

1. Получение первого СЗМ изображения. Обработка и представление результатов эксперимента

Содержание

1. ПОЛУЧЕНИЕ ПЕРВОГО СЗМ ИЗОБРАЖЕНИЯ. ОБРАБОТКА И ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА	1-1
1.1. Цели работы	1-3
1.2. Информация для преподавателя	1-3
1.3. Содержание работы	1-3
1.4. Методические указания	1-25
1.5. Техника безопасности	1-26
1.6. Задание	1-26
1.7. Контрольные вопросы	1-26
1.8. Литература	1-26

Лабораторная работа была разработана Санкт-Петербургским государственным университетом информационных технологий механики и оптики и Нижегородским Государственным Университетом им. Н.И. Лобачевского.

Одной из важнейших задач современной физики является исследование поверхности твердых тел. Необходимость в этом возникла, с одной стороны, в связи с переходом современной технологии изготовления полупроводниковых приборов на субмикронный уровень. Поверхность чипа, а не его объем, стала играть определяющую роль при выполнении им логических функций, и при взаимодействии с другими элементами.

Поверхность и происходящие на ней явления представляют интерес и с точки зрения фундаментальной физики, поскольку атомная структура кристалла, то есть расположение и свойства его решеточных слоев вблизи поверхности совершенно иное, чем в объеме.

Традиционные методы исследования поверхности, такие как рентгеновская или ионная дифракция, дифракция медленных электронов, электронная оже-спектроскопия, позволяют получать усредненную по поверхности образца картину расположения атомов, но не дают возможности своими глазами увидеть атомную структуру. Все эти методы, работающие только в вакууме, позволяет разрешать детали нанометрового масштаба, но при этом возможно повреждение образца пучком высокоэнергетических частиц. Кроме того, они не позволяют непосредственно получать информацию о высоте поверхностных деталей.

Частично эти проблемы удалось решить с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ). В начале 1980-х годов СТМ ослепляла мир первыми экспериментально полученными изображениями поверхности кремния с атомным разрешением.

Однако новые, практически неограниченные возможности открылись с изобретением атомного силового микроскопа (АСМ), с помощью которого стало возможным изучать рельеф не только проводящих, но и диэлектрических материалов. С тех пор области применения сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) значительно расширились.

В настоящее время СЗМ используется в большом многообразии дисциплин, как в фундаментальных научных исследованиях, так и прикладных высокотехнологичных разработках. Многие научно-исследовательские институты страны оснащаются аппаратурой для зондовой микроскопии. В связи с этим постоянно растет спрос на высококлассных специалистов. Для его удовлетворения фирмой НТ-МДТ (г. Зеленоград, Россия) разработана и создана специализированная учебно-научная лаборатория сканирующей зондовой микроскопии NanoEducator.

СЗМ NanoEducator специально разработан для проведения лабораторных работ студентов. Приборы ориентированы на студенческую аудиторию: они полностью управляются с помощью компьютера, имеют простой и наглядный интерфейс, анимационную поддержку, предполагают поэтапное освоение методик, отсутствие сложных настроек и недорогие расходные материалы.

В данной лабораторной работе Вы рассмотрите основы сканирующей зондовой микроскопии, изучите конструкцию и принципы работы прибора NanoEducator, а так же под присмотром преподавателя получите свое первое СЗМ изображение поверхности твердого тела и научитесь основам обработки и представления экспериментальных результатов.

1.1. Цели работы

1. Изучение основ сканирующей зондовой микроскопии.
2. Изучение конструкции и принципов работы прибора NanoEducator.
3. Получение первого СЗМ изображения.
4. Получение навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

1.2. Информация для преподавателя¹

Получение изображения выполняется на одном приборе под присмотром преподавателя, обработка экспериментальных данных каждым студентом индивидуально. Практическая часть работы выполняется на одном занятии и занимает 4 часа. Образец для исследования: тестовый образец TGZ3 или любой другой по выбору преподавателя. До начала работы необходимо подобрать зонд с наиболее характерной амплитудно-частотной характеристикой (одиночный симметричный максимум), получить изображение поверхности исследуемого образца.

1.3. Содержание работы

Основы сканирующей зондовой микроскопии (принципы СЗМ, основные компоненты СЗМ и их назначение).

Знакомство с конструкцией СЗМ NanoEducator (общая конструкция, универсальный датчик туннельного тока и силового взаимодействия, СЗМ сканер, механизм подвода зонда к образцу (вход в обратную связь, параметры **Scanner Protraction** и **Probe Oscillation Amplitude**)). Конструкция и принципы действия зондового датчика и сканера прибора NanoEducator объясняются на анимационных клипах.

Знакомство с программой управления прибором NanoEducator (режим получения и режим обработки данных, работа со сканирующим силовым микроскопом (ССМ) и сканирующим туннельным микроскопом (СТМ)).

Получение первого СЗМ изображения в режиме ССМ (установка образца, установка зонда (зондового датчика), позиционирование зонда относительно образца (выбор места сканирования, первоначальный подвод зонда к образцу), быстрое сближение, поиск резонанса и установление рабочей частоты, вход в обратную связь (**Landing, Rising**)).

Выбор параметров скана (критерии выбора размера скана, числа точек на линии и линий в скане, скорости сканирования, параметры цепи обратной связи (**Feed Back Loop Gain**)), получение СЗМ изображения.

Обработка и анализ полученных изображений. Устранение из изображения артефактов сканирования. Способы графического представления изображений. Количественная характеристика СЗМ изображений.

Отчет по работе должен содержать общие сведения о методе СЗМ, а также описание конструкции и принципов работы прибора NanoEducator. В практической части студент должен отразить полученные навыки обработки и анализа экспериментальных результатов.

¹ Прибор NanoEducator полноценно работает только в учетной записи пользователя «Администратор компьютера».

Основы сканирующей зондовой микроскопии

Для детального исследования поверхности твердых тел существует много разнообразных методов. Микроскопия, как средство получения увеличенного изображения, зародилась еще XV в. когда впервые были изготовлены простые увеличительные стекла для изучения насекомых. В конце XVII в. Антонио ван Левенгук изготовил оптический микроскоп, который позволял установить существование отдельных клеток, болезнетворных микробов и бактерий [Лит. 1-1]. Уже в 20 веке были разработаны методы микроскопии с помощью электронных и ионных пучков [Лит. 1-2].

Во всех описанных методах применяется следующий принцип: освещение исследуемого объекта потоком частиц и его последующее преобразование. В сканирующей зондовой микроскопии использован другой принцип – вместо зондирующих частиц в ней используется механический зонд, игла [Лит. 1-3]. Образно выражаясь, можно сказать, что, если в оптическом или электронном микроскопах образец осматривается, то в СЗМ – ощупывается.

Другим важным принципом, отраженным в названии метода СЗМ, является принцип сканирования, т.е. получение не усредненной информации об объекте исследования, а дискретное (от точки к точке, от линии к линии) перемещение зонда и считывание информации в каждой точке.

Общая конструкция сканирующего зондового микроскопа

СЗМ состоит из следующих основных компонентов (Рис. 1-1): 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.

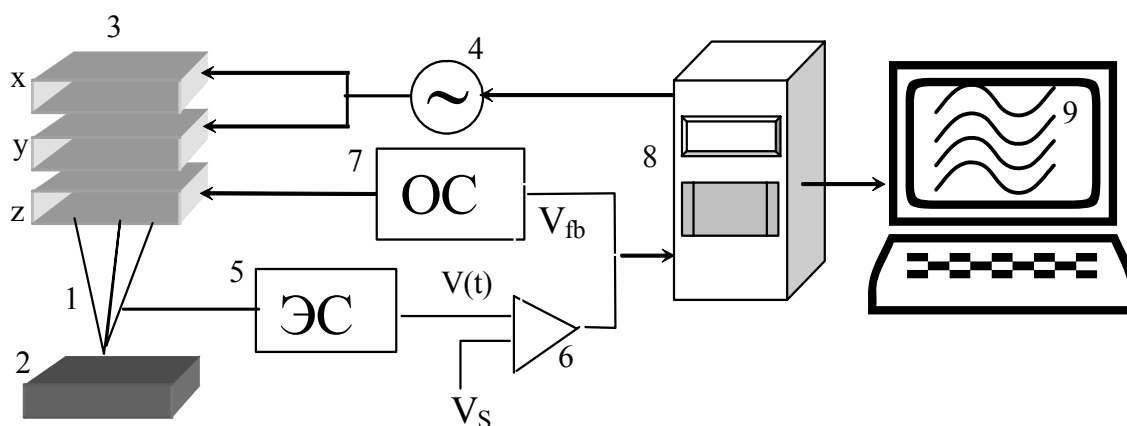


Рис. 1-1. Общая схема сканирующего зондового микроскопа. 1- зонд; 2 – образец; 3 – пьезоэлектрические двигатели x , y , z ; 4 – генератор напряжения развертки на x , y пьезокерамики; 5 – электронный сенсор; 6 – компаратор; 7 – электронная цепь обратной связи; 8 – компьютер; 9 – изображение $z(x,y)$

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), электро-силовую микроскопию (ЭСМ) и другие, в зависимости от вида силового взаимодействия.

Двумя основными методами зондовой микроскопии, как уже было сказано во введении, являются СТМ и АСМ.

При измерении туннельного тока в туннельном сенсоре (Рис. 1-2) 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.

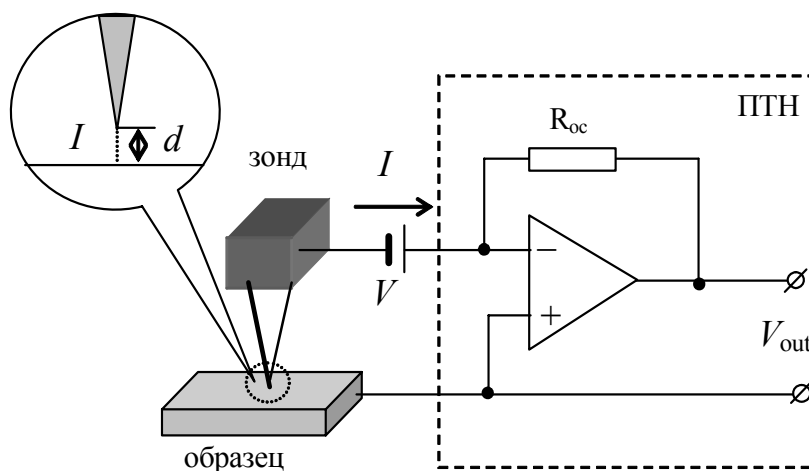


Рис. 1-2. Схема туннельного сенсора

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. 1-3).

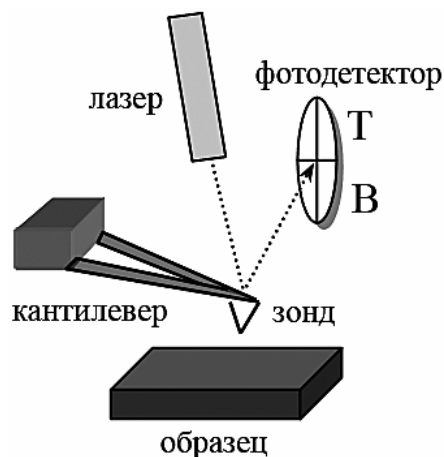


Рис. 1-3. Схема силового сенсора

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 далекодействующих 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. Основой большинства применяемых в СЗМ пьезокерамик является состав $\text{Pb}(\text{ZrTi})\text{O}_3$ (цирконат-титанат свинца, ЦТС) [Лит. 1-4] с различными добавками.

Удлинение закрепленной с одного конца пьезопластинки определяется выражением:

$$\Delta l = l \frac{U}{h} d_{31}$$

где l – длина пластины, h – толщина пластины, U – электрическое напряжение, приложенное к электродам, расположенным на гранях пьезопластины, d_{31} – пьезомодуль материала.

Существует много типов и форм, в которых выпускаются пьезокерамические двигатели. Каждый имеет свой уникальный пьезомодуль от 0.1 до 300 нм/В. Так, керамика с коэффициентом расширения 0.1 нм/В позволяет получить перемещение 0.1 Å при приложении напряжения 100 мВ, что достаточно для получения атомного разрешения. Для получения больших диапазонов сканирования (до нескольких сотен микрон) используется пьезокерамика с большими значениями пьезомодуля.

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. 1-4).

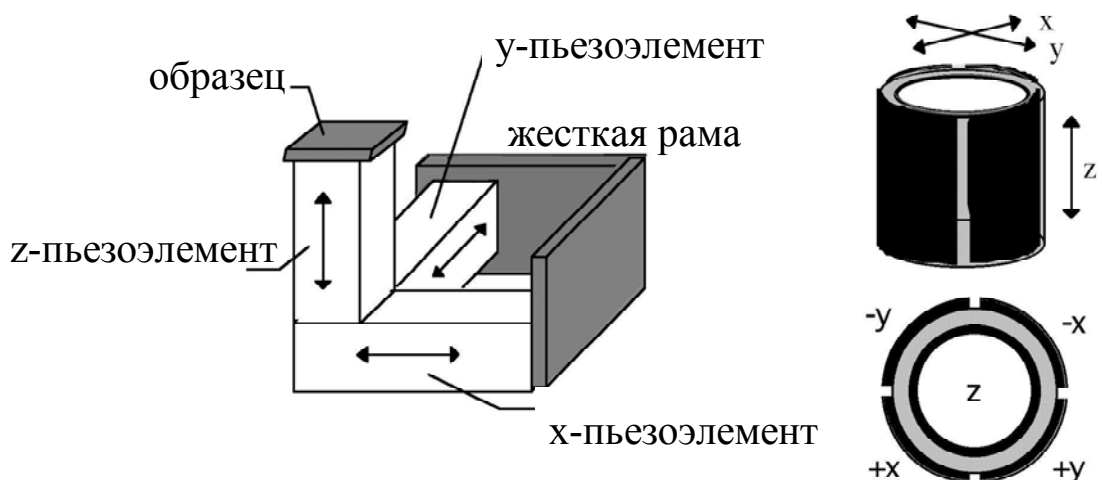


Рис. 1-4. Основные конструкции сканеров: а) – треногий, б) – трубчатый

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. 1-4 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.

Процесс сканирования поверхности в СЗМ (Рис. 1-5) 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, цифро-аналогового преобразователя). Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

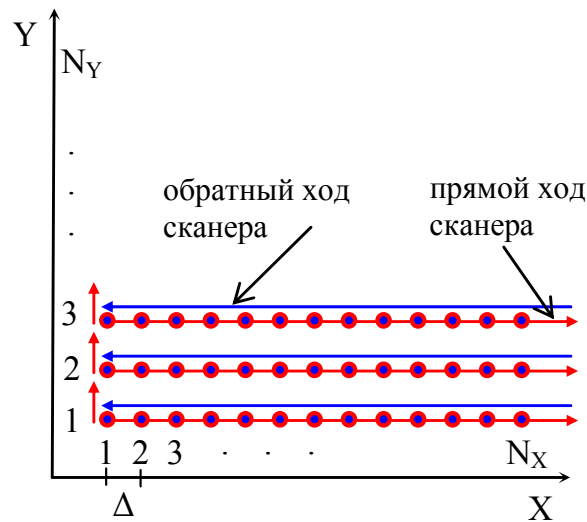


Рис. 1-5. Схематическое изображение процесса сканирования

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

- размер скана;
- число точек на линии N_X и линий в скане N_Y , определяющие шаг сканирования Δ ;
- скорость 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. Например, при сканировании дифракционной решетки с периодом 3 мкм необходимо отобразить хотя бы несколько периодов, т.е. размер скана должен составлять $10 \div 15$ мкм. В случае если расположение особенностей на поверхности исследуемого объекта неоднородно, то для достоверной оценки необходимо провести сканирование в нескольких отстоящих друг от друга точках на поверхности образца. При отсутствии информации об объекте исследования сначала, как правило, проводят сканирование в области, близкой к максимально доступной для отображения, с целью получения обзорной информации о характере поверхности. Выбор размера скана при повторном сканировании осуществляют исходя из данных, полученных на обзорном скане.

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 так же 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 (см. Рис. 1-1). Компаратор 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.

На Рис. 1-6 показана траектория движения зонда относительно образца (кривая 2) и образца относительно зонда (кривая 1) при сохранении постоянной величины взаимодействия зонд-образец. Если зонд оказывается над ямкой или областью, где взаимодействие слабее, то образец приподнимается, в противном случае - образец опускается.

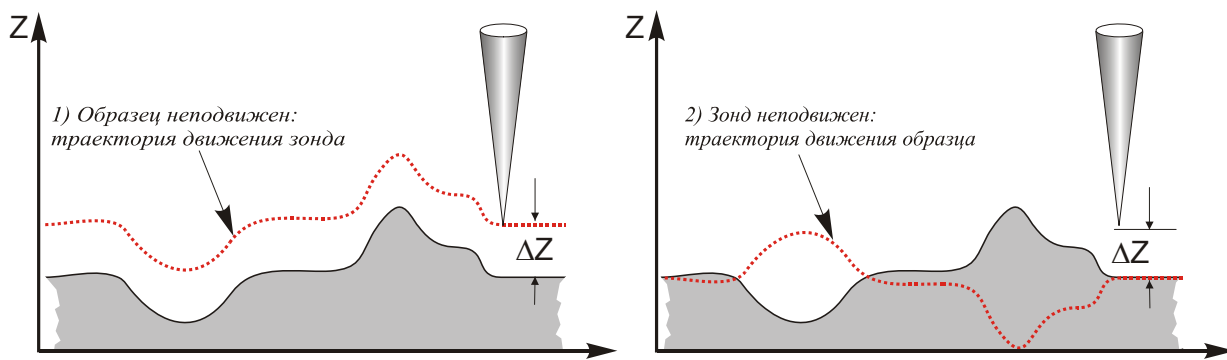


Рис. 1-6. Траектория относительного движения зонда и образца в процессе поддержания системой обратной связи постоянного локального взаимодействия

Отклик системы обратной связи на возникновение сигнала рассогласования $V_{fb}=V(t) - V_S$ определяется константой цепи обратной связи K (в приборе NanoEducator - **Feed Back Loop Gain**) или несколькими такими константами. Конкретные значения K зависят от особенностей конструкции конкретного СЗМ (конструкции и характеристик сканера, электроники), режима работы СЗМ (размера скана, скорости сканирования и т.п.), а также особенностей исследуемой поверхности (степень шероховатости, масштаб особенностей топографии, твердость материала и пр.).

В целом, 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 ij соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилось считывание информации. 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. При 2D визуализации каждой точке поверхности $Z=f(x,y)$ ставится в соответствие тон определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности (Рис. 1-7 а). При 3D визуализации изображение поверхности $Z=f(x,y)$ строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (Рис. 1-7 б). При этом удается подчеркнуть отдельные малые особенности рельефа.

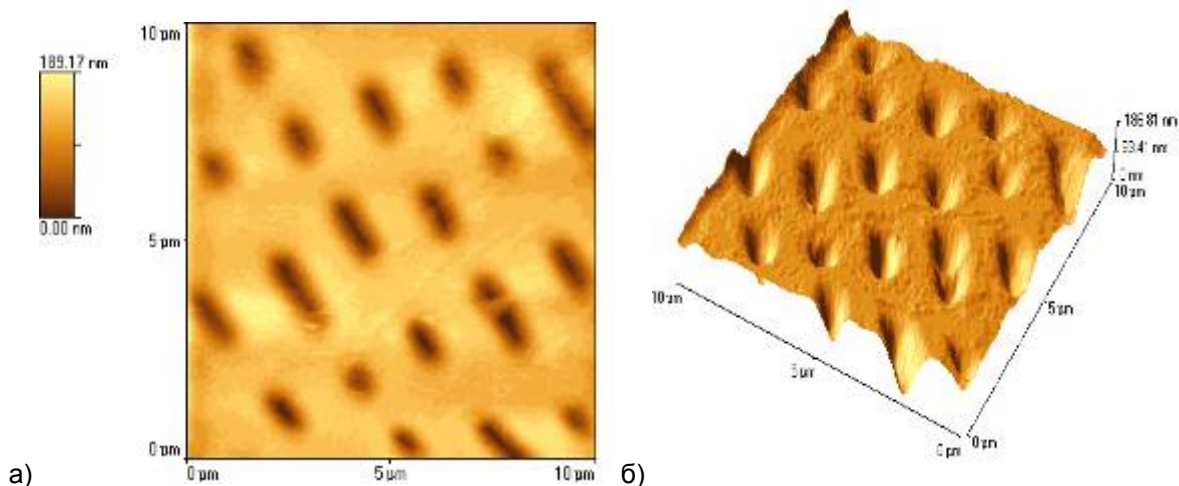


Рис. 1-7. Способы графического представления СЗМ-изображений:
а) – 2D, б) – 3D с боковой подсветкой

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На Рис. 1-8 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями [Лит. 1-5].



Рис. 1-8. Возможные искажения в СЗМ изображениях

СЗМ изображения, как правило, содержат постоянную составляющую, которая не несет полезной информации о рельефе поверхности, а отражает точность подвода образца в середину динамического диапазона перемещений сканера по оси Z. Постоянная составляющая удаляется из СЗМ кадра программным способом.

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено несколькими причинами.

Во-первых, наклон может появляться вследствие неточной установки образца относительно зонда или неплоскопараллельности образца; во-вторых, он может быть связан с температурным дрейфом, который приводит к смещению зонда относительно образца; в-третьих, он может быть обусловлен нелинейностью перемещений пьезосканера. На отображение наклона тратится большой объем полезного пространства в СЗМ кадре, так что становятся не видны мелкие детали изображения. Для устранения данного недостатка производят операцию вычитания постоянного наклона (левелинга) (Рис. 1-9).

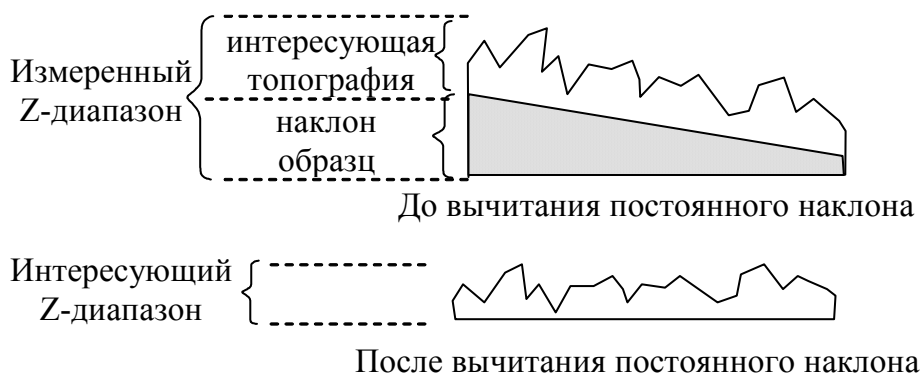


Рис. 1-9. Устранение постоянного наклона из СЗМ-изображения

Неидеальность свойств пьезосканера приводит к тому, что СЗМ изображение содержит ряд специфических искажений. В частности, поскольку движение сканера в плоскости образца влияет на положение зонда над поверхностью (по оси Z), СЗМ изображения представляют собой суперпозицию реального рельефа и некоторой поверхности второго (а часто и более высокого) порядка. Для устранения искажений такого рода методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая поверхность второго порядка, имеющая минимальные отклонения от исходной поверхности, и затем данная поверхность вычитается из исходного СЗМ изображения.

Шумы аппаратуры, нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений могут быть удалены программными средствами с помощью применения различных фильтров.

Конструкция сканирующего зондового микроскопа NanoEducator [Лит. 1-6]

На Рис. 1-10 представлен внешний вид измерительной головки СЗМ NanoEducator и обозначены основные элементы прибора, используемые при работе. На Рис. 1-11 представлена конструкция измерительной головки. На основании 1 расположены сканер 7 с держателем образца 6 и механизм подвода 2 на основе шагового двигателя. Подвод зонда 5, 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 винта 8.

На Рис. 1-12 представлена функциональная схема прибора. NanoEducator состоит из измерительной головки, электронного блока, соединительных кабелей и управляющего компьютера. Видеокамера изображена как отдельное устройство, соединенное с компьютером. Сигнал от датчика взаимодействия после преобразования в преусилителе

поступает в СЗМ контроллер. Управляющие сигналы от электронного блока поступают в измерительную головку. Управление электронным блоком осуществляется от компьютера через контроллер связи с РС.



Рис. 1-10. (а) Внешний вид измерительной головки СЗМ NanoEducator
1 – основание, 2 – держатель образца, 3 – Датчик взаимодействия,
4 – винт фиксации датчика, 5 – винт ручного подвода,
6 – винты перемещения сканера с образцом, 7 – защитная крышка с видеокамерой

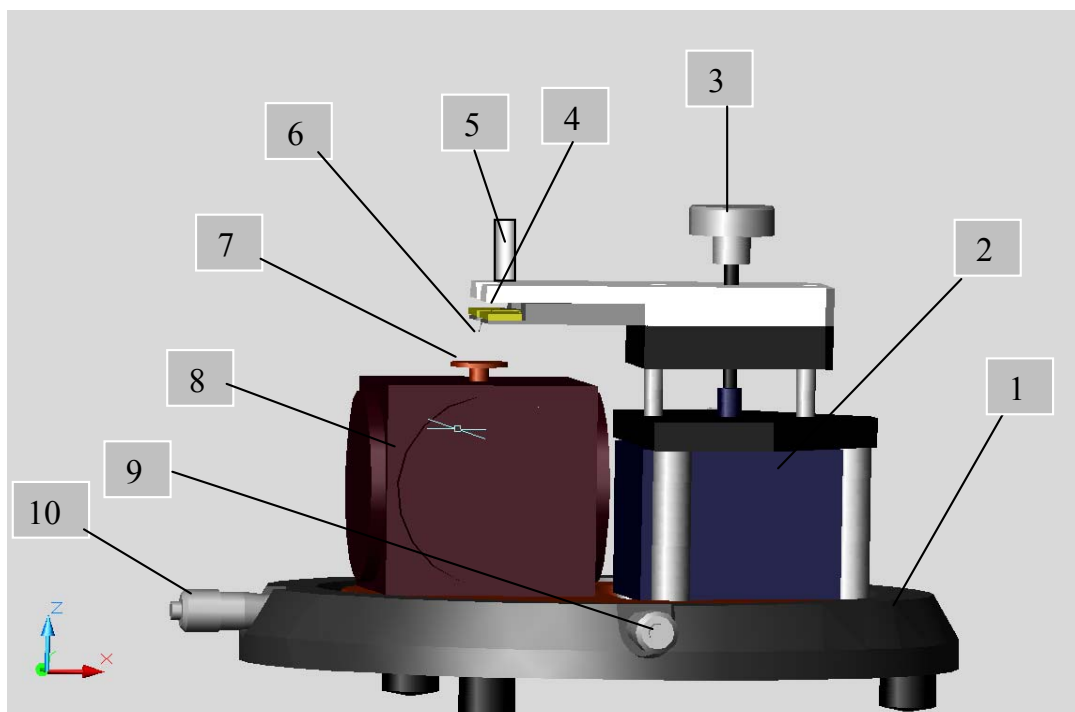


Рис. 1-11. Конструкция СЗМ NanoEducator:
1 – основание, 2 – механизм подвода, 3 – винт ручного подвода,
4 – датчик взаимодействия, 5 – винт фиксации датчика, 6 – зонд, 7 – держатель образца,
8 – сканер, 9, 10 – винты перемещения сканера с образцом

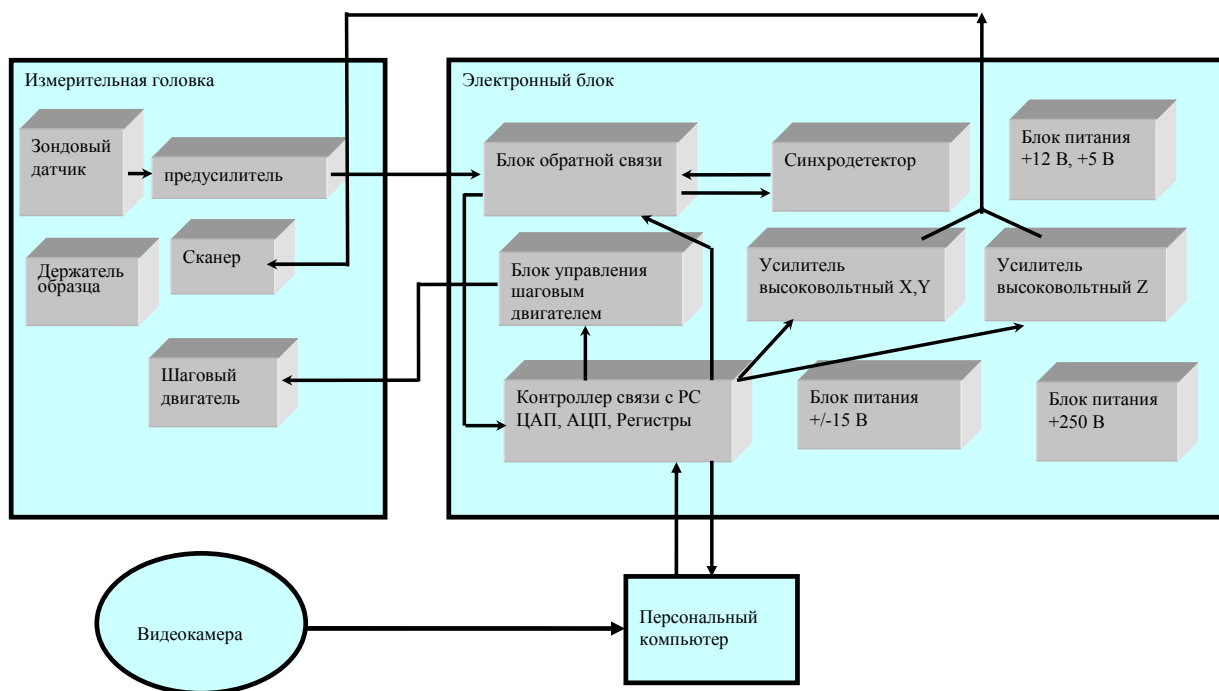


Рис. 1-12. Функциональная схема прибора. NanoEducator

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. 1-13).

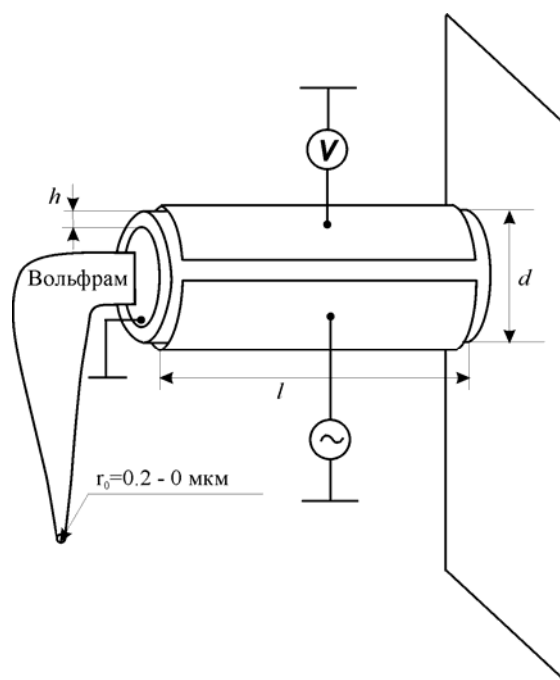


Рис. 1-13. Конструкция универсального датчика прибора NanoEducator

Свободный конец проволоки, использующейся в качестве зонда, заточен электрохимически, радиус закругления имеет величину $0.2 \div 0.05$ 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. 1-14). Преобразователь, изображенный на рисунке, вырабатывает электрическое напряжение U_T , обуславливающее протекание туннельного тока I и выдает напряжение U пропорциональное этому току в электронный блок.

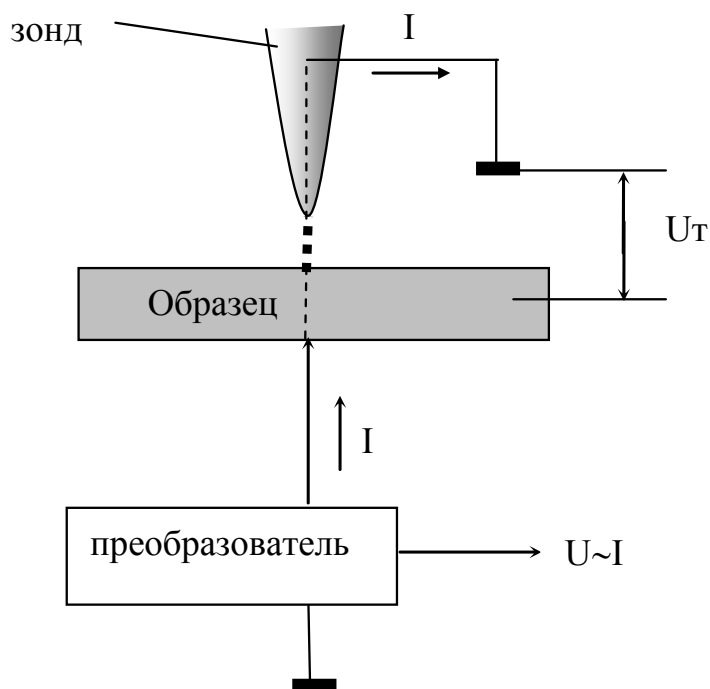


Рис. 1-14. Принцип регистрации туннельного тока

В качестве датчика силового взаимодействия одна часть пьезоэлектрической трубки используется как пьезовибратор, а другая – как датчик механических колебаний (Рис. 1-15). 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. 1-16, 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, которая 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. 1-16). 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.

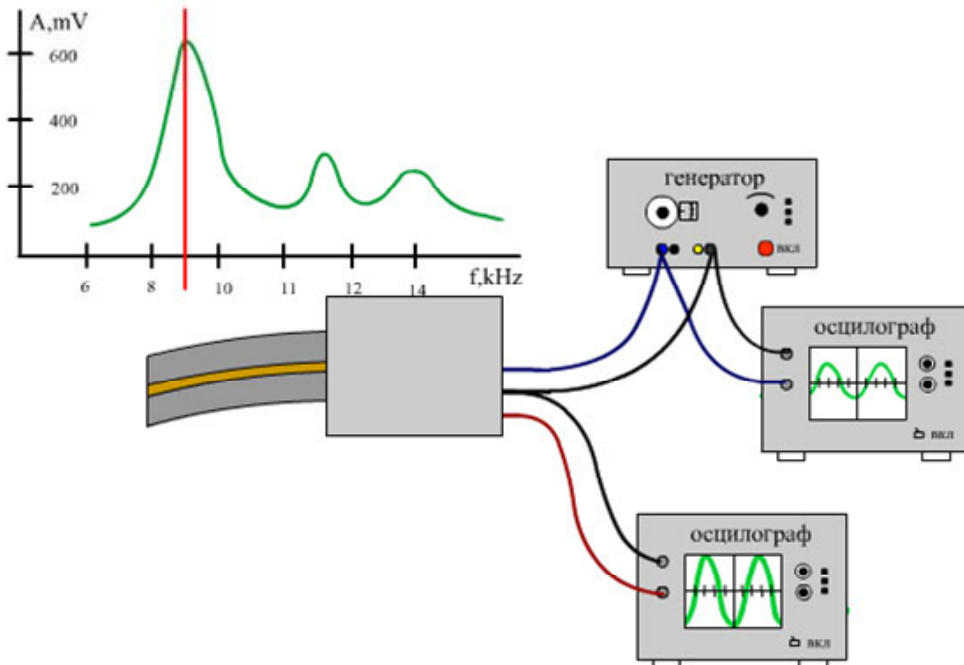


Рис. 1-15. Принцип работы пьезоэлектрической трубки в качестве датчика силового взаимодействия

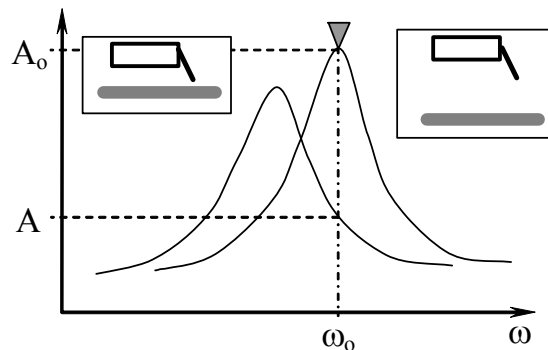


Рис. 1-16. Изменение частоты колебаний силового датчика при приближении к поверхности образца

Сканер

Способ организации микроперемещений, использующийся в приборе NanoEducator, основан на использовании зажатой по периметру металлической мембраны, к поверхности которой приклеена пьезопластинка (Рис. 1-17 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 3^x -координатный сканер (Рис. 1-17 б).

Каждый пьезоэлемент 1, закрепленный на гранях куба 2, может передвигать прикрепленный к нему толкатель 3 в одном из трех взаимно перпендикулярных направлений – X, Y или Z при приложении к нему электрического напряжения. Как видно из рисунка, все три толкателя соединены в одной точке 4. С некоторым приближением можно считать, что эта точка перемещается по трем координатам X, Y, Z. К этой же точке прикрепляется стойка 5 с держателем образца 6. Таким образом, образец перемещается по трем координатам под действием трех независимых источников напряжения. В приборах NanoEducator максимальное перемещение образца составляет около 50-70 мкм, что и определяет максимальную площадь сканирования.

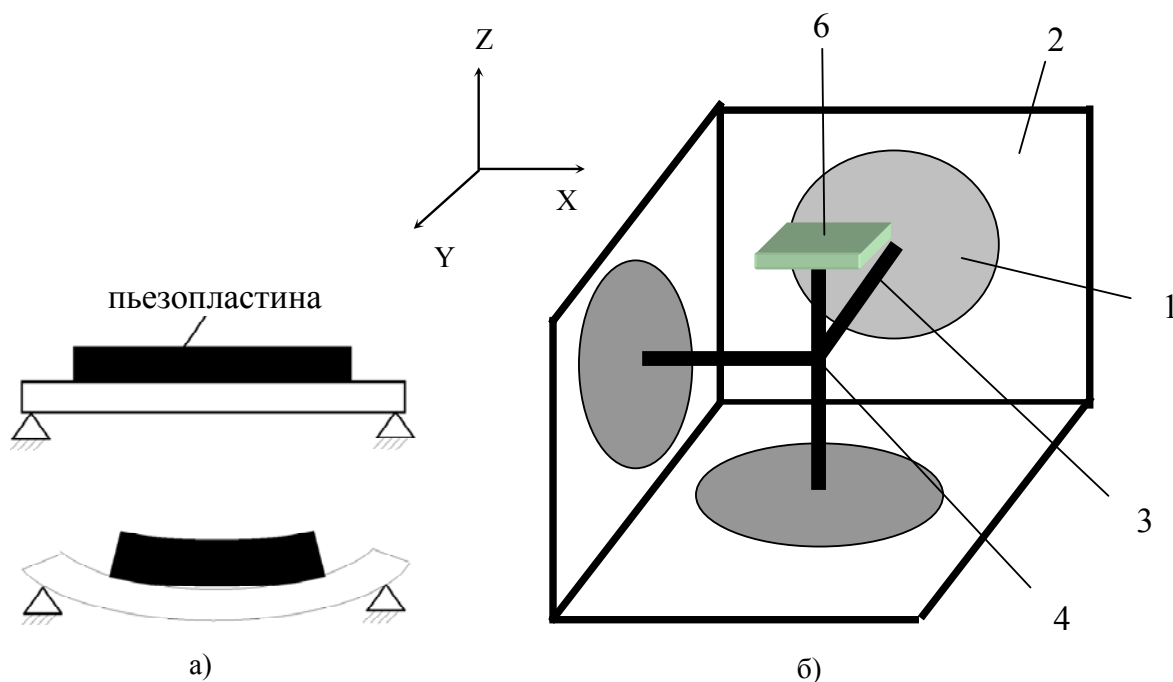


Рис. 1-17. Принцип действия (а) и конструкция (б) сканера прибора NanoEducator

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. 1-18. 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.

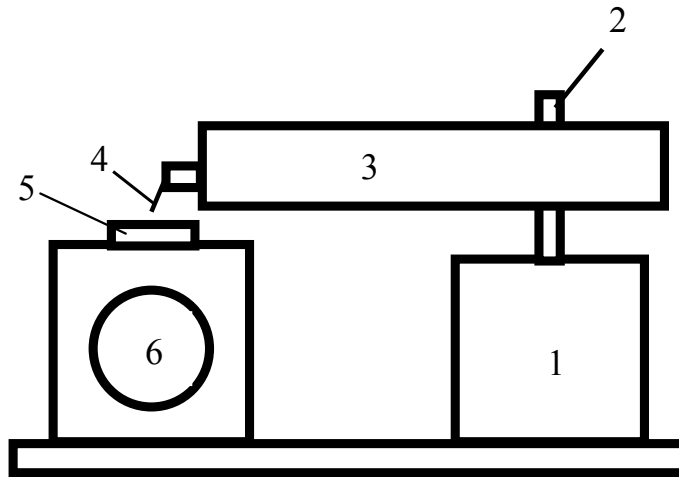


Рис. 1-18. Схема механизма подвода зонда к поверхности образца

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 перемещениям 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 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. Величина силового взаимодействия, при котором произойдет остановка подвода зонда, и будет происходить процесс сканирования, в приборе NanoEducator характеризуется параметром **Amplitude Suppression** (подавление амплитуды):

$$A=A_0(1- \text{Amplitude Suppression})$$

Проведение СЗМ эксперимента [Лит. 1-6]

После вызова программы NanoEducator на экране компьютера появляется главное окно (Рис. 1-19). Работу следует начать с пункта меню **File** и в нем выбрать **Open** или **New** либо соответствующие им кнопки на панели инструментов. Выбор команды **File⇒New** означает переход к проведению СЗМ измерений, а выбор команды **File⇒Open** означает переход к просмотру и обработке ранее полученных данных. Программа позволяет осуществлять просмотр и обработку данных параллельно с измерениями.

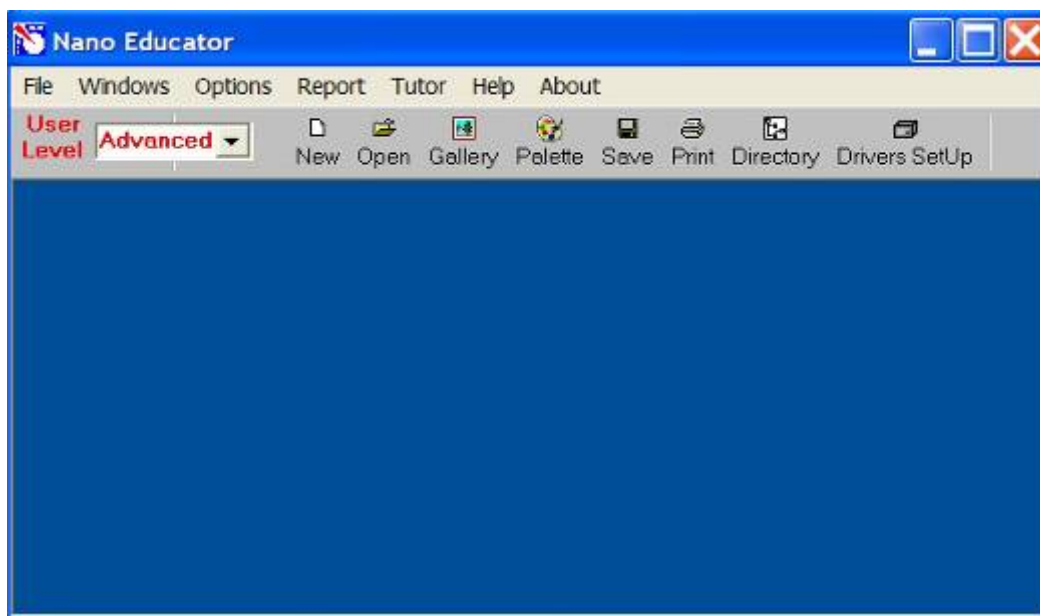





Рис. 1-19. Главное окно программы NanoEducator

После выполнения команды **File⇒New** на экране появляется окно диалога, которое позволяет выбрать или создать рабочий каталог, в который по умолчанию будут записываться результаты текущего измерения. В процессе проведения измерений все полученные данные последовательно записываются в файлы с именами **ScanData+i.spm**, где индекс **i** обнуляется при запуске программы и наращивается при каждом новом измерении. Файлы **ScanData+i.spm** помещаются в рабочий каталог, который устанавливается перед началом измерений. Существует возможность выбора другого рабочего каталога во время проведения измерений. Для этого необходимо нажать кнопку , расположенную на панели инструментов главного окна программы.

Для сохранения результатов текущего измерения необходимо нажать кнопку **Save Experiment** в Окне сканирования в появившемся окне диалога выбрать каталог и указать имя файла, при этом файл **ScanData+i.spm**, который служит временным файлом сохранения данных в процессе проведения измерений, будет переименован в заданное вами имя файла. По умолчанию файл будет сохранен в рабочем каталоге, назначенном перед началом измерений. Если не выполнить операцию сохранения результатов измерений, то при следующем запуске программы результаты, записанные во временных файлах **ScanData+i.spm**, будут последовательно перезаписываться (если не изменен рабочий каталог). О наличии временных файлов результатов измерений в рабочем каталоге выдается предупреждение перед закрытием и после запуска программы. Стандартное имя **ScanData** можно изменить, задав его в окне выбора рабочего каталога. Вызов окна выбора рабочего каталога происходит при нажатии кнопки , расположенной на панели инструментов главного окна программы. Сохранить результаты измерений можно также в окне **SPM File Explorer**, поочередно выделяя необходимые файлы и сохраняя их в выбранном каталоге.

Существует возможность экспорта результатов, полученных при помощи прибора NanoEducator в ASCII формат, который может быть импортирован программой HT МДТ Nova и другими программами. В ASCII формат экспортируются изображения сканов, а также данные их сечений. Для экспорта данных необходимо нажать кнопку  **Export**, расположенную в инструментальной панели главного окна программы, либо выбрать **Export → ASCII** в пункте меню **File** этого окна.

После закрытия окна диалога на экран выводится панель управления прибором (Рис. 1-20). В левой части панели управления прибором расположены кнопки выбора конфигурации СЗМ:

SFM – сканирующий силовой микроскоп (ССМ)

STM – сканирующий туннельный микроскоп (СТМ).



Рис. 1-20. Панель управления прибором

Подготовка к ССМ измерениям заключается в выполнении следующих операций.

Установка образца



ВНИМАНИЕ! Перед установкой образца необходимо снять датчик с зондом, чтобы не повредить зонд

Предусмотрено два способа крепления образца:

- на магнитном столике (в этом случае образец должен быть прикреплен к металлическому держателю).
- на двусторонней липкой ленте.



ВНИМАНИЕ! Для установки образца на двусторонней липкой ленте, необходимо вывинтить держатель из стойки (чтобы не повредить сканер), а затем вновь ввинтить его до легкого упора. В случае магнитного крепления замена образца может производиться без отвинчивания держателя образца

Установка зондового датчика



ВНИМАНИЕ! Устанавливать датчик с зондом следует всегда после установки образца. Эту операцию рекомендуется выполнять при верхнем положении держателя датчика. Датчик переводится в верхнее положение поворотом винта ручного подвода 1 по часовой стрелке (Рис. 1-21).

Выбрав нужный зондовый датчик (держите датчик за металлические кромки основания) (см. Рис. 1-21), ослабьте винт фиксации зондового датчика 2 на крышке измерительной головки, вставьте датчик в гнездо держателя до упора, закрутите винт фиксации по часовой стрелке до легкого упора (Рис. 1-21).

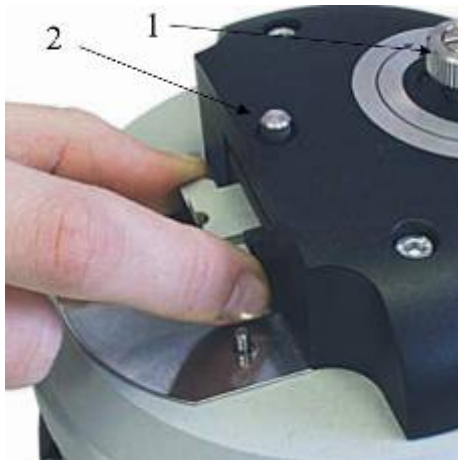


Рис. 1-21. Установка зондового датчика

Выбор места сканирования

Для выбора участка для исследования на образце используйте винты перемещения двухкоординатного столика, расположенного в нижней части прибора.


Предварительный подвод зонда к образцу

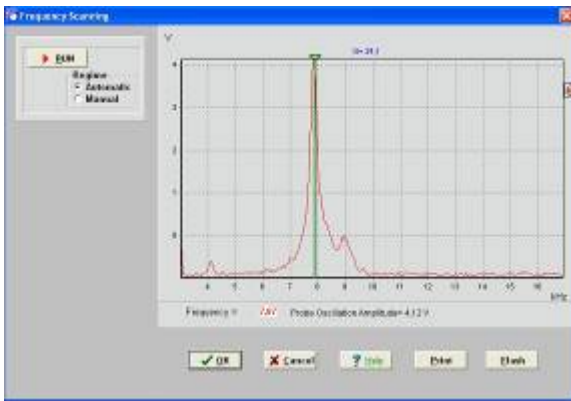
Операция предварительного подвода не является обязательной для каждого измерения, необходимость ее выполнения зависит от величины расстояния между образцом и острием зонда. Операцию предварительного сближения желательно производить, если расстояние между кончиком зонда и поверхностью образца превышает $0.5 \div 1$ мм. При использовании автоматизированного подвода зонда к образцу с большого расстояния между ними процесс подвода займет очень много времени.

Воспользуйтесь винтом ручного подвода для опускания зонда, контролируя расстояние между ним и поверхностью образца визуально (с помощью лупы).

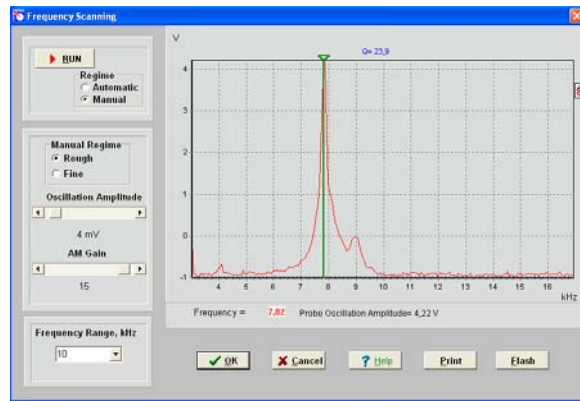
Построение резонансной кривой и установка рабочей частоты

Эта операция обязательно выполняется в начале каждого эксперимента и, пока она не произведена, переход к дальнейшим этапам измерений заблокирован. Кроме того, в процессе измерений иногда возникают ситуации, требующие повторного выполнения этой операции (например, при потере контакта).

Окно поиска резонанса вызывается нажатием кнопки . Выполнение этой операции предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Для этого необходимо нажать кнопку **RUN** (Рис. 1-22).



а)



б)

Рис. 1-22. Окно режима поиска резонанса и установки рабочей частоты:
а) – автоматический режим, б) – ручной режим

В режиме **Automatic** автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда колебаний зонда. График, демонстрирующий изменение амплитуды колебаний зонда в заданном диапазоне частот (Рис. 1-22 а), позволяет наблюдать форму резонансного пика. Если резонансный пик недостаточно ярко выражен, или амплитуда при частоте резонанса мала (**менее 1V**), то необходимо изменить параметры проведения измерений и повторно провести определение резонансной частоты.


Для этого предназначен режим **Manual**. При выборе этого режима в окне **Frequency Scanning** появляется дополнительная панель (Рис. 1-22 б), позволяющая корректировать следующие параметры:

- Амплитуда колебаний, задаваемых генератором (**Oscillation Amplitude**). Рекомендуется устанавливать эту величину минимальной (вплоть до нуля) и не более **50 мV**.
- Коэффициент усиления амплитуды (**AM Gain**). При недостаточной величине амплитуды колебаний зонда (**<1 V**) рекомендуется увеличить коэффициент **AM Gain**.

Для начала операции поиска резонанса необходимо нажать кнопку **RUN**.

Режим **Manual** позволяет вручную менять выбранную частоту, передвигая зеленый курсор на графике с помощью мыши, а также уточнить характер изменения амплитуды колебаний в узком диапазоне значений вокруг выбранной частоты (для этого необходимо установить переключатель **Manual Regime** в положение **Fine** и нажать кнопку **RUN**).

Захват взаимодействия

Для захвата взаимодействия выполняется процедура контролируемого сближения зонда и образца с помощью механизма автоматизированного подвода. Окно управления этой процедурой вызывается нажатием кнопки  панели управления прибором и

выбором **Slow** в появившемся выпадающем меню. При работе с ССМ эта кнопка становится доступной после выполнения операции поиска и установки резонансной частоты. Окно **Scanning Force Microscopy, Landing** (Рис. 1-23) содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры.

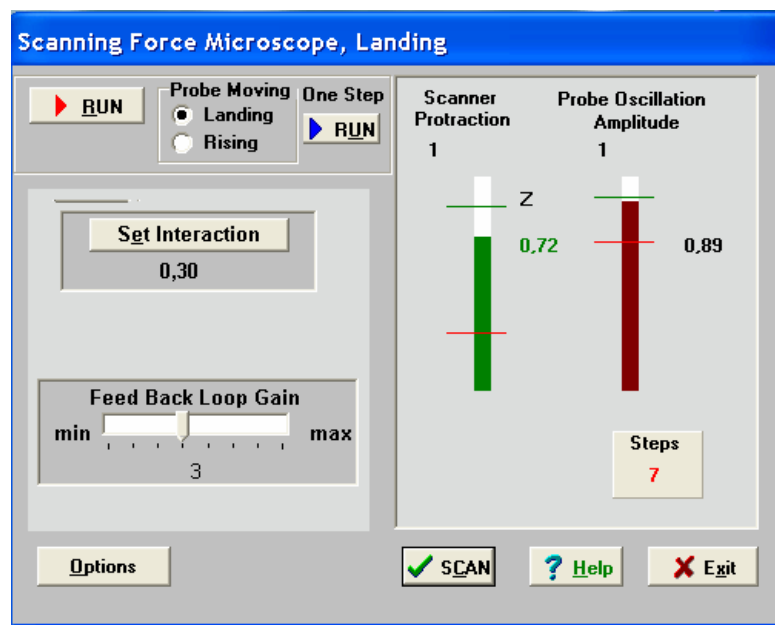


Рис. 1-23. Окно режима захвата взаимодействия

В окне **LANDING** пользователь имеет возможность наблюдать за следующими величинами:

- вытянутость сканера (**Scanner Protraction**) 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, синий – вне рабочей зоны, красный – сканер подошел слишком близко к поверхности образца, что может повлечь деформацию зонда. В последнем случае программа выдает звуковое предупреждение;
- амплитуда колебаний зонда (**Probe Oscillation Amplitude**) относительно амплитуды его колебаний в отсутствии силового взаимодействия, принятой за единицу. Величина относительной амплитуды колебаний зонда показана на правом индикаторе уровнем его заполнения бордовым цветом. Горизонтальная метка на индикаторе **Probe Oscillation Amplitude** указывает на уровень при переходе через который производится анализ состояния сканера и его автоматический вывод в рабочее положение;
- количество шагов (**Steps**), пройденных в заданном направлении (**Probe Moving**): **Landing** – сближение, **Rising** – удаление.

До начала процесса опускания зонда необходимо:

1. Убедиться, что в элементе **Probe Moving** выбран пункт **Landing** (сближение)
2. Проверить правильность установок параметров сближения:
 - Коэффициент усиления в цепи обратной связи **Feed Back Loop Gain** установлен на значении **3**,
 - Нажать кнопку **Set Interaction** и убедиться, что параметр **Amplitude Suppression** в окне **Set Interaction** (Рис. 1-24) имеет величину около **0.3**.

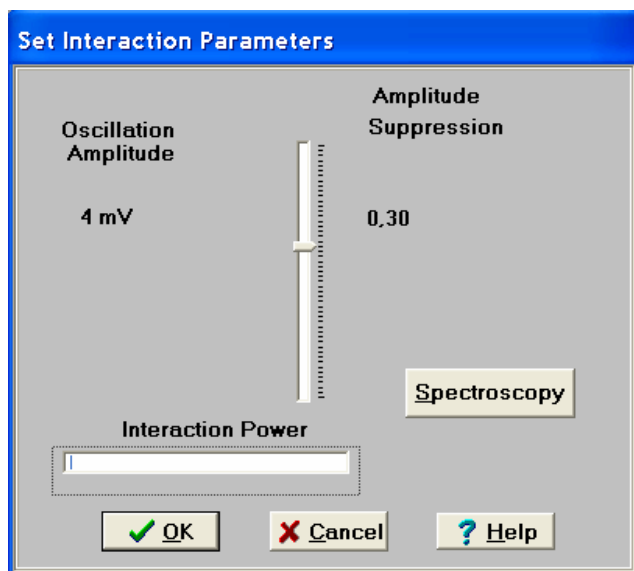



Рис. 1-24. Окно установки величины взаимодействия зонда и образца

3. Нажать на кнопку **RUN**.

Индикатор **Steps** начинает отсчитывать пройденные шаги. После захвата взаимодействия появляется сообщение **Landing done**.

Для вывода зонда из обратной связи и увеличения расстояния между зондом и образцом используется режим отвода зонда (**Probe Moving: Rising**). Для выполнения операции отвода необходимо выбрать направление движения **Probe Moving: Rising** и нажать кнопку **RUN**.

Сканирование

После выполнения процедуры подвода (**Landing**) и захвата взаимодействия становится доступным сканирование (кнопка  в окне панели управления прибором).

Нажав эту кнопку (вид окна сканирования представлен на Рис. 1-25), пользователь приступает непосредственно к проведению измерений и получению результатов измерений.

В режиме сканирования необходимо установить **параметры сканирования**. Эти параметры сгруппированы в правой части верхней панели окна **Scanning**.

В первый раз после запуска программы они устанавливаются по умолчанию:

Площадь сканирования Scan Area (Xnm*Ynm): 5000*5000 нм;

Количество точек

измерений по осям X, Y: NX=100, NY=100;

Скорость сканирования Velocity = 1000 nm/s;

Путь сканирования Path определяет направление сканирования. Программа позволяет выбирать направление оси быстрого сканирования (X или Y). При запуске программы устанавливается Path=X+.

После задания параметров сканирования необходимо нажать кнопку **Apply** для подтверждения ввода параметров и кнопку **RUN** для начала сканирования.

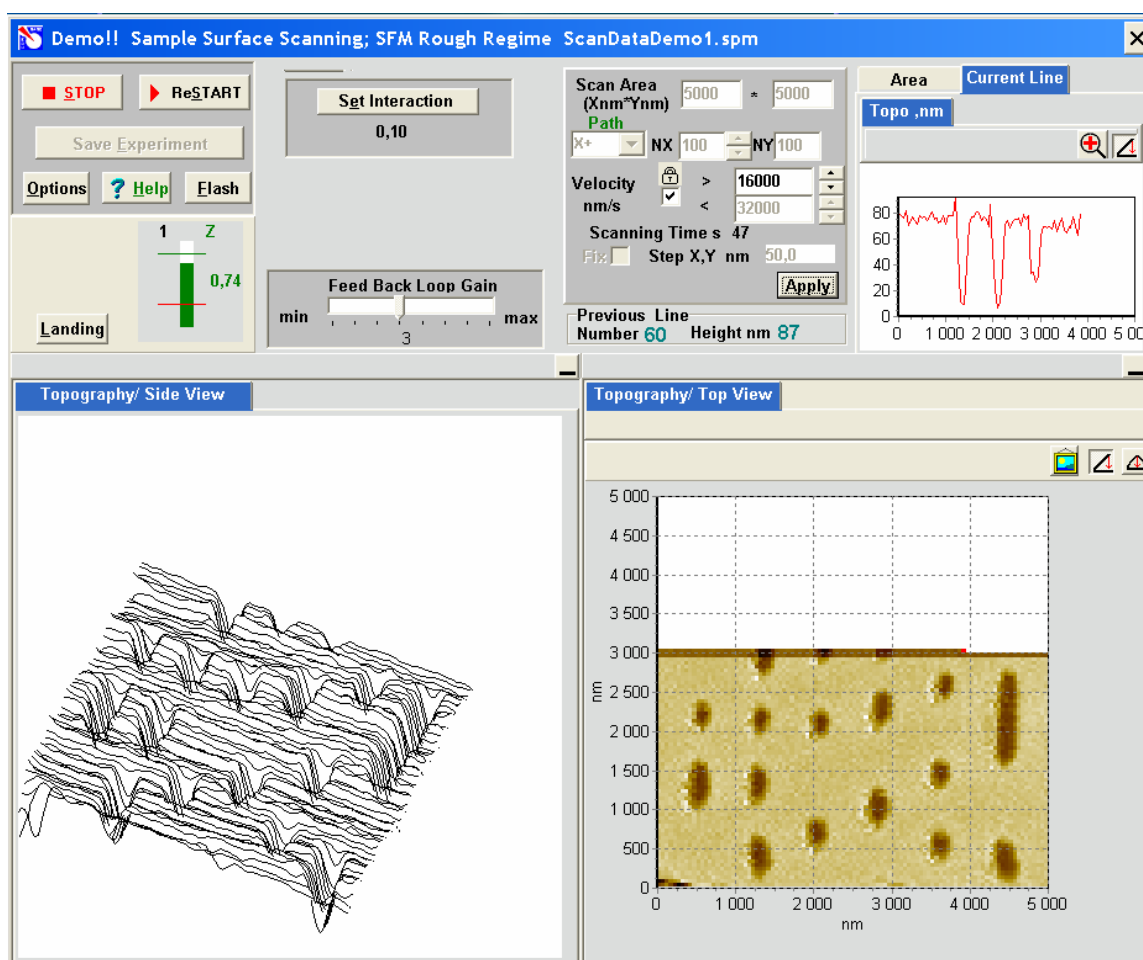


Рис. 1-25. Окно управления процессом и отображения результатов сканирования ССМ

Для сохранения результатов текущего измерения необходимо нажать кнопку **Save Experiment** в Окне сканирования и в появившемся окне диалога выбрать каталог и указать имя файла.

1.4. Методические указания

Прежде чем приступить к работе на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator следует изучить руководство пользователя прибора.

1.5. Техника безопасности

Прибор управляется напряжением 220 В. Эксплуатацию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator производить в соответствии с ПТЭ и ПТБ электроустановок потребителей напряжением до 220 В.

1.6. Задание

1. Изучите на практике общую конструкцию прибора NanoEducator.
2. Познакомьтесь с программой управления прибором NanoEducator.
3. Получите первое СЗМ изображение под присмотром преподавателя.
4. Проведите обработку полученного изображения.

1.7. 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 туннельного тока/ силового взаимодействия прибора NanoEducator и принцип его действия.
6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.

1.8. Литература

- Лит. 1-1. М. Борн, Э. Вольф. Основы оптики. М.: Наука, 1973.
- Лит. 1-2. Э. Руска. Развитие электронного микроскопа и электронной микроскопии – Нобелевские лекции по физике – 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 243.
- Лит. 1-3. Г. Бинниг, Г. Рорер. Сканирующая туннельная микроскопия – от рождения к юности – Нобелевские лекции по физике – 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 261.
- Лит. 1-4. В.С. Эдельман. Сканирующая туннельная микроскопия (обзор). Приборы и техника эксперимента, 1989, №5, с.25.
- Лит. 1-5. В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. ИФМ РАН – г. Н. Новгород, 2004 г. - 110 с.
- Лит. 1-6. Руководство пользователя прибора NanoEducator.