

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 05.05.2021 22:45:29

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11cabbf73e943df4a4854fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра нанотехнологий, микроэлектроники,
общей и прикладной физики

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

« 15 » 05

2021 г.



ФИЗИКА НАНОСИСТЕМ

Методические рекомендации по выполнению
лабораторных работ для студентов направления подготовки
28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

УДК 53

Составители: А.П. Кузьменко, Е.А. Новиков, И.В. Чухаева

Рецензент

Доктор физико-математических наук, профессор *В. М. Полунин*

Физика наносистем: Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.П. Кузьменко, Е.А. Новиков, И.В. Чухаева. – Курск, 2021. – 72 с.

Содержат указания по проведению лабораторных работ, правила и порядок их оформления, теоретические сведения и принципы работы изучаемых аналитических приборов.

Методические рекомендации соответствуют требованиям программы, утвержденной учебно-методическим объединением по специальности 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника».

Предназначены для магистрантов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника» дневной и заочной форм обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *15.01* Формат 60x84 1/16.

Усл.печ. л. . Уч.-изд. л. . Тираж 100 экз. Заказ. *801* Бесплатно

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Оглавление

Введение.....	4
Правила выполнения лабораторных работ и практических занятий.....	5
Оформление лабораторных работ	6
Лабораторная работа 1: Построение изотерм органических нерастворимых амфифильных веществ на границе раздела фаз «вода-воздух» на установке Ленгмюра-Блоджетт.....	9
Лабораторная работа 2: Построение изотермы сжатия-растяжения пленок Ленгмюра-Блоджетт.....	24
Лабораторная работа 3: Получение мономолекулярных слоев органических нерастворимых амфифильных веществ на границе раздела фаз «вода-воздух» на установке Ленгмюра-Блоджетт.....	35
Лабораторная работа 4: Полуконтантный метод работы в сканирующем зондовом микроскопе SmartSPM-1000	51

Введение

Целью данного цикла лабораторных работ для студентов, обучающихся по специальности «Нанотехнологии и микросистемная техника», является практическое освоение навыков работы с аналитическим оборудованием.

Для получения различных видов наноматериалов используется технологическое оборудование. Для получения и последующего анализа наноматериалов необходимо знать возможности имеющегося технологического оборудования и владеть методиками работы на нем. Изучение данного класса оборудования и принципов его работы является важным звеном в подготовке грамотного специалиста нанотехнолога.

Знакомство с технологическим оборудованием производится на примере установки для получения мономолекулярных слоев методом Ленгмюра-Блоджетт. Данный лабораторный практикум позволит освоить базовые методы исследования мономолекулярных слоев на поверхности субфазы и получения Ленгмюровских пленок. Исследование качества получаемых пленок в данном практикуме осуществляется с помощью сканирующего зондового микроскопа в заключительной лабораторной работе.

Описание лабораторных работ начинается с теоретического материала по данной теме исследования. В экспериментальной части каждой работы приводятся описания экспериментальных установок и задания, регламентирующие последовательность работы студентов при проведении измерений. В конце описаний предлагаются контрольные вопросы, ответы на которые учащиеся должны подготовить к защите работ.

Правила выполнения лабораторных работ и практических занятий

Студенты должны ознакомиться с содержанием лабораторной работы, подготовиться к ней теоретически для сдачи допуска к лабораторной работе.

Выполнению каждой работы предшествует проверка готовности студента, которая производится преподавателем.

Для проведения лабораторных работ студенческая группа делится на подгруппы по 2 человека. Состав групп сохраняется до конца семестра. Обработка результатов опытов проводится каждым студентом самостоятельно.

Запрещается включение оборудования без предварительной проверки преподавателем. Любые в схемах эксперимента могут проводиться только преподавателем.

Оформление лабораторных работ

Результаты работы оформляются в отчет. Информация, записанная в отчете, используется для проведения защиты лабораторной работы. Отчет по выполненной работе должен содержать следующие разделы:

1. Название лабораторной работы.
2. Цель работы.
3. Приборы и принадлежности.
4. Рабочие формулы.
5. Схема эксперимента.
6. Изображения, полученные в результате выполнения работы.
7. Таблица результатов измерений и вычислений.
8. Расчеты.
9. Графики.
10. Выводы.

Цель работы

Цель работы формулируется в формате ответа на вопрос «Что сделать?».

В качестве цели исследования могут выступать:

- Изучение какого-либо физического явления, процесса;
- Изучение, выявление зависимости между физическими величинами;
- Проверка физических законов, теоретических предположений, гипотез;
- Определение параметров и констант физического явления, экспериментальной установки и т. д.

Таблица результатов измерений и вычислений

В заголовках столбцов записывают название или символьное обозначение измеряемых или расчетных физических величин, а затем через запятую указывают их единицы измерений.

В таблицу числа записывают таким образом, чтобы они находились в интервале от 1,00 до 1000, при необходимости используются приставки и десятичные множители:

Неправильно		Правильно	
L, м	A, Дж	L, м	A, Дж
0.034505	23400	$3.451 \cdot 10^{-2}$	$23.4 \cdot 10^3$

Расчеты

$$\begin{aligned}
 R &= \rho \frac{l}{S} = \\
 &= 1 \cdot 10^{-6} \frac{1,2}{32 \cdot 10^{-6}} = \\
 &= \frac{1 \cdot 1,2}{32} 10^{-6+6} = \frac{1,2}{32} = 0,0375 = \\
 &= 3,75 \cdot 10^{-2} \text{ Ом} = \\
 &= 37,5 \text{ мОм}
 \end{aligned}$$

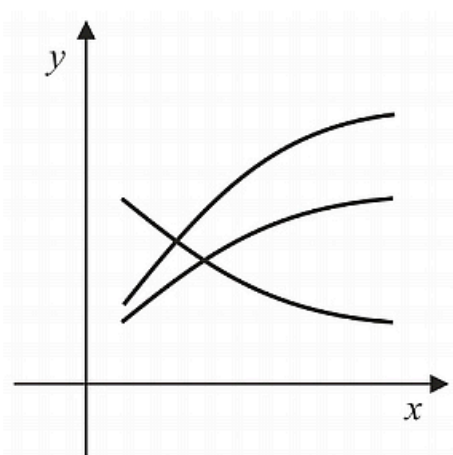
1. Обозначение расчетной величины
2. Исходная формула в буквенном виде
3. Прямая подстановка числовых значений
4. Непосредственно расчёт
5. Ответ в единицах СИ
6. Ответ во внесистемных единицах (если требуется)

График

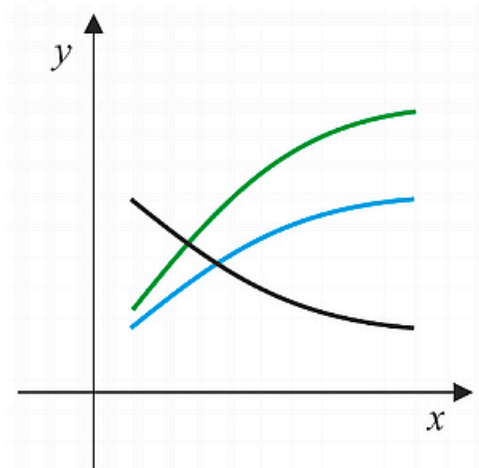
Всякий график изображает зависимость двух величин (аргумента и функции). Зависимая величина (функция) откладывается по вертикальной оси (ось ординат), определяющая величина (аргумент) откладывается по горизонтальной оси (ось абсцисс). График рисуется на весь лист. В случае малого количества точек размеры графика могут быть уменьшены.

В случае изображения нескольких графиков на одной координатной сетке предпочтительно использование цвета или различных типов линий с легендой.

Неправильно



Правильно



Построение координатной сетки

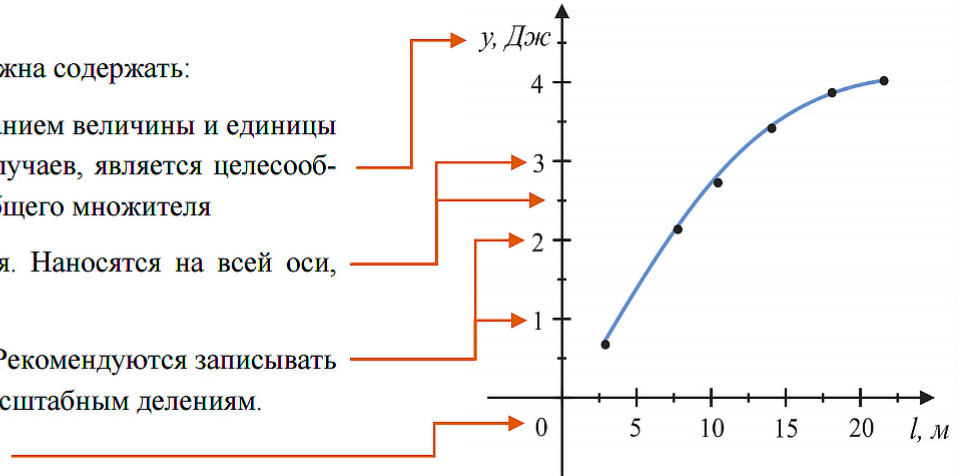
Координатная сетка должна содержать:

Подписи осей с указанием величины и единицы измерения. В ряде случаев, является целесообразным вынесение общего множителя

Масштабные деления. Наносятся на всей оси, без пропусков

Числовые значения. Рекомендуются записывать кратные 1, 2, 5, 10 масштабным делениям.

Начало отсчёта осей



Выводы

Вывод должен быть ответом на вопрос, поставленный в цели работы.

Вывод может содержать следующую информацию:

- Название физического явления, процесса, исследованного в работе;
- Вид полученной зависимости между физическими величинами;
- Результат проверки закона, предположения и т. д. («проверен» - «не проверен», в каких пределах);
- Численное значение изученной величины;
- Сравнение полученных значений со значениями, приведенными в других источниках (справочниках, паспорте прибора и др.).

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Лабораторная работа 1: Построение изотерм органических нерастворимых амфифильных веществ на границе раздела фаз «вода-воздух» на установке Ленгмюра-Блоджетт

Цель работы: получение навыков работы на установке Ленгмюра-Блоджетт, построение изотермы Ленгмюра-Блоджетт.

Принадлежности: установка Ленгмюра-Блоджетт; дистиллированная вода; амфифильное вещество - (HSt) стеариновая кислота $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$, гексан.

Теоретические сведения

Синтез монослойных материалов органической, неорганической и смешанной природы представляет безусловный интерес, что обусловлено необходимостью получения сочетаний уникальных наборов свойств, востребованных в электронике, оптике, фотовольтаике, микромеханике, мембранной технологии, прикладной химии, биофизике и других областях. Формирование таких материалов происходит путем прямого синтеза, кристаллизации, самоорганизации или методом Ленгмюра-Блоджетт.

Установка KSV NIMA позволяет формировать и изучать свойств пленок Ленгмюра-Блоджетт, измерять характеристики моно- и полислоев органических веществ на поверхности водной субфазы, проводить послойное осаждение пленок на твердые подложки. Основные узлы и функциональные взаимосвязи между ним схематически изображены на рис. 1. Установка обеспечивает условия для стационарного режима формирования монослоев из многофазной системы «жидкая среда – монослой – воздушная атмосфера – конденсированная подложка». Рабочей средой является раствор жидкой субфазы (воды) с поверхностью, на которой находится монослой из амфифильных соединений.

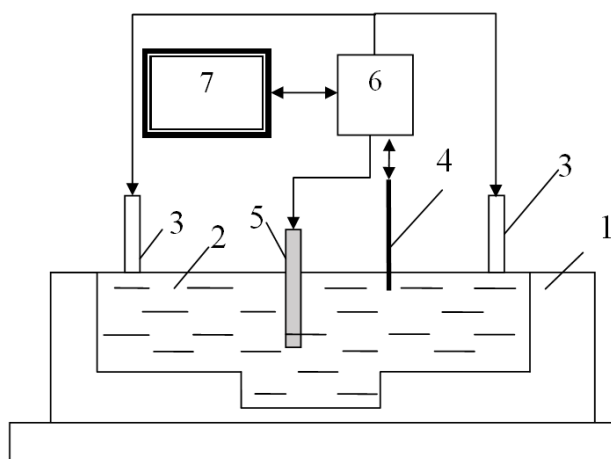


Рис.1 – Функциональная блок-схема установки KSV NIMA
Ленгмюра-Блоджетт

Установка обеспечивает равномерное (со скоростью 0.1– 270 мм/мин) сжатие (симметричное или одностороннее) монослоя передвижными барьерами (3). Регулировка степени сжатия барьеров вызывает фазовые переходы в монослое между следующими состояниями: газовым – жидкокристаллическим – твердокристаллическим (Рис. 2). Скорость осаждения монослоя определяется механизмом погружения (5) и варьируется в диапазоне 0.1 – 100 мм/мин. Качество монослойности достигается программным управлением с помощью ПК (7) работой как механизма погружения с подложкой (5), так и степени сжатия барьеров (3). Контроль параметров осуществляется датчиком (4) поверхностного давления (весы Вильгельма), включенным в цепь обратной связи (6). Величина поверхностного давления определяется с точностью 4 мкН/м в диапазоне от 0 до 150 мН/м. Поверхностное давление на поверхности воды (2) по мере перенесения монослоев на подложку (5) уменьшается пропорционально количеству вещества, образующего монослой. Для компенсации этой убыли вещества подвижные барьеры (3) автоматически сдвигаются, поддерживая поверхностное давление постоянным. Уникальность метода Ленгмюра-Блоджетт заключена в том, что с помощью подвижных барьеров (3) монослой сжимается до получения сплошной пленки с плотной упаковкой молекул, в которой удельная молекулярная площадь A практически совпадает с площадью поперечного сечения молекулы. В этом случае присутствующие, к

примеру, углеводородные радикалы оказываются сориентированными практически перпендикулярно к поверхности подложки.

Межфазные переходы иллюстрирует рис. 2, на котором представлены изотермические зависимости (π - A изотермы) поверхностного давления π (разность между поверхностным натяжением чистой субфазы σ_{cf} и поверхностным натяжением субфазы, покрытой монослоем σ : $\pi = (\sigma_{cf} - \sigma)$) от удельной молекулярной площади (A) при постоянной температуре. Изотермическая зависимость содержит информацию как о межмолекулярных взаимодействиях, так и о переориентации, конформации, перестройках, других процессах, характеризующих поведение сложной молекулы на поверхности воды. Экстраполяция линейных участков зависимости π - A , соответствующих сжатию монослоя в различных фазовых состояниях, дает величину A_0 – площадь, приходящаяся на одну молекулу. К примеру, по π - A изотерме, полученной при комнатной температуре, для поверхности субфазы C_{60} , стабильные слои возникают при сжатии $\pi=25$ мН/мс формированием кристаллических островков с площадью на одну молекулу $A=0.85$ нм² [6].

В зависимости от значения двумерного давления, возможны следующие фазовые состояния:

1. Газообразные пленки (G). Пленка подчиняется уравнению состояния идеального двумерного газа; площадь, приходящаяся на одну молекулу, велика по сравнению с фактической площадью молекулы.
2. Твердые пленки (S). Сжимаемость таких пленок мала и близка к сжимаемости твердого вещества, что указывает на плотную (предельную) упаковку молекул в монослое; при этом молекулы занимают минимальную (предельную) площадь. Твердые (квазикристаллические) пленки удерживаются чисто внутренними силами за счет межмолекулярных взаимодействий (боковой когезии в монослое).

Если область G соответствует состоянию двумерного газа, а S – двумерному твердому состоянию, то для промежуточных областей точная анало-

гия с обычными трехмерными состояниями невозможна. Существование таких состояний обусловлено коллективными взаимодействиями между молекулами.

Характерной особенностью таких состояний является то, что они существуют только за счет внешних сил (давление создаваемое барьером) и монослой спонтанно расширяется при снятии внешнего воздействия.

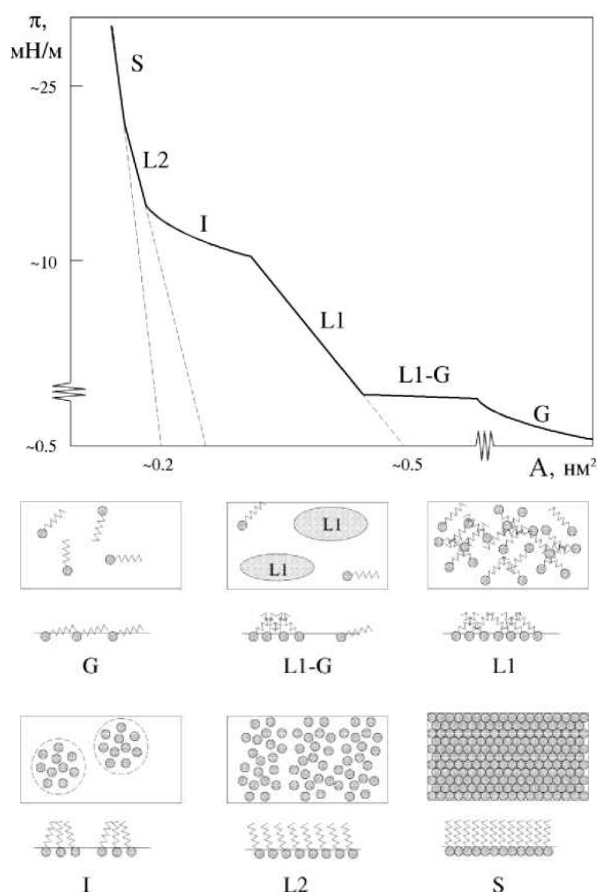


Рис. 2 – Типичная изотерма сжатия "нерастворимых" АМФВ и фазовые состояния монослоя.

С точки зрения структурной упорядоченности монослоя, для разделения переходных пленок на подтипы, в качестве основного классификационного признака используется относительную сжимаемость пленки, определяемую по изотерме сжатия как dA/dn .

Дисперсионно-жидкая пленка, тип 1 (G-L1). Данное состояние является переходным от двумерного газа к двумерной жидкости; пленка не однородная,

а в виде островков двумерной жидкости (L1) в газовой фазе (G), что подтверждается довольно высокой сжимаемостью.

Сплошная жидкая пленка, тип 1 (L1). Для этого состояния характерно уменьшение степени свободы углеводородных радикалов. Сжимаемость этих пленок значительно ниже, чем G-L1 - типа, они однофазны и не состоят из каких-либо островков или пятен.

Дисперсионно-жидкая пленка, тип 2 (I). Данное состояние также, как и состояние G-L1 является переходным. В области I коллективное взаимодействие молекул проявляется в образовании молекулярных кластеров (поверхностных мицелл). Относительно высокая сжимаемость монослоя объясняется отсутствием прямого взаимодействия между отдельными молекулярными агрегатами.

Сплошная жидкая пленка, тип 2 (L2). Характерна низкая сжимаемость, близкая по значению к сжимаемости твердых (S) пленок и высокая степень гомогенности монослоя. Пленка L2-типа рассматривается как сплошная, квазитвердая фаза, в которой углеводородные радикалы располагаются под некоторым наклоном, обеспечивающим максимальное взаимодействие их друг с другом; между полярными группами содержится то или иное количество молекул воды. При сжатии молекулы АМФВ сближаются, вода из монослоя выдавливается, и пленка переходит в твердое состояние S.

В зависимости от свойств подложки и направления движения ее сквозь монослой и от состояния монослоя на поверхности субфазы получают пленки определенного типа. Различают три типа пленок Ленгмюра-Блоджетт (ПЛБ): полярные X и Z, и симметричный неполярный слой Y - типа (рисунок 3).

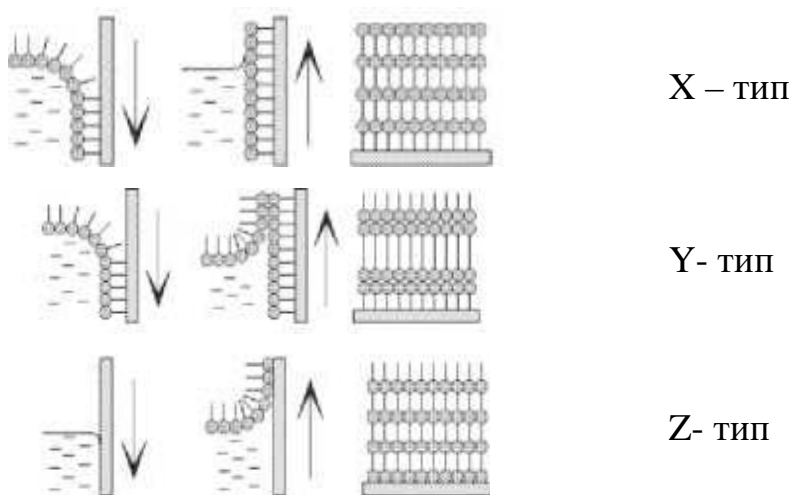


Рис. 3 – Возможные типы пленок Ленгмюра-Блоджетт и последовательность операций при их формировании.


В процессе переноса упорядоченного монослоя на подложку величина смещения барьера пропорциональна площади перенесенного монослоя S .

Степень пропорциональности определяется коэффициентом переноса $k = \frac{S' - S''}{S_{\Pi}}$

S' и S'' площадь монослоя в момент начала переноса и после окончания переноса, S_{Π} площадь пластинки. Численное значение коэффициента переноса K_n характеризует дефектность ПЛБ. При нормальном переносе $k=1$

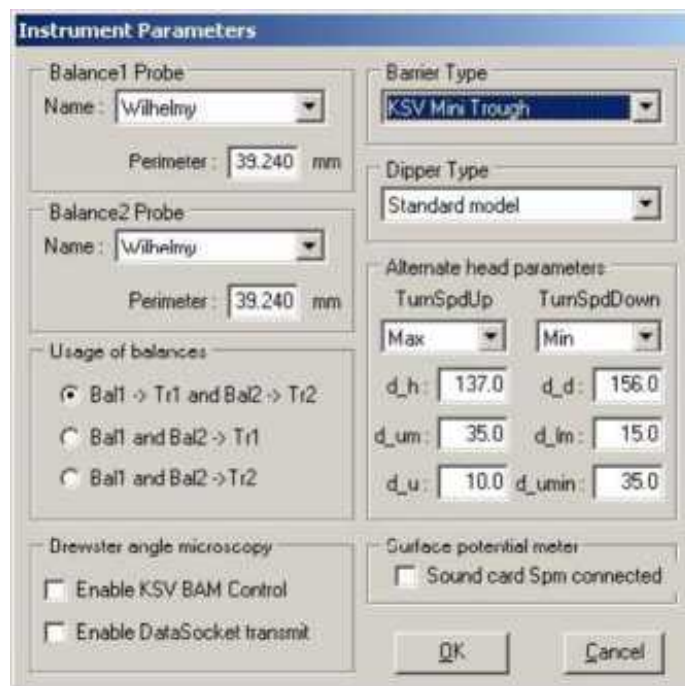
1.1. Подготовка к выполнению экспериментального исследования.

В главном окне программного обеспечения **KSV Win LB** выберите ос-

новное меню  **Main Menu** и запустите **KSV LB control software**. В меню открывшегося окна **LBControl Software**:



выберите **Edit /Device Parameters**:



Barrier и **Dipper Type** выберите соответствующие модели установки - **KSV 2000**. В графе **Balancel Probe** выберите использование пластинки Вильгельми для определения поверхностного давления - **Wilhelmy**. Т.к. в работе используется с одним датчиком поверхностного давления, то в разделе **Usage of Balances** следует отметить строку **Ball1 → Tr1 and Bal2 → Tr2**. Остальные установки остаются без изменений. Нажмите **Ok**.

Откройте окно управления **Manual Control Unit** и на закладке управления барьерами **Barrier page** нажмите **Open**. (Если окно **Manual Control Unit** не активно, то **откройте его** **Main Menu → Control Panel**)



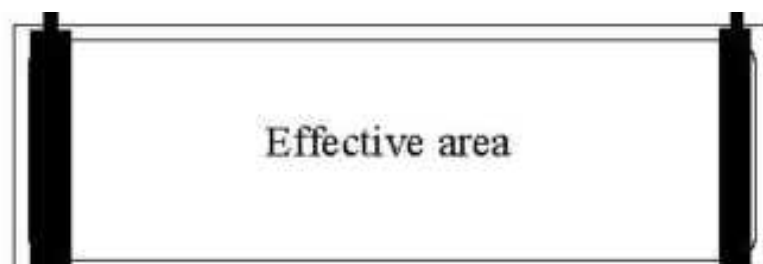
Барьеры должны переместиться к краям ванны, т.е. «открыться».

Измерьте расстояние между барьерами и ширину ванны настолько точно, насколько это возможно (точность измерений должна быть не хуже 0,5мм) и вычислите эффективную площадь ванны в мм. Перейдите в раздел базы данных **Edit** → **Database** в окне **LB Control Software** и выберите строку **Troughs**, проверьте соответствует ли вычисленная эффективная площадь ванны указанной величине в базе данных. В противном случае измените значение эффективной площади на полученное вами. После внесенных изменений нажмите значок «подтвердить» для проверки изменений.

1.2 Получение изотермы сжатия монослоя HSt.

С помощью **Manual Control Unit** разведите **Open** барьеры в крайнее положение. Налейте в ванну деионизованную воду так, чтобы образовался «высокий» мениск. Устройством очистки удалите как можно более тонкий поверхностный слой субфазы возле барьеров. Полностью сведите **Close** барьеры и повторите очистку поверхности субфазы. Повторите процедуру 2-3 раза. Критерием чистоты поверхности субфазы служит тот факт, что значение поверхностного давления при полном открытии и закрытии барьеров не должно изменяться более, чем на 0.2-0.3 мН/м.

После очистки поверхности субфазы уровень жидкости должен быть вровень с краями ванны или чуть выше. Разведите барьеры к краям ванны, т.е. на нулевую позицию.



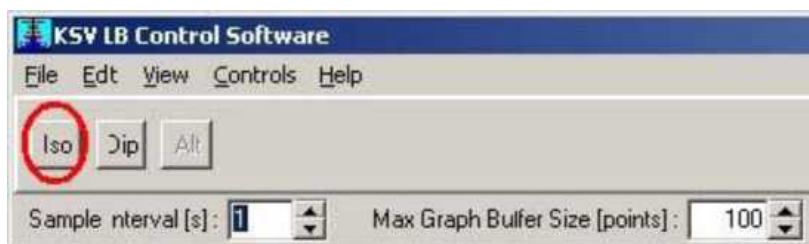
Очистите пластинку Вильгельми в хромовой смеси и деионизованной воде и повесьте ее на крючок датчика поверхностного давления (весы Вильгельми).

В окне **Manual Control Unit** установите нулевые точки отсчета барьера (кнопка **Zero**, закладка **Barrier**) и датчика поверхностного давления

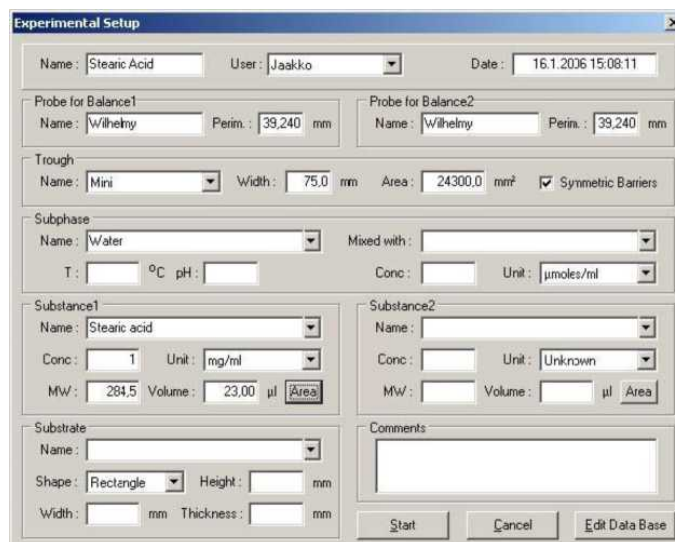
(кнопка **Zero**, закладка **Balance**). **Важно помнить, что установки нулевых значений нужно сделать до нанесения раствора АМФВ!**

Наберите микрошприцем или микропипеткой рассчитанный объем раствора стеариновой кислоты и малыми каплями, как можно ближе к поверхности, нанесите раствор на всю поверхность субфазы. При этом значение поверхностного давления может кратковременно измениться на 0.5 мН/м.

Пока растворитель испаряется можно заполнить данные эксперимента. В окне **KSV LB Control Software** нажмите кнопку **ISO**.

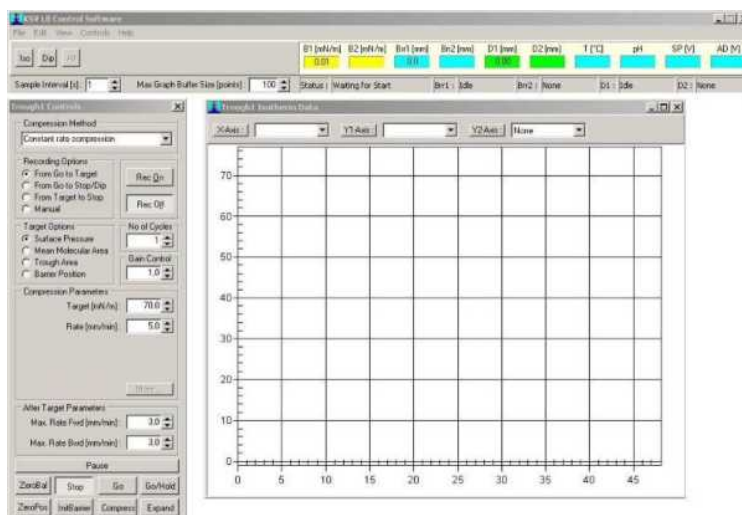


В открывшемся окне **Experimental Setup** внесите необходимые данные, как указано на представленном ниже рисунке:



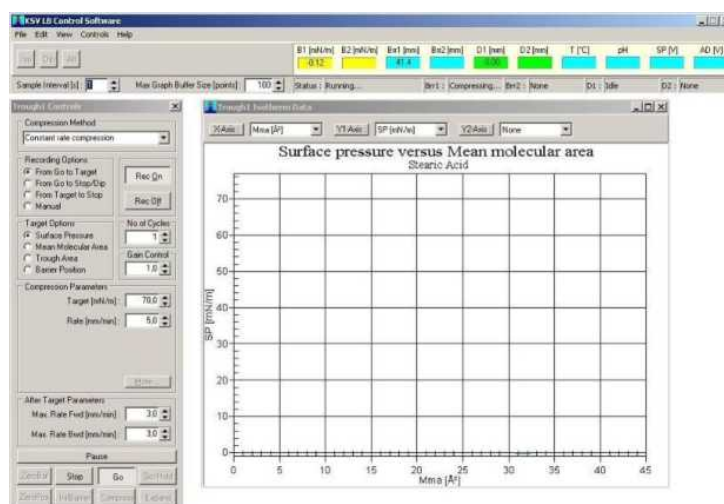
Кнопка **Area** в разделе **Substance** служит для проверки начального значения площади, приходящейся на молекулу.

После внесения данных в окне **Experimental Setup** нажмите кнопку **Start**. Нажатие этой кнопки не приведет к началу процесса, а откроются окна **Trough Controls** и **Trough Isotherm Data**, представленные ниже.



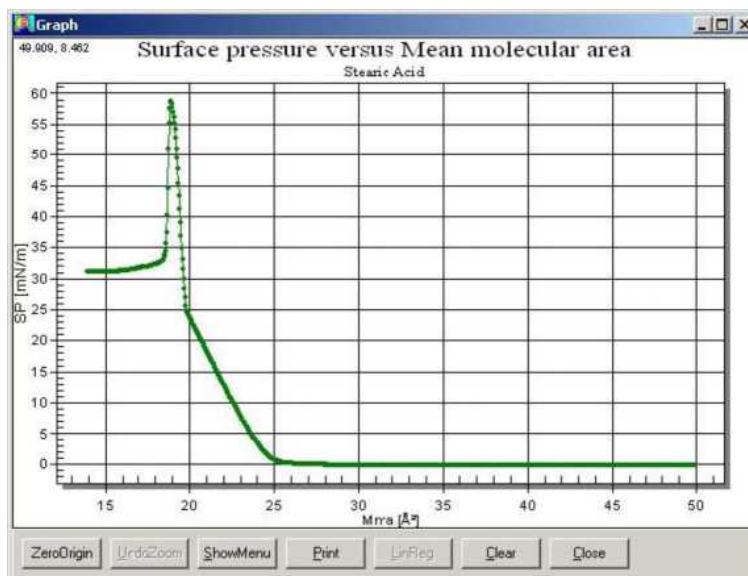
Установите параметры в окне **Trough Controls**, как показано на рисунке выше. В поле **Target** выберите **Surface pressure** и установите в поле **Compression Parameters** значение поверхностного давления как можно большим. В графе **Rate** установите скорость сжатия монослоя - 10 мм/мин.

После испарения растворителя (15-20 минут) нажмите кнопки **Rec On** и **GO** в окне **Trough Controls**. В окне **Trough Isotherm Data** будет отображаться график изотермы сжатия. Статус в окне **KSV LB Control Software** изменится с **Waiting for Start** на **Running...** Параметры **Compression Parameters** в окне **Trough Controls** могут быть изменены в ходе процесса, внесенные изменения будут учтены немедленно.

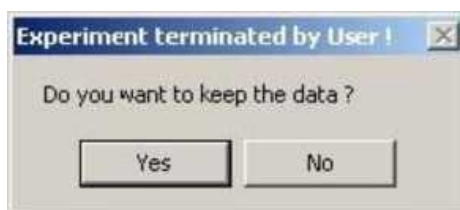


Масштаб осей и отображаемая величина могут быть изменены в окне **Trough Isotherm Data** в полях **XAxis** и **YAxis**.

После разрушения монослоя - коллапса - нажмите **STOP** в окне **Trough Controls**. Для монослоя стеариновой кислоты на чистой воде значение давления коллапса приблизительно 60 мН/м (см. рис. ниже).



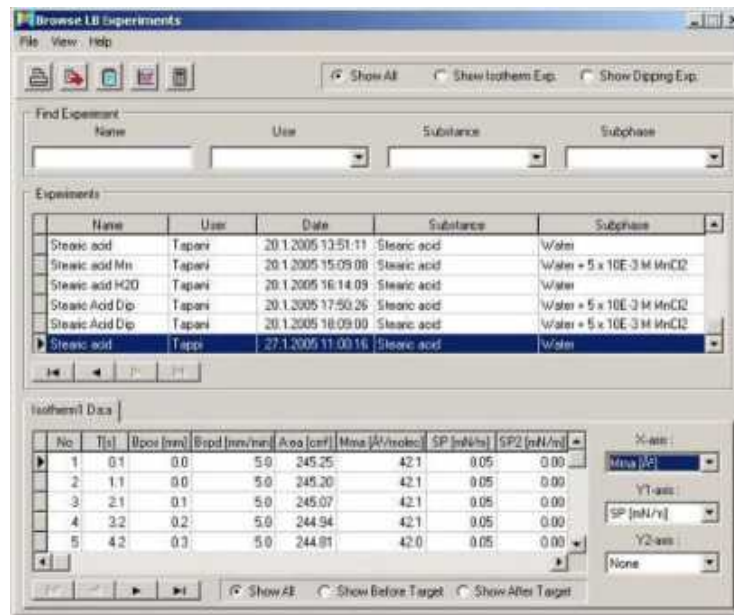
После нажатия **STOP** появится диалоговое окно сохранения данных.



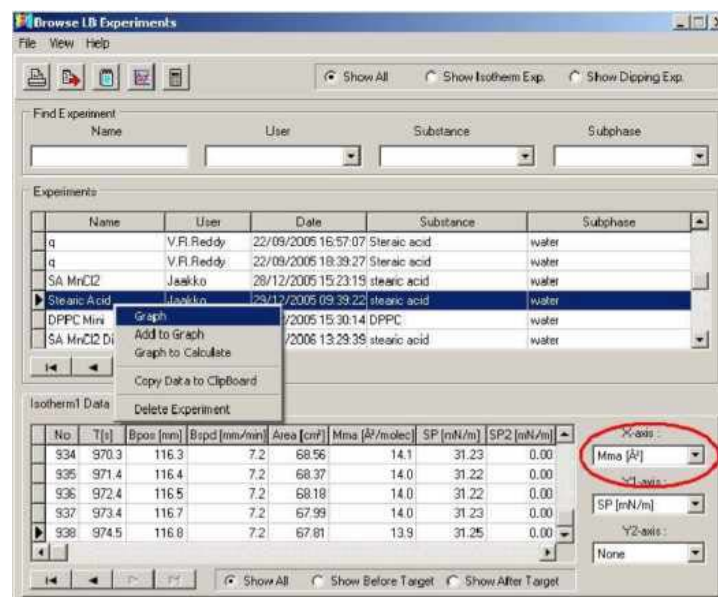
Нажмите **YES**. После нажатия на кнопку **YES** остановится процесс регистрации данных, в противном случае процесс остановится автоматически после достижения барьерами ограничителя, который перед началом процесса нужно установить так, чтобы движению барьера не мешала пластинка Вильгельми.

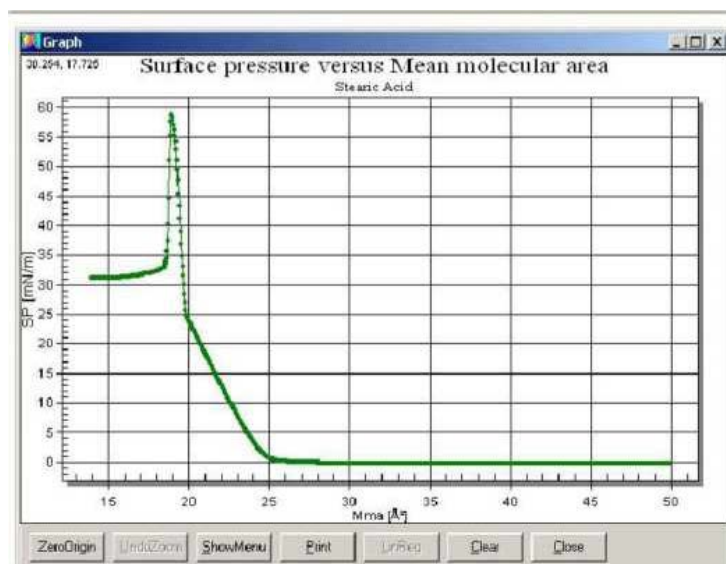
Сохраненные данные помещены в базу данных, откуда извлечь их для

анализа можно при помощи кнопки **Browse LB Experiment**  в **Main Menu**.



В открывшемся окне выберите сохраненную изотерму сжатия и нажмите правую кнопку мыши для доступа к меню. В появившемся меню выберите **Graph**, предварительно изменив значение поля **X-axis** на **Mma [Å²]**.





На полученной изотерме сжатия стеариновой кислоты на поверхности чистой воды можно выделить три области:

Площадь на молекулу $> 30 \text{ \AA}^2$. Состояние монослоя соответствует газообразному, т.е. расстояния между молекулами велики, а межмолекулярное взаимодействие можно уподобить газообразному состоянию объемного вещества.

Площадь на молекулу $20\text{-}30 \text{ \AA}^2$. Расстояние между молекулами уменьшается и возрастает взаимодействие. На данном участке состояние монослоя можно описать, как жидкая фаза объемного вещества.

Площадь на молекулу $> 20 \text{ \AA}^2$. Молекулы в монослое имеют плотную упаковку, сжимаемость монослоя соответствует значению сжимаемости твердого вещества. Экстраполируя линейный участок изотермы, соответствующий твердому состоянию монослоя, до значения поверхностного давления 0 мН/м, получим величину площади, приходящейся на молекулу в монослое - $20 \pm 1 \text{ \AA}^2/\text{molecule}$.

После проведения эксперимента очистите поверхность субфазы и удалите воду из ванны при помощи устройства очистки. Перед проведением нового эксперимента повторите все этапы подготовки и очистки.

Контрольные вопросы

1. Уникальность метода Ленгмюра-Блоджетт
- 2.Изотерма Ленгмюра-Блоджетт
- 3.Фазовые переходы на изотермах
- 4.Давление коллапса

Литература

1. Блинов Л.М. / Лэнгмюровские пленки // УФН. 1988. Т.155. В. 1. С. 443 – 480.
2. Суходолов Н. Г., Иванов Н. С., Подольская Е. П. / Новые материалы, полученные методом Ленгмюра-Блоджетт, и их применение в нанотехнологии и приборостроении (Ч. 1.Гибридные материалы) Научное приборостроение, 2013, том 23, № 1, с. 86–105.
- 3.ИвановаВ.Н., Кудрявцев В.В., Масляницын И.А., Чудинова Г.К., Шигорин В.Д. Генерация второй гармоники в полимерной пленке Ленгмюра-Блоджетт. «Квантовая электроника», 25, № 9, 1998, с. 814-816
- 4.Ященко А.М., Горин Д.А., Панкин К.Е., Невешкин А.А., Гецьман М. А., Климов Б.Н., Штыков С.Н. Электрофизические свойства МДП-структур, содержащих наноразмерные пленки Ленгмюра-Блоджетт на основе β -циклодекстрина. Журнал технической физики, 2006, том 76, вып.4, с. 105-108
5. Зайцева А.В., Зайцев В.Б., Левшин Н.Л., Форш П.А., Хлыбов С.В., Юдин С.Г. Структура и электрофизические свойства пленок жидких // Физика твердого тела, 2014, том 56, вып. 2. С. 371 – 374.
6. Кагановский Ю.С., Птицын Ю.В., Семиноженко В.П., Ткачев В.А., Толмачев А.В. / Пленки Ленгмюра-Блоджетт фуллерена C_{60} // Письма в ЖЭТФ. Т. 60. В. 5. С. 361 – 365.
7. М.В. Ковальчук, В.В. Ключковская, Л.А. Фейгин Молекулярный конструктор Ленгмюра-Блоджетт. Природа, 2003
8. Блинов Л.М. Физические свойства и применение лэнгмюровских моно- и мультимолекулярных структур. Успехи химии, Т. 52, Вып. 8, 1989
9. Блинов Л.М. Лэнгмюровские пленки. Успехи физических наук, Т. 155,

Вып. 3, с.433- 480, 1988

10. Чечель О.В., Николаев В.Н. Использование пленок Ленгмюра-Блоджетт в качестве регистрирующих слоев оптических носителей информации. Успехи химии, 1990

11. Сумм Б.Д., Основы коллоидной химии: учеб, пособие для студ. высш.учеб, заведений / Б.Д. Сумм. – 3-е изд., стер.– М.: Издательский центр «Академия», 2009.– 240 с.

Лабораторная работа 2: Построение изотермы сжатия-растяжения пленок Легмюра-Блоджетт

Цель работы: получение навыков работы на установке Ленгмюра-Блоджетт, построить изотермы сжатия-растяжения.

Принадлежности: установка Ленгмюра-Блоджетт; деионизованная вода ($\rho = 18 \text{ МОм} \cdot \text{см}$, $\text{pH } 5.0$); амфифильное вещество - (HSt) стеариновая кислота $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$, гексан.

Теоретические сведения

Исследования гибридных материалов, в которых совмещены свойства органических и неорганических веществ, набирают все большую популярность. Такие материалы могут быть получены путем прямого синтеза, кристаллизации, самоорганизации или методом Лэнгмюра-Блоджетт. Метод Лэнгмюра-Блоджетт (Л–Б) позволяет достаточно просто изменять свойства пленок, меняя структуру полярной части амфифильной молекулы, состав монослоя, состав раствора (субфазы) и условия переноса на твердую подложку. Все это делает возможным получение органических пленочных покрытий с характерными для неорганических веществ свойствами.

В данной работе в качестве установки применялся автоматизированный вариант ванны Ленгмюра-Блоджетт с управляемыми от ПК барьерами и микрометрической подачей подложки. Ванна изготовлена из фторопласта. Данная ванна позволяет синтезировать слоевые структуры из разных материалов с различной морфологией пленок. В данной работе стеариновая кислота растворяется в гексане и по каплям наносится на поверхность очищенной дистиллированной воды. После того как растворитель улетучивается, на поверхности воды образовывается двумерный газ амфифильных молекул, гидрофобный конец которых погружен в воду. Далее барьерами производится контролируемое ПК сжатие монослоя. Фазовые переходы монослоя отражены на рис.1.

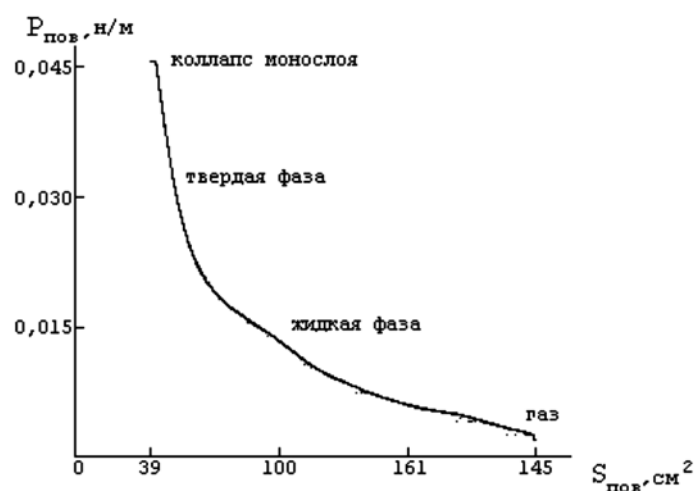


Рис. 1 – Изотерма сжатия монослоя стеариновой кислоты

Основными критериями получения твердой фазы слоя амфифильных молекул на водной поверхности является наличие порогового давления $P_{\text{пор}}$ в процессе переноса с водной поверхности на подложку.

Если $\sigma - \sigma_0 > P_{\text{пор}}$, происходит коллапс монослоя, сопровождающийся резким ростом поверхностного давления, если $\sigma - \sigma_0 < P_{\text{пор}}$, происходит разрыв монослоя на водной поверхности, сопровождающийся резким падением поверхностного давления. В процессе переноса монослоя на твердую подложку давление $P_{\text{пор}}$ при его достижении остается постоянным даже при переносе без дополнительного поджатия монослоя, т.е. без включения обратной связи. Количество нанесенного на подложку вещества до разрыва монослоя, отнесенное к общему количеству вещества выражает прочность монослоя амфифильных молекул определенного типа, а именно, относительное удлинение слоя до разрыва.

Для количественной оценки механической прочности и энергии взаимодействия амфифильных молекул в получаемых монослоях целесообразно снятие двух изотерм. Одна из них регистрируется до достижения предельного сжатия монослоя, а другая при дальнейшем растяжении. Наличие гистерезиса в зависимости поверхностного давления от площади поверхности косвенно указывает на наличие фазового перехода 1 рода. Графики этих зависимостей

приведены на рис.2. Изотермы пересекаются только в одной точке, что свидетельствует о необратимости процесса в данном случае. Данная точка обозначает параметры достигнутого состояния твердой фазы.

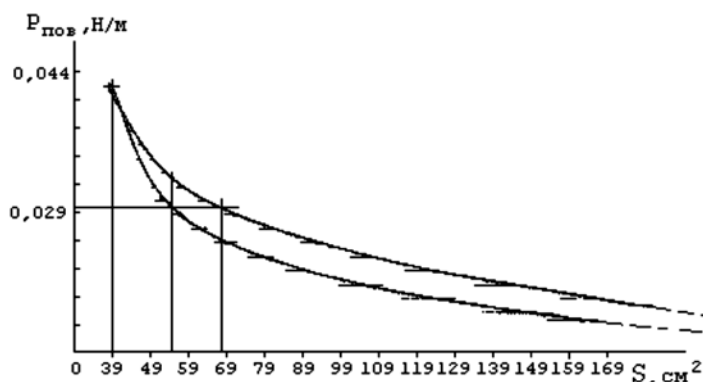



Рис. 2 – Графики зависимостей поверхностного давления монослоя от площади поверхности для стеариновой кислоты при сжатии (нижний график) и растяжении (верхний график).

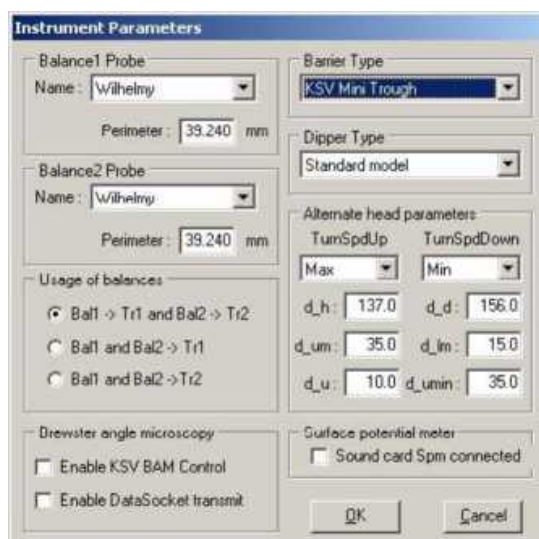
1.1. Подготовка к выполнению экспериментального исследования.

В главном окне программного обеспечения **KSV Win LB** выберите ос-

новное меню  **Main Menu** и запустите **KSV LB control software**. В меню открывшегося окна **LBControl Software**:

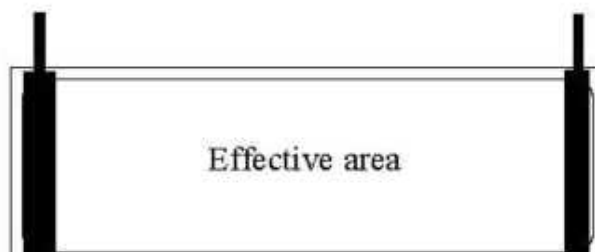
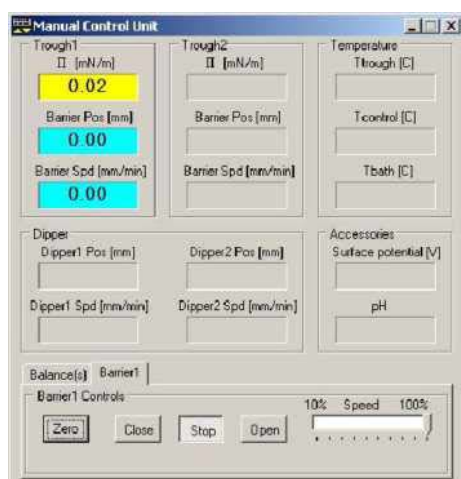


выберите **Edit /Device Parameters**:



Barrier и **Dipper Type** выберите соответствующие модели установки - **KSV 2000**. В графе **Balancel Probe** выберите использование пластинки Вильгельми для определения поверхностного давления - **Wilhelmy**. Т.к. в работе используется с одним датчиком поверхностного давления, то в разделе **Usage of Balances** следует отметить строку **Bal1 → Tr1 and Bal2 → Tr2**. Остальные установки остаются без изменений. Нажмите **Ok**.

Откройте окно управления **Manual Control Unit** и на закладке управления барьерами **Barrier page** нажмите **Open**. (Если окно **Manual Control Unit** не активно, то **откройте его** Main Menu → Control Panel)



Барьеры должны переместиться к краям ванны, т.е. «открыться».

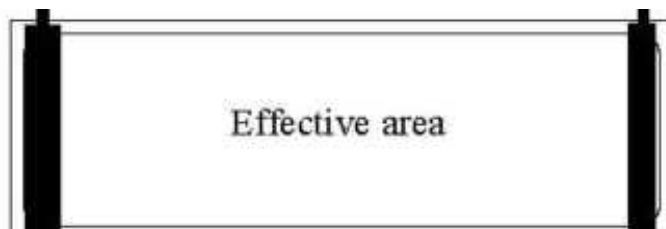
Измерьте расстояние между барьерами и ширину ванны настолько точно, насколько это возможно (точность измерений должна быть не хуже 0,5мм) и вычислите эффективную площадь. Перейдите в раздел базы данных

Edit → **Database** в окне **LB Control Software** и выберете строку **Troughs**, проверьте соответствует ли вычисленная эффективная площадь ванны указанной величине в базе данных. В противном случае измените значение эффективной площади на полученное вами. После внесенных изменений нажмите значок «подтвердить» для проверки изменений.

1.2 Получение изотермы сжатия-рястяжения монослоя HSt.

С помощью **Manual Control Unit** разведите **Open** барьеры в крайнее положение. Налейте в ванну деионизованную воду так, чтобы образовался «высокий» мениск. Устройством очистки удалите как можно более тонкий поверхностный слой субфазы возле барьеров. Полностью сведите **Close** барьеры и повторите очистку поверхности субфазы. Повторите процедуру 2-3 раза. Критерием чистоты поверхности субфазы служит тот факт, что значение поверхностного давления при полном открытии и закрытии барьеров не должно изменяться более, чем на 0.2-0.3 мН/м.

После очистки поверхности субфазы уровень жидкости должен быть вровень с краями ванны или чуть выше. Разведите барьеры к краям ванны, т.е. на нулевую позицию.

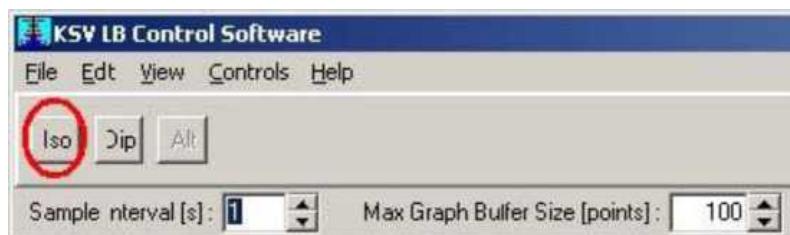


Очистите пластинку Вильгельми в хромовой смеси и деионизованной воде и повесьте ее на крючок датчика поверхностного давления (весы Вильгельми).

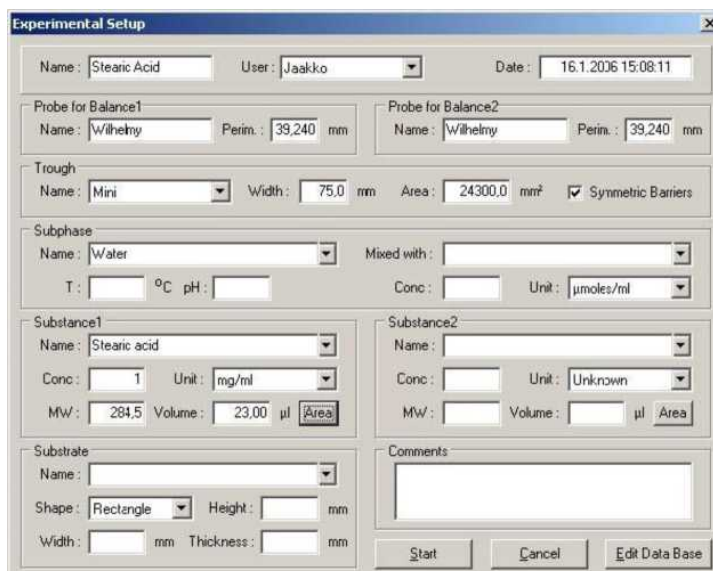
В окне **Manual Control Unit** установите нулевые точки отсчета барьера (кнопка **Zero**, закладка **Barrier**) и датчика поверхностного давления (кнопка **Zero**, закладка **Balance**). **Важно помнить, что установки нулевых значений нужно сделать до нанесения раствора АМФВ!**

Наберите микрошприцем или микропипеткой рассчитанный объем раствора стеариновой кислоты и малыми каплями, как можно ближе к поверхности, нанесите раствор на всю поверхность субфазы. При этом значение поверхностного давления может кратковременно измениться на 0.5 мН/м.

Пока растворитель испаряется можно заполнить данные эксперимента. В окне **KSV LB Control Software** нажмите кнопку **ISO**.

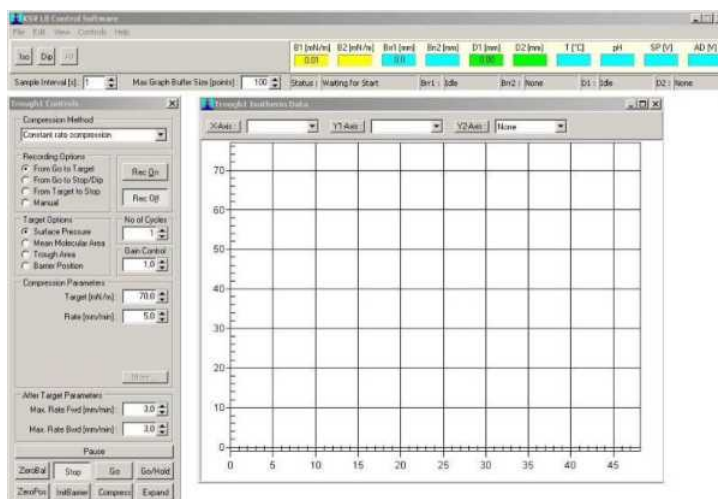


В открывшемся окне **Experimental Setup** внесите необходимые данные, как указано на представленном ниже рисунке:



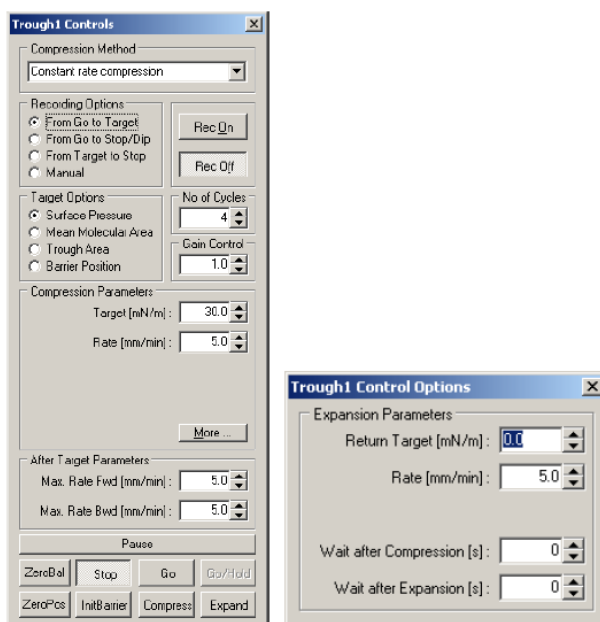
Кнопка **Area** в разделе **Substance** служит для проверки начального значения площади, приходящейся на молекулу.

После внесения данных в окне **Experimental Setup** нажмите кнопку **Start**. Нажатие этой кнопки не приведет к началу процесса, а откроются окна **Trough Controls** и **Trough Isotherm Data**, представленные ниже.

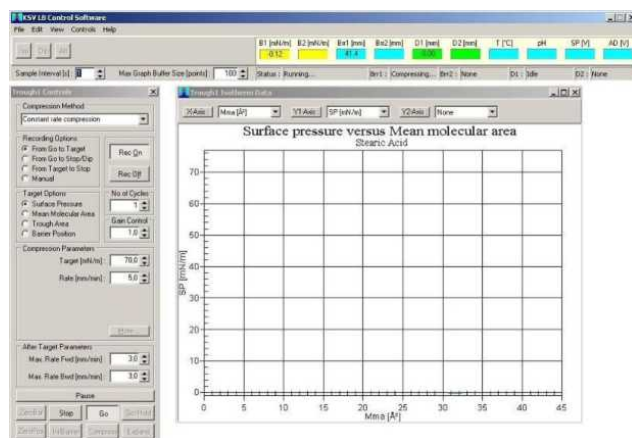


В окне *Trough1 Controls* выберите *Compression Method: Constant Rate Compression* и *Recording Options: From Go to Target*.

Определите количество циклов сжатия в окне *No. of cycles*. В приведенном ниже примере 4 цикла. Это означает, что прибор выполняет два сжатия и расширения, то есть 2 полных цикла сжатия-расширения. Затем в окне *Compression Parameters* устанавливаем значение давления в окне *Target* 47.



После испарения растворителя (15-20 минут) нажмите кнопки **Rec On** и **GO** в окне **Trough Controls**. В окне **Trough Isotherm Data** будет отображаться график изотермы сжатия-растяжения. Статус в окне **KSV LB Control Software** изменится с **Waiting for Start** на **Running...** Параметры **Compression Parameters** в окне **Trough Controls** могут быть изменены в ходе процесса, внесенные изменения будут учтены немедленно.




Масштаб осей и отображаемая величина могут быть изменены в окне **Trough Isotherm Data** в полях **XAxis** и **YAxis**.

После нажатия **STOP** появится диалоговое окно сохранения данных.



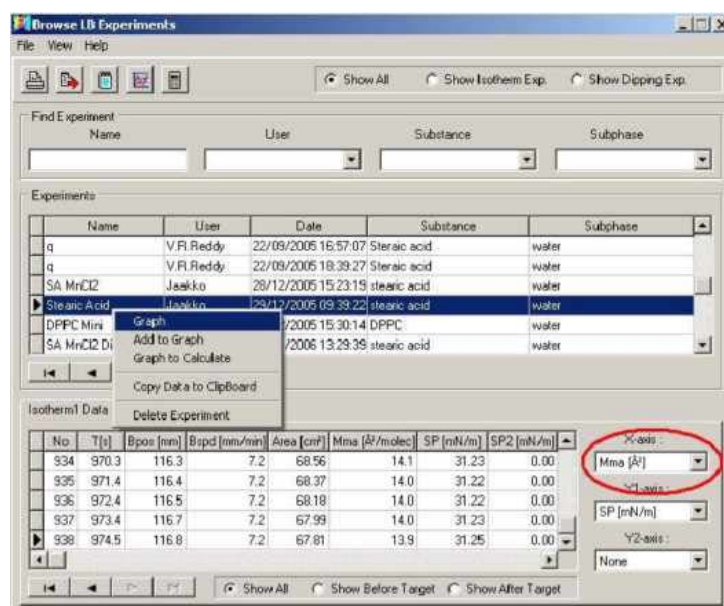
Нажмите **YES**. После нажатия на кнопку **YES** остановится процесс регистрации данных, в противном случае процесс остановится автоматически после достижения барьерами ограничителя, который перед началом процесса нужно установить так, чтобы движению барьера не мешала пластинка Вильгельми.

Сохраненные данные помещены в базу данных, откуда извлечь их для

анализа можно при помощи кнопки **Browse LB Experiment**  в **Main Menu**.



В открывшемся окне выберите сохраненную изотерму сжатия-растяжения и нажмите правую кнопку мыши для доступа к меню. В появившемся меню выберите **Graph**, предварительно изменив значение поля **X-axis** на **Mma [Å²]**.



После проведения эксперимента очистите поверхность субфазы и удалите воду из ванны при помощи устройства очистки. Перед проведением нового эксперимента повторите все этапы подготовки и очистки.

Контрольные вопросы

1. Уникальность метода Ленгмюра-Блоджетт
2. Изотерма сжатия-растяжения
3. Фазовые переходы на изотермах

4.Какую информацию содержит изотермическая зависимость $\pi(A)$

Литература

1. Блинов Л.М. / Ленгмюровские пленки // УФН. 1988. Т.155. В. 1. С. 443 – 480.
2. Суходолов Н. Г., Иванов Н. С., Подольская Е. П. / Новые материалы, полученные методом Ленгмюра-Блоджетт, и их применение в нанотехнологии и приборостроении (Ч. 1.Гибридные материалы) Научное приборостроение, 2013, том 23, № 1, с. 86–105.
- 3.ИвановаВ.Н., Кудрявцев В.В., Масляницын И.А., Чудинова Г.К., Шигорин В.Д. Генерация второй гармоники в полимерной пленке Ленгмюра-Блоджетт.«Квантовая электроника», 25, № 9, 1998, с. 814-816
- 4.Ященко А.М., Горин Д.А., Панкин К.Е., Невешкин А.А., Гецьман М. А., Климов Б.Н., Штыков С.Н. Электрофизические свойства МДП-структур, содержащих наноразмерные пленки Ленгмюра-Блоджетт на основе β -циклодекстрина. Журнал технической физики, 2006, том 76, вып.4, с. 105-108
5. Зайцева А.В., Зайцев В.Б., Левшин Н.Л., Форш П.А., Хлыбов С.В., Юдин С.Г. Структура и электрофизические свойства пленок жидких // Физика твердого тела, 2014, том 56, вып. 2. С. 371 – 374.
6. Кагановский Ю.С., Птицын Ю.В., Семиноженко В.П., Ткачев В.А., Толмачев А.В. / Пленки Ленгмюра-Блоджетт фуллерена C_{60} // Письма в ЖЭТФ. Т. 60. В. 5. С. 361 – 365.
7. М.В. Ковальчук, В.В. Ключковская, Л.А. Фейгин Молекулярный конструктор Ленгмюра-Блоджетт. Природа, 2003
8. Блинов Л.М. Физические свойства и применение ленгмюровских моно- и мультимолекулярных структур. Успехи химии, Т. 52, Вып. 8, 1989
9. Блинов Л.М. Ленгмюровские пленки. Успехи физических наук, Т. 155, Вып. 3, с.433- 480, 1988

10. Чечель О.В., Николаев В.Н. Использование пленок Ленгмюра-Блоджетт в качестве регистрирующих слоев оптических носителей информации. Успехи химии, 1990

11. Сумм Б.Д., Основы коллоидной химии: учеб, пособие для студ. высш.учеб, заведений / Б.Д. Сумм. – 3-е изд., стер.– М.: Издательский центр «Академия», 2009.– 240 с.

Лабораторная работа 3: Получение мономолекулярных слоев органических нерастворимых амфифильных веществ на границе раздела фаз «вода-воздух» на установке Ленгмюра-Блоджетт

Цель работы: получение навыков работы на установке Ленгмюра-Блоджетт, получение пленки стеариновой кислоты методом Ленгмюра-Блоджетт.

Принадлежности: установка Ленгмюра-Блоджетт; дистиллированная вода; амфифильное вещество - (HSt) стеариновая кислота $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$, гексан.

Теоретические сведения

Пленки Ленгмюра-Блоджетт находят применение в интегральной и нелинейной оптике, электронике, микролитографии, химическом катализе и биологии, а также являются перспективными при использовании композиций в виде чередующихся слоев различного состава или структуры.

Методики, основанные на технологии Ленгмюра-Блоджетт позволяют воспроизводимо получать двумерные молекулярные текстуры на основе амфифильных веществ. Особенностью данных методик является то, что сплошной упорядоченный мономолекулярный слой, представляющий собой своего рода "двумерный кристалл", предварительно формируется на поверхности жидкой фазы (субфазы) и впоследствии переносится на поверхность подложки (рисунок 1).

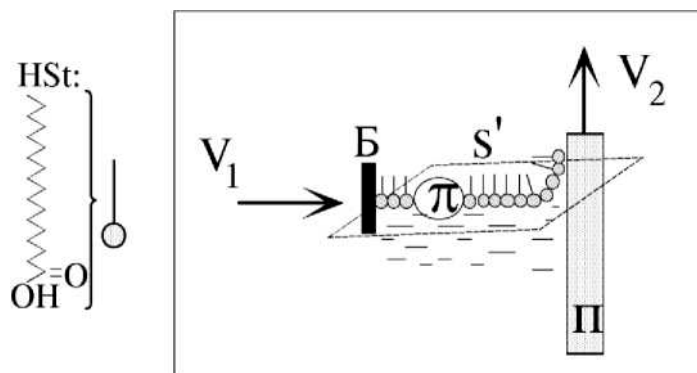


Рис. 1 – Методика нанесения моно- и мультислоев АМФВ.

Б - подвижный барьер, П - подложка, V_1 и V_2 - скорости движения Б и П соответственно, S' - площадь монослоя, π - поверхностное давление.

Фазовая диаграмма формируемого монослоя даже для простейшего поверхностно-активного вещества — жирной кислоты — достаточно сложна (рис.2). Изменяются симметрия и параметры элементарных ячеек, взаимные наклоны цепочек в упорядоченных доменах. Но, изучив фазовое состояние монослоя данного вещества, можно понять, в каком диапазоне параметров эксперимента удастся получить монослой с заранее заданной структурой.

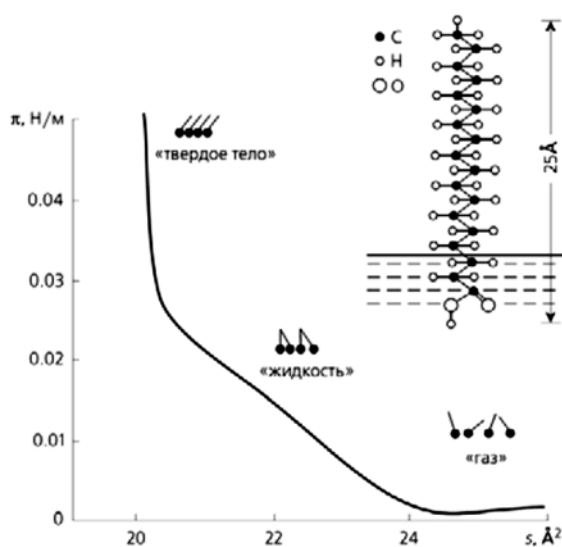


Рис. 2 – Строение молекулы жирной кислоты и π -A изотерма. Три участка изотермы отвечают различным степеням уплотнения слоя, условно обозначенным на рисунке по аналогии с объемными фазами.

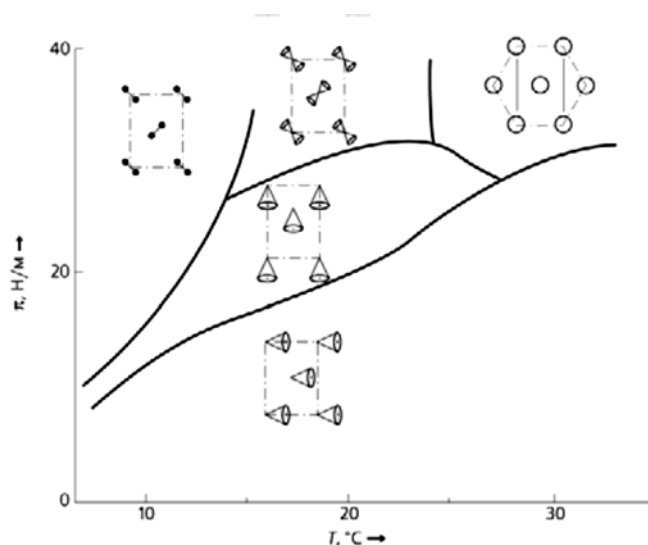


Рис.3 – Фазовая диаграмма состояния монослоя арахидиновой кислоты.

Важный этап получения пленки – перенос ее на твердую подложку. Для этого подложка вертикально погружается в воду через монослой и затем поднимается (метод Ленгмюра–Блоджетт, вертикальный «лифт») или горизонтально касается поверхности (метод Ленгмюра–Шеффера, горизонтальный «лифт»). Последовательным переносом монослоев мы можем приготовить многослойную наноразмерную пленку из мономолекулярных (по толщине) слоев, причем в зависимости от способа переноса и типа подложки (гидрофильной или гидрофобной), формируются структуры с различной укладкой молекул в смежных слоях, так называемые X, Y, Z структуры.

1. Порядок выполнения экспериментальных исследований.

В данном эксперименте в качестве субфазы используется дистиллированная вода. Амфифильное вещество - (HSt) стеариновая кислота $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$. В ходе экспериментальной работы будет получена пленка ЛБ на поверхности стеклянной пластины, содержащая 9 монослоев. Монослои стеариновой кислоты будут перенесены с поверхности субфазы.

1.1. Приготовление исходного раствора стеариновой кислоты, наносимого на поверхность субфазы.

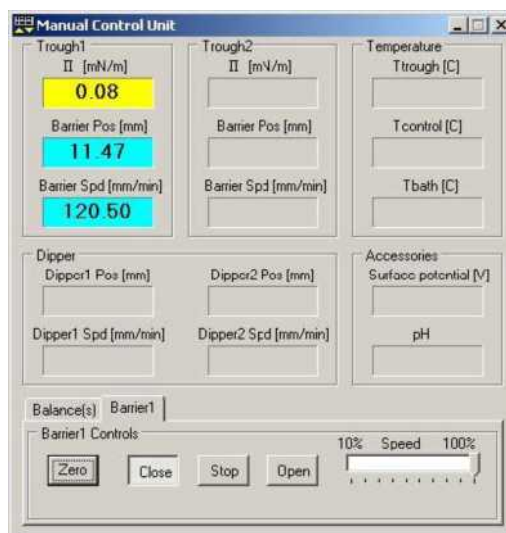
Наносимый на поверхность субфазы состав представляет собой раствор HSt в легколетучем растворителе гексане. Концентрация раствора $c = 0,8$ мг/мл.

1.2. Перенос монослоев стеариновой кислоты на стеклянную подложку с поверхности субфазы.

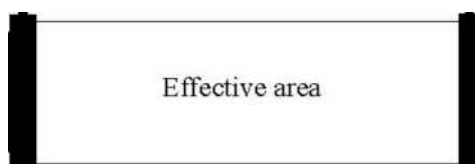
Залейте в ванну дионизированную воду таким образом, чтобы поверхность субфазы была на несколько миллиметров выше краев ванны.

Дождитесь пока температура субфазы стабилизируется.

Используя **Manual Control Unit** сведите барьеры к центру ванны и устройством очистки очистите поверхность субфазы между барьерами. Затем вновь откройте барьеры и повторите очистку. Процедуру повторите два-три раза.



При последнем закрытии барьеров очищайте поверхность субфазы до тех пор, пока уровень жидкости не станет на незначительную величину выше или не сравняется с краями ванны. Затем откройте барьеры полностью, т.е. поставьте их в нулевую позицию, как указано на рисунке ниже.



Протрите пластинку Вильгельми чистым этанолом и деионизованной водой. Повесьте пластинку на крючок датчика давления таким образом, чтобы две ее трети были над уровнем поверхности субфазы.

Используя **Manual Control Unit** установите нулевые показания датчика поверхностного давления. Проверьте чистоту поверхности субфазы, сжав барьеры и наблюдая за изменениями показаний датчика поверхностно давления, величина которого не должна измениться более чем на 0.2-0.3 mN/m в процессе сжатия. Если величина поверхностного давления изменится более, чем на 0.3 mN/m, то нужно повторить очистку поверхности субфазы.

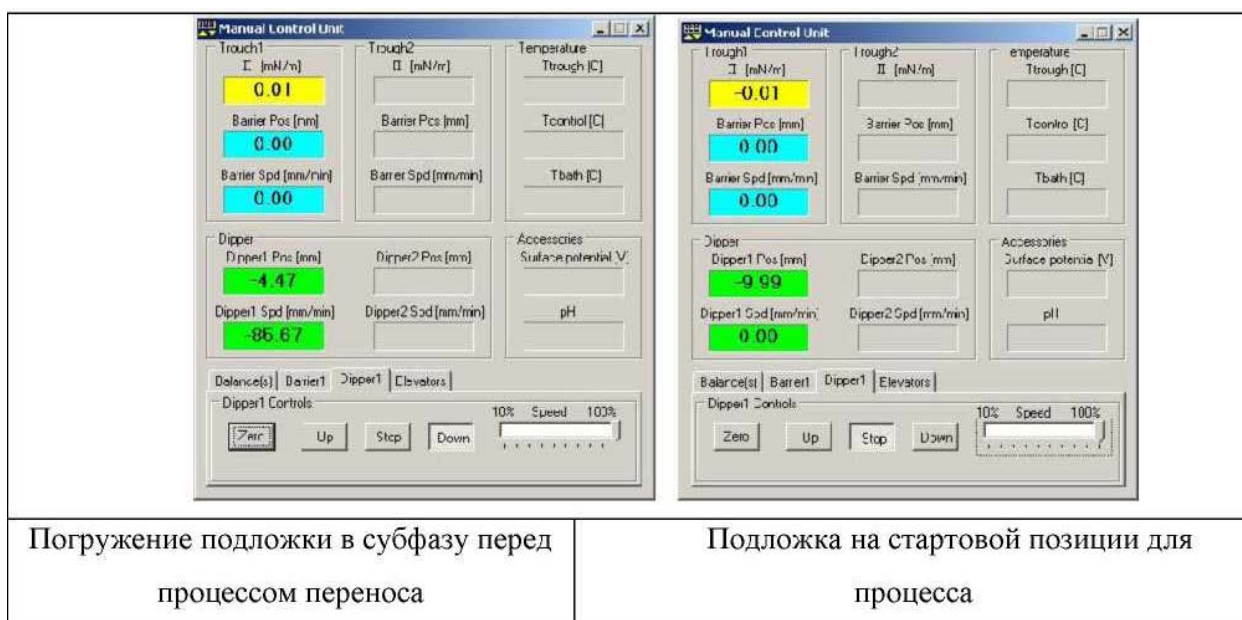
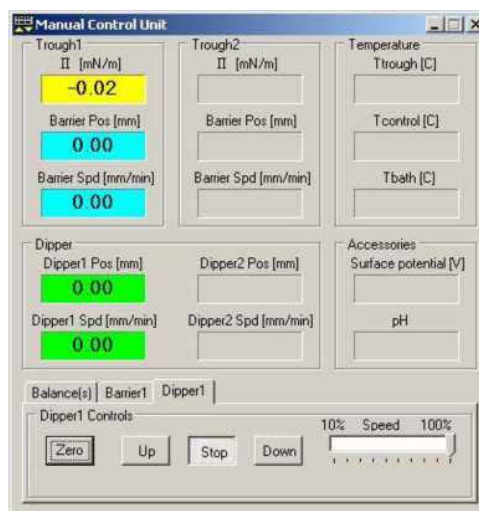
Очистите стеклянную пластинку, например хромовой смесью, погрузив в раствор на несколько минут. Затем удалите остатки хромовой смеси в деионизованной воде и просушите стеклянную пластинку.

Сухую стеклянную пластину закрепите в держателе-клипсе и установите его на подъемное устройство - dipper. При этом плоскость поверхности стеклянной пластинки должна быть параллельна длинным сторонам барьеров.

С помощью **Manual Control Unit** опустите держатель со стеклянной пластинкой вниз так, чтобы край пластинки едва коснулся поверхности субфазы и сразу нажмите «**stop**».

В **Manual Control Unit** зафиксируйте эту позицию держателя, как нулевую. В дальнейшем не изменяйте значение нулевой позиции держателя, т.к. это приведет к искаженным вычислениям коэффициента переноса.

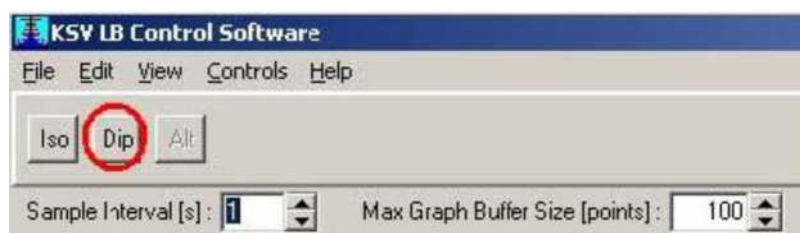
При помощи **Manual Control Unit** погрузите подложку в субфазу на глубину, например 10 мм. Эта часть подложки будет покрыта пленкой ЛБ



Очистите шприц, погрузив иглу в гексан или хлороформ и набрав и опустошив объем шприца 5-6 раз, или наденьте на микропипетку новый чистый наконечник. Встряхните емкость с раствором стеариновой кислоты. Наберите в шприц или микропипетку 25 μ l раствора HSt.

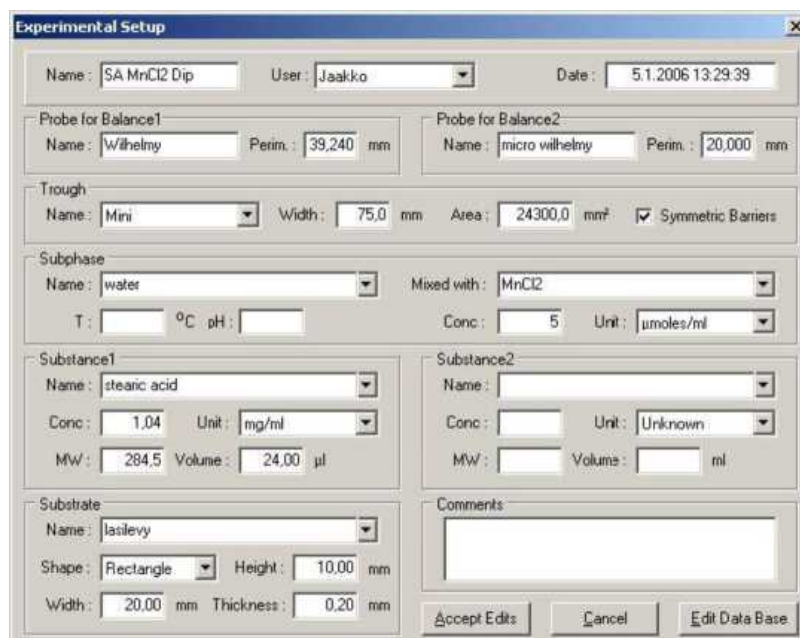
Перед нанесением раствора HSt на поверхность субфазы в **Manual Control Unit** установите нулевые значения показаний датчика поверхностного давления и положения барьеров. **Нулевое значение положения держателя подложки не изменять!**

Нанесите малыми каплями раствор HSt на всю поверхность субфазы. При этом значение поверхностного давления может кратковременно измениться на 0.5 мН/м. Дождитесь испарения растворителя (10 минут). Пока растворитель испаряется в окне **KSV LB Control Software** нажмите кнопку **DIP**.



Это позволит получить доступ к заполнению параметров переноса в **Experimental Setup**.

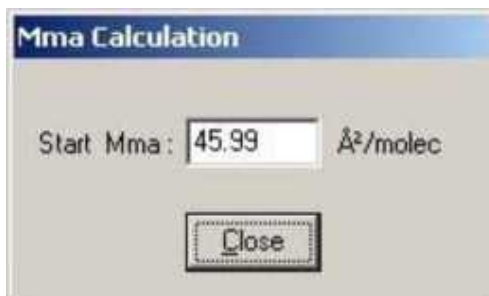
Заполните поля в форме **Experimental Setup**, приведенной ниже. Особо отмечены параметры, точность значений которых важны для получения корректных результатов измерений в процессе переноса:



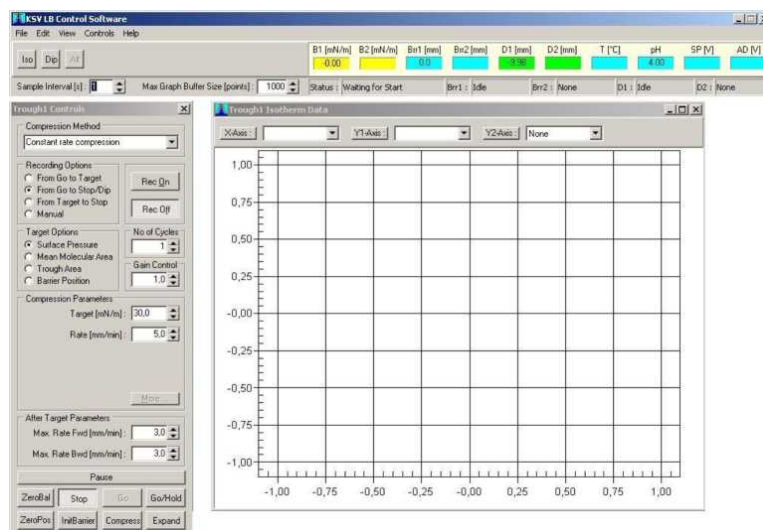
- Форма стеклянной пластинки (подложки)
- Точность определения ширины стеклянной пластины (подложки)
- Толщина стеклянной пластины (подложки)

- Глубина (высота), на которую стеклянная пластина (подложка) была погружена или будет погружена в ходе процесса переноса.

В разделе **Substancel** нажмите кнопку **Area**, чтобы увидеть начальное значение эффективной площади, приходящейся на молекулу в монослое HSt:



После заполнения требуемых полей в окне **Experimental Setup**, нажмите кнопку **Start**. Это не приведет к началу процесса переноса или процесса сжатия монослоя, но будут открыты окна **Trough Controls** и **Trough Isotherm Data**, как показано ниже



Установите параметры в окне **Trough Controls**, как показано на рисунке. В графе **Rate** установите скорость сжатия монослоя - 10 мм/мин.

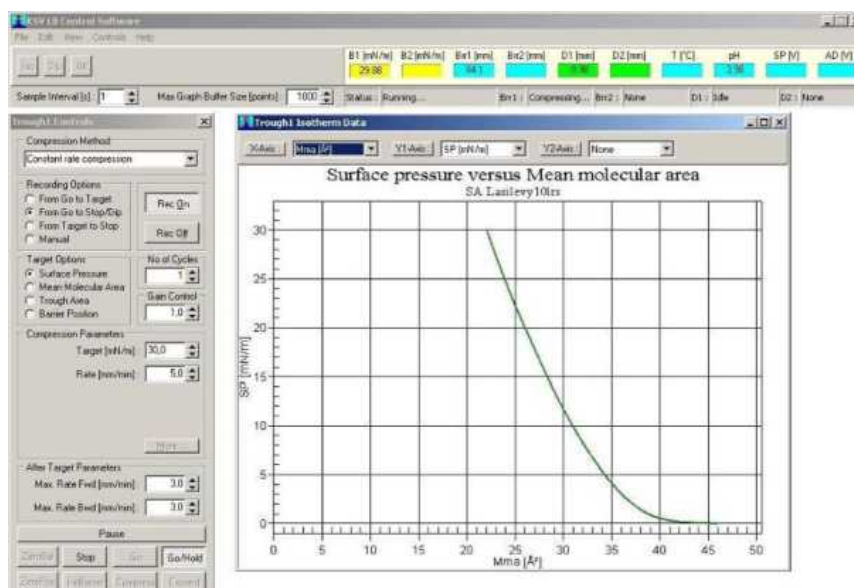
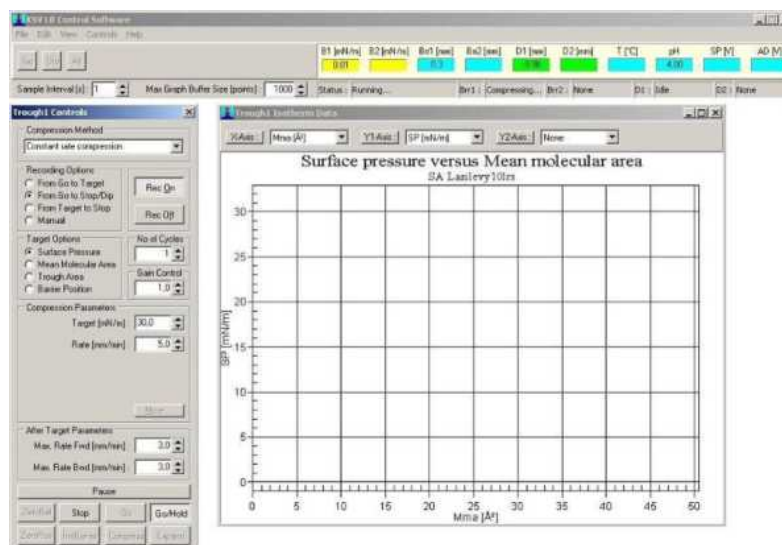
Примечание! Здесь значение поверхностного давления, при котором переносится монослой, уже определено - 30 мН/м.

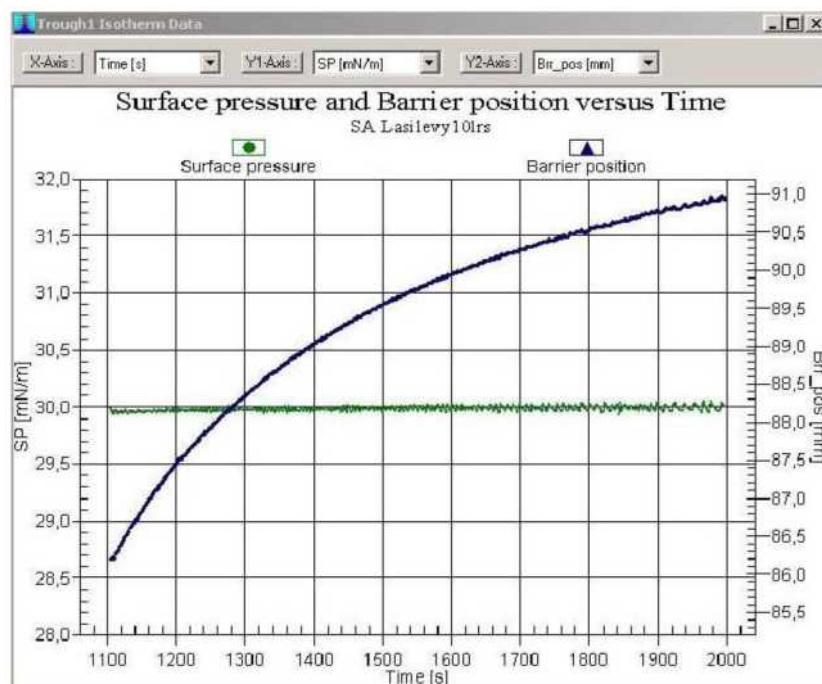
После испарения растворителя (10 мин) нажмите кнопку **GO/HOLD** в окне **Trough Controls**. После этого все кнопки в окне **Trough Controls** будут неактивны, за исключением кнопки **STOP** и начнется процесс сжатия монослоя. В окне **Trough Isotherm Data** будет отображаться график изотермы сжатия. Статус в окне **KSV LB Control Software** изменится с **Waiting for Start** на

Running... Параметры **Compression Parameters** в окне **Trough Controls** могут быть изменены в ходе процесса, внесенные изменения будут учтены немедленно.

Когда давление в монослой достигнет установленного значения, окно **Trough Controls** автоматически закроется и появится окно **Dipper Controls**. На представленном графике будут отображены зависимости поверхностного давления и положения барьера, как функции времени.

Необходимо дождаться когда монослой стабилизируется, т.е. выдержать монослой при давлении переноса в течении 10-20 минут. В течении этого времени нужно ввести значения параметров в окне **Dipper Controls**, как показано ниже.





The 'Dipper Controls' window is divided into several sections:

- Dipping Method:** Single
- Upper Limit Parameters:**
 - Upper limit [mm]: 2,0
 - Speed Up [mm/min]: 5,0
 - Wait when Up [s]: 1200
- Lower Limit Parameters:**
 - Lower limit [mm]: -10,0 (with a 'Set' button)
 - Speed Down [mm/min]: 5,0
 - Wait when Down [s]: 0,0
- General Parameters:**
 - Number of Layers: 9
 - Ignore First [mm]: 2,0
 - Averaging [mm]: 2,0
- Trough selection:** Rear, Center, Front
- Keep pressure control after dipping
- Buttons: In/Alt Head, Stop, Start
- Buttons: D1 Zero, D1 Up, D1 Stop, D1 Down
- Buttons: D2 Zero, D2 Up, D2 Stop, D2 Down

Установка параметров погружения (Lower Limit Parameters).

В случае использования гидрофильной подложки определенная ранее глубина погружения (высота подложки) устанавливается нажатием кнопки «set», расположенной рядом с полем значения «Lower Limit». Если используется гидрофобная подложка, то перед началом процесс переноса необходимо

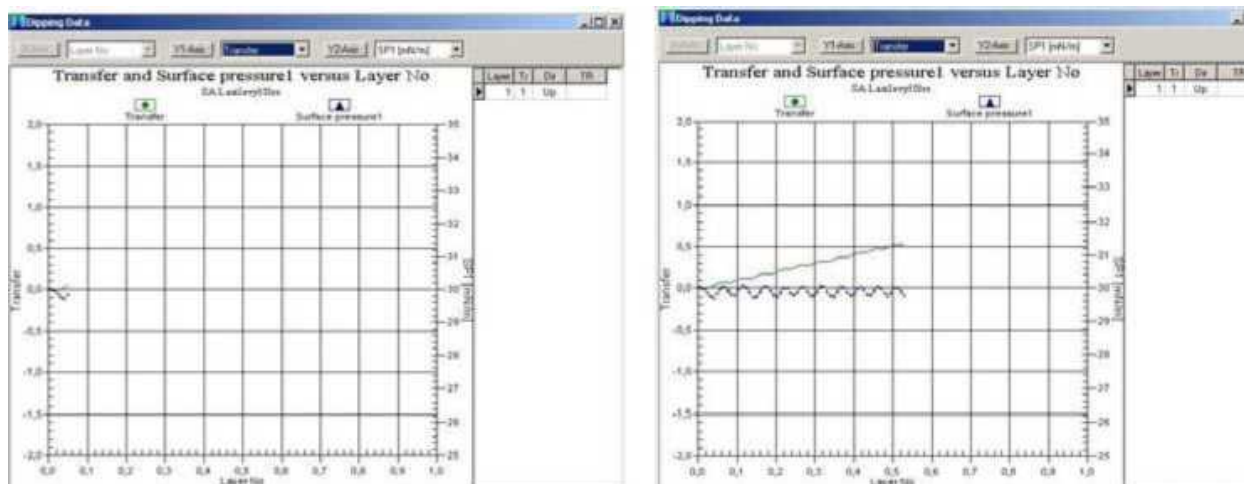
ввести глубину погружения подложки в миллиметрах. Установка параметров поднятия (Upper Limit Parameters).

В поле «**upper limit**» необходимо ввести значение 2 мм для того, чтобы при поднятии подложка оторвалась от границы раздела фаз субфаза-воздух на время сушки. Если подложка будет иметь контакт с границей раздела, то перенесенный монослой не высохнет полностью и это может привести к его сползанию с поверхности подложки при следующем цикле переноса.

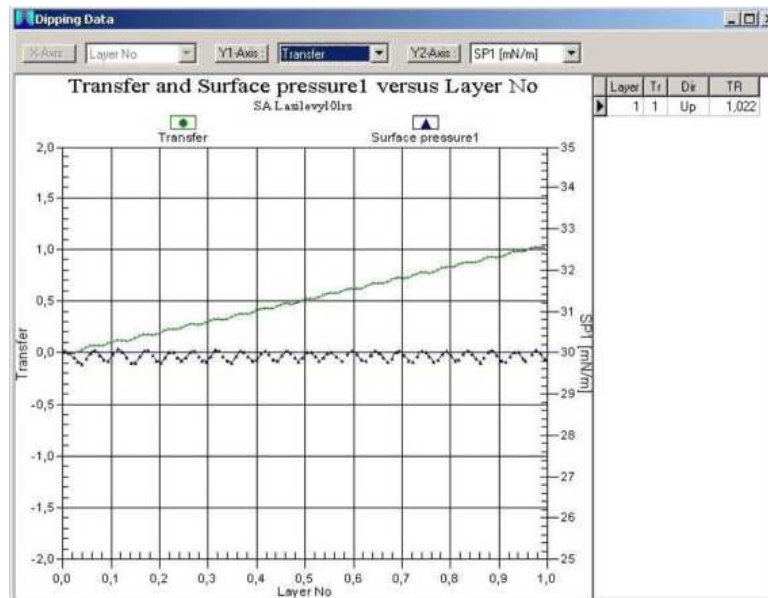
Обычно скорость движения подложки при переносе монослоя составляет 5-10 mm/min, что обеспечивает достаточное качество переноса.

После стабилизации монослоя в течении 10 минут нажмите кнопку **Start** в окне **Dipper Controls**.

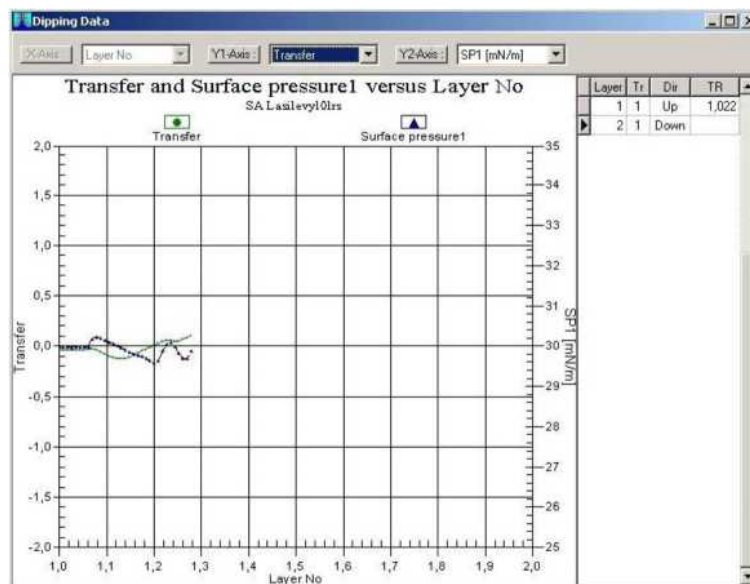
В процессе переноса стеклянная подложка будет подниматься из субфазы, а установленное значение поверхностного давления будет поддерживаться постоянным автоматически. В ходе процесса переноса изменение поверхностного давления и коэффициента переноса, как функции времени, отображается на графических зависимостях.



После осаждения первого монослоя на панели справа будет показан вычисленный коэффициент переноса, а стеклянная пластинка находится неподвижно в воздухе для сушки. Для удовлетворительной сушки перед следующим циклом переноса достаточно 15-20 минут.



Первый монослой перенесен.

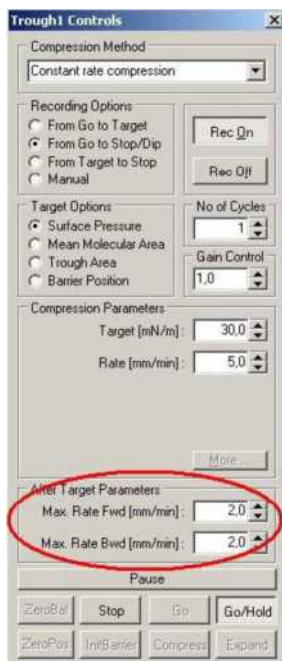


Перенос второго монослоя.

Если значение поверхностного давления в монослое вдруг уменьшилось, то это означает, что барьеры не могут поддерживать установленное для переноса значение давления. В этом случае требуется увеличить скорость барьеров, выбрав окно **Controls** → **Tough Controls**:

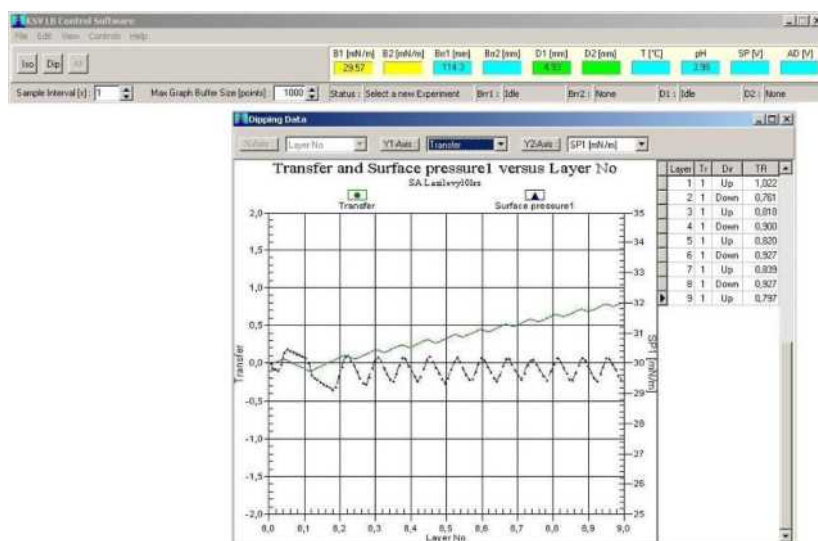


В окне **Trough Controls** в разделе **After Target Parameters** нужно изменить значения скорости движения барьеров после достижения величины давления переноса: **Max. Rate Fwd** и **Max. Rate Bwd**.



При необходимости параметры для следующих циклов переноса могут быть изменены в окне **Dipper Controls**.

После переноса всех слоев (в данном случае 9), указанных в окне **Dipper Controls**, процесс переноса автоматически остановится и появится **Main Menu**. В правой части окна **Dipping Data** отображен список, в котором указано значение коэффициента переноса для каждого осажденного монослоя.



Вы можете остановить процесс переноса в любой момент нажав кнопку **STOP**. При этом появится окно с вопросом подтверждения остановки измерений и сохранения данных.

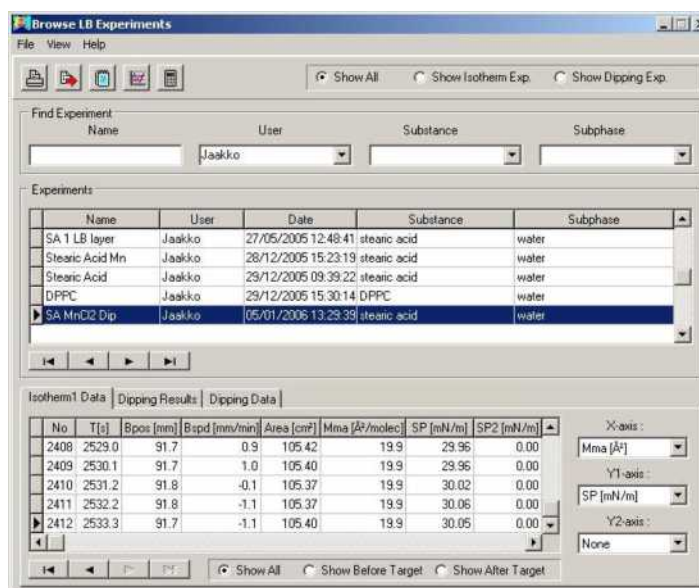
При нажатии кнопки **Yes** процесс будет остановлен, а данные сохранены.



Данные, собираемые в ходе эксперимента, сохраняются в базе данных и могут быть позже извлечены для анализа при помощи кнопки **Browse LB**



в окне **Experiment**, которое можно открыть нажав иконку **Main Menu**.



Данные по изотермам могут быть открыты, выбрав закладку **Isotherm Data**, в окне **Experiments** на выбранном эксперименте (подсвеченная строка) щелкните правой кнопкой мышки и в выпавшем меню выберите пункт **Graph**.

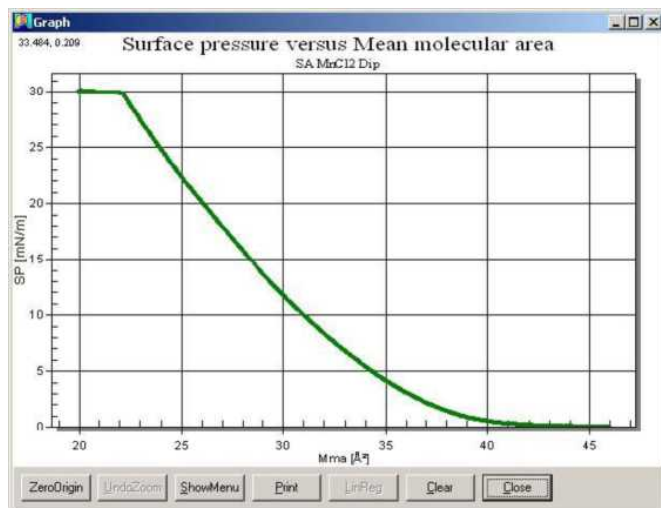
Данные по переносу могут быть открыты, выбрав закладку **Dipping data**, в окне **Experiments** на выбранном эксперименте (подсвеченная строка) щелкните правой кнопкой мышки и в выпавшем меню выберите пункт **Graph**.

Окно со значениями коэффициента переноса схоже с тем, которое было представлено выше. Величина коэффициента переноса равная 1 является опти-

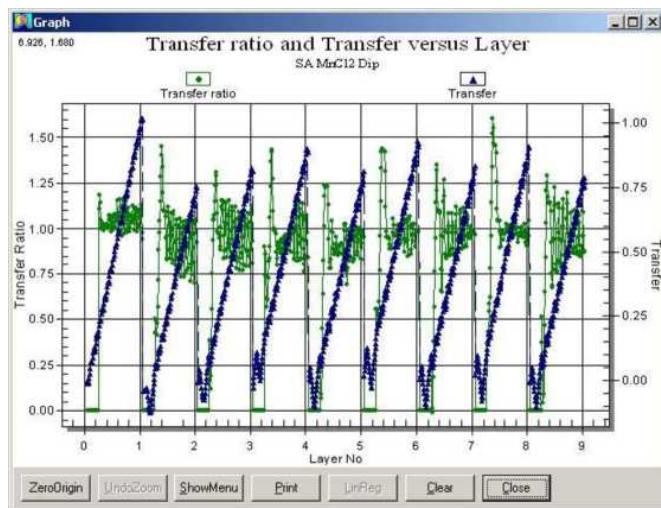
мальной. Значение коэффициента переноса меньше 1 говорит о том, что перенос прошел недостаточно полно, величина большая 1 говорит о нестабильности в пленке или о переносе многослойной пленки за один проход подложки.

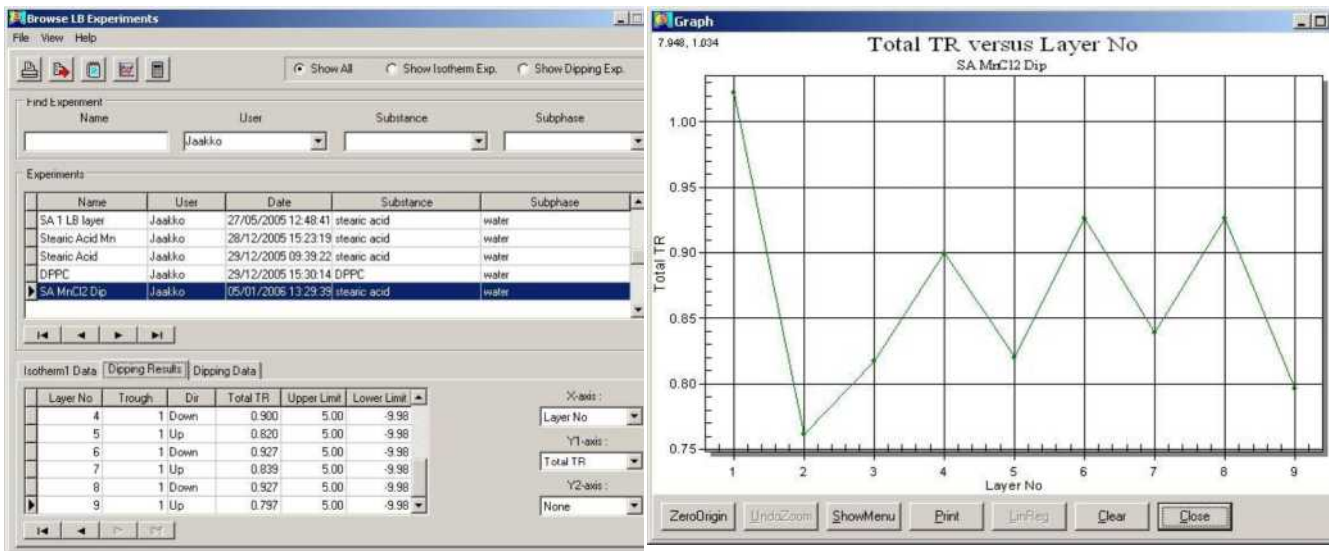
Данные по коэффициенту переноса для каждого слоя могут быть открыты, выбрав закладку **Dipping Results**, в окне **Experiments** на выбранном эксперименте (подсвеченная строка) щелкните правой кнопкой мышки и в выпавшем меню выберите пункт **Graph**.

Name	User	Date	Substance	Subphase
3-25-1	ja-penging	25.3.2004 11:04:48	sa4	water
Steatic Acid Dip	Tapani	20.1.2005 17:50:26	Steatic acid	Water + 5 x 10E-3 M MnCl2
Steatic Acid Dip	Tapani	20.1.2005 18:06:01	Steatic acid	Water + 5 x 10E-3 M MnCl2



Name	User	Date	Substance	Subphase
SA 1 LB layer	Jaakko	27/05/2005 12:48:41	steatic acid	water
Steatic Acid Mn	Jaakko	28/12/2005 15:23:19	steatic acid	water
Steatic Acid	Jaakko	29/12/2005 09:39:22	steatic acid	water
DPPC	Jaakko	29/12/2005 15:30:14	DPPC	water
SA MnCl2 Dip	Jaakko	05/01/2006 13:29:39	steatic acid	water





После проведения эксперимента очистите поверхность субфазы и удалите воду из ванны при помощи устройства очистки. Снимите пластинку Вильгельми и очистите ее дистиллированной водой и чистым этанолом и поместите на хранение в емкость с водорастворимым органическим растворителем. После удаления субфазы из ванны, снимите барьеры и очистите ванну и барьеры согласно инструкции.

Перед проведением нового эксперимента повторите все этапы подготовки и очистки.

После проведения измерений возможно использование других функций обработки даны, выбрав иконку  **Browse LB Experiments**.

После проведения экспериментов и расчетов закройте программное обеспечение и выключите компьютер. Очистите пластинку Вильгельми, ванну и барьеры и храните их в помещении свободном от пыли.

Контрольные вопросы

1. Уникальность метода Ленгмюра-Блоджетт
2. Коэффициент переноса
3. Методики осаждения пленок с разными типами подложек

Литература

1. Блинов Л.М. / Лэнгмюровские пленки // УФН. 1988. Т.155. В. 1. С. 443 – 480.

2. Суходолов Н. Г., Иванов Н. С., Подольская Е. П. / Новые материалы, полученные методом Ленгмюра-Блоджетт, и их применение в нанотехнологии и приборостроении (Ч. 1. Гибридные материалы) Научное приборостроение, 2013, том 23, № 1, с. 86–105.
3. Иванова В.Н., Кудрявцев В.В., Масляницын И.А., Чудинова Г.К., Шигорин В.Д. Генерация второй гармоники в полимерной пленке Ленгмюра-Блоджетт. «Квантовая электроника», 25, № 9, 1998, с. 814-816
4. Ященко А.М., Горин Д.А., Панкин К.Е., Невешкин А.А., Гецьман М. А., Климов Б.Н., Штыков С.Н. Электрофизические свойства МДП-структур, содержащих наноразмерные пленки Ленгмюра-Блоджетт на основе β -циклодекстрина. Журнал технической физики, 2006, том 76, вып.4, с. 105-108
5. Зайцева А.В., Зайцев В.Б., Левшин Н.Л., Форш П.А., Хлыбов С.В., Юдин С.Г. Структура и электрофизические свойства пленок жидких // Физика твердого тела, 2014, том 56, вып. 2. С. 371 – 374.
6. Кагановский Ю.С., Птицын Ю.В., Семиноженко В.П., Ткачев В.А., Толмачев А.В. / Пленки Ленгмюра-Блоджетт фуллерена C_{60} // Письма в ЖЭТФ. Т. 60. В. 5. С. 361 – 365.
7. М.В. Ковальчук, В.В. Ключковская, Л.А. Фейгин Молекулярный конструктор Ленгмюра-Блоджетт. Природа, 2003
8. Блинов Л.М. Физические свойства и применение ленгмюровских моно- и мультимолекулярных структур. Успехи химии, Т. 52, Вып. 8, 1989
9. Блинов Л.М. Ленгмюровские пленки. Успехи физических наук, Т. 155, Вып. 3, с.433- 480, 1988
10. Чечель О.В., Николаев В.Н. Использование пленок Ленгмюра-Блоджетт в качестве регистрирующих слоев оптических носителей информации. Успехи химии, 1990
11. Сумм Б.Д., Основы коллоидной химии: учеб, пособие для студ. высш.учеб, заведений / Б.Д. Сумм. – 3-е изд., стер.– М.: Издательский центр «Академия», 2009.– 240 с.

Лабораторная работа 4: Полуконтактный метод работы в сканирующем зондовом микроскопе SmartSPM-1000

Цель работы: получение навыков работы на сканирующем зондовом микроскопе контактным методом, получение представлений о его устройстве и принципах работы.

Принадлежности: СЗМ SmartSPM-1000, бесконтактный кантилевер, тестовая дифракционная решетка.

Теоретические сведения

«Полуконтактный» режим колебаний кантилевера АСМ

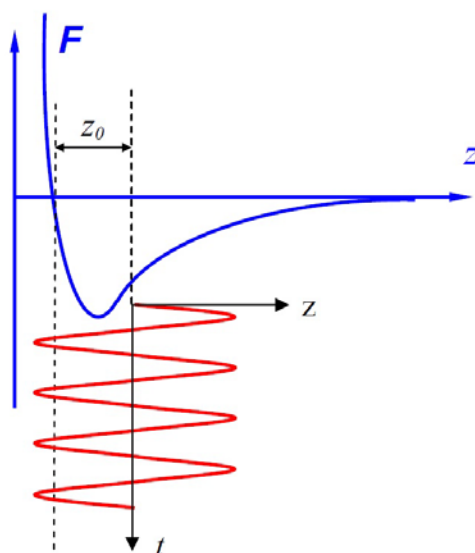


Рис. 1 – Выбор рабочей точки при «полуконтактном» режиме колебаний кантилевера.

Регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый «полуконтактный» режим колебаний кантилевера (иногда его называют прерывисто-контактный, а в иностранной литературе – «intermittent contact» или «tapping mode» режимы). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100

нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния (рис. 1)).

При сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в "полуконтактном" режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности. Если обозначить через z_0 расстояние между положением равновесия колеблющегося кантилевера и поверхностью, а через $F(z(t))$ PS – комбинированную силу, то уравнение движения кантилевера можно записать в следующем виде:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 (z(t) - z_0 - u_0 \cos(\omega t)) = \frac{\omega_0^2}{k} F_{PS}(z(t)),$$

где координата z отсчитывается от поверхности. Заметим, что «полуконтактный» режим реализуется только тогда, когда расстояние z_0 меньше амплитуды колебаний кантилевера:

$$Z_0 < Qu_0$$

Теория «полуконтактного» режима значительно сложнее теории бесконтактного режима, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Сила $F(z(t))$ PS теперь не может быть разложена в ряд по малым z . Однако характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима - амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

Сдвиг по фазе между колебаниями возбуждающего пьезоэлектрического вибратора и установившимися колебаниями кантилевера можно оценить, если

рассмотреть процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Энергия, поступающая в систему от пьезовибратора за период колебаний:

$$E_{EX} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} k u_0 \cos(\omega t) \cdot \frac{dz}{dt} dt.$$

Она расходуется на восполнение потерь при взаимодействии кантилевера с атмосферой и образцом. Энергию E_{PA} , рассеиваемую в атмосферу за период, можно вычислить следующим образом:

$$E_{PA} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} \frac{m\omega_0}{Q} \left(\frac{dz}{dt} \right)^2 dt.$$

Энергия E_{PS} , идущая на восполнение потерь при диссипативном взаимодействии зонда с образцом, равна:

$$E_{PS} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} F_{PS}(z) \frac{dz}{dt} dt.$$

Из условия баланса следует:

$$E_{EX} = E_{PA} + E_{PS}.$$

Предполагая, что установившиеся колебания кантилевера имеют вид $z = A \cdot \cos(\omega t + \varphi)$, получаем:

$$E_{PS} = \frac{\pi k u_0 A}{Q} \sin(\varphi) - \frac{\pi k \omega A^2}{\omega_0 Q}.$$

Отсюда для фазового сдвига получается следующее выражение:

$$\sin \varphi = \frac{\omega A}{\omega_0 u_0} + \frac{Q E_{PS}}{\pi k u_0 A}.$$

Таким образом, фазовый сдвиг колебаний кантилевера в «полуконтактном» режиме определяется энергией диссипативного взаимодействия зонда с поверхностью образца.

Формирование АСМ изображения поверхности в режиме колебаний кантилевера происходит следующим образом. С помощью пьезовибратора

возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω (близкой к резонансной частоте кантилевера) с амплитудой A_ω . При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне A_0 , задаваемом оператором ($A_0 < A_\omega$). Напряжение в петле обратной связи (на z -электроде сканера) записывается в память компьютера в качестве АСМ изображения рельефа поверхности. Одновременно при сканировании образца в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывается в виде распределения фазового контраста. На рис. 2, в качестве примера, приведены АСМ изображения участка пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" режиме (амплитудный и фазовый контраст)

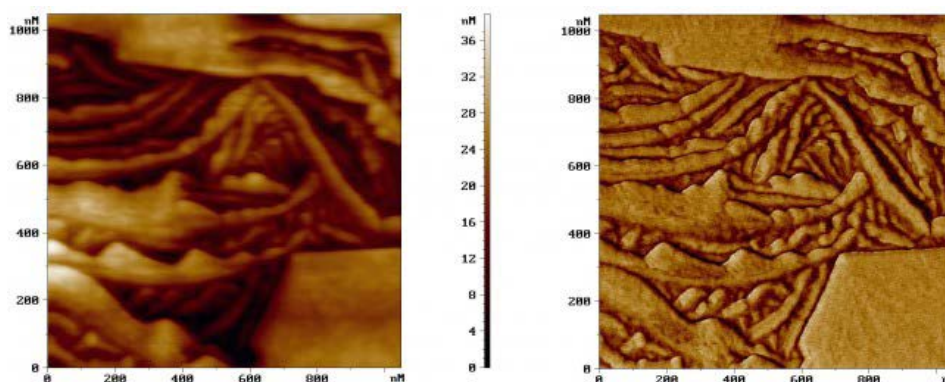


Рис. 2 – АСМ изображения участка поверхности пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" ("tapping mode") режиме.

(а) - рельеф поверхности, полученный в режиме постоянной амплитуды

(б) - соответствующее распределение фазового контраста

Краткое описание системы

Сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ) SmartSPM-1000 представляет собой современный многофункциональный измерительный комплекс, предназначенный для проведения исследований поверхности различных объектов с нанометровым пространственным разрешением. Конструкция СЗМ SmartSPM-1000 обеспечивает возможность проведения измерений в воздушной среде, в контролируемой атмосфере и в жидкости. Программное обеспечение СЗМ SmartSPM-1000 реализует все основные методики атомно-силовой

микроскопии (АСМ), сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), а также широкий спектр дополнительных и специальных методик. Высокий уровень автоматизации измерений и простота управления микроскопом повышают производительность системы и позволяют быстро и просто получать качественные результаты.

Конструкция и основные части SmartSPM

Прибор состоит из основания и зафиксированной на нем измерительной головки (Рис.3, а). На измерительной головке расположены держатель зонда с зондом, лазер и фотодиод. В основании прибора расположены сканер с держателем образца, система подвода образца к зонду и система позиционирования образца. Управление прибором осуществляется с помощью цифрового контроллера (Рис. 3, б).



а



б

Рис. 3 – Основные части прибора (а),
контроллер зондового микроскопа (б).

В микроскопе SmartSPM сканирование осуществляется образцом, в то время как зонд остается неподвижным. Зонд представляет собой острую иглу, расположенную на конце гибкой консоли (кантилевера), закрепленной на основании (Рис. 4, а). Типичный радиус кривизны кремниевых игл составляет порядка нескольких нанометров (Рис. 4, б).

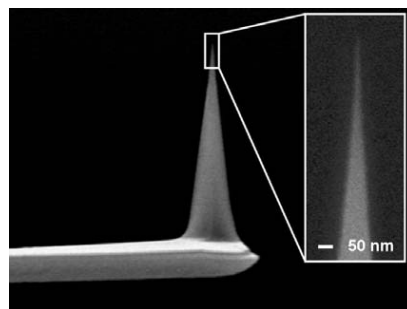
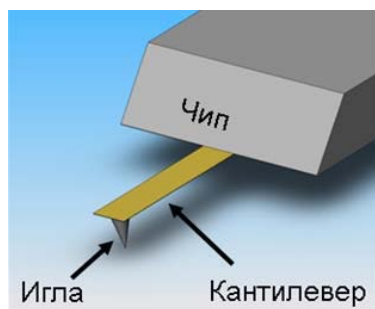


Рис. 4 – Зонд атомно-силового микроскопа (а), изображение зонда, полученное на сканирующем электронном микроскопе (б).

Зонд является сменным элементом, и фиксируется в держателе зонда пружинным зажимом (Рис. 5). Для удобства замены зонда держатель зонда выполнен легкоъемным.



Рис. 5 – Держатель зонда с зондом.

Лазер и фотодиод представляют собой оптическую систему регистрации отклонения кантилевера, которое возникает при сканировании поверхности. В настроенной системе луч лазера, отражаясь от кантилевера, попадает на фотодиод. Настройка системы регистрации производится автоматически, с помощью перемещения держателя зонда и фотодиода шаговыми электродвигателями.

Сканер предназначен для перемещения образца относительно зонда. Перемещение образца осуществляется за счет изменения линейных размеров

пьезопакетов при подаче на них напряжения. Для точного контроля перемещения используются емкостные датчики, которые связаны со сканером цепью обратной связи.

Образец фиксируется на держателе образца клеем или двусторонним скотчем. В свою очередь держатель с образцом механически фиксируется на сканере. Микроскоп рассчитан на работу с образцами, размер которых не превышает 40x50x15 мм.

Для подвода образца к зонду предусмотрена моторизованная система подвода. Моторизованная система подвода обеспечивает вертикальное перемещение образца на расстояние 20 мм.

Система позиционирования предназначена для позиционирования образца относительно зонда, для приблизительного выбора места сканирования. Она обеспечивает перемещение образца на 5x5 мм в плоскости XY. Перемещение осуществляется шаговыми электродвигателями. Управление перемещением осуществляется из программы управления микроскопом.

Программа управления зондовым микроскопом

Общий вид программы управления сканирующим зондовым микроскопом представлен на рисунке 6.

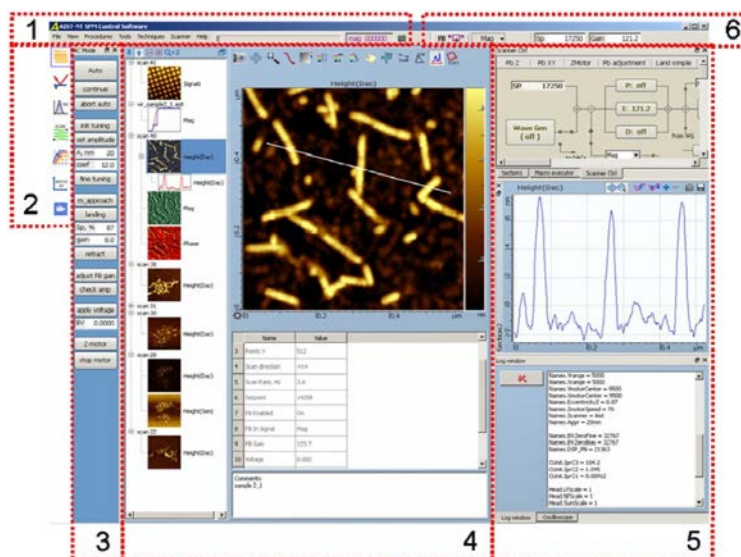


Рис. 6 – Внешний вид программы управления СЗМ

Цифрами на рисунке обозначены следующие элементы программы:

1. Главное меню программы;

2. Список иконок для переключения между основными окнами;
3. Контрольная панель настройки прибора;
4. Основное окно. Основные окна соответствуют этапам работы с прибором.

В программе имеются следующие основные окна:

- **Dataview**– работа с данными;
- **LaserAdjustment**– настройка регистрирующей системы;
- **Resonance**– настройка резонанса;
- **Scan**– сканирование;
- **Curvesview**– получение кривых;
- **XYZ motors**– позиционирование образца;
- **Videowindow**– окно видеомикроскопа.

5. Дополнительные окна.

6. Панели инструментов.

Подробное описание функциональности элементов программы Вы можете найти в соответствующих разделах “Руководства по программному обеспечению”.

Установка образца

В сканирующей зондовой микроскопии образец чаще всего представляет собой кусочек материала, поверхность которого необходимо исследовать. Зондовый микроскоп SmartSPM может работать с образцами, горизонтальные размеры которых не превышают 40x50 мм и высота не превышает 15 мм.

Чтобы установить образец в микроскоп, его необходимо предварительно закрепить на держателе образца. В комплекте прибора имеется несколько типов держателей (Рис. 7): держатели с поликоровой подложкой (1), металлические держатели диаметром 4 мм (2), держатель с контактом (3), магнитный держатель с набором металлических дисков (4 и 5). Прорезь в дне чашки держателя предназначена для крепления держателя на сканере.



Рис. – 7 Держатели образца: 1 – базовый держатель, 2– магнитный держатель.

Для обычных исследований используйте держатель с поликоровой подложкой (1), либо магнитный держатель (4,5). Держатель с контактом предназначен для заземления образца или для подачи напряжения на образец при работе электрическими методами (Кельвин мода, микроскопия токов растекания, СТМ).

Для крепления образцов используйте двустороннюю липкую ленту, либо цианакрилатовый «Суперклей». Следует учитывать, что при креплении на двустороннюю липкую ленту может наблюдаться дрейф образца. Поэтому для минимизации дрейфов предпочтительнее использовать клей. Для того чтобы снять образец с держателя, используйте лезвие.

Наилучшие скоростные характеристики достигаются при минимальной массе образца, поэтому для быстрого сканирования следует использовать маленькие образцы и маленький держатель (2). Образцы к такому держателю приклеивайте цианакрилатовым «Суперклеем». Предварительно выдавите каплю «Суперклея» на какую-нибудь поверхность. Затем, взяв клей из этой капли тонкой иглой или проволокой, нанесите клей в 2-3 точках на верхнюю поверхность стенки держателя. Положите образец на 15 держатель и прижмите его. Прежде чем устанавливать образец на микроскоп дождитесь высыхания клея.

Держатели с образцами крепятся на микроскопе следующим способом: в центре верхней площадки сканера расположен зажим образца - стержень со шляпкой (Рис. 8). Стержень подпружинен таким образом, что шляпка прижата к поверхности сканера. Для установки образца стержень приподнимается, и

держатель через прорезь заводится под шляпку. В установленном положении держатель прижимается к сканеру шляпкой стержня (Рис. 8).



Рис. 8 – Зажим образца.



Рис. 9 – Установка образца.

Для установки образца сделайте следующее:

- Из крайнего нижнего положения переместите вверх сканер вверх на несколько (5- 10) мм. Для этого используйте кнопку **move**, и поле **dist**, расположенные на панели **ZmotorCtrl**. Панель **ZmotorCtrl** открывается кнопкой **Z motor**, расположенной в нижней части контрольной панели **AC mode** или **Contactmode**. Величина перемещения сканера задается в поле **dist** и измеряется в миллиметрах. Положительным значениям соответствует перемещение вверх, отрицательным – вниз.

Установка зонда

Для установки или замены зонда сделайте следующие операции:

- Отведите образец от зонда на 2 мм кнопкой **Newtip**, расположенной на контрольной панели.
- Отсоедините электрический разъем держателя зонда от измерительной головки.
- Потяните фиксирующий зажим держателя, поверните его по часовой стрелке до упора и извлеките держатель из каретки (Рис. 8, 9).



Рис. 10 – Держатель зонда, зафиксированный зажимом.



Рис. 11 – Держатель зонда в незафиксированном положении.

- Положите держатель в перевернутом положении на стол.
- Пинцетом возьмите зонд из коробки с зондами. Зонды в коробке закреплены на липкий гель. Зонды лежат иглой вверх и отражающей поверхностью вниз. Однобалочные чипы ориентированы в коробке так, что кантилевер направлен в сторону петель коробки.
- Откройте зажим держателя зонда, нажав на белую клавишу (Рис. 12).
- Пинцетом поместите зонд под зажим так, как показано на рисунке 13.

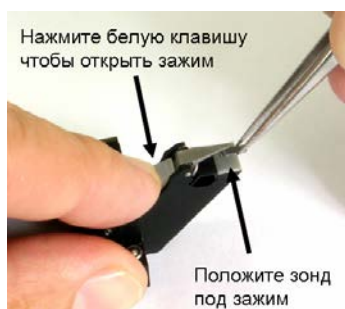


Рис. 12 – Установка зонда в держатель.

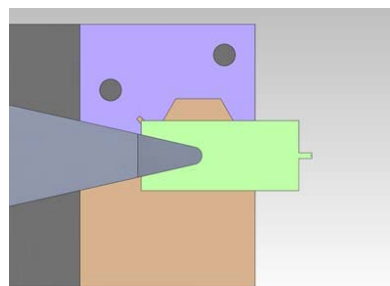


Рис. 13 – Расположение зонда в держателе.

- Установите держатель зонда в измерительную головку, зафиксируйте его зажимом и подсоедините электрический разъем, так, чтобы красная полоска на разъеме оказалась напротив красной полоски на гнезде разъема.

Базовая процедура настройки положения кантилевера

Базовая процедура предназначена для настройки на однобалочный зонд с прямоугольным кантилевером.

Для настройки положения кантилевера сделайте следующее:

- Установите каретку держателя зонда в начальное положение, нажав кнопку **Init position**. (Начальным положением является центральное положение каретки.)
- Запустите поиск кантилевера кнопкой **find tip**.

По умолчанию поиск осуществляется по следующему алгоритму: каретка начинает движение из текущего положения и движется по расширяющейся траектории до тех пор, пока лазерный луч не попадет на кантилевер (рис. 14). После этого лазерный луч проходит поперек и вдоль кантилевера для определения его длины и ширины. В итоге каретка с зондом устанавливается так, чтобы лазерный луч попадал в заданное положение на кантилевере.

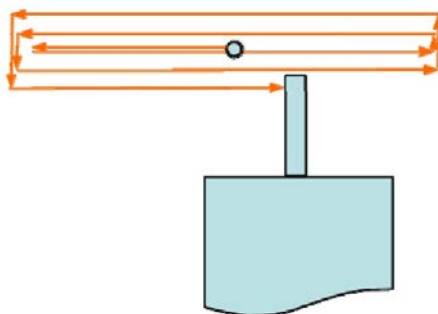


Рис. – 14 Траектория движения каретки держателя зонда при поиске кантилевера.

Процесс поиска кантилевера отображается в окне **Laser Adjustment**. В левом поле **full area** строится полная траектория поиска, в правом поле **zoomed area** отображается выделенная на левом поле область. После выполнения настройки на прямоугольный кантилевер изображение выглядит примерно так, как показано на рисунке 15. Линии отображают траекторию движения каретки во время поиска. Яркость линии зависит от интенсивности отраженного лазерного луча: неяркие голубые линии соответствуют фоновому уровню (лазерный луч не попадает на кантилевер), яркие белые линии соответствуют кантилеверу (лазерный луч попадает на кантилевер). При настройке на прямоугольный кантилевер получается крест из белых линий: вертикальная линия соответствует длине, горизонтальная линия - ширине кантилевера. Свободный

конец кантилевера с иглой расположен сверху. Красный крестик показывает положение лазерного луча на кантилевере.

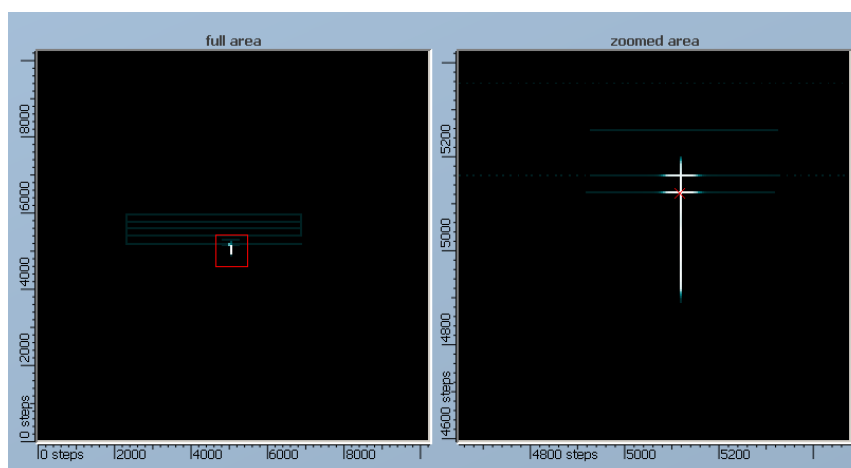


Рис. – 15 Изображение прямоугольного кантилевера в окне **Laser Adjustment**, полученное после выполнения процедуры поиска зонда командой **find tip**.

Настройка на резонансную частоту и установка амплитуды

После настройки системы регистрации необходимо найти резонансную частоту кантилевера и установить определенную амплитуду колебаний на этой частоте. Раскачка кантилевера осуществляется механически, с помощью пьезоэлемента, расположенного в держателе зонда. Напряжение на пьезоэлемент подается от встроенного в контроллер генератора.

Для настройки на резонансную частоту перейдете в окно **Resonance**.

Установите значения границ диапазона сканирования по частоте **low** и **high** таким образом, чтобы предполагаемая резонансная частота кантилевера попадала в этот диапазон (область 1 на рисунке 14). Примерная резонансная частота кантилевера указана на этикетке коробочки с зондами.

Автоматическая настройка на резонансную частоту

Для поиска резонанса и установки рабочей частоты нажмите кнопку **Init tuning** на контрольной панели **AC mode** (2 на рисунке 14). Появится сообщение «**Setup resonance**».

Будут произведены следующие действия:

1. Программа просканирует по частоте в диапазоне **low** и **high** и выведет АЧХ в верхнее поле окна **Resonance**. В качестве резонансного пика автоматически выбирается максимальный из пиков, присутствующих в данном диапазоне частот.
2. После этого будет произведено более детальное сканирование вблизи резонансного пика в интервале заданном в поле **dF**. Результат выводится в нижнее поле.
3. Изменяя мощность возбуждающего колебания кантилевера генератора, программа установит сигнал амплитуды **Mag** равным 25000 единиц АЦП.
4. По окончании настройки появится сообщение «**Resonance setup completed**».

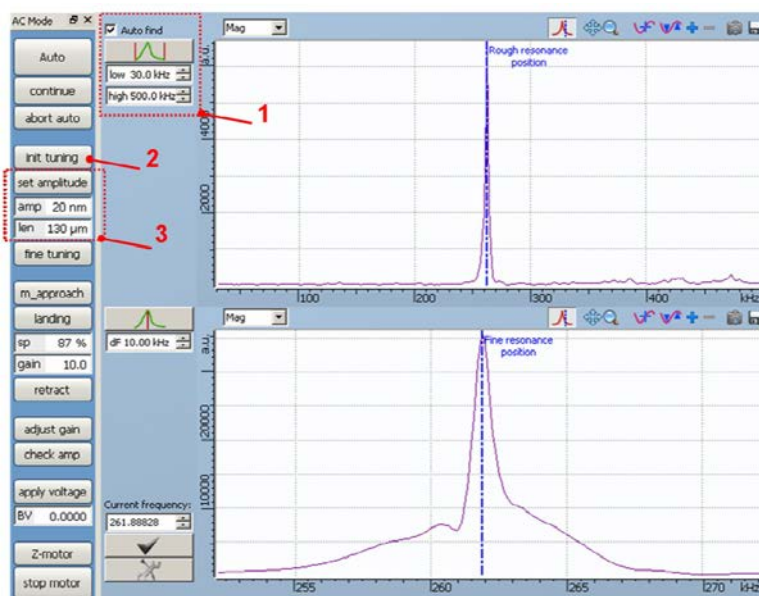


Рис. 16 – Окно **Resonance** с резонансной кривой зонда. Слева от окна открыта контрольная панель **AC mode**. Цифрами выделены: 1 - поля **low** и **high**, 2 – кнопка **init tuning**, 3 – кнопка **set amplitude** и поля **amp** и **len**.

Если резонанс не найден или уровень сигнала **Mag** не может быть установлен равным 25000, то появится сообщение «**Failed to set resonance or amplitude**».

Примечание. После выполнения процедуры **Init tuning** амплитуда колебаний кантилевера остается незаданной, так как эта процедура использует фиксированное усиление синхронного детектора (**Lock-in input = Nfx10**,

Lock-in gain = 10) и устанавливает уровень сигнала **Mag** независимо от параметров кантилевера.

Установка амплитуды колебаний кантилевера

После того, как была установлена рабочая частота, необходимо установить начальную амплитуду колебаний кантилевера (амплитуду колебаний вдали от поверхности образца). Выбор значения амплитуды определяется типом кантилевера и методом работы: для полуконтактного метода следует устанавливать 50-200 нм, для бесконтактного метода – 5-20 нм.

Для установки амплитуды сделайте следующее:

1. Введите длину кантилевера в поле ввода **len** на контрольной панели **AC mode**. Длина кантилевера указана на этикетке коробочки с зондами.
2. Введите амплитуду в поле ввода **amp** и нажмите кнопку **set amplitude**.

Выбор рабочей частоты вручную

При необходимости установить рабочую частоту вручную (например, в случае если резонансных пиков несколько) используйте элементы управления, расположенные в окне **Resonance**.

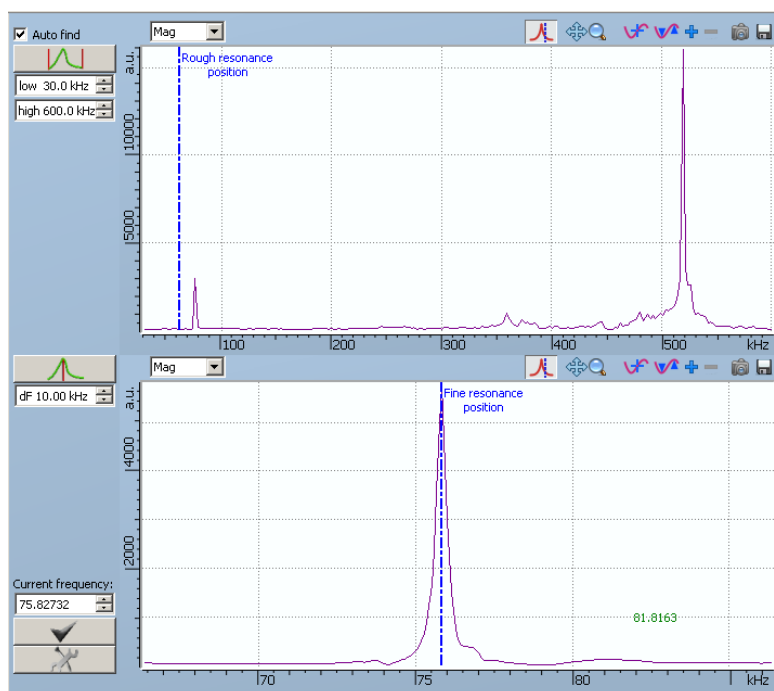

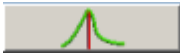



Рис. – 17 Резонансная кривая с двумя пиками.

Проделайте следующее:

просканируйте по частоте, нажав кнопку . В верхнем поле появится АЧХ кантилевера (Рис. 17). Вертикальный синий маркер означает приблизительное положение резонанса. При наличии нескольких пиков программа автоматически выбирает максимальный по амплитуде пик.

Примерно установите маркер на желаемый пик, затем нажмите кнопку , которая запускает сканирование в окрестностях частоты, заданной маркером. После сканирования в нижнем поле появится изображение выбранного резонансного пика, и программа установит маркер на точное положение вершины пика.

Для корректировки частоты изменяйте положение маркера. Установите выбранную частоту кнопкой . Выбранная частота отображается в поле **Current Frequency**, расположенном над этой кнопкой.

Подвод образца к зонду

После настройки на резонансную частоту и установки амплитуды колебаний кантилевера необходимо сблизить зонд и образец так, чтобы кончик иглы находился в непосредственной близости от поверхности образца. В СЗМ SmartSPM измерительная головка зафиксирована неподвижно, и изменение зазора между зондом и образцом осуществляется перемещением образца.

Подвод образца к зонду разделен на три этапа:

1. Предварительный подвод с визуальным контролем расстояния до зазора 1-2 мм.
2. Подвод с автоматическим контролем расстояния до зазора 1 микрометр.
3. Посадка на поверхность.

Предварительный подвод образца

Подведите образец к зонду на расстояние 1-2 мм. Для этого используйте поле ввода **dist** и кнопку **move**, расположенные на панели **Z motorCtrl**. Расстояние между зондом и образцом контролируйте визуально, глядя на микроскоп сбоку.

После этого, при необходимости проводить измерения в определенном месте образца приблизительно спозиционируйте образец относительно зонда.

Подвод с автоматическим контролем расстояния

Процедура автоматического подвода устроена следующим образом:

После старта подвода сканер максимально выдвигается вверх, в сторону зонда. Если в верхнем положении сканера образец не достает до зонда, то сканер устанавливается в среднее положение и начинается движение вверх мотором. Во время движения измеряются сигналы амплитуды, фазы, нормального отклонения зонда и интенсивности отраженного лазерного луча. В момент касания поверхности происходит резкое изменение одного из этих сигналов, мотор останавливается и сканер отодвигает образец от зонда на 1 микрон.

Для запуска автоматического подвода нажмите кнопку **m_approach** на контрольной панели **AC mode**. Программа перейдет в окно **Curves View**, в котором во время подвода отображается зависимость амплитуды колебаний кантилевера (сигнал **Mag**) от вертикального положения сканера. Положение сканера измеряется в миллиметрах, начало отсчета – нижнее положение. После того как подвод завершен, появится сообщение «**motor approach completed, surface was found**».

После окончания посадки в окне **Curves View** отображается т.н. «кривая подвода» -зависимость $Mag(Z)$ (Рис. 18) и в информационном окне появляется сообщение «**landing completed**».

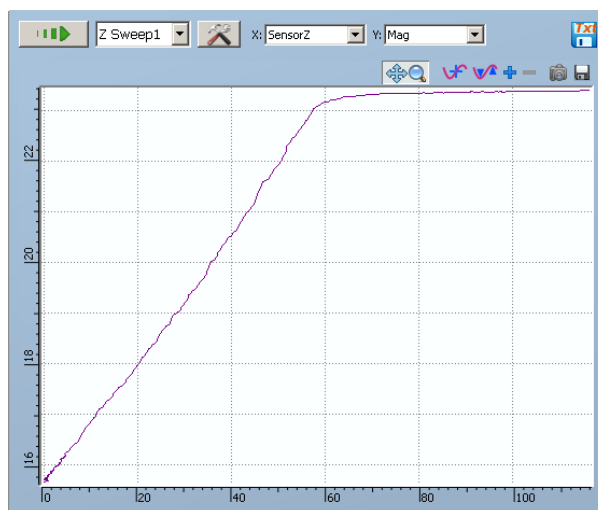


Рис. – 18 Зависимость амплитуды от расстояния во время посадки.

Настройка прибора для работы контактным методом

Для работы контактным методом в меню **Tools** выберите **Contactmode**. После выбора моды откроется контрольная панель контактного метода. Процедура ручной настройки прибора для работы контактным методом аналогична процедуре настройки для работы полуконтактным методом за исключением операций по настройке на резонансную частоту и установки начальной амплитуды.

Автоматическая настройка прибора

В программе предусмотрена возможность автоматической настройки прибора. Автоматическая настройка прибора позволяет сэкономить время при проведении рутинных операций.

При автоматической настройке последовательно выполняются операции, которые используются при ручной настройке прибора. В процессе настройки программа сама переключается между окнами и выводит различные сообщения во всплывающее информационное окно.

Автоматическая настройка начинается с анализа текущего состояния прибора. Программа проверяет, какие из параметров системы уже настроены и начинает выполнение настройки прибора с необходимого шага. При первом запуске прибора, а также после замены зонда выполнение настройки произво-

дится с первого шага. Процедура автоматической настройки прибора запускается кнопкой **Auto** на контрольной панели **AC mode** или **Contactmode**, соответственно.

Автоматическая настройка для работы полуконтактным или бесконтактным методом

При автоматической настройке для работы полуконтактным или бесконтактным методом последовательно выполняются следующие операции:

1. Настройка положения кантилевера **Find tip** или **look around**
2. Настройка положения фотодиода **Adjust diode**
3. Настройка на резонансную частоту **Init tuning**
4. Установка амплитуды **Set amplitude**
5. Пауза
6. Автоматический подвод **m_approach**
7. Подстройка рабочей частоты и фазы **Fine tuning**
8. Установка амплитуды **Set amplitude**
9. Посадка на поверхность **Landing**
10. Подбор коэффициента усиления обратной связи **Adjust gain**

Прежде чем запускать режим автоматической настройки следует установить начальную амплитуду колебаний кантилевера. Введите значение амплитуды в нанометрах в поле ввода, расположенное под кнопкой **Set amplitude** на контрольной панели. Для работы бесконтактным методом установите амплитуду в диапазоне 5-20 нм, для работы полуконтактным методом – установите амплитуду 50-200 нм (по умолчанию значение амплитуды установлено равным 20 нм).

После ввода значения амплитуды запустите режим автоматической настройки кнопкой **Auto**, расположенной сверху на контрольной панели.

Сканирование

Для проведения сканирования перейдите в окно **Scan**.

По умолчанию в окне сканирования установлены следующие настройки:


режим сканирования: **QScan** (сканирование с обратной связью по осям XY).

Поле сканирования: 10 микрон. Поле расположено в центре полного поля сканирования.

Скорость: 1 Гц (одна строка в секунду).

Количество точек: 256x256.

Измеряемые сигналы: Height(Sen), Mag, Phase.

Проверив, и при необходимости изменив настройки сканирования, запустите сканирование кнопкой .

Описание элементов управления, расположенных в окне **Scan**.

Во время сканирования профили текущей строки для двух выбранных сигналов выводятся в дополнительные окна **Section 1** и **Section 2**. Эти окна открываются автоматически при старте сканирования и могут быть расположены на усмотрение пользователя.

Сохранение и обработка результатов

Для работы с данными перейдите в окно «**Data view**». Все полученные за одну сессию работы с прибором изображения помещаются в один файл. Внутри этого файла сканы различных сигналов, полученные за одно сканирование, объединены в папки. В каждой папке, наряду со сканами, хранится таблица параметров, при которых эти сканы были получены. Также к файлу могут быть прикреплены сечения, данные осциллографа, кривые спектроскопии, резонансные кривые (Рис. 19).

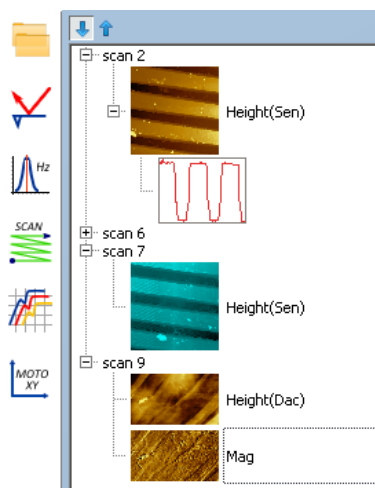


Рис. 19 – Структура файла данных

Все данные в окне **Data view** (полученные во время сканирования или открытые с диска), автоматически сохраняются во временный файл **aist3.db**. Если закрыть программу, оставив данные в окне **Data view**, то при следующем открытии программы, программа откроется с этими данными. Это обеспечивает защиту от потери данных при случайном закрытии программы без сохранения данных или при зависании компьютера.

Для того чтобы сохранить все данные в один файл нажмите **File** → **Save all...** в главном меню программы. Чтобы сохранить в файл только необходимые данные, выделите их мышью и используйте команду **Save selection**

Для того чтобы открыть файл нажмите **File** → **Open** в главном меню программы.

Используйте двойной щелчок мышью для переименования данных.

Для выделения группы данных используйте стандартные комбинации клавиш: **Ctrl+A**, левая кнопка мыши + **Shift**, левая кнопка мыши + **Ctrl**.

Для удаления данных используйте кнопку **Delete** на клавиатуре.

Описание элементов управления, расположенных в окне **Data view**.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается метод полуконтактного СЗМ?
2. Опишите методику установки образца?
3. Преимущества и недостатки полуконтактного метода перед другими?

Библиографический список

1. Руководство пользователя: Copyright © 2007 – 2013 AIST-NT – 135 с.
2. В.Л. Миронов Основы сканирующей зондовой микроскопии// Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений: г. Нижний Новгород.: РНИФМ, 2004. – 114 с.