

## 2.2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ СЗМ-ЭКСПЕРИМЕНТА

**Цель работы:** изучение основ сканирующей зондовой микроскопии, изучение конструкции и принципов работы прибора NanoEducator, 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>).
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 контролем преподавателя. Рекомендуется использовать в качестве образца тестовую решетку TGX1, поставляемую в комплекте с комплектом NanoEducator. TGX1 (рис. 2.13) представляет собой массив квадратных колонн на кремниевой подложке. Период решетки  $3 \pm 0,5$  мкм, высота 0,6 мкм, радиус закругления менее 10 нм, зона эффективного сканирования  $3 \times 3$  мм.
4. Провести обработку полученного изображения. Обработка экспериментальных данных каждым студентом проводится индивидуально.
5. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

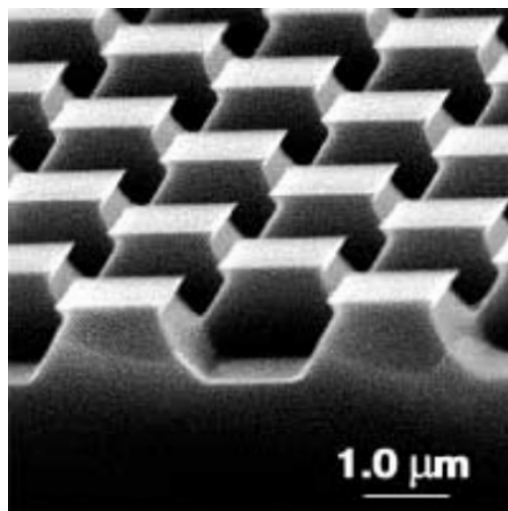


Рис. 2.13. Тестовая решетка TGX1

## 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. 2.14.

Работу следует начать с пункта меню *File* 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.

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.

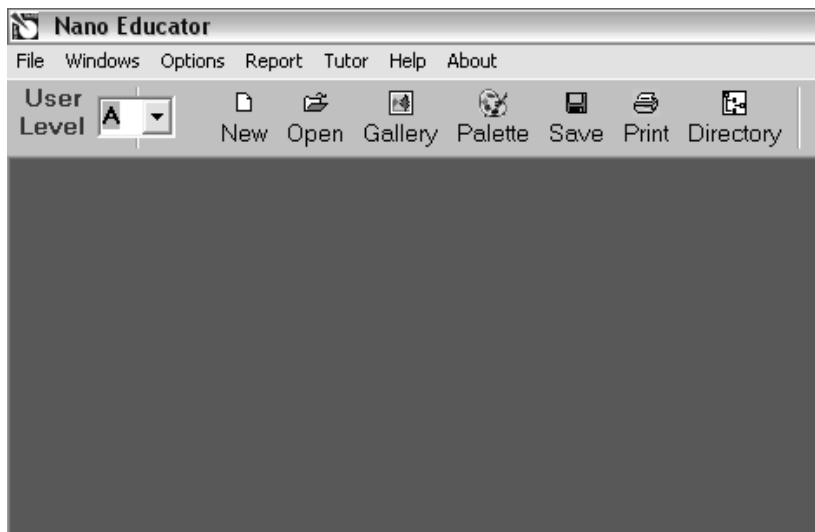


Рис. 2.14. Главное окно программы NanoEducator

После закрытия окна диалога на экран выводится панель управления прибором (рис. 2.15). В левой части панели управления прибором расположены кнопки выбора конфигурации СЗМ:

- F** – сканирующий силовой микроскоп (ССМ);
- T** – сканирующий туннельный микроскоп (СТМ).



Рис. 2.15. 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  $I$  по часовой стрелке (рис. 2.16).

Выбрав нужный зондовый датчик (держите датчик за металлические кромки основания) (см. рис. 2.16), 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 (см. рис. 2.16).

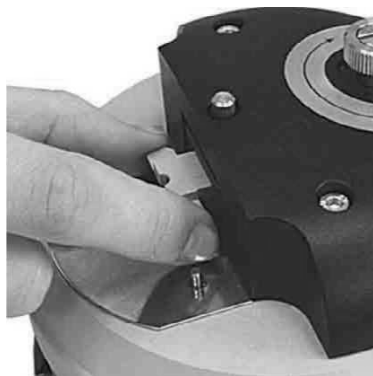


Рис. 2.16. Установка зондового датчика

**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).

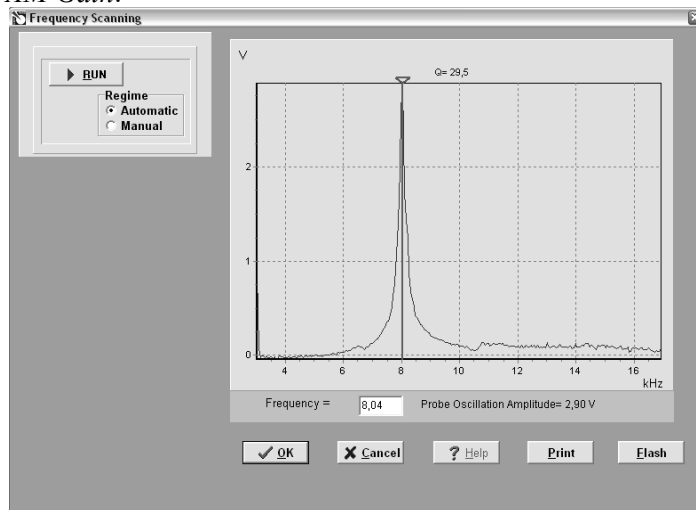
**Построение резонансной кривой и установка рабочей частоты.** Эта операция обязательно выполняется в начале каждого эксперимента, и пока она не произведена, переход к дальнейшим этапам измерений заблокирован. Кроме того, в процессе измерений иногда возникают ситуации, требующие повторного выполнения 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. 2.17).

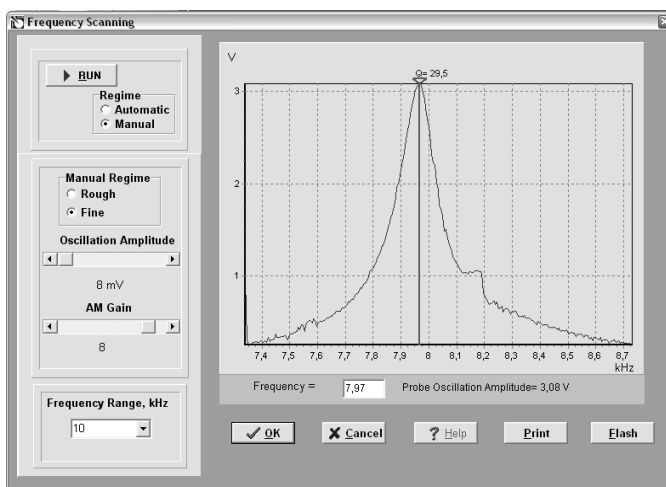
В режиме *Automatic* автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда колебаний зонда. График, демонстрирующий изменение амплитуды колебаний зонда в заданном диапазоне частот (рис. 2.17, а), позволяет наблюдать форму резонансного пика. Если резонансный пик недостаточно ярко выражен или амплитуда при частоте резонанса мала (менее 1 V), 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. 2.17, б), позволяющая корректировать следующие параметры:

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



а



б

Рис. 2.17. Окно режима поиска резонанса и установки рабочей частоты:  
а – автоматический режим, б – ручной режим

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 **LANDING** 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. 2.18) содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры.

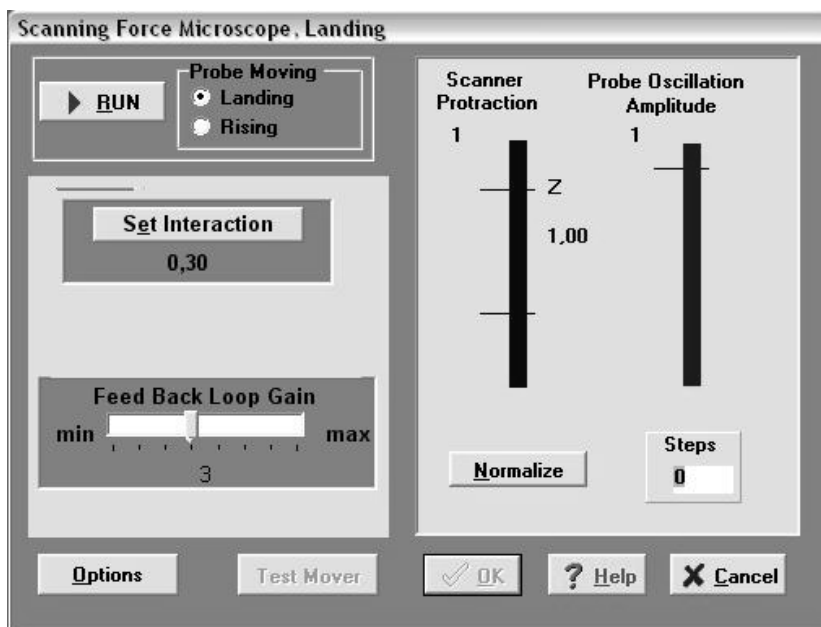


Рис. 2.18. Окно режима захвата взаимодействия

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. 2.19) имеет величину около 0,3. 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*.

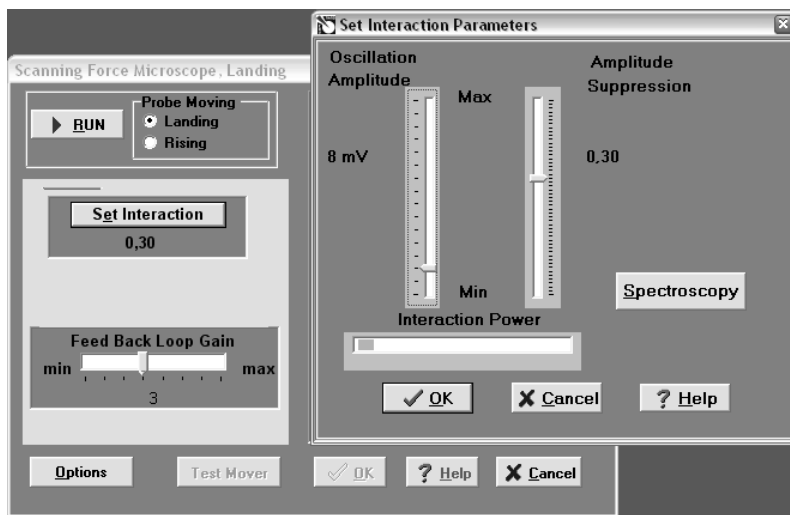


Рис. 2.19. Окно установки величины взаимодействия зонда и образца

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 **SCAN** в окне панели управления прибором). Нажав эту кнопку (вид окна сканирования представлен на рис. 2.20), 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*.

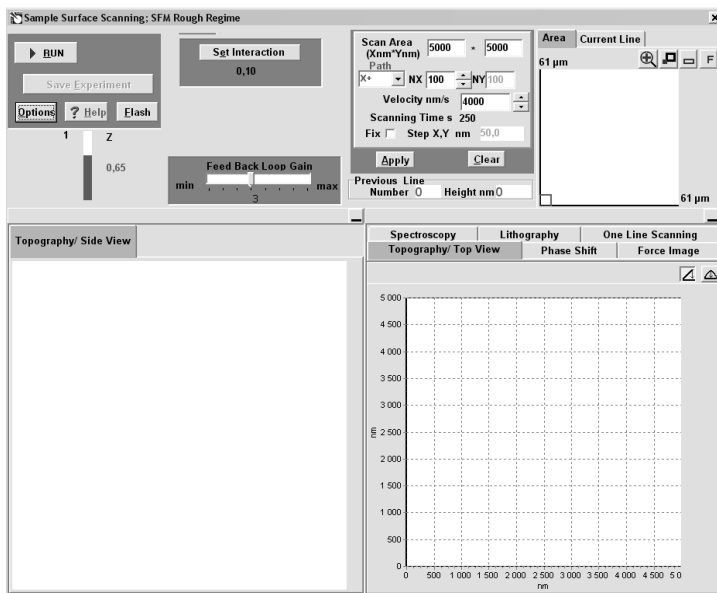
В первый раз после запуска программы они устанавливаются по умолчанию:

- площадь сканирования *Scan Area* ( $X \text{ nm} \times Y \text{ nm}$ ):  $5000 \times 5000 \text{ nm}$ ;
- количество точек измерений по осям  $X$ ,  $Y$ :  $NX = 100$ ,  $NY = 100$ ;
- скорость сканирования *Velocity* =  $1000 \text{ nm/s}$ .

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. 2.20.** Окно управления процессом и отображения результатов сканирования ССМ

Для сохранения результатов после окончания сканирования необходимо нажать кнопку *Save Experiment* 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.

### Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1. Краткую теоретическую часть.
2. Схематическое изображение или фотографию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator с указанием его основных частей.
3. Фотографии или эскизы исследуемых образцов.
4. Фотографию или эскиз полученного на экране изображения образцов.
5. Обработку результатов исследования
6. Выводы.

### 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?