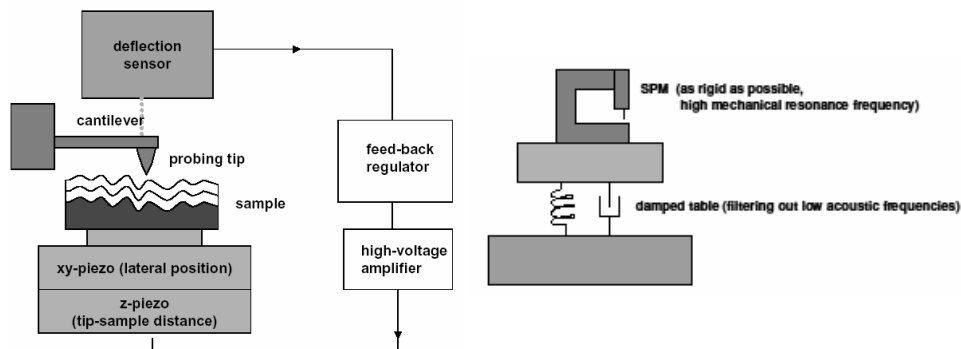


# 1. Μελέτη Επιφανειών και Επιφανειακών Ατελειών

## 1.1. Εισαγωγή

Τα επιτεύγματα της σύγχρονης επιστήμης και τεχνολογίας σχετίζονται άμεσα με την εισαγωγή σε πειραματικό επίπεδο της νέας τεχνικής Σαρωτικής Μικροσκοπίας Ανίχνευσης – Scanning Probe Microscope (SPM), η οποία επιτρέπει την απεικόνιση, τη διάγνωση και την τροποποίηση ενός δείγματος με χωρική ανάλυση σε επίπεδο νανομέτρου. Με την SPM τεχνική μπορούν να πραγματοποιηθούν άμεσα πειράματα με επίπεδο μορίων και ατόμων, όχι μόνο για τη βασική έρευνα, αλλά και για την εφαρμοσμένη νανο-τεχνολογία.



Σχήμα 1.1.1 Σχηματική αναπαράσταση της SPM τεχνικής & του μηχανικού ισοδυναμίου της

Η SPM βασίζεται στην αλληλεπίδραση μεταξύ μίας ακίδας, η οποία προσεγγίζει το υπό μελέτη δείγμα σε μία απόσταση μικρής κλίμακας  $\lambda$ , όπου  $\lambda$  είναι το χαρακτηριστικό μήκος αλληλεπίδρασης «ακίδας - αντικειμένου». Για να αποκτηθεί η εικόνα της επιφάνειας του υπό μελέτη αντικειμένου και να εξαχθούν χωρικά οι φυσικές και χημικές ιδιότητες, χρησιμοποιούνται συστήματα ακριβείας μηχανικής σάρωσης της ακίδας, όπου ένας βρόχος ανάδρασης σταθεροποιεί τις παραμέτρους της νανο-επαφής μεταξύ της ακίδας και του αντικειμένου κατά τη σάρωση. Η χωρική ανάλυση της SPM καθορίζεται από το συγκεκριμένο μέγεθος της νανο-επαφής μεταξύ της ακίδας και του δείγματος και μπορεί να φτάσει στην ατομική κλίμακα.

Η φύση της αλληλεπίδρασης μεταξύ της ακίδας και του δείγματος μπορεί να παρουσιάζει αρκετές διαφοροποιήσεις. Έτσι έχουν αναπτυχθεί διάφορες SPM τε-

χνικές μέτρησης. Η Σαρωτική Μικροσκοπία Σήραγγας (Scanning Tunnel Microscopy, STM) ανιχνεύει ένα ρεύμα σήραγγας, που ρέει ανάμεσα στην ακίδα και το δείγμα. Η Σαρωτική Μικροσκοπία Δυνάμεων (Scanning Force Microscopy, SFM) ανιχνεύει μια τοπική δύναμη, που αναπτύσσεται μεταξύ της ακίδας και του δείγματος, και οφείλεται σε Van der Waals, ηλεκτροστατικές ή μαγνητικές αλληλεπιδράσεις, τριβή, κλπ. Η λειτουργία της Οπτικής Μικροσκοπίας Σάρωσης Κοντινού Πεδίου (Scanning Near Field Optical Microscopy, SNOM) βασίζεται στη χρήση των οπτικών φωτονίων, που υπάρχουν σε ένα μικρής κλίμακας διάκενο (του οποίου η διάμετρος είναι μικρότερη από το μήκος κύματος του φωτός). Υπάρχουν και άλλοι τύποι SPM τεχνικών, όπως Μικροσκοπία Χωρητικότητας (ανίχνευση της τοπικής χωρητικότητας), Μικροσκοπία Ακουστικών Φαινομένων (ανίχνευση ταλαντώσεων ήχου), Ηλεκτροχημική Μικροσκοπία (ανίχνευση ρευμάτων από τοπικές ηλεκτροχημικές αντιδράσεις), κλπ.

Οι SPM τεχνικές επιτρέπουν όχι μόνο την απεικόνιση και τη διάγνωση μικρο- και νανο-αντικειμένων ποικίλης φύσης, αλλά και τον χειρισμό μεμονωμένων νανο-αντικειμένων και τροποποίηση της δομής τους με υψηλή χωρική ανάλυση. Για να επιτευχθεί αυτό, ηλεκτρικά ρεύματα υψηλής πυκνότητας, ισχυρά ηλεκτρικά πεδία και μηχανικές πιέσεις χρησιμοποιούνται, τα οποία μπορούν εύκολα να παραχθούν σε επαφή στη «νανοκλίμακα».

Το πρώτο SPM παρουσιάστηκε από τον Young (Young R. Phys. Today, V.24, P.42. (1971)), με το οποίο ανιχνεύτηκε η αυτόματη εκπομπή ρεύματος κατά τη σάρωση μίας μεταλλικής ακίδας πάνω σε μία επιφάνεια. Η πειραματική προσέγγιση του Young αναπτύχθηκε από τους G. Binnig και G. Rohrer, με αποτέλεσμα την εμφάνιση του SPM με ατομική χωρική ανάλυση. Στους δύο τελευταίους απονεμήθηκε το Βραβείο Νόμπελ Φυσικής το 1986.

## 1.2. Σκοπός

Καθώς το SPM έγινε ένα από τα βασικά εργαλεία της νανο-τεχνολογίας, η οποία, με τη σειρά της είναι μία από τις κινητήριες δυνάμεις της επιστημονικής ανάπτυξης σήμερα, η αναγκαιότητα της ενσωμάτωσης του SPM στην εκπαιδευτική διαδικασία είναι προφανής. Η διάταξη του NanoEducator SPM αναπτύχθηκε για να εξυπηρετήσει ακριβώς αυτό το σκοπό.

Ο NanoEducator SPM επιτρέπει την υλοποίηση διαφόρων τεχνικών μέτρησης που βασίζονται στο φαινόμενο σήραγγας και στη μικροσκοπία ατομικών δυνάμεων ημι-επαφής και μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την επίτευξη όχι μόνο εκπαιδευτικών, αλλά και επιστημονικών στόχων, που εφαρμόζονται στους τομείς της μικρο- και νανο-δομικής φυσικής και τεχνολογίας, της επιστήμης των υλικών, της κατάλυσης, της φυσικής και χημείας πολυμερών, της τριβολογίας και της κυτταρολογικής εξέτασης.

Σε αυτό το εργαστήριο θα δοθούν οι πρώτες αρχές της σαρωτικής μικροσκοπίας ανίχνευσης, θα παρουσιαστεί αναλυτικά η πειραματική διάταξη και η αρχή λειτουργίας του NanoEducator, με την οποία θα πραγματοποιηθούν πειράματα μελέτης της επιφανειακής τοπογραφίας αντιπροσωπευτικών δειγμάτων (δοκίμια αναφοράς) αλλά και δειγμάτων επιστημονικού και τεχνολογικού ενδιαφέροντος με τις τεχνικές SFM και STM. Πριν τη διεξαγωγή των πειραμάτων σάρωσης θα πραγματοποιηθεί η κατασκευή ή/και η αποκατάσταση των ακίδων μέσω ηλεκτροχημικών διεργασιών, που χρησιμοποιούνται για τη συλλογή – καταγραφή των πειραματικών δεδομένων.

### **1.3. Απαιτούμενες γνώσεις**

Με τη μη καταστρεπτική επιφανειακή τεχνική SPM μπορούμε να εξετάσουμε την επιφάνεια ενός δείγματος με τη βοήθεια μιας αιχμηρής ακίδας, μήκους λίγων μικρομέτρων και διαμέτρου μικρότερης από 10 nm, η οποία είναι τοποθετημένη στο ελεύθερο άκρο ενός βραχίονα ο οποίος έχει μήκος 100 με 200  $\mu\text{m}$ . Στην τεχνική αυτή η ακίδα προσεγγίζει την επιφάνεια μέχρι να την αγγίξει και να αισθανθεί έτσι τη δύναμη από το "σημείο" επαφής. Ανάλογα με τη δύναμη που δέχεται η ακίδα, ο βραχίονας υφίσταται και αντίστοιχη κάμψη.

Στην περίπτωση της SFM η όλη απόκριση-πληροφορία για το υλικό μας προέρχεται από τον ευαίσθητο πιεζο-κρύσταλλο που βρίσκετε στην βάση του οργάνου. Η αναπτυσσομένη κάθε φορά, διαφορετική τάση (διαφορά δυναμικού) καταγράφεται στον ηλεκτρονικό υπολογιστή. Επειδή το μέγεθος της δύναμης αλλά και η φύση της (ελκτική ή απωστική) εξαρτώνται από τη φύση της ακίδας και του σημείου επαφής, η καταγραφή των ρευμάτων μας παρέχει την τοπογραφία της επιφάνειας.

Η STM βασίζεται απολύτως στο κβαντικό φαινόμενο σήραγγας. Αν δύο άτομα, πχ υδρογόνου, βρεθούν κοντά το ένα με το άλλο, τότε είναι πιθανόν το Α άτομο να βρεθεί σύμφωνα με τις αρχές της κβαντομηχανικής κοντά στο άλλο άτομο Β έστω κι αν αυτό απαγορεύεται ενεργειακά. Δηλαδή να ξεπεράσει το Α το ενεργειακό φράγμα που χωρίζει τα δύο άτομα και να "ανοίξει μια σήραγγα" για να βρεθεί κοντά στο άλλο άτομο.

Μία από τις σημαντικότερες ανακαλύψεις του 20<sup>ου</sup> αιώνα είναι ότι τα σωματίδια συμπεριφέρονται ως κύματα. Έτσι τα σωματίδια (αφού είναι κύματα) μπορούν να διαπεράσουν με το φαινόμενο σήραγγας περιοχές που σύμφωνα με την κλασική θεωρία είναι απαγορευμένες. Ένα απλό παράδειγμα του φαινομένου σήραγγας έχουμε στην περίπτωση δύο μετάλλων που βρίσκονται πολύ κοντά το ένα στο άλλο χωρίς όμως να έρχονται σε επαφή. Μια διαφορά δυναμικού εφαρμόζεται ανάμεσα στα δύο μέταλλα. Τα ελεύθερα ηλεκτρόνια του πρώτου μέταλλου δεν έχουν αρκετή ενέργεια για να περάσουν στο δεύτερο. Είναι δηλαδή σαν να είναι «φυλακισμένα» μέσα σ' αυτό γιατί βρίσκονται μέσα σ' ένα πηγάδι δυναμικού παραγόμενο από την έλξη των θετικών πυρήνων. Η κβαντομηχανική ό-

μως προβλέπει ότι κάποια ηλεκτρόνια μπορούν να διαπεράσουν το ενεργειακό φράγμα.

Όταν η ακίδα, με υψηλό θετικό δυναμικό, βρεθεί πάνω από μια προεξοχή της επιφάνειας του υλικού που εξετάζεται, τότε το ενεργειακό φράγμα που χωρίζει τα ηλεκτρόνια του υλικού από την ακίδα γίνεται κβαντομηχανικά διαβατό και κάνει την εμφάνισή του ένα ασθενές ηλεκτρικό ρεύμα. Αντίθετα, όταν η ακίδα βρίσκεται πάνω από μια εσοχή της επιφάνειας, το ενεργειακό φράγμα γίνεται απαγορευτικά μεγάλο και το ηλεκτρικό ρεύμα μειώνεται δραστικά ή σταματάει τελείως. Έτσι οι διακυμάνσεις αυτού του ρεύματος "ψυχρής εκπομπής" καταγράφουν με εκπληκτική ακρίβεια τις ανωμαλίες της παρατηρούμενης επιφάνειας.

Με πολλαπλές σαρώσεις της επιφάνειας του δείγματος και με εξομοιώσεις που πετυχαίνουμε με τη βοήθεια ηλεκτρονικών υπολογιστών καταλήγουμε σε απεικονίσεις αγώγιμων επιφανειών σε ατομική κλίμακα. Με πολύ υψηλής ποιότητας ακίδα είναι δυνατό να δούμε όχι πλέον τις κοινές ανωμαλίες μιας επιφάνειας αλλά τις "ανωμαλίες" που προέρχονται από την ίδια την ατομική υφή της. Μπορούμε να δούμε τα άτομα τα ίδια!

### 1.3.1. Η αρχή λειτουργίας του NanoEducator

Η αρχή λειτουργίας του NanoEducator βασίζεται στην εξάρτηση της τιμής της αλληλεπίδρασης μεταξύ της ακίδας (η οποία είναι μία αιχμηρή βελόνα που κατασκευάζεται από βολφραμίου) και της επιφάνειας του δείγματος, ως προς την απόσταση της ακίδας από το υπό μελέτη δείγμα. Η φύση της αλληλεπίδρασης μπορεί να είναι είτε ένα ρεύμα (το ρεύμα σήραγγας) ή μία δύναμη.

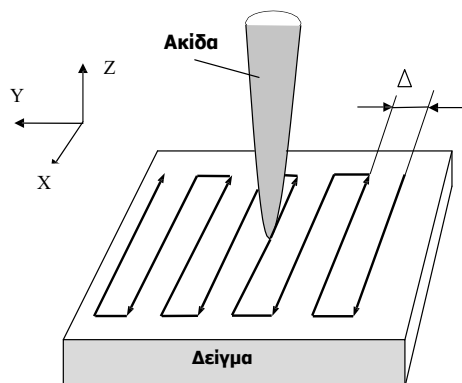
Με την ανίχνευση ενός ρεύματος σήραγγας, που ρέει κάτω από μία σταθερά εφαρμοζόμενη τάση μεταξύ της ακίδας και του δείγματος, μόνο αγώγιμα δείγματα μπορούν να μελετηθούν, ενώ με την ανίχνευση της δύναμης που αναπτύσσεται μεταξύ ακίδας-επιφάνειας, μπορούν να μελετηθούν είτε αγώγιμα είτε διηλεκτρικά δείγματα. Όσο πιο έντονη είναι η εξάρτηση του ρεύματος ή της δύναμης από την απόσταση ακίδας-δείγματος, τόσο υψηλότερη είναι η χωρική ανάλυση της SPM, όπου η φύση της εξάρτησης καθορίζεται από τις φυσικοχημικές ιδιότητες της υπό μελέτη επιφάνειας. Η χωρική ανάλυση περιορίζεται από την ακτίνα καμπυλότητας της ακίδας, καθώς και από το επίπεδο των μηχανικών δονήσεων και θερμική μετατόπιση της διάταξης και από το επίπεδο των ηλεκτρικών θορύβων του εξοπλισμού μέτρησης. Η άκρη της ακίδας βολφραμίου μπορεί να οξυνθεί με ηλεκτροχημική διάβρωση (etching) και να έχει ακτίνα καμπυλότητας μικρότερη από 100nm.

Η τοποθέτηση της ακίδας στο NanoEducator είναι σταθερή, ενώ το δείγμα μπορεί να κινηθεί σε σχέση με την ακίδα σε τρεις χωρικές κατευθύνσεις:

- X, Y - κατά μήκος της επιφάνειας του δείγματος,
- Z - κατακόρυφα (κάθετα προς το X-Y).

Σε μια πειραματική διάταξη, το δείγμα κινείται κατά την X-Y διεύθυνση (Σχήμα 1.3.1), κατά τέτοιο τρόπο ώστε η ακίδα να περνά βαθμιαία πάνω από την καθορισμένη συνολική έκταση δείγματος με ένα βήμα  $\Delta$ . Η διαδικασία αυτή ονομάζεται σάρωση.

Κατά τη σάρωση, η ακίδα μπορεί να περάσει πάνω από περιοχές με διαφορετικές φυσικές ιδιότητες, οι οποίες τροποποιούν τη φύση της αλληλεπίδρασης μεταξύ της ακίδας και του δείγματος και προφανώς την τιμή του εκάστοτε μετρούμενου μεγέθους. Επιπλέον, σε περιπτώσεις «ανωμαλιών» πάνω στην επιφάνεια του δείγματος, η απόσταση  $\Delta Z$  μεταξύ της ακίδας και της επιφάνειας θα αλλάξει κατά τη διάρκεια της σάρωσης, τροποποιώντας ανάλογα την τιμή της τοπικής αλληλεπίδρασης.

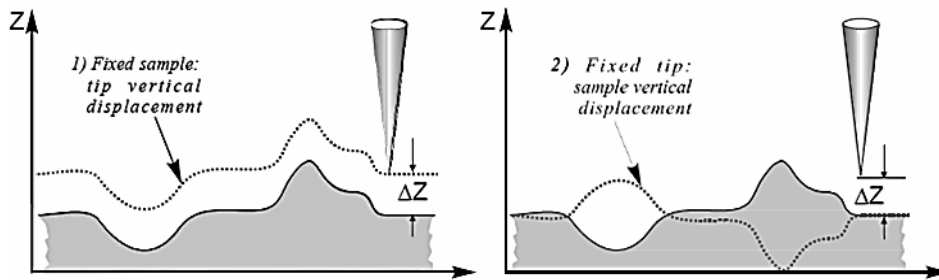


Σχήμα 1.3.1 Η διαδικασία της σάρωσης.

Η τιμή της τοπικής αλληλεπίδρασης κατά τη σάρωση μίας επιφάνειας μπορεί να διατηρηθεί σταθερή με ένα βρόχο ανάδρασης, ο οποίος ρυθμίζει τη μέση τιμή του μετρούμενου σήματος από την αλληλεπίδραση (δύναμη ή ρεύμα) σε ένα σταθερό επίπεδο. Αυτό επιτυγχάνεται με τη μετακίνηση του δείγματος κατακόρυφα χρησιμοποιώντας τον Z άξονα του σαρωτή.

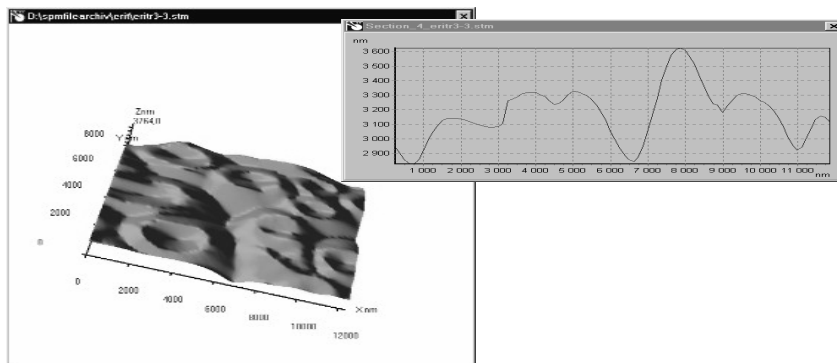
Το Σχήμα 1.3.2 δείχνει το περίγραμμα της κίνησης της ακίδας σε σχέση με το σταθερό δείγμα (καμπύλη 1) και του δείγματος σε σχέση με τη σταθερή ακίδα (καμπύλη 2), με την τιμή της αλληλεπίδρασης μεταξύ ακίδας – δείγματος να διατηρείται σταθερή. Στην περίπτωση 2, εάν η ακίδα είναι πάνω από μία κοιλότητα ή μια περιοχή με ασθενέστερη αλληλεπίδραση, το δείγμα κινείται προς τα άνω και αντιστρόφως. Γενικά, η τιμή της αλληλεπίδρασης μεταξύ της ακίδας και της επιφάνειας του δείγματος εξαρτάται είτε από τις ιδιότητες της επιφάνειας ή από τα τοπικά γεωμετρικά χαρακτηριστικά της επιφάνειας, έτσι ώστε η μετατόπιση του δείγματος, που υλοποιείται από το αυτόματο σύστημα παρακολούθησης, να είναι το αποτέλεσμα της ταυτόχρονης επίδρασης των διαφοροποιήσεων της επιφανειακής τοπογραφίας και των φυσικοχημικών ιδιοτήτων της επιφάνειας του

δείγματος. Αυτός είναι ο λόγος για τον οποίο η ερμηνεία των πληροφοριών, που λαμβάνονται κατά τη διάρκεια της σάρωσης χρήζει ιδιαίτερης προσοχής.



Σχήμα 1.3.2 Σχετική τροχιά της κίνησης της ακίδας και του δείγματος, ενώ το σύστημα ανάδρασης διατηρεί σταθερή την τιμή της τοπικής αλληλεπίδρασης

Ο NanoEducator καταγράφει τη μετακίνηση του δείγματος στη Z-κατεύθυνση καθώς και στις X, Y κατευθύνσεις. Μια εικόνα σχηματίζεται επί της οθόνης του υπολογιστή, σε συγχρονισμό με την κίνηση του δείγματος, όπου η τροποποίηση της τοπικής φωτεινότητας είναι ανάλογη προς τη μετρούμενη κίνηση του δείγματος στη Z-κατεύθυνση κατά τη σάρωση. Αυτή η τεχνική SPM ονομάζεται ως η τεχνική της συνεχούς αλληλεπίδρασης (σταθερή δύναμη ή σταθερό ρεύμα). Ένα ενδεικτικό παράδειγμα του τελικού αποτελέσματος παρουσιάζεται στο Σχήμα 1.3.3, η οποία προέκυψε από μελέτη μίας επιφάνειας η οποία έφερε ερυθρά κύτταρα.



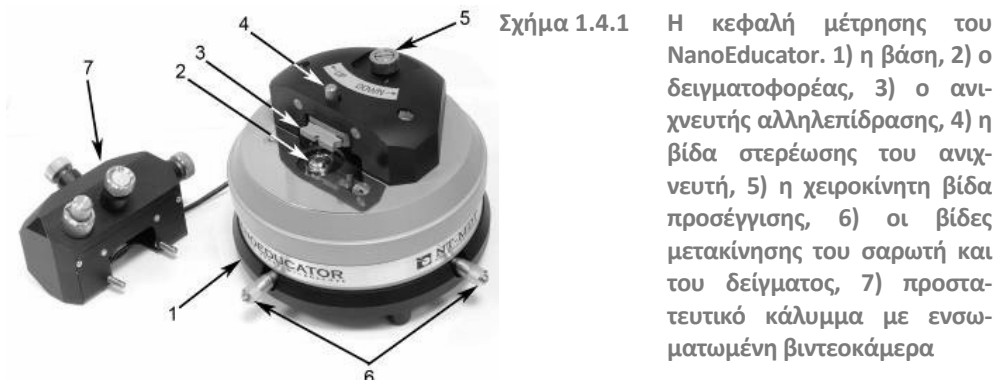
Σχήμα 1.3.3 Ένα παράδειγμα SPM εικόνας της τοπογραφίας ερυθροκυττάρων και μίας τομής στη Z-διεύθυνση

## 1.4. Πειραματικές διατάξεις

### 1.4.1. Η Πειραματική Διάταξη του NanoEducator

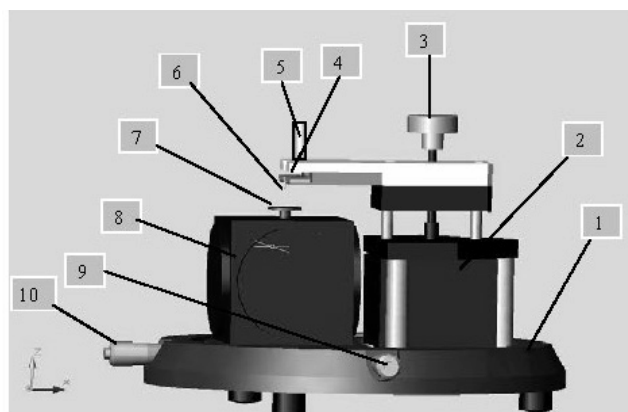
Το βασικό μέρος της πειραματικής διάταξης που είναι η κεφαλή μέτρησης εικονίζεται στο Σχήμα 1.4.1, όπου σημειώνονται και τα χαρακτηριστικά τμήματα του οργάνου.

Η δομή της κεφαλής μέτρησης απεικονίζεται σχηματικά στο Σχήμα 1.4.2. Ο σαρωτής (8) με τον δειγματοφορέα (7) και το μηχανισμό προσέγγισης (step motor) (2) είναι τοποθετημένοι πάνω στη βάση (1). Η προσέγγιση της ακίδας (6), η οποία είναι τοποθετημένη στον ανιχνευτή αλληλεπίδρασης (4), προς το υπό μελέτη δείγμα μπορεί να γίνει χειροκίνητα χρησιμοποιώντας τη βίδα προσέγγισης (3). Ο ανιχνευτής αλληλεπίδρασης στερεώνεται με τη βίδα στερέωσης ανιχνευτή (5). Η προεπιλογή της περιοχής μελέτης πάνω στο δείγμα επιτυγχάνεται με τη βοήθεια του σαρωτή και τις βίδες μετατόπισης του δείγματος (9, 10).

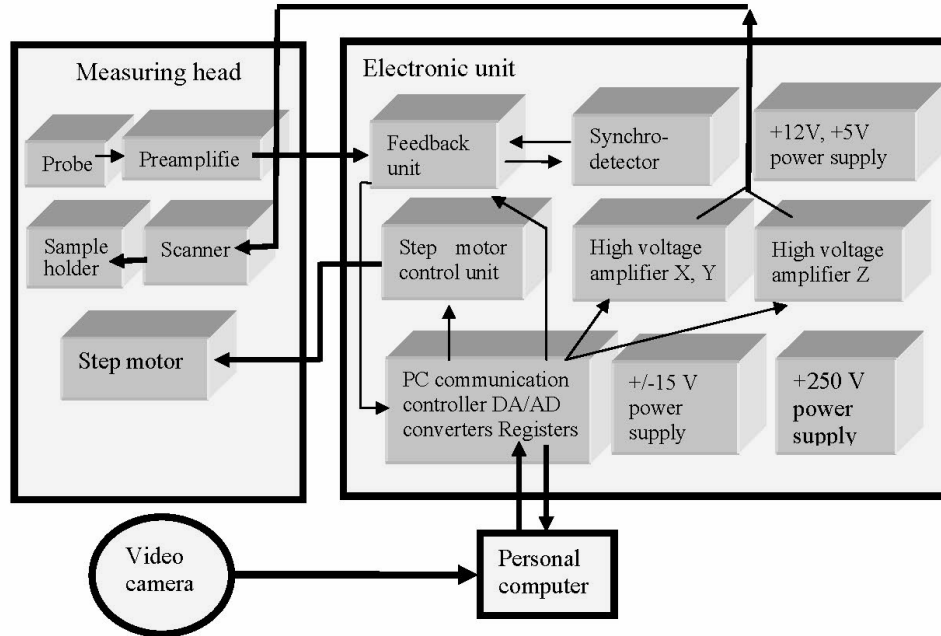


Σχήμα 1.4.1 Η κεφαλή μέτρησης του NanoEducator. 1) η βάση, 2) ο δειγματοφορέας, 3) ο ανιχνευτής αλληλεπίδρασης, 4) η βίδα στερέωσης του ανιχνευτή, 5) η χειροκίνητη βίδα προσέγγισης, 6) οι βίδες μετακίνησης του σαρωτή και του δείγματος, 7) προστατευτικό κάλυμμα με ενσωματωμένη βιντεοκάμερα

tor) (2) είναι τοποθετημένοι πάνω στη βάση (1). Η προσέγγιση της ακίδας (6), η οποία είναι τοποθετημένη στον ανιχνευτή αλληλεπίδρασης (4), προς το υπό μελέτη δείγμα μπορεί να γίνει χειροκίνητα χρησιμοποιώντας τη βίδα προσέγγισης (3). Ο ανιχνευτής αλληλεπίδρασης στερεώνεται με τη βίδα στερέωσης ανιχνευτή (5). Η προεπιλογή της περιοχής μελέτης πάνω στο δείγμα επιτυγχάνεται με τη βοήθεια του σαρωτή και τις βίδες μετατόπισης του δείγματος (9, 10).



Σχήμα 1.4.2 Η δομή του NanoEducator SPM: 1) βάση, 2) μηχανισμός προσέγγισης, 3) βίδα χειροκίνητης προσέγγισης, 4) ανιχνευτής αλληλεπίδρασης, 5) βίδα στερέωσης του ανιχνευτή, 6) ακίδα, 7) δειγματοφορέας, 8) σαρωτής, 9), 10) βίδες μετακίνησης του σαρωτή και του δείγματος.



Σχήμα 1.4.3 Το διάγραμμα λειτουργίας της πειραματικής συσκευής του NanoEducator.

Το Σχήμα 1.4.3 δείχνει το διάγραμμα λειτουργίας της πειραματικής συσκευής. Ο NanoEducator αποτελείται από μια κεφαλή μέτρησης, μία ηλεκτρονική μονάδα, τα καλώδια σύνδεσης και τον έλεγχο του υπολογιστή. Επιπλέον μία βιντεοκάμερα συνδέεται με τον υπολογιστή μέσω θύρας USB. Το σήμα εξόδου από τον ανιχνευτή αλληλεπίδρασης προενισχύεται και τροφοδοτείται στην ηλεκτρονική μονάδα. Τα σήματα ελέγχου από την ηλεκτρονική μονάδα τροφοδοτούνται στην κεφαλή μέτρησης. Ο υπολογιστής ελέγχει την ηλεκτρονική μονάδα ελέγχου μέσω του ελεγκτή επικοινωνίας (communication controller).

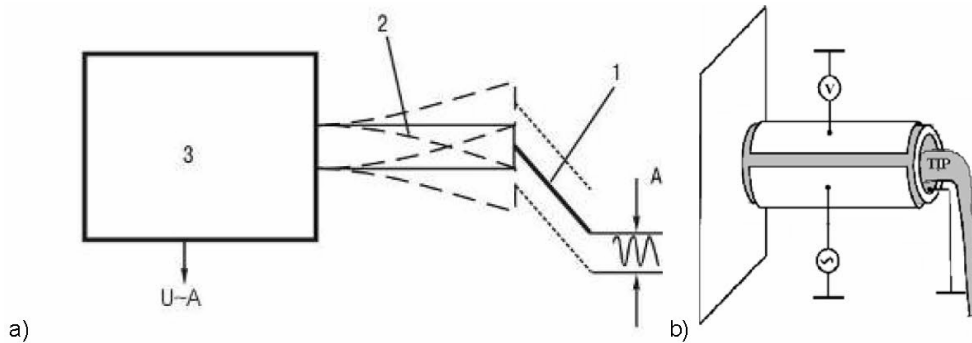
#### 1.4.1.1. Ο ανιχνευτής της δύναμης αλληλεπίδρασης

Ο ανιχνευτής της δύναμης αλληλεπίδρασης αποτελείται από ένα άκρο τύπου-βελόνας (ακίδα) (1) (Σχήμα 1.4.4), και είναι τοποθετημένος πάνω σε ένα κυλινδρικού σχήματος πιεζοηλεκτρικό (2), το οποίο είναι στερεωμένο σε μια σταθερή βάση (3). Οι πιεζοηλεκτρικοί κρύσταλλοι έχουν την ιδιότητα να αναπτύσσουν στα άκρα τους μια διαφορά δυναμικού όταν συμπιέζονται και το αντίστροφο. Να συμπιέζονται ή να εκτείνονται όταν μια διαφορά δυναμικού εφαρμόζεται σ' αυτούς.

Ένα μέρος αυτού του κυλίνδρου χρησιμοποιείται ως πιεζο-δονητής (ενεργοποιητής), και ένα δεύτερο μέρος ως ένας ανιχνευτής μηχανικών ταλαντώσεων



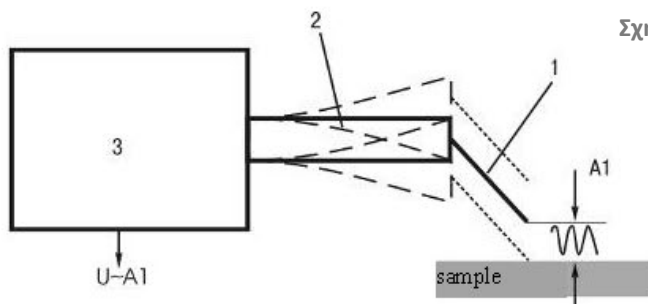
(αισθητήρας) (βλέπε Σχήμα 1.4.4b). Ο πιεζο-δονητής καθοδηγείται από ένα a.c. σήμα τάσης στη συχνότητα συντονισμού του ανιχνευτή.



Σχήμα 1.4.4 a) Ο ανιχνευτής της δύναμης αλληλεπίδρασης, b) ο πιεζοηλεκτρικός κύλινδρος.

Το πλάτος ταλάντωσης είναι μέγιστο σε μεγάλες αποστάσεις ακίδας-δείγματος. Μακριά από την επιφάνεια η ακίδα αποκλίνει από τη θέση ισορροπίας της κατά ένα ποσό (της τάξης των  $\mu\text{m}$ ) το οποίο αντιστοιχεί στο πλάτος  $A$  των εξαναγκασμένων μηχανικών ταλαντώσεων που παράγονται κατά το πρώτο μισό του κύκλου ταλάντωσης του πιεζοηλεκτρικού κυλίνδρου (ενεργοποιητής), ενώ στο δεύτερο μισό του κύκλου ταλάντωσης του πιεζοηλεκτρικού κυλίνδρου (αισθητήρας) αναπτύσσεται μία a.c. τάση ανάλογη της μετατόπισης της ακίδας, λόγω της τάσης στο πιεζοηλεκτρικό.

Κατά τη διάρκεια της προσέγγισης της ακίδας προς την επιφάνεια του δείγματος, η αλληλεπίδραση ακίδας-δείγματος αρχίζει να αυξάνεται οδηγώντας σε μια μετατόπιση της καμπύλης απόκρισης της συχνότητας σε σχέση με την απόκριση συχνότητας που μετράται μακριά από την επιφάνεια. Δεδομένου ότι η συχνότητα του σήματος οδήγησης του πιεζο-κυλίνδρου διατηρείται σταθερή κατά τη διάρκεια της προσέγγισης, τα πλάτος ταλάντωσης μειώνεται από την αρχική τιμή  $A$  σε μια νέα τιμή  $A_1$  (Σχήμα 1.4.5).

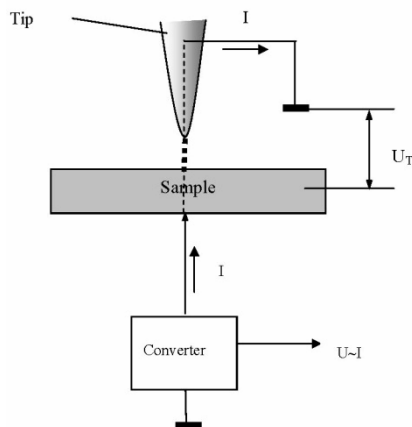


Σχήμα 1.4.5 Η αρχή της ανίχνευσης της δύναμης αλληλεπίδρασης

Η μέτρηση της μεταβολής της δύναμης αλληλεπίδρασης ακίδας-δείγματος λαμβάνεται από την καταγραφή ενός σήματος που είναι ανάλογο με την μεταβολή του πλάτους ταλάντωσης της ακίδας  $\Delta A = A - A_1$ .

#### 1.4.1.2. Ο ανιχνευτής του ρεύματος σήραγγας

Κατά τη χρήση του NanoEducator ως STM η ακίδα του ανιχνευτή της δύναμης αλληλεπίδρασης είναι γειωμένη. Κατά τη μέτρηση του ρεύματος σήραγγας, ο πι-

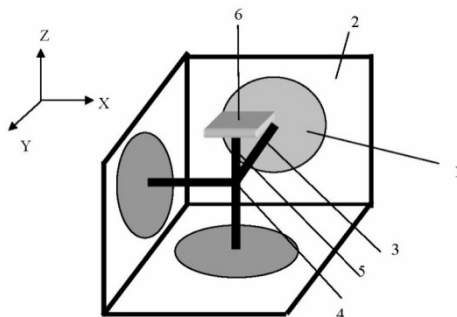


Σχήμα 1.4.6 Η αρχή της ανίχνευσης του ρεύματος σήραγγας

εζοηλεκτρικός κύλινδρος παίζει το ρόλο ενός άκαμπτου παθητικού συστήματος στήριξης της ακίδας. Μια τάση πόλωσης  $U_T$  εφαρμόζεται στο δείγμα ως προς τη γειωμένη ακίδα. Ο μετατροπέας που φαίνεται στο Σχήμα 1.4.6 παράγει την τάση πόλωσης  $U_T$  καθώς και την τάση εξόδου  $U$ , που είναι ανάλογη προς το ρεύμα σήραγγας που ρέει μεταξύ της αγώγιμης ακίδας και του αγώγιμου δείγματος.

#### 1.4.1.3. Ο σαρωτής

Ο σαρωτής είναι μια συσκευή, η οποία κινεί το δείγμα σε τρεις χωρικές κατευθύνσεις: X, Y κίνηση κατά μήκος της επιφάνειας του δείγματος, Z-κίνηση κάθετη προς την επιφάνεια του δείγματος (ο οποίος καθοδηγείται από το σύστημα ανάδρασης) (Σχήμα 1.4.7).

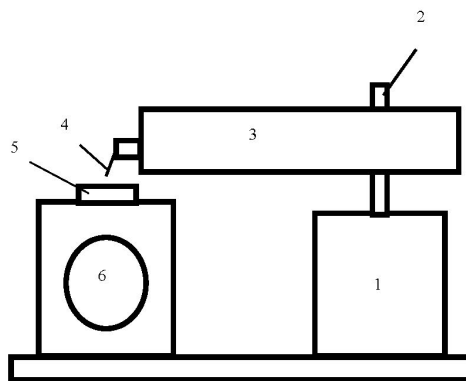


Σχήμα 1.4.7 Η σχηματική αναπαράσταση του σαρωτή: (1) πιεζοηλεκτρική πλάκα, (2) το σώμα του σαρωτή, (3) ο βραχίονας, (4) το σημείο συνάντησης, (5) η βάση, (6) ο δειγματοφορέας.

Τρεις πλάκες πιεζοηλεκτρικών βρίσκονται τοποθετημένες στις πλευρές του σαρωτή που έχει σχήμα κύβου (2). Κάθε πιεζοηλεκτρική πλάκα μπορεί να κινήσει ένα βραχίονα (3), που είναι τοποθετημένος πάνω σε αυτήν, σε μία από τις τρεις κάθετες διευθύνσεις - X, Y ή Z, όταν εφαρμοστεί ένα ηλεκτρικό πεδίο (τάση). Όπως φαίνεται στο σχήμα, οι τρεις βραχίονες συναντώνται σε ένα σημείο (4). Επομένως, μπορεί να θεωρηθεί ότι αυτό το σημείο δύναται να κινηθεί σε τρεις κατευθύνσεις X, Y, Z. Μία βάση (5) στην οποία βρίσκεται ο δειγματοφορέας (6) στερεώνεται σε εκείνο το σημείο. Έτσι, το δείγμα κινείται σε τρεις κατευθύνσεις, οδηγούμενο από τρεις ανεξάρτητες πηγές τάσης. Η μέγιστη XY κίνηση του δείγματος στο NanoEducator είναι περίπου 70  $\mu\text{m}$  και αυτή ορίζει τη μέγιστη περιοχή σάρωσης.

#### 1.4.1.4. Ο μηχανισμός προσέγγισης ακίδας - δείγματος

Το εύρος της κίνησης του σαρωτή κατά την Z κατεύθυνση είναι περίπου 10  $\mu\text{m}$ , απόσταση η οποία απαιτείται πρωτίστως προκειμένου να πλησιάσει το δείγμα στην ακίδα. Ο μηχανισμός που προορίζεται για να εξυπηρετήσει το σκοπό αυτό απεικονίζεται σχηματικά στο Σχήμα 1.4.8. Όταν ηλεκτρικοί παλμοί εφαρμόζονται στο βηματικό κινητήρα (step motor) (1), αρχίζει την περιστροφή του κοχλίου (2) και κινεί τη ράβδο (3) μαζί με την ακίδα (4), πλησιάζοντας την στο δείγμα (5), που είναι τοποθετημένο στο σαρωτή (6) ή ανάλογα απομακρύνοντάς την από αυτό. Το βήμα μετατόπισης είναι περίπου 2  $\mu\text{m}$ .



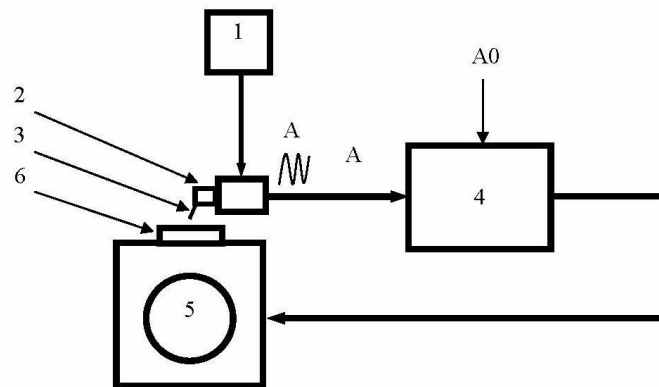
Σχήμα 1.4.8 Η σχηματική αναπαράσταση του μηχανισμού προσέγγισης.

#### 1.4.1.5. Η λειτουργία ανάδρασης

Το Σχήμα 1.4.9 δείχνει μία σχηματική αναπαράσταση του βρόχου ανάδρασης, που διατηρεί σταθερή τη μέση τιμή της αλληλεπίδρασης ακίδας-δείγματος.

Όταν χρησιμοποιούμε το NanoEducator ως SFM, η γεννήτρια ημιτονοειδούς σήματος (1) είναι μόνιμα ενεργοποιημένη. Το παραγόμενο αυτό σήμα χρησιμοποιείται για την ταλάντωση του ανιχνευτή αλληλεπίδρασης (2), στον οποίο βρίσκεται προσαρτημένη η ακίδα (3), στη συχνότητα συντονισμού του. Όταν η ακίδα αλληλεπιδρά με το δείγμα, το σήμα εξόδου A, του οποίου η μεταβολή του πλάτους είναι ανάλογη προς τη μεταβολή της δύναμης αλληλεπίδρασης, τροφοδοτείται στη μονάδα ελέγχου (4). Ο βρόχος ανάδρασης έχει σχεδιαστεί με τέτοιο τρόπο ώστε να επιτρέπει στο χρήστη να καθορίσει μία επιθυμητή τιμή A0 για την

αλληλεπίδραση χρησιμοποιώντας τον υπολογιστή ελέγχου. Η μονάδα ελέγχου συγκρίνει την τιμή του σήματος  $A$  με την τιμή  $A_0$ , που καθορίζεται από το χρήστη. Η μονάδα ελέγχου (4) τροφοδοτεί το σαρωτή (5) με την τάση ελέγχου που κινεί το δείγμα πάνω ή κάτω κατά τη  $Z$  διεύθυνση, προκειμένου να διατηρηθεί σταθερή το μέσο πλάτος ταλάντωσης  $A$ . Ο σαρωτής συνεχίζει να κινεί το δείγμα κατά τη  $Z$  διεύθυνση μέχρις ότου η τιμή  $A$  να φτάσει στην προκαθορισμένη τιμή  $A_0$ . Αυτό έχει ως αποτέλεσμα τη διατήρηση της μέσης τιμής της αλληλεπίδρασης



Σχήμα 1.4.9 Η σχηματική αναπαράσταση του βρόχου-ανάδρασης.

σταθερή. Ο βρόχος ανάδρασης λειτουργεί με παρόμοιο τρόπο και για την STM διαδικασία μέτρησης. Οι μόνες διαφορές είναι: η εφαρμογή μιας τάσης πόλωσης μεταξύ του δείγματος και της ακίδας, το σήμα από τον ανιχνευτή ρεύματος σήραγγας χρησιμοποιείται ως σήμα εισόδου για την ηλεκτρονική μονάδα (4), και η γεννήτρια είναι απενεργοποιημένη.

#### 1.4.1.6. Η λειτουργία προσέγγισης της ακίδας

Πριν από την έναρξη των πειραματικών μετρήσεων, η ακίδα στο NanoEducator SPM είναι τοποθετημένη αρκετά μακριά από το δείγμα, έτσι ώστε να μην υπάρχει καμία αλληλεπίδραση μεταξύ ακίδας-δείγματος. Μόλις ενεργοποιηθεί ο βρόχος ανάδρασης, η ηλεκτρονική μονάδα τροφοδοτεί την τάση, με αποτέλεσμα ο σαρωτής να κινήσει το δείγμα προς τα πάνω μέχρι το μέγιστο ύψος (περίπου 10 mm). Για να λειτουργήσει η συσκευή είναι απαραίτητο να τεθεί η απαιτούμενη μικρή απόσταση ακίδας-δείγματος. Η διαδικασία αυτή ονομάζεται προσέγγιση. Καθώς το βήμα  $Z$  του βηματικού κινητήρα είναι πολύ μεγαλύτερο από την απαιτούμενη απόσταση ακίδας-δείγματος, για να αποφευχθεί η παραμόρφωση της ακίδας, η διαδικασία προσέγγισης επιτυγχάνεται με την ταυτόχρονη λειτουργία του βηματικού κινητήρα και του σαρωτή κατά τη  $Z$  διεύθυνση, όπως περιγράφεται ακολούθως:

- 1 Ο βρόχος ανάδρασης απενεργοποιείται και ο σαρωτής "οπισθοχωρεί", κατεβάζοντας το δείγμα στη χαμηλότερη θέση του.
- 2 Ο βηματικός κινητήρα κινείται κατά ένα βήμα και σταματά.
- 3 Ο βρόχος ανάδρασης ενεργοποιείται και ο σαρωτής κινεί το δείγμα σταδιακά προς τα πάνω με ταυτόχρονη ανάλυση της αλληλεπίδρασης ακίδας-δείγματος.
- 4 Στην περίπτωση που δεν υπάρχει αλληλεπίδραση, η διαδικασία επαναλαμβάνεται από το στάδιο 1.
- 5 Εάν κατά τη διάρκεια της μετακίνησης του σαρωτή εμφανιστεί ένα μη-μηδενικό σήμα αλληλεπίδρασης, ο βρόχος ανάδρασης σταματά την ανοδική κίνηση του σαρωτή και καταγράφει την τιμή της αλληλεπίδρασης στο καθορισμένο επίπεδο.

Το εύρος της μετακίνησης του σαρωτή κατά τη Z διεύθυνση υπερβαίνει το βήμα του βηματικού κινητήρα, κατά συνέπεια, η δύναμη αλληλεπίδρασης ανιχνεύεται πάντοτε κατά την ανύψωση του σαρωτή.

#### 1.4.1.7. Τεχνικές προδιαγραφές της διάταξης

Περιοχή σάρωσης:	70x70x10 μm (10%)
Μη γραμμικότητα του σαρωτή:	5%
Ελάχιστο Βήμα:	1Å
Αριθμός σημείων στο πλαίσιο:	1024x1024
Εύρος των STM ρευμάτων:	από 100 pA έως 200 nA

#### Παράμετροι ακίδας:

Εύρος συχνότητας συντονισμού:	από 6 kHz έως 14 kHz, τυπική 8 kHz
Συντελεστής ποιότητας:	20
Ακτίνα καμπυλότητας:	100 nm (έως και 10 nm)

#### Χωρική ανάλυση:

SFM X-Y	~50 nm (εξαρτάται από την ακτίνα καμπυλότητας της ακίδας)
Z	2 nm
STM X-Y	~50 nm (εξαρτάται από την ακτίνα καμπυλότητας της ακίδας)
Z	2 nm

**Τύπος σάρωσης:** Σάρωση με το δείγμα

**Μέγεθος δείγματος:** Διάμετρος έως 12 mm, Πάχος έως 5 mm.

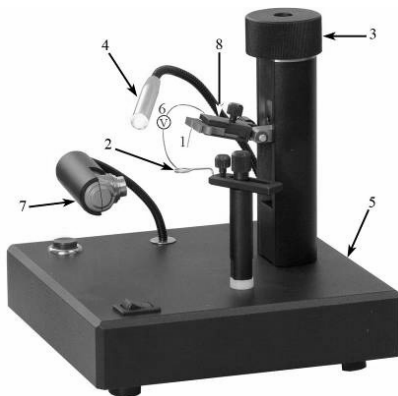
#### 1.4.2. Η Πειραματική Συσκευή Διαμόρφωσης Ακίδων

Η συσκευή διαμόρφωσης της ακίδας (Tip Etching Device, TED) χρησιμοποιείται για την κατασκευή και την αποκατάσταση των SPM ακίδων μέσω ηλεκτροχημικών διεργασιών (etching).

Η TED παρουσιάζεται σχηματικά στο Σχήμα 1.4.10. Η λειτουργία της συσκευής βασίζεται στη διαδικασία ηλεκτροχημικού etching μετάλλου, κατά την βύθισή του μέσα σε αλκαλικό διάλυμα. Το etching λαμβάνει χώρα όταν ένα ηλεκτρικό ρεύμα εφαρμόζεται στο διάλυμα, με αποτέλεσμα να έχουμε μεταφορά των ατόμων του μετάλλου στο διάλυμα. Οι ακίδες, που κατασκευάζονται από σύρμα βολφραμίου, διαμορφώνονται με εξαιρετικά αιχμηρή άκρη και χρησιμοποιούνται για τις πειραματικές μετρήσεις.

**Η διαδικασία που πρέπει να ακολουθηθεί είναι η ακόλουθη:**

Ένα κομμάτι σύρματος βολφραμίου 1 τοποθετείται στον υποδοχέα 8, ο οποίος κινείται χειροκίνητα προς τα πάνω και προς τα κάτω με τον κοχλία 3. Ρυθμίζοντας το ύψος το σύρμα εισέρχεται στο δακτύλιο 2, μέχρι το απαιτούμενο βάθος. Ο δακτύλιος είναι κατασκευασμένος από σύρμα χρωμονικελίου. Μία σταγόνα από διάλυμα KOH ή NaOH συγκέντρωσης 5% έχει τοποθετηθεί εκ των προτέρων στο δακτύλιο 2. Στη συνέχεια ενεργοποιούμε την πηγή 6 εναλλασσόμενης ή συνεχούς τάσης, που σημειώνεται με V. Αυτό προκαλεί την έναρξη της διαδικασίας etching του σύρματος βολφραμίου και το σχηματισμό ενός αιχμηρού άκρου. Ο χειριστής παρακολουθεί τη διαδικασία χάραξης, χρησιμοποιώντας ένα οπτικό μικροσκόπιο ή το βιντεομικροσκόπιο 7. Ο φωτισμός της διάταξης παρέχεται μέσω μιας δίοδου εκπομπής φωτός 4. Όλα τα επιμέρους τμήματα της διάταξης βρίσκονται τοποθετημένα πάνω στη βάση 5. Αφού ολοκληρωθεί το etching ο υποδοχέας 8 και η ακίδα 1 μετακινούνται προς την ανώτερη θέση, απ' όπου αφαιρείται τελικά η ακίδα.



**Σχήμα 1.4.10** Τα βασικά τμήματα της συσκευής etching ακίδας: 1 - κομμάτι σύρματος βολφραμίου, 2 - δακτύλιος, 3 - βίδα μετακίνησης στην κάθετη κατεύθυνση, 4 - δίοδος εκπομπής φωτός, 5 - βάση, 6 - πηγή μεταβλητής ηλεκτρικής τάσης, 7 - μικροσκόπιο, 8 - υποδοχέας.

#### 1.4.2.1. Διαμόρφωση Νέας Ακίδας

**ΠΡΟΣΟΧΗ!** Όταν πραγματοποιούμε τη διαδικασία etching η ακίδα πρέπει να μεταφερθεί από τον ανιχνευτή σάρωσης στο ειδικό μεταλλικό στήριγμα που παρέχεται με το TED για να αποφευχθεί η συμπύκνωση ατμών αλκαλίων στην επι-

φάνεια του σαρωτή (το υμένιο που θα δημιουργηθεί από τη συμπύκνωση μπορεί να επηρεάσει αρνητικά τη λειτουργία της διάταξης για κάποιο χρονικό διάστημα). Η ακίδα πρέπει να τοποθετηθεί στον ανιχνευτή αφού ολοκληρωθεί το etching και μετά το στέγνωμά της.

1. Ο δακτύλιος 2 να είναι μακριά από τον υποδοχέα 8.
2. Τοποθετήστε τον υποδοχέα στο TED.
3. Ενεργοποιήστε την τροφοδοσία του TED.
4. Βεβαιωθείτε ότι η λειτουργία etching είναι απενεργοποιημένη (το κόκκινο φωτάκι στο διακόπτη είναι σβηστό).
5. Συνδέστε την έξοδο της βίντεο κάμερας στη θύρα USB του υπολογιστή.
6. Μετακινήστε τον υποδοχέα (χρησιμοποιώντας την πλευρική βίδα) για να τοποθετήσετε το σύρμα 1 σε κάθετη θέση.
7. Χρησιμοποιώντας τη βίδα 3 μετακινήστε τον υποδοχέα 8 στην υψηλότερη θέση, έτσι ώστε η κορυφή του σύρματος 1 είναι πάνω από τον δακτύλιο 2.
8. Γυρίστε το δακτύλιο 2 για να το τοποθετήσετε κάτω από το σύρμα 1.
9. Ρυθμίστε τη θέση της κάμερας έτσι ώστε να εστιάζει στο δακτύλιο 2.
10. Επιστρέψτε τον δακτύλιο 2 στην αρχική θέση και εφαρμόστε μία σταγόνα από διάλυμα KOH (ή NaOH) με συγκέντρωση 5% χρησιμοποιώντας ένα τρυβλίο Petri. Προσεγγίστε το δακτύλιο στην επιφάνεια του υγρού, βάζοντας το τρυβλίο μετά κάτω. Μία σταγόνα του διαλύματος θα πρέπει να σχηματιστεί πάνω στο δακτύλιο. Αν η σταγόνα πέσει κατά τη μετακίνηση του δακτυλίου, επαναλάβετε τη διαδικασία.
11. Βάλτε το δακτύλιο κάτω από το σύρμα 1 και βυθίστε το σύρμα στη σταγόνα γυρίζοντας τη βίδα 3.
12. Ρυθμίστε ένα διάκενο περίπου 2 mm μεταξύ της σταγόνας και του σύρματος. Το μήκος της ακίδας πρέπει να είναι περίπου 5mm.
13. Ξεκινήστε τη διαδικασία etching γυρίζοντας το διακόπτη. Το φως στο διακόπτη ανάβει και το υγρό αρχίζει να βράζει.
14. Ενώ παρακολουθείτε τη διαδικασία etching μέσα από την βιντεοκάμερα, απενεργοποιήστε περιοδικά με το διακόπτη και παρατηρήστε την αραιώση του σύρματος βολφραμίου μέσα στη σταγόνα.
15. Το κατώτερο άκρο του σύρματος πέφτει μακριά μετά την ολοκλήρωση του etching.

**Προσοχή!** Παρακολουθήστε στενά τη διαδικασία χάραξης και γυρίστε το διακόπτη αμέσως μετά την πτώση του κατώτερου άκρου του σύρματος 1.

16. Μετακινήστε τον υποδοχέα 8 με την άκρη της ακίδας σε μία θέση, όπου μόνο η κορυφή του άκρου να είναι βυθισμένη στο υγρό.

17. Ενεργοποιείτε τη διαδικασία etching στιγμιαία (για όχι περισσότερο από 1 δευτερόλεπτο). Απενεργοποιήστε τη διαδικασία etching.
18. Μετακινήστε τον υποδοχέα επάνω, χρησιμοποιώντας τη βίδα 3.
19. Αφαιρέστε τον υποδοχέα με την τελική ακίδα από το TED.
20. Πλύνετε την ακίδα με τρεχούμενο νερό, κρατώντας το με την κορυφή προς τα κάτω και στη συνέχεια στεγνώστε την.
21. Τοποθετήστε την ακίδα στον ανιχνευτή σάρωσης με χρήση της ειδικής συσκευής αλλαγής ακίδας.
22. Τοποθετήστε τον ανιχνευτή στην κεφαλί μέτρησης SPM, και ελέγξτε την παρουσίας κορυφής συντονισμού.
23. Σε περίπτωση που το πλάτος της κορυφής είναι ανεπαρκές, επαναλάβετε τη διαδικασία ξήρανσης της ακίδας, καθώς εναπομένουσα υγρασία μπορεί να επηρεάσει ηλεκτρικά τα ηλεκτρόδια του πιεζοηλεκτρικού στοιχείου.

#### 1.4.2.2. Διαμόρφωση Χρησιμοποιούμενης Ακίδας

Εάν το άκρο της ακίδας είναι αμβλύ, τότε η ποιότητα της εικόνας SPM που λαμβάνεται είναι αρκετά υποβαθμισμένη. Επομένως, η ακίδα πρέπει να γίνει etched:

1. Χρησιμοποιώντας τη συσκευή ανταλλαγής, αφαιρέστε την ακίδα από τον ανιχνευτή και τοποθετήστε το στο μεταλλικό στήριγμα. Τοποθετήστε τη βάση με την ακίδα στο TED.
2. Εφαρμόστε μια σταγόνα αλκαλίων στον δακτύλιο, όπως περιγράφηκε προηγουμένως.
3. Με τη βίδα 3, κατεβάστε την άκρη της ακίδας, παρατηρώντας τη διαδικασία μέσα από την βιντεοκάμερα.
4. Επαναλάβετε το βήμα 3 αρκετές φορές με την κορυφή της ακίδας να αγγίζει ελαφρώς την επιφάνεια του υγρού (η όξυνση του άκρου της εξαρτάται από αυτό).
5. Ενεργοποιήστε τη διαδικασία etching και περιμένετε μέχρι η άκρη της ακίδας απομακρυνθεί από την επιφάνεια του υγρού.
6. Απενεργοποιήστε το etching.

#### 1.4.3. Προετοιμασία Λήψης Πειραματικών Μετρήσεων

Επιλέγουμε τον τύπο της SPM μέτρησης που πρόκειται να πραγματοποιήσουμε με το όργανο πριν από την έναρξη του εκάστοτε πειράματος από το αντίστοιχο menu του προγράμματος λειτουργίας και ελέγχου της διάταξης :

#### **SFM - Scanning Force Microscope**



**STM - Scanning Tunneling Microscope**

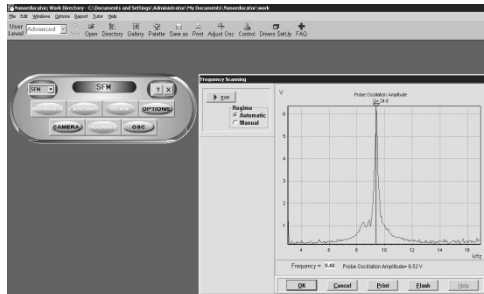
Όλα τα πειράματα πραγματοποιούνται ακολουθώντας τα παρακάτω βήματα:

1. Τοποθέτηση δείγματος προς μέτρηση
2. Τοποθέτηση ανιχνευτή
3. Επιλογή περιοχής σάρωσης
4. Γρήγορη προσγείωση ακίδας
5. Αναζήτηση συντονισμού και ρύθμιση της συχνότητας λειτουργίας
6. Προσέγγιση ακίδας – δείγματος
7. Σάρωση επιφάνειας δείγματος

Πριν ξεκινήσετε την ενεργοποίηση της διαδικασίας μέτρησης, συνιστάται η διεξαγωγή της λειτουργίας *training* του σαρωτή κατά την οποία ο σαρωτής κάνει κυκλικές κινήσεις με τη μέγιστη ταχύτητα ενώ η ακίδα τοποθετείται μακριά από την επιφάνεια του δείγματος. Ο απαιτούμενος χρόνος της λειτουργίας αυτής είναι περίπου 10 λεπτά.

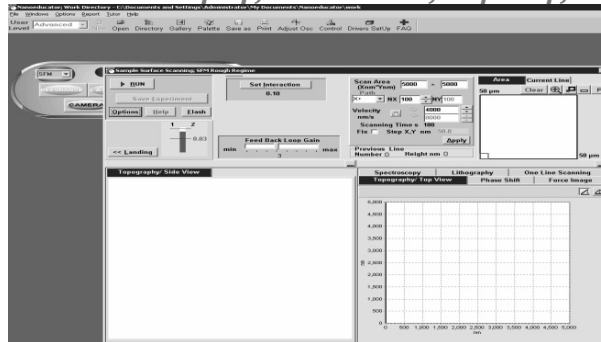
**1.4.4. Λήψη και επεξεργασία πειραματικών δεδομένων**

Κατά τη διαδικασία εκτέλεσης των πειραμάτων θα πρέπει να δώσουμε ιδιαίτερη προσοχή στα ακόλουθα σημαντικά στάδια:

<p><b>1. Προσέγγιση της ακίδας στην επιφάνεια που πρόκειται να σαρωθεί.</b></p> 	<p><b>2. Τα αποδεκτά όρια της συχνότητας συντονισμού κατά τη σάρωση του SFM mode είναι 6-10 KHz.</b></p> 
<p><b>3. Η περιοχή σάρωσης θα πρέπει να είναι (10 nm x 10 nm), και τα όρια ταχύτητας του tip (4000 – 8000 nm/s).</b></p>	<p><b>4. Βρίσκουμε την συχνότητα συντονισμού της ακίδας, και την επιλέγουμε ως συχνότητα σάρωσης.</b></p>

<p>5. Ξεκινάμε την διαδικασία προσγείωσης της ακίδας σε "slow"-mode με τιμές των: SetInteraction=0.30 , FeedBackLoopGain="3".</p>	<p>6. Η περιοχή σάρωσης θα πρέπει να είναι (10nmx10nm), και τα όρια ταχύτητας της ακίδας: 4000 – 8000nm/s.</p>

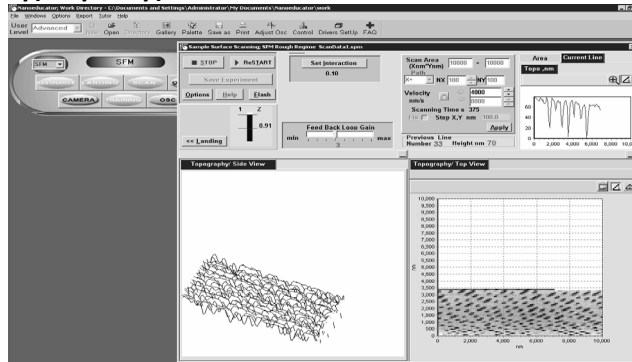
1.4.4.1. Εκτέλεση της διαδικασίας σάρωσης τύπου SFM:



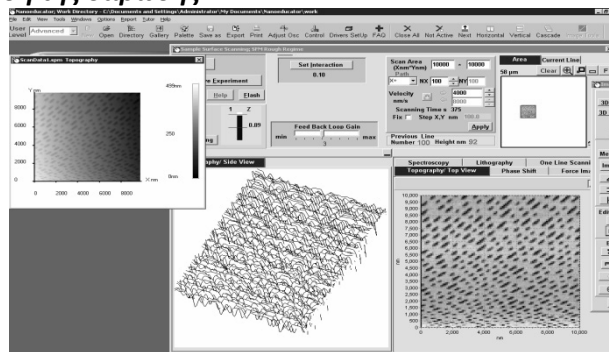
1. Εφαρμόζουμε τις παρακάτω παραμέτρους σάρωσης:

<p>Set Interaction</p> <p>0.10</p>	<p>Scan Area (Xnm*Ynm) 10000 * 10000</p> <p>Path X+ NX 100 NY 100</p> <p>Velocity nm/s 4000 / 8000</p> <p>Scanning Time s 375</p> <p>Fix <input type="checkbox"/> Step X,Y nm 100.0</p> <p>Apply</p>
<p>Feed Back Loop Gain</p> <p>min 3 max</p>	<p>Previous Line Number 33 Height nm 78</p>

2. Εκκίνηση της σάρωσης

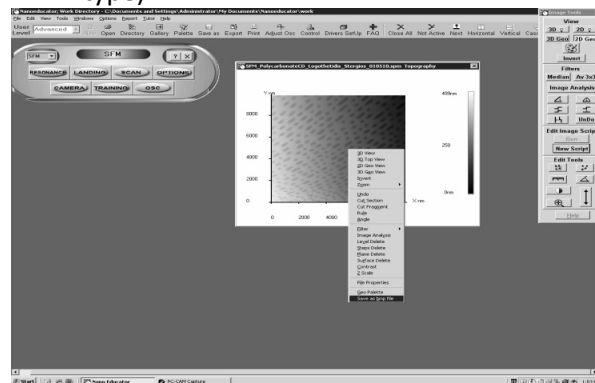


3. Ολοκλήρωση της σάρωσης



4. Μετά την ολοκλήρωση της διαδικασίας σάρωσης, αποθηκεύουμε τις εικόνες SFM -2D & -3D.

Η κάθε εικόνα του μικροσκοπίου μπορεί να αποθηκευτεί ως .bmp (image) ή ως .spm (NT-MDT type).



#### 1.4.4.2. Εκτέλεση της διαδικασίας σάρωσης τύπου STM:

##### 1.4.4.2.1. Μέτρηση του συντελεστή μετατροπής $K$ του μετατροπέα ρεύματος-τάσης (CVC)

1. Τοποθετήστε τη θήκη με τον αντιστάτη αναφοράς, στην ειδική υποδοχή της κεφαλής μέτρησης του NanoEducator. Το ρεύμα που ρέει μέσω της υψηλής αντίστασης αναφοράς προσομοιώνει το ρεύμα σήραγγας. Η αντίσταση αναφοράς αντικαθιστά το πιεζο-σωλήνα και το σύρμα βολφραμίου. Το ένα άκρο της αντίστασης γειώνεται (επί της υποδοχής), και το άλλο πλώνεται μέσω σύνδεσης του με το δειγματοφορέα. Η ωμική τιμή της αντίστασης πρέπει να είναι γνωστή.
2. Ξεκινήστε τη λειτουργία του μικροσκοπίου σήραγγας πατώντας το κουμπί "STM" στον πίνακα ελέγχου του προγράμματος του NanoEducator.
3. Εισάγετε το μενού Προσγείωσης (Landing) πατώντας το αντίστοιχο κουμπί στο μενού του προγράμματος. Ρυθμίστε την τιμή της τάσης πόλωσης (Bias) στα  $\sim 100$  mV. Υπολογίστε την αναμενόμενη τιμή για το ρεύμα,  $I=V/R$ , όπου  $R$  είναι η αντίσταση του αντιστάτη αναφοράς. Χρησιμοποιείτε τον δείκτη Tunnel Current στο Landing menu και συγκρίνεται την μετρούμενη τιμή ρεύματος με αυτή που υπολογίσατε.
4. Ξεκινήστε τον εικονικό παλμογράφο πατώντας το κουμπί OSC στον πίνακα ελέγχου του προγράμματος. Εισάγετε το σήμα ADC-Current-mV σε ένα από τα κανάλια του παλμογράφου, το οποίο θα δείχνει την τιμή της τάσης στην έξοδο του CVC.
5. Χρησιμοποιώντας τον εικονικό παλμογράφο υπολογίστε την τιμή της τάσης εξόδου CVC και στη συνέχεια υπολογίστε το συντελεστή μετατροπής ( $K=V/I$ ).

##### 1.4.4.2.2. Προσδιορισμός της μέγιστης τιμής ρεύματος

1. Για να επιτευχθεί αυτό είναι απαραίτητο να εκτελεστεί η διαδικασία χαρακτηρισμού τάσης – ρεύματος (γραφική αναπαράσταση του ρεύματος που ρέει διαμέσου του αντιστάτη σαν συνάρτηση της εφαρμοζόμενης τάσης). Πατήστε το κουμπί CANCEL στο menu LANDING, και εισέλθετε στο μενού SCANNING πατώντας το κουμπί SCAN (το πρόγραμμα μας ενημερώνει σχετικά με την απουσία της αλληλεπίδρασης ακίδας-δείγματος εφόσον δεν έχει εκτελεστεί η διαδικασία προσέγγισης). Κάντε μια προκαταρκτική σάρωση από τουλάχιστον 5 γραμμές. Μετά την ολοκλήρωση της σάρωσης, κλείστε την εικόνα που καταγράφηκε εφόσον δεν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί.
2. Ενεργοποιούμε τη διαδικασία SPECTROSCOPY πατώντας το αντίστοιχο κουμπί στο δεξί πεδίο του παραθύρου SCANNING. Εισάγετε τον αριθμό των σημείων για τα CVC χαρακτηριστικά. Επιλέξτε δύο σημεία.

3. Πατήστε το κουμπί START. Ανοίγει το παράθυρο ελέγχου λειτουργίας SPECTROSCOPY. Ορίστε την αρχική και τελική τιμή της τάσης για τη λήψη της VCC: (StartV, StopV) (-5000 mV, 5000 mV), αριθμός σημείων μέτρησης σε ένα διάγραμμα – Points (π.χ., 200) και ο αριθμός των διαγραμμάτων που λαμβάνονται σε ένα χωρικό σημείο – Graphics (π.χ., 5). Αφήστε την προεπιλεγμένη τιμή για την καθυστέρηση μεταξύ των μετρήσεων Delay (1 ms).
4. Πατήστε το πλήκτρο START στον πίνακα ελέγχου Spectroscopy. Η μέτρηση του ρεύματος σήραγγας θα αρχίσει (στην περίπτωση μας, αυτό είναι το ρεύμα που ρέει μέσω της αντίστασης αναφοράς) σε κάθε ένα από τα 200 σημεία εντός των αλλαγών των τάσεων (στην περίπτωση μας κάθε 10 mV). Εμφανίζεται το διάγραμμα I(V), που είναι μια ευθεία γραμμή λόγω του νόμου του Ohm. Οι γραμμές που λαμβάνονται στα διάφορα σημεία θα πρέπει να είναι ίσες. Αποθηκεύστε μία ενδεικτικά για να τη συμπεριλάβετε στην εργασία σας.
5. Εάν η διάταξη είναι σωστά ρυθμισμένη και δεν υπάρχουν ηλεκτρικές διαρροές, οι γραμμές θα πρέπει να διέρχονται μέσω του σημείου (0,0). Αυτό σημαίνει ότι σε περίπτωση απουσίας της τάσης, το ρεύμα που ρέει μέσω του αντιστάτη είναι ίσο με μηδέν.
6. Τα διαγράμματα που λαμβάνονται έχουν καθορισμένα όρια τα οποία οφείλονται στον κορεσμό του κυκλώματος μέτρησης. Χρησιμοποιούμε το διάγραμμα, για να προσδιορίσουμε τη μέγιστη τιμή ρεύματος.

#### 1.4.4.3. Προσδιορισμός της ελάχιστης τιμής ρεύματος

1. Αποσυνδέστε τον αντιστάτη αναφοράς από το δειγματοφόρο. Αφαιρέστε τον υποδοχέα με τον αντιστάτη αναφοράς από την κεφαλή μέτρησης. Κλείστε το κάλυμμα της κεφαλής για να αποφευχθεί η μετάδοση θορύβου. Μετά από αυτό, η CVC θα μετρήσει τα ρεύματα διαρροής.
2. 3.2. Ρυθμίστε το σήμα ADC-Current σε ένα από τα κανάλια του παλμογράφου. Αυξήστε το κατακόρυφο κλίμακα του παλμογράφου για τη βέλτιστη απεικόνιση του σήματος. Αποθηκεύστε το παράθυρο για να το συμπεριλάβετε στην εργασία σας.
3. 3.3. Χρησιμοποιώντας το ADC-Current σήμα εκτιμήστε τη μικρότερη τιμή ρεύματος. Η μικρότερη αυτή τιμή του μετρούμενου ρεύματος περιορίζεται από το θόρυβο του hardware.

#### 1.4.4.4. Λήψη μετρήσεων της επιφανειακής τοπογραφίας

1. Τοποθέτηση του δείγματος στη διάταξη.
2. Εγκατάσταση του ανιχνευτή στην υποδοχή της κεφαλής μέτρησης του NanoEducator.
3. Επιλέξτε την SFM λειτουργία.

4. Καθορίστε τη VCC και ρυθμίστε τη συχνότητα.
5. Πλησιάστε την ακίδα στο δείγμα σε απόσταση 1 mm, με τη χειροκίνητη βίδα προσέγγισης.
6. Επιλογή της αλληλεπίδρασης σε τύπο SFM.
7. Κλείστε το παράθυρο LANDING. Εναλλαγή στη λειτουργία του STM από τον πίνακα ελέγχου.
8. Πατήστε το κουμπί LANDING. Ελέγξτε τις ακόλουθες παραμέτρους:

Set point:	0.5 nA
Integrator delay (in the Options menu):	1000 ms
Feed Back Loop Gain:	3
Bias Voltage:	0.2 V

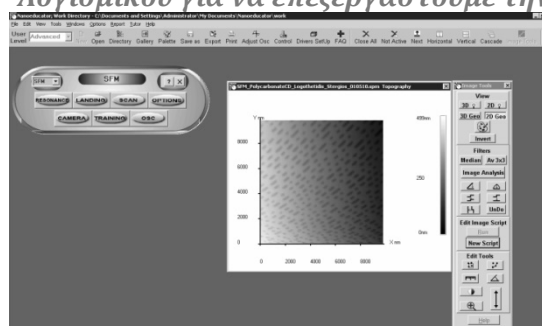
9. Ενεργοποιήστε το παράθυρο σάρωσης. Ρυθμίστε τις παραμέτρους σάρωσης. Ξεκινήστε τη μέτρηση της τοπογραφίας επιφάνειας στη λειτουργία σταθερού ρεύματος σήραγγας.
10. Εάν η εικόνα που αποκτήθηκε περιέχει σφάλματα (παρακείμενες γραμμές στη σάρωση που δεν επαναλαμβάνονται λόγω της μη σωστής ανατροφοδότησης – feedback από ασταθή επαφή σήραγγας) σταματήστε τη σάρωση και προσπαθήστε να σταθεροποιήσετε την επαφή αλλάζοντας τις τιμές των παραμέτρων εντός των παρακάτω ορίων:

Feed Back Loop Gain:	1 – 3
Set Point:	0.2 – 1 nA
Bias Voltage:	0.2 – 1 V







Εκτελέστε τη μέτρηση τοπογραφίας επιφάνειας στην τρέχουσα σταθερή κατάσταση σήραγγας. Αποθήκευση της λαμβανόμενης εικόνας.

#### 1.4.5. Επεξεργασία των πειραματικών εικόνων σάρωσης:

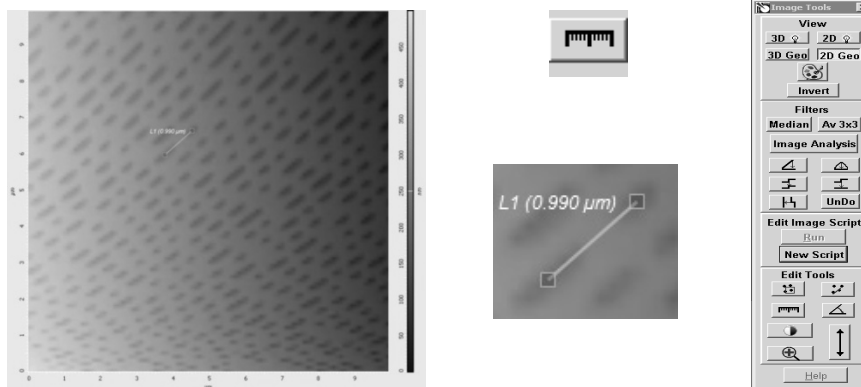
##### 1.4.5.1. Ξεκινάμε το ImageAnalysis του Nanoeducator Λογισμικού για να επεξεργαστούμε την εικόνα.



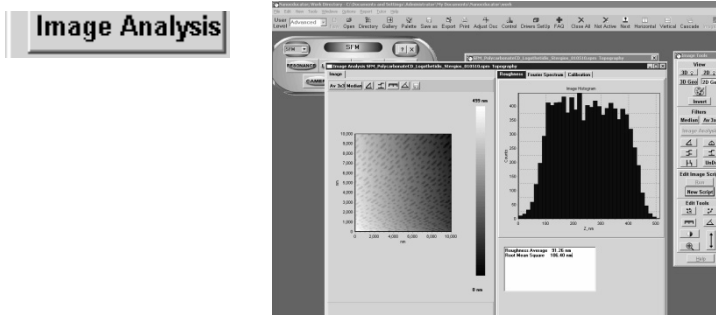
1.4.5.2. 2-D ή 3-D Image Analysis

2-D εικόνα ή 3-D εικόνα	 ή 
Βήμα διόρθωσης x-axis (fit x-line)	
Βήμα διόρθωσης y-axis (fit y-line)	
Επιπεδοποίηση flattening first order)	
Κατακόρυφη μετακίνηση	

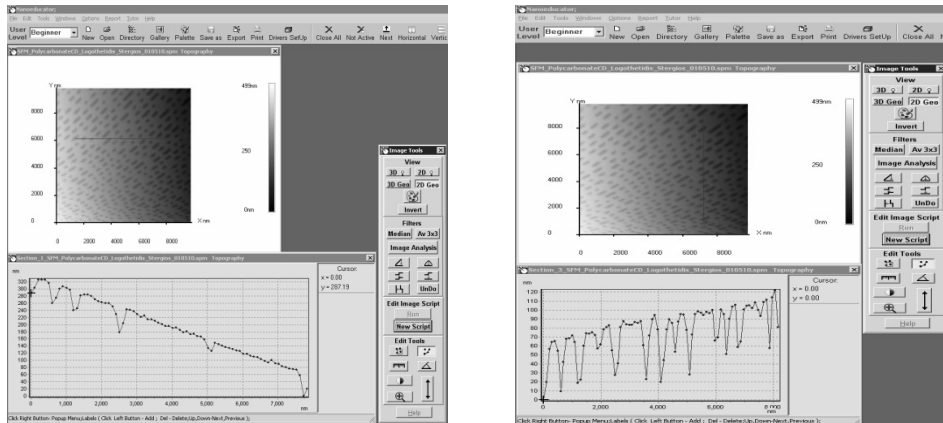
1.4.5.3. Μέτρηση χαρακτηριστικών αποστάσεων επί της εικόνας που έχουμε λάβει. Αυτό πραγματοποιείται με τη βοήθεια των παρακάτω εργαλείων.



1.4.5.4. Επιλογή του "ImageAnalysis" για να εξαγάγουμε πληροφορίες για την τραχύτητα της τοπογραφίας (RoughnessAverage, RootMeanSquare).



#### 1.4.5.5. Τομή "CrosssectionLine", που μας πληροφορεί για την οριζόντια ή την κατακόρυφη μετατόπιση καθ' ύψος (peak-to-valley)



Πίνακας 1.4-1 Καταγραφή των αποτελεσμάτων που θα προκύψουν από την επεξεργασία των πειραματικών εικόνων σάρωσης στον παρακάτω πίνακα:

α/α	Κωδικός Δείγματος	Average Roughness		Root Mean Square	
		Before fitting and flattening	After fitting and flattening	Before fitting and flattening	After fitting and flattening
1					
2					
3					
...					

### 1.5. Εμπέδωση

- Βασικές αρχές λειτουργίας της μεθόδου SPM και των πειραματικών διατάξεων SFM και STM.
- Κατανόηση της συσχέτισης μεταξύ της δύναμης/του ρεύματος σήραγγας που αναπτύσσονται κατά την αλληλεπίδραση του υπό μελέτη δείγματος με τον ανιχνευτή του NanoEducator και της αρχής λειτουργίας της κάθε διάταξης.
- Κατανόηση του γενικού σχεδιασμού του οργάνου NanoEducator.
- Εξοικείωση και χρήση του προγράμματος λειτουργίας του NanoEducator.



- Πειραματική λήψη εικόνας SPM από δείγματα αναφοράς και από δείγματα επιστημονικού και τεχνολογικού ενδιαφέροντος.
- Επεξεργασία SPM εικόνων για τον προσδιορισμό ποσοτικών πληροφοριών αναφορικά με την επιφανειακή μορφολογία και τοπογραφία δειγμάτων.