

3. Исследование поверхности твердых тел методом атомно-силовой микроскопии в неконтактном режиме

Содержание

3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ В НЕКОНТАКТНОМ РЕЖИМЕ	3-1
3.1. Цели работы	3-2
3.2. Информация для преподавателя	3-2
3.3. Содержание работы	3-2
3.4. Методические указания	3-14
3.5. Техника безопасности	3-14
3.6. Задание	3-14
3.7. Контрольные вопросы	3-16
3.8. Литература	3-16

Лабораторная работа была разработана Нижегородским Государственным Университетом им. Н.И. Лобачевского

3.1. Цели работы

1. Изучение основ сканирующей атомно-силовой микроскопии и принципов работы атомно-силового микроскопа в неконтактном режиме;
2. Определение основных параметров датчика силового взаимодействия прибора NanoEducator и параметров СЗМ эксперимента;
3. Получение топографии поверхности и фазового контраста исследуемого образца.

3.2. Информация для преподавателя¹

Измерение параметров датчика силового взаимодействия, получение АСМ изображения и обработка экспериментальных данных выполняется каждым студентом индивидуально. Практическая часть работы выполняется на одном занятии и занимает 4 часа.

Образец для исследования: фрагмент компакт-диска со снятым защитным слоем или любой другой по выбору преподавателя.

До начала работы необходимо подобрать зонды для каждого студента, измерить параметры датчика силового взаимодействия, измерить зависимость амплитуды колебаний зонда от расстояния зонд-образец, и получить изображение поверхности исследуемого образца на одном из приборов.

3.3. Содержание работы

Определение основных параметров датчика силового взаимодействия (резонансная частота зонда, добротность зондового датчика).

Выполнение спектроскопии (измерение зависимости силы взаимодействия (амплитуды колебаний зонда) от расстояния зонд-образец);

Получение топографии поверхности и фазового контраста исследуемого образца.

Основы сканирующей атомно-силовой микроскопии

Основной недостаток сканирующей туннельной микроскопии – возможность исследования только проводящих образцов – был преодолен в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйттом и Кристофером Гербером с созданием атомно-силового микроскопа (АСМ) [Лит. 3-1]. Принцип действия АСМ основан на использовании сил атомных связей, действующих между атомами вещества. Аналогичные силы действуют и между любыми сближающимися телами. В атомно-силовом микроскопе такими телами служат исследуемая поверхность и скользящее над нею острие.

¹ Прибор NanoEducator полноценно работает только в учетной записи пользователя «Администратор компьютера».

При приближении зонда к образцу он сначала притягивается к поверхности благодаря наличию наиболее дальнедействующих сил Ван-дер-Ваальса. Силы Ван-дер-Ваальса [Лит. 3-2] обусловлены тем, что нейтральный изотропный атом может поляризоваться под влиянием электрического поля. Причем даже два нейтральных атома индуцируют друг в друге малые дипольные электрические моменты, когда они находятся достаточно близко друг от друга, т.е. так, что движение электронов в электронных оболочках соседних атомах не претерпевает радикального изменения, а только испытывает слабое возмущение (Рис. 3-1 а). Так как притяжение более близких друг к другу противоположных зарядов увеличивается при сближении сильнее, чем отталкивание далеких одноименных зарядов, то результатом будет притяжение атомов друг к другу.

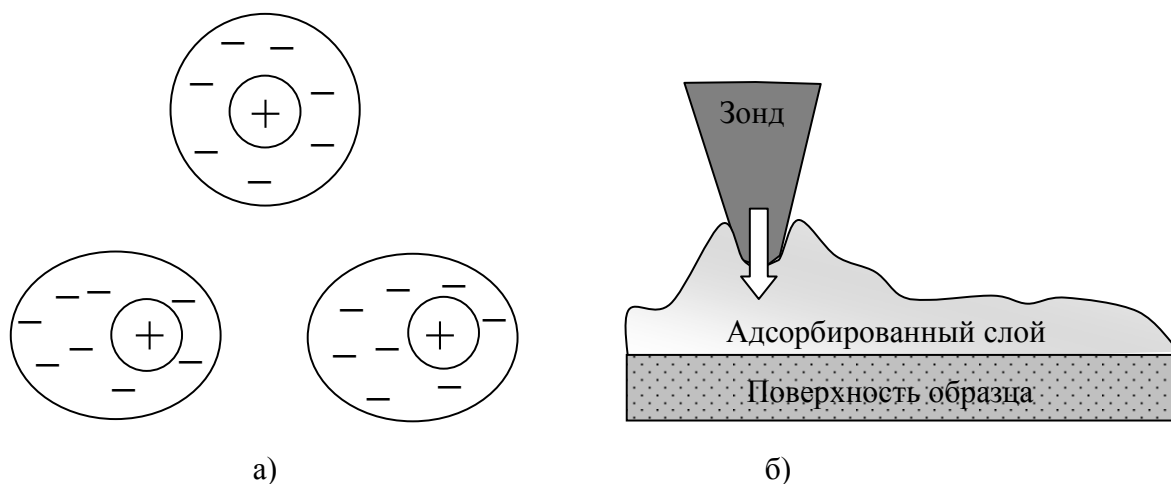


Рис. 3-1. а) – притяжение двух атомов благодаря силам Ван-дер-Ваальса, б) – притяжение зонда к поверхности за счет капиллярных сил.

Если на поверхности образца имеется адсорбированный слой, то при соприкосновении зонда с его поверхностью возникает притяжение за счет капиллярных сил. Притягивающие силы могут быть обусловлены так же электростатическим взаимодействием.

При дальнейшем уменьшении расстояния возникают силы отталкивания. Когда расстояние между зондом и образцом станет меньше среднего межатомного расстояния, то начнется перекрытие электронных оболочек ближайших атомов, в результате чего электроны первого атома стремятся частично занять состояния второго. В результате действия принципа запрета Паули они вынуждены занимать состояния с более высокой энергией. Увеличение энергии системы двух взаимодействующих атомов приводит к появлению отталкивающей силы.

При еще большем сближении атомов доминирующей становится кулоновская сила отталкивания ядер.

В общем виде зависимость силы межатомного взаимодействия F от расстояния между атомами R имеет вид:

$$F(R) = -\frac{a}{R^m} + \frac{b}{R^n}. \quad (1)$$

Константы a и b и показатели степени m и n зависят от сорта атомов и типа химических связей. Для притягивающих сил Ван-дер-Ваальса $m=7$, для кулоновской силы $n \approx 2$. Качественно зависимость $F(R)$ показана на Рис. 3-2.

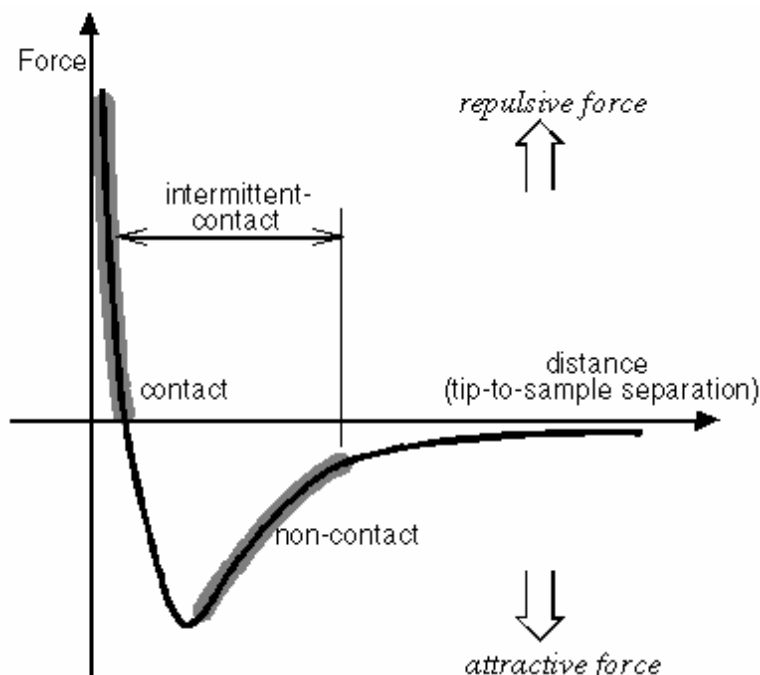


Рис. 3-2. Зависимость силы F взаимодействия между атомами от расстояния R

В зависимости от знака силы, действующей между зондом и образцом, различают контактный, неконтактный и прерывисто-контактный («полуконтактный») способы проведения силовой микроскопии. Использование контактного способа предполагает, что зонд упирается в образец и находится в области действия сил отталкивания. При использовании неконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия дальнедействующих притягивающих сил. В «полуконтактном» режиме зонд частично касается поверхности, находясь попеременно как в области притяжения, так и в области отталкивания.

Перечисленные способы измерений обладают определенными достоинствами и недостатками. Контактный способ измерений наиболее удобен с точки зрения детектирования силового взаимодействия, т.к. величины сил отталкивания в области контакта могут значительно превышать величины сил притяжения. Однако при его использовании существует опасность возникновения нарушений структуры поверхности образца и быстрого износа или даже поломки зонда. При бесконтактном способе измерений разрушение образца отсутствует, однако малы измеряемые сигналы. Поэтому наиболее часто для визуализации различных свойств поверхности в силовой микроскопии используется «полуконтактный» способ детектирования взаимодействия. При этом вследствие кратковременности контакта воздействие зонда на поверхность минимально, а измеряемые сигналы достаточны для их надежного детектирования. Дополнительным преимуществом «полуконтактного» способа является отсутствие сдвиговой составляющей силы воздействия на исследуемую поверхность, что существенно уменьшает искажения получаемых изображений.

Традиционным датчиком силового взаимодействия является упругая микробалка, консоль или кантилевер (от англ. cantilever – консоль). Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли V- или I-образной

формы (Рис. 3-3 а и Рис. 3-3 б) изготавливаются, в основном, из тонких слоев легированного кремния, SiO_2 или Si_3N_4 . Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании – держателе. На другом конце консоли располагается собственно зонд в виде острой иглы. Радиус закругления современных АСМ зондов составляет $1 \div 50$ нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления.

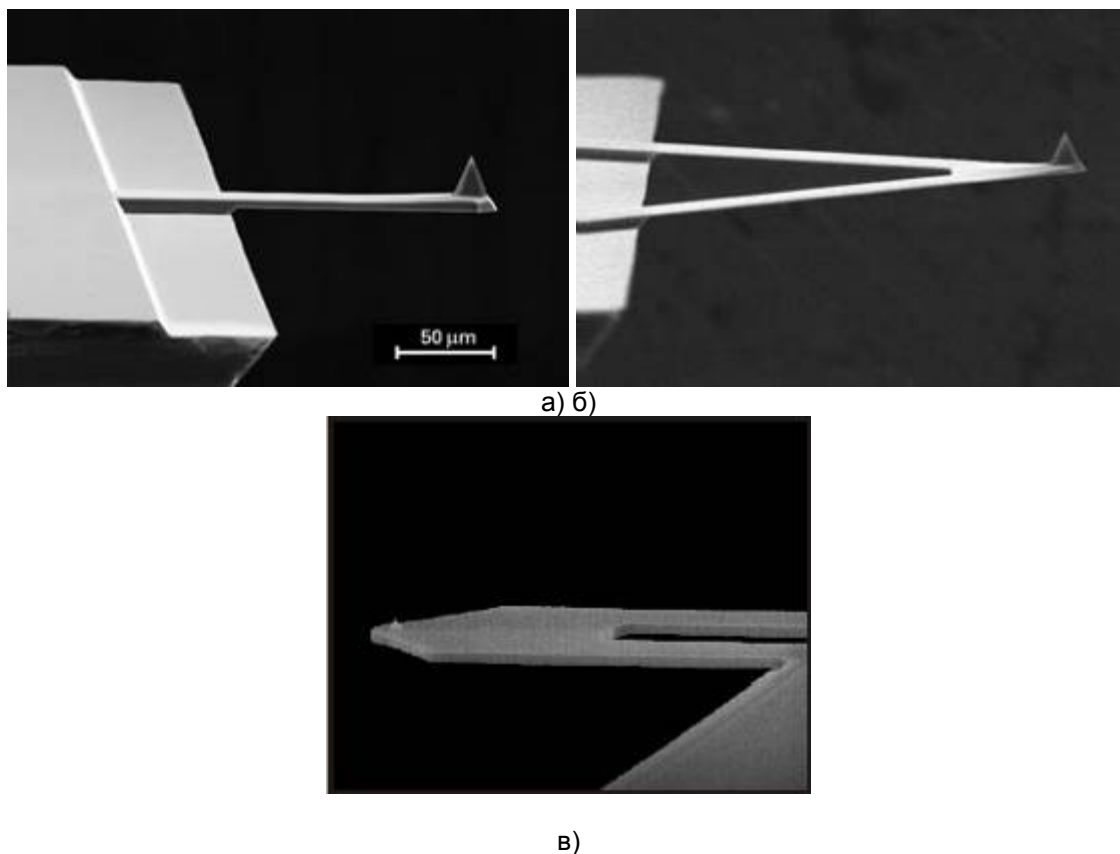


Рис. 3-3. Электронно-микроскопическое изображение:
 а) – I-образного кантилевера,
 б) – V-образного кантилевера,
 в) – контактного пьезолевера.

Контактный режим работы АСМ

В этом режиме работы взаимодействие зонда и образца осуществляется в области действия сил отталкивания. Обычно в контактном режиме используются тонкопленочные V-образные кантилеверы из Si_3N_4 с пирамидальными зондами (Рис. 3-3 а). Кантилеверы имеют упругую константу $k=0.03 \div 1$ Н/м.

Сила F , действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу кантилевера x , соотношение между которыми определяется законом Гука:

$$F = -kx. \quad (2)$$

Величина изгиба регистрируется, как правило, с помощью оптической системы (Рис. 3-4), состоящей из полупроводникового лазера и четырехсекционного (квадрантного) фотодиода. Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение лазера фокусировалось на конце кантилевера, а отраженный луч попадал в центр фотодетектора. При изгибе кантилевера под действием контактных сил отраженный от него луч лазера смещается относительно центра фотодетектора. Таким образом,

отклонение кантилевера может быть определено по относительному изменению освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора. На таком оптическом датчике взаимодействия сейчас основано действие большинства современных зондовых микроскопов.

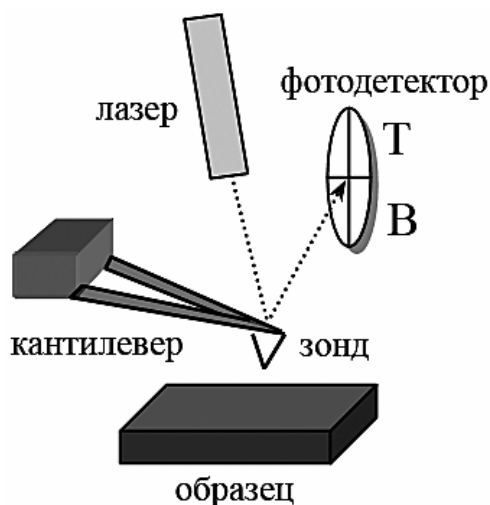


Рис. 3-4. Схема силового сенсора

Наряду с использованием стандартного оптического датчика для регистрации сил взаимодействия зонд-образец, существует возможность применения пьезорезистивных кантилеверов (пъезолеверов) (Рис. 3-3 в) [Лит. 3-3].

Применение пьезолеверов основано на использовании пьезорезистивного эффекта, заключающегося в изменении объемного электросопротивления при приложении механического напряжения. Кремний наряду с тем, что традиционно используется для производства кантилеверов, обладает так же и сильным пьезорезистивным эффектом. Принцип действия пьезолевера прост – при изгибе кантилевера возникают сильные механические напряжения, что приводит к изменению электросопротивления резистивного слоя. В качестве пьезорезистивного материала используют сформированные ионной имплантацией области аморфного кремния на поверхности кантилевера. Конструкция пьезорезистивного кантилевера показана на Рис. 3-5. Форма кантилевера позволяет электрическому току протекать по плечам кантилевера, подвергающимся наибольшей механической деформации. Кантилевер электрически изолирован от подложки тонким слоем диоксида кремния. Очень важно, чтобы слой резистивного элемента был как можно более тонким, чтобы обеспечить протекание тока в области наибольшего изгиба кантилевера.

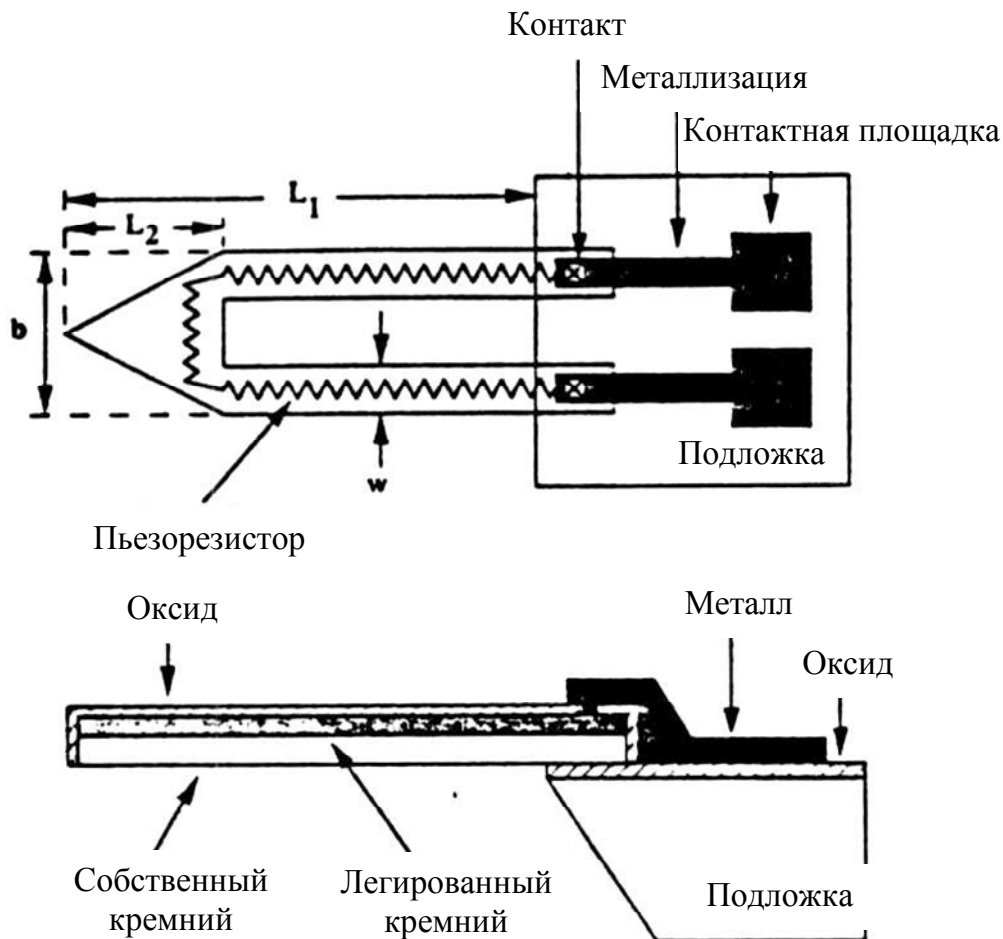


Рис. 3-5. Конструкция пьезорезистивного кантилевера (пьезолевера)

На Рис. 3-6 показана схема АСМ сенсора с пьезорезистивным элементом. Два контакта пьезолевера подключаются в схему моста Уинстона, что позволяет непосредственно по изменению электросопротивления измерять изгиб кантилевера.

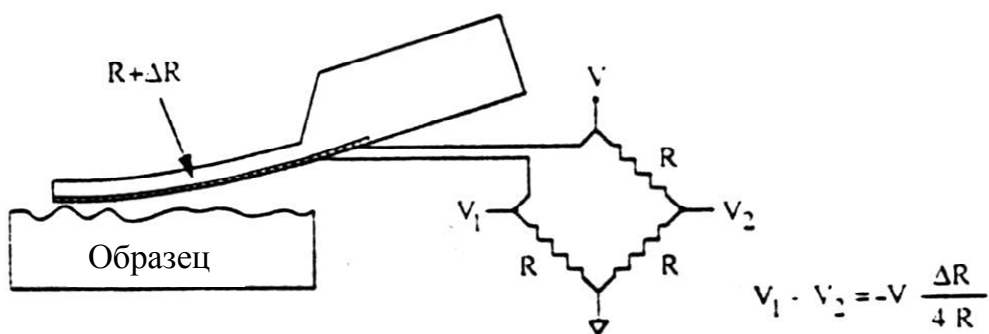


Рис. 3-6. Схема АСМ сенсора с пьезолевером

Важнейшее преимущество пьезолеверов – это простота настройки прибора. Если настройка оптического датчика требует точного подвода лазерного луча на кончик кантилевера и балансировки фотодетектора, т.е. прецизионной юстировки, то в случае использования пьезолеверов работа прибора возможна сразу после установки пьезолевера.

Неконтактный режим работы АСМ

В этом режиме работы зонд находится достаточно далеко от поверхности образца в области действия сил притяжения. Обычно в контактом режиме используются жесткие I-образные кремниевые кантилеверы с цилиндрическими зондами (Рис. 3-3 б). Кантилеверы имеют упругую константу $k=10\div 100$ Н/м.

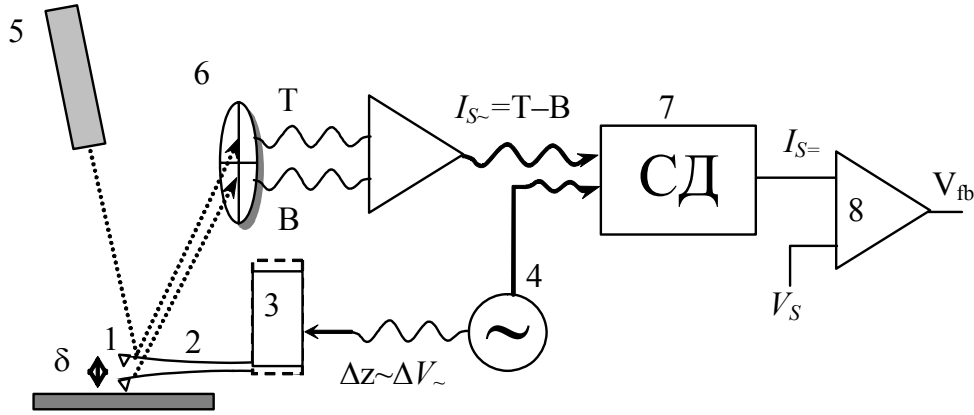


Рис. 3-7. Схема сканирующего атомно-силового микроскопа (неконтактный режим работы). Обозначения: 1 – зонд; 2 – кантилевер; 3 – пьезовибратор; 4 – генератор переменного напряжения; 5 – полупроводниковый лазер; 6 – квадрантный фотодетектор; 7 – синхронный детектор; 8 – компаратор

Силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил, поэтому для их детектирования обычно используется модуляционная методика. Для этого на пьезовибратор, на котором укреплен кантилевер с зондом, прикладывается переменное напряжение (Рис. 3-7), которое вызывает изменение его геометрических размеров. Частоту переменного напряжения выбирают равной собственной частоте колебаний кантилевера. Вследствие этого кантилевер колеблется над образцом с резонансной частотой ω_0 :

$$\omega_0 \sim \sqrt{\frac{k}{m}}, \quad (3)$$

где m – масса системы зонд-кантилевер.

Уравнение, описывающее движение зонда при малой амплитуде колебаний имеет вид:

$$\frac{d^2z}{dt^2} + \frac{\omega_0}{Q} \cdot \frac{dz}{dt} + \omega_0^2(z - z_0) = \Delta z \omega_0^2 \cos(\omega t), \quad (4)$$

где ω – частота вынуждающих колебаний пьезодрайвера, z_0 – расстояние зонд-образец при нулевой амплитуде колебаний, $z(t)$ – расстояние зонд-образец в момент времени t , Δz – амплитуда вынуждающих колебаний (закрепленного на пьезовибраторе конца кантилевера), амплитуда возбуждения, Q – безразмерная величина – добротность, зависящая от колебательной системы и условий внешней среды (воздух, жидкость или вакуум). Величина Q связана с характерным временем затухания τ соотношением:

$$2Q = \omega_0 \cdot \tau. \quad (5)$$

Вынужденные колебания образуются из двух различных типов колебаний – переходного процесса и стационарного колебания. Переходный процесс является общим решением уравнения (4) при $\Delta z=0$; он затухает с течением времени и интереса не представляет. Стационарное колебание представляет собой чисто гармоническое колебание с частотой ω и амплитудой возбуждения $\Delta z \neq 0$.

Амплитуда стационарных колебаний зонда равна:

$$\delta = \Delta z \sqrt{\frac{Q^2 \omega_0^4}{\omega_0^2 \omega^2 + Q^2 (\omega_0^2 - \omega^2)^2}}. \quad (6)$$

Сдвиг фазы φ колебаний свободного конца кантилевера относительно закрепленного определяется выражением:

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{1}{Q} \cdot \frac{\omega \cdot \omega_0}{\omega_0^2 - \omega^2}. \quad (7)$$

Приближение зонда к поверхности образца приводит к возникновению силы взаимодействия между ними, что эквивалентно увеличению массы зонда. Это приводит к смещению амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) и фазо-частотной характеристики (ФЧХ) колебаний кантилевера влево по сравнению с измеренными вдали от поверхности (Рис. 3-8).

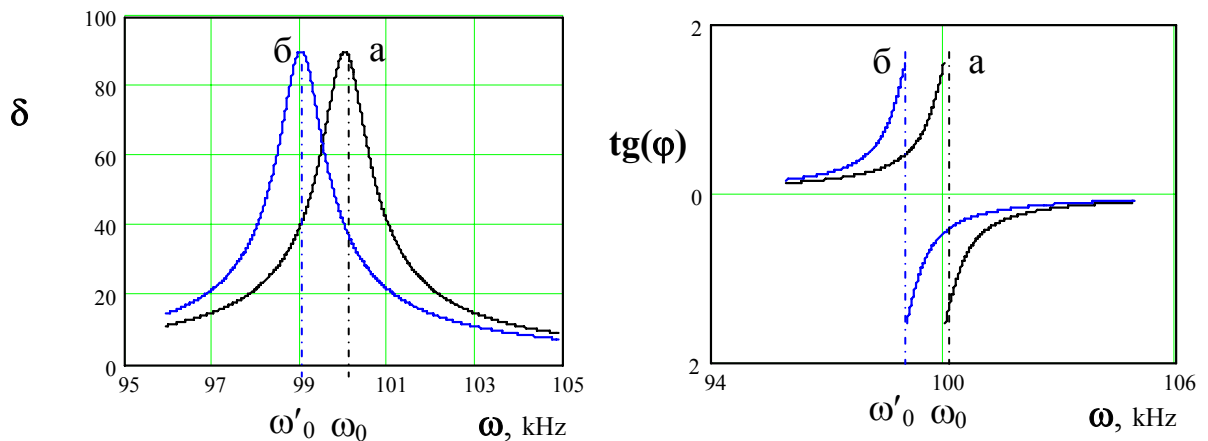


Рис. 3-8. Зависимость амплитуды δ и фазы φ колебаний зонда вдали от поверхности (а) и при приближении к поверхности образца (б)

Резонансная частота колебаний кантилевера изменяется при изменении градиента силы $\partial F / \partial z$ (при приближении зонда к поверхности) по сравнению со свободно резонирующим кантилевером (вдали от поверхности) в соответствии с выражением:

$$\omega'_0 = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{k} \frac{\partial F}{\partial z}}. \quad (8)$$

Так как частота вынуждающих колебаний кантилевера поддерживается постоянной и равной ω_0 в свободном состоянии, то, при приближении зонда к поверхности, амплитуда колебаний свободного конца кантилевера уменьшается. Эта амплитуда колебаний регистрируется с помощью оптической системы и может быть определена по относительному изменению переменной освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора. Далее с помощью синхронного детектора выделяется постоянный сигнал, согласованный с синхросигналом от генератора напряжений (см. Рис. 3-7).

Компаратор сравнивает текущий сигнал в цепи сенсора с изначально заданным V_S (характеризует уровень силы, на котором зонд удерживается от поверхности образца) и, при его отклонении, вырабатывает корректирующий сигнал V_{fb} . Взаимодействие зонда с образцом поддерживается постоянным за счет приближения и отвода зонда от поверхности системой обратной связи, управляющей Z-пьезоприводом таким образом, чтобы сила взаимодействия между зондом и образцом (а как следствие и амплитуда колебаний зонда) была постоянной (режим постоянной силы). Сигнал о высоте z в каждой точке изображения (x, y) берется из канала Z-пьезопривода.

Поскольку в неконтактном режиме нет физического контакта с образцом, сила взаимодействия между зондом и образцом очень мала, этот режим более подходит для сканирования с высоким разрешением мягких и "липких" образцов (полимеров) или слишком твердых образцов.

Фазовый контраст

Если отдельные участки поверхности имеют различные свойства, то изображение будет иметь дополнительный контраст, зависящий от природы материала на отдельных участках. Он проявляется в изменении фазы колебаний зонда, в то время как амплитуда колебаний отражает топографию поверхности. Поскольку детектирование фазы колебаний возможно одновременно с получением топографии поверхности при амплитудном детектировании положения зонда в обратной связи, то из сравнения амплитудного и фазового изображений возможно получить информацию о фазовом составе образца (так называемый фазовый контраст, Рис. 3-9).

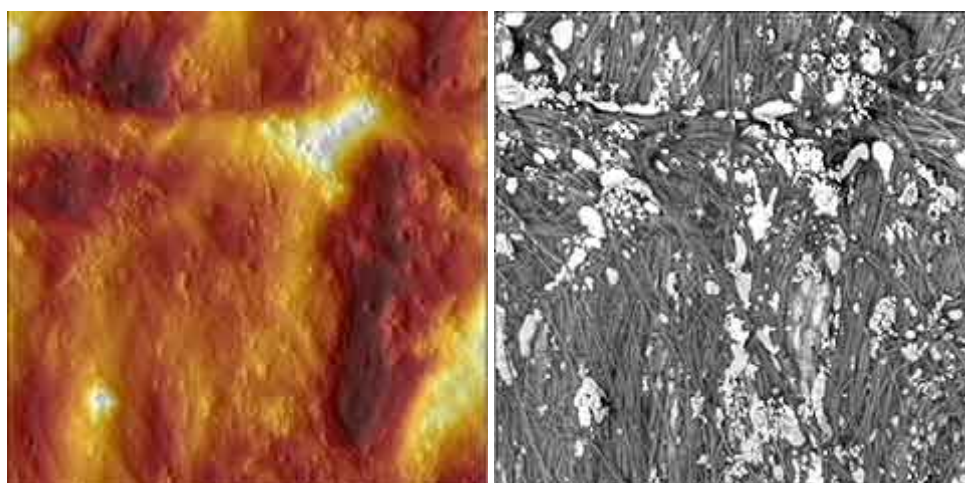


Рис. 3-9. Топография (слева) и фазовое изображение (справа) поверхности трехкомпонентной системы полимеров. Размер скана – 5×5 мкм

Конструкция и принцип действия датчика силового взаимодействия сканирующего зондового микроскопа NanoEducator

Датчик силового взаимодействия прибора NanoEducator выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной $l=7$ мм, диаметром $d=1,2$ мм и толщиной стенки $h=0,25$ мм, жестко закрепленной с одного конца. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода. К свободному концу трубки прикреплена вольфрамовая проволока диаметром 100 мкм (Рис. 3-10). Свободный конец проволоки, использующейся в качестве зонда, заточен электрохимически, радиус закругления имеет величину $0.2 \div 0.05$ мкм. Зонд имеет электрический контакт с внутренним электродом трубки, соединенным с заземленным корпусом прибора.

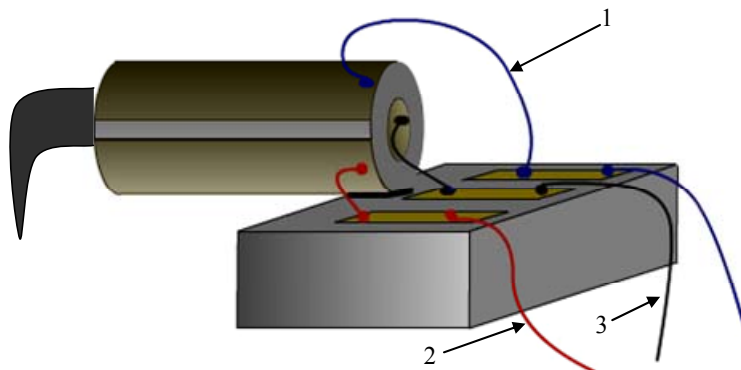


Рис. 3-10. Конструкция датчика силового взаимодействия прибора NanoEducator
(1) Синий провод – генератор; (2) красный провод – датчик; (3) черный провод – общий

Одна часть пьезоэлектрической трубки используется как пьезовибратор, а другая – как датчик механических колебаний. К пьезовибратору подводится переменное электрическое напряжение с частотой, равной резонансной частоте силового датчика (Рис. 3-11). В процессе колебаний зонда на второй части пьезоэлемента (датчике колебаний) возникает переменное электрическое напряжение, пропорциональное смещению зонда, которое и измеряется прибором.

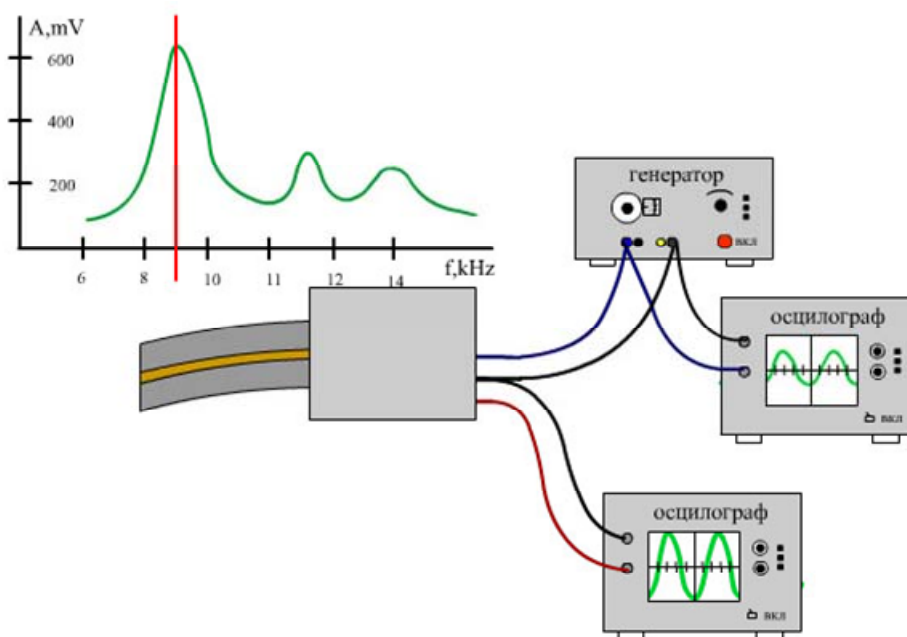


Рис. 3-11. Принцип работы пьезоэлектрической трубки в качестве датчика силового взаимодействия

Выполнение спектроскопии

Режим **Спектроскопия (Spectroscopy)** позволяет получить зависимость амплитуды колебаний зонда (**Oscillation Amplitude**) от расстояния между зондом и образцом. Спектроскопия может выполняться как в одной точке образца (точке, соответствующей текущему положению зонда в координатах (X,Y)), а также в точках, указанных на полученном при сканировании изображении поверхности образца. Спектроскопия позволяет выбрать оптимальную для данного измерения величину подавления амплитуды колебаний зонда (параметр **Amplitude Suppression**) и оценить величину амплитуды колебаний зонда при отсутствии взаимодействия.

Интерфейс режима **Спектроскопия (Spectroscopy)** позволяет контролировать и изменять следующие параметры (Рис. 3-12):

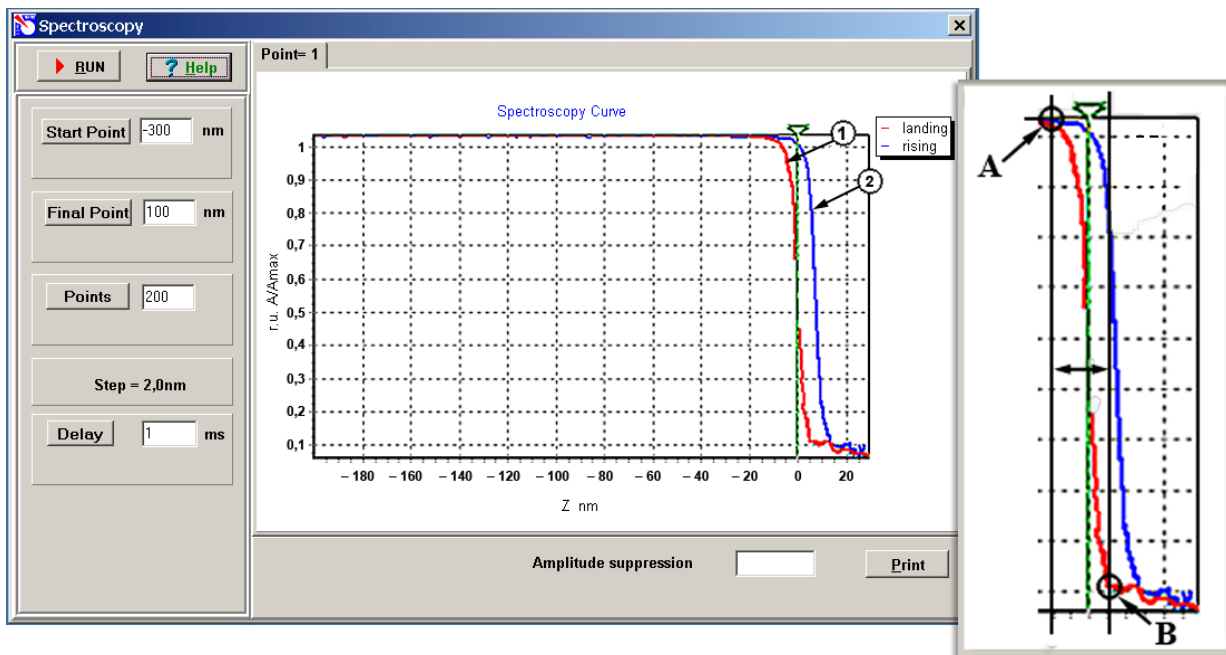


Рис. 3-12. Окно режима Spectroscopy
 1 – кривая, полученная при приближении зонда к образцу;
 2 – кривая, полученная при отдалении зонда от образца

- а) Начальное положение зонда в нм (**Start Point**). Эта величина должна быть отрицательна, т.к. в соответствии с исполняемым алгоритмом зонд перед началом измерений отводится от образца на расстояние **Start Point**.
- б) Конечное положение зонда в нм (**Final Point**). Эта величина определяет конечное положение зонда. Если заданная по умолчанию максимальная величина подавления амплитуды колебаний зонда (70%) достигается раньше заданного конечного положения, то зонд останавливается. Для изменения максимальной величины подавления амплитуды колебаний зонда следует нажать <Ctrl+V> и изменить параметр **Suppression**.
- в) Количество точек, в которых проводится измерение амплитуды колебаний зонда (**Points**).
- г) Задержка между шагами при движении зонда в мс (**Delay**).

Алгоритм измерения кривой спектроскопии в данной точке (X,Y) образца производит следующие действия:

1. Отключается следящая система.
2. Зонд отводится от образца на расстояние, определенное параметром **Start Point**.
3. Зонд приближается к образцу с шагом **Step** путем подачи напряжения на сканер по оси Z. Всего зонд проходит количество шагов, задаваемое параметром **Points**, и на каждом шаге производится измерение относительной амплитуды колебаний зонда (**Oscillation Amplitude**).
4. Затем производятся измерения относительной амплитуды в тех же точках, но при движении зонда в обратном направлении (при удалении зонда от образца).

Результат измерений представляется на графике, состоящем из двух кривых (Рис. 3-12):

- при приближении зонда к образцу.
- при отдалении зонда от образца.

По оси абсцисс на графике отложены величины перемещения зонда в направлении Z. Нулевое значение абсциссы соответствует начальному положению зонда (расстояние между зондом и образцом в обратной связи). Это положение отмечено зеленым вертикальным курсором.

Отрицательные значения по оси абсцисс на графике окна **Spectroscopy** соответствуют изменениям расстояния зонд-образец при отдалении зонда от образца, а положительные – изменениям расстояния зонд-образец при приближении зонда к образцу.

Точка А соответствует появлению взаимодействия между зондом и образцом в результате их сближения. Начиная с этой точки, при дальнейшем сближении, амплитуда колебаний зонда уменьшается до полного затухания колебаний (точка В). Участок кривой правее точки В соответствует колебаниям пьезодатчика, при которых зонд находится в полном механическом контакте с поверхностью образца. Положение точки В определяется наклоном кривой.

Проекция на ось абсцисс расстояния от точки А до точки В показывает величину зазора между зондом и образцом при захваченном взаимодействии. Проекция всего наклонного участка кривой на ось абсцисс показывает величину колебаний при отсутствии взаимодействия между зондом и образцом в нм.

Выполнение режима **Spectroscopy** в точке, в которой зонд находится в данный момент, осуществляется при нажатии кнопки **Spectroscopy** окна **Set Interaction**.

Для получения данных спектроскопии в различных точках на поверхности образца необходимо выполнить следующие действия:

1. Выполнить сканирование в режиме получения топографии поверхности.
2. Выбрать закладку **Spectroscopy** в правом нижнем поле окна **Scanning**.
3. С помощью левой кнопки мыши отметить на изображении топографии поверхности образца точки, в которых требуются данные спектроскопии. Отмена

выбранных точек осуществляется при нажатии кнопки **Clear**, расположенной в поле изображения.

4. Нажать кнопку **RUN** окна **Scanning**. После этого появляется окно **Spectroscopy** (Рис. 3-12).
5. Установить параметры спектроскопии (**Start Point, Final Point, Points, Delay**).
6. Нажать кнопку **RUN** окна **Spectroscopy**.

После этого данные спектроскопических измерений в каждой отмеченной точке будут появляться на отдельных страницах графика по мере проведения измерений.


3.4. Методические указания

Прежде чем приступить к работе на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator следует изучить руководство пользователя прибора.

3.5. Техника безопасности

Прибор управляется напряжением 220 В. Эксплуатацию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator производить в соответствии с ПТЭ и ПТБ электроустановок потребителей напряжением до 220 В.

3.6. Задание

1. Определение частоты механического резонанса датчика силового взаимодействия.
 - 1.1. Установите на держатель образца исследуемый образец
 - 1.2. Установите зондовый датчик в гнездо измерительной головки прибора NanoEducator. Лишь слегка затяните прижимающий винт.
 - 1.3. Запустите управляющую программу прибора NanoEducator. Выберите режим сканирующего силового микроскопа (ССМ).
 - 1.4. Нажмите на панели инструментов кнопку . Войдите в режим **Manual**. Нажмите кнопку **RUN**, получите график зависимости амплитуды колебаний зонда от частоты (амплитудно-частотную характеристику зондового датчика). Убедитесь, что маркер (вертикальная зеленая линия) находится на максимальном пике графика. Величина частоты при этом выводится в окне **Frequency**, а соответствующая ей амплитуда колебаний в поле **Probe Oscillation Amplitude**.

Регулируйте параметры Амплитуда раскочки зонда (**Oscillation Amplitude**) и Коэффициент усиления амплитуды (**AM Gain**) таким образом, чтобы на кривой наблюдался один четко выраженный симметричный максимум. Рекомендуется устанавливать величину амплитуды, задаваемой генератором, минимальной (вплоть до нуля) и не более **50 мV**. При

недостаточной величине амплитуды ответных колебаний зонда ($<1 \text{ V}$) рекомендуется увеличить коэффициент **AM Gain**.

Если на графике есть несколько пиков, попробуйте уменьшить амплитуду дополнительных пиков, подбирая степень прижатия датчика винтом фиксации.

Сохраните полученную амплитудно-частотную характеристику.

- 1.5. Произведите тонкую настройку резонансной частоты, для этого установите переключатель **Manual Regime** в положение **Fine** и нажмите кнопку **RUN** для уточнения значения частоты резонанса. Сохраните полученную амплитудно-частотную характеристику.
2. Определение добротности колебательной системы с пьезорезонансным датчиком.
 - 2.1. Из амплитудно-частотной характеристики, измеренной в режиме **Fine**, определите значения в поле **Frequency** ($f_{\text{рез}}$) и **Probe Oscillation Amplitude** (A_{max}) на максимуме резонансного пика.
 - 2.2. С помощью мыши установите зеленый курсор в такое положение, при котором значение **Probe Oscillation Amplitude** равно половине максимального значения амплитуды ($A_{\text{max}}/2$) в резонансе справа и слева от максимального пика на графике (текущие значения частоты и амплитуды индицируются под графиком автоматически). Запишите измеренные значения частоты справа ($f1$) и слева ($f2$).
 - 2.3. Вычислите ширину пика на половине высоты: $(f1-f2)$ и величину добротности $Q=f_{\text{рез}}/(f1-f2)$.
3. Определение зависимости величины силового взаимодействия (амплитуды колебаний зонда) от расстояния зонд-образец.
 - 3.1. Установите рабочую частоту зондового датчика в резонансное положение.
 - 3.2. Осуществите захват взаимодействия при значениях:
Amplitude Suppression = 0,3;
Feed Back Loop Gain = 3.
 - 3.3. Запомните величину **Z** на индикаторе **Scanner protraction**. Для надежности захвата силового взаимодействия его величина обычно выбирается больше, чем требуется в процессе сканирования. Для перехода к рабочему значению уменьшите величину **Amplitude suppression** до значения приблизительно $0.2 \div 0.1$. При этом, в результате отработки следящей системы сканер отодвинет образец от зонда, однако на индикаторе **Z** это смещение останется незаметным из-за малой величины. Если же величина взаимодействия выбрана слишком малой (около 0.01), сканер начнет заметно втягиваться (величина **Z** уменьшается). Для определения правильного рабочего значения степени взаимодействия увеличивайте **Amplitude suppression** до тех пор, пока **Z** не достигнет прежнего значения.
 - 3.4. Выполните режим спектроскопии в текущей точке расположения зонда над поверхностью образца. Подберите такие параметры, чтобы на кривой был хорошо виден наклонный участок, который показывает изменение амплитуды колебаний зонда, начиная с момента возникновения силы со стороны поверхности образца.

- 3.5. Оцените амплитуду колебаний зонда в свободном состоянии (вдали от поверхности) и расстояние зонд-образец при захваченном взаимодействии. Найдите среднее значение колебаний зонда с учетом гистерезиса по графикам прямого и обратного движения сканера.
 - 3.6. Выберите оптимальную для данного измерения величину подавления амплитуды колебаний зонда (параметр **Amplitude Suppression**). Зеленый курсор рекомендуется поставить на наклонный участок кривой ближе к горизонтальному участку, где взаимодействие слабее, а крутизна кривой больше и, как следствие, выше разрешение по оси z.
4. Получение топографии поверхности и фазового контраста исследуемого образца.
 - 4.1. Выйдите из окна режима спектроскопии. Откройте окно сканирования. Задайте необходимые параметры сканирования, исходя из предварительных сведений об исследуемом образце.
 - 4.2. Для проведения сканирования с одновременным измерением фазового контраста (**Phase shift**) перед началом сканирования необходимо выбрать соответствующую закладку в правом нижнем поле окна **Scanning**.
 - 4.3. Осуществите измерение топографии поверхности и фазового контраста исследуемого образца. Сохраните полученные результаты.
 - 4.4. После окончания эксперимента закройте окно сканирования и осуществите отвод зонда от образца.

3.7. Контрольные вопросы

1. Опишите зависимость силы взаимодействия от расстояния зонд-образец.
2. Назовите основные режимы работы АСМ и их назначение.
3. Объясните основные способы детектирования силы в контактном режиме АСМ.
4. Объясните принцип работы неконтактного АСМ.
5. Для чего используется режим измерения фазового контраста при работе в неконтактном режиме АСМ?
6. Поясните устройство и принцип действия неконтактного силового сенсора прибора NanoEducator.
7. Опишите режим выполнения спектроскопии в приборе NanoEducator.

3.8. Литература

- Лит. 3-1. G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber. Atomic force microscope.// Phys. Rev. Lett., 1986, Vol. 56, № 9, p. 930 – 933.
- Лит. 3-2. Павлов П.В., Хохлов А.Ф. Физика твердого тела. Нижний Новгород: Изд. ННГУ, 1993.
- Лит. 3-3. M. Tortonese, R.C. Barrett, C.F. Quate. Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection.// Appl. Phys. Lett., 1993, Vol. 62, No. 8, p. 834.