

Учебное издание

Изучение приемов эксплуатации сканирующего зондового микроскопа
СММ-2000

Составители:

ЛЬВОВ Борис Глебович
БОНДАРЕНКО Геннадий Германович
НИКОЛАЕВСКИЙ Анатолий Владимирович

Редактор С. П. Клышинская
Технический редактор О. Г. Завьялова

Подписано в печать 24.11.10 Формат 60x84/16.
Бумага офсетная. Печать-ризография.
Усл. печ. л. 1,75. Уч.-изд. л. 1,6. Тираж 50 экз.
Заказ 215. Изд. № 119.

Московский государственный институт электроники и математики
109028, Москва, Б. Трехсвятительский пер., 3.
Отдел оперативной полиграфии Московского государственного института
электроники и математики
115054, Москва, ул. М. Пионерская, 12.

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Московский государственный институт электроники и математики
(технический университет)»

ИЗУЧЕНИЕ ПРИЕМОВ ЭКСПЛУАТАЦИИ
СКАНИРУЮЩЕГО ЗОНДОВОГО МИКРОСКОПА
СММ-2000

Учебно-методическое пособие
для инженерного тренинга

Москва 2010

Составители: д-р техн. наук, проф. Б.Г. Львов, д-р физ.-мат.наук, профессор Г.Г. Бондаренко, ассистент А.В. Николаевский

УДК 621.38

Изучение приемов эксплуатации сканирующего зондового микроскопа СММ-2000 / Учебно-методическое пособие для инженерного тренинга. / Подготовлено для 1-й Всероссийской школы-семинара студентов, аспирантов и молодых ученых по тематическому направлению деятельности национальной нанотехнологической сети «Функциональные наноматериалы для космической техники» // Моск. гос. ин-т электроники и математики; Сост.: Б.Г. Львов, Г.Г. Бондаренко, Николаевский. М., 2010. – 28 с.

Ил. 15. Библиогр.: 2 назв.

Содержанием работы является практическое изучение основных приемов эксплуатации, настройки и работы на сканирующем зондовом микроскопе СММ-2000 и проведение инженерного тренинга учащихся.

Учебно-методическое пособие для инженерного тренинга написано в соответствии с заданием по Государственному контракту на выполнение работ в рамках направления 2 федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008-2011 годы» (Гос. Контракт № 16.647.12.2002 от 11 октября 2010 г.; Шифр: 2010-02-2.3-03; Тема: Всероссийская школа-семинар студентов, аспирантов и молодых ученых по тематическому направлению деятельности национальной нанотехнологической сети «Функциональные наноматериалы для космической техники»).

ISBN 978-5-94506-284-9

ЦЕЛЬ И СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Целью работы является изучение основных принципов работы сканирующего зондового микроскопа; практическое освоение различных методов визуализации характеристик поверхности при помощи сканирующего зондового микроскопа СММ-2000.

Содержанием работы является получение практических навыков в исследовании поверхностей различных материалов методами сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии. Работа проводится на сканирующем зондовом микроскопе СММ-2000, применяемом для научных исследований МИЭМ совместно с НИИ перспективных материалов и технологий.

Пособие рассчитано на учащихся, владеющих основами теории сканирующей зондовой микроскопии, см., например, [Б. Г. Львов, Г. Г. Бондаренко, А. В. Николаевский Сканирующая зондовая микроскопия в исследовании поверхностной структуры наноматериалов // М.: МИЭМ. – 2010. – 26 с.].

1. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ НА МИКРОСКОПЕ СММ – 2000 И ИНЖЕНЕРНЫЙ ТРЕНИНГ

1.1. Изготовление и установление СТМ-зонда

- включите паяльник;
- смочите кончик нержавеющей трубки ватным тампоном, намоченным ортофосфорной кислотой;
- возьмите отрезок платиновой проволоки диаметром от 0,2 мм до 0,5 мм и длиной от 12 до 14 мм;
- вставьте ее одним концом на 1-2 мм внутрь нержавеющей трубки со стороны, смоченной ортофосфорной кислотой;

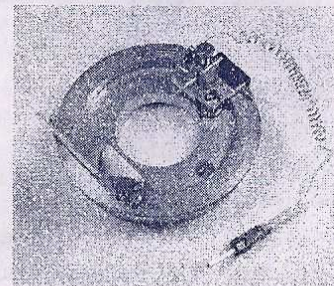


Рис.1. Крепление СТМ-зонда в СТМ-столике

- нагретым паяльником расплавьте кусочек припоя типа ПОС-61 (без канифоли) и зафиксируйте пайкой место соединения платиновой проволоки с нержавеющей трубкой;

- после затвердевания припоя промойте заготовку СТМ-зонда горячей водой и просушите;

- вдените заготовку СТМ-зонда нержавеющей трубкой в одно из двух отверстий для иглы, подкрутите винт и, с небольшим усилием зажмите им трубку (рис.1);

- «обновите» зонд путём обрезания (рис.2) небольшого кончика зонда миниатюрными прецизионными ножницами, прилагающимися в комплект микроскопа;

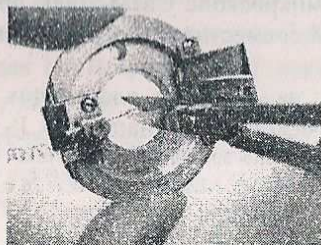


Рис.2. Обновление СТМ-зонда на СТМ-столике

1.2. Закрепление СТМ-образца в держателе образца

- до закрепления образца в СТМ-режиме желательно сначала проверить наличие электропроводности на поверхности образца;

- возьмите тестер, установите его на режим прозвонки (значок «сигнала», если нет прозвонки – на режим измерения сопротивления до 10 кОм), и легко прикоснитесь щупами к поверхности образца в двух точках на расстоянии 1-2 мм, не притирая их к образцу;

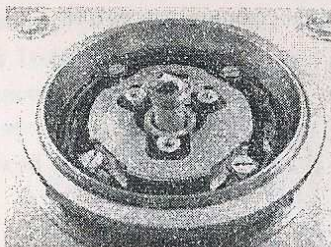


Рис.3. Установленный СТМ – образец, без СТМ-столика

Режим СТМ будет работать, если таким образом измеренное сопротивление меньше 1 кОм. В случае если измеренное сопротивление более 1 кОм, но не более 20-50 кОм, ещё можно пробовать получить кадр, но надо ожидать, что кадр будет без хорошего разрешения.

- закрепите образец на держатель образца с помощью фигурных пружинок;

- держатель образца вместе с закрепленным на нем образцом прикрутите к фланцу сканера (рис.3), не прилагая при этом боковых и вертикальных усилий на сканер.

1.3. Установка СТМ – столика

- ввиду опасности воткнуться в образец СТМ-зондом приподнимите его кареткой СТМ-зонда выкручиванием винта каретки (рис.4) на 2-3 оборота от предыдущего состояния;

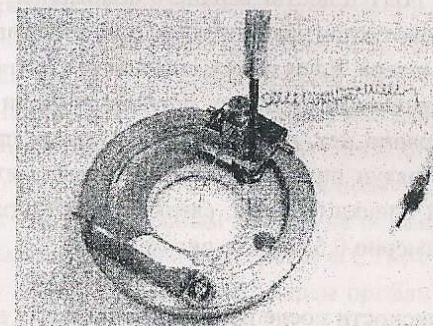


Рис.4. Винт каретки СТМ-зонда на СТМ-столике, до установки его в микроскоп

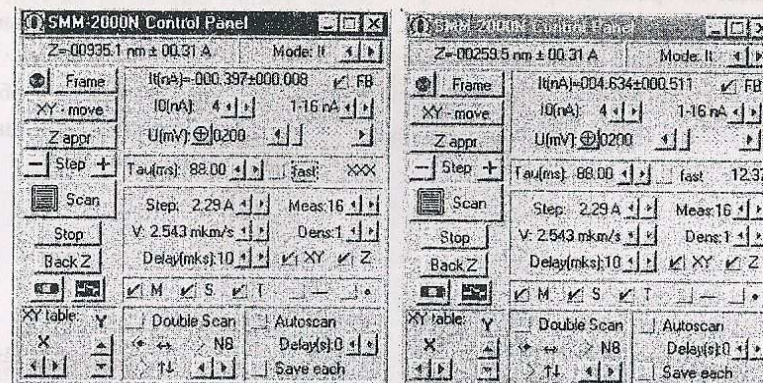


Рис.5. Контрольная панель микроскопа в режиме СТМ – до подвода (слева) и после подвода (справа)

- включите компьютер, загрузите операционную систему;
- включите программу микроскопа «Scan Master»;
- включите микроскоп иконкой «Z» или через «Scan» – «SMM-2000N Control Panel» (рис. 5);

- запустите процедуру поднятия ползуна, для чего на кнопке «Back Z» нажмите правую кнопку мыши (при этом надпись на кнопке поменяется на «Park Z»), и, не отжимая правую кнопку мыши, щёлкните на левой кнопке, только после этого отжав правую;

Запустившаяся процедура поднятия ползуна сопровождается «стрекотанием» микроскопа и работает в течение примерно 3 минут. Если в течение этого времени ползун достиг верхнего положения, то программа выдаёт сигнал в виде короткого гудка низкого тона, доносящегося из процессорного блока компьютера. Если такого сигнала нет, а процедура поднятия прекратилась, надо снова запустить эту процедуру. Если в течение 5-8 запусков сигнала всё равно нет, необходимо визуально проконтролировать поднятие ползуна. Ползун полностью поднят, когда между ним и низом стеклотекстолитовой планки (жёлтой, сверху сзади якоря на двух винтах) достигнут зазора примерно 0,5 мм (см. рис.6).

- в целях безопасности после процедуры поднятия ползуна выключите микроскоп нажатием на правую верхнюю кнопку «SMM-2000N Control Panel»;

- возьмите столик за торцы зеркальца, опустите болтающийся на пружинке из тройной проволоочки разъём от зонда за пределы окна микроскопа на покрашенную поверхность, и опустите столик задней частью на два задних шарика ползуна;

- контролируя на всякий случай расстояние между зондом и образцом, опустите столик передней частью (где зеркальце) на передний шарик ползуна;

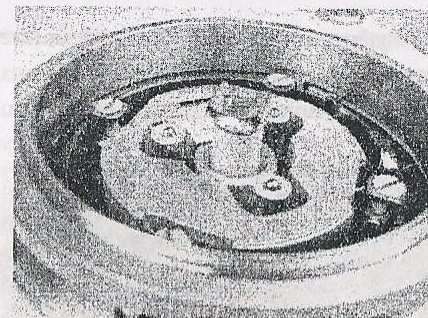


Рис.6. Положение поднятого ползуна без СТМ-столика

- возьмите разъём от зонда рукой (или пинцетом) и воткните его в одноконтактное гнездо справа в окне микроскопа, проследив, чтобы пружинка-проволочка, идущая от разъёма, не была натянута или сжата;
- пружинку-проволочку подогните рукой или пинцетом;
- поведите столиком в горизонтальной плоскости, не нажимая на него сверху вниз во избежание проскальзывания ползуна вниз;
- установите зонд над нужным местом на образце так, чтобы между образцом и стенками центрального отверстия в СТМ-столике оставался зазор хотя бы около 1 мм, т.к. при последующем приближении возможно горизонтальное смещение столика (рис.7);
- придерживая столик в этом положении от бокового сползания и поворота, далее часовой отвёрткой закрутите винт каретки СТМ-зонда на СТМ-столике, приближая СТМ-зонд к образцу так, чтобы в итоге остался ещё просматриваемый глазом зазор.

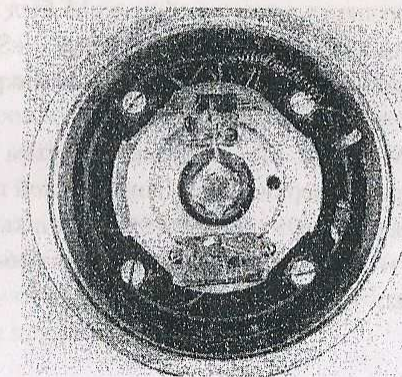


Рис.7. Установленный СТМ-столик

Нельзя давить отвёрткой на винт во избежание проскальзывания ползуна вниз, желательно не доходить отвёрткой до дна паза винта, а крутить винт касанием отвёртки боковых стенок паза винта.

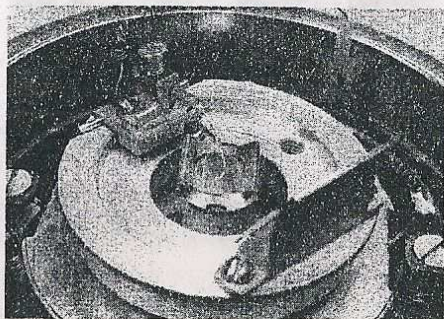


Рис.8. Зазор между зондом и образцом

В большинстве случаев поверхность образца зеркальная, и, наблюдая двойное расстояние между кончиком зонда и его отражением в образце, легче контролировать зазор. Стремиться сделать зазор как можно меньше не следует, т.к. борода игл на вершине СТМ-зонда не видна, и она может уже воткнуться в образец, а глазом это не видно. Поэтому можно оставлять ещё вполне просматриваемый зазор 0,2 – 0,5 мм (рис.8).

1.4. Включение и настройка СТМ-режима

- если микроскоп перед установкой столика был выключен, необходимо его включить иконкой «Z» или через «Scan» – «SMM-2000N Control Panel». На дисплее возникнет контрольная панель микроскопа SMM-2000 (рис.5);

- выберите СТМ-режим «It» микроскопа путём перебора режимов кнопками «Mode» в правом верхнем углу контрольной панели;

- для назначения тока «I0» сначала назначьте шкалу – диапазон этого тока, а потом внутри этой шкалы назначить одно из 16-ти возможных дискретных значений тока;

1.5. Подведение зонда к образцу и сканирование в СТМ режиме

- назначьте оптимальные параметры τ (ms), U (mV) и I_t (nA) (на сканере 16/16 мкм это τ (ms) = 88, U (mV) = 200 и I_t (nA) = 4, а на сканере 40/40 мкм это τ (ms) = 132, U (mV) = 200 и I_t (nA) = 4;

- «нацельте» зонд по XY на начальную точку назначенной рамки сканирования (кнопка «XY move»);

- подведите зонд по Z (кнопка «Z app»), а также при необходимости сделайте дополнительную процедуру коррекции Z - координаты сканера («+» или «-»);

- отведите СТМ-зонд от поверхности тестового образца нажатием кнопки «Back Z»;

- выключите микроскоп нажатием на правую верхнюю кнопку выключения «SMM-2000N Control Panel»;

1.6. Установка кантилевера в АСМ-столик

- переверните АСМ-столик тремя полированными ножками вверх и открутите винт под треугольной пружиной, прижимающей кантилеверы.

Винт легко вывинчивается до тех пор, пока его шляпка не коснётся пружины. Далее его надо отвинчивать с усилием, до тех пор, пока конец пружины не приподнимется над кантилевером на 0,3-0,5 мм.

- положите кантилевер иголками вверх (с этой стороны тело кантилевера, имеющее трапециидальную форму, расширяется и имеет острые углы) на площадку АСМ-столика рядом с пружиной зажима кантилевера (рис.9);

- пододвиньте кантилевер под пружину, не приподнимая его, чтобы иголки с той стороны, которая заходит под пружину, не обломались об пружину.

Глубина захода кантилевера под пружину должна быть такой, чтобы балки той стороны, которые под пружиной, оказались примерно в центре отверстия в пружине, предназначенного для того, чтобы не сломать эти балки при поджиге пружины.

- закрутите отжимающий винт – сначала с усилием, далее свободно, и в конце с небольшим усилием зафиксируйте винт, чтобы он не дрожал при сканировании.

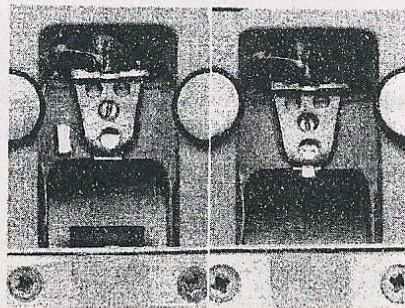


Рис.9. Установка кантилевера под пружину на столике – кантилевер на площадке, винт отжат (слева); кантилевер под пружинной (справа)

1.7. Установка образца в АСМ-режиме

На образец в АСМ-режиме нет необходимости подавать напряжение, т.к. АСМ-режим работает без протекания какого-либо тока. Обычным способом крепления является наклеивание образца на двухсторонний скотч.

- наклейте двусторонний скотч на держатель образца.

Наклеивать двухсторонний скотч на держатель образца и снимать с него бумагу, защищающую его вторую (верхнюю) сторону, необходимо, когда держатель образца ещё не прикручен к сканеру, чтобы не прилагать каких-либо усилий к сканеру при этих операциях.

- прикрутите держатель к сканеру;
- положите сверху и приклейте образец, слегка надавив на него вертикально вниз в нескольких точках по бокам образца.

Если приклеить образец заранее, он установится после закрутки в сканер в неопределённом положении. Образец желательно приклеивать так, чтобы та сторона, на расстоянии до 1,5-2 мм от которой нужно исследовать образец, была расположена горизонтально к оператору (рис.10) и на расстоянии 1-2 мм дальше центра держателя сканера.

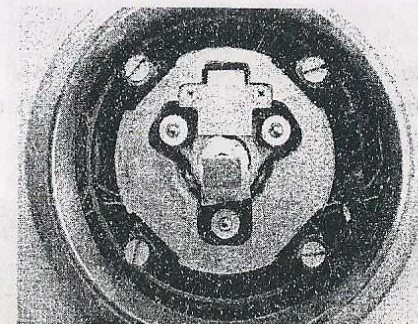


Рис.10. Несимметричное закрепление АСМ-образца на держателе образца (на сканере)

1.8. Установка АСМ-столика

- включите компьютер, загрузите операционную систему;
- включите программу микроскопа «Scan Master»;
- включите микроскоп иконкой «Z» или через «Scan» – «SMM-2000N Control Panel»;
- запустите процедуру поднятия ползуна, для чего на кнопке «Back Z» нажмите правую кнопку мыши (при этом надпись на кнопке поменяется на «Park Z»), и, не отжимая правую кнопку мыши, щёлкните на левой кнопке, только после этого отжав правую;
- в целях безопасности после процедуры поднятия ползуна выключите микроскоп нажатием на правую верхнюю кнопку «SMM-2000N Control Panel»;
- возьмите АСМ-столик за расширения с боков и опустите столик двумя задними круглыми ножками на два задних шарика ползуна, передней частью с прямоугольной опорой – на передний шарик ползуна;

Если зазор между кантилевером и образцом при поднятом ползуне при опускании столика уменьшается и есть опасность контакта кантилевера с образцом, надо снять АСМ-столик, открутить держатель образца, снять образец, как-то сделать его более тонким и снова проверить зазор.

Если зазор между кантилевером и образцом при поднятом ползуне составляет 0.3 – 1 мм (максимум 1.5 мм), образец можно считать установленным. Не надо стремиться достичь зазора менее 0.5 мм, т.к. этот зазор просматривается плохо (балки еле видны), и можно сломать балки, думая, как будто между ними и образцом ещё есть зазор.

При установке АСМ-столика образец не должен заходить под пружину крепления кантилевера, чтобы она не коснулась его раньше самого кантилевера (рис. 11).

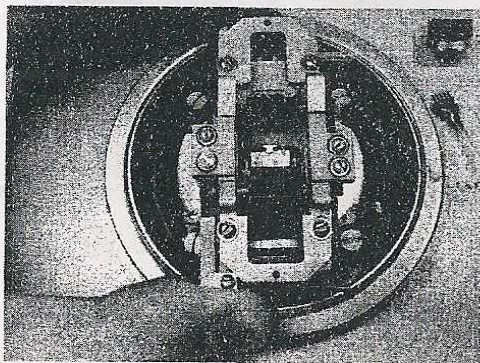


Рис.11. Установка АСМ-столика: осторожное опускание кантилевера на образец с контролем зазора

- возьмите разъём от столика рукой (или пинцетом) и воткните его в пятиточечное гнездо справа спереди в окне микроскопа.

Белую точку на разъёме необходимо совместить с белой точкой на гнезде. После этого желательно проследить, чтобы пружинка-проволочка, идущая от разъёма, не была натянута или сжата, т.к. тогда она при приближении иглы к образцу будет уводить столик вбок и смещать иглу вдоль образца.

1.9. Настройка АСМ-столика

Для настройки оптической схемы АСМ-столика надо вырезать экран в виде небольшой полоски бумаги шириной 12-14 мм и длиной 50-70 мм, и подsunуть его под все оси на АСМ-столике, прикрыв им фотодиод на столике (рис.12).

Настройка столика делается без включения блока питания микроскопа (без включения окна управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel»).

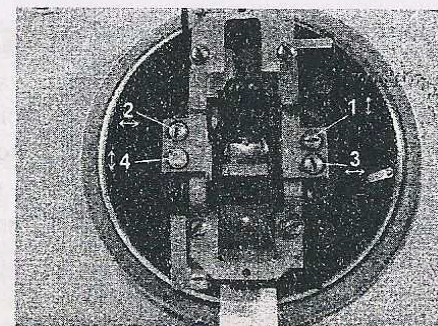


Рис.12. Вид установленного, включенного и настроенного АСМ-столика; видны «зарезы» и «звёздочки» на установленном экране-бумажке

- наведите луч от лазера на нужную балку на кантилевере. Для этого винтом 1 сначала переместите луч кантилевера на тело АСМ-столика, под которым и к которому прикреплен кантилевер, т.е. переместите луч лазера от балок кантилевера сначала на тело кантилевера, а потом ещё на 0.5 мм дальше, на тело АСМ-столика.

Крутить винты на АСМ-столике надо, придерживая столик от бокового сползания и поворота, но не давя на него, чтобы не проскользнул вниз ползун и кантилевер при этом не въехал в образец. Кроме того, нельзя также давить отвёрткой и на винты во избежание того же проскальзывания ползуна вниз. Желательно не давить отвёрткой на дно паза винта, а крутить винт касанием отвёртки боковых стенок паза винта.

- проведите луч лазера винтом 2 по телу кантилевера и установите его примерно по центру кантилевера, чтобы, если далее луч вести к балкам, он бы попал по центру балок;

- ведите луч лазера винтом 1 вдоль балок в сторону от кантилевера, следя за экраном. Когда луч сойдёт с тела АСМ-столика на тело кантилевера и подойдёт к его краю, где балки, отражение от края кантилевера даст горизонтальное «зарезо» на экране;

- смещайте лазер дальше к балкам, и, когда он попадёт на них, над «зарезом» на экране возникнут одна или 2-3 звёздочки. Это отражения от балок кантилевера.

Если продолжать крутить винт 1, звёздочки (и «зарезо») исчезнут, т.к. луч ушёл дальше них. Тогда надо повернуть винт 1 в обратную сторону и добиться нахождения на экране одной – двух звёздочек.

Чтобы удостовериться, что звёздочки -- это отражения от балок, надо несильно подуть на кантилевер, придерживая экран-бумажку. Звёздочки должны шевельнуться вверх-вниз. Если звёздочка располагается не по центру всего пятна отражения от кантилевера, её нужно привести в этот центр, крутя другой винт -- винт 2. После приведения по центру нужно прокрутить снова винт 1 в одну и другую сторону, и добиться наиболее яркого и сфокусированного пятнышка.

- наведите полученное пятно-звездочку на центр фотодиода, пользуясь винтами 3 и 4.

Для этого экран-бумажку немного вынимают так, чтобы он заслонял только половину фотодиода. Винтом 3 ориентируют звёздочку примерно на центр в горизонтальном направлении. После этого винтом 4 сдвигают звёздочку в вертикальном направлении так, чтобы половина звёздочки попала на экран-бумажку, граница которой совпадает с серединой фотодиода.

1.10. Включение и настройка АСМ-режима

- если микроскоп перед установкой столика был выключен, необходимо его включить иконкой «Z» или через «Scan» -- «SMM-2000N Control Panel». На дисплее возникнет контрольная панель микроскопа SMM-2000;
- выберите СТМ-режим «F» микроскопа путём перебора режимов кнопками «Mode» в правом верхнем углу контрольной панели.

Под надписью Mode вместо параметров СТМ-режима появляются параметры АСМ-режима. Из них следует пользоваться только двумя параметрами - F(nN) и F0(nN) (в этом параметре не надо пользоваться знаком, он должен быть всегда «+», это мода отталкивания). Остальные параметры надо оставить в том же состоянии, как это отражено на рис.13.

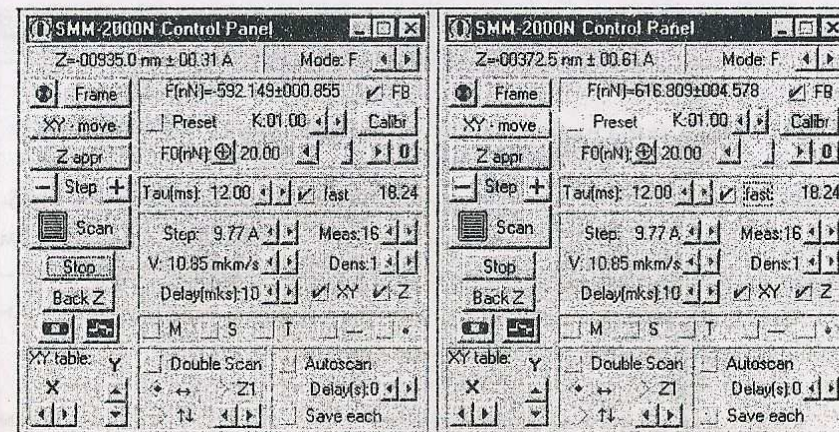


Рис.13. Контрольная панель микроскопа в режиме СТМ -- до подвода (слева) и после подвода (справа)

1.11. Подвод и сканирование в АСМ-режиме

- «нацельте» зонд по XY на начальную точку назначенной рамки сканирования (кнопка «XY move»);
- подведите зонд по Z (кнопка «Z appr»), а также при необходимости сделайте дополнительную процедуру коррекции Z - координаты сканера («+» или «-»);
- отведите АСМ-зонд от поверхности тестового образца нажатием кнопки «Back Z»;
- выключите микроскоп нажатием на правую верхнюю кнопку выключения «SMM-2000N Control Panel».

2. НАСТРОЙКА И ОПТИМИЗАЦИЯ РЕЖИМОВ РАБОТЫ СММ – 2000. ИНЖЕНЕРНЫЙ ТРЕНИНГ

2.1. Принципы выбора области сканирования

На контрольной панели микроскопа (рис.13.) расположены для удобства друг под другом в столбец семь кнопок управления микроскопом («столбовая дорога оператора»: Frame – XYmove – Zappr – Step – Scan – Stop – Back), последовательное прохождение которых и представляет собой работу за микроскопом с целью получения кадров.

- нажмите кнопку «Frame» (кнопка слева от неё с изображением лампочки не задействована) – появляется окно «2D» (рис.14), предназначенное для назначения рамки области сканирования и отображения кадров в двухмерном виде.

В 2D-окне выводится виртуальный кадр-сетка, размеры которого соответствуют размеру максимально возможного на каждом конкретном микроскопе кадра. В данном описании рассматривается микроскоп с максимальным кадром 16 мкм / 16 мкм / 2 мкм. Сетка состоит из 16/16 ячеек, поэтому можно сразу прикинуть, что на каждую ячейку приходится поле кадра 1/1 мкм. Полное имя кадра отображается в верхней строчке 2D-окна. Размер кадра и число снятых на него точек отображаются в строчке ниже, причём эти значения не зависят ни от размера самого окна 2D, ни от степени увеличения кадра в этом окне, т.к. представляют собой характеристики кадра.

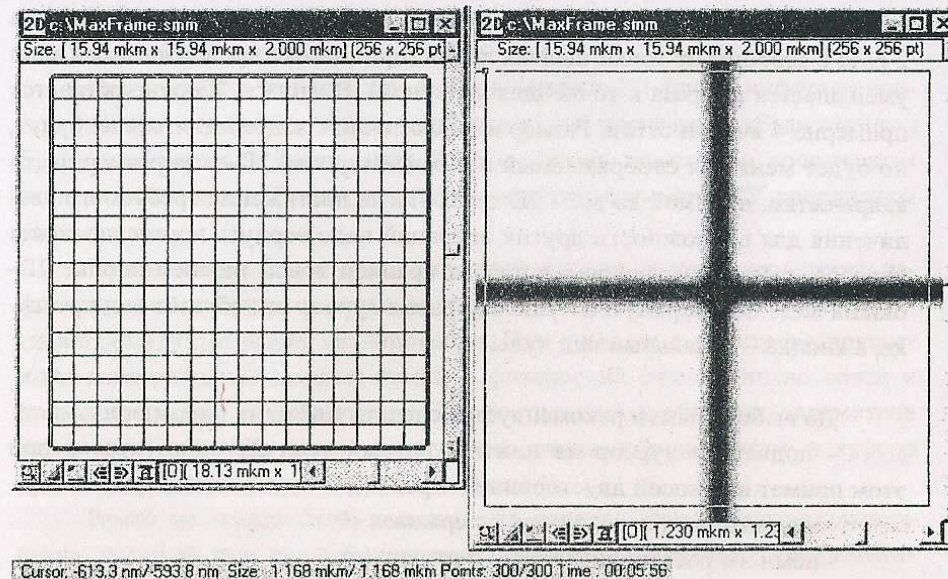


Рис.14. 2D-окно с максимальным кадром 16х16х2мкм (слева), с увеличением этого кадра и назначением рамки сканирования (справа), и с подстройкой при назначении рамки (внизу)

При первом назначении рамки сканирования на новом образце рекомендуется делать размер рамки намного меньше, чем максимальный размер кадра по нескольким причинам. Во-первых, время сканирования кадра пропорционально физическому размеру кадра (в мкм), и, чтобы сначала оценить, как идёт сканирование, и подобрать параметры, лучше сделать поменьше рамку, которая будет сканироваться быстрее. Во-вторых, при назначении большого кадра из-за возможной большой развитости рельефа образца по вертикали (по Z) или из-за общего наклона образца в этом месте диапазона сканера по Z (2 мкм в рассматриваемом в данном описании микроскопе) может не хватить. Ещё одной причиной является то, что если СТМ-игла не хороша, при назначении большой по размерам рамки понять, это можно будет только через длительное время, когда отсканируется хотя бы десяток строчек кадра.

Для того чтобы назначить первую рамку с физическим размером меньше максимального кадра, надо увеличить кадр-сетку. Для этого щёлкните по крайней левой нижней кнопке 2D-окна в виде лупы (курсор приобретёт вид лупы, а кнопка – вид перечёркнутой лупы) и левой кнопкой щёлкните, например, 3 раза, примерно в центре кадра-сетки. При каждом

щелчке левой кнопкой будет происходить «цифровое» увеличение кадра в 2 раза в стороны от точки щелчка лупой (при щелчке правой кнопкой кадр уменьшается в 2 раза к точке щелчка лупой). В итоге в 2D-окне останется примерно 4 ячейки сетки. Размер и число точек в кадре меняться не будут, но будет меняться отображаемый в нижней строчке 2D-окна размер части кадра-сетки, видимой во всём 2D-окне. После достижения требуемого увеличения для возможности других операций надо вернуть нормальный вид курсора, щёлкнув курсором-лупой на крайней левой нижней кнопке 2D-окна в виде перечёркнутой лупы. При этом курсор приобретёт вид крестика, а кнопка – начальный вид лупы.

До выбора рамки рекомендуется сделать ещё одну операцию:

- подведите курсор на нижний правый угол 2D-окна (курсor при этом примет вид косой двусторонней стрелки);
- нажмите на левую кнопку, удерживая её;
- немного растяните 2D-окно и отпустите.

При этом не только произойдёт растяжение 2D-окна, но и сцентрируется кадр (в нашем случае кадр-сетка) - сдвинется так, что центр кадра окажется в центре 2D-окна. Этого трудно достичь выбором места щелчков курсором-лупой, и также трудно достичь перемещением кадра с использованием скроллеров 2D-окна, т.к. центр кадра никак не отмечен. В центре кадра микроскоп работает с маленькими рабочими напряжениями на сканере, здесь лучше линейность и меньше искажения объектов.

Для выбора рамки необходимо в любом месте внутри 2D-окна произвести двойной щелчок (без сдвига мышки между щелчками) левой кнопкой.

Курсор при этом меняет вид на тот один из видов курсора выбора рамки, который был использован в этой программе в последний раз. Первый раз это курсор – в наиболее часто используемом виде квадрата с горизонтальным сканированием, с помощью него выбирается только квадратная рамка с обычным сканированием – горизонтальными строчками и переходами вниз на следующую строчку.

Вид курсора выбора рамки можно поменять щелчками правой кнопки мыши.

Есть ещё три вида – квадратная рамка с вертикальным сканированием, произвольная прямоугольная рамка с горизонтальным сканированием и произвольная прямоугольная рамка с вертикальным сканированием. Выбор рамки зависит от пожеланий оператора, однако следует понимать, что

вид объектов на кадре будет немного различаться при горизонтальном и вертикальном сканировании.

При перемещении курсора выбора рамки в 2D-окне в информационной подстроке (в самом низу рамки окна общей программы «Scan Master») будут отображаться физические XY-координаты курсора в координатах сканера микроскопа. В центре максимального кадра-сетки XY-координаты равны нулю.

При нажатии (с удержанием) левой кнопки мыши в подстроке фиксируются координаты в точке нажатия кнопки, и, ведя мышкой, растягивается будущая рамка сканирования. При этом же в подстроке появляются изменяющиеся данные рамки – физический размер, число точек и примерное время сканирования. При достижении требуемых параметров рамки левую кнопку мышки отпустите, рамка зафиксируется и курсор примет нормальный для 2D-окна вид (рис.14).

Рамка не может быть выведена за пределы рамки максимального скана, который при включённом окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel») всегда выводится на 2D-окно. Рамка максимального скана обрисовывается толстой линией, при выводе кадра-сетки максимального скана она совпадает с границей этого кадра-сетки.

Рекомендуется формировать рамку движением мыши вниз и направо. При этом особым образом отмеченная начальная точка рамки остаётся в верхнем левом угле.

В необходимых случаях можно формировать рамку и по-другому, оставляя начальную точку в любом угле рамки. При этом сканирование всегда будет начинаться именно из этой точки.

Количество точек в выбранной рамке в наиболее часто используемом случае совпадает с количеством точек (пикселей) на дисплее, приходящих на рамку.

Если на полученном кадре есть необходимость рассмотреть мелкие объекты, обычно переходят на следующее увеличение.

- включите и настройте СТМ-режим.

- выберите значение тока – в первом приближении это можно сделать исходя из следующих соображений.

На неокисленных металлах (свежих или благородных) и графите можно назначать практически любое значение туннельного тока в шкалах 1-16 пА и 0.1-1.6 пА. Так как есть широкий выбор, можно избежать нежелательных значений тока в началах этих шкал (0.1-0.2 пА в шкале 0.1-1.6

пА и 1-2 1-16 пА в шкале 1-16 пА) по причине повышенного шума электроники в начале шкал. Кроме того, в шкале 1-16 пА нежелательно назначать ток более 8 пА, т.к. плотность этого проходящего через остриё иглы тока начинает уже разогревать остриё.

На образцах с проводящими наночастицами (в т.ч. фуллеренами и нанотрубками) необходимо уменьшать значения тока и работать в шкале 0.1-1.6 пА или даже в шкале 10-160 пА, т.к. эти наночастицы малы по сечению и также могут разогреться из-за большой плотности тока.

На плохо проводящих материалах (полупроводники, ферриты, резина), на тонких проводящих плёнках на непроводящей подложке, на тонких (до 100 Ангстрем) органических или неорганических плёнках на проводящих подложках (в т.ч. на окисленных металлах), а также на плохо проводящих или диэлектрических наночастицах (до 100 Ангстрем) на проводящей подложке (в т.ч. ДНК и вирусах) надо назначать ток поменьше, в шкале 0.1-1.6 пА или даже в шкале 10-160 пА, т.к. эти объекты не проведут через себя большой ток. При исследовании небольших непроводящих объектов и тонких плёнок на проводящей подложке снятие их рельефа в туннельном токе объясняется тем, что дебаевский радиус (радиус вероятного обнаружения электрона) атомов проводящей подложки имеет увеличенное в десятки раз (умножением на диэлектрическую проницаемость среды) значение по сравнению с его значением для атома, находящегося в идеальном вакууме (около 5 Ангстрем), т.е. с поверхности диэлектрических плёнок толщиной и объектов высотой примерно до 100 Ангстрем снимаются электроны атомов проводящей подложки.

- выберите значение напряжения «U(mV)» между образцом и иглой, для чего надо отдельно назначить полярность подающегося на образец напряжения и величину напряжения по абсолютному значению в диапазоне от 0 до 5 000 мВ, т.е. до 5В.

При таком способе задания легко поменять знак напряжения, не меняя величину, что требуется для некоторых задач. Величину напряжения можно менять разными способами. Можно захватить движок скроллера и отпустить его в необходимом месте. Так легко резко поменять напряжение и легко резко его обнулить. Можно щелчком на скроллере справа или слева от движка менять напряжение ровно по 100мВ. При щелчке на кнопках скроллера напряжение будет меняться на 10 мВ. Если надо менять ещё точнее, надо нажать правую кнопку мыши, и, удерживая её, щёлкать на кнопках скроллера левой кнопкой мыши, тогда напряжение будет меняться

по 1 мВ. Выбирать значение напряжения между образцом и иглой в первом приближении можно из следующих соображений.

На неокисленных металлах (свежих или благородных) и графите напряжения можно назначать из всего возможного диапазона, из-за возможности выбора не выбирая низкие значения, т.к. на низких значениях напряжений усиливается шум.

На образцах с полупроводниковым характером проводимости (легированные полупроводники, напылённые плёнки полупроводников, некоторые окислы на металлах, например, нитрид титана) следует выбирать напряжение больше значения ширины запрещённой зоны. Если это значение не известно, в большинстве случаев можно выбрать напряжение на уровне 2.5 В, хотя на некоторых сложных системах, например, плёнки из смеси силицидов и окислов вольфрама на кварце, СТМ-режим работает, начиная лишь с 4.5-5В.

На образцах с неагломерировавшими, слабо закреплёнными к проводящей подложке наночастицами (в т.ч. фуллеренами, нанотрубками, ДНК и вирусами) необходимо уменьшать значения напряжения до десятков и даже единиц мВ, т.к. эти наночастицы могут за счёт электростатических сил шевелиться при прохождении СТМ-иглы и даже прыгать на неё. Таким же эффектом обладают отдельные подвижные атомы пиролитического графита на равных атомарных слоях, которые оказались там при сколе пирографита.

На образцах или объектах, обладающих сегнетоэлектрическими свойствами, также надо быть осторожными и назначать малые значения напряжения (десятки и даже единицы мВ), т.к. при подходе иглы из-за взаимодействия поля иглы с дипольными моментами исследуемых молекул их структуры могут деформироваться.

Изменение знака с плюса («+») на образце (при этом электроны текут с иглы на образец) на минус («-») полезно для поиска возможности получения лучших кадров на полупроводниках и на сегнетоэлектриках, однако может оказаться полезным и на других образцах. Итоговый критерий выбора и туннельного тока, и напряжения – это лучший кадр. Конечно, можно предполагать, какими свойствами обладают исследуемые объекты, но эти предположения не всегда оказываются верны, поэтому общая рекомендация – перебирать различные значения туннельного тока и напряжения до получения лучших кадров. Это можно делать на ходу при сканировании. После получения лучших кадров исходя из вышеизложенного можно делать выводы о том, какими же свойствами обладают исследуемые объекты на самом деле.

Часто для сравнения кадров с разных мест образца или с разных образцов требуется снять кадры равного размера. Такая возможность предусмотрена. Если на кадре, открытом в 2D-окно, при включенном окне управления микроскопом сделать тройной щелчок левой клавишей мыши (без перемещения мыши между щелчками), то возникнет рамка сканирования, равная рамке открытого в 2D-окне кадра.

Встречается необходимость получения кадра с очень большим числом точек – например, для метрологии или для получения карты участков электронных чипов. Для этого надо в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel») увеличить параметр Dens – плотность точек по отношению к точкам дисплея. Так можно снять кадр до 64 000 / 64 000 точек. Однако в подстроке можно сразу увидеть, сколько потребуется времени на его снятие (до сотен часов). Кроме того, этот кадр будет записан в файл очень большого размера ((кол-во точек по X) x (кол-во точек по Y) x 2 байта), до 8 Gb, отображать и обрабатывать который сможет только суперкомпьютер.

Установив плотность точек Dens меньше единицы, можно несколько ускорить получение кадра из-за уменьшения количества снимаемых точек, что иногда используется для получения экспресс-кадров в большом по размерам дисплея окне.

Размер максимального кадра, заложенный в калибровках конкретного микроскопа, на самом деле можно уменьшить в 75 раз (например, с 16/16 мкм до 0.213/1.213 мкм) отменой галочки выбора кнопкой XY, находящейся в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel») под параметром Dens.

2.2. Выбор параметров сканирования

Сканирование строчки кадра происходит следующим образом. Продвижение по строчке всегда осуществляется «элементарными» шагами, величина которых регулируется параметром Step в окне (рис.2) управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel»). Минимальная величина этого «элементарного» шага составляет для микроскопа с 16/16 мкм полем при высоковольтном управлении («XY») примерно 2.4 Ангстрем, а при низковольтном управлении («ху») - примерно 0.032 Ангстрема.

Идти при сканировании таким малым шагом необходимо из-за того, что зазор между СТМ-иглой и поверхностью образца составляет около 10 Ангстрем и туннельный ток очень круто зависит от этого зазора – при изменении зазора на 1 Ангстрем туннельный ток изменяется почти на поряд-

док, в 10 раз. Если, например, на поверхности наклон хотя бы в 45 градусов, а игла делает шаг более 5 Ангстрем, зазор между иглой и поверхностью уменьшится более чем на 3 Ангстрема, туннельный ток возрастёт более чем в 1000 раз, что может привести к сгоранию иглы. Поэтому в СТМ-режиме желательно задавать как можно меньшие элементарные шаги. Правда, в режиме низковольтного управления, где есть возможность задания слишком малых шагов, иногда приходится их увеличивать, чтобы сканирование шло быстрее.

На каждом «элементарном» шаге игла делает задержку, регулируемую кнопками от параметра V (скорость сканирования), который находится в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel») под параметром Step. Диапазон задержки составляет от 10 мкс до 1000 мкс. Из-за этой задержки средняя скорость сканирования (прохода элементарными шагами) меняется. Для того чтобы иметь возможность сравнивать условия сканирования кадров в разных микроскопах, принято выводить для индикации именно скорость. Поэтому при изменении задержки пересчитывается значение скорости, и оно выводится как параметр «V». Регулируя параметр «V», надо всегда иметь в виду, что он зависит и от задержки, и от величины элементарного шага. Для увеличения «V» желательнее это делать кнопками около «V», т.е. уменьшая задержку, а не увеличивая шаг Step.

Нормальной скоростью для микроскопа с 16/16 мкм полем при разном размере рамки сканирования около единиц микрон в СТМ-режиме будет скорость в 2 мкм/с (на сканере 40/40 мкм – такая же). Это относительно высокая скорость, если учесть, что СТМ-игла находится в 10 Ангстремах от поверхности и не должна изменить этот зазор более чем на 1 Ангстрем.

Выполняя движение по строчке элементарными шагами, и поддерживая постоянным туннельный ток, периодически через какое-то количество шагов производится измерение высот нахождения иглы (и, стало быть, высот рельефа), из которого и формируется матрица высот рельефа, отображаемая в 2-х или 3-х мерный кадр. Если, допустим, размер рамки сканирования 3/3 мкм, а число точек измерения 600 / 600, то расстояние между точками измерения 50 Ангстрем.

По приходу элементарными шагами в каждую точку измерения в первую очередь выполняется задержка Delay, регулируемая в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel»). Эта задержка необходима для того, чтобы немного запаздывающее (инерция механики, крип-эффект керамики) за подачей управляющих напряжений механическое перемещение иглы, неважное на элементарных шагах, было устранено при приходе в точку измерения, и игла встала именно над той точкой рельефа,

высоту которой нужно измерить. Обычно достаточно задержки Delay в 10-30 мкс.

Далее в каждой точке измерения производится подряд несколько измерений значений высоты. Количество этих измерений задаётся параметром Meas в окне управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel»). Далее производится фильтрация этих измерений. Если количество измерений 1, фильтрация не производится. При количестве измерений 2 производится лишь усреднение. При количестве 4, 8, 16, 32 или 64 производится более сложная фильтрация: полученное количество измерений выстраивается в ряд по возрастанию значений, от которого откидываются 25% значений сверху и 25% снизу (при 8 измерениях 2 сверху и 2 снизу), а из средних 50% значений вычисляется среднее значение, являющееся результатом фильтрации. Откидывание крайних значений отфильтровывает случайные импульсы, а усреднение фильтрует наводку и вибрации. Измерения производятся быстро, каждое измерение занимает 20 мкс, поэтому увеличение количества измерений Meas не сильно сказывается на увеличении времени сканирования кадра. Обычное значение Meas – 16. При шуме на кадре, связанном, например, с сильными вибрациями, плохой иглой или образцом назначают больше, например, 32 или 64.

Перед запуском подвода иглы к образцу желательно проконтролировать назначенное значение ещё одного параметра – быстродействия системы поддержания заданного сигнала (в случае СТМ – туннельного тока). Это параметр Tau(ms) в окне (рис.2) управления микроскопом («SMM-2000N Control Panel»). Этот параметр зависит и от конкретного микроскопа, и от режима СТМ или АСМ. На микроскопах с полем 16/16 мкм в СТМ-режиме параметр Tau(ms) обычно устанавливают равным 88 мс (флажок fast отключен), в режиме АСМ с лазером 2 мВт – 44 мс (флажок fast отключен), а с лазером 5 мВт – 12 мс (флажок fast включен). Дальнейшая подстройка этого параметра в случае необходимости производится при сканировании. На сканере 40/40 мкм оптимальные параметры Tau(ms) будут больше по значению, так как этот сканер сам более медленный.

2.3. Выполнение СТМ-сканирования с выбранными параметрами и размерами скана

Установив исследуемый образец и подготовленный зонд для СТМ, проделайте следующие операции:

- в соответствии с вышеизложенными рекомендациями выберите максимально возможный размер поля сканирования;
- назначьте значение быстродействия системы поддержания заданного сигнала, – параметр Tau, – 88 мс (флажок fast отключен);
- задайте параметр Dens меньше единицы;
- установите значение задержки Delay в интервале 10-30 мкс;
- выберите V (скорость сканирования) 5 - 10 мкм/с;
- задайте количество измерений в каждой точке сканирования - параметр Meas – значение - 4;
- установите величину туннельного тока в диапазоне 0,5 – 1,0 нА;
- назначьте величину напряжения туннельного зазора 250 мВ с полярностью «+» на образце и «-» - на игле;
- подведите иглу к образцу;
- проведите сканирование выбранной области 3 – 4 раза;
- сохраните лучшее из полученных изображений;
- измените полярность напряжения туннельного зазора, сохранив при этом остальные параметры неизменными;
- проведите сканирование выбранной области 3 – 4 раза;
- сохраните лучшее из полученных изображений;
- вновь измените полярность напряжения туннельного зазора, вернув систему в первоначальное состояние с полярностью «+» на образце и «-» - на игле;
- назначьте величину напряжения туннельного зазора 2500 мВ;
- проведите сканирование выбранной области 3 – 4 раза;
- сохраните лучшее из полученных изображений;
- назначьте величину напряжения туннельного зазора 250 мВ
- уменьшите размер поля сканирования в 10 раз;
- проведите сканирование выбранной области 3 – 4 раза;
- сохраните лучшее из полученных изображений;
- отведите зонд от образца на безопасное для него расстояние;
- выключите питание микроскопа и компьютер;
- удалите образец и СТМ-зонд из микроскопа.

2.4. Выполнение АСМ-сканирования с выбранными параметрами и размерами скана

Установив исследуемый образец, сделайте следующие операции:

- включите компьютер, загрузите операционную систему;
- включите программу микроскопа «Scan Master»;
- включите окно управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel» в конфигурации АСМ (рис. 15);

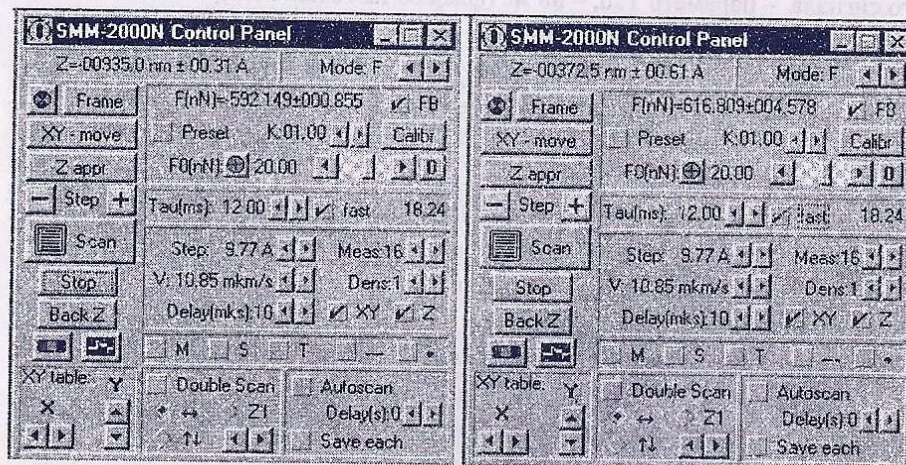


Рис.15. Окно управления микроскопом «SMM-2000N Control Panel» в режиме АСМ: слева - до подвода, с предварительно установленным F0 около -700; справа – сразу после подвода

- установите образец для измерения в АСМ режиме - выполните процедуру подвода (Zappr);
- по необходимости подстройте значение Z(nm) сканера шагами Step иглы («+» или «-»);
- запустите сканирование кнопкой «Scan», выполните измерение рельефа пробного участка площадью 5x5 мкм, при скорости сканирования 3мкм/с.

Сканирование в АСМ-режиме можно вести несколько при других параметрах, чем в СТМ-режиме.

АСМ-игла при сканировании контактит с образцом. Нет необходимости идти на минимальных шагах, чтобы не столкнуться с образцом, как это

делалось в СТМ-режиме. Поэтому можно назначать шаг Step в 2, 4 или более раз больше. Это сильно убыстрит скорость сканирования и уменьшит время снятия кадра. Конечно же, и здесь остаётся рекомендация, что лучше увеличивать скорость сканирования кнопками около «V», а потом уже увеличением шага Step. И надо следить за кадром – не ухудшается ли прорисовка объектов при быстрой скорости.

Второе отличие от СТМ-режима – это другое оптимальное быстродействие системы поддержания обратной связи в АСМ-режиме. Уменьшая значение Tau и отслеживая строчки кадра, на некоторых микроскопах СММ-2000 (с лазером 5 мВт) в АСМ-режиме можно достичь возбуждения системы поддержания постоянного сигнала только на очень малых значениях Tau=4-5мс. Увеличив при этом Tau на один-два шага, всё равно значение Tau останется очень мало. Такое высокое быстродействие как раз и необходимо для отслеживания рельефа на больших скоростях. Таким образом, АСМ-кадр большой площади снимается гораздо быстрее СТМ-кадра такой же площади.

- выберите «оптимальную» область сканирования при скорости сканирования 8 – 12 мкм/с, проведите сканирование;
- выполните измерение рельефа образца 2 в АСМ режиме при тех же параметрах сканирования;
- сохраните полученные результаты;
- завершите эксперимент.

Рекомендуемая литература

1. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии// М.: Техносфера, 2004, 144с.
2. Интернет-сайт компании «НТ-МДТ» : <http://www.ntmdt.ru/>.

Учебное издание

Изучение приемов эксплуатации сканирующего зондового микроскопа
СММ-2000

Составители:

ЛЬВОВ Борис Глебович
БОНДАРЕНКО Геннадий Германович
НИКОЛАЕВСКИЙ Анатолий Владимирович

Редактор С. П. Клышинская
Технический редактор О. Г. Завьялова

Подписано в печать 24.11.10 Формат 60х84/16.

Бумага офсетная. Печать-ризография.

Усл. печ. л. 1,75. Уч.-изд. л. 1,6. Тираж 50 экз.

Заказ 215. Изд. № 119.

Московский государственный институт электроники и математики
109028, Москва, Б. Трехсвятительский пер., 3.

Отдел оперативной полиграфии Московского государственного института
электроники и математики
115054, Москва, ул. М. Пионерская, 12.