

Практическая работа №1 Подготовка и проведение СЗМ - эксперимента

Ц е л ь р а б о т ы: Изучение основ сканирующей зондовой микроскопии, изучение конструкции и принципов работы прибора NanoEducato, получение первого СЗМ изображения, получение навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

Задание по работе

1. Изучить на практике общую конструкцию прибора NanoEducator (или иного СЗМ прибора по заданию преподавателя) используя руководство пользователя и ресурсы сети интернет (<http://nt-mdt.ru>, <http://nanotech.iu4.bmstu.ru>).

2. Изучить базовые принципы работы с программой управления прибором NanoEducator в режиме получения изображения.

3. Получить СЗМ изображение. Получение изображения выполняется на одном приборе под присмотром преподавателя. Рекомендуется использовать в качестве образца тестовую решетку TGX1, поставляемую в комплекте с комплектом NanoEducator. TGX1 представляет собой массив квадратных колонн на кремниевой подложке. Период решетки $3\pm 0,05$ мкм, высота 0,6 мкм, радиус закругления менее 10 нм, зона эффективного сканирования 3×3 мм

4. Провести обработку полученного изображения.
Обработка экспериментальных данных каждым студентом индивидуально

5. Проанализировать результатов работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

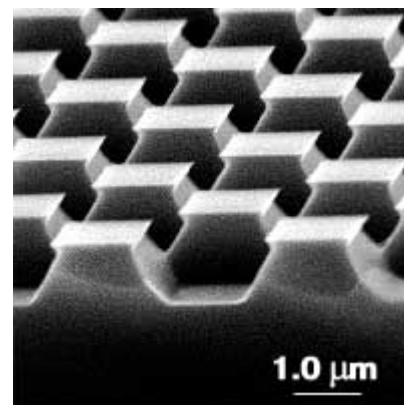


Рис. 6.21. Тестовая решетка TGX1

Методические указания по выполнению работы

Изучение принципов работы с программой управления прибором NanoEducator в режиме получения изображения.

Провести внешний осмотр размещенного на рабочем месте СЗМ комплекса NanoEducator, согласно руководству пользователя комплекса, провести его включение и, если необходимо, первоначальную настройку. Включить управляющий компьютер комплекса и запустить на нем управляющую программу NanoEducator (ярлык которой размещен на рабочем столе). После вызова программы NanoEducator на экране компьютера появляется главное окно, представленное на рис.6.22.

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.

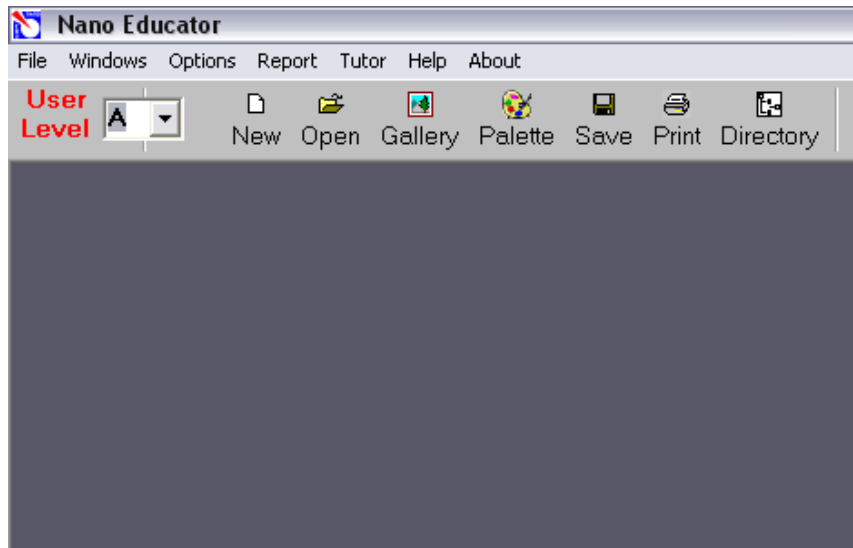
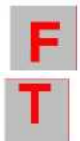


Рис.6.22. Главное окно программы NanoEducator

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. По умолчанию в этом каталоге создается файл данных текущего измерения с именем **ScanData.spm**. Если данные последнего проведенного измерения не сохранены, то перед началом нового измерения файл **ScanData.spm** можно переименовать любым доступным способом.

После закрытия окна диалога на экран выводится панель управления прибором (рис.6.23). В левой части панели управления прибором расположены кнопки выбора конфигурации СЗМ:



сканирующий силовой микроскоп (CCM)

сканирующий туннельный микроскоп (СТМ)



Рис.6.23. 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.



Рис.6.24 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.

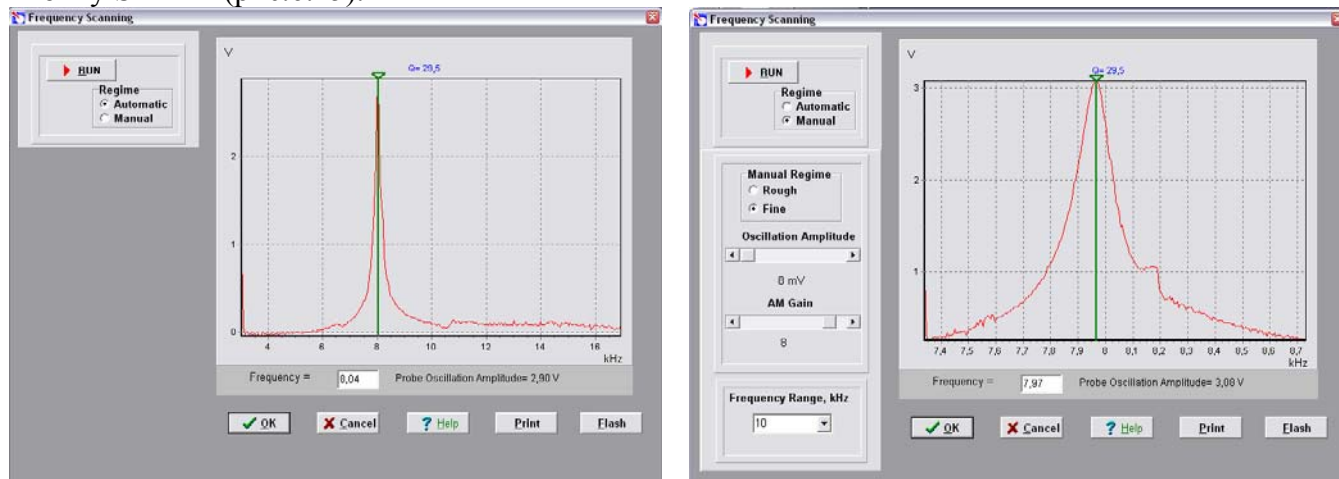
Операция предварительного подвода не является обязательной для каждого измерения, необходимость ее выполнения зависит от величины расстояния между образцом и острием зонда. Операцию предварительного сближения желательно производить, если расстояние между кончиком зонда и поверхностью образца превышает 0,5-1 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 USB-камеры вмонтированной в крышку).

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 командой ADJUST=>RESONANCE. Выполнение этой операции предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Для этого необходимо нажать кнопку START (рис.6.25).



а)

б)

Рис.6.25. Окно режима поиска резонанса и установки рабочей частоты:

а) — автоматический режим, б) — ручной режим.

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.6.24).

Выбрав нужный зондовый датчик (держите датчик за металлические кромки основания) (см. рис.6.24), ослабьте винт фиксации зондового датчика на крышке измерительной головки, вставьте датчик в гнездо держателя до упора, закрутите винт фиксации по часовой стрелке до легкого упора (рис.7.24).

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. 4а), 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.6.25б), позволяющая корректировать следующие параметры:

- Амплитуда колебаний, задаваемых генератором (Oscillation Amplitude).Рекомендуется устанавливать эту величину минимальной (вплоть до нуля) и не более 50mV.


- 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 START.

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 START).

Захват взаимодействия.

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

Окно управления **LANDING** этой процедурой вызывается кнопкой  панели управления прибором. При работе с ССМ эта кнопка становится доступной после выполнения операции поиска и установки резонансной частоты. Окно 'Scanning Force Microscopy, Landing' (рис.6.26) содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры.

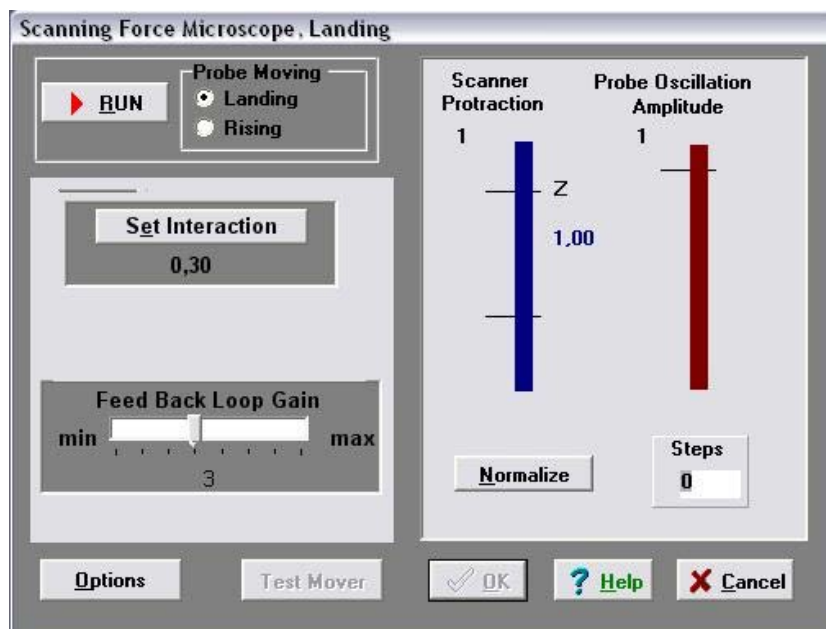


Рис.6.26. Окно режима захвата взаимодействия.

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.6.27) имеет величину около 0,3.

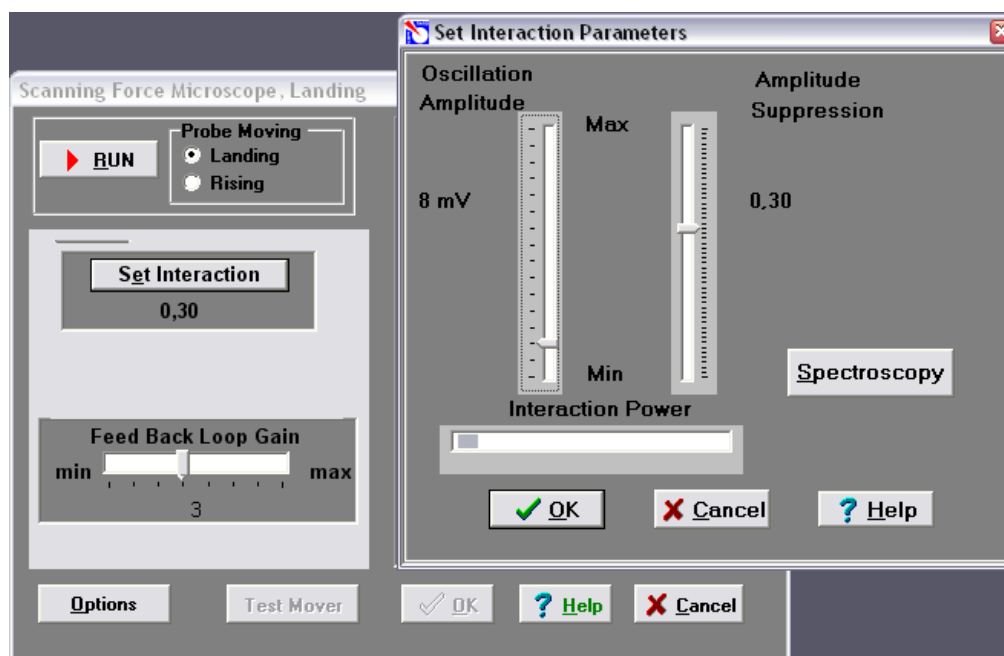


Рис.6.27. Окно установки величины взаимодействия зонда и образца

Нажать кнопку **Normalize**. Мерцание и красный цвет надписи на кнопке **Normalize** напоминают пользователю о необходимости выполнить это действие перед началом подвода. Выполнять операцию **Normalize** имеет смысл при отсутствии взаимодействия зонда и образца. После выполнения команды **Normalize** правый индикатор **Probe Oscillation Amplitude** целиком заполняется бордовым цветом. Это означает, что амплитуда колебаний зонда в данный момент принята за единицу.


3). Нажать на кнопку **START**.

Индикатор **Steps** начинает отсчитывать пройденные шаги. После захвата взаимодействия появляется сообщение «OK».

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 **START**.

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. 7), 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 **START** для начала сканирования.

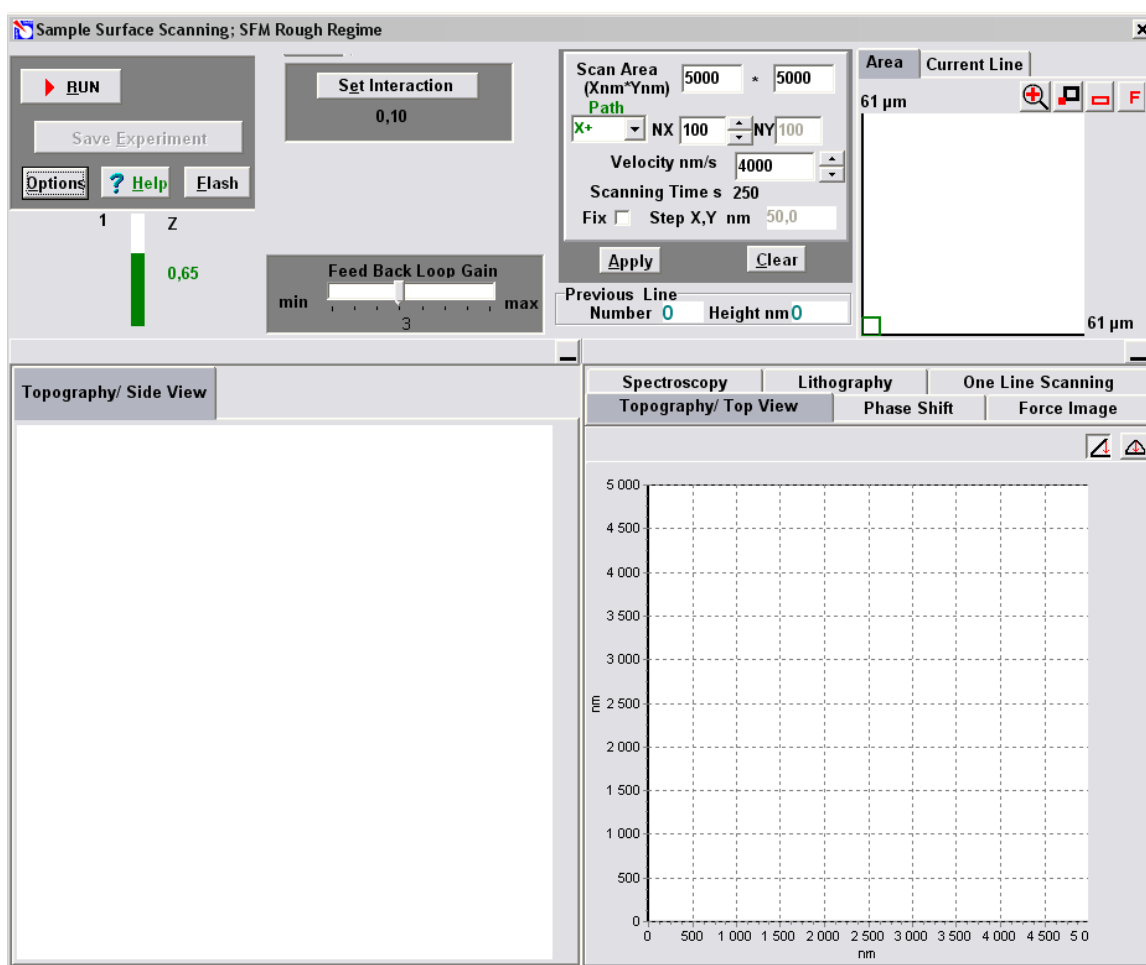


Рис.6.28. Окно управления процессом и отображения результатов сканирования ССМ

Для сохранения результатов после окончания сканирования необходимо нажать кнопку **Save Experiment** и в появившемся окне диалога выбрать каталог и указать имя файла, при этом файл **ScanData.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 данные последнего измерения будут сохранены в файле **ScanData.spm**, и новое измерение их уничтожит.

Проанализируйте полученные результаты, оформите их в виде отчета и сформулируйте основные выводы по работе.

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.

