

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 16.08.2024 16:03:06
Уникальный программный ключ: 0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРАЗОВАНИЯ 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
« 9 » 10 2024 г.
(ЮЗГУ)

АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ СОВРЕМЕННОЙ НАНОТЕХНОЛОГИИ

Методические указания к выполнению лабораторных работ для
студентов направления подготовки
28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

УДК 538.9

Составитель: И.В. Локтионова.

Рецензент

д.ф.-м.н., профессор А.П. Кузьменко

Актуальные проблемы современной нанотехнологии: методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Локтионова И.В. Курск, 2024. 57 с.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторных работ, в которых изучаются классификация, структура и свойства наноматериалов.

Методические указания соответствуют требованиям Федерального государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования и учебному плану направления подготовки 28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника. Предназначены для студентов всех форм обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 9.10.24. Формат 60 x 84 1/16.
Усл. печ. л. 1,33. Уч.-изд. л. 1,21. Тираж 100 экз. Заказ 1108 Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Содержание

Введение	4
Правила выполнения лабораторных работ и практических занятий	5
Оформление лабораторных работ	6
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ	10
Лабораторная работа 1: Контактный метод работы в сканирующем зондовом микроскопе SmartSPM-1000	10
Лабораторная работа 2: Полуконтактный метод работы в сканирующем зондовом микроскопе SmartSPM-1000	25
Лабораторная работа 3: Практические приемы работы на голографическом микроскопе	42
Лабораторная работа 4: Практические приемы работы на ИК-Фурье спектрометре Nicolet is50 с помощью приставки НПВО	57

Введение

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

Одной из задач в получении и применении наноматериалов является изучение и анализ их свойств. Для проведения данных работ необходимо знать возможности имеющегося аналитического 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 аналитическим оборудованием начинается с изучения основ работы на сканирующем зондовом микроскопе с помощью основных методик – контактной и полуконтактной, позволяющих изучать особенности топологии образцов. Освоение принципов исследования топологии больших площадей поверхности образцов и оптической профилометрии осуществляется с помощью отработки навыков работы на цифровом голографическом микроскопе. Овладение методиками анализа химического состава образцов и проб в данном лабораторном практикуме осуществляется с помощью универсального ИК-Фурье спектрометра с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения.

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

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

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

3. 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.

4. 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

$$R = \rho \frac{l}{S} =$$

$$= 1 \cdot 10^{-6} \frac{1,2}{32 \cdot 10^{-6}} =$$

$$= \frac{1 \cdot 1,2}{32} 10^{-6+6} = \frac{1,2}{32} = 0,0375 =$$

$$= 3,75 \cdot 10^{-2} \text{ Ом} =$$

$$= 37,5 \text{ мОм}$$

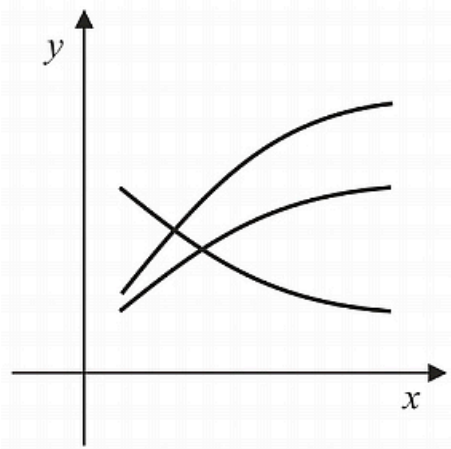
1. Обозначение расчетной величины
2. Исходная формула в буквенном виде
3. Прямая подстановка числовых значений
4. Непосредственно расчёт
5. Ответ в единицах СИ
6. Ответ во внесистемных единицах (если требуется)

График

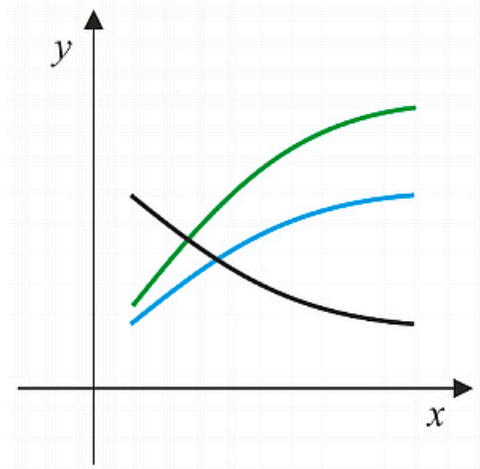
Всякий график изображает зависимость двух величин (аргумента и функции). Зависимая величина (функция) откладывается по вертикальной оси (ось ординат), определяющая величина (аргумент) откладывается по горизонтальной оси (ось абсцисс). График рисуется на весь лист. В случае малого количества точек размеры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

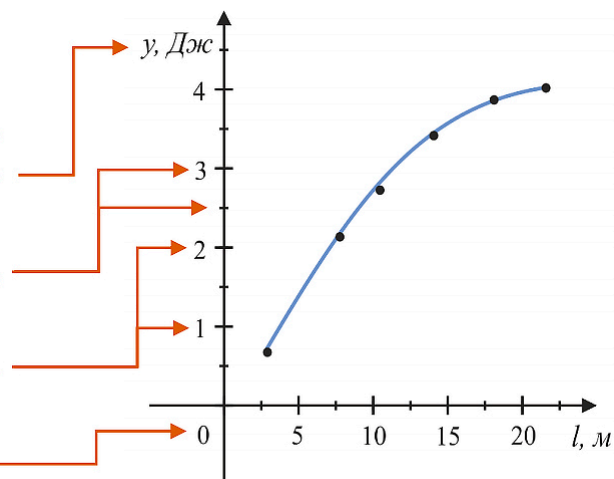
Координатная сетка должна содержать:

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.).

Лабораторная работа 1

Контактный 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, контактный кантилевер, тестовая дифракционная решетка.

Теоретические сведения

Контактная атомно-силовая микроскопия

Условно методы получения информации о рельефе и свойствах поверхности с помощью АСМ можно разбить на две большие группы – контактные квазистатические и бесконтактные колебательные. В контактных квазистатических методиках острие зонда находится в непосредственном соприкосновении с поверхностью, при этом силы притяжения и отталкивания, действующие со стороны образца, уравниваются силой упругости консоли. При работе АСМ в таких режимах используются кантилеверы с относительно малыми коэффициентами жесткости, что позволяет обеспечить высокую чувствительность и избежать нежелательного чрезмерного воздействия зонда на образец.

В квазистатическом режиме АСМ изображение рельефа исследуемой поверхности формируется либо при постоянной силе взаимодействия зонда с поверхностью (сила притяжения или отталкивания), либо при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью образца. При сканировании образца в режиме $F_z = const$ система обратной связи поддерживает постоянной величину изгиба кантилевера, а следовательно, и силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 1.1). При этом управляющее напряжение в петле обратной связи, подающееся на Z-электрод сканера, будет пропорционально рельефу поверхности образца.

При исследовании образцов с малыми (порядка единиц ангстрем) перепадами высот рельефа часто применяется режим сканирования при постоянном среднем расстоянии между основанием зондового датчика и поверхностью ($Z = const$). В этом случае зондовый датчик движется на некоторой средней высоте Z_{cp} над образцом (рис. 1.2), при этом в каждой точке регистрируется изгиб консоли ΔZ , пропорциональный силе, действующей на зонд со стороны поверхности. АСМ изображение в этом случае характеризует пространственное распределение силы взаимодействия зонда с поверхностью.

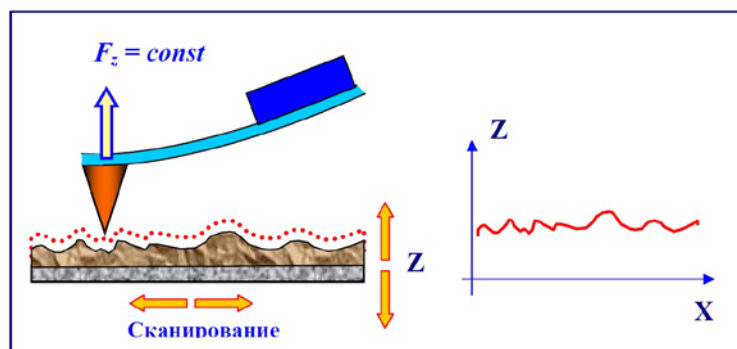


Рис. 1.1 Формирование АСМ изображения при постоянной силе взаимодействия зонда с образцом

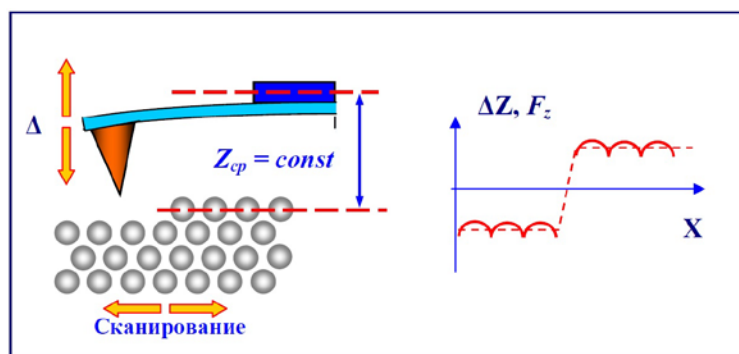


Рис. 1.2. Формирование АСМ изображения при постоянном расстоянии между зондовым датчиком и образцом.

Недостаток контактных АСМ методик - непосредственное механическое взаимодействие зонда с поверхностью. Это часто приводит к поломке зондов и разрушению поверхности образцов в процессе сканирования. Кроме того, контактные методики практически не пригодны для исследования образцов, обладающих малой механической жесткостью, таких как структуры на основе органических материалов и биологические объекты.

Система управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме

Упрощенная схема системы управления АСМ при работе кантилевера в контактном режиме представлена на рис. 1.3. Система управления состоит из цифровой части, реализованной на базе персонального компьютера, и аналоговой части, выполняемой обычно в виде отдельного блока. Цифровая часть содержит, в основном, цифро-аналоговые (ЦАП) и аналого-цифровые (АЦП) преобразователи. Двухканальные цифро-аналоговые преобразователи ЦАП-Х и ЦАП-У служат для формирования строчных и кадровых разверток. Петля обратной связи состоит из фотодиода (ФД), предварительного усилителя ПУ, конструктивно расположенного в измерительной головке

АСМ, схемы сравнения (СС), высоковольтного усилителя У2 и пьезопреобразователя, регулирующего величину изгиба кантилевера, а следовательно, силу взаимодействия зонда с поверхностью. В исходном состоянии электронный ключ К1 замкнут, а К2 разомкнут.

Перед началом работы оператор юстирует оптическую схему системы регистрации отклонения кантилевера таким образом, чтобы ток с различных секторов фотодиода был равным, а его величина максимальной. Затем с помощью ЦАП-Set устанавливается напряжение, пропорциональное рабочему значению отклонения кантилевера ΔZ , которое будет поддерживаться постоянным системой обратной связи. После этого включается система сближения зонда и образца. При этом управляющее напряжение с ЦАП-ШД подается на шаговый двигатель (ШД). В начальном состоянии напряжение в петле обратной связи (пропорциональное разности токов между вертикальными секторами фотодиода) меньше, чем значение, установленное оператором с помощью ЦАП-Set, и сканер максимально вытянут в направлении зонда. При подходе образца к зонду кантилевер изгибается, появляется разностный ток с фотодиода, и система сближения переходит к процедуре точной установки образца. В этом режиме происходит дальнейшее движение образца к зонду с помощью двигателя и одновременное отодвигание его с помощью сканера (ОС поддерживает постоянным изгиб кантилевера) до тех пор, пока плоскость поверхности образца не достигнет положения, соответствующего середине динамического диапазона перемещений сканера. После этого микроскоп готов к работе.

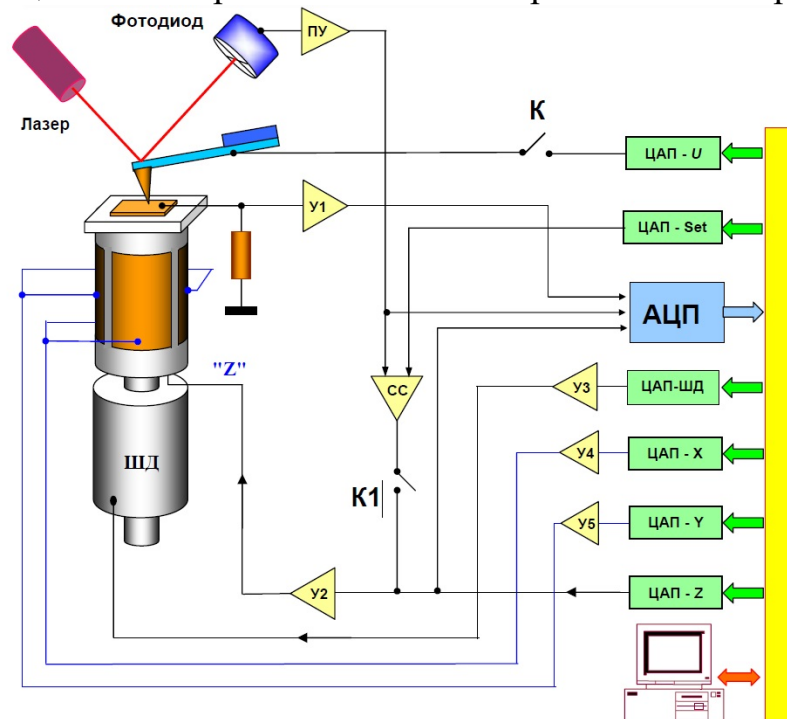


Рис. 1.3. Упрощенная схема системы управления атомно-силового микроскопа при работе кантилевера в контактном режиме

Сканирование образца осуществляется при подаче напряжений пилообразной формы на внешние электроды трубчатого сканера с помощью двухканальных ЦАП – X и ЦАП – Y и двухканальных высоковольтных усилителей У4, У5. При этом в петле обратной связи поддерживается постоянным выбранное оператором значение разностного тока фотодиода, соответствующее определенной величине изгиба кантилевера. При сканировании образца в режиме $Fz = const$ напряжение на Z-электроде сканера пропорционально рельефу поверхности. Это происходит следующим образом. Реальное мгновенное значение напряжения U , пропорциональное разностному току ФД, сравнивается в схеме сравнения (СС) с величиной $U0$, задаваемой оператором. Разностный сигнал $(U-U0)$ усиливается (усилитель У2) и подается на внутренний Z-электрод сканера. Сканер обрабатывает данный сигнал до тех пор, пока разность $(U-U0)$ не станет равной нулю. Таким образом, при сканировании напряжение на Z-электроде сканера оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Сигнал с выхода схемы сравнения записывается с помощью АЦП как информация о рельефе поверхности. В выбранной точке образца можно снять зависимость величины изгиба кантилевера от расстояния между зондовым датчиком и поверхностью: $\Delta Z = f(z)$. Для этого обратная связь разрывается с помощью электронного ключа К1, и на Z-электрод сканера подается напряжение пилообразной формы с ЦАП-Z. Синхронно с изменением напряжения АЦП записывает напряжение на выходе предварительного усилителя ПУ, которое пропорционально отклонению кантилевера, а следовательно, силе взаимодействия зонда с поверхностью. Полученные данные преобразуются в зависимость $\Delta Z = f(z)$, которая затем строится с помощью средств компьютерной графики.

Получение АСМ изображения при постоянном среднем расстоянии между зондовым датчиком и образцом $Z_{cp} = const$ происходит следующим образом. В начале снимается зависимость $\Delta Z = f(z)$ и определяется точное положение зонда над поверхностью. Затем обратная связь разрывается, и с помощью ЦАП-Z выставляется выбранное оператором значение расстояния зонд-поверхность. После этого производится сканирование образца, и величина напряжения с выхода предварительного усилителя, пропорциональная отклонению кантилевера, записывается в виде файла распределения силы вдоль поверхности образца $F(x,y)$.

При использовании кантилеверов с проводящим покрытием возможна регистрация вольт-амперных характеристик контакта зонд-образец в выбранной точке поверхности. Для получения ВАХ ключ К2 замыкается, и напряжение пилообразной формы подается с ЦАП-U на кантилевер. Синхронно с этим напряжением, пропорциональное току через контакт,

усиливается (усилитель У1), записывается с помощью АЦП в память компьютера и визуализируется средствами компьютерной графики.

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.1,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. 1,б).

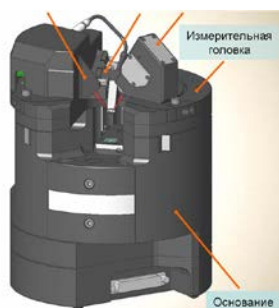


Рисунок 1, а Основные части прибора



Рисунок 1, б Контроллер зондового микроскопа

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. 2, а). Типичный радиус кривизны кремниевых игл составляет порядка нескольких нанометров (Рис. 2, б).

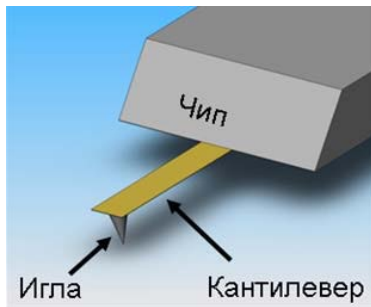


Рисунок 2, а Зонд атомно-силового микроскопа

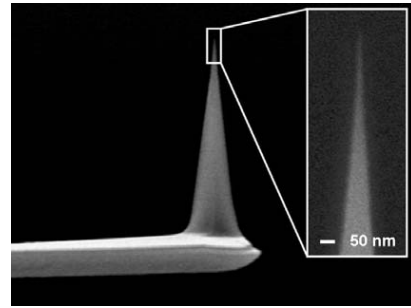


Рисунок 2, б Изображение зонда, полученное на сканирующем электронном микроскопе

Зонд является сменным элементом, и фиксируется в держателе зонда пружинным зажимом (Рис. 3). Для удобства замены зонда держатель зонда выполнен легкосъёмным.



Рисунок 3 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 4.

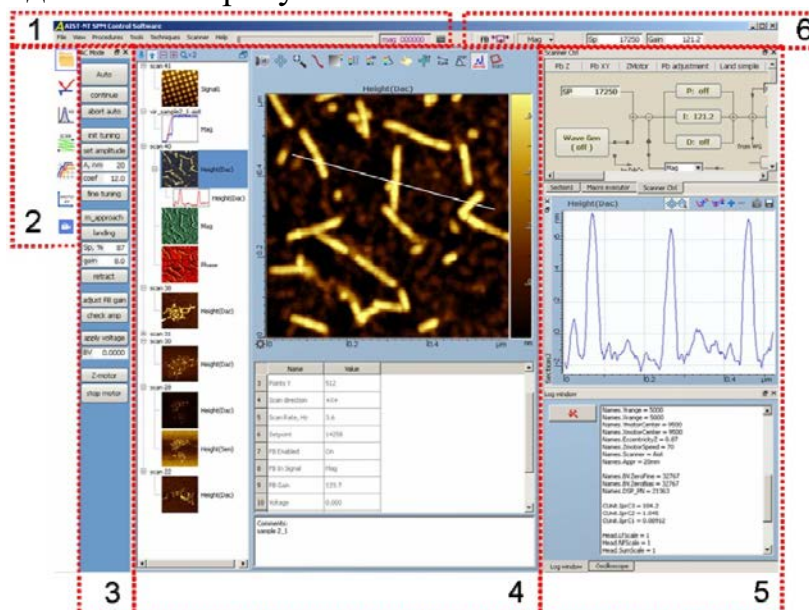


Рисунок 4 Внешний вид программы управления СЗМ

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. 5): 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.



Рисунок 5 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 «Суперклем». 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. 6). 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. 7).



Рисунок 6 Зажим образца



Рисунок 7 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).



Рисунок 8 Держатель зонда, зафиксированный зажимом

- 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. 10).
- Пинцетом поместите зонд под зажим так, как показано на рисунке 11.



Рисунок 9 Держатель зонда в незафиксированном положении

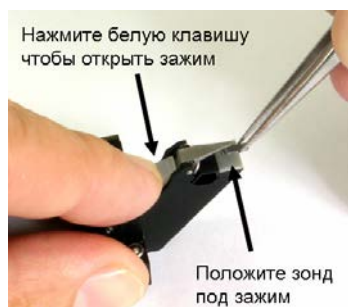


Рисунок 10 Установка зонда в держатель

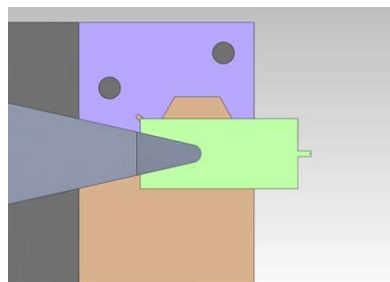


Рисунок 11 Расположение зонда в держателе

- 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. 12). 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.

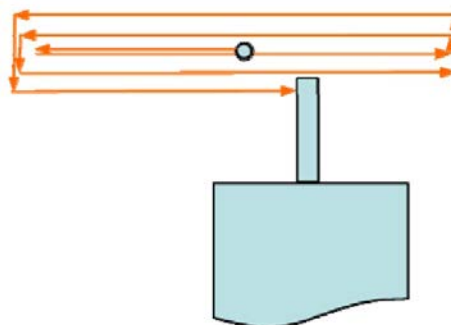


Рисунок 12 Траектория движения каретки держателя зонда при поиске кантилевера

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 13. 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.

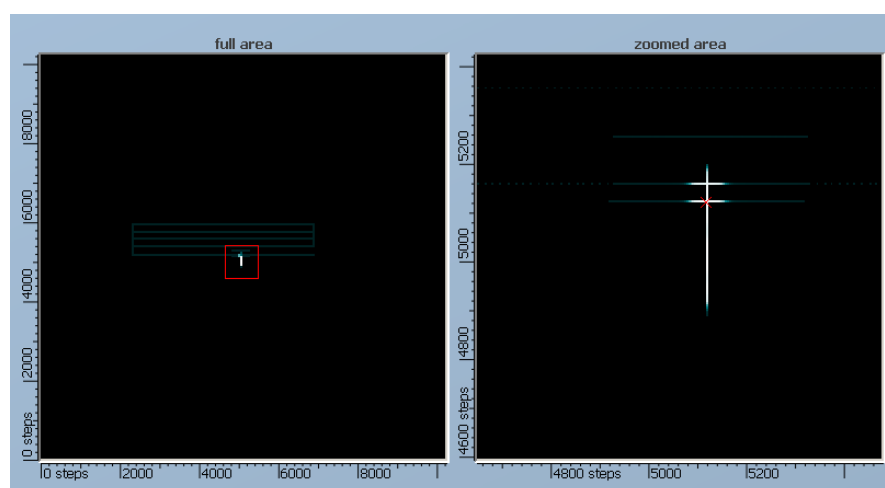


Рисунок 13 Изображение прямоугольного кантилевера в окне **Laser Adjustment**, полученное после выполнения процедуры поиска зонда командой **find tip**

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 достаёт 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 **CurvesView**, 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. 14) и в информационном окне появляется сообщение «**landing completed**».

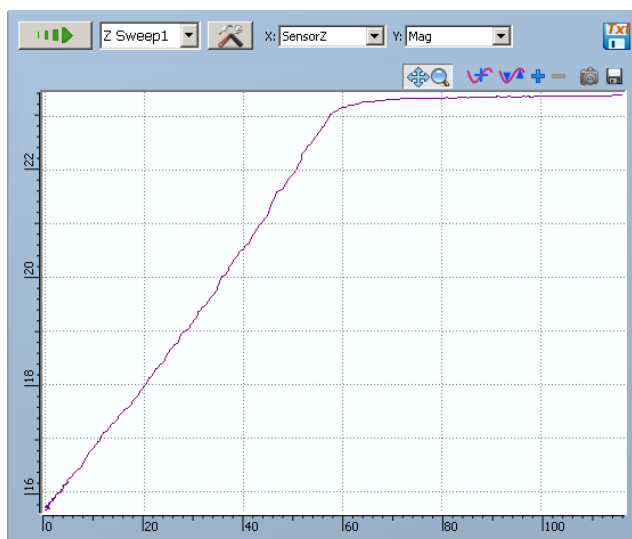


Рисунок 14 Зависимость амплитуды от расстояния во время посадки

Настройка прибора для работы контактным методом

Для работы контактным методом в меню **Tools** выберите **Contactmode**. После выбора моды откроется контрольная панель контактного метода (Рис. 3.1.4). 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 производится с первого шага. Процедура автоматической настройки прибора запускается кнопкой **Auto** на контрольной панели **AC mode** или **Contactmode**, соответственно.

Автоматическая настройка для работы контактным 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**

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** приведено в пункте 5.4 «Руководства по программному обеспечению».

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. 15).

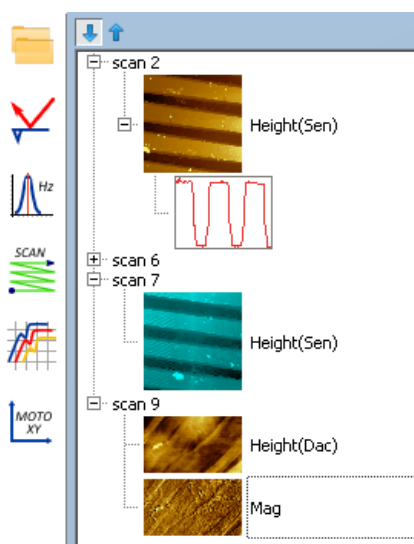


Рисунок 15 Структура файла данных

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 контактного СЗМ?
2. Опишите методику установки образца?
3. Преимущества и недостатки контактного 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.: РАНИФМ, 2004. – 114 с.

Лабораторная работа 2

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

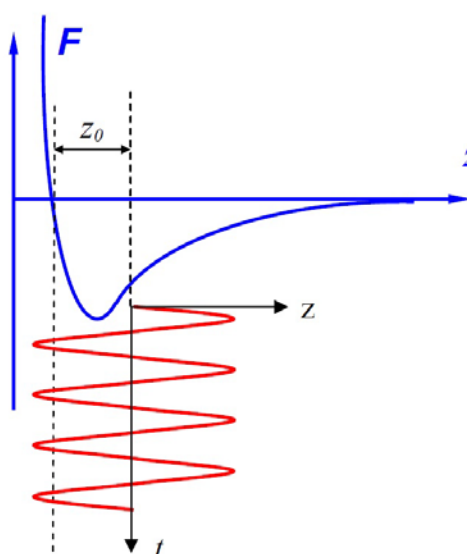


Рисунок 1 Выбор рабочей точки при "полуконтактном" режиме колебаний кантилевера

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 [36-38]. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Энергия, поступающая в систему от пьезовибратора за период колебаний:

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

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 $z = A \cdot \text{Cos}(\omega t + \varphi)$, получаем:

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

Отсюда для фазового сдвига получается следующее выражение:

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

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 $A\omega$. При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне $A0$, задаваемом оператором ($A0 < A\omega$). Напряжение в петле обратной связи (на z -электроре 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)

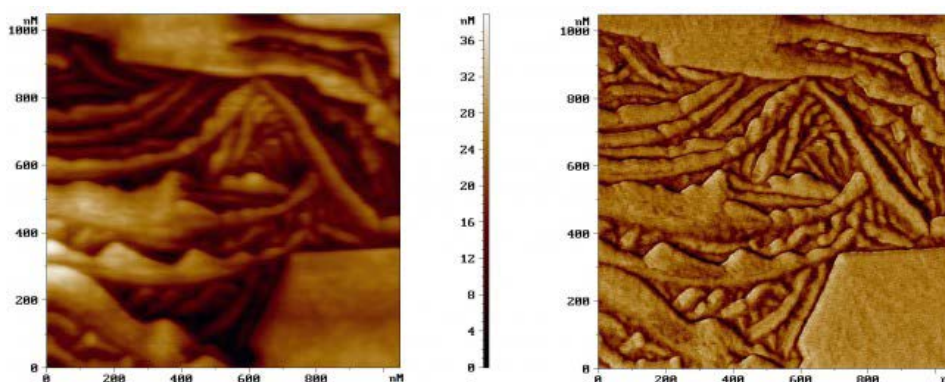


Рисунок 2 АСМ изображения участка поверхности пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" ("tapping mode") режиме.

- (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).

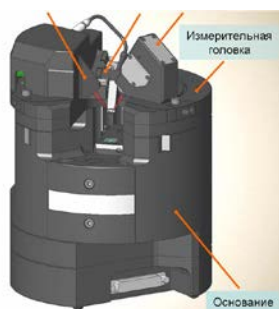


Рисунок 3, а Основные части прибора



Рисунок 3, б Контроллер зондового микроскопа

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).

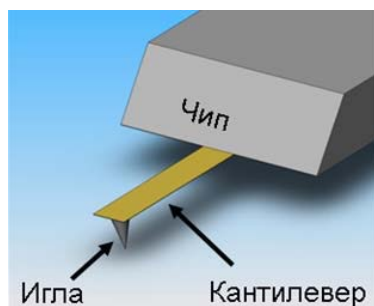


Рисунок 4, а Зонд атомно-силового микроскопа

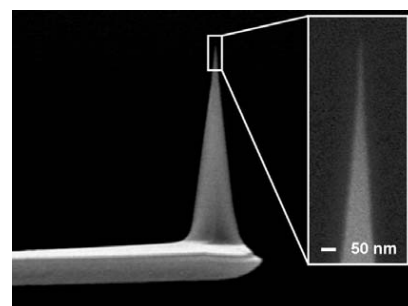


Рисунок 4, б Изображение зонда, полученное на сканирующем электронном микроскопе

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



Рисунок 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.

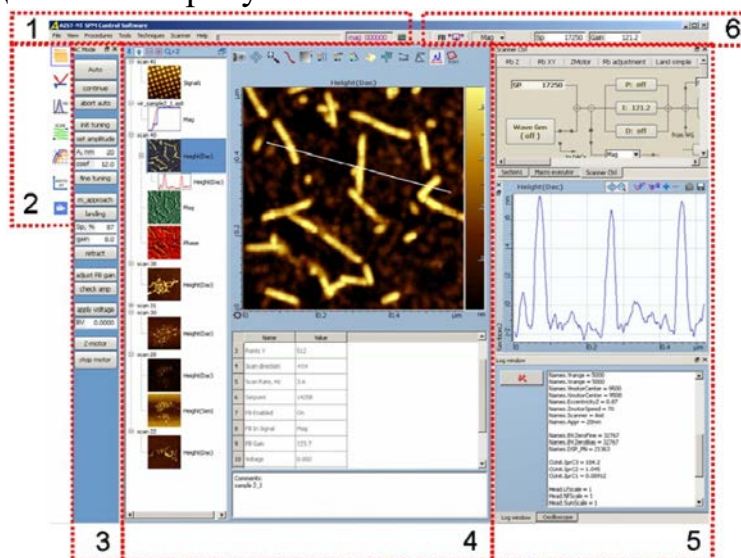


Рисунок 6 Внешний вид программы управления СЗМ

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.



Рисунок 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 «Суперклем». 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. 9).



Рисунок 8 Зажим образца



Рисунок 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 **disti** измеряется в миллиметрах. Положительным значениям соответствует перемещение вверх, отрицательным – вниз.

Установка зонда

Для установки или замены зонда проделайте 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. 10, 11).



Рисунок 10 Держатель зонда, зафиксированный зажимом



Рисунок 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.

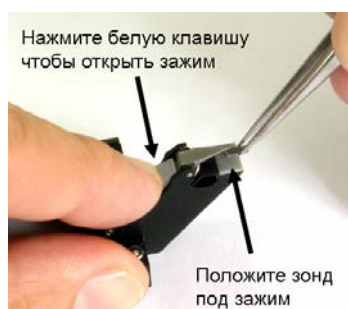


Рисунок 12 Установка зонда в держатель

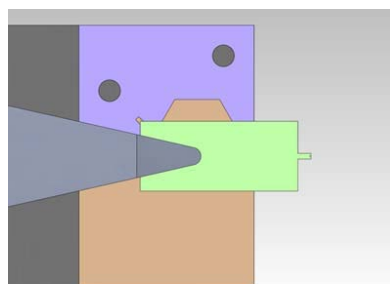


Рисунок 13 Расположение зонда в держателе

- 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.

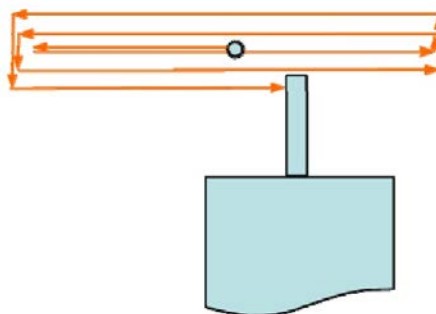


Рисунок 14 Траектория движения каретки держателя зонда при поиске кантилевера

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.

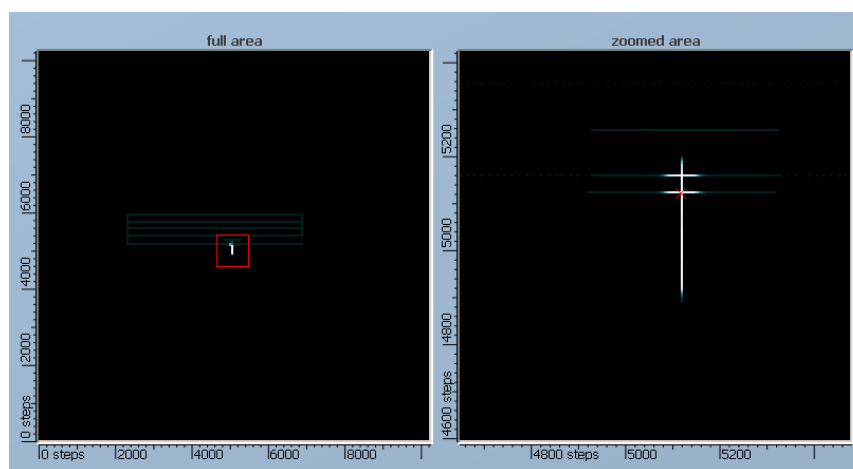


Рисунок 15 Изображение прямоугольного кантилевера в окне **Laser Adjustment**, полученное после выполнения процедуры поиска зонда командой **find tip**

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 16). 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 16). 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**”.

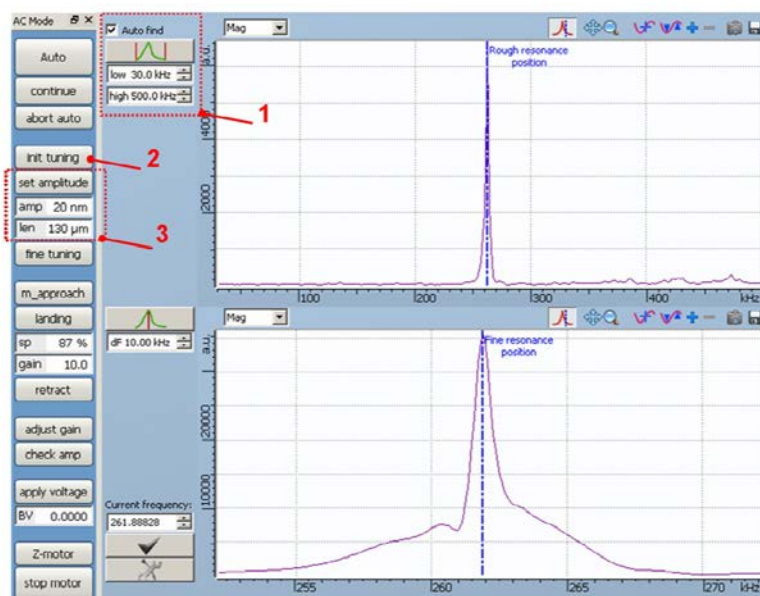


Рисунок 16 Окно **Resonance** с резонансной кривой зонда. Слева от окна открыта контрольная панель **AC mode**. Цифрами выделены: 1 - поля **low** и **high**, 2 – кнопка **init tuning**, 3 – кнопка **set amplitude** и поля **amp** и **len**

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** = $N_{fx}10$, **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**.

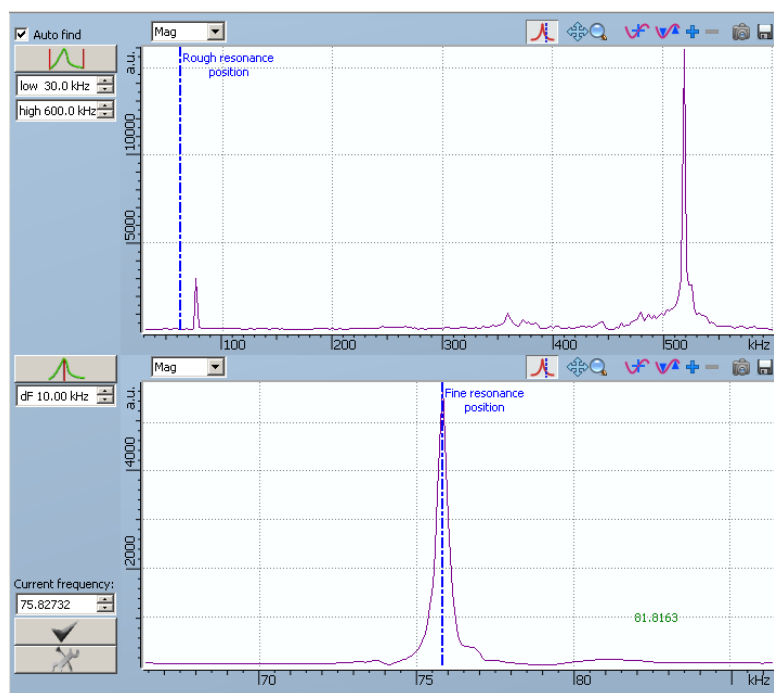
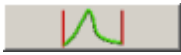
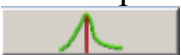



Рисунок 17 Резонансная кривая с двумя пиками

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 достаёт 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 **CurvesView**, 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 **«motorapproachcompleted, surfacewasfound»**.

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

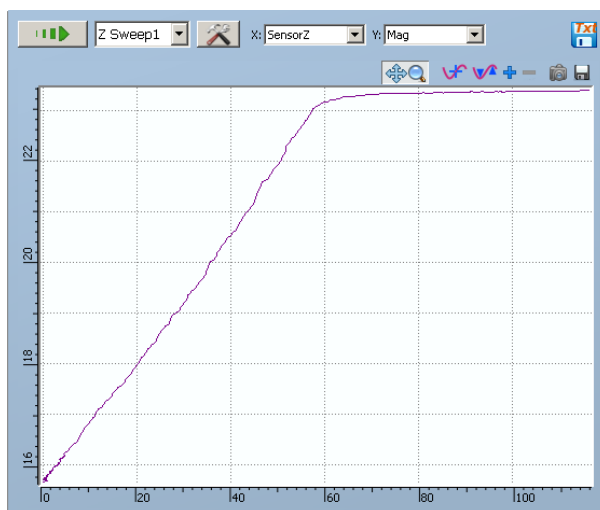


Рисунок 18 Зависимость амплитуды от расстояния во время посадки

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 производится 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).

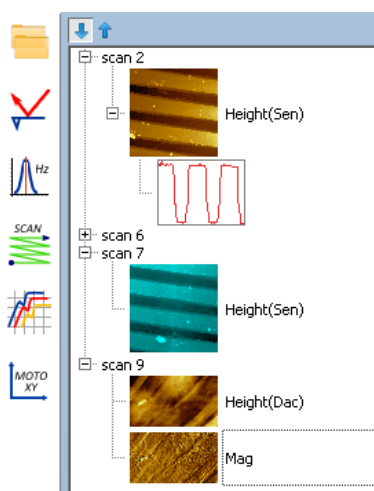


Рисунок 19 Структура файла данных

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.: РАНИФМ, 2004. – 114 с.

Лабораторная работа 3

Практические приемы работы на голографическом микроскопе

Цель работы: отработка навыков работы на голографическом микроскопе.

Принадлежности: цифровой голографический микроскоп Lyncsee Tec 2100, исследуемый образец (дифракционная решетка).

Теоретическая часть

1. Физические принципы голографии.

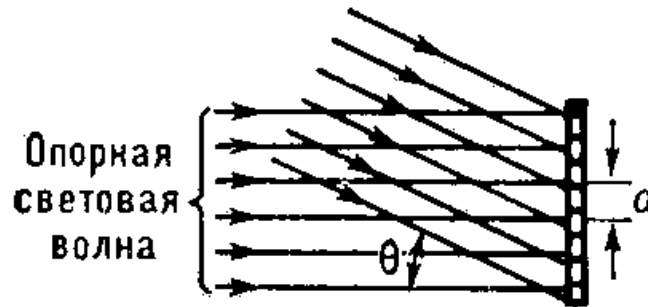
Голография (от греч. *hólos* — весь, полный и ...графия) - метод получения объёмного изображения объекта, основанный на интерференции волн. Идея голографии была впервые высказана Д. Габором (Великобритания, 1948), однако техническая реализация метода оказалась чрезвычайно сложной и голография не получила распространения. Только с появлением лазеров открылись многочисленные и разнообразные возможности практического использования голографии в радиоэлектронике, оптике, физике и различных областях техники.

Принцип голографии

Обычно для получения изображения какого-либо объекта фотографическим методом пользуются фотоаппаратом, который фиксирует на фотопластинке излучение, рассеиваемое объектом. Каждая точка объекта в этом случае является центром рассеяния падающего света; она посылает в пространство расходящуюся сферическую световую волну, которая фокусируется с помощью объектива в небольшое пятнышко на светочувствительной поверхности фотопластинки. Так как отражательная способность объекта меняется от точки к точке, то интенсивность света, падающего на соответствующие участки фотопластинки, оказывается различной. Поэтому на фотопластинке возникает изображение объекта. Это изображение складывается из получающихся на каждом участке светочувствительной поверхности изображений соответствующих точек объекта. При этом трёхмерные объекты регистрируются в виде плоских двухмерных изображений.

В процессе фотографирования на фотопластинке фиксируется лишь распределение интенсивности, то есть амплитуды электромагнитной волны, отражённой от объекта (интенсивность пропорциональна квадрату амплитуды). Однако световая волна при отражении от объекта изменяет не только амплитуду, но и фазу в соответствии со свойствами поверхности объекта в данной точке.

Голография позволяет получить более полную информацию об объекте, так как представляет собой процесс регистрации на фотопластинке не только амплитуд, но и фаз световых волн, рассеянных объектом. Для этого на фотопластинку одновременно с волной, рассеянной объектом (сигнальная волна), необходимо направить вспомогательную волну, идущую от того же источника света (лазера), с фиксированной амплитудой и фазой (опорная волна, рис. 1).



Рисунок

1

Получение голограммы в случае интерференции двух плоских световых волн (опорной и сигнальной): θ — угол между направлениями распространения опорной и сигнальной волн; d — расстояние между соседними тёмными полосками картины

Интерференционная картина (чередование тёмных и светлых полос или пятен), возникающая в результате взаимодействия сигнальной и опорной волн, содержит полную информацию об амплитуде и фазе сигнальной волны, то есть об объекте. Зафиксированная на светочувствительной поверхности интерференционная картина после проявления называется голограммой. Если рассматривать голограмму в микроскоп, то в простейшем случае видна система чередующихся светлых и тёмных полос (рис. 2). Интерференционный узор реальных объектов весьма сложен.

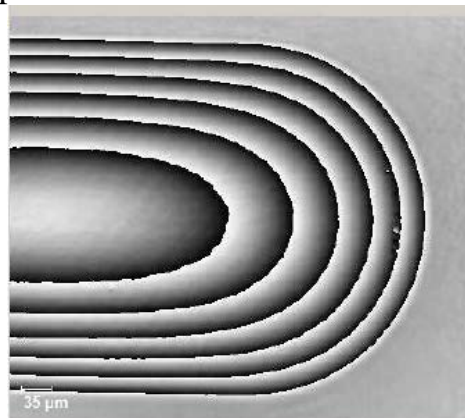


Рисунок 2 Структура голограммы, видимая в микроскоп

Для того чтобы увидеть изображение предмета, голограмму необходимо просветить той же опорной волной, которая использовалась при

её получении. В простейшем случае — интерференции двух плоских волн (двух параллельных пучков) — голограмма представляет собой обычную дифракционную решётку. Плоская волна, падая на такую голограмму, частично проходит сквозь неё, сохраняя прежнее направление, а частично вследствие дифракции преобразуется в две вторичные плоские волны, распространяющиеся под углом θ (рис. 3).

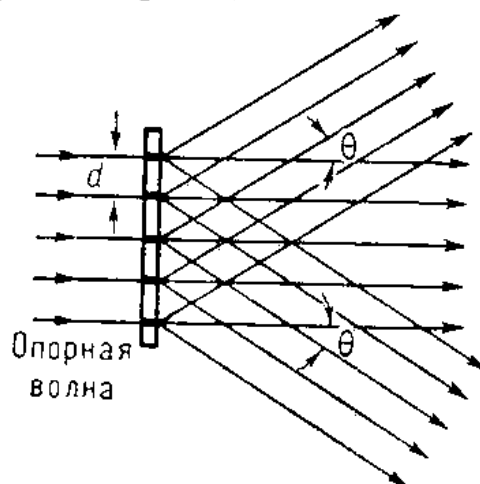


Рисунок 3 Восстановление изображений с помощью голограммы

Угол θ связан с шагом решётки d и длиной световой волны λ формулой:

$$\sin \theta = \pm \frac{\lambda}{d}$$

Как видно из рисунка, волна, которая идёт «вниз», является как бы продолжением сигнальной волны, использовавшейся при съёмке голограммы (рис. 1). Поэтому она ничем не отличается от волны, идущей от объекта при непосредственном его наблюдении. Таким образом, при просвечивании голограммы восстанавливается та же самая волна, которая исходила от объекта. В результате этого наблюдатель, смотрящий сквозь голограмму, увидит мнимое изображение объекта в том месте, где объект находился при съёмке. Волна, идущая «вверх» (рис. 3), также содержит информацию об объекте и образует его действительное изображение.

Голограмма точки

Пусть свет от лазера падает на точечный объект А и на плоский отражатель, который создаёт опорную волну (рис. 4).

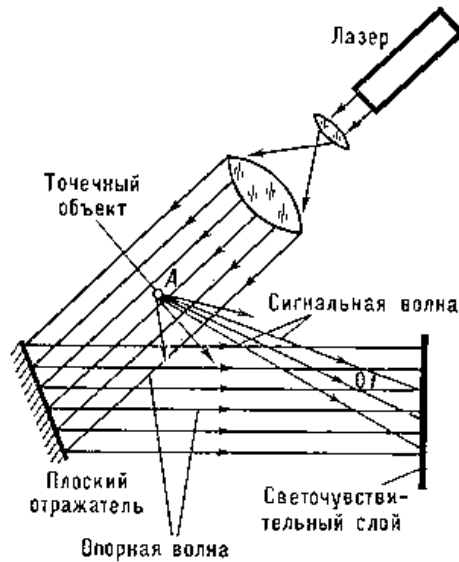


Рисунок 4 Получение голограммы точечного объекта

Рассеянная от точечного объекта волна и опорная волна падают на фоточувствительный слой, на котором регистрируется интерференционная картина. Голограмма в этом случае образуется в результате интерференции сферической сигнальной волны с плоской опорной волной и представляет собой систему концентрических тёмных и светлых колец. Поскольку расстояние между интерференционными кольцами равно $d = \frac{\lambda}{\sin \theta}$ (рис. 5).

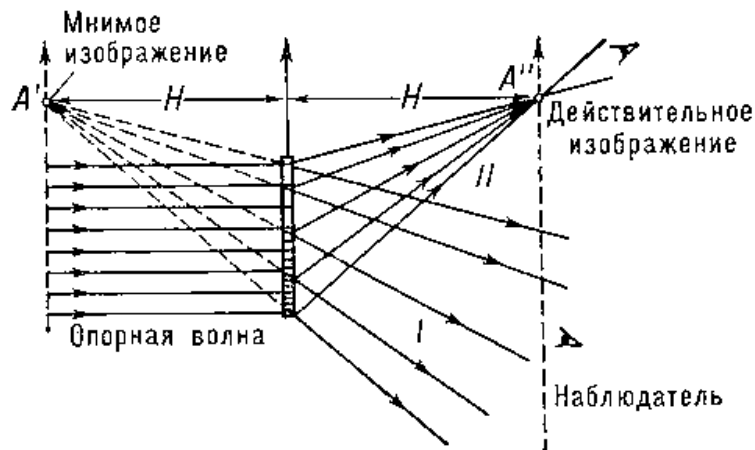


Рисунок 5 Действительное A'' и мнимое A' изображения точки A ; H — расстояние от объекта до голограммы

При просвечивании голограммы плоской опорной волной в результате дифракции возникают две сферические волны. Эти волны формируют действительное и мнимое изображения точки A , которые можно наблюдать под различными углами (рис. 5). Расходящаяся сферическая волна I создаёт мнимое изображение A' и наблюдатель, воспринимающий эту волну, видит

восстановленное изображение A' за голограммой в том же месте, где находился реальный объект A . Вторая сходящаяся сферическая волна Π создаёт действительное изображение объекта A'' , которое расположено перед голограммой.

Объёмность голографических изображений. Повторяя приведённые рассуждения для каждой из точек объекта, состоящего, например, из 4 точек, можно убедиться, что интерференционная картина, которая фиксируется на голограмме, будет содержать полную информацию о всех 4 точках. При просвечивании голограммы опорным лучом появятся 2 изображения — мнимое и действительное, причём оба изображения будут восприниматься наблюдателем как объёмные.

Мнимое изображение наблюдается, если смотреть сквозь голограмму, как в окно (рис. 6).

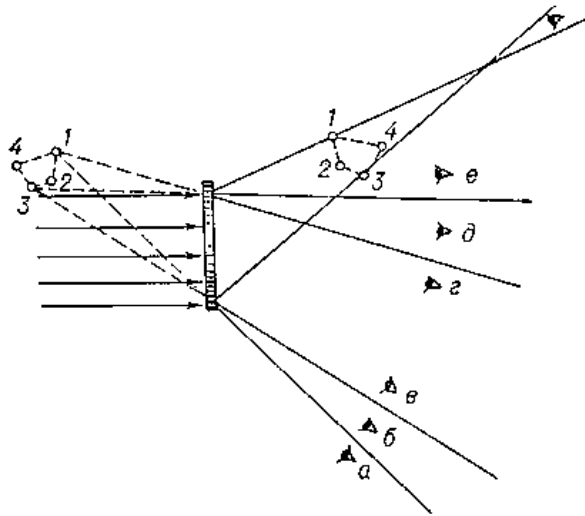


Рисунок 6 Голограммы объекта, состоящего из четырёх точек

Действительно, в положениях б , в , г мы увидим точку 1, а в положениях в , г , д — точку 3; в положениях в , г наблюдатель увидит одновременно точки 1, 3 и точки 2, 4, которые расположены между ними, то есть весь объект. Если наблюдатель переводит взгляд с точки 2 на точку 3 (или 4), он должен изменить фокусировку глаз, а если наблюдатель переменит своё место, например от в к г , то изменится и перспектива изображения. Более того, в некоторых положениях наблюдатель не увидит точки 4, так как она будет заслонена точкой 2 объекта, расположенной ближе к наблюдателю. Таким образом, голографическое изображение является объёмным, причём зрительное восприятие этого изображения ничем не отличается от восприятия исходного объекта. Фотографируя мнимое изображение, можно, в зависимости от места расположения фотоаппарата и его фокусировки, зафиксировать все эти особенности на снимках (рис. 7).



Рисунок 7а Одна из фотографий мнимого голографического изображения шахматных фигур при разных точках съёмки



Рисунок 7б Одна из фотографий мнимого голографического изображения шахматных фигур при разных точках съёмки

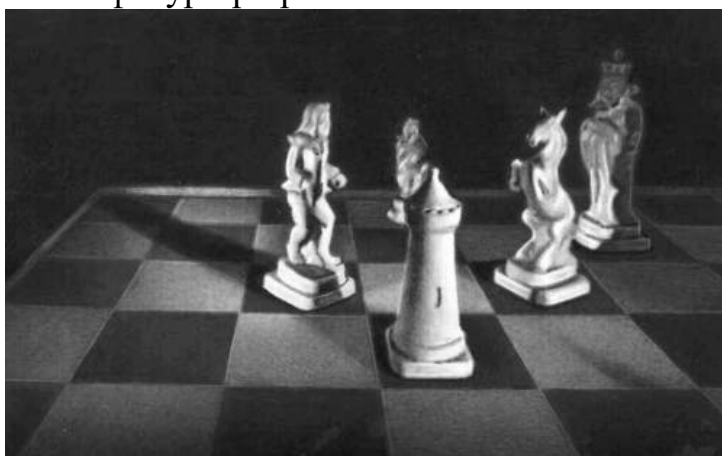


Рисунок 7в Одна из фотографий мнимого голографического изображения шахматных фигур при разных точках съёмки

Экспериментально такие голограммы впервые получили американские физики Э. Лэйтс и Ю. Упатниекс в 1962.

Действительное изображение также трёхмерно и обладает всеми упомянутыми свойствами; оно как бы висит перед голограммой, но наблюдать его несколько труднее.

Свойства голограмм. Голографическое изображение точки представляет собой пятно, диаметр δ которого равен:

$$\delta = 2 \frac{\lambda H}{D},$$

где D — размер голограммы, λ — длина волны, H — расстояние объекта до голограммы. Величина δ характеризует разрешающую способность голографического изображения, то есть различимость 2 близких точек объекта. Одно из замечательных свойств голограммы состоит в том, что каждый её участок содержит информацию обо всём объекте и поэтому позволяет восстановить полное изображение объекта (при уменьшении размера голограммы D ухудшается лишь разрешающая способность изображения). Следствием этого является высокая надёжность хранения информации, записанной в виде голограммы.

При просвечивании голограмм можно изменить длину опорной волны λ . В этом случае наблюдаются 2 изображения, но на другом расстоянии H' от голограммы, определяемом формулой:

$$H' = H \frac{\lambda_1}{\lambda_2}.$$

Здесь H — расстояние между объектом и голограммой при съёмке, λ_1 — длина опорной волны при съёмке, а λ_2 — при просмотре голограммы. Таким способом можно визуализировать (сделать видимыми) изображения объектов, записываемых в виде голограмм, полученных с помощью радиоволн или инфракрасного, ультрафиолетового и рентгеновского излучений.

При просмотре голограмм можно менять не только длину опорной волны, но и её волновой фронт. Освещая, например, голограмму расходящейся сферической волной, можно наблюдать увеличенное изображение предмета. На этом основано устройство голографического микроскопа.

Возможности голографии существенно расширяются, если голограмму записывать на толстослойной эмульсии, что было впервые предложено Ю.Н. Денисюком (СССР, 1962). В этом случае интерференционная картина получается трёхмерной, благодаря чему голограмма приобретает новые свойства. В частности, такая голограмма позволяет наблюдать изображение объекта при освещении её монохроматическим (белым) светом.

Можно получить цветное голографическое изображение предмета, если при изготовлении голограммы использовать 3 монохроматических лазера, излучающие разные длины волн (например, синий, жёлтый и красный лучи). В этом случае запись может производиться на обычную эмульсию, и

голограмма по внешнему виду не будет отличаться от обычной черно-белой. Цветное изображение предмета наблюдается при одновременном освещении голограммы 3 опорными волнами, соответствующими указанным цветам.

Качество голографических изображений зависит от монохроматичности излучения лазеров и разрешающей способности фотоматериалов, используемых при получении голограмм. Если спектр излучения лазера широкий, то при съёмке голограммы каждой определённой длине волны этого спектра будет соответствовать свой интерференционный узор и результирующая интерференционная картина будет нечёткой и размытой. Поэтому при изготовлении голограмм применяются лазеры с очень узкой спектральной линией излучения.

Качество интерференционной картины определяется также разрешающей способностью фотоматериала, то есть числом интерференционных линий, которое можно фиксировать на 1 мм. Чем больше это число, тем лучше качество восстановленного изображения. В связи с этим в голографии применяются фотоматериалы, имеющие высокое разрешение (1000 линий на 1 мм и более).

Наиболее часто используемые фотографические эмульсии представляют собой взвесь светочувствительных зёрен, расположенных на некотором расстоянии друг от друга. Дискретная структура фотоэмульсий приводит к тому, что на голограмме записывается не непрерывное распределение яркости интерференционной картины, а лишь её «отрывки». Это создаёт световой фон, поскольку при просвечивании голограммы свет рассеивается на проявленных зёрнах. В связи с этим ведутся широкие поиски беззернистых фотоматериалов, которые, кроме того, позволяли бы производить стирание и повторную запись информации, что очень важно для ряда голографических применений. Уже получены первые голограммы на мелкодоменных магнитных плёнках, фотохромных стеклах и плёнках, на кристаллах и на других материалах.

На качество голографических изображений влияют также условия съёмки. При использовании лазеров непрерывного излучения время экспозиции меняется от долей секунды до десятков минут (в зависимости от размеров объекта и голограммы). В течение этого времени недопустимы какие-либо смещения объекта, фотопластинок и оптических элементов схемы на расстояния, сравнимые с длиной волны λ . В противном случае интерференционная картина будет смазана. Эти трудности исключаются при использовании импульсных лазеров, обеспечивающих мощное световое излучение в течение очень коротких промежутков времени (до 10^{-9} с). При таком малом времени экспозиции легко получать голограммы объектов, движущихся со скоростями порядка 1000 м/с (рис. 8).

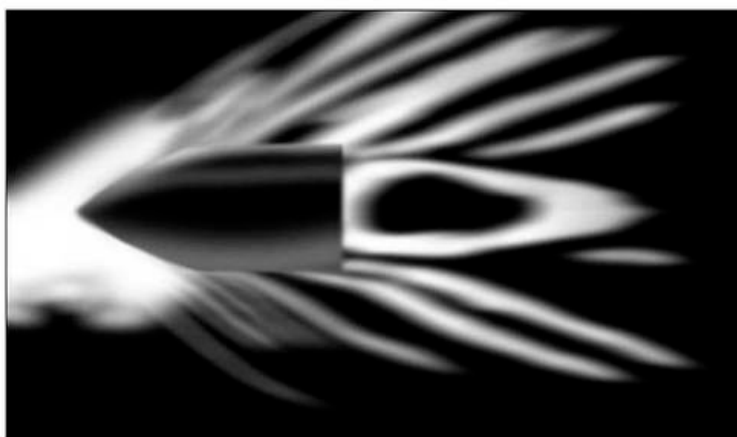


Рисунок 8 Голографическое изображение летящей пули

Применение голографии

Импульсная голография открывает возможность фиксировать и анализировать быстро протекающие процессы. Большой интерес, например, для ядерной физики и физики элементарных частиц представляет изучение следов (треков) частиц в трековых камерах. Для этой цели пока применяется стереоскопическая съёмка. Голографические методы оказываются здесь весьма эффективными, поскольку они позволяют зафиксировать информацию о всём объёме камеры. При восстановлении можно рассматривать изображение в различных сечениях камеры, что позволяет легко разделить треки, соответствующие разным частицам. Число частиц, регистрируемых на голограмме, может быть очень большим (порядка 10^3). Аналогично можно изучать динамику распределения неоднородностей в туманах, жидкостях и других прозрачных средах.

Перспективно применение импульсной голографии в интерферометрии. На одной и той же фотопластинке в различные моменты времени записываются 2 голограммы исследуемого объекта. При восстановлении обе волны, несущие информацию об объекте, накладываются друг на друга. Если за время между экспозициями с объектом произошли какие-либо изменения, то на восстановленном изображении появляется система интерференционных полос. Расшифровывая полученную интерференционную картину, можно определить происшедшие изменения. Этот метод позволяет измерять очень небольшие (порядка долей мкм) деформации объектов со сложной формой поверхности, обусловленные вибрацией, нагреванием и т. п. Его можно использовать также для неразрушающего контроля изделий, для исследования взрывов, ударных волн, образующихся, например, при полёте пули (рис. 8), для изучения потоков газа в сверхзвуковом сопле, для исследования плазмы и т. д.

Применение голографии открывает принципиальную возможность создания объёмного цветного телевидения. Действительно, голограмму объекта можно зафиксировать на светочувствительной поверхности передающей телев

изионной трубки, а затем передать её по радио- или оптическому каналу. На приёмном конце голограмму можно восстановить, записав её, например, на светочувствительной плёнке. Это позволит наблюдать трёхмерное изображение объекта. Реализация такой системы даже для специальных применений пока связана с большими техническими трудностями

(разрешающая способность телевизионных передающих трубок очень низка, что затрудняет восстановление объёмных изображений; отсутствуют достаточно мощные лазеры видимого диапазона, которые необходимы для получения голограмм реальных объектов, и т. п.).

Методы голографии открывают возможность создания новых систем памяти, представляющих большой интерес для прогресса вычислительной техники. Голография позволяет реализовать плотность записи порядка 10^7 — 10^8 двоичных единиц информации на 1 см^2 светочувствительной поверхности, что на несколько порядков выше, чем у существующих систем памяти. Кроме того, голографическая запись характеризуется высокой надёжностью; выход из строя небольших участков голограммы приводит лишь к некоторому ухудшению качества воспроизведения. Голографические устройства памяти с большой ёмкостью были предложены в 1966 А. Л. Микаэляном и В. И. Бобриневым

(СССР). Они основаны на записи большого числа голограмм на одну и ту же поверхность (или объём) фотоматериала. Для того чтобы изображения не накладывались друг на друга, при записи каждого из них изменяют угол падения опорной волны на светочувствительный слой (рис. 9).

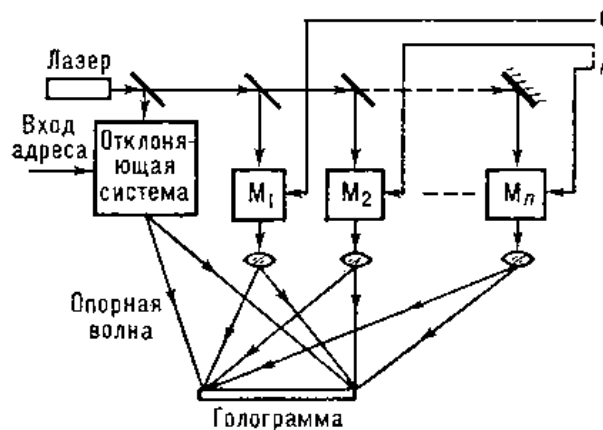


Рисунок 9 Голографическое запоминающее устройство; M_1, M_2, \dots, M_n — модуляторы

Опорный луч, прежде чем попасть на голограмму, проходит через отклоняющую систему, которая устанавливает направление опорного луча в соответствии с введённым в неё адресом. Каждому адресу соответствует своё направление опорного луча. Сигнальный луч делится на n каналов, в каждый из которых включен модулятор M . При наличии управляющего напряжения он

пропускает луч лазера, а при отсутствии напряжения становится непрозрачным. На выходе модуляторов возникает комбинация n лучей, которые вместе с опорным лучом записываются в виде голограммы. При накоплении информации в запоминающем устройстве на адресный вход подаются поочередно все адреса, а на сигнальный — соответствующие числа.

При считывании информации отклоняющая система устанавливает угол падения считывающего опорного луча, соответствующий заданному адресу, и голограмма формирует изображение в виде системы ярких точек, количество и взаимное расположение которых определяется комбинацией включенных при записи модуляторов. Это изображение проецируется на систему фотоприёмников, на выходе которых сигналы дают считанное число. Уже удалось записать последовательно до 1000 голограмм 32-разрядных чисел на участке поверхности с диаметром около 2 мм.

Другой вариант голографического запоминающего устройства позволяет записывать большие количества чисел, которые предварительно преобразуются в матрицы-транспаранты (рис. 10).

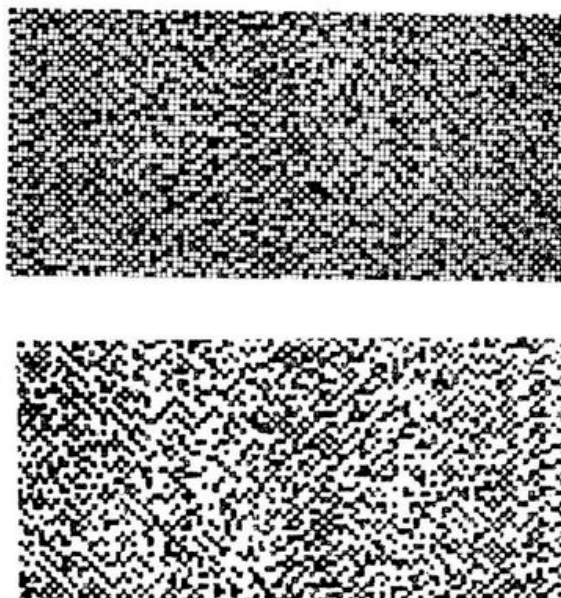


Рисунок 10 Вверху — транспарант (матрица) голографического запоминающего устройства; внизу — изображение матрицы

Каждая матрица записывается в виде голограммы на небольшом участке фотопластинки (порядка 1-2 мм). Переключение луча с одной голограммы на другую осуществляется двухкоординатной системой отклонения, причём при любых углах отклонения опорный и сигнальные лучи совмещены на голограмме. При считывании информации каждая голограмма освещается опорным лучом, восстанавливающим изображение соответствующей матрицы (рис. 10). Это изображение падает на мозаику фотодиодов, соединённых таким образом, чтобы можно было выбрать любое число из восстановленной матрицы. Время считывания произвольного числа определяется мощностью лазера.

ра и чувствительностью фотодиодов и может быть сделано очень малым (10^7 — 10^8).

⁸ с). Ёмкость голографических систем памяти при произвольной выборке информации с высокой скоростью может достигать 10^9 двоичных единиц.

Перспективна возможность использования принципов голографии для создания специальных вычислительных устройств, в которых проводятся те или иные математические операции над информацией, записанной в виде голограммы. Наибольшее внимание при этом уделяется созданию устройств для поиска заданной информации и опознавания образов. Термин «опознавание» означает сравнение изображений 2 объектов и установление с соответствия между ними. Такие устройства могут применяться для автоматического чтения информации, для классификации различных объектов, для дешифровки сложных изображений и т. д. Возможность опознавания образов основана на свойстве голограмм восстанавливать изображение объекта только в том случае, если считывающий пучок света совпадает по форме с опорным лучом, использовавшимся при съёмке. Пусть, например, имеется голограмма, на которой записана интерференция между светом точечного источника и светом, прошедшим через транспарант с буквой «Т» (рис. 11).

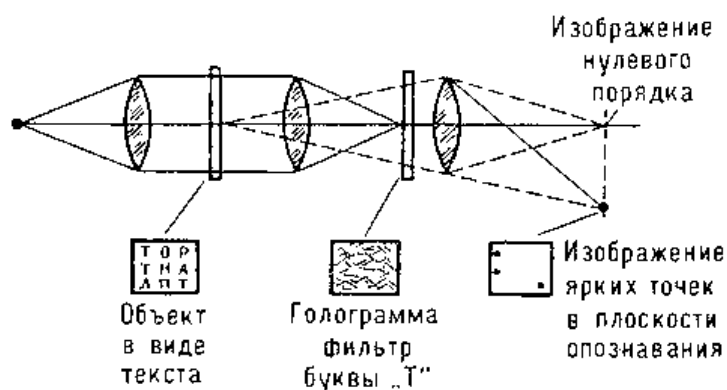


Рисунок 11 Голографическое опознавание образов

Если затем голограмму освещать светом, проходящим через транспарант, на котором записаны разные буквы, то только в случае той же буквы «Т» мы увидим изображение яркой точки. Такая голограмма является своеобразным фильтром, с помощью которого можно, например, установить наличие буквы «Т» в каком-либо сложном тексте и быстро определить число этих букв. Этот способ был, в частности, опробован для опознавания отпечатков пальцев. Для одного из восьми сходных отпечатков был изготовлен голографический фильтр, с помощью которого производилось опознавание в рассмотренной выше установке. Фотографические копии всех отпечатков последовательно вводились в схему, и наблюдалось изображение в плоскости опознавания. Оказалось, что яркая точка возникала только в одном случае, что говорит о высокой избирательности данного метода. Важно отметить, что достаточно уверенное опознавание происходит и в том случае, когда имеется лишь часть отпечатка. Например, п

ри наличии половины отпечатка яркость изображения точки уменьшается всего на 10%. Экспериментально установлено, что опознавание естественных объектов сложной формы (например, отпечатков пальцев) происходит более надёжно, чем знаков, букв или простых фигур. Например, при опознавании букв возможны ошибки по сходности начертания (О и С, П и Е и др.).

С применением голографии для опознавания образов тесно связано использование её для кодирования информации. В этом случае при съёмке голограммы в канале опорного луча устанавливается специальный элемент (например, диффузное стекло), создающий сложную форму волнового фронта. Чтобы наблюдать восстановленное изображение, необходимо использовать ту же самую опорную волну. Это оказывается возможным только при использовании того же экземпляра диффузного стекла, который применялся при съёмке голограммы. Высокая степень кодирования связана с тем, что опорный луч, прошедший через диффузное стекло, превращается в протяжённый мономатематический источник света, который является набором большого числа точечных излучателей, имеющих определённое соотношение амплитуд и фаз. Поэтому вероятность того, что различные экземпляры диффузных стекол будут одинаковыми в указанном смысле, чрезвычайно мала. Большой интерес представляет применение

голографии для формирования заданных волновых фронтов. Известно, например, что оптические объективы не могут быть сделаны идеальными и всегда вносят искажения в формируемые ими изображения. Для каждого объектива можно изготовить голограмму, корректирующую эти искажения. С усовершенствованием техники голографии окажется возможной реализация специальных

«голографических объективов», представляющих собой набор заранее изготовленных голограмм, заменяющих линзовые объективы и свободных от аберраций оптических систем. Голографический метод применим также в случаях звуковых и ультразвуковых волн. Если на объект, помещённый в непрозрачную жидкость, воздействовать звуковым генератором, то на поверхности жидкости можно создать звуковую голограмму (рис. 12).

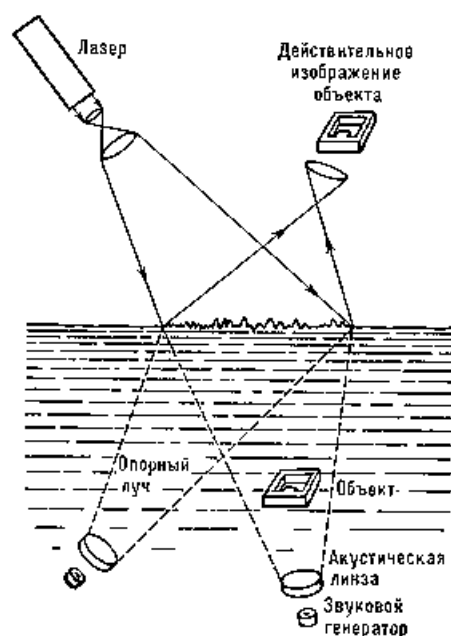


Рисунок 12 Голографическое звуковидение

Для этого необходим вспомогательный источник звука, создающий опорную волну. Если звуковую голограмму, образующуюся в результате интерференции звуковых волн (опорной и сигнальной), осветить лазером, то можно увидеть объёмное изображение предмета. Голографическое «звуковидение» важно, в частности, для исследований внутренних органов животных и людей.

Контрольные вопросы

1. Чем отличается голограмма от обычной фотографии?
2. Принцип голографии.
3. Голограмма точки.
- 4.

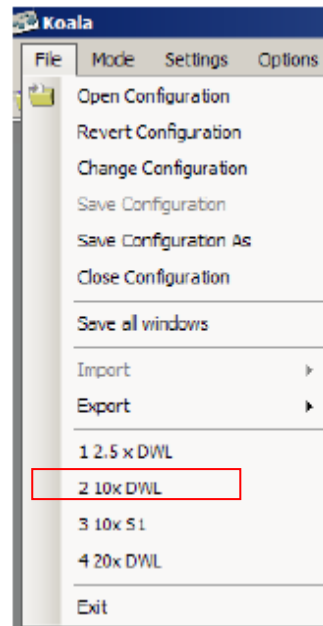
Экспериментальная часть

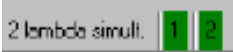
I. Подготовка к выполнению работы

1. Включить питание контроллера трехкоординатного моторизованного стола и блока управления лазерами.
2. Включить компьютер.
3. Запустить программу Koala с помощью ярлыка на рабочем столе.

II. Проведение измерений.


1. Поместить на координатный стол исследуемый объект – дифракционную решетку.
2. В меню File выбрать оптическую конфигурацию «10x DWL», обозначающую, что измерение будет производиться с помощью объектива x10 на двух длинах волн.




3. Включить генерацию лазеров нажав на соответствующий значок на главной панели программы 

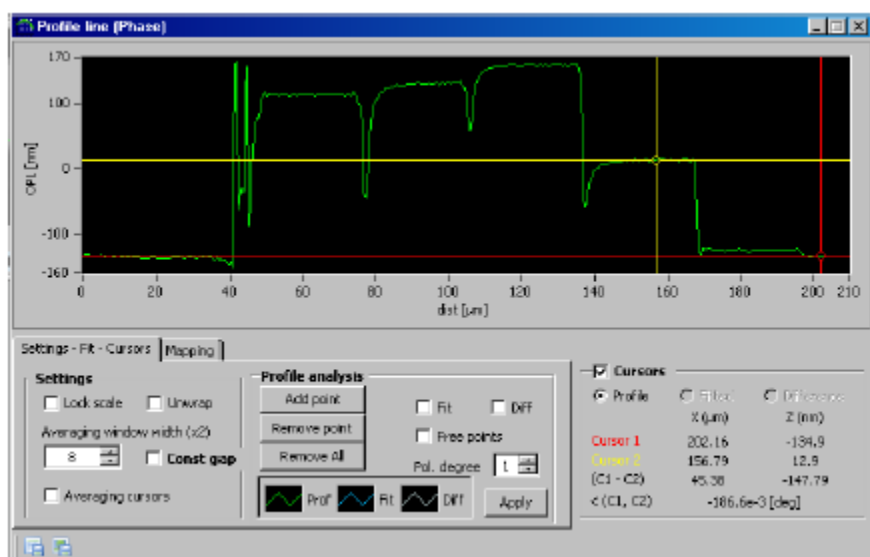
4. Включить интенсивностное и фазовое изображение «I» и «Ф».

5. С помощью боковых вращающихся ручек на пульте управления столом настроить фокус изображение (приблизительно 10 мм от линзы объектива)

6. В окне «фаза» минимизировать наклон поверхности образца с помощью инструмента Tilt/shape removal .


7. Указать нулевое положение высоты инструментом Phase offset .

8. С помощью инструмента Profile 1D  произвести измерения периода дифракционной решетки и высоту ее ступенек.



9. Для измерения соответствующих параметров необходимо

включить курсоры, поставив галочку в соответствующем пункте.

10. Получить 3D изображение нажав на кнопку Representation 3D  .
11. Сохранить все полученные изображения с помощью File → Save all windows.
12. Отвести стол в исходное положение.
13. Выключить генерацию лазеров.
14. Закрыть программу.

Библиографический список

1. Лэйт Э. и Упатниекс Ю., Фотографирование с помощью лазеров, «Успехи физических наук», 1965, т. 87, в. 3;
2. Сороко Л. М., Голография и интерференционная обработка информации, «Успехи физических наук», 1966, т. 90, в. 1;
3. Микаэлян А. Л., Голография, М., 1968; Гудмен Д., Введение в Фурье-оптику, пер. с англ., М., 1970.

Лабораторная работа 4

Практические приемы работы на ИК-Фурье спектрометре Nicolet is50 с помощью приставки НПВО

Цель работы: получение навыков работы на ИК-Фурье спектрометре, получение представлений о его устройстве и принципах работы, получение навыков интерпретации ИК спектров.

Принадлежности: ИК-Фурье спектрометр Nicolet iS50 с НПВО (ATR) приставкой, исследуемый образец (полиэтилен), программное обеспечение Omnic.

Теоретические сведения

Инфракрасная (ИК) спектроскопия используется в различных областях науки, и в каждой из них придается этому термину различный смысл. Для химика-аналитика это удобный метод решения таких задач, как, например, определение изомеров гексахлорциклогексана, качества парафина, смолы, полимера и т.д. Физику ИК-спектроскопия представляется методом исследования энергетических уровней в полупроводниках или определения межатомных расстояний в молекулах. Она может быть также полезна и при измерении температуры пламени ракетного двигателя. Для химика-органика это метод идентификации органических соединений, позволяющий выявлять функциональные группы в молекулах и следить за ходом химических реакций. Для биолога ИК-спектроскопия – метод изучения транспорта биологически активных веществ в живой ткани, ключ к структуре многих естественных антибиотиков и путь познания строения клетки. Физикохимику метод позволяет приблизиться к пониманию механизма гетерогенного катализа и кинетики сложных реакций. Он служит дополнительным источником информации при расшифровке структуры кристаллов. В этих и многих других областях знания ИК-спектроскопия служит мощным средством изучения вещества. Вероятно, справедливо будет отметить, что ИК-спектроскопия наиболее универсальна.

ИК-спектр поглощения, – вероятно, уникальное в своем роде физическое свойство. Не существует двух соединений, за исключением оптических изомеров, с различающимися структурами, но одинаковыми ИК-спектрами. В некоторых случаях, таких, как полимеры с близким молекулярным весом, различия могут быть практически не заметны, но они всегда есть. В большинстве случаев ИК-спектр является «отпечатком пальцев» молекулы, который легко отличим от спектров других молекул.

Кроме того что поглощение характеристично для отдельных групп атомов, его интенсивность прямо пропорциональна их концентрации. Таким образом, измерение интенсивности поглощения дает после простых вычислений количество данного компонента в образце.

По своим возможностям метод почти универсален. Образцы могут быть жидкими, твердыми или газообразными. Они могут быть органическими или неорганическими, хотя неорганические вещества иногда не дают хорошо выраженных спектров. В обычных условиях для ИК-излучения прозрачны только одноатомные газы и неполярные молекулы.

Другое ограничение заключается в том, что такой распространенный растворитель, как вода, имеет в ИК-области очень сильное поглощение и, кроме того, растворяет окна кювет, в качестве которых используют пластинки из кристаллов солей. Метод ИК-спектроскопии обычно не очень чувствителен к примесям, если они не превышают 1 %. Подобным же образом может огорчить и тот факт, что положения характеристических полос поглощения для многих групп различны при переходе от одной молекулы к другой, но это подтверждает индивидуальность спектра поглощения и дает больше для понимания структуры молекулы, чем если бы полосы были неизменны.

Спектр можно рассматривать как последовательное расположение электромагнитного излучения по длинам волн. Длины волн могут изменяться от 10^{-14} м до миллионов метров. Для удобства используются ангстрем (Å), равный 10^{-10} м, и микрометр (мкм), ранее называвшийся микроном (μ) и равный 10^{-6} м. В ИК-спектроскопии часто используется волновое число ν , которое связано с длиной волны λ соотношением ν (см⁻¹) = $(10^4/\lambda)$, где λ выражено в микрометрах. Для наглядности волновое число может быть представлено как число целых длин волн электромагнитного излучения в одном сантиметре. Волновое число прямо пропорционально энергии и частоте колебаний структурного элемента исследуемого соединения:

$$\sigma = \frac{f}{c} = \frac{E}{hc} = \frac{1}{\lambda} = \frac{\nu}{n},$$

где σ – волновое число в вакууме, f – частота, E – энергия, h – постоянная планка, λ – длина волны приведенная к вакууму, n – показатель преломления воздуха.

ИК-область обычно рассматривают, начиная с красного края видимого спектра, примерно с 14000 см⁻¹ (7000 Å, или 0,7 мкм), где глаз перестает воспринимать диспергированное излучение (таким образом, «инфра» значит «ниже красного»). Так называемая фундаментальная ИК-область начинается примерно с 3600 см⁻¹, или 2,8 мкм. Аналитически полезная область распространяется от 3600 см⁻¹ примерно до 300 см⁻¹, или 33 мкм.

Спектрометр на основе интерферометра имеет ряд важных преимуществ. Некоторые из них внутренне присущи самой конструкции, а другие обусловлены тем, что данные помещаются в цифровом виде. Принцип

конструкции довольно прост. Интерферометр состоит из фиксированного и подвижного зеркал и светоделителя. Источник ИК-излучения и приемник вместе с соответствующей оптикой образуют спектрометр.

Рассмотрим случай монохроматического источника. Половина излучения источника, отражаясь от полупрозрачного зеркала светоделителя, направляется на зеркало отражается и вновь через светоделитель попадает на приемник. Другая часть излучения проходит сквозь светоделитель к зеркалу отражающему его обратно к светоделителю, который частично отражает излучение на приемник. Когда оптические пути обоих плеч интерферометра равны, два пучка интерферируют с усилением амплитуды. Если зеркало смещено в каком-либо направлении на расстояние $\lambda/4$, то путь излучения в этом плече изменяется на $2\lambda/4$ или $\lambda/2$ и оба пучка, интерферируя, взаимно ослабляются. По мере движения зеркала на расстояние $\lambda/4$ периодически возникает интерференция с усилением или ослаблением излучения. Разница длин оптических путей двух плеч интерферометра называется разностью хода. В ИК-интерферометрах максимальная разность хода лежит обычно в пределах от 2 до 21 см. По мере движения зеркала приемник «видит» световой пучок, интенсивность которого меняется по косинусоидальному закону. Если $I(x)$ – интенсивность света, попадающего на приемник, x – смещение зеркала в сантиметрах, $B(\nu)$ – интенсивность источника как функция частоты ν в см^{-1} , то уравнение для сигнала имеет вид:

$$I(x) = B(\nu) \cos(2\pi x \nu).$$

Чтобы понять, как возникает интерферограмма и как происходит ее декодирование (расшифровка) при наличии полос поглощения, можно использовать сходные рассуждения. Предположим, что теперь из полихроматического источника вычитается одна частота (т. е. вводится полоса поглощения). Вдоль интерферограммы возникает обратная косинусоидальная волна с этой частотой. Вычитание второй частоты приведет к вычитанию второй косинусоидальной волны и т. д. Результирующая интерферограмма будет синтезирована из всех частот, за исключением тех, что поглощены образцом.

ИК-Фурье спектрометр Nicolet iS50 это уникальный прибор самого высокого исследовательского уровня "**research-grade**", который создан специально для специалистов академических лабораторий, университетов и исследовательских центров. По функциональным возможностям, техническим параметрам и одновременной простоте эксплуатации новому ИК-Фурье спектрометру Nicolet iS50 аналогов нет.

Органы управления и внутреннее устройство прибора представлены на рисунках 1 и 2.

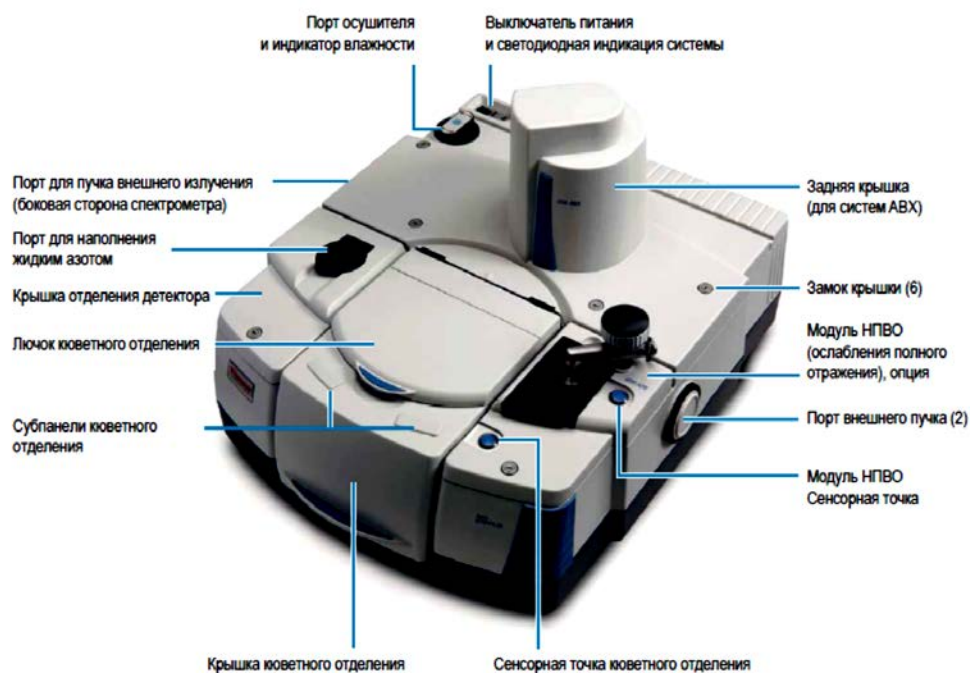


Рисунок 1 Органы управления ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS50

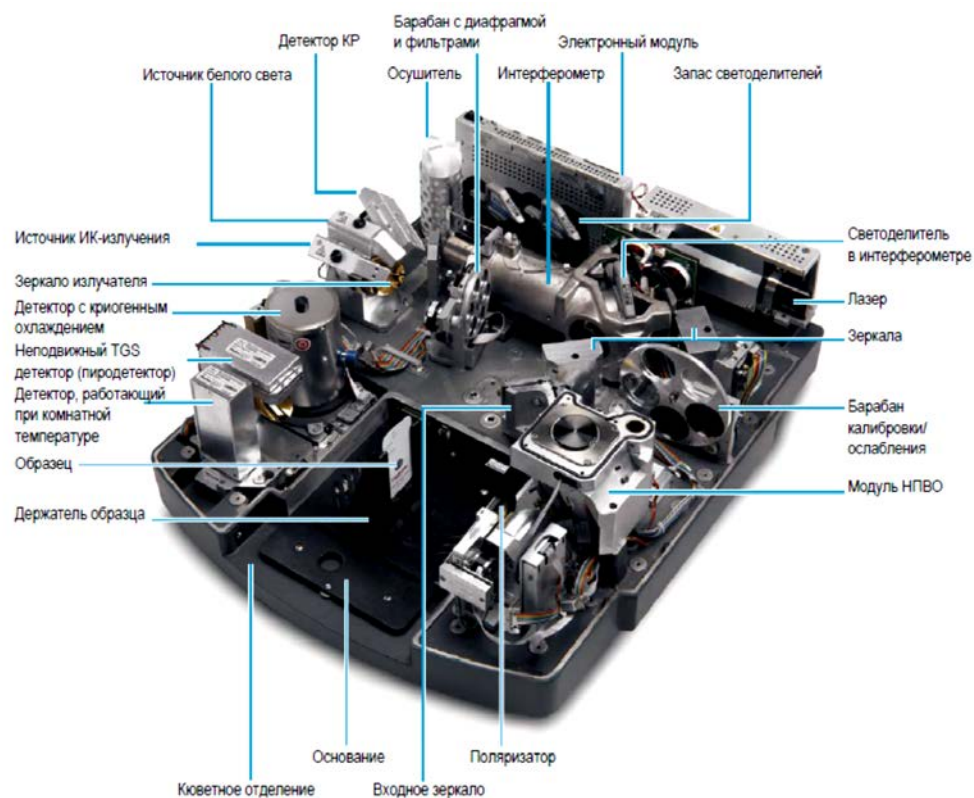


Рисунок 2 Внутреннее устройство ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS50

Данная модель спектрометра iS50 оснащена блоком автоматической смены светодетителей (АВХ) для изменения диапазона измерения спектров

(ближний NIR, средний MIR и дальний FIR) и модулем нарушенного полного внутреннего отражения НПВО (ATR) для проведения экспресс анализа жидких, твердых и порошкообразных образцов.

Порядок выполнения работы

I. Регистрация спектра

1. Проверьте параметры эксперимента, выбрав **Experiment Setup** в меню **Collect**.

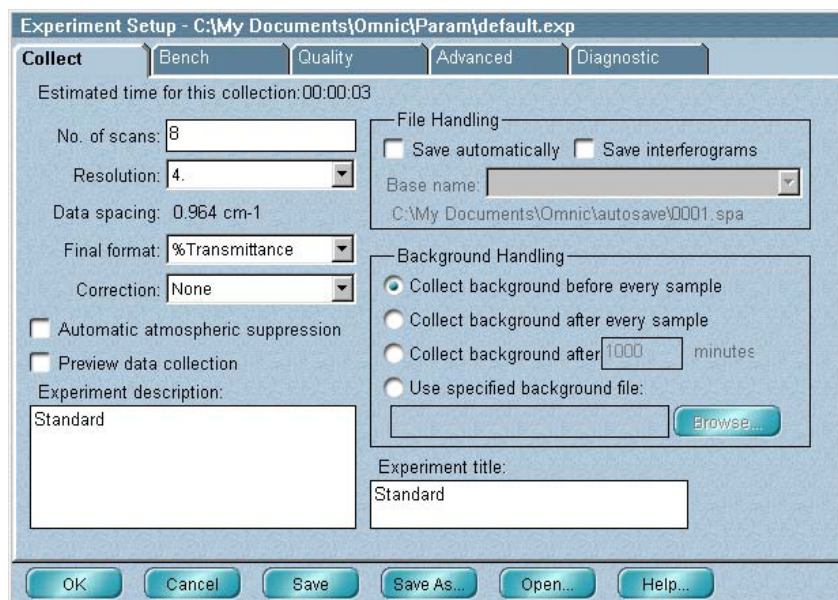


Рисунок 3. – Окно установок параметров эксперимента

Параметры сбора данных определяют, как программа **OMNIC** регистрирует фон и спектр образца. В указателе программы подсказки **OMNIC Help Topics** найдите “**experiment**” и обратитесь к разделу “**Using Experiment Setup**” для дополнительной информации.

Обратите внимание, что выбрана опция Регистрировать фон перед образцом (**Collect Background Before Every Sample**). Данная опция будет подсказывать Вам, что нужно регистрировать фон перед регистрацией образца.

Поле **File Handling** содержит опции для сохранения данных автоматически. Если опция Сохранять автоматически (**Save Automatically**) включена, то **OMNIC** сохраняет спектры немедленно после получения, при этом имена файлов будут такие же, как в поле **Base Name**, но с последовательным номером, имеющим до 4 цифр, и расширение SPA. Файлы будут сохраняться в директории, указанной под основным именем.

2. Выберите **OK**, чтобы закрыть диалоговое окно **Experiment Setup**. Теперь Вы готовы к регистрации спектра образца.

3. Нажмите на значок **Collect Sample** на панели инструментов



В появившемся диалоговом окне введите название образца. регистрируется перед образцом, то появится сообщение, в котором будет просьба подготовиться к регистрации спектра фона. (В зависимости от предыдущих действий, а также от других параметров, в диалоговом окне может быть напоминание, что нужно получить спектр фона).

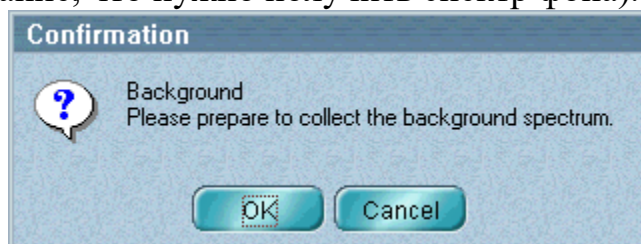


Рисунок 4 Окно предупреждение о необходимости измерения спектра сравнения

Спектр фона представляет собой отклик спектрометра и не содержит полос поглощения, связанных с образцом.

Далее система удалит данные фона из спектра образца, поделив спектр образца на спектр фона. Результирующий спектр образца будет содержать только полосы поглощения образца.

Поскольку окружающая среда (атмосфера) в приборе постоянно меняется, то важно регистрировать спектр фона постоянно. Система требует регистрировать фон, если не существует текущего спектра фона. Кроме того, Вы должны регистрировать фон каждый раз после изменения разрешения или спектрального диапазона. За исключением этих условий Вы можете регистрировать фон так часто, как Вы считаете нужным для Вашего анализа.

4. Нажмите **ОК** для начала регистрации фона. После получения спектра фона появится окно **Collect Background**.

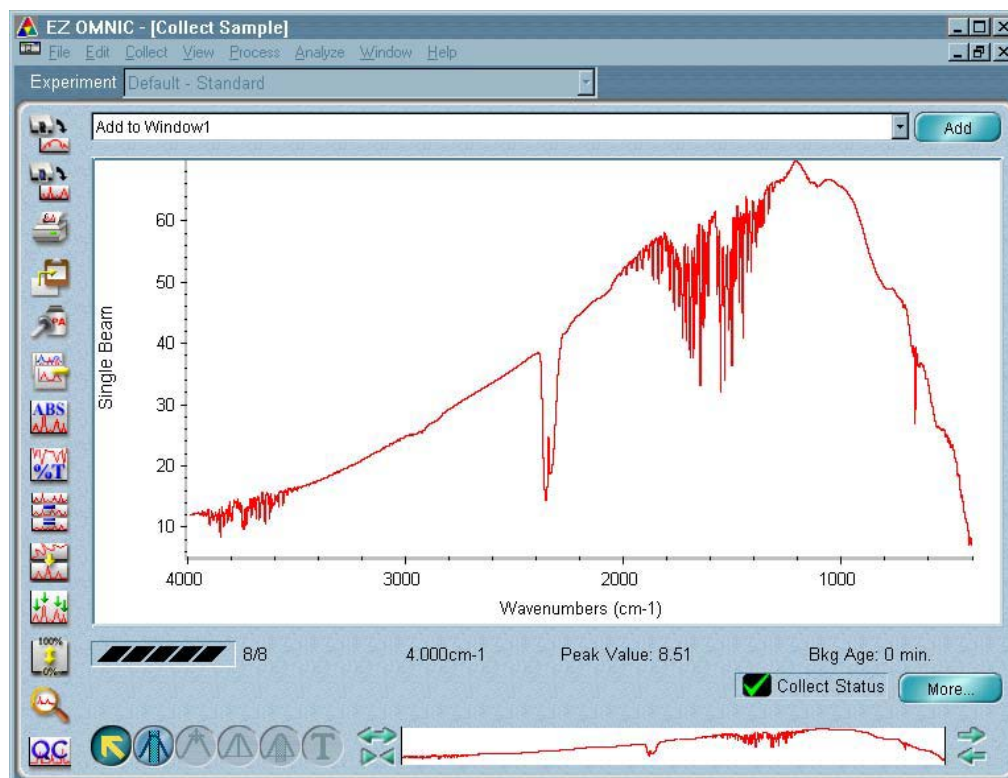


Рисунок 5 Спектр сравнения (фона)

Спектр фона может отличаться в зависимости от количества водяных паров и углекислого газа в кюветном отделении. Это зависит от атмосферных условий в лаборатории и продувки прибора.

Затем прибор попросит Вас подготовиться к регистрации спектра образца. Прижмите исследуемый образец к кристаллу приставки НПВО (ATR).

5. Нажмите **ОК** для начала регистрации спектра. Процесс накопления данных отражается на шкале над палитрой инструментов в нижней части экрана. Индикатор **Collect Status** показывает качество получаемых данных. Если индикатор зеленого цвета, то спектр соответствует всем установленным критериям качества спектра. Для информации о критериях качества найдите “**quality checks**” в указателе **OMNIC Help** и обратитесь к разделу “**Quality checks**” после завершения сбора данных. Если возникает проблема с накоплением данных и при этом заданы один или более критериев качества, то индикатор **Collect Status** может измениться. Если индикатор желтый, то спектр не проходит по критерию качества (измеряемое значение выходит за пределы указанного диапазона), но это не является серьезной проблемой. Если индикатор красного цвета, то существует серьезная проблема с качеством спектра. После решения проблемы, вновь начните регистрацию спектра. Для просмотра информации о данных, включая возникшие проблемы, щелкните по клавише **View Collect Status**, как описано ниже. После получения спектра образца появится

следующее сообщение, спрашивающее добавить ли спектр в спектральное окно:

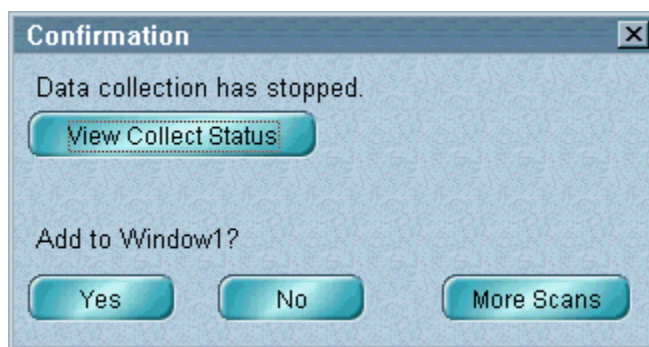


Рисунок 6 Окно дальнейших действий с измеренным спектром

6. Выберите Yes для добавления спектра в спектральное окно.

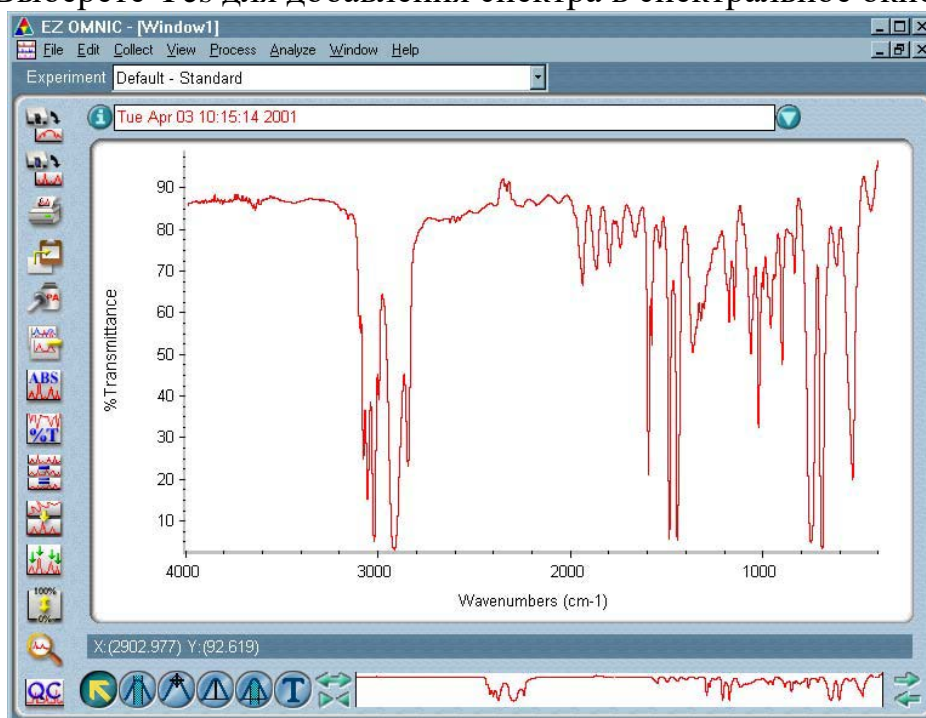


Рисунок 7 Измеренный спектр

При выборе **No** процедура будет завершена без сохранения данных. Выбор **More Scans** вернет Вас в окно **Collect Sample**, что позволит добавить число сканирований с помощью клавиши **More**.

II. Сохранение спектра

1. Выберите **Save** в меню **File**. Появится диалоговое окно **Save As**, в которое необходимо ввести имя файла для спектра.

2. Введите желаемое имя файла после указания каталога в поле **File Name**. Или нажмите «**имя по названию спектра**»

3. Выберите **OK**. После сохранения спектра Вы можете его открыть, используя опцию **Open** в меню **File**. В программе **OMNIC Help**

Topics найдите в указателе “**spectrum**” и обратитесь к разделу “**Opening spectra**” для получения дополнительной информации.

III. Идентификация вещества с помощью баз данных

Если Вам неизвестен состав образца, Вы можете провести идентификацию с помощью поиска по спектральной библиотеке, которая содержит спектры известных веществ. Выполните следующее:

1. Выберите **Library Setup** в меню **Analyze**. Появится диалоговое окно **Library Setup** с закладкой **Search Libraries**.

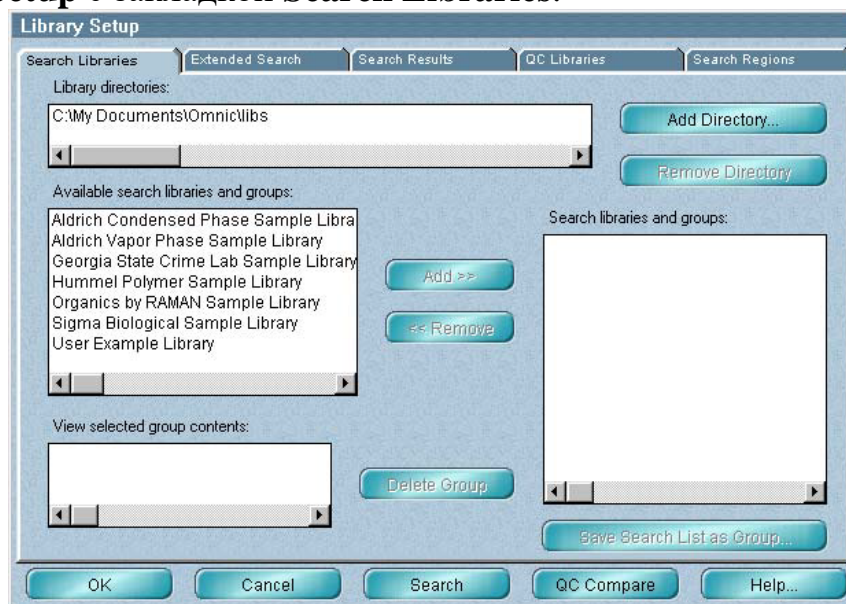


Рисунок 8 Окно работы с библиотеками спектров

2. Добавьте библиотеки в окно **Search Libraries And Groups**. Библиотеки, перечисленные в поле **Search Libraries And Groups**, это библиотеки, с которыми будет сравниваться Ваш спектр. Щелкните по библиотеке, которую Вы хотите добавить, и затем щелкните по клавише **Add**, чтобы добавить библиотеку в поле **Search Libraries And Groups**.

3. Щелкните по вкладке **Search**, и затем выберите **Use Search Expert**.

4. Выберите **Search** в диалоговом окне **Library Setup**.

Вы также можете закрыть диалоговое окно **Library Setup** и начать поиск по библиотеке в любое время, щелкнув по клавише **Search** на панели инструментов (или выбрав **Search** в меню **Analyze**).

Если начата операция поиска по библиотеке, то появляется окно **Search**. Внизу окна появляется шкала, которая показывает процесс поиска.

После завершения поиска в верхней части окна появляется спектр образца и спектр с наилучшим соответствием образцу. Комментарии к результатам поиска появляются в нижней части окна.



Рисунок 9 Сравнение измеренного спектра с библиотечными

5. Закройте окно **Search**, выбрав **Close**.

В указателе программы **OMNIC Help** найдите “**library, searching**” и обратитесь к разделу “**Searching a spectral library**” для получения более подробной информации о поиске по спектральным библиотекам.

Контрольные вопросы

1. Что является основой современного ИК-Фурье спектрометра?
2. Для чего необходима система блоком автоматической смены светоделителей (АВХ)?
3. Для чего необходим спектр сравнения?
4. В каких единицах измеряются волновые числа?

Библиографический список

1. **Смит А.** Прикладная ИК-спектроскопия: Пер. с англ. – М.: Мир, 1982. – 328 с.
2. **Б.Н. Тарасевич** ИК спектроскопия с преобразованием Фурье// Пособие к спецпрактикуму по физико-химическим методам для студентов-дипломников кафедры органической химии: М.: МГУ, 2002. – 20 с.
3. **Н.А. Дель Фанти, Б.Н. Тарасевич** Инфракрасная спектроскопия полимеров//Thermo Fisher Scientific Inc. 2008. – 231 с.