

5045

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
РЯЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РАДИОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА МИКРО- И НАНОСИСТЕМ

Методические указания
к лабораторной работе № 1

**Изучение устройства и принципов работы сканирующего
зондового микроскопа NanoEducator**

Рязань 2016

УДК 621.315.592

Методы анализа микро- и наносистем: методические указания к лабораторной работе № 1 / Рязан. гос. радиотехн. ун-т; сост.: А.П. Авачев, Н.В. Вишняков, Ю.В. Воробьев, Н.Б. Рыбин. Рязань, 2016. 16 с.

Содержат краткие теоретические сведения о методах сканирующей зондовой микроскопии, устройстве СЗМ NanoEducator, а также материалы для выполнения лабораторной работы по дисциплине “Методы анализа микро- и наносистем”.

Предназначены для студентов дневного отделения направления 11.04.04

Ил. 15. Библиогр.: 4 назв.

Сканирующая зондовая микроскопия, атомно-силовая микроскопия

Печатается по решению редакционно-издательского совета Рязанского государственного радиотехнического университета.

Рецензент: кафедра микро- и нанoeлектроники (зав. кафедрой Т.А. Холомина)

Методы анализа микро- и наносистем

Составители: А в а ч е в Алексей Петрович
В и ш н я к о в Николай Владимирович
В о р о б ь е в Юрий Владимирович
Р ы б и н Николай Борисович

Редактор Р.К. Мангутова
Корректор С.В. Макушина

Подписано в печать 30.06.16. Формат бумаги 60×84 1/16.

Бумага писчая. Печать трафаретная. Усл. печ. л. 1,0.

Тираж 50 экз. Заказ

Рязанский государственный радиотехнический университет.

390005, Рязань, ул. Гагарина, 59/1.

Редакционно-издательский центр РГРТУ.

Цель работы

Изучение конструкции и принципа работы сканирующего зондового микроскопа NanoEducator, а также получение изображения в режиме программного эмулятора.

Краткие теоретические сведения

Общая конструкция сканирующего зондового микроскопа

СЗМ состоит из следующих основных компонентов (рис. 1): 1 – зонд; 2 – образец; 3 – пьезоэлектрические двигатели x , y , z для прецизионного перемещения зонда над поверхностью исследуемого образца; 4 – генератор развертки, подающий напряжения на пьезодрайверы x и y , обеспечивающие сканирование зонда в горизонтальной плоскости; 5 – электронный сенсор, детектирующий величину локального взаимодействия между зондом и образцом; 6 – компаратор, сравнивающий текущий сигнал в цепи сенсора $V(t)$ с изначально заданным V_S , и, при его отклонении, вырабатывающий корректирующий сигнал V_{fb} ; 7 – электронная цепь обратной связи, управляющая положением зонда по оси z ; 8 – компьютер, управляющий процессом сканирования и получением изображения 9.

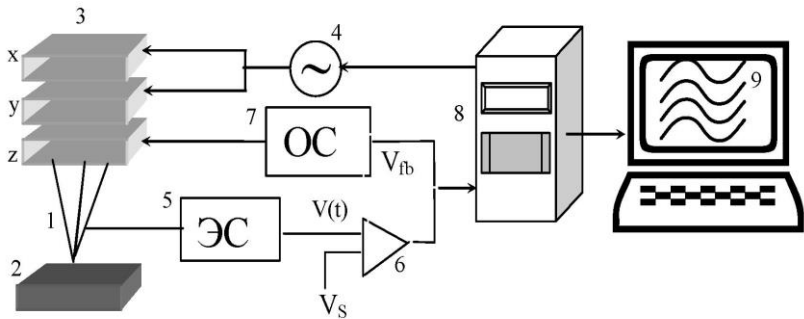


Рис. 1. Общая схема сканирующего зондового микроскопа: 1 – зонд; 2 – образец; 3 – пьезоэлектрические двигатели x , y , z ; 4 – генератор напряжения развертки на x , y пьезокерамики; 5 – электронный сенсор; 6 – компаратор; 7 – электронная цепь обратной связи; 8 – компьютер; 9 – изображение $z(x,y)$

Виды сенсоров

В основе сканирующей зондовой микроскопии лежит детектирование локального взаимодействия, возникающего между зондом и поверхностью исследуемого образца при их взаимном сближении до расстояния $\sim \lambda$, где λ – характерная длина затухания взаимодействия «зонд-образец». В зависимости от природы взаимодействия «зонд-образец» различают: сканирующий туннельный микроскоп (СТМ, детектируется туннельный ток), сканирующий силовой микроскоп (ССМ, детектируется силовое взаимодействие), ближнепольный сканирующий оптический микроскоп (БСОМ, детектируется электромагнитное излучение) и т.п. Сканирующая силовая микроскопия в свою очередь подразделяется на атомно-силовую микроскопию (АСМ), магнитно-силовую микроскопию (МСМ), электросиловую микроскопию (ЭСМ) и другие, в зависимости от вида силового взаимодействия.

Двумя основными методами зондовой микроскопии являются СТМ и АСМ.

При измерении туннельного тока в туннельном сенсоре (рис. 2) используется преобразователь ток – напряжение (ПТН), включенный в цепь протекания тока между зондом и образцом. Возможны два варианта включения: с заземленным зондом, когда напряжение смещения подается на образец относительно заземленного зонда, или с заземленным образцом, когда напряжение смещения прикладывается к зонду относительно образца.

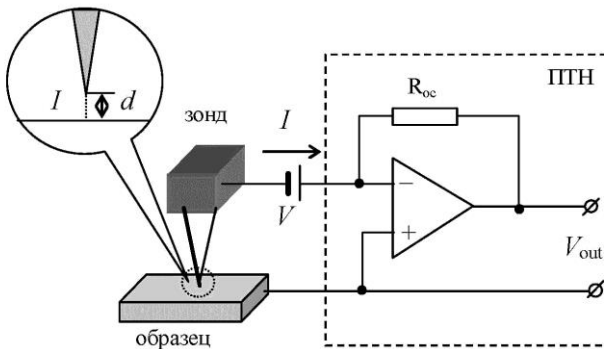


Рис. 2. Схема туннельного сенсора

Традиционным датчиком силового взаимодействия является кремниевая микробалка (консоль или кантилевер от англ. cantilever - консоль) с оптической схемой регистрации величины изгиба кантилевера, возникающего вследствие силового взаимодействия между образцом и зондом, расположенным на конце кантилевера (рис. 3).

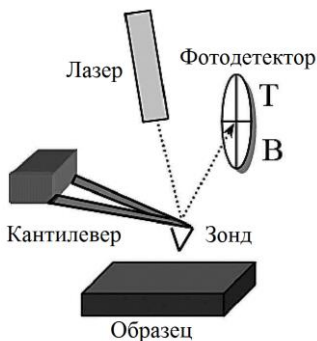


Рис. 3. Схема силового сенсора

Различают контактный, неконтактный и прерывисто-контактный («полуконтактный») способы проведения силовой микроскопии. Использование контактного способа предполагает, что зонд упирается в образец. При изгибе кантилевера под действием контактных сил отраженный от него луч лазера смещается относительно центра квадрантного фотодетектора. Таким образом, отклонение кантилевера может быть определено по относительному изменению освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора.

При использовании неконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия дальнедействующих притягивающих сил. Силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил. Поэтому для их детектирования обычно используется модуляционная методика. Для этого с помощью пьезовибратора кантилевер раскачивается по вертикали на резонансной частоте. Вдали от поверхности амплитуда колебаний кантилевера имеет максимальную величину. По мере приближения к поверхности вследствие действия градиента сил притяжения резонансная частота колебаний кантилевера изменяется, при этом уменьшается амплитуда его колебаний. Эта амплитуда регистрируется

с помощью оптической системы по относительному изменению переменной освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора.

При «полуконтактном» способе измерений также применяется модуляционная методика измерения силового взаимодействия. В «полуконтактном» режиме зонд частично касается поверхности, находясь попеременно как в области притяжения, так и в области отталкивания.

Существуют и другие, более простые способы детектирования силового взаимодействия, при которых происходит прямое преобразование силового взаимодействия в электрический сигнал. Один из таких способов основан на использовании прямого пьезоэффекта, когда изгиб пьезоматериала под действием силового взаимодействия приводит к появлению электрического сигнала.

Пьезоэлектрический двигатель. Сканеры

Для контролируемого перемещения иглы на сверхмалых расстояниях в СЗМ используются пьезоэлектрические двигатели. Их задача – обеспечить прецизионное механическое сканирование зондом исследуемого образца путем перемещения зонда относительно неподвижного образца или перемещения образца относительно неподвижного зонда.

Работа большинства пьезоэлектрических двигателей, применяемых в современных СЗМ, основана на использовании обратного пьезоэффекта, который заключается в изменении размеров пьезоматериала под действием электрического поля.

Конструкции из пьезокерамик, обеспечивающие перемещение по трем координатам x , y (в латеральной плоскости образца) и z (по вертикали), называются «сканерами». Существует несколько типов сканеров, наиболее распространенными из которых являются треногий и трубчатый (рис. 4).

В треногом сканере перемещения по трем координатам обеспечивают расположенные в ортогональную структуру три независимые пьезокерамики.

Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или

сжатия трубки по оси z . Электроды, управляющие перемещениями трубки в x и y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки (рис. 4 б).

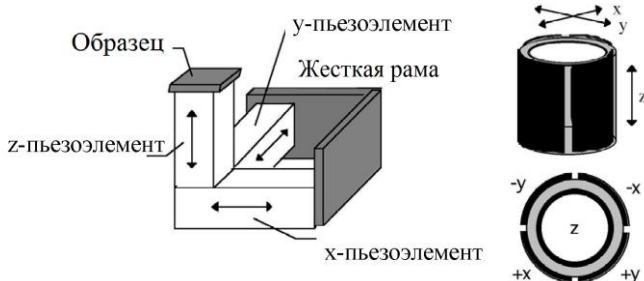


Рис. 4. Основные конструкции сканеров: а – треугольный, б – трубчатый

Для изгиба трубки в направлении x , на $+x$ керамику подается напряжение для удлинения одной из ее сторон. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении y . Смещения в x и y направлениях пропорциональны приложенному напряжению и квадрату длины трубки. Движение в z направлении генерируется подачей напряжения на электрод в центре трубки. Это приводит к удлинению всей трубки пропорционально ее длине и приложенному напряжению.

Процесс сканирования поверхности в СЗМ (Рис. 5) имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), затем переходит на следующую строку (кадровая развертка). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, подаваемых с генератора развертки (обычно цифроаналогового преобразователя). Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

К числу основных параметров, выбираемых перед началом сканирования, относятся:

- размер скана;
- число точек на линии N_x и линий в скане N_y , определяющее шаг

сканирования Δ ;
- скорость сканирования.

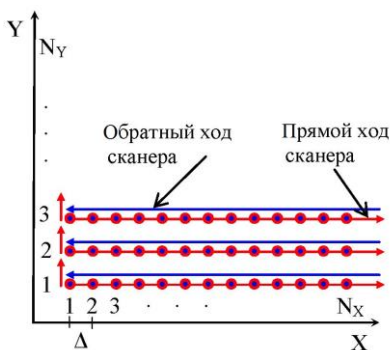


Рис. 5. Схематическое изображение процесса сканирования

Параметры сканирования выбираются исходя из предварительных данных (размера характерных поверхностных особенностей), которые имеются у исследователя об объекте исследования.

При выборе размера скана необходимо получить наиболее полную информацию о поверхности образца, т.е. отобразить наиболее характерные особенности его поверхности.

Число точек сканирования (N_x , N_y) выбирается таким образом, чтобы шаг сканирования Δ (расстояние между точками, в которых производится считывание информации о поверхности) был меньше характерных ее особенностей, иначе произойдет потеря части информации, заключенной между точками сканирования. С другой стороны, выбор излишнего количества точек сканирования приведет к увеличению времени получения скана.

Скорость сканирования определяет скорость движения зонда между точками, в которых производится считывание информации. Излишне большая скорость может привести к тому, что система обратной связи не будет успевать отводить зонд от поверхности, что приведет к неправильному воспроизведению вертикальных размеров, а также к повреждению зонда и поверхности образца. Малая скорость сканирования приведет к увеличению времени получения скана.

Система обратной связи

В процессе сканирования зонд может находиться над участками поверхности, имеющими различные физические свойства, в результате чего величина и характер взаимодействия зонд – образец будут изменяться. Кроме того, если на поверхности образца есть неровности, то при сканировании будет изменяться и расстояние ΔZ между зондом и поверхностью, соответственно будет изменяться и величина локального взаимодействия.

В процессе сканирования производится поддержание постоянной величины локального взаимодействия (силы или туннельного тока) с помощью системы отрицательной обратной связи. При приближении зонда к поверхности сигнал сенсора возрастает. Компаратор (рис. 1) сравнивает текущий сигнал сенсора с опорным напряжением V_s и вырабатывает корректирующий сигнал V_{fb} , используемый в качестве управляющего для пьезопривода, который отводит зонд от поверхности образца. Сигнал для получения изображения топографии поверхности берется при этом из канала z-пьезопривода.

Отклик системы обратной связи на возникновение сигнала рассогласования определяется константой цепи обратной связи K (в приборе NanoEducator - **Feed Back Loop Gain**). Чем больше значение K , тем точнее цепь обратной связи обрабатывает черты сканируемой поверхности и тем достовернее данные, получаемые при сканировании. Однако при превышении некоторого критического значения K система обратной связи проявляет склонность к самовозбуждению, т.е. на линии скана наблюдается зашумленность.

Формат СЗМ данных, способы обработки и представления результатов эксперимента

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра – двумерного массива целых чисел Z_{ij} (матрицы). Каждому значению пары индексов i и j соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер 200x200 или 300x300 элементов.

Визуализация СЗМ кадров производится средствами

компьютерной графики, в основном, в виде двумерных яркостных (2D) и трехмерных (3D) изображений.

Конструкция сканирующего зондового микроскопа NanoEducator

На рис. 6 представлена конструкция измерительной головки. На основании 1 расположены сканер 8 с держателем образца 7 и механизм подвода 2 на основе шагового двигателя. Подвод зонда 6, закрепленного на датчике взаимодействия 4, к образцу можно также осуществлять с помощью винта ручного подвода 3. Предварительный выбор места исследования на образце осуществляется с помощью винтов 9 и 10.

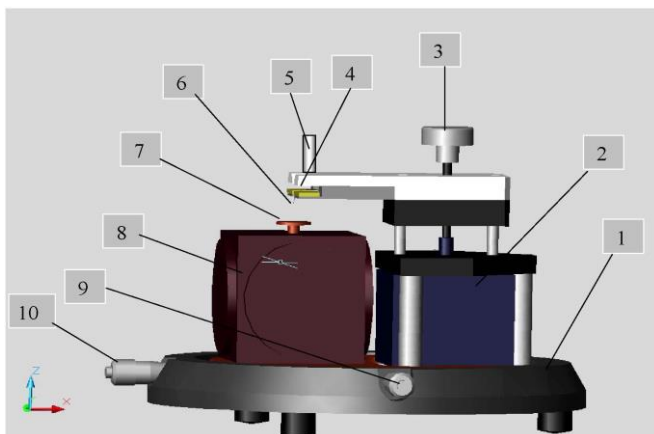


Рис. 6. Конструкция СЗМ NanoEducator: 1 – основание, 2 – механизм подвода, 3 – винт ручного подвода, 4 – датчик взаимодействия, 5 – винт фиксации датчика, 6 – зонд, 7 – держатель образца, 8 – сканер, 9, 10 – винты перемещения сканера с образцом

Универсальный датчик туннельного тока и силового взаимодействия

В приборе NanoEducator применяется универсальный датчик туннельного тока и модуляционного силового взаимодействия. Датчик выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной $l=7$ мм, диаметром $d=1.2$ мм и толщиной стенки $h=0.25$ мм, жестко закрепленной с одного

конца. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода. К свободному концу трубки прикреплена вольфрамовая проволока диаметром 100 мкм (рис. 7).

Свободный конец проволоки, используемой в качестве зонда, заточен электрохимически, радиус закругления имеет величину 0.2 ± 0.05 мкм. Зонд имеет электрический контакт с внутренним электродом трубки, соединенным с заземленным корпусом прибора. При измерении туннельного тока пьезотрубка играет роль жесткой пассивной консоли. Электрическое смещение прикладывается к образцу относительно заземленного зонда.

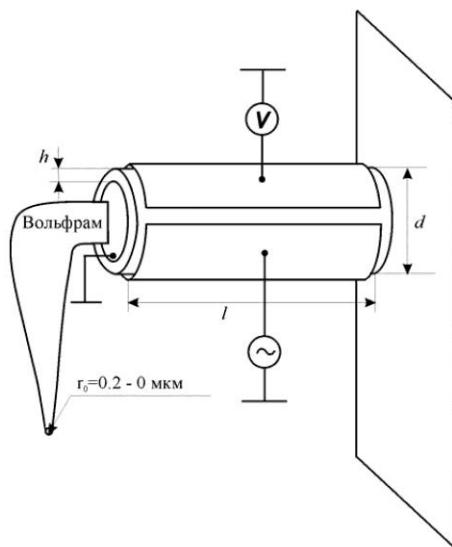


Рис. 7. Конструкция универсального датчика прибора NanoEducator

В качестве датчика силового взаимодействия одна часть пьезоэлектрической трубки используется как пьезовибратор, а другая – как датчик механических колебаний. К пьезовибратору подводится переменное электрическое напряжение с частотой, равной резонансной частоте силового датчика. Амплитуда колебаний при большом расстоянии зонд – образец максимальна.

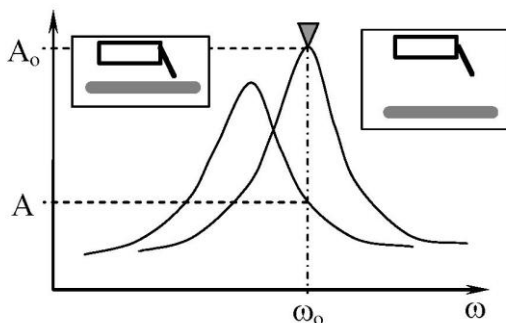


Рис. 8. Изменение частоты колебаний силового датчика при приближении к поверхности образца

При приближении зонда к поверхности образца зонд начинает касаться образца в процессе колебаний. Это приводит к смещению амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) колебаний датчика влево по сравнению с АЧХ, измеренной вдали от поверхности (рис. 8). Так как частота вынуждающих колебаний пьезотрубки поддерживается постоянной и равной ω_0 в свободном состоянии, то при приближении зонда к поверхности амплитуда его колебаний уменьшается и становится равной A . Эта амплитуда колебаний регистрируется со второй половины пьезотрубки.

Сканер

Способ организации микроперемещений, использующийся в приборе NanoEducator, основан на использовании зажатой по периметру металлической мембраны, к поверхности которой приклеена пьезопластинка (рис. 9, а). Изменение размеров пьезопластинки под действием управляющего напряжения будет приводить к изгибу мембраны. Расположив такие мембраны по трем перпендикулярным сторонам куба и соединив их центры металлическими направляющими, можно получить трехкоординатный сканер (рис. 9, б).

В приборах NanoEducator максимальное перемещение образца составляет около 50-70 мкм, что и определяет максимальную площадь сканирования.

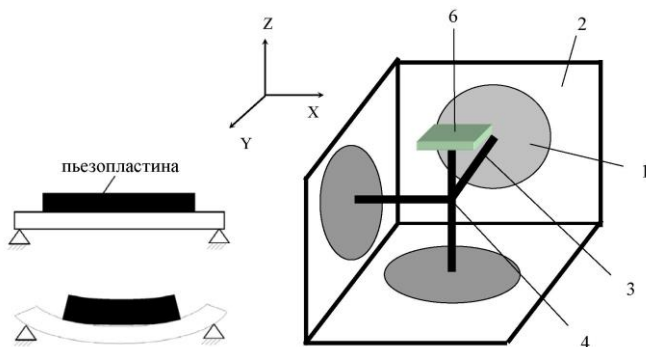


Рис. 9. Принцип действия (а) и конструкция (б) сканера прибора NanoEducator

Механизм автоматизированного подвода зонда к образцу (захват обратной связи)

Диапазон перемещений сканера по оси Z составляет около 10 мкм, поэтому перед началом сканирования необходимо приблизить зонд к образцу на это расстояние. Для этого предназначен механизм подвода, схема которого приведена на рис. 10. Шаговый двигатель 1 при подаче на него электрических импульсов вращает винт подачи 2 и перемещает планку 3 с зондом 4, приближая или отдаляя его от образца 5, установленного на сканере 6. Величина одного шага составляет около 2 мкм.

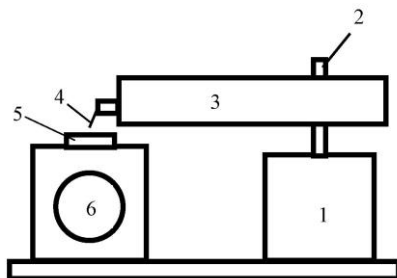


Рис. 10. Схема механизма подвода зонда к поверхности образца

Так как шаг механизма подвода значительно превосходит величину требуемого расстояния зонд-образец в процессе сканирования, то во избежание деформации зонда его подвод

осуществляется при одновременной работе шагового двигателя и перемещении сканера по оси Z по следующему алгоритму.

Система обратной связи отключается, и сканер “втягивается”, т. е. опускает образец в нижнее крайнее положение:

1. Механизм подвода зонда производит один шаг и останавливается.

2. Система обратной связи включается, и сканер плавно поднимает образец, одновременно производится анализ наличия взаимодействия зонд-образец.

3. Если взаимодействие отсутствует, процесс повторяется с п. 1.

Если во время вытягивания сканера вверх появится ненулевой сигнал, система обратной связи остановит движение сканера вверх и зафиксирует величину взаимодействия на заданном уровне.

Программное обеспечение для работы с СЗМ NanoEducator

После вызова программы NanoEducator на экране компьютера появляется главное окно (рис. 11). Программа позволяет осуществлять просмотр и обработку данных параллельно с измерениями.

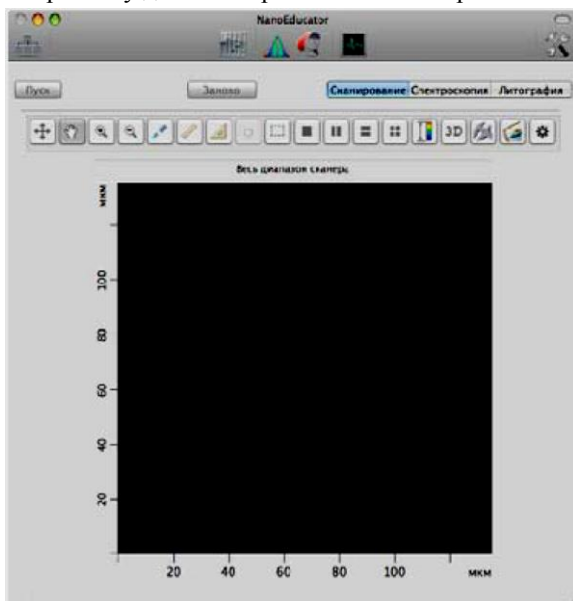


Рис. 11. Главное окно программы NanoEducator

Подготовку к измерениям рекомендуется проводить, используя окно «Подготовка к сканированию» (рис. 12). Окно открывается

кнопкой  на панели основных операций.

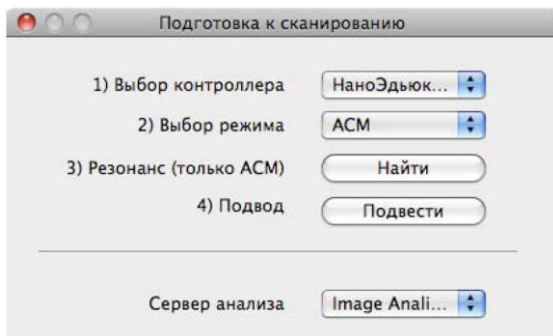



Рис. 12. Окно «Подготовка к сканированию»

Если программа была запущена до включения контроллера, то будет выбран режим эмуляции. В этом случае после включения контроллера его название следует выбрать в списке «Выбор контроллера». Для работы прибора в качестве атомно-силового микроскопа в меню «Выбор режима» выберите конфигурацию АСМ; для сканирующего туннельного микроскопа – конфигурацию СТМ.

Поиск резонанса и установка рабочей частоты колебаний зонда, которые рекомендуется выполнять перед началом каждого измерения, осуществляются в окне «Резонанс». Окно «Резонанс» (рис. 13)

открывается кнопкой  на панели основных операций главного окна программы.

Выполнение операции поиска резонанса предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Запуск автоматического поиска резонансной частоты осуществляется кнопкой «Старт». В результате измерения амплитуды колебаний зонда автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда. В процессе поиска резонансной частоты при необходимости автоматически

подстраивается амплитуда выходного сигнала генератора и коэффициент усиления таким образом, чтобы амплитуда колебаний зондового датчика на резонансной частоте была не менее 2 В.

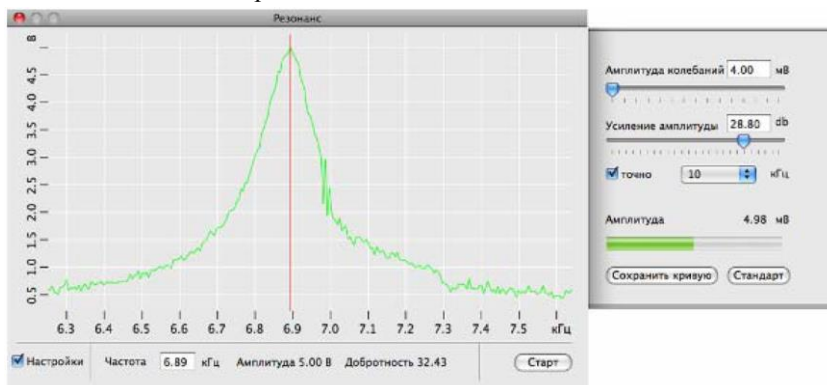


Рис. 13. Окно «Резонанс»

Окно «Подвод» (рис. 14) открывается кнопкой



на панели основных операций главного окна программы.

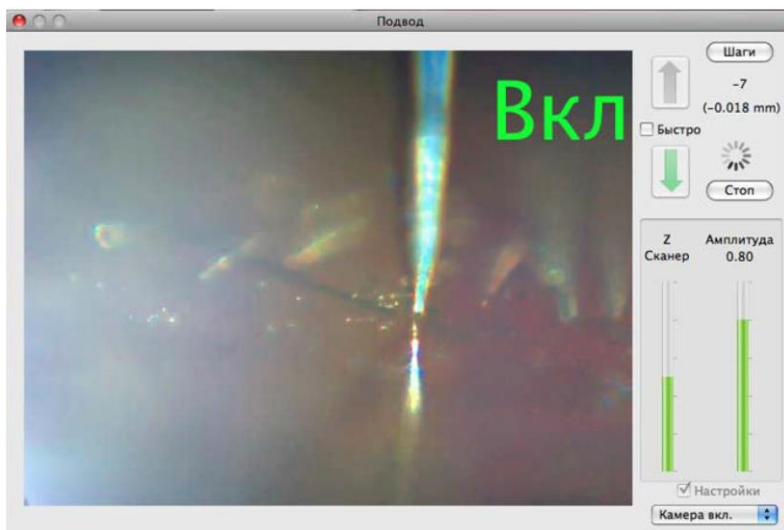


Рис. 14. Окно «Подвод»

Окно «Подвод» содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры. В окне «Подвод» пользователь имеет возможность наблюдать за следующими величинами:

- вытянутость сканера (индикатор Сканер) по оси Z относительно максимально возможной, принятой за единицу. Величина относительного удлинения сканера характеризуется уровнем заполнения левого индикатора цветом, соответствующим зоне, в которой находится сканер в текущий момент: зеленый цвет – рабочая зона, красный – вне рабочей зоны, желтый - переходная зона. Если индикатор красного цвета и сканер втянут, это означает, что сканер подошел слишком близко к поверхности образца, что может повлечь деформацию зонда. Если индикатор красного цвета и сканер вытянут, это означает отсутствие контакта с поверхностью;

- амплитуда колебаний зонда (индикатор Амплитуда) относительно амплитуды его колебаний в отсутствие силового взаимодействия, принятой за единицу. Величина относительной амплитуды колебаний зонда показана на правом индикаторе уровнем его заполнения зеленым цветом;

- количество шагов (Шаги), пройденных в заданном направлении.

Для осуществления процедуры сканирования в главном окне программы должна быть нажата кнопка «Сканирование». Параметры сканирования сгруппированы на панели сканирования,



открываемой кнопкой в правой части окна программы. Можно устанавливать следующие параметры:

- координаты начальной точки сканирования;
- размер области сканирования;
- шаг сканирования;
- разрешение (количество точек измерений);
- скорость сканирования;
- метод сканирования;
- усиление обратной связи;
- величину силового взаимодействия между зондом и образцом.

Запуск сканирования осуществляется кнопкой  в

главном окне программы. В результате начнется построчное сканирование поверхности образца и в области измерений, строчка за строчкой, будет появляться изображение сканируемой поверхности.

Порядок выполнения работы

1. Ознакомьтесь с устройством прибора.
2. Запустите программное обеспечение СЗМ NanoEducator.
3. Изучите расположение и назначение кнопок в главном окне программы.
4. В окне «Подготовка к сканированию» в качестве контроллера выберите «Программный эмулятор».
5. Изучите расположение и назначение кнопок в окнах «Резонанс» и «Подвод». Получите и сохраните резонансную кривую.
6. В режиме программного эмулятора получите изображения методами АСМ и СТМ с разными разрешением и размером скана. Сохраните полученные изображения.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные компоненты СЗМ и их назначение.
2. Назовите виды сенсоров и принципы их действия.
3. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Опишите различные конструкции сканеров.
4. Опишите общую конструкцию прибора NanoEducator.
5. Объясните конструкцию зондового датчика прибора NanoEducator и принцип его действия.
6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator.
7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.

Библиографический список

1. NanoEducator. Программное обеспечение под Mac OS X: учеб. пособие. ЗАО " NT-MDT", 2008. 196 с.
2. Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator: руководство пользователя. ЗАО " NT-MDT". 2008. 137 с.
3. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2005. 144 с.
4. Интернет-ресурс компании "НТ-МДТ": <http://ntmdt.ru>.

5047

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
РЯЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РАДИОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**

МЕТОДЫ АНАЛИЗА МИКРО- И НАНОСИСТЕМ

Методические указания
к лабораторной работе № 3

**Получение изображения поверхности СЗМ NanoEducator
в режиме атомно-силовой микроскопии**

Рязань 2016

УДК 621.315.592

Методы анализа микро- и наносистем: методические указания к лабораторной работе № 3 / Рязан. гос. радиотехн. ун-т; сост.: А.П. Авачев, Н.В. Вишняков, Ю.В. Воробьев, Н.Б. Рыбин. Рязань, 2016. 16 с.

Содержат краткие теоретические сведения о принципе работы сканирующего зондового микроскопа NanoEducator, а также материалы для выполнения лабораторной работы по дисциплине “Методы анализа микро- и наносистем”.

Предназначены для студентов дневного отделения направления 11.04.04.

Ил. 9. Библиогр.: 5 назв.

Сканирующая зондовая микроскопия, атомно-силовая микроскопия, сканирование

Печатается по решению редакционно-издательского совета Рязанского государственного радиотехнического университета.

Рецензент: кафедра микро- и нанозлектроники (зав. кафедрой Т.А. Холомина)

Методы анализа микро- и наносистем

Составители: А в а ч е в Алексей Петрович
В и ш н я к о в Николай Владимирович
В о р о б ь е в Юрий Владимирович
Р ы б и н Николай Борисович

Редактор Р.К. Мангутова
Корректор С.В. Макушина

Подписано в печать 30.06.16. Формат бумаги 60×84 1/16.

Бумага писчая. Печать трафаретная. Усл. печ. л. 1,0.

Тираж 50 экз. Заказ

Рязанский государственный радиотехнический университет.

390005, Рязань, ул. Гагарина, 59/1.

Редакционно-издательский центр РГРТУ.

Цель работы

Изучение конструкции и принципа работы СЗМ NanoEducator и получение изображения топологии исследуемого образца в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Краткие теоретические сведения

Атомно-силовой микроскоп (англ. AFM - atomic force microscope) – сканирующий зондовый микроскоп высокого разрешения, основанный на взаимодействии иглы кантилевера (зонда) с поверхностью исследуемого образца. Обычно под взаимодействием понимается притяжение или отталкивание кантилевера от поверхности из-за сил Ван-дер-Ваальса. Но при использовании специальных кантилеверов можно изучать электрические и магнитные свойства поверхности. Атомно-силовой микроскоп позволяет исследовать как проводящие, так и непроводящие поверхности даже через слой жидкости, что позволяет работать с органическими молекулами (ДНК). Пространственное разрешение атомно-силового микроскопа зависит от размера кантилевера и кривизны его острия. Разрешение по горизонтали достигает атомарного уровня.

СЗМ NanoEducator состоит из следующих основных компонентов (рис. 1): 1 - зонд; 2 - образец; 3 - пьезоэлектрические двигатели x , y , z для прецизионного перемещения зонда над поверхностью исследуемого образца; 4 - генератор развертки, подающий напряжения на пьезодвигатель x и y , обеспечивающий сканирование зонда в горизонтальной плоскости; 5 - электронный датчик, детектирующий величину локального взаимодействия между зондом и образцом; 6 - компаратор, сравнивающий текущий сигнал в цепи датчика $P(t)$ с изначально заданным P_0 , и, при его отклонении, вырабатывающий

корректирующий сигнал P_{fb} ; 7 - электронная цепь обратной связи, управляющая положением зонда по оси z; 8 - компьютер, управляющий процессом сканирования и получением изображения 9.

При работе прибора образец движется в плоскости XY (рис.2) построчно, таким образом, что кончик иглы постепенно проходит над всей заданной площадью образца с шагом Δ . Этот процесс называется сканированием.

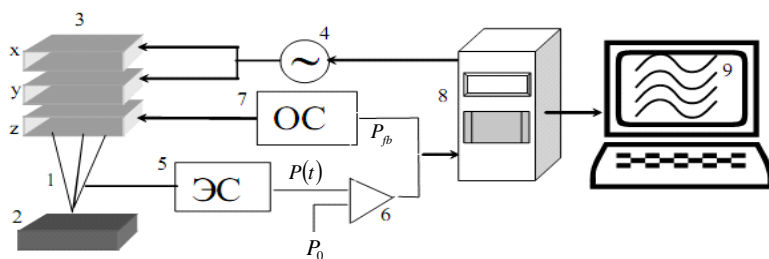


Рис. 1. Общая схема сканирующего зондового микроскопа

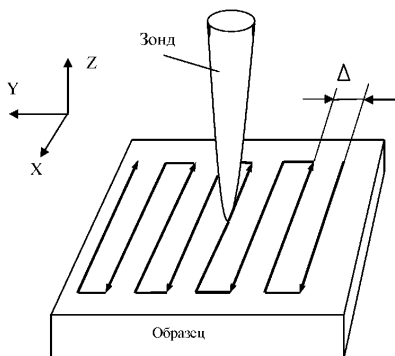


Рис. 2. Принцип сканирования

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра - двумерного массива целых

чисел Z_{ij} (матрицы). Каждому значению пары индексов i и j соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер 200x200 или 300x300 элементов.

Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При 2D визуализации каждой точке поверхности $Z = f(x,y)$ ставится в соответствие цвет. Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью. При этом удается подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D СЗМ изображений (рис. 3).

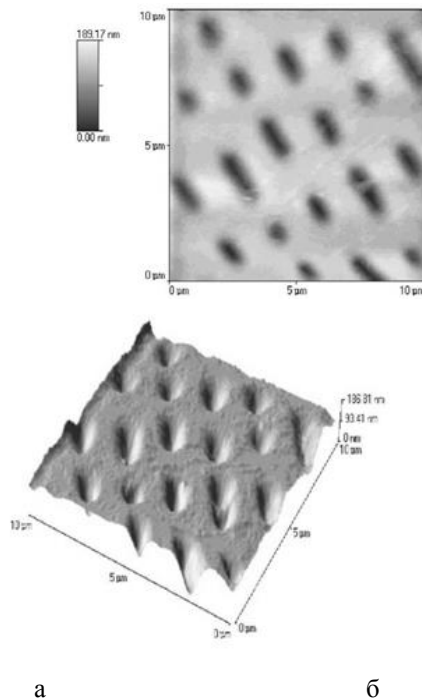


Рис. 3. Способы графического представления СЗМ-изображения: а –
двумерное, б – трехмерное

В приборе NanoEducator применяется универсальный датчик туннельного тока и модуляционного силового взаимодействия. Датчик выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной $l=7$ мм, диаметром $d=1.2$ мм и толщиной стенки $h=0.25$ мм, жестко закрепленной с одного конца. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода. К свободному концу трубки прикреплена вольфрамовая проволока диаметром 100 мкм (рис. 4).

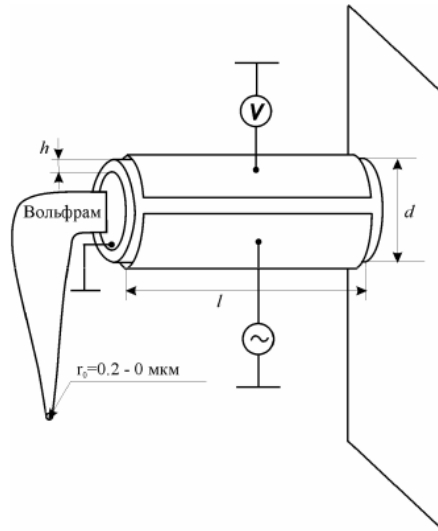


Рис. 4. Конструкция универсального датчика прибора NanoEducador

В качестве датчика силового взаимодействия одна часть пьезоэлектрической трубки используется как пьезовибратор, а другая - как датчик механических колебаний (рис. 5, а). К пьезовибратору подводится переменное электрическое напряжение с частотой, равной резонансной частоте силового датчика. Амплитуда колебаний при большом расстоянии зонд-образец максимальна. Как видно из рис. 5 б, в процессе колебаний зонд отклоняется от равновесного положения на величину A_0 , равную амплитуде его вынужденных механических колебаний (она составляет доли микрона), при этом на второй части пьезоэлемента (датчике колебаний) возникает переменное электрическое напряжение, пропорциональное смещению зонда, которое и измеряется прибором.

При приближении зонда к поверхности образца зонд начинает касаться образца в процессе колебаний. Это приводит к смещению

амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) колебаний датчика влево по сравнению с АЧХ, измеренной вдали от поверхности (рис. 5, в). Так как частота вынуждающих колебаний пьезотрубки поддерживается постоянной и равной ω_0 в свободном состоянии, то при приближении зонда к поверхности амплитуда его колебаний уменьшается и становится равной A . Эта амплитуда колебаний регистрируется со второй половины пьезотрубки.

Для контролируемого перемещения иглы на сверхмалых расстояниях в СЗМ используются пьезоэлектрические двигатели. Их задача - обеспечить прецизионное механическое сканирование зондом исследуемого образца путем перемещения зонда относительно неподвижного образца или перемещения образца относительно неподвижного зонда.

Работа большинства пьезоэлектрических двигателей, применяемых в современных СЗМ, основана на использовании обратного пьезоэффекта, который заключается в изменении размеров пьезоматериала под действием электрического поля.

В СЗМ, как правило, в качестве пьезоматериала используются не кристаллические материалы вроде кварца, а пьезокерамика, обладающая более высоким пьезомодулем. Пьезокерамика представляет собой совокупность сегнетоэлектрических монокристаллических зерен с типичным размером 0.5 – 50 мкм. Основой большинства применяемых в СЗМ пьезокерамик является состав $Pb(ZrTi)O_3$ (цирконат-титанат свинца, ЦТС) с различными добавками.

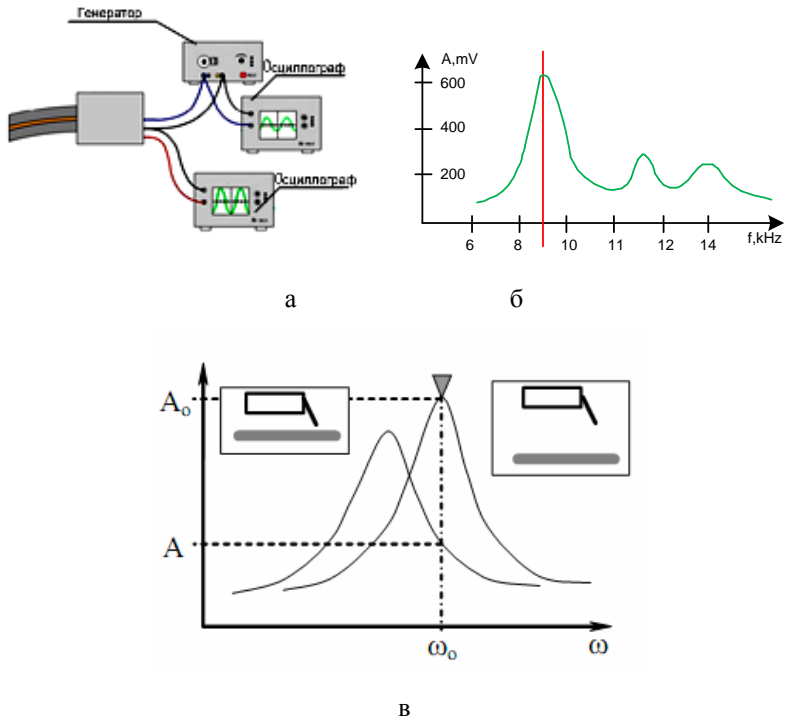


Рис. 5. Принцип работы пьезоэлектрической трубки в качестве датчика силового взаимодействия: а – подключение датчика; б – АЧХ; в – смещение АЧХ в процессе взаимодействия

Конструкции из пьезокерамик, обеспечивающие перемещение по трем координатам x , y (в латеральной плоскости образца) и z (по вертикали), называются «сканерами». Существует несколько типов сканеров, наиболее распространенными из которых являются треногий и трубчатый (рис. 6).

В треногом сканере перемещения по трем координатам обеспечивают расположенные в ортогональную структуру три независимые пьезокерамики.

Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или сжатия трубки по оси Z . Электроды, управляющие перемещениями трубки в X и Y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки (рис. 6, б). Для изгиба трубки в направлении X на $+X$ керамику подается напряжение для удлинения одной из ее сторон. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении Y . Смещения в X и Y направлениях пропорциональны приложенному напряжению и квадрату длины трубки. Движение в Z направлении генерируется подачей напряжения на электрод в центре трубки. Это приводит к удлинению всей трубки пропорционально ее длине и приложенному напряжению.

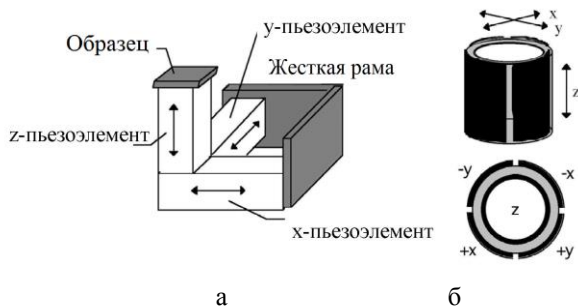


Рис. 6. Основные конструкции сканеров: а – треногий, б – трубчатый
 Диапазон перемещений сканера по оси Z составляет около 10

мкм, поэтому перед началом сканирования необходимо приблизить зонд к образцу на это расстояние. Для этого предназначен механизм подвода, схема которого приведена на рис. 7. Шаговый двигатель 1 при подаче на него электрических импульсов вращает винт подачи 2 и перемещает планку 3 с зондом 4, приближая или отдаляя его от образца 5, установленного на сканере 6. Величина одного шага составляет около 2 мкм.

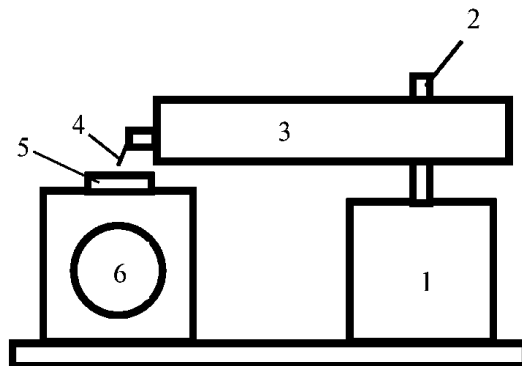


Рис. 7. Схема механизма подвода зонда к поверхности образца

Так как шаг механизма подвода значительно превосходит величину требуемого расстояния зонд-образец в процессе сканирования, то во избежание деформации зонда его подвод осуществляется при одновременной работе шагового двигателя и перемещении сканера по оси Z по следующему алгоритму:

1. Система обратной связи отключается и сканер "втягивается", т.е. опускает образец в нижнее крайнее положение.

2. Механизм подвода зонда производит один шаг и останавливается.

3. Система обратной связи включается, и сканер плавно поднимает образец, одновременно производится анализ наличия взаимодействия зонд-образец.

4. Если взаимодействие отсутствует, процесс повторяется с пункта 1.

Если во время вытягивания сканера вверх появится ненулевой сигнал, система обратной связи остановит движение сканера вверх и

зафиксирует величину взаимодействия на заданном уровне. Далее после остановки зонда и будет происходить сканирование.

Программное обеспечение АСМ

После вызова программы NanoEducator на экране компьютера появляется главное окно (рис. 8). Программа позволяет осуществлять просмотр и обработку данных параллельно с измерениями.

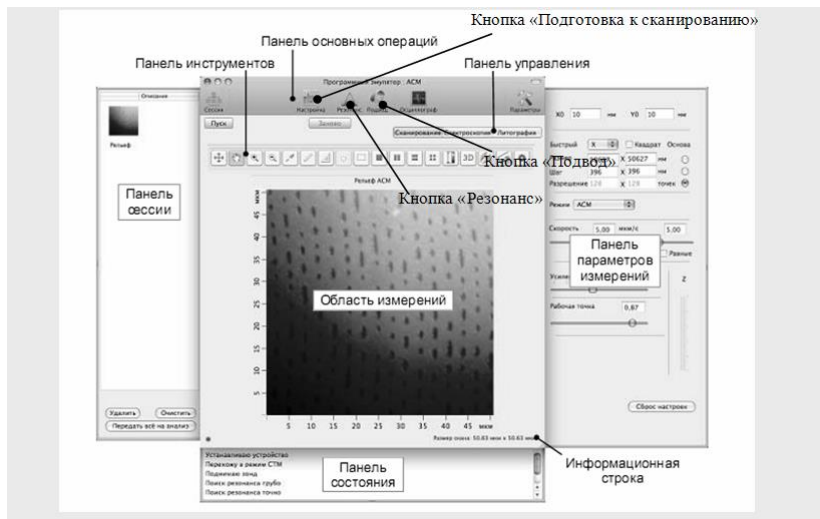


Рис. 8. Главное окно программы NanoEducator

Подготовку к измерениям рекомендуется проводить, используя окно «Подготовка к сканированию». Окно открывается кнопкой на панели основных операций.

Если контроллер прибора был включен до запуска программы NanoEducator, то при запуске программы произойдет автоматический выбор контроллера. Для работы прибора в качестве атомно-силового микроскопа в меню «Выбор режима» выберите конфигурацию АСМ. Для выбора участка для исследования на образце используйте винты

перемещения двухкоординатного столика, расположенного в нижней части прибора.

После этого необходимо произвести операцию предварительного подвода. Её желательно производить, если расстояние между кончиком зонда и поверхностью образца превышает 0.5 – 1 мм.

Построение резонансной кривой и установка рабочей частоты

Поиск резонанса и установку рабочей частоты колебаний зонда рекомендуется выполнять перед началом каждого измерения, более того, в процессе измерений иногда возникают ситуации, требующие повторного выполнения этой операции (например, при потере контакта).

Окно «Резонанс» открывается кнопкой на панели основных операций главного окна программы (рис. 9).

Выполнение операции поиска резонанса предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Запуск автоматического поиска резонансной частоты осуществляется кнопкой «Старт».

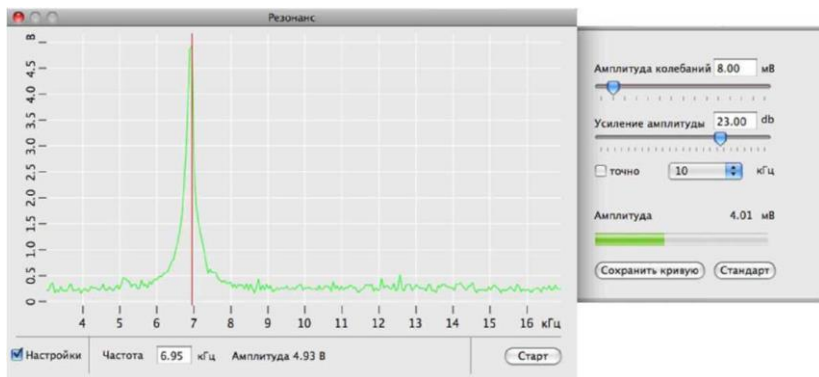


Рис. 9. Окно «Резонанс»

В результате измерения амплитуды колебаний зонда автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда. В процессе поиска резонансной частоты при необходимости автоматически подстраиваются амплитуда выходного сигнала генератора и коэффициент усиления таким образом, чтобы амплитуда колебаний зондового датчика на резонансной частоте была не менее 2 В. Если резонансный пик недостаточно ярко выражен или амплитуда при частоте резонанса мала (менее 1 В), то необходимо изменить параметры проведения измерений и повторно провести определение резонансной частоты.

Захват взаимодействия

Для захвата взаимодействия выполняется процедура контролируемого сближения зонда и образца с помощью механизма автоматизированного подвода.

Окно «Подвод» открывается кнопкой на панели основных операций главного окна программы.



Чтобы подвести зонд к образцу, щелкните на кнопку

В результате:

- 1) замкнется цепь обратной связи, и Z-сканер выдвинется на максимальную длину, что отобразится на индикаторе Z-сканер;
- 2) включится шаговый двигатель, выполняющий подвод образца к зонду;
- 3) индикатор «Шаги» начнет отсчитывать пройденные шаги.

Подвод закончится, когда амплитуда колебаний зонда уменьшится до значения параметра «Амплитуда остановки» (устанавливается в окне «Свойства»). Это уменьшение будет отражено на индикаторе «Амплитуда». По окончании подвода индикатор Z-сканер займет промежуточное положение, что соответствует середине полного диапазона удлинения сканера.

Для вывода зонда из области взаимодействия и увеличения




расстояния между зондом и образцом используется кнопка . Зонд отводится от образца на расстояние, заданное в поле «Шаги».

После выполнения всех пунктов закройте окна «Резонанс» и «Подвод».

Сканирование

В главном окне программы нажмите кнопку «Сканирование».

В режиме сканирования необходимо установить параметры сканирования. Эти параметры сгруппированы на панели сканирования, открываемой кнопкой в правой части окна программы.

Участок сканирования можно выбрать в пределах максимально доступной области. Для этого нажмите кнопку  на панели инструментов главного окна программы и при помощи мыши с нажатой левой кнопкой выделите нужный участок.

Запуск сканирования осуществляется кнопкой «Пуск» в главном окне программы. В результате начнется построчное сканирование поверхности образца и в области измерений, строчка за строчкой, будет появляться изображение сканируемой поверхности.

Для сохранения результатов измерений выполните следующие действия:

1. В главном меню выберите Файл -> Сохранить как.
2. В открывшемся диалоговом окне выберите папку, в которой будут храниться полученные данные. Введите название файла и сохраните его с расширением *.mdt.

В полученном файле будут содержаться фреймы, представленные в окне сессии в момент сохранения.

Порядок выполнения работы

1. Убедитесь в том, что оператором были произведены следующие действия: в держатель образца установлен исследуемый образец; зондовый датчик вставлен в гнездо измерительной головки прибора; включен контроллер.
2. Запустите программу управления прибором NanoEducator. При этом на экране появится главное окно программы (рис.8).

3. Включите камеру прибора NanoEducator путем нажатия кнопки «Camera» на панели запуска программ удаленного рабочего стола.

4. На главном окне программы нажмите кнопку «Подготовка к сканированию».

5. Выберите режим «NanoEducator» и режим сканирования «АСМ». Закройте данное окно.

6. Нажмите на кнопку «Резонанс».

7. Установите флажок «Настройки». В результате справа от окна программы откроется панель параметров поиска резонанса.

8. Убедитесь, что флажок «точно» сброшен.

9. Щелкните на кнопке «Старт» для грубого поиска резонанса. В результате будет измерена АЧХ зонда и приблизительно установлена резонансная частота (подробнее процедура описана в п. 4).

10. Убедитесь, что резонансная кривая симметрична и максимум не менее 2 В. Если резонансный пик имеет искаженную форму или амплитуда колебаний зонда на частоте резонанса мала (менее 2 В), измените параметры **Амплитуда колебаний** и **Усиление амплитуды**, после чего повторно проведите определение резонансной частоты.

11. Установите флажок «точно». Щелкните на кнопке «Старт» для точного поиска резонанса. В результате в области максимума, найденного при грубом поиске, будет измерена АЧХ зонда и рабочая частота генератора (параметр Частота) будет установлена равной резонансной частоте зонда.

12. Закройте окно «Резонанс».

13. Нажмите на кнопку «Подвод». Процедура подвода описана в п. 5 данной лабораторной работы. Осуществите последовательность действий по выполнению подвода.

14. В главном окне программы нажмите кнопку «Сканирование».

15. Выберите область сканирования с помощью кнопки на панели инструментов главного окна программы и мыши.

16. Нажмите кнопку «Пуск» для начала сканирования.

17. Сохраните полученные результаты.

Содержание отчета, представляемого пользователем

1. Амплитудно-частотная характеристика зонда.
2. Изображение топологии исследуемого образца.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные компоненты СЗМ.
2. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя.
3. Опишите различные конструкции сканеров.
4. Объясните конструкцию зондового датчика силового взаимодействия прибора NanoEducator и принцип его действия.
5. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator.
6. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи.
8. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.

Библиографический список

1. Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator: руководство пользователя. ЗАО " NT-MDT". 2008. 137 с.
2. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2005. 144 с.
3. Интернет-ресурс компании "НТ-МДТ": <http://ntmdt.ru>.
4. Нанотехнология: физика, процессы, диагностика, приборы / под ред. Лучинина В.В., Таирова Ю.М. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2006. 552 с.
5. Вихров С.П., Вишняков Н.В. Нанотехнологии и их применение. Часть 1. Рязань. ООО «Сервис», 2012. 208 с.