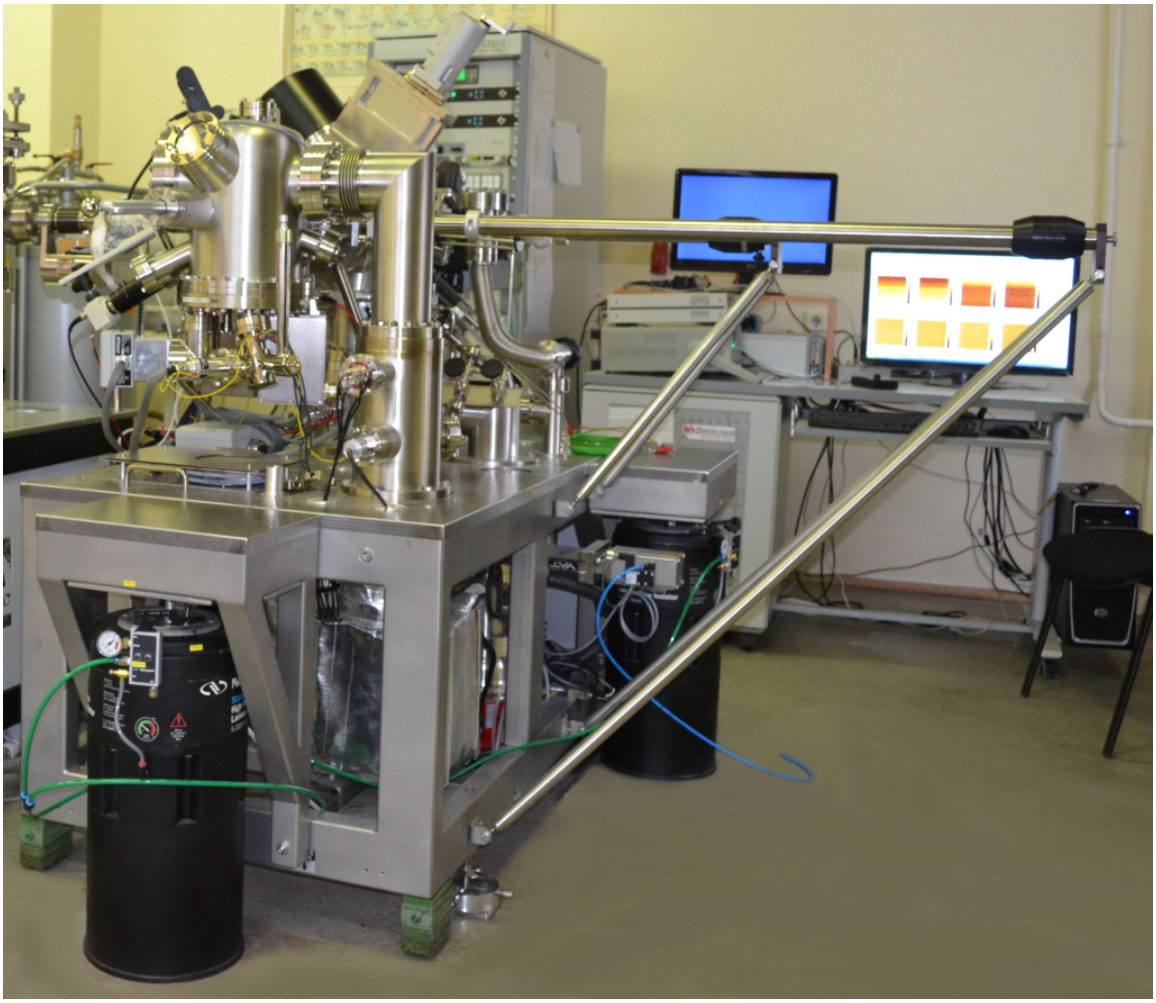


Рис. 15: Модуль Omicron.

В модуле Omicron реализованы следующие методы исследования:

1. Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)[14] и сканирующая туннельная спектроскопия (СТС)[15]: получение изображения поверхности образцов с атомарным разрешением, энергетический спектр заполненных и свободных состояний, распределение работы выхода и локальной плотности состояний с высоким латеральным разрешением

2. Атомно-силовая микроскопия (АСМ)[16] (контактный и бесконтактный режимы): получение изображения поверхности образцов (в том числе и непроводящих)

3. Дифракция медленных электронов (ДМЭ)[17]

[14]Scanning tunneling microscopy (STM)
[15]Scanning tunneling spectroscopy (STS)
[16]Atomic force microscopy (AFM)
[17]Low-energy Electron Diffraction (LEED)

4. Оже-спектроскопия[18]

Установка подключена к азотной газовой линии с возможностью независимого вентилирования камеры перезарядки и каждого из источников для напыления тонких плёнок без нарушения вакуумных условий в камере подготовки и в аналитической камере. Ионная пушка подключена к прокачиваемой аргонной газовой линии.

Доступная для получения информация об объектах:

1. информация о топографии поверхности с атомарным разрешением

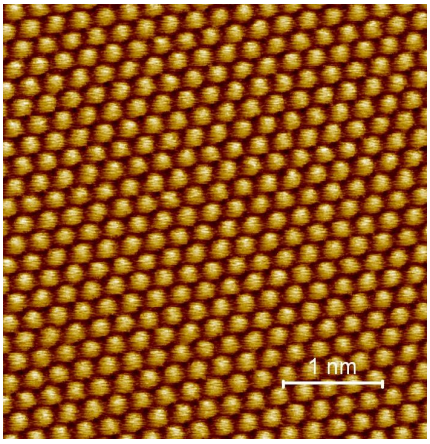


Рис. 16: СТМ-изображение (токовый канал, вольфрамовая игла) ВОПГ[20] при комнатной температуре. Параметры сканирования: туннельный ток I_t = 1.2 нА, напряжение на образце V_s = -0.2 В, коэффициент усиления интегральной составляющей цепи обратной связи - 1%, скорость сканирования - 39 нм/с.

2. информация о кристаллографической структуре и ориентации поверхности

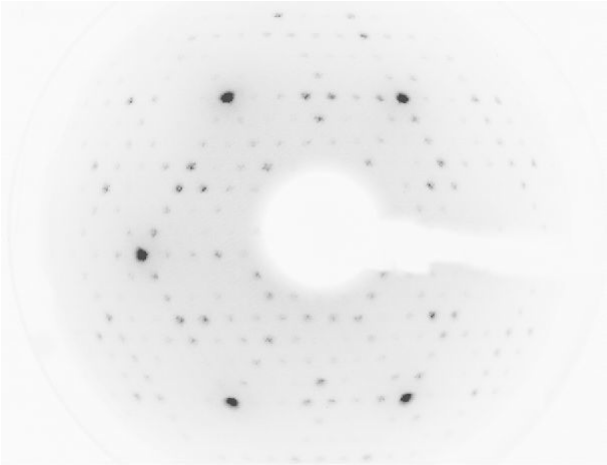
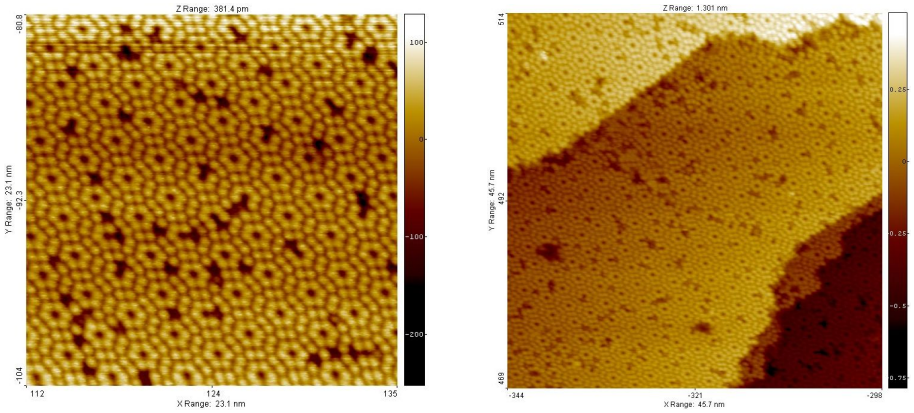


Рис. 19: Изображение ДМЭ Si(111)7×7. Энергия пучка - 50 эВ.

[18]Auger electron spectroscopy (AES)
[20]ВОПГ - высокориентированный пиролитический графит (HOPG - highly oriented pyrolitic graphite)
[22]herringbone structure - см. Felix Hanke and Jonas Björk - Phys. Rev. B **87**, 235422



а б

Рис. 17: СТМ-изображение Si(111) 7×7: а) при комнатной температуре, б) при температуре 400 К. Параметры сканирования: туннельный ток I_t = 0.3 нА, напряжение на образце V_s = -1.2 В, коэффициент усиления интегральной составляющей цепи обратной связи - 6%, скорость сканирования - 29 нм/с.

Аналитическая камера: дизайн, инструменты, проведение экспериментов

Экспериментальная станция состоит из трёх камер, имеющих независимые системы откачки: аналитической камеры (см. рис. 21), камеры подготовки образцов (см. рис. 23) и камеры загрузки образцов (см. рис. 24). Базовое давление в аналитической камере лучше чем $1 \cdot 10^{-10}$ мбар.

В аналитической камере расположено следующее оборудование (см. рис. 22):

1. сканирующий зондовый микроскоп VT AFM XA 50/500[23]
2. площадка для хранения 12 держателей образцов и зондов
3. устройство для подготовки игл для СТМ
4. цифровая макрокамера

[23] см. http://www.scientaomicron.com/en/products/variable-temperature-spm/variants#page224

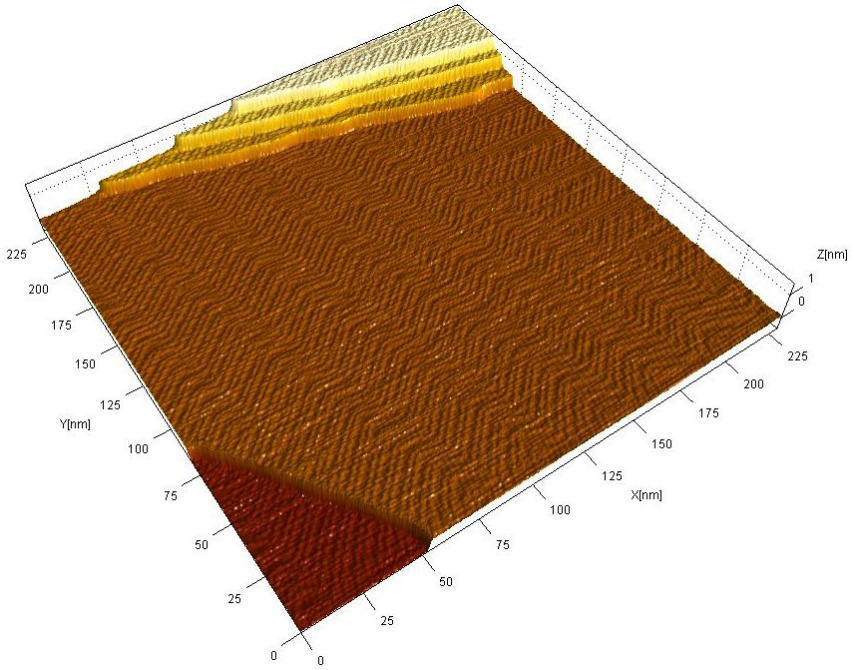


Рис. 18: СТМ-изображение Au(111) $22\times\sqrt{3}$ [22], полученное при комнатной температуре. Параметры сканирования: туннельный ток I_t = 0.3 нА, напряжение на образце Vs = -0.3 В, V, I=0.3 nA, коэффициент усиления интегральной составляющей цепи обратной связи - 1.5%, скорость сканирования - 250 нм/с.

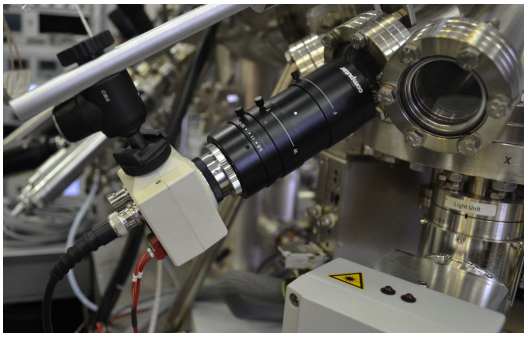


Рис. 20: Цифровая макрокамера.

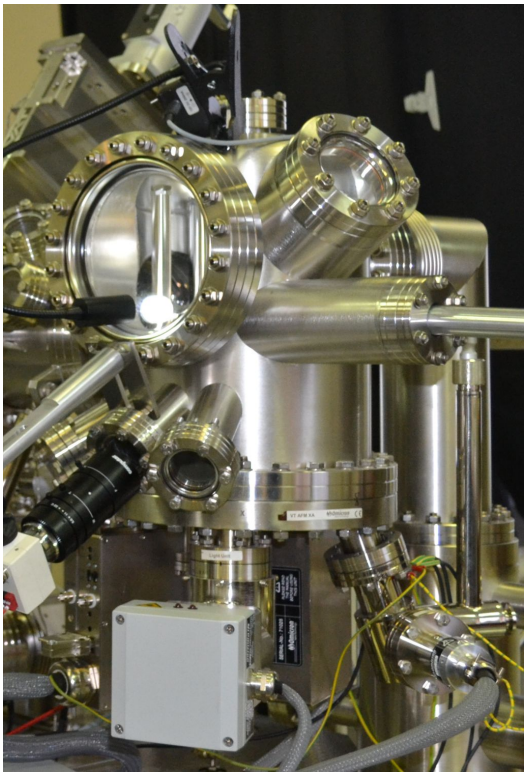


Рис. 21: Аналитическая камера Omicron.

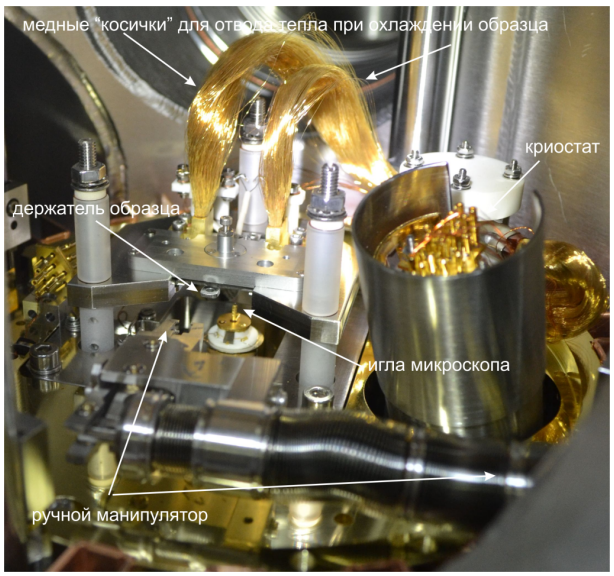


Рис. 22: Внутри аналитической камеры Omicron.

Камера подготовки образцов

В камере подготовки образцов расположено следующее оборудование:

1. четырёхсеточный дифрактометр медленных электронов Omicron SPECTALEED со встроенным Оже-электронным спектрометром[24]

2. 4-осевой манипулятор VG Scienta с прогревом до 1050 K посредством теплового излучения и возможностью прогрева проводящих образцов посредством пропускания постоянного тока

3. 3 позиции для установки источников для прецезионного (вплоть до монослоя) напыления тонких плёнок: посредством термического разогрева напыляемого вещества (WEZ[25]) и посредством электронной бомбардировки (EFM 3[26])

4. ионная пушка ISE 5[27] для травления поверхности образцов (энергия пучка: от 0.3 до 5 кэВ, ток пучка: до 80 μA при 5 кэВ и 25 μA при 0.5 кэВ, размер пятна: 10 мм при 5 кэВ, 15 мм при 1 кэВ)

Камера загрузки образцов

Камера загрузки образцов является частью системы, в которой происходит непосредственная загрузка образцов с атмосферы и их выгрузка после проведения измерений. При вводе, который осуществляется через фланец CF63, держатель с закреплённым образцом фиксируется на трансфере для последующей передачи в

[24] см. http://www.scientaomicron.com/en/products/spectaleed-/instrument-concept

[25] см. http://www.scientaomicron.com/en/products/wez-/instrument-concept

[26] см. http://www.scientaomicron.com/en/products/efm-3-/instrument-concept

[27] см. http://www.scientaomicron.com/en/products/ise-5-/instrument-concept

камеру подготовки образцов. За один цикл возможно извлечь из экспериментальной станции (или загрузить в неё) один держатель, находящийся на трансфере. Камера ввода образцов не является сверхвысоковакуумной камерой и не прогревается после ввода образцов, но при этом система откачки позволяет получить давление около $1 \cdot 10^{-8}$ мбар.

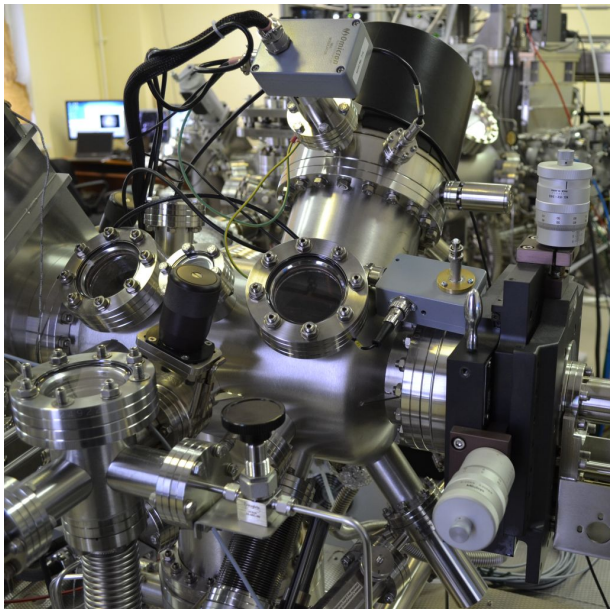


Рис. 23: Камера подготовки образцов Omicron (слева снизу - камера загрузки образцов).

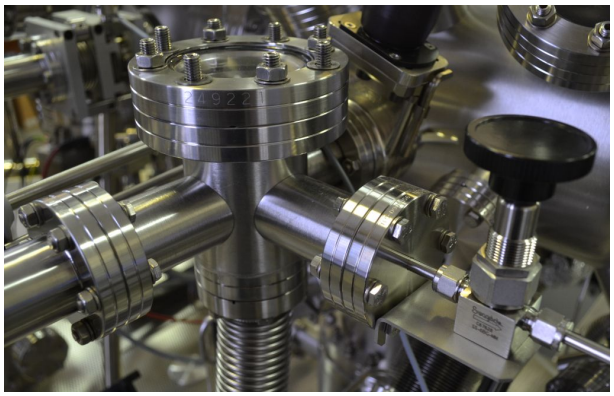


Рис. 24: Камера загрузки Omicron.

Требования к образцам. Держатели образцов. Передача образца между модулями

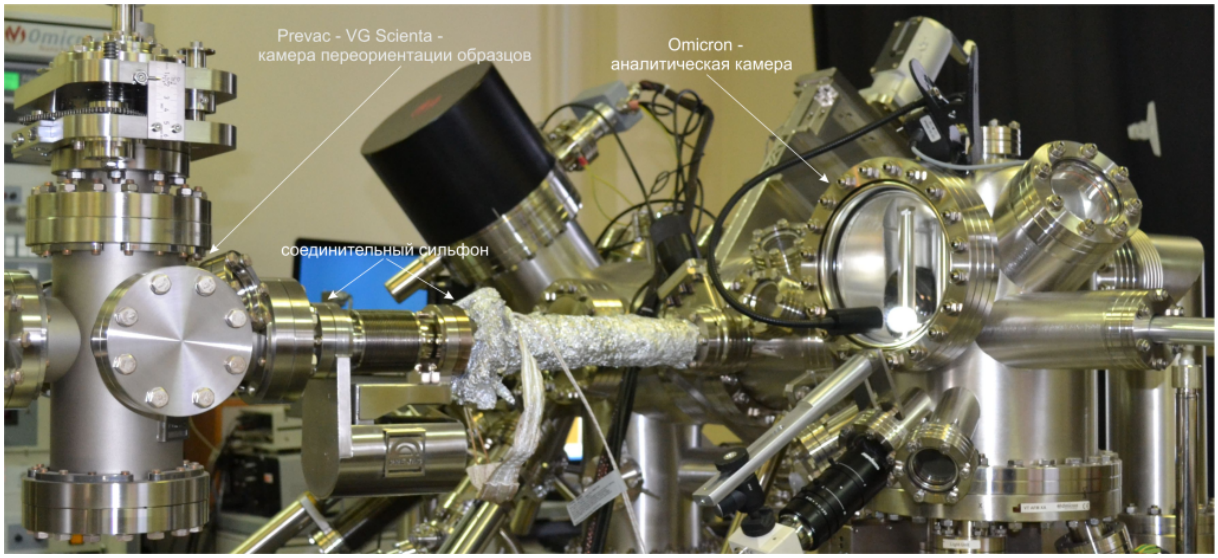
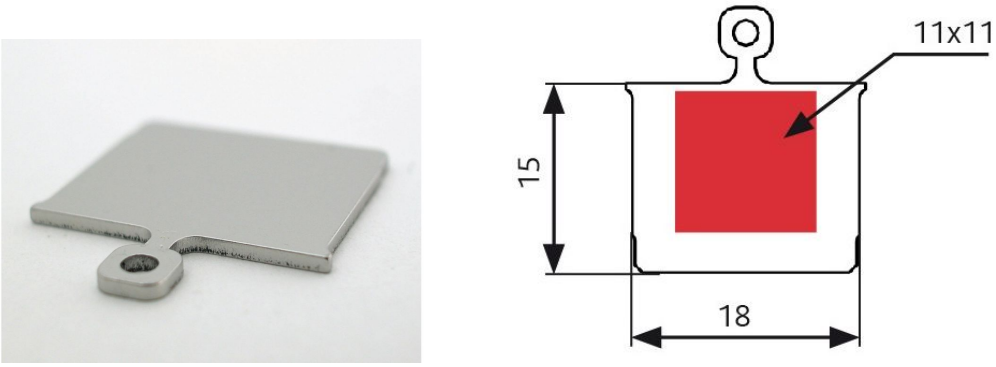


Рис. 25: Соединительный сильфон между модулями Prevac - VG Scienta и Omicron.

Непосредственно образцы размещаются на стандартные держатели Omicron (Omicron-type plates или OMC[28] - см. рис. 26а). Размер образца: не более 11x11 мм. вместе с элементами крепления (см. рис. 26б), толщина - до 3 мм. Возможно измерение твердотельных образцов, не нарушающих сверхвысоковакуумные условия во время измерений. Монтаж образцов на держатели может быть осуществлён как заблаговременно пользователями (держатели могут быть изготовлены согласно чертежу - см. рис. 27), так и сотрудниками ресурсного центра непосредственно перед проведением эксперимента.

[28] см. http://www.scientaomicron.com/en/products/multiprobe-systems-general-information/further-details#page279



а б

Рис. 26: Стандартный держатель Omicron (standard sample plate): а) общий вид, б) рабочая область (выделена красным)

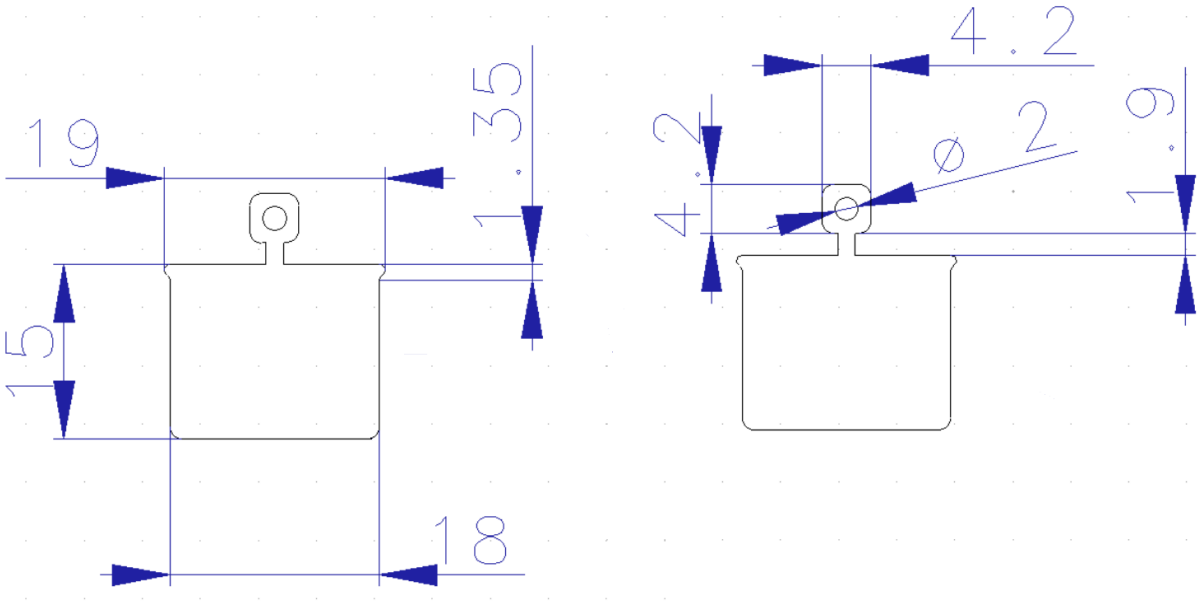


Рис. 27: Схема стандартного держателя Omicron (OMC).

Нагрев постоянным током[29], пропускаемым через образец, в модуле Omicron осуществляется на специальном держателе (см. рис. 28).

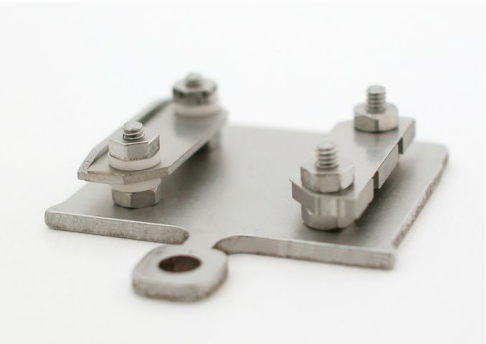
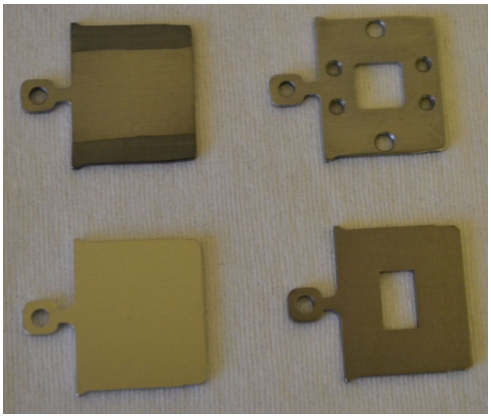


Рис. 28: Держатель для нагрева образца постоянным током (SP DC).

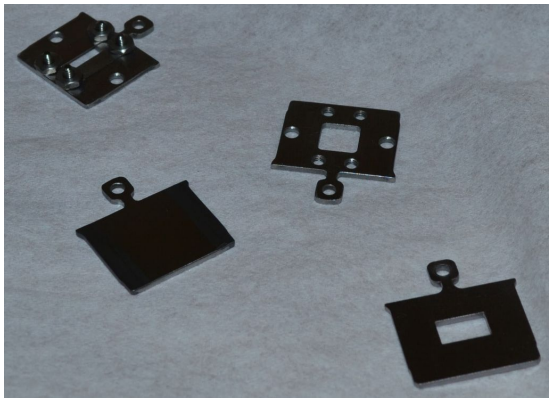
[29]direct current heating

Также в наличии имеются держатель для зажима кристаллов и держатель с отверстием для минимизации потерь тепла при нагреве образца (см. рис. 29).

На рис. 30 - держатель со смонтированным монокристаллом.



а



б

Рис. 29: Держатели для образцов: а) вид сверху: слева - стандартные держатели, справа сверху - держатель для зажима кристаллов с отверстием, справа снизу - держатель с отверстием, б) общий вид

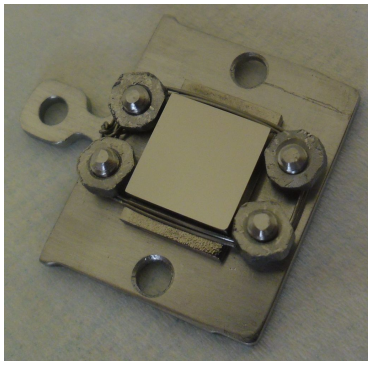


Рис. 30: Держатель с закреплённым монокристаллом.

При работе с модулем Omicron возможна загрузка 1 держателя через камеру загрузки образцов модуля Omicron. В аналитической камере модуля Omicron расположена площадка, на которой можно разместить 12 держателей.

При работе с модулем Prevac - VG Scienta используются адаптеры фирмы Prevac типа PTS/OMC, на каждом из которых размещаются по одному или по два держателя OMC. Одновременно в камеру загрузки образцов модуля Prevac - VG Scienta можно загрузить до 4-х адаптеров PTS/OMC (максимальное количество держателей OMC, которое можно разместить в этих 4-х адаптерах PTS/OMC, зависит от габаритов образцов). После получения в камере загрузки образцов необходимых вакуумных условий возможна передача адаптеров PTS/OMC по одному в камеру хранения образцов и в камеру подготовки образцов модуля Prevac - VG Scienta через камеру радиального робота-раздатчика. При перемещении в камеру хранения образцов возможно размещение адаптера на площадке хранения

(одновременно на площадке возможно разместить до 10 адаптеров PTS/OMC). При перемещении в камеру подготовки образцов 1 держатель OMC вынимается из адаптера PTS/OMC с помощью ручного манипулятора и перемещается на манипулятор модуля Prevac - VG Scienta, который далее можно переместить в аналитическую камеру модуля Prevac - VG Scienta.

Существует возможность переноса образцов без нарушения вакуумных условий между аналитической камерой модуля Omicron и камерой робота-раздатчика модуля Prevac - VG Scienta. Для перемещения из модуля Prevac - VG Scienta в модуль Omicron один адаптер PTS/OMC переносится на площадку, расположенную в камере переориентации образцов модуля Prevac - VG Scienta. Далее с помощью магнитного линейного манипулятора Omicron возможно переместить 1 держатель OMC в модуль Omicron.

На рисунке 31 изображена принципиальная вакуумная схема научно-исследовательской платформы «Нанолаб»: красным цветом отмечены вакуумные камеры, в которых осуществляется работа непосредственно с держателями OMC, зелёным - вакуумные камеры, в которых передача образцов осуществляется в адаптерах PTS/OMC, синим - вентили, позволяющие отсекать составляющие экспериментальной станции друг от друга.

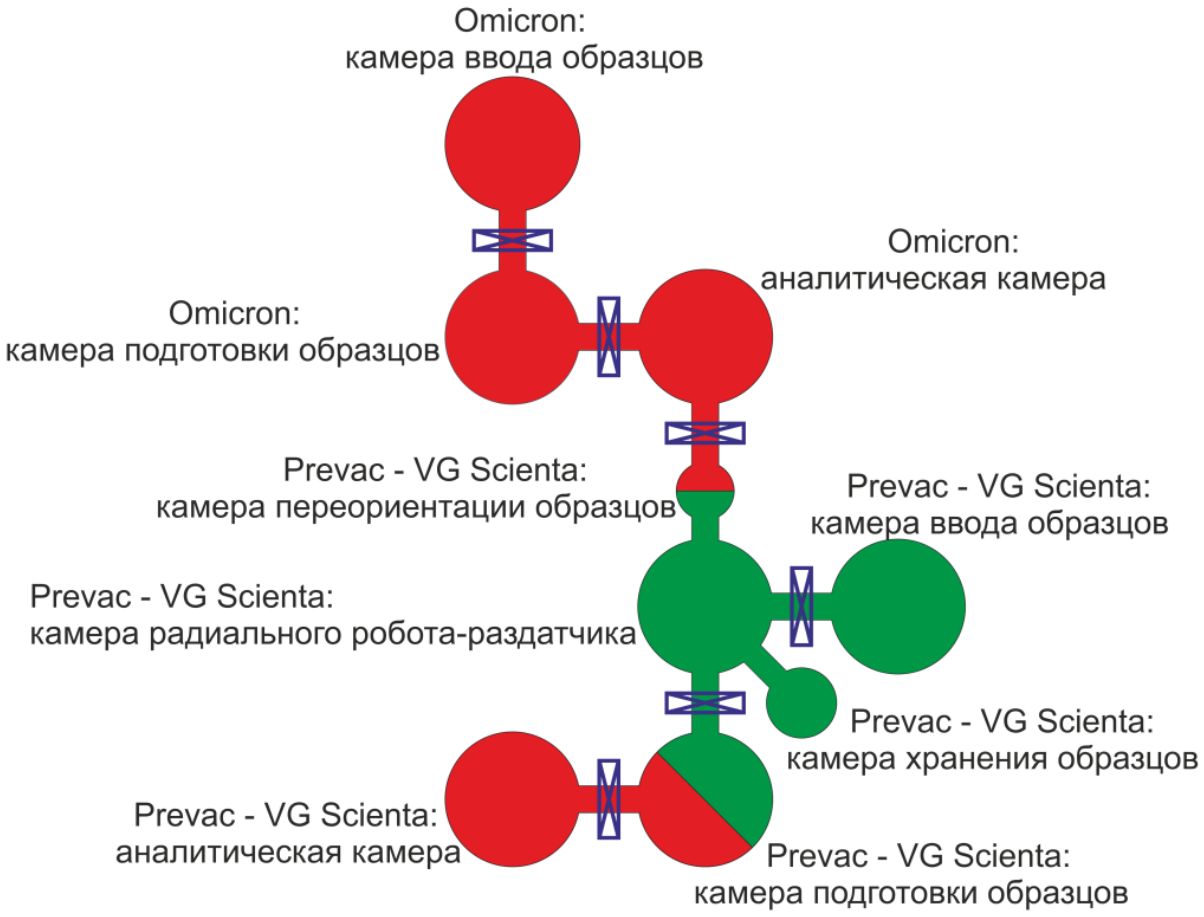


Рис. 31: Вакуумная схема экспериментальной станции "Нанолаб".