

Лабораторная работа №5.09

ПОЛУЧЕНИЕ ПЕРВОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ МЕТОДОМ СЗМ NANO TUTOR. ОБРАБОТКА И ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА.

Содержание

1 Введение	2
2 Информация для студентов	2
3 Теория сканирующей зондовой микроскопии	3
3.1 Основы СЗМ	3
3.2 Общая конструкция сканирующего зондового микроскопа	3
3.3 Виды сенсоров	4
3.4 Пьезоэлектрический двигатель. Сканеры	5
3.5 Система обратной связи	7
3.6 Формат СЗМ данных, способы обработки и представления результатов эксперимента	7
3.7 Конструкция сканирующего зондового микроскопа NanoEducator	9
3.8 Универсальный датчик туннельного тока и силового взаимодействия	9
3.9 Сканер	12
3.10 Механизм автоматизированного подвода зонда к образцу (захват обратной связи)	12
4 Подготовка к выполнению работы и подключению	13
4.1 Подготовка к удаленному подключению.	13
4.2 Установка и подключение OpenVPN	13
4.3 Установка TightVNC	16
5 Проведение лабораторной работы	17
5.1 Интерфейс	18
5.2 Построение резонансной кривой и установка рабочей частоты	19
5.3 Захват взаимодействия и подвод зонда	19
5.4 Сканирование	20
5.5 Определение рельефа поверхности. Установка параметров сканирования	21
5.6 Индикация параметров и визуализация данных во время сканирования	21
6 Задание	22
7 Контрольные вопросы	22
8 Литература	22

Цель работы

- Изучение основ СЗМ
- Изучение конструкции и принципов работы прибора с использованием удаленного доступа к программе NanoEducator
- Получение первого СЗМ изображения в режиме «Демо»
- Получение навыков обработки полученного изображения и представления экспериментальных результатов

1 Введение

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, позволяют 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 также под присмотром преподавателя получите свое первое СЗМ изображение поверхности твердого тела и научитесь основам обработки и представления экспериментальных результатов.

2 Информация для студентов

Получение изображения выполняется студентами на приборе, подключенном удаленно к его ПК. Работа осуществляется при непосредственном контроле и присутствии online преподавателя, которые будут осуществлять помощь и контроль выполнения работы. Выполнение работы в дистанционном режиме подразумевает использования режима «Демо», так как реальный контроль за установкой не

осуществляется. Виртуальный прибор (Демо) – это программа, которая выполняется на ПК без подключения электронного и физического блоков прибора NanoEducator. Виртуальный прибор имитирует выполнение всех основных функций прибора NanoEducator в конфигурациях ССМ и СТМ. Интерфейс прибора Демо является интерфейсом уровня «Опытного» пользователя. При работе на виртуальном приборе пользователь имеет возможность изменять параметры прибора и наблюдать за последовавшими изменениями в выполнении функций прибора. Прибор Демо позволяет решать следующие задачи:

- Знакомство с интерфейсом и возможностями прибора NanoEducator.
- Обучение работе на приборе в качестве «опытного» пользователя. Для работы на приборе Демо необходимо ознакомиться с интерфейсом и функциями прибора NanoEducator уровня опытного пользователя.

3 Теория сканирующей зондовой микроскопии

3.1 Основы СЗМ

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 [1]. Уже в 20 веке были разработаны методы микроскопии с помощью электронных и ионных пучков [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 [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. 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 [1]. Уже в 20 веке были разработаны методы микроскопии с помощью электронных и ионных пучков [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 [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

3.2 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.

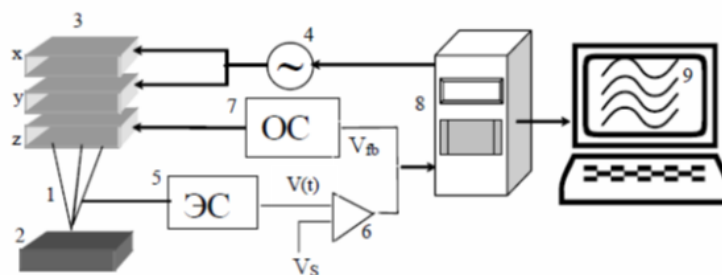


Рис. 1. Общая схема сканирующего зондового микроскопа. 1- зонд; 2 – образец; 3 – пьезоэлектрические двигатели x , y , z ; 4 – генератор напряжения развертки на x , y пьезокерамики; 5 – электронный сенсор; 6 – компаратор; 7 – электронная цепь обратной связи; 8 – компьютер; 9 – изображение $z(x,y)$

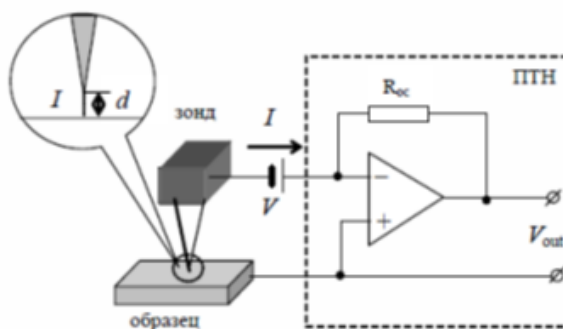


Рис. 2. Схема туннельного сенсора

3.3 Виды сенсоров

В основе сканирующей зондовой микроскопии лежит детектирование локального взаимодействия, возникающего между зондом и поверхностью исследуемого образца при их взаимном сближении до расстояния λ , 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. 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.

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. 2).

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 дей-

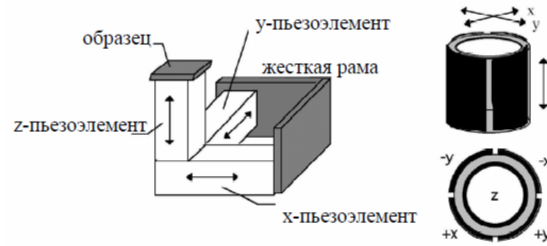


Рис. 3. Основные конструкции сканеров: слева – треногий, справа – трубчатый

ствия 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.

3.4 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 $Pb(ZrTi)O_3$ (цирконат-титанат свинца, ЦТС) [4] с различными добавками. Удлинение закрепленной с одного конца пьезопластинки определяется выражением:

$$\Delta l = l \frac{U}{h} d_{31} \quad (1)$$

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. 3)

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 . Electrodes, управляющие перемещениями трубки в x и y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки (Рис.

3). 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. 4) 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

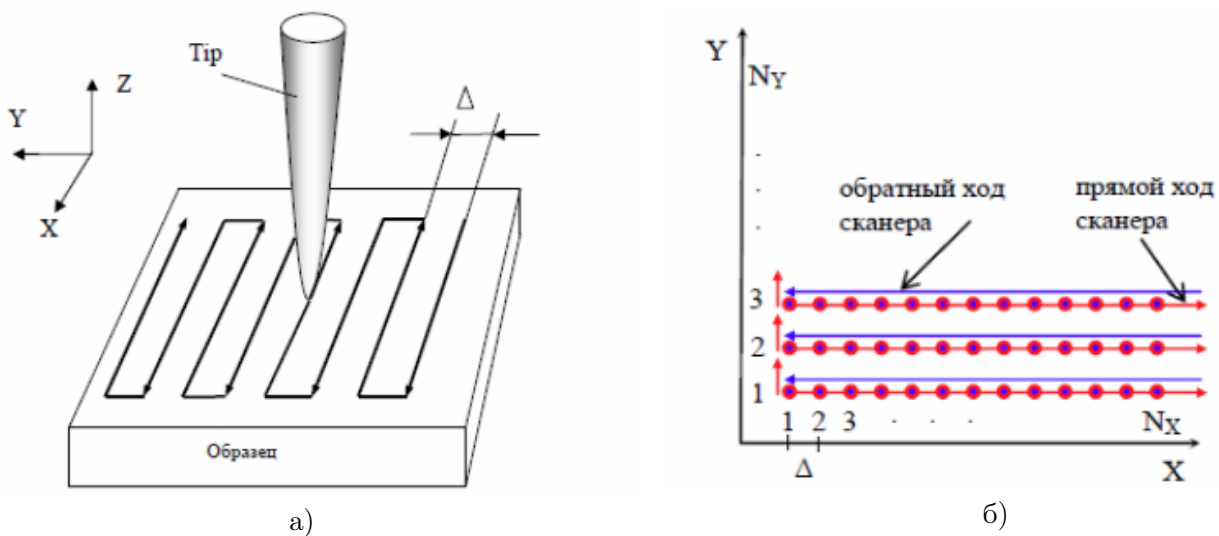


Рис. 4. Принцип сканирования (Tip – острие зонда)

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 (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.

3.5 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). 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. ?? 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. Отклик системы обратной связи

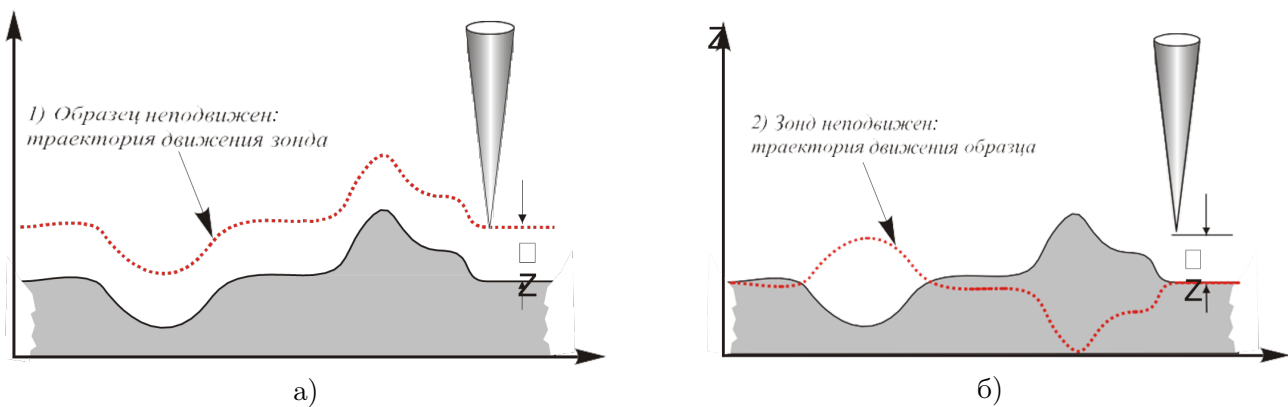


Рис. 5. Траектория относительного движения зонда и образца в процессе поддержания системой обратной связи постоянного локального взаимодействия

на возникновение сигнала рассогласования

$$V_{fb} = V(t) - V_S \quad (2)$$

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 отрабатывает 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.

3.6 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 соответ-

ствуется 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 200х200 или 300х300 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. 6 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. 6 б). При этом удается подчеркнуть отдельные малые особенности рельефа.

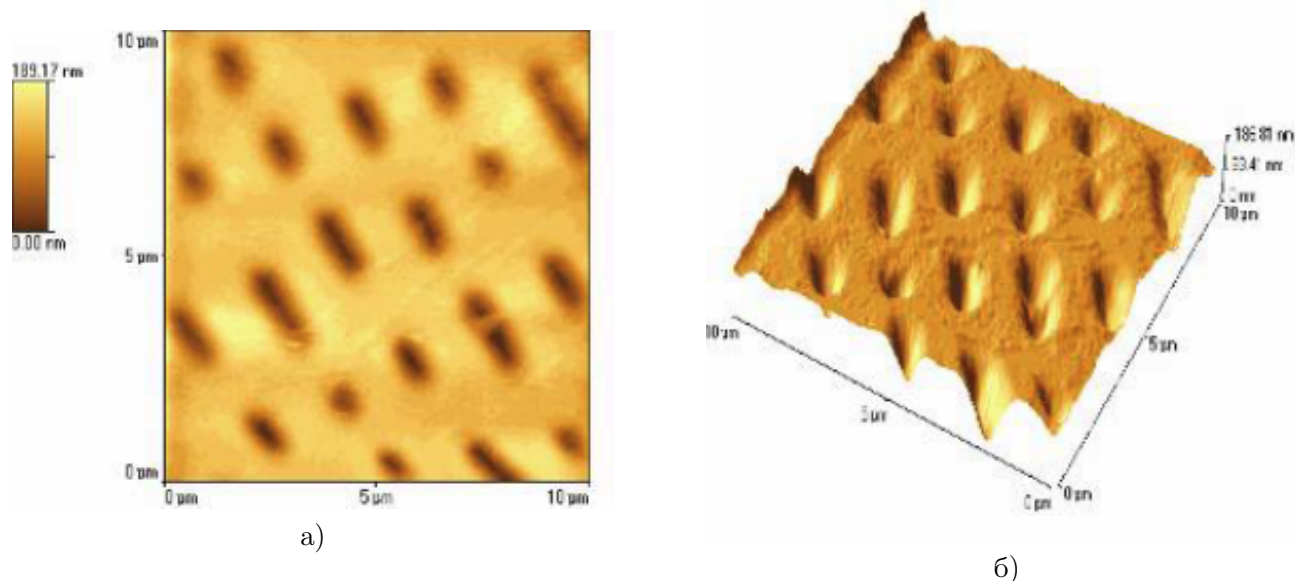


Рис. 6. Способы графического представления СЗМ-изображений:
а) – 2D, б) – 3D с боковой подсветкой

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На Рис. 7 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями [5].

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 про-



Рис. 7. Возможные искажения в СЗМ изображениях

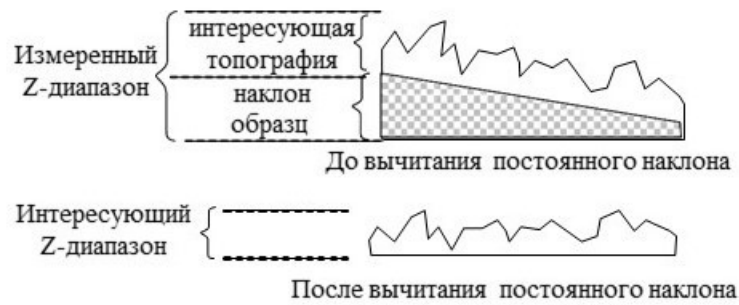


Рис. 8. Устранение постоянного наклона из СЗМ-изображения

граммным 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. 8).

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.

3.7 Конструкция сканирующего зондового микроскопа NanoEducator

На Рис. 9 представлен внешний вид измерительной головки СЗМ NanoEducator и обозначены основные элементы прибора, используемые при работе. 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. 10 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 предусилителе эксперимента поступает в СЗМ контроллер. Управляющие сигналы от электронного блока поступают в измерительную головку. Управление электронным блоком осуществляется от компьютера через контроллер связи с РС.

3.8 Универсальный датчик туннельного тока и силового взаимодействия

В приборе NanoEducator применяется универсальный датчик туннельного тока и модуляционно-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 прикреплен вольфрамовая проволока диаметром 100 мкм (Рис. 11).



Рис. 9. 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

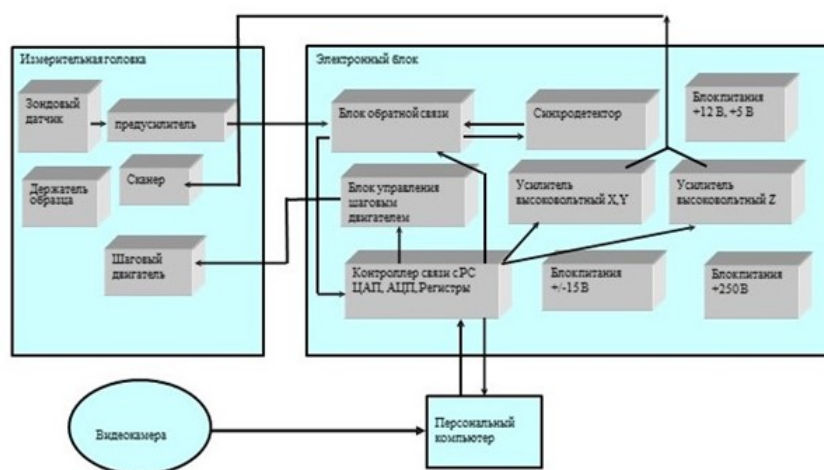


Рис. 10. Функциональная схема прибора. NanoEducator

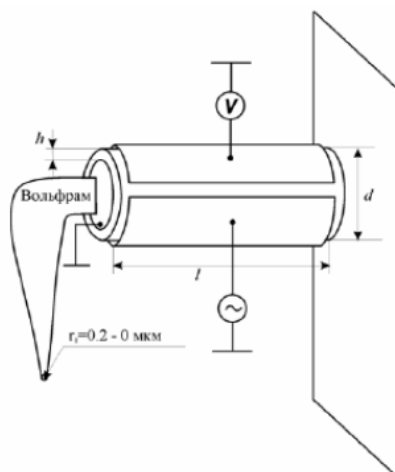


Рис. 11. Функциональная схема прибора. NanoEducator

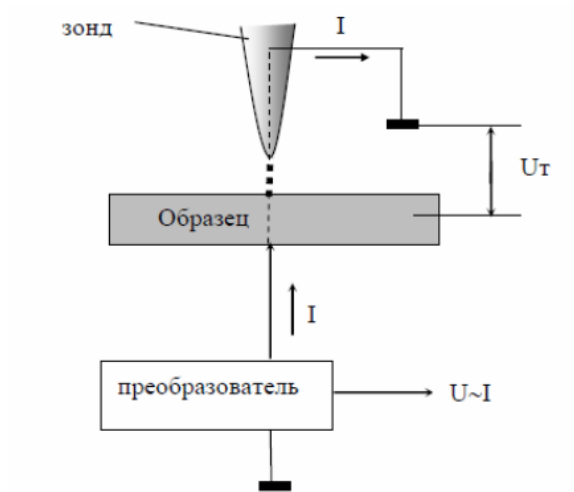
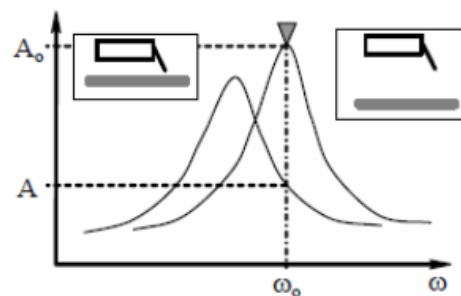
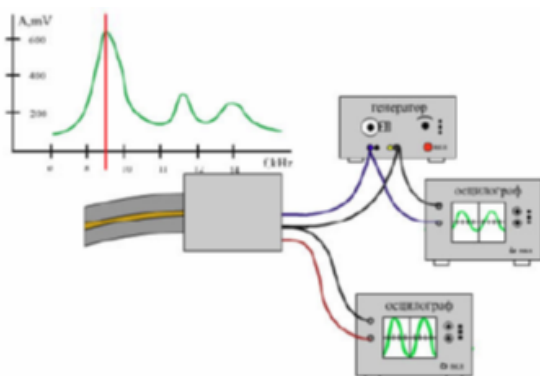


Рис. 12. Функциональная схема прибора NanoEducator

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. 12). Преобразователь, изображенный на рисунке, вырабатывает электрическое напряжение U_T , обуславливающее протекание туннельного тока I и выдает напряжение U пропорциональное этому току в электронный блок.

В качестве датчика силового взаимодействия одна часть пьезоэлектрической трубки используется как пьезовибратор, а другая – как датчик механических колебаний (Рис. 13 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.?? б, в процессе колебаний зонд отклоняется от равновесного положения на величину 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. 13 б). 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.



- а) Принцип работы пьезоэлектрической трубки в качестве датчика силового взаимодействия
- б) Изменение частоты колебаний силового датчика при приближении к поверхности образца

Рис. 13

3.9 Сканер

Способ организации микроперемещений, использующийся в приборе NanoEducator, основан на использовании зажатой по периметру металлической мембраны, к поверхности которой приклеена пьезопластинка (Рис. 14 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 3х-координатный сканер (Рис. 14 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.

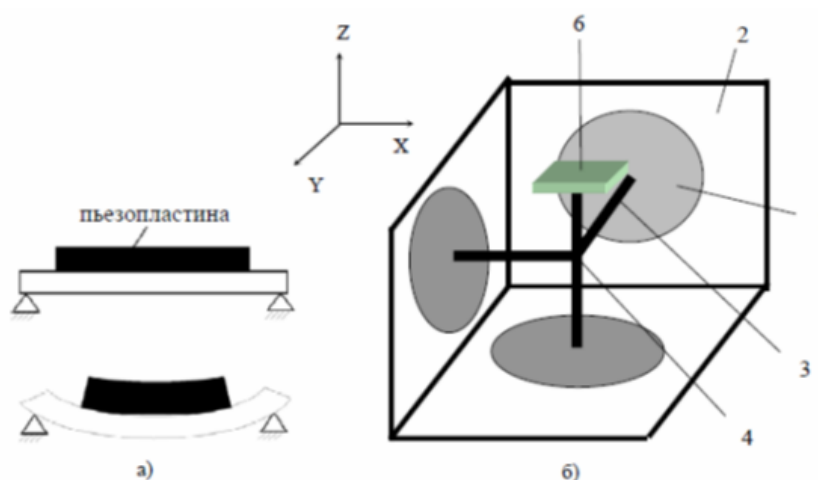


Рис. 14. Принцип действия (а) и конструкция (б) сканера прибора NanoEducator

3.10 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. 15. 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.

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:

- Механизм подвода зонда производит один шаг и останавливается.
- Система обратной связи включается, и сканер плавно поднимает образец, одновременно производится анализ наличия взаимодействия зонд-образец.
- Если взаимодействие отсутствует, процесс повторяется с пункта 1.

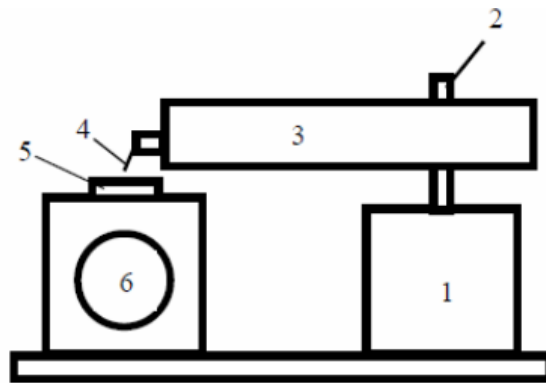


Рис. 15. Схема механизма подвода зонда к поверхности образца

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

4 Подготовка к выполнению работы и подключению

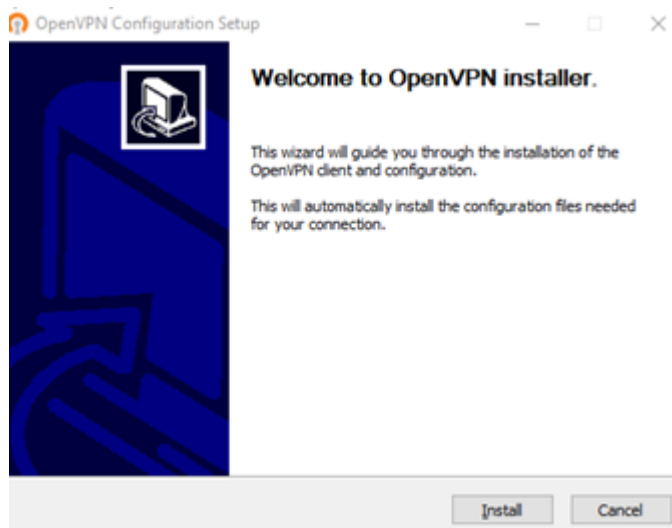
4.1 Подготовка к удаленному подключению.

Необходимо проделать ЗАРАНЕЕ, до выполнения лабораторной работы

Прежде всего необходимо подключиться удаленно к компьютеру, на котором будет проходить работа. Для этого необходимо установить на свой компьютер OpenVPN и TightVNC. Если вы этого еще не сделали, то инструкции по установке и сами файлы для установки доступны [по ссылке](#).

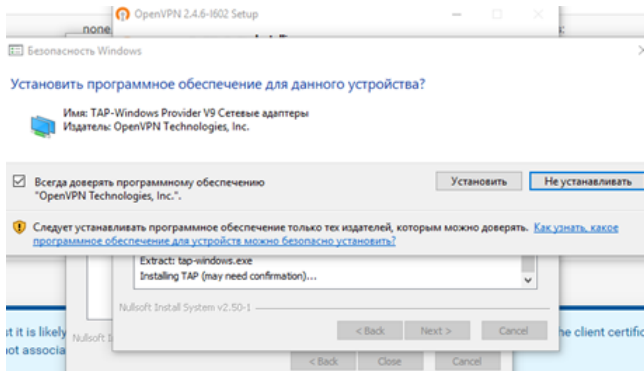
4.2 Установка и подключение OpenVPN

1. Загрузите установщик OpenVPN (.exe).
Вам следует выбрать один из программ установки OpenVPN, 443 порта TCP (для студентов ФТФ) или 11943 (для студентов других факультетов)
2. Запустите установщик OpenVPN и нажмите «Install». Затем Нажмите "Next".

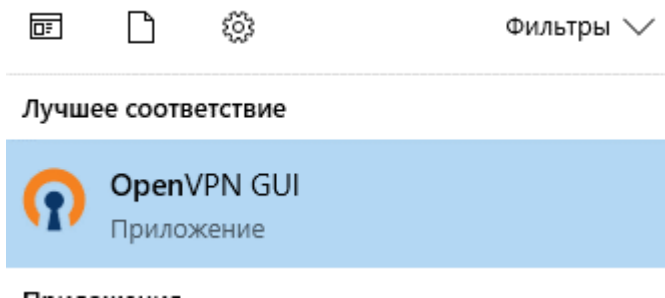


3. Следуйте инструкциям установщика. Примите условия соглашения. И нажмите "Next".

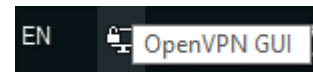
4. Нажмите "Install" (в большинстве случаев вам не следует менять папку назначения).
5. Нажмите "Установить" (or "Install").



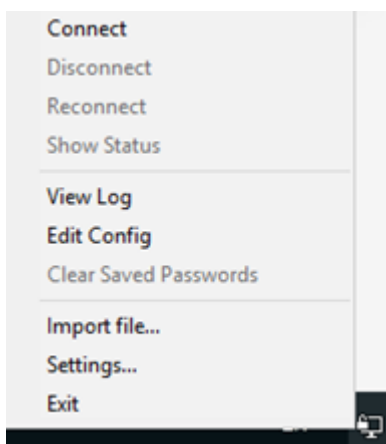
6. Нажмите «Close» для завершения установки.
7. Теперь вы можете найти и запустить OpenVPN (например, через Windows Search)



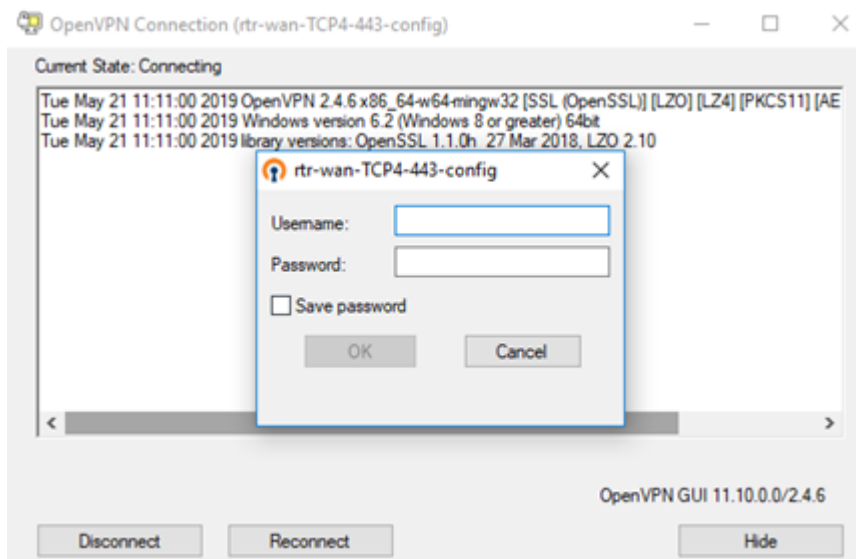
8. После этого вы увидите значок OpenVPN в панели задач Windows.




9. Когда вы сделаете правый клик на значке, вы увидите меню OpenVPN.

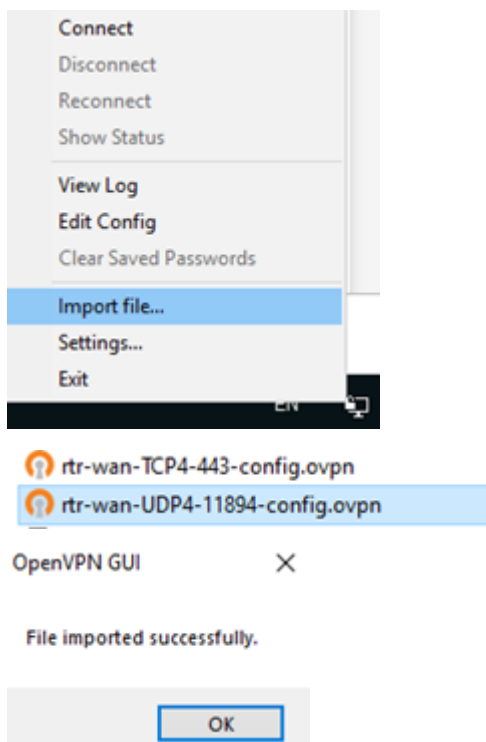


10. Нажмите "Connect" и введите свой логин и пароль (Логин: students Пароль: }%Pk?ueC). При желании вы можете сохранить свой пароль, и вам не нужно будет вводить свои учетные данные при следующих подключениях.

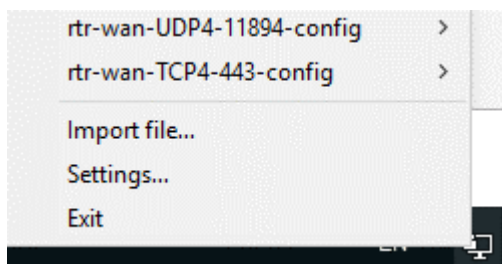


11. Когда процесс подключения будет завершен, вы увидите, что значок OpenVPN на панели задач Windows изменил цвет на зеленый . Это означает, что VPN-соединение стабильно и работает.
12. Для отключения нажмите правую кнопку мыши, щелкните значок в панели задач Windows и нажмите «Disconnect». Также на экране "Status" есть возможность отключения нажав "Disconnect".
13. Вы можете импортировать еще одну конфигурацию. Если вы установили OpenVPN 443 TCP, вы можете импортировать файл конфигурации UDP порта OpenVPN 11894. Необязательная конфигурация. Если вы установили OpenVPN 11894 UDP, вы можете импортировать файл конфигурации OpenVPN 443 TCP.

Важно! Для студентов других факультетов обязательна установка и использование openvpn-rtr-wan-TCP4-11943-install-2.4.6-I602.exe

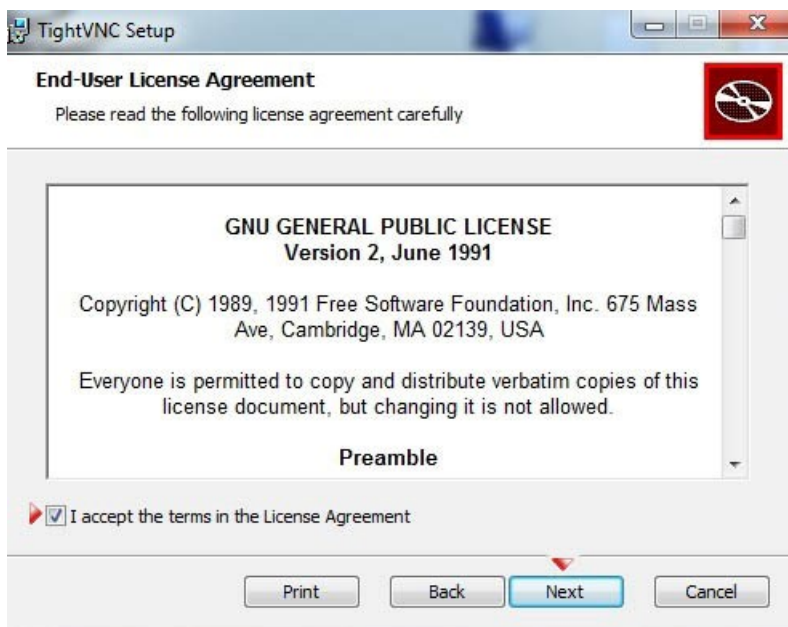


14. Теперь вы можете использовать любую конфигурацию

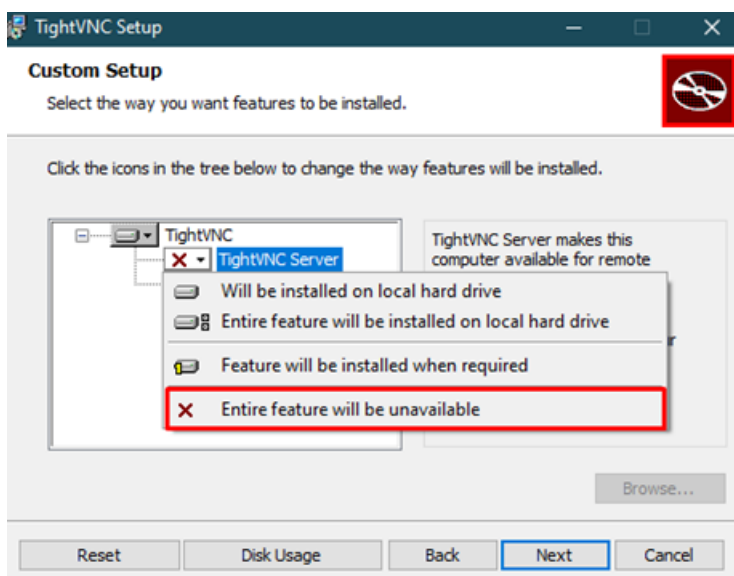


4.3 Установка TightVNC

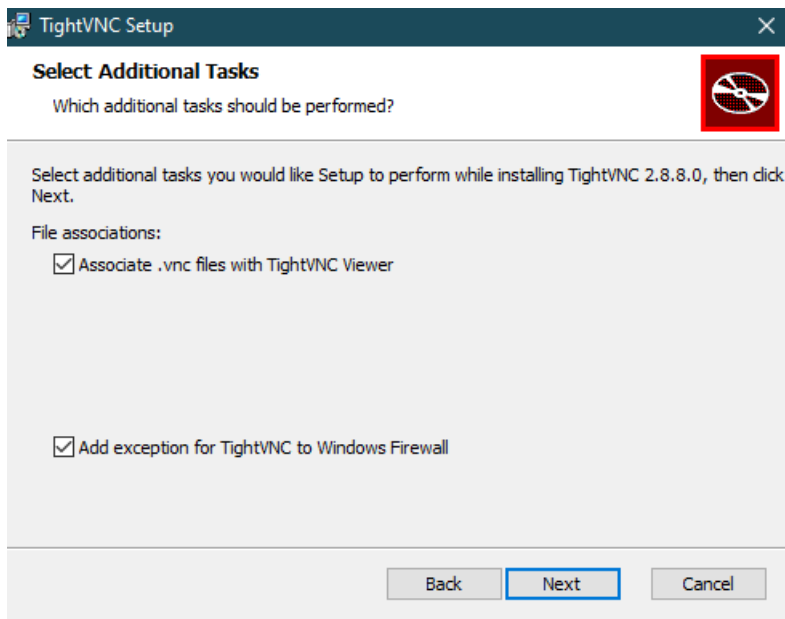
1. Запускаем установку TightVNC. Соглашаемся лицензионным соглашением.



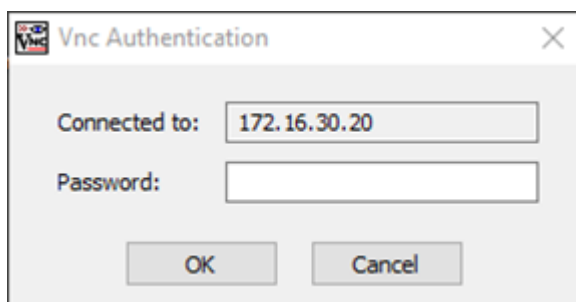
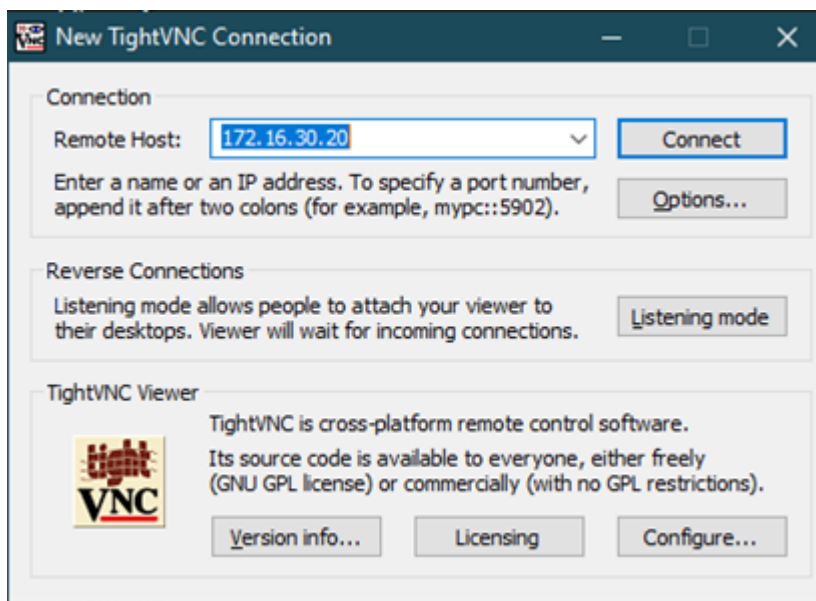
2. Выполняем установку выбрав пункт "Custom". В выпадающем меню пункта TightVNC Server выбираем "Entire Feature will be unavailable".



3. Оставляем значения по умолчанию. Здесь добавляется исключение к брандмауэру операционной системы Windows, что необходимо для организации подключения.



4. Запускаем программу ThightVNC в открывшемся окне в поле “Remote Host” введите ip адрес необходимый вам машины и нажмите кнопку “Connect”, после чего появится окно с просьбой ввода пароля.



5 Проведение лабораторной работы

В назначенное вам время необходимо подключиться по указанному IP-адресу и паролю к компьютеру, на котором вы будете выполнять работу. Необходимо подключиться к преподавателю, который будет

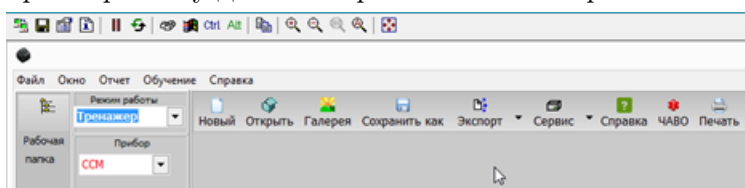
помогать вам в выполнении работы с помощью ZOOM или иного клиента по указанию преподавателя. (Вход в учетную запись компьютера вам выдаст преподаватель).

Следуете указаниям преподавателя. В конце проделанной работы вам необходимо будет создать отчет по проделанной работе.

Для понимания процесса и успешного выполнения работы, вам необходимо ознакомиться с порядком выполнения работы.

5.1 Интерфейс

После вызова программы NanoTutor на экране компьютера появляется главное окно. Работу следует начать с пункта меню "Файл" и в нем выбрать "Новый" или "Открыть". Выбор команды "Файл" → "Новый" означает переход к проведению СЗМ измерений, а выбор команды "Файл" → "Открыть" означает переход к просмотру и обработке ранее полученных данных. Программа позволяет осуществлять просмотр и обработку данных параллельно с измерениями.



После выполнения команды "Файл" → "Новый" 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 Сохранить как 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.

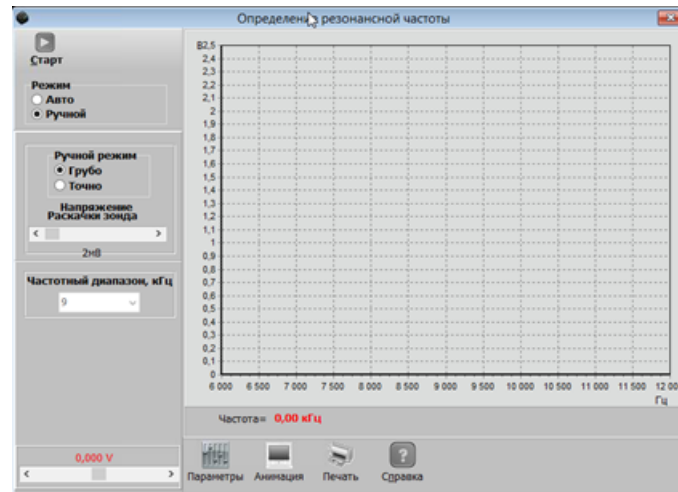
Существует возможность экспорта результатов, полученных при помощи прибора NanoTutor в ASCII формат, который может быть импортирован программой НТ МДТ Nova и другими программами. В ASCII формат экспортируются изображения сканов, а так же данные их сечений. Для экспорта данных необходимо нажать кнопку Экспорт, расположенную в инструментальной панели главного окна программы, либо выбрать как ASCII в пункте меню Файл этого окна.

По указанию преподавателя в поле "Прибор" выбирается «ССМ» (сканирующий силовой микроскоп) или «СТМ» (сканирующий туннельный микроскоп) После выбора "Файл" → "Новый" необходимо выбрать образец, с которым будет проходить работа (тоже по указанию преподавателя). Вы увидите видео, посвященные изготовлению, подготовки и установки зонда в СЗМ, по причине невозможности реализации этих пунктов в режиме виртуальной работы. Также в программе NanoTutor есть встроенный помощник по выполнению лабораторной работы.

5.2 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).

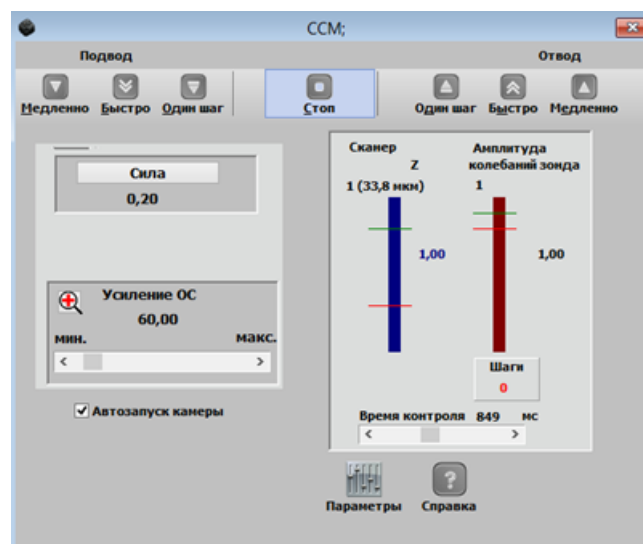
Окно поиска резонанса вызывается нажатием кнопки «Резонанс». Выполнение этой операции предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Для этого необходимо нажать кнопку «Старт»



В режиме "Авто" автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда колебаний зонда. График, демонстрирующий изменение амплитуды колебаний зонда в заданном диапазоне частот, 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 "Ручной". При выборе этого режима в окне "Частота" сканирования появляется дополнительная панель, позволяющая корректировать "Напряжение" раскачки зонда (рекомендуется устанавливать маленькое значение). Так же можно ознакомиться с "Анимацией" процесса. Для начала операции поиска резонанса необходимо нажать кнопку "Старт".

5.3 Захват взаимодействия и подвод зонда

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 Подвод и выбором кнопки "Медленно".



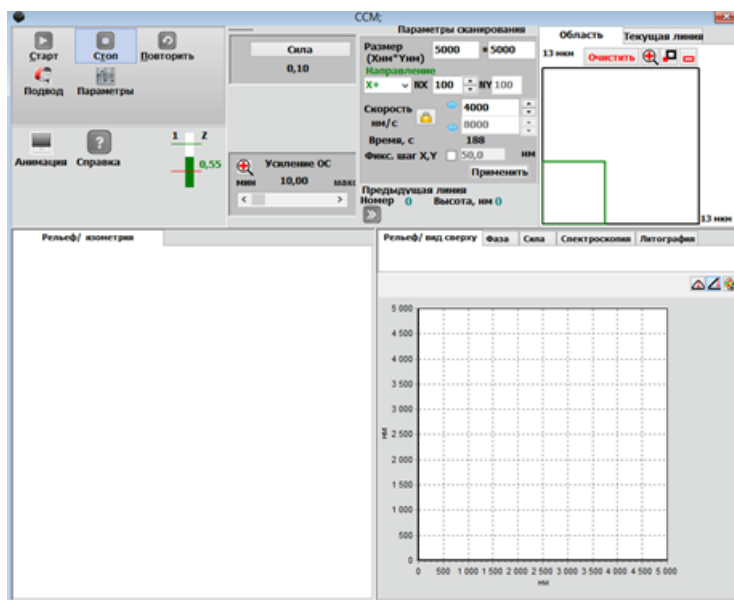
При работе с ССМ эта кнопка становится доступной после выполнения операции поиска и установки резонансной частоты. Окно (рис.21) содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры. В окне Подвода пользователь имеет возможность наблюдать за следующими величинами:

- удлинением сканера ("Сканер Z") по оси Z относительно максимально возможного, принятого 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. Горизонтальные метки на индикаторе "Сканер Z" показывают установленную рабочую зону для величины Z. Считается, что сканер находится в рабочем положении, если величина Z находится между значениями, на которые указывают эти метки. Значения границ рабочей зоны задаются в окне параметров процедуры подвода Параметры подвода;
- амплитудой колебаний зонда ("Амплитуда колебаний зонда") 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 "Амплитуда" колебаний зонда указывает на уровень при переходе через который производится анализ состояния сканера и его автоматический вывод в рабочее положение;
- количеством шагов, пройденных в заданном направлении ("Шаги").

Более подробно об Подводе и Отводе зонда разделе вы узнаете и познакомитесь на работе.

5.4 Сканирование

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



Нажав кнопку (вид окна сканирования представлен на рисунке), пользователь приступает непосредственно к проведению и получению результатов измерений. СЗМ NanoEducator в конфигурации ССМ позволяет проводить сканирование поверхности образца с использованием прерывисто-контактного («полуконтактного») метода для поддержания обратной связи с отображением следующих характеристик:

- Рельефа поверхности образца (Полуконтактный Метод, Semicontact mode). Рельеф поверхности получается путем визуализации сигнала Z (напряжения, управляющего сканером по оси Z);

- Распределения фазового сдвига (Метод Отображения Фазы, Phase Imaging mode). Распределение разности фаз между раскачивающим пьезодатчик напряжением, получаемым с генератора опорного сигнала, и напряжением, снимаемым с пьезоэлемента;
- Распределения амплитуды колебаний зонда (Полуконтактный Метод Рассогласования, Force Image). Распределение величины амплитуды сигнала, снимаемого с пьезодатчика (ошибка рассогласования петли обратной связи).

5.5 Определение рельефа поверхности. Установка параметров сканирования

Определение рельефа поверхности ("Рельеф") в СЗМ NanoEducator осуществляется при реализации всех трех указанных выше методов силовой зондовой микроскопии. Управление процессом сканирования и отображением получаемых при этом данных происходит при помощи управляющих элементов окна "Сканирование". В верхней части окна Сканирование сосредоточены основные элементы управления и задания рабочих параметров сканирования. Нижняя часть разделена на две зоны, в которых осуществляется отображение получаемых в процессе сканирования данных.

При открытии окна "Сканирование по умолчанию Амплитуда подавления устанавливается равной 0.1. В режиме сканирования необходимо установить параметры сканирования. Эти параметры сгруппированы в правой части верхней панели окна "Сканирование".

В первый раз после запуска программы они устанавливаются по умолчанию:

- Площадь сканирования ($X_{nm} * Y_{nm}$): 5000*5000 нм;
- Количество точек
- Количество измерений по осям X, Y: $N_X = 100$, $N_Y = 100$;
- Скорость сканирования "Velocity"- 1000 нм/с;
- 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 "Применить" для подтверждения ввода параметров и кнопку "Старт" для начала сканирования. После завершения сканирования программа предложит сохранить полученный результат и оставить комментарий (только на английском языке).

5.6 Индикация параметров и визуализация данных во время сканирования

В процессе сканирования в правом верхнем углу окна Сканирование открывается закладка Текущая линия. В этом поле осуществляется отображение текущей линии. В рамке Предыдущая линия выводится следующая информация: номер последней пройденной линии сканирования Номер и разница между наибольшим и наименьшим значениями Z для соответствующего профиля рельефа (Высота). В левой части верхней панели окна расположен индикатор, отражающий текущее состояние Z. Нижняя часть окна Сканирование разделена на две зоны, в которых отображается сканируемая поверхность:

- Видом сбоку (Рельеф/изометрия);
- Видом сверху (Рельеф/вид сверху).

Цвет точки на виде сверху определяется высотой рельефа и палитрой (кнопка), а также зависит от способа нормировки. Имеется три способа нормировки:

- По предыдущей линии (кнопки и не нажаты);
- По отсканированной области после вычитания аппроксимирующей плоскости (нажата кнопка);
- По отсканированной области после вычитания аппроксимирующей поверхности второго рода (нажата кнопка).

Имеется возможность просмотра изображения текущей линии в увеличенном масштабе в отдельном окне. Для этого необходимо нажать кнопку , расположенную на закладке текущей линии ("Текущая линия") Для сохранения результатов текущего измерения необходимо нажать кнопку Сохранить Как в Окне сканирования и в появившемся окне диалога выбрать каталог и указать имя файла. В программе встроена возможность для создания отчета и его экспорта в MS Word. Для этого необходимо выбрать пункт "Отчет" → "Генератор отчета" и заполнить необходимые пункты. Для более подробного знакомства с обработкой полученных данных следует ознакомиться с описанием Руководство пользователя прибора [NanoEducator](#), глава 6. (Доступно по ссылке)

6 Задание

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

Сделайте отчет по проделанной работе.

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

8 Литература

1. М. Борн, Э. Вольф. Основы оптики. М.: Наука, 1973.
2. Э. Руска. Развитие электронного микроскопа и электронной микроскопии – Нобелевские лекции по физике – 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 243.
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.
4. В.С. Эдельман. Сканирующая туннельная микроскопия (обзор). Приборы и техника эксперимента, 1989, №5, с.25.