

Laboratoriya işi № 4.

Skanedici zond mikroskopiyasında təhriflər.

4.1. İşin məqsədi	79
4.2. İşin məzmunu	79
4.3. Metodik göstərişlər.....	109
4.4. Tapşırıq	109
4.5. Yoxlama sualları	114

İstənilən ölçmələr zamanı nümunənin səthinin alınan şəklinin(xəyalının) onun həqiqi səthindən fərqlənməsi təhriflər adlanır.

4.1. İşin məqsədi

1. Skanedici zond mikroskopunda təhriflərin mənbəyinin öyrənilməsi.
2. Pyezoelektrik keramikalarının və SZM skanedicisinin əsas xarakteristikasının tədqiqi.
3. Zondun formalarının və SZM-in ayırdetmə qabiliyyətinin təyini.

İş iki hissədən ibarət olub iki dərs müddətində yerinə yetirilir(4 saat). İşin birinci hissəsi TGX1 test nümunəsinə görə skanedicinin əsas xarakteristikalarının tədqiq olunmasından ibarətdir. İşin ikinci hissəsi isə TGT1 test nümunəsinin şəklinə görə zondun formalarının təyini, zondun elektrokimyəvi üsulla itilənməsi (yəni yeni zondların hazırlanması) və zond formalarının təkrar təyindən ibarətdir.

Ləvazimat: Skanedici zond mikroskopu(Model SZMU-L5), zond, NanoEducator proqramı və kompüter.

Tədqiqat üçün nümunə: TGX1 və TGT1 test nümunələri.

4.2. İşin məzmunu

Pyezokeramikanın və skanedicinin əsas xarakteristikalarının öyrənilməsi (rezonans tezlik, yerdəyişmə diapozonu, qeyri-xəttilik, histerezis, skanedicinin sürüşməsi, temperatur dreyfi (kənara çıxma)). TGX1 test nümunəsinə görə skanedicinin əsas xarakteristikasının tədqiqi.

Zondun həndəsi ölçülərinin müxtəlif səthlərin xüsusiyyətlərinin skanedilməsi zamanı SZM ayırdetməsinə təsiri. TGT1 test qəfəsinə görə zondun formalarının təyini, zondun elektrokimyəvi üsulla itilənməsi və SZM-də şəkillərin təkrar alınması.

Skanedici zond mikroskopunda təhriflər

Bərk cisimlərin mikroskopik tədqiqi, həmçinin skanedici

zond mikroskopıya üsullarının məqsədi səthin böyüdülmüş şəkilini almaqdır. İdeal mikroskop səthin həqiqi şəklini almağa imkan verir. İstənilən ölçmələr zamanı alınan şəkillərin nümunənin həqiqi səthindən fərqlənməsi təhriflər adlanır.

Bütün analitik tədqiqat üsullarında təhriflər olur. Tarixən texniki alətlərin və tədqiqat üsullarının inkişafı təhriflərin daha aydın olmasına; qurğuların konstruksiyalarında və materiallarında dəyişikliklər və alınmış nəticələrin təhlilində təhriflərin minimal olmasına və daha aydın başa düşülməsinə imkan vermişdir.

Skanedici zond mikroskoplarının işi də təhriflərsiz mümkün deyildir. Əgər bunlar aydın deyilsə, onda tədqiqatçı SZM vasitəsi ilə alınmış nəticələri düzgün təhlil edə bilmir. Bu çoxlu arzuolunmaz nəticələrə gətirib çıxarır, məsələn cihazın işini düzgün qiymətləndirməməyə və təcrübənin nəticələrinin səhv istifadə olunmasına səbəb olur. Əgər təhriflər yaxşı öyrənilsə və onların yaranma səbəbləri aydınlaşsa, SZM-in nəticələri düzgün təhlil olunar və alınmış məlumatlardan inamla istifadə olunar.

SZM-də təhriflərin olmasının çoxlu mənbələri mövcud-dur. Təqdim olunan laboratoriya işinin məqsədi SZM şəkillərində təhriflərin mənbəyini və alınmış nəticələrin düzgün təhlilini öyrənməkdir.

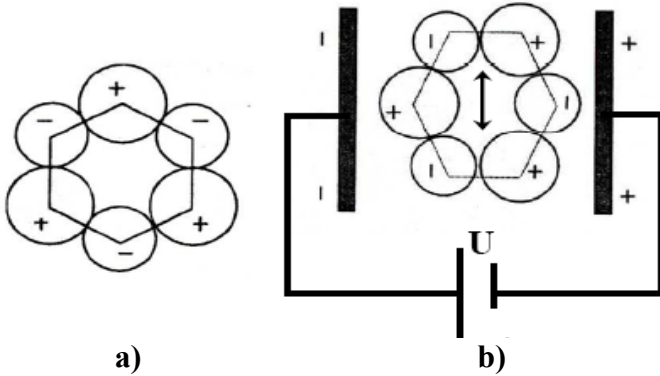
SZM-in təhriflərə səbəb olan əsas komponentləri:

1. Pyezoelektrik keramika

SZM-də kiçik məsafələrdə iynənin yerdəyişməsinin idarə olunması üçün pyezoelektrik mühərriklərdən istifadə olunur. Bunların vəzifəsi tədqiq olunan və hərəkət etməyən nümunəyə nəzərən zondun və ya hərəkət etməyən zonda nəzərən nümunənin yerinin dəyişməsi zamanı zondun dəqiq mexaniki skanetməsini təmin etməkdir.

Müasir SZM-də istifadə olunan əksər pyezoelektrik mühərriklərin işi elektrik sahəsinin təsiri nəticəsində pyezomaterialın ölçülərinin dəyişməsi, yəni əks pyezoeffektdən istifadə olun-

masına əsaslanır. Pyzeoeffektin mexanizmini SiO_2 kvars strukturuna bənzəyən sadə modeldə izləmək olar. SiO_2 qəfəsində silisiumun müsbət ionları oksigenin mənfi ionları ilə növbə ilə əvəzləmə. Deformasiya olunmayan (elementar qəfəsdə) yerlərdə müsbət və mənfi yüklərin mərkəzləri üst-üstə düşür (Şəkil 4-1a). Əgər kvars kristalın əks üzlərində yerləşmiş metal elektrodlara (Şəkil 4-1b göstərilirdiyi kimi) xarici elektrik gərginliyi tətbiq edilərsə, onda ionlar yerlərini dəyişər və bu kristallik qəfəsin deformasiyası ilə nəticələnər.



Şəkil 4-1. Kvarsın quruluş sxemi (a) və əks pyzeoelektrik effektin yaranması (b)

SZM-də pyezomaterial kimi kvars kristallik material əvəzinə, pyezomodulu böyük olan pyezokeramika istifadə olunur. Pyezokeramika 0,5-50 mkm ölçülü seqnoelektrik monokristal dənələr yığımından ibarətdir.

SZM-də istifadə olunan əksər pyezokeramikalar [12, 13] $\text{PbZr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ tərkibli (qurğuşun sirkonat-titanat) müxtəlif əlavələr olan materiallardır. Əlavələr kimi *Nb*, *Su*, *Bi*, *La* əlavə (5%-dən az olan) qatışıqlardan və *Ba*, *La* kimi modifikasiya edən aşqarlar (5%-dən çox olan) istifadə olunur. Standart keramikanın alınma üsulu kimi atmosfer təzyiqində verilmiş tərkibli tozların birləşməsi üsulundan istifadə olunur. Həmçinin 200 kq/sm² təzyiq altında isti presləmə üsulu da mövcuddur.

Bu üsulla sıxlığı 99,9 %-dan böyük və nəzəri alınması mümkün olan kristallıq quruluşlu nümunələrin xüsusi keyfiyyətlərinə malik keramika almaq mümkündür.

Polyar olmayan keramikada dənələr və onların domenlərinin polyar oxları xaotik düzülür ki, bu da keramikanın elektrik, pyezoelektrik və başqa xarakteristikalarının kvaziizotrop olmasına səbəb olur. Tələb olunan xassələri, məsələn əks pyezoeffekti almaq üçün, xarici elektrik sahəsinin köməyi ilə materialın bütün həcm üzrə polyar oxlarını bircins istiqamətləndirmək zəruridir. Polyarlaşma adlanan bu proses materialın Tc Küri temperaturundan yüksək temperatura kimi qızdırılmasına və xarici elektrik sahəsinin təsiri altında otaq temperaturuna qədər soyudulmasına əsaslanır. Xarici elektrik sahəsinə kənarlaşdırdıqdan sonra domenlərin dipol momentləri bir istiqamətə yönəlir, yəni materialda qalıq polyarlaşma yaranır. Pyezokeramikanı istifadə edərkən onu Küri temperaturundan yüksək temperaturda qızdırmaq olmaz, bu temperaturda pyezokeramika depolyarlaşır və pyezoeffekt müşahidə olunmur.

Bir tərəfi bərkidilmiş pyezolövhənin (Şəkil 4-2) uzanması

$$\Delta l = l \frac{U}{h} d_{31} \quad (1)$$

ifadəsi ilə təyin olunur.

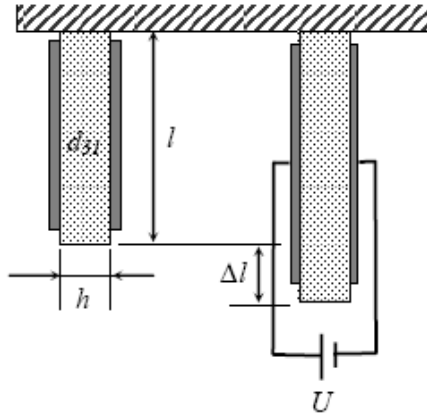
Burada l -lövhənin uzunluğu, h -lövhənin qalınlığı, U - pyezolövhənin kənarlarında yerləşmiş elektrodlara tətbiq olunan elektrik gərginliyi, d_{31} - materialın pyezomoduludur.

d_{31} -pyezomodulu uzununa istiqamətdə tətbiq olunan gərginliyin yerdəyişməyə çevirilməsini təyin edib, adətən $30-350 \times 10^{-12} \text{m/V-ə}$ bərabər olur. Məsələn,

$d_{31} = 200 \text{m/V}$ (2 Å /V) qiymətində uzunluğu $l = 200 \text{mm}$, qalınlığı $h = 0,5 \text{mm}$ olan lövhənin idarəedici gərginliyinin qiyməti U 0-dan 300V -a kimi dəyişməsi nəticəsində $0-2,4 \text{mkm}$ diapazonunda Δl mexaniki deformasiyasını təmin edir. Pyezomodul əmsalının böyük qiymətləri kiçik ölçülü

skanedicilər və kiçik idarəedici gərginlik üçün vacibdir.

Pyezomaterialın deformasiyasının maksimal qiyməti skanetmənin maksimal sahəsini təyin edir, lakin bu elektrik sahəsinin gərginliyinin qiyməti ilə məhdudlaşır, belə ki, bu zaman material elektrikin təsirindən dəşilir. Minimal addım və ya yerdəyişmənin dəqiqliyi idarəedici elektrik gərginliyinin küyləri, mexaniki titrəmələrin və termodreyfin səviyyəsinə əsasən təyin olunur.



Şəkil 4-2. Bir tərəfi bərkidilmiş pyezolövhənin uzanması

SZM-də istifadə olunan pyezokeramikaların əsas xarakteristikalarından bunları seçmək olar:

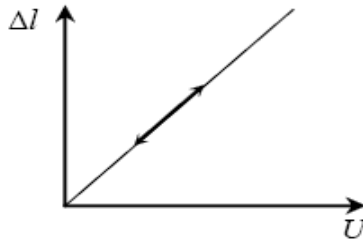
- Sərf edilən gücün az olması və istilik ayrılmaması
- SZM üçün helium(4,2K) temperaturuna qədər alçaq temperaturalarda d_{31} -pyezomodulunun dəyişməməsi
- Kuri temperaturu $170-350^{\circ}\text{S}$
- Keramikanın istidən genişlənmə əmsalı $\beta=1-10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ -ə bərabər olur. Bu zaman β -nın qiyməti böyük əhəmiyyət kəcb etmir. Keramikanın və konstruksiyada istifadə olunan materialın istidən genişlənmə əmsallarının fərqlinin çox kiçik olması temperatur dreyfini azaltmağa imkan verir.
- Kiçik ölçüyə, yüksək sərtliyə və bunun nəticəsində yüksək rezonans tezliyinə(10kHs-dən böyük olması məqsədə

uyğundur) malik olması. Bu da titrəmələrdən qorunmaq üçün lazımdır. Yüksək rezonans tezlik həmçinin skanetmənin sürətini artırmağa imkan verir, yəni SZM-də nəticələrin alınması vaxtını azaltmaq olar.

- Müxtəlif mühitlərdə və yüksək vakuumda tətbiq olunması. Onlar kimyəvi aktiv deyillər və elektromaqnit sahəsi yaratmırlar.

Tətbiq olunan pyezokeramikaların üstün keyfiyyətlərinə baxmayaraq, onların bir sıra çatışmayan cəhətləri vardır.

İdeal pyezoelektrik keramika (1) ifadəsinə uyğun olaraq tətbiq olunan gərginliyin təsiri nəticəsində Şəkil 4-3-də göstəriləyi kimi xətti olaraq deformasiya edir.



Şəkil 4-3. Tətbiq olunan gərginliyin təsiri nəticəsində ideal pyezokeramikanın deformasiyası

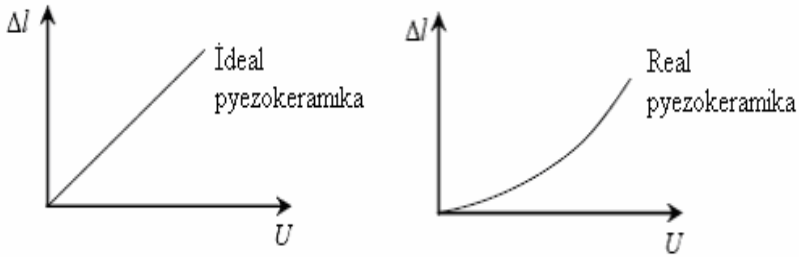
Pyezoelektrik keramika təcrübədə özünü Şəkil 4-3-də göstərilmiş xətti modelə uyğun aparmır. Pyezokeramika əsasında skanedici ilə işləyərkən bu materialın bir sıra xüsusiyyətlərinə diqqət etmək lazımdır.

a) Qeyri-xəttilik

Real pyezokeramika tətbiq olunan gərginlik nəticəsində qeyri-xətti deformasiya edir (Şəkil 4-4). Pyezokeramikanın uzanması tətbiq olunan gərginliyin funksiyasıdır:

$$\Delta l = f(U) \quad (2)$$

Qeyri xəttilik tətbiq olunan gərginliyin artması nəticəsində pyezomodulun 10-20% artması hesabına yaranır.



Şəkil 4-4. Pyezokeramikanın mexaniki deformasiyasının qeyri-xəttiliyi

Səthin atomlararası məsafə tərtibində kiçik hissələrinin şəkillərinin alınması zamanı bu çatışmazlıq əhəmiyyət kəsb etmir. Birincisi, diapazon dəyişməsi kiçik olduğuna görə qeyri-ideal hərəkət yaranmır; ikincisi, əksər mühüm həndəsi parametrlər, məsələn rabitə uzunluğu başqa üsullarla əvvəlcədən ölçülmüş nəticələrdən məlum olur.

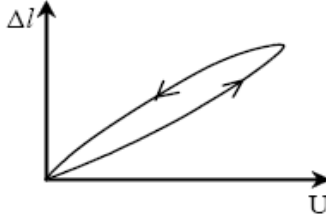
Bəzən daha böyük obyektlərin, məsələn mikrotexnoloji üsullarının köməyi ilə hazırlanmış strukturlarda şəkillərin alınması zamanı qeyri-xəttilik kifayət qədər böyük təhriflər yarada bilər. Pyezokeramikanın qeyri-xəttiliyi skanedicidə eyni ölçülü obyektlərin başlanğıcda və sonda alınmış şəkillərinin müxtəlif ölçülərə malik olmasına səbəb olur.

b) Histerezis

Bu tip qeyri-xəttilik elektrik gərginliyinin istiqamətinin dəyişməsindən asılı olaraq uzanmanın birqiymətli olmamasına görə (Şəkil 4-5) yaranır. Bundan əlavə histerezisə görə pyezokeramika elektrik gərginliyini düz istiqamətdə və ya əks istiqamətdə eyni cür dəyişməsindən sonra öz başlanğıc uzunluğunu almaya da bilər.

Histerezisin qiyməti adətən 10% təşkil edir və bu pyezokeramik materialın tərkibindən və strukturundan asılıdır. Histerezis SZM-də skanedicinin düzünə və əksinə yerdəyişmələri zamanı skanetmə sahəsində sürüşmələrə səbəb olur. Buna görə nümunə səthinin SZM-də alınmış şəkillərindəki histerezislə

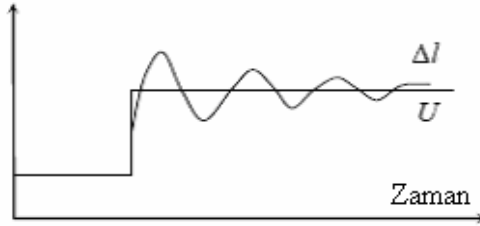
əlaqəli təhriflərin aradan qaldırılması üçün ölçmələri skanedicinin yalnız düzünə və ya yalnız əksinə gedişi zamanı aparmaq lazımdır.



Şəkil 4-5. Pyezokeramikanın histerezisi

c) Sürüşmə

Pyezokeramikanın sürüşməsi yavaş dreyflə aparılmış əvvəlki yerdəyişmələrin istiqamətində və ya gərginliyin sürətlə dəyişməsindən sonra mexaniki dəyişmələrdə gecikmələr zamanı əmələ gəlir. Pilləvarı gərginliyin tətbiqindən sonra pyezokeramikanın (cingintili) yerdəyişməsi Şəkil 4-6-dakı kimi davam edir.



Şəkil 4-6. Pyezokeramikanın sürüşməsi və cingiltisi

Pyezokeramikanın sürüşməsi skanetmənin böyük sahələrdə və böyük sürətlə aparılması zamanı başlanğıc sahədə təhriflərin yaranması ilə özünü göstərir. Yeni pyezomateriala tətbiq olunan gərginlik kifayət qədər sürətlə dəyişən zaman özünü bürüzə verir. Həmçinin təkrar skanetmə SZM şəkillərində xüsusi sürüşmələrə gətirib çıxardır. Sürüşmə təsiri, skanedicinin sürətini azaltdıqdan və skanedicini “ilkın işə hazırlama”-dan

sonra azalmış olur. Təcrübə zamanı SZM şəkillərində sürüşmə ilə bağlı təhriflər yaranarsa, skanedicini müəyyən vaxt dayandırıb prosesi yenidən təkrar etməli. Bu tətbiqlərdən sonra SZM şəkillərindəki təhriflər məsələn, şaquli xətlərin əmələ gəlməsi ilə əyilmə təkrar kadrlarda azalmış olacaqdır. Aydın ki, sürüşmə tələb olan başlanğıc nöqtədə skanetməni başlamaq üçün skanedicini dərhal yerdəyişməsi zamanı meydana çıxır. Buna görə də skanedicinin idarə olunması alqoritmlərində dərhal idarəedici gərginliyin kəskin sıçrayışlı addımla dəyişməsi aradan götürülmüşdür və sürüşmənin nəzərə alınması üçün dayanma anı daxil edilmişdir.

ç) Temperatur dreysi

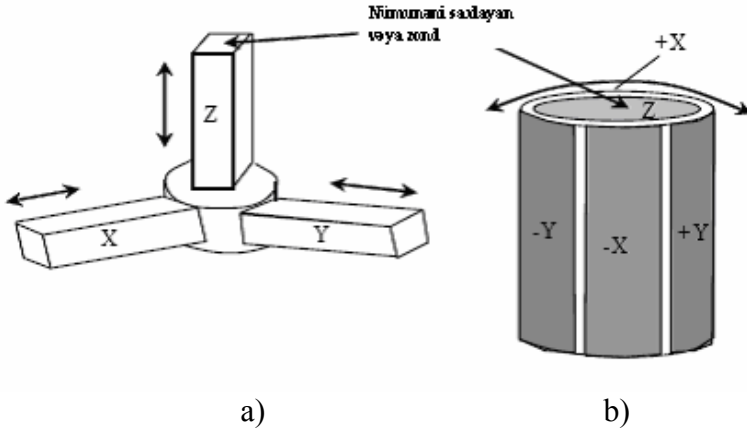
Laboratoriyada temperaturun təsadüfi dəyişməsi həmişə mövcuddur və elementlərin konstruksiyalarının uzunluqlarının dəyişməsinə, zond və nümunə yerdəyişməsinə nəzərən dəyişmələrinin yaranmasına səbəb olur. Məsələn $\Delta T = 1^\circ S$ temperatur dəyişməsi uzunluğu $l=20\text{mm}$, temperaturun xətti genişlənmə əmsalı $\beta = 2 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ olan pyezoboru uzunluğunu

$$\Delta l = \beta l \Delta T = 40 \text{ \AA} \text{ qədər dəyişmiş olur.}$$

Z koordinatı üzrə hamar temperatur dreysi, skanetmə prosesində nümunənin SZM şəkillərində müstəvi meylinə səbəb olur. X və Y koordinatları üzrə xətti ölçülərin dəyişməsi zond və nümunə müstəvisində yerdəyişmələrə gətirib çıxırır və bunun da nəticəsində şəkillərin ölçüləri dəyişir. Bütünlüklə bu təhriflər keramikanın sürüşməsi ilə bağlı oxşar təhriflərdir.

2. SZM skanedicilər

Həm x, y - nümunənin müstəvi səthi üzrə, həm də z - şaquli istiqamətdə zondun yerdəyişməsini təmin edən pyezokeramik konstruksiyalar skanedicilər adlanır. Bir neçə növ skanetmə cihazları mövcuddur. Ən çox yayılmış “üç ayaqlı” və “boru” şəkilli skanedici cihazlardır (Şəkil 4-7).



Şəkil 4-7. Üç ayaqlı skanedici (a) Z istiqamətində skanetmə zamanı çevrənin qövsü üzrə hərəkət edir. Boru şəkilli skanedici (b) mürəkkəb hiperbolik funksiyanı təsvir edir. Bu effektlər SZM şəkillərində əyilmə təhriflərə gətirir

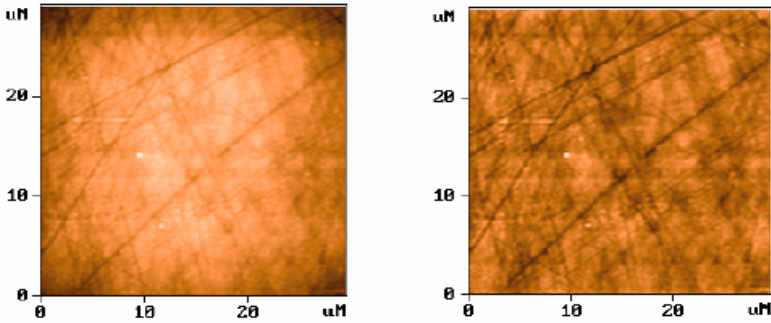
Üç ayaqlı skanedicinin üç koordinat oxu üzrə hərəkətini ortoqonal strukturda yerləşmiş, üç asılı olmayan pyezokeramikalar yerinə yetirir.

Skanetmə vaxtı X və Y pyezokeramikaya gərginlik verilir, skanedici Z pyezokeramikasının sonunda bərkidilmiş zond nümunə müstəvisindən məcburi çıxarır. Beləliklə, Z-pyezokeramikasına verilən gərginlik zond nümunə ilə əks əlaqədə saxlamağa imkan yaradır. Bu zaman nümunənin səthi tamamilə hamar olarsa belə şəkildə bükülmüş formanın alınmasına səbəb olur (Şəkil 4-8).

Üçayaqlı skanedicidə Z-pyezokeramika və buna uyğun olaraq onun sonunda bərkidilmiş zond skanetmə zamanı çevrənin qövsü üzrə hərəkət edir (2 tərtibli müstəvi). Bu qövs üçbucağın faktiki ölçüləri ilə təyin olunur və skanetmənin sürətinin dəyişməsi onu dəyişdirmir. Bu təhriflər 2-ci tərtib levelinq vasitəsi ilə şəkildən (Şəkil 4-8) asanlıqla kənarlaşdırıla bilər.

Boru şəkilli skanedicilər lotarial müstəvidə içi boş pyezoelektrik borunun əyilməsi və uzanması və ya borunun sıxılması

nəticəsində işləyir. X və Y oxları istiqamətində borunun yerdəyişməsinin idarə olunması üçün istifadə olunan elektrodlar borunun səthi üzrə dörd seqment şəklində yerləşdirilmişdir (Şəkil 4-7b). Borunun X dən +X istiqamətində əyilməsi və onun hər hansı bir tərəfinin uzanması üçün pyezokeramikaya gərginlik verilir. Eyni ilə Y oxu istiqamətində hərəkəti alınması üçün bu prinsip istifadə olunur. Z oxu istiqamətində hərəkət alınması üçün borunun mərkəzində yerləşən elektroda gərginlik verilir.



Şəkil 4-8. SZM şəklindən iki tərtibli sahənin çıxılması

Z oxu istiqamətində borunun sıxılması və ya uzanması diapa-zonu borunun uzunluğu ilə mütənasib olub, eyni zamanda X və Y oxları istiqamətlərində əyilmə uzunluğunun kvadratı ilə mütənasibdir. Nəticədə əgər nümunə boruya perpendikulyar qoyulmayıbsa böyük sahələrin skanedilməsi zamanı böyük detalları ölçmək üçün skanedicinin Z oxu istiqamətində yerdə-yişməsi kifayət etməyə bilər.

Boru şəkilli skanedici üç ayaqlıya nəzərən daha yüksək tərtibdə əyilmə təhrifləri edir. Histerezisin qiyməti skanedicinin sürəti və diapazonunun artması ilə artmış olur. Əyilmənin forması və qiyməti skanetmənin sürəti və ölçülərindən asılı olaraq dəyişir. Boru şəkilli skanetmədən alınan şəkildə əyilməni düzəltmək, daha böyük düzəlişlərin tərtibindən istifadə olunması başqa təhrifləri azaldır.

a) Skanedicilərin xarakteristikalarının xəttləşməsi üsulları

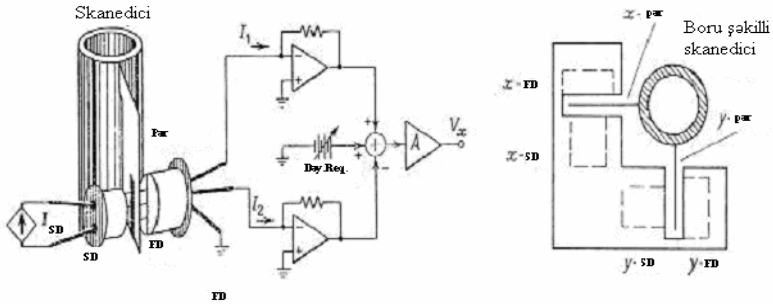
Skanedicilərdə zond mikroskoplarında pyezokeramikanın qeyri-xəttiliyinin və başqa xüsusiyyətlərinin düzəlişləri üçün bir neçə üsullar mövcuddur.

Bu problemin həlli üçün ən əhəmiyyətli yaxınlaşmalardan biri bundan ibarətdir ki, düzünə ölçmələrdə skanedicinin ani vəziyyəti və qeyri xəttiliyinin düzəlişi real vaxtda əks əlaqə dövrəsində həyata keçirilir. Yerdəyişmə çeviricisi kimi həcm və ya tenzor çeviricisi, fotodetektor və ya optik interferometrlər istifadə oluna bilər.

Optik düzəliş üsulunda [14] (Şəkil 4-9) pyezoelektrik boru şəkilli skanedicidə iki qarşılıqlı perpendikulyar pər yerləşir. Hər birində yığıcam aralıq və ya yarıq vardır. Hər bir pərdən müxtəlif tərəflərdə işıq diodları və diferensial fotodetektorlar yerləşdirilmişdir. Işıq diodu geniş işıq dəstələri ilə yarığı işıqlandırır. Skanedicilərin yerini dəyişərkən yarıq fotodetektora nəzərən yerini dəyişir və onun səthi üzrə ensiz işıq sahəsinin yerdəyişməsi baş verir. İki fotodetektor bölməsində müstəvi işığın yaratmış olduğu fotocərəyanlar fərqi gücləndiricidə skanedicinin dəyişməsinə mütənasib olan çıxış gərginliyinə çevirilir. X və Y oxları istiqamətində skanedicinin dəyişməsi ayrıca sxemlə ölçülür.

Həcm çeviricilərindən [15] istifadə edərkən kondensatorun iki lövhəsi skanedicidə yaxın fiksə olunmuş məsafədə yerləşdirilir. Skanedicilərin hərəkət edərkən kontakt sahəsinin və skanedicinin yerdəyişməsinə görə lövhələr arasındakı həcm dəyişməsi təyin olunur.

Tenzor çeviricilərindən istifadə edərkən [16] onun deformatsiyası nəticəsində (tenzorezistiv çevirici effekt) naqilin elektrik müqaviməti ölçülür. Skanedicidə X, Z və Y pyezokeramikalarında yerləşmiş tenzor rezistorlarının müqavimətləri skanedicinin yerdəyişməsinə mütənasib dəyişir.



Şəkil 4-9. Bir kanal çeviricinin dəyişməsinin (solda) və iki koordinatlı detektorun həndəsi ölçülərinin (sağda) sxemi: İD-ışığı diodu, FD-fotodetektor

İkinci daha sadə üsul pyezokeramikanı həyəcanlandıran qeyri-xətti gərginliyin istifadə olunmasından ibarətdir. Bunun nəticəsində skanedicinin yerdəyişməsi xəttiliyə yaxın olur. Bunun üçün SZM qabaqcadan nizamlanır, yəni yerdəyişmənin tətbiq olunan gərginlikdən asılılığı(2) funksiyası tapılmış olur. Skanedicinin nizamlanmaq üçün qabaqcadan ölçüləri məlum olan periodik strukturlu(test-obyekt) nümunədən istifadə edilir.

b) Skanedicilərin rezonans tezlikləri

SZM skanedicisinin mühüm xarakteristikalarından biri onun rezonans tezliyidir. Müasir mikroskopların konstruksiyalarında skanedici elementin maksimal görünüş sahəsini almaq üçün onun rezonans tezliyini ilə qarşılıqlı güzəşt əsasında razılaşdırmaq lazımdır.

Sərt konstruksiyalı və rezonans tezliyin qiyməti böyük olan skanedici, xarici titrəmələrin təsirindən yaxşı qoruyur və tezliyin kifayət qədər geniş sahəsində siqnalları kifayət qədər dəqiqliklə izləməyə imkan verir. Bu skanedicinin sürətini yüksək etməyə imkan verir. Beləliklə informasiyanı almaq üçün vaxtı azaltmaq olar. Verilmiş oblastda skanetmə vaxtının azalması bir tərəfdən əlverişlidirsə, digər tərəfdən bu, prinsipial əhəmiyyətə malik olub temperatur dreyfinin azalmasına gətirib çıxarır.

Pyezoboru formasındakı skanedicinin məxsusi rezonans tezliyini qiymətləndirək. Bunun üçün bir tərəfi möhkəm bərkidilmiş çubuğun X, Z müstəvisində eninə rəqslərinin əsas harmonik tezliyinin ifadəsindən istifadə edək

$$\omega = \frac{1}{2\pi} \frac{(1,875)^2}{\ell^2} \sqrt{\frac{EI_Y}{m}} \quad (3)$$

burada $I_Y(z)$ - z oxuna nəzərən uzununa ətalət momentidir, ℓ - uzunluq, m-kütlə, $E = c^2 \rho$ -Yung modulu, c-pyezomaterialda səsin sürəti, ρ -pyezokeramikanın sıxlığıdır.

Uzunluğu - ℓ , radiusu-r və divarının qalınlığı-h olan içi boş silindir üçün ətalət momenti $I_Y(z) = \frac{\pi R^4}{2} \left[1 - \left(\frac{R-h}{R} \right)^4 \right]$ kimidir.

$\ell = 30$ mm, $h = 1$ mm, $R = 6$ mm, $c = 3,3 \cdot 10^3$ m/san, $\rho = 7$ q/sm² qiymətləri üçün $\omega = 12,3$ Khs alırıq.

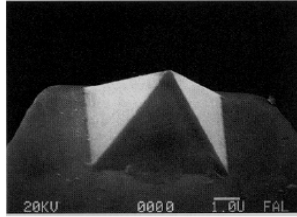
(3) düsturundan görünür ki, skanedicinin uzunluğunun artırılması ilə skanedicinin yerdəyişmə diapazonunun artması rezonans tezliyinin kvadratik azalmasına gətirib çıxarır. Aydınadır ki, skanediciyə bərkidilməsi nümunənin kütləsi skanedicinin kütləsi ilə müqayisədə çox kiçikdir, əks halda bu rezonans tezliyinin azalması zamanı müşahidə olunacaq.

Skanedicinin rezonans tezliyini həmçinin, təcrübədə də ölçmək olar. Buna görə də mürəkkəb konfigurasiyalı skanedicilər halında, riyazi hesablamaların kifayət qədər mürəkkəb məsələ kimi özünü göstərdiyinə görə də təcrübədən alınmış nəticələr, skanedicinin verilənləri kimi istifadə edilir.

SZM zondları

Həndəsi ölçüləri ilə fərqlənən SZM-in çoxlu müxtəlif formaları mövcuddur. Təcrübədə uyğun zondun işlədilməsi nümunə səthinin maraqlı xüsusiyyətlərini nəzərə almaqla təsviri üçün zəruridir.

AQM zondların formalarından biri kvadrat əsaslı olub tərəflərinin uzunluğu təqribən 5mm olan silisium nitriddən hazırlanmış zondlardır(Şəkil 4-10). Zondla birlikdə kantileverlərin itilənməsi çuxurunda Si(100) altlıqda yerləşdirməklə-litoqrafiya və itiləmə ilə davam etdirilərək Si_3N_4 -nin tozlanması ilə alınır. Tərəflərin nisbəti (hündürlüyün oturacağı) itiləmə çuxurunun həndəsi ölçüləri ilə təyin olunur və təqribən 1:1 kimidir və ucunun radiusu 20-50 nm-dir.

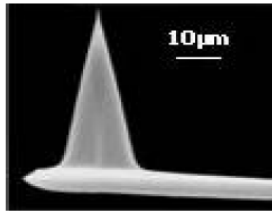


Şəkil 4-10. İşıq şüalandıran elektron mikroskopunda piramida formalı AQM zondun şəkli

Konusvarı AQM zondlarının silisiumdan hazırlamaq(Şəkil 4-11) kifayət qədər mürəkkəb texnoloji proses tətbiq edilir. Bu prosesə fotolitoqrafiya, ion implantasiya, kimyəvi və plazma itilənməsi daxildir.

Mümkün hazırlanma texnologiyalarından birinin əsas mərhələləri Şəkil 4-12 verilmişdir[6]. Zond çeviricilərinin hazırlanması zamanı(kantileverin ucunda yerləşən zond) plastik kristal oriyentasiyalı silisiumdan istifadə olunur(Si 110). Lövhenin səthində nazik fotorezistor təbəqə yerləşdirilir(Şəkil 4-12, 2-ci mərhələ). Bundan sonra fotorezistor fotoşablon vasitəsi ilə ekspansiya edilir və fotorezistorun bir hissəsi kimyəvi itiləmə vasitəsi ilə kənarlaşdırılır. Sonra Bor ionlarının implantasiyası aparılır, fotorezistorla qoruyucusu olmayan silisium sahəsində ionlar 10 mkm dərinliyə daxil olurlar (3-cü mərhələ). Bundan sonra fotorezistor xüsusi kimyəvi yolla yuyulur, termik bişirmə həyata keçirilir, nəticədə Bor atomları silisium kristallik qəfəsdə yerləşdirilmiş olur. Silisium Bor qarışığı bir təbəqə

əmələ gətirir, yuyulma prosesini selektiv kimyəvi hazırlanma üçün dayandırılır. Lövhənin əks tərəfində fotolitoqrafiya yenidən aparılır, nəticədə dəqiq Bor implantasiya edilmiş oblastın üzərində fotorezistor təbəqəsi formalaşır. Bundan sonra lövhə Si_3N_4 (mərhələ 4) nazik təbəqə ilə örtülür. Fotorezistorun selektiv kimyəvi prosesi aparılır, həll olunma prosesində fotorezistor şişir və bilavasitə onun üzərində yerləşən Si_3N_4 nazik təbəqəsini kəsir (mərhələ 5). Silisium lövhəsi görünən bir tərəfdən o bir tərəfə selektiv kimyəvi yuyucunun köməyi ilə yuyulur. Bu silisium ilə qarşılıqlı təsirdə olub, silisium qatışığı və Si_3N_4 (mərhələ 6) təbəqəsi ilə qarşılıqlı təsirdə olmur. Bundan sonra Si_3N_4 yuyulur, əks tərəfində lehimlənmiş qarışıq sahədə lövhəni fotolitoqrafiya üsulu ilə fotorezistdən təpə forma yaradılır (7, 8 mərhələ). Bundan sonra silisiumun kimyəvi yuyulması nəticəsində fotorezist təpələri altında kremniya sütunları alınır (9 mərhələ). Plazma itilənməsi vasitəsilə silisium sütunlarından iynə alınır (10, 11 mərhələ).



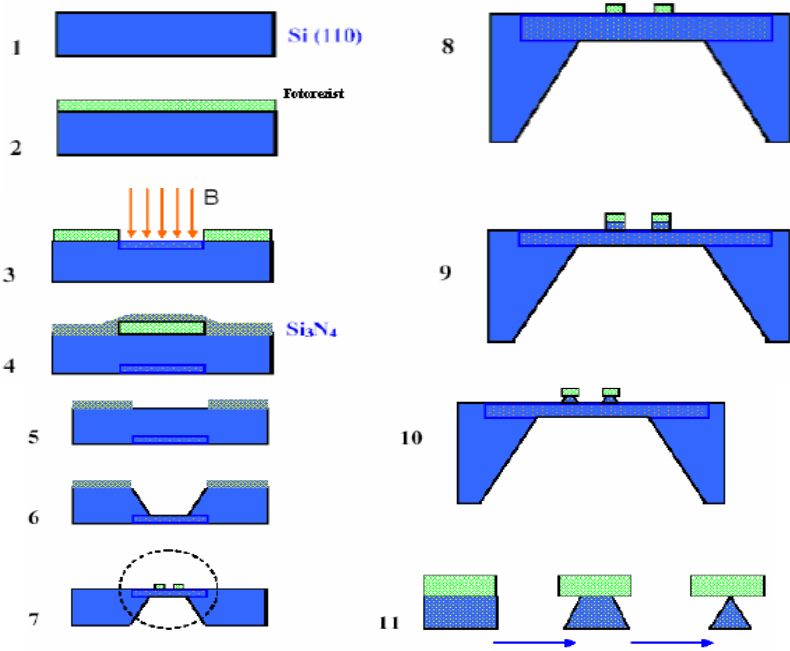
Şəkil 4-11. Işıq şüalandıran elektron mikroskopunda konusvari AQM zond

Plazma itilənməsi nəticəsində oturacağıının radiusu 3-6 mkm, hündürlüyü 10-30 mkm olan konus formalı zond alınır (tərəflərin nisbəti 3 - 5 : 1), zondun ucunun radiusu 10-20 nm dir.

Bir silisium lövhəsində texnoloji əməliyyatın nəticəsində zond çeviricilərinin bütöv yığılımı hazırlanmış olur. Elektrik ölçmələrin aparılması üçün zondun səthinə müxtəlif keçirici materiallardan olan örtüklər çəkilir(Au, Pt, W, Kr, Mo, Ti,

W_2C və başqa). AQM maqnit zondlarının səthinə ferromaqnit Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt və başqa materiallardan nazik təbəqə ilə örtük çəkilir.

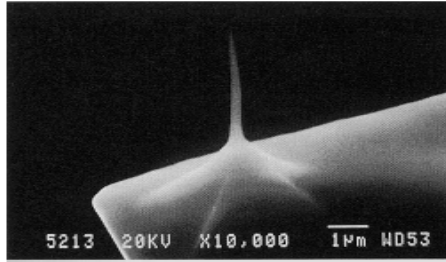
Xüsusi ensiz dərinlik və ya yarıq üçün ölçmələr aparmaq üçün visker(Whisker type) və ya supertipli xüsusi şəkilli zondlar istifadə olunur. Bu zondlar çox nazik uca malik olur və tərəflərinin nisbəti çox böyükdür. Bu da daha ensiz dərinliklərə daxil olmağa imkan verir. Məlumdur ki, standart zondlar çox dərinlikdə dibi və şaquli kənar divarları ölçməyə imkan vermir. Bu cür zondların ölçüləri belədir: uzunluğu 1,5-2mkm tərəflərin nisbəti 10 : 1 dən böyük və ucunun radiusu 10nm-dir.



Şəkil 4-12. Silisium AQM zondlarının hazırlanmasının əsas mərhələləri

STM üçün zondları nazik volfram naqıldən hazırlanır. Tərəflərinin nisbəti böyük olan, daha iti uclu zondların hazırlanması üçün bu naqillər elektrokimyəvi itiləmə prosesindən istifadə olunmaqla hazırlanır. Tərəflərin nisbəti adətən 5:1

ucunun radiusu 10nm tərtibində olur.



Şəkil 4-13. İşıq şüalandıran elektron mikroskopunda AQM uzun nazik super zond

Atom ölçüləri tərtibində şəkillərin alınması üçün müstəvi səthin kiçik hissəsində skan edilir. Buna görə zondun ümumi həndəsi forması bunun tətbiqi üçün kritik deyildir. İstifadə olunan STM zondların hazırlanması metodikası adi kəsici qayçının köməyi ilə naqilin kəsilməsidir. Kəsilmə 45^0 bucaq altında aralığa daxil edilməsi ilə eyni zamanda aparılır. Kəsilmə zamanı kəsilən yerdə, dartılma qüvvələrin təsiri nəticəsində naqilin plastik deformasiyası baş verir. Nəticədə kəsilmə yerində uc hissədə hamar olmayan çoxlu çıxıntılar və s. formalar yaranmış olur. Bu STM zondun işçi elementi olaraq tunelləşmə prosesində istifadə olunacaqdır(Şəkil 4-14).

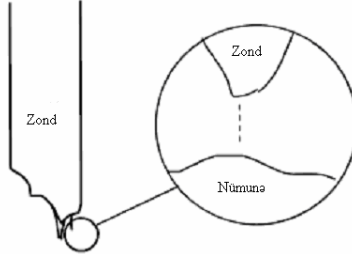
SZM şəkillərində zondla əlaqəli təhriflərin yaranması labüddür. Zond və nümunə səthi arasında qarşılıqlı təsir Şəkil 4-15-də göstərilmişdir.

Bəzən zondun həndəsi formasının bilinməsi alınmış şəkillərin interpretasiyası zamanı belə təsiri azaltmağa imkan verir, həmçinin tədqiq olunan nümunənin xüsusiyyətlərinin aşkarlanması üçün ən münasib zond işlədilir.

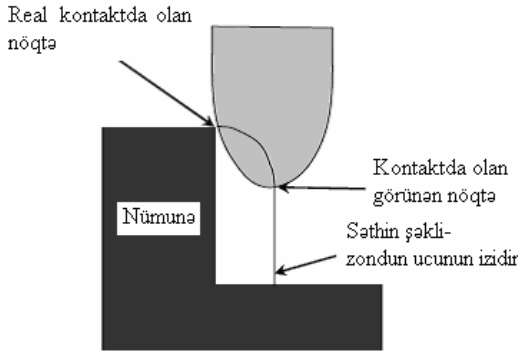
b) Pilləli/çuxur tipli xüsusiyyətlərin təhrifləri

Təsvirlərin alınması zamanı zondun kəskin həndəsi xüsusiyyətlərinin olması çox vacibdir. Böyük radiuslu zond o zaman səthin xüsusiyyətləri ilə qarşılıqlı təsirə başlayır ki, zondun mərkəzi oxu səthin xüsusiyyətlərinə çatmış olsun.

Bunun Şəkil 4-16 təsvir olunmuş pillələrin şəkilləri üzərində görmək olar. Zond səthin xüsusiyyətləri ilə qarşılıqlı təsire başladıqdan sonra, kənarları iti olmayan dairəvi forma çəkir.

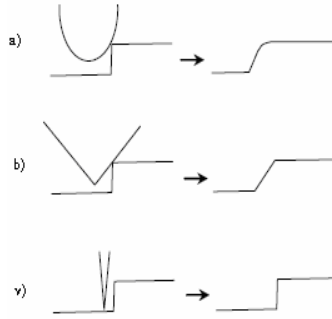


Şəkil 4-14. Mexaniki kəsilmiş naqilin sonunda mikroskopik formalar STM atom səviyyəsində şəkillərinin alınması üçün effektivdir. Nümunə səthinə yaxın yerlərdəki elektronlar tunelləşməsində iştirak edirlər



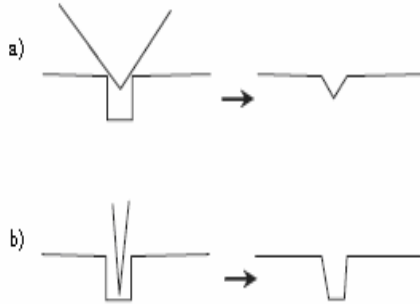
Şəkil 4-15. SZM zondunun nümunə ilə kontaktda olan nöqtələri zondun həndəsi formasından və nümunə səthinin həndəsi xüsusiyyətlərinin təsvirindən asılı olur

Əgər piramida formalı zond istifadə olunursa, zondun bucağına bərabər pillə alınacaq. Beləliklə belə xüsusiyyətlərin təsvirləri üçün zondun tərəflərinin nisbəti kritik olmalıdır. Tərəflərin nisbəti böyük olan zond ən kiçik təhriflər edəcəkdir.



Şəkil 4-16. Pillələrin təsvirləri zamanı zondun həndəsi forması kritik olmalıdır. Dairəvi formalı zondların yaratdıqları təsvirlər dairəvi forma kimi alınır (a). Tərəflərin nisbəti kiçik olan zond meyilli pillə yaradır (b). Nümunə səthinin daha aydın şəkillərin alınması üçün tərəflərin nisbəti böyük olan zondlar tələb olunur (v)

Nümunə səthindəki çuxurlar kimi dərinliklərindəki xüsusiyyətlərin təsvirlərin aşkarlanması zamanı, bu daha vacib tələbdir. Tərəflərin nisbəti kiçik olan zondlar bu xüsusiyyətləri tam təsvir edə bilməyəcəkdir, bu Şəkil 4-17-də göstərilmişdir.

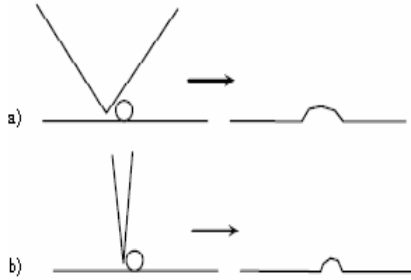


Şəkil 4-17. Tərəflərin nisbəti kiçik olan zondlar çuxurların dibinə çata bilmir (a). Bu xüsusiyyət yalnız uzun və nazik zondlar vasitəsi ilə təsvir oluna bilər (b)

b) Qabarıq tipli xüsusiyyətlərin təhrifləri

Müstəvi səthlərin kiçik qabarıq təsvirləri zamanı (məsələn kvant nöqtələr) iti uclu zondların şəkillərin eninə alınmasına

ciddi təsir edir. Şəkil 4-18 göstəriləyi kimi böyük radiuslu zondun mərkəzi oxu səthə toxunduqdan sonra belə xüsusiyyətlərlə qarşılıqlı təsir əmələ gəlməyə başlayır. Alınmış şəkillər real nümunə səthindən fərqli olaraq kifayət qədər enli alınacaqdır. Bu zaman hündürlüyün ölçülməsi zondun həndəsi formasından asılı olmayaraq düz olacaq. Bu tip dərin və ya kəskin xüsusiyyətləri olan nümunələr üçün şəkillərinin alınmasında istifadə olunan zondlar iti uclu olmalıdır, uzun olması isə vacib deyil.



Şəkil 4-18. Səth üzərindəki çox kiçik detalların şəkillərinin çəkilməsi zamanı real nümunədən fərqli küt zondlar daha enli təsvirlərin alınmasına gətirib çıxarır(a). İti uclu zondların istifadə etdikdə şəkillərin eninin real detalların eni daha uyğun gəlir(b). Hər iki halda hündürlüyün xüsusiyyətləri dəqiq alınır

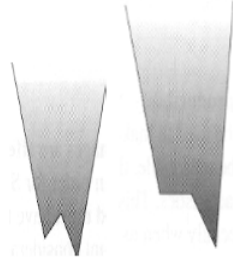
v) Zondun çirklənməsi

Əgər SZM zondun ucu çirklənibdirsə, alınmış şəkillərin təhrif olacaqdır. Bəzi hallarda çirklənmə skanetməni yaxşılaşdırmağa bilər. Məsələn STM vasitəsi ilə atom səviyyəsində ayırd etmə ilə qrafitin təsvirləri zamanı zond səthdən qrafiti seçə bilər. Bu halda elektronların tunelləşməsi qrafitin atomları (karbon) ilə zond arasında və nümunə səthində baş verir.

q) Zondun korlanması

Bəzən bərk nümunələrin şəkillərinin alınması prosesində və ya zondla ehtiyatlı davranmadıqda zondun ucu iki hissəyə

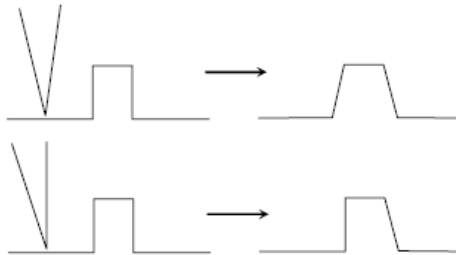
ayrılı bilər(Şəkil 4-19). Belə zondla nümunə səthinin şəkli çəkilən zaman, hər bir səth xüsusiyyətinin təsvirinin iki dəfə alınması müşahidə olunur.



Şəkil 4-19. Zondun ucunun iki yerə ayrılması ilə nümunə səthində xüsusiyyətlərin təsvirləri iki dəfə alır, yeni şəkillərin alınmasında zondun hər iki ucu növbələşərək iştirak edir

d) Zond və nümunə arasındakı bucaq

Əgər zond nümunə səthində 90^0 -dən dərəcədə fərqli bucaq altında yerləşsə, alınmış şəkillərdə təhriflər olacaqdır. Hər tərəfi eyni bucağa malik xüsusiyyətlərin təsvirləri zamanı, bir tərəfi o biri tərəfdən daha fərqli görünəcəkdir.



Şəkil 4-20. Zond və nümunə arasında bucağa görə şəkildə əmələ gələn təhriflər

e) SZM-də səthin şəkillərinə görə səthin formasının bərpası üsulları

Bütün hallarda zondun işçi hissəsinin ölçülərinin xarakte-

rindən asılı olaraq qeyri hamar səthlərin skan edilməsi zamanı SZM şəkillərində təhriflər müşahidə olunur. Faktiki olaraq SZM-də şəkillərin alınması tədqiq olunan nümunə səthi və zond təsirinin formalaşmasıdır.

Xüsusi halda bu problemin həlli üçün konkret zond [17, 18] formalarını nəzərə almaqla SZM şəkillərinin bərpa olunması, SZM nəticələrinin kompüter vasitəsi ilə işlənməsinə əsaslanan müasir üsullardan istifadə edilir. Səthin bərpa olunmasının ən effektiv üsulu, ədədi dekonvolyasiya üsulu olub, test quruluşlarının (səthin relyefi yaxşı məlum olan) skan edilməsi zamanı nəticədə alınan zond formalarının istifadə olunmasına əsaslanır.

Zondların işçi hissələrinin nizamlanması və formalarının təyin olunması üçün səthin relyefinin parametrlərinin məlum xüsusi testlərindən istifadə olunur. Ən çox yayılmış test strukturlarının növləri və atom-qüvvə mikroskopu vasitəsilə alınmış şəkillərin xarakteristikaları Şəkil 4-21 və Şəkil 4-22-də göstərilmişdir. İti uclu nizamlayıcı qəfəs növləri (AQM-da çevirilmiş massiv) zondun ucunu yaxşı təsvir etməyə imkan verir, eyni zamanda düzbucaqlı qəfəs səthin kənardan formasını bərpa etməyə kömək edir. Qəfəslərin skanedilməsi ilə verilənlərinin nəticələrini birləşdirərək zondların işçi hissələrinin formasını tamamilə bərpa etmək olar.

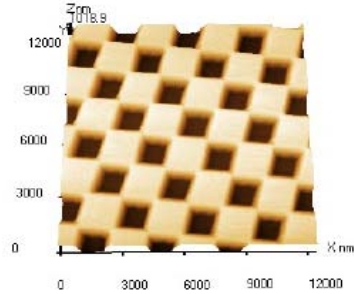
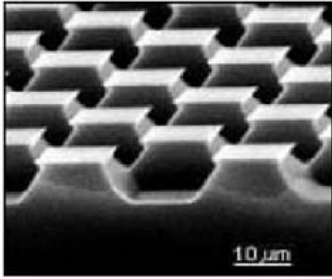
j) NanoEducator cihazı üçün zondların hazırlanması qurğusu

NanoEducator skanedici zond mikroskopunda AQM və STM üçün volfram naqilindən hazırlanmış bir ucu itilənmiş universal zondlar istifadə edilir.

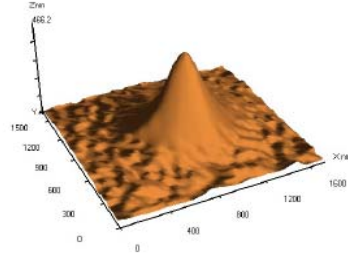
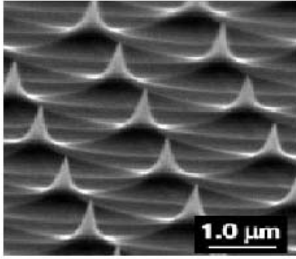
Elektrokimyəvi itilənmə üsulu ilə SZM zondlarının yenilərinin və ucu küt olanlarının bərpası üçün istifadə olunan iynələrin hazırlanması qurğusu (İHQ) Şəkil 4-23-də göstərilmişdir.

İHQ-də metal həlqə qələvi məhlula salınır və həlqədə qələvi məhluldan pərdə əmələ gəlir. Volfram naqilin ucu bu həlqəyə dxil edilir və bura elektrik cərəyanı tətbiq edilir. Bu zaman naqilin elektrokimyəvi itilənməsi prosesi baş verir və

metal atomları məhlula keçir.



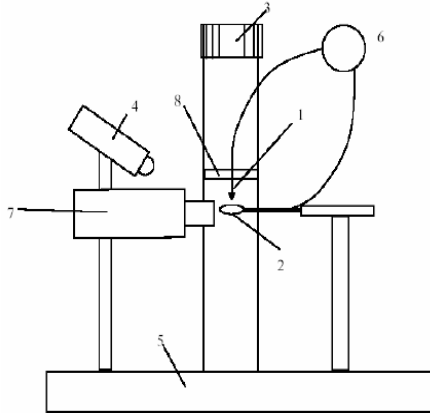
Şəkil 4-21. TGX1 düzbucaqlı nizamlanmış (dərəcələnmə) qəfəsin elektron mikroskopunda (solda) və AQM NanoEducator cihazında (sağda) alınmış şəkilləri



Şəkil 4-22. TGX1 nizamlanmış (dərəcələnmə) qəfəsinin iti uclu massiv şəklində elektron mikroskopunda (solda) və AQM NanoEducator cihazında (sağda) alınmış şəkilləri

Şəkil 4-23-də göstərilmiş İHQ aşağıdakı kimi işləyir: Saxlayıcıya(8) bərkidilmiş volfram naqıl parçası(1) vint(3) vasitəsilə ilə yuxarıya və aşağıya yeri dəyişdirilir. Vinti fırlatmaqla naqıl lazımı səviyyədə həlqəyə(2) salınır. Həlqə naqıl nixrom naqilindən hazırlanır və itilənmə prosesində iştirak etmir. Əvvəlcədən həlqə(2) 5%-li KON və ya NaOH məhluluna salınaraq həlqədə(2) köpük yaranmış olur. Bundan sonra V hərfi ilə işarə olunmuş dəyişən və ya sabit elektrik cərəyan mənbəyi işə salınır. Volfram naqılın itilənməsi prosesi baş verir və iti uclu iynə hazırlanır. İtilənmə prosesini operator optik mikroskopda(7) müşahidə edir. İşıqlanmanı işıqlandı-

rıcıda(4) olan işıq diodları tərəfindən təmin edilir. Bütün konstruksiyaların elementləri dayağa bərkidilmiş vəziyyətdə olur. İynənin(1) itilənməsindən sonra saxlayıcı(8) ilə birlikdə yuxarı qaldırılır və çıxarılır. İynənin hazırlanmasının texniki xarakteristikası Cədvəl 4-1-də verilmişdir.



Şəkil 4-23. SZM üçün iynələrin hazırlanması qurğunun konstruksiyası

Cədvəl 4-1. İHQ-in texniki xarakteristikası

S/N	ADI	Ölçüləri
1	İynənin ucunun əyrilik radiusu	0,2 mkm
2	İynələrin hazırlanma materialları: volfram naqıl	diametri 0,1 mm
3	Şaquli istiqamətdə yerdəyişmə diapazonu	25 mm
4	Gərginlik mənbəyi	6-9 V / 0,5 A dəyişən cərəyan
5	Optik mikroskopun böyütməsi	x20
6	İynələrin hazırlanmasına tələb olunan vaxt	2 dəqiqə

z) Kütləşmiş zondların bərpası üsulu

Əgər zond kütləşibsə onu aşağıdakı alqoritmə uyğun olaraq itiləmək lazımdır:

1. İHQ komplektə daxil olan adapterə qoşmalı, adapteri isə 220V elektrik şəbəkəsinə qoşmalı.
2. İtiləmənin sönmüş rejimdə olmasını dəqiqləşdirilməli(qırmızı lampaya yanmır).
3. Həlqəni(2) saxlayıcıdan(8) İHQ tərəf döndərilir.
4. Zond çeviricini saxlayıcıya 8 qoymaq.
5. Zond çeviricisi qoyulmuş saxlayıcıyı elə vəziyyətə gətirilməlidir ki, zond(1) şaquli vəziyyətdə olsun.
6. Zond çeviricisi qoyulmuş saxlayıcı 8 vintlə(3) yuxarı elə vəziyyətə gətirilir ki, zondun sonu(1) həlqədən(2) yuxarıda olsun.
7. Həlqə elə döndərilir ki, o zondun(1) altında yerləşsin.
8. Optik mikroskopun vəziyyəti elə nizamlanır ki, həlqə(2) mikroskopun fokusunda görünsün (Şəkil 4-24).

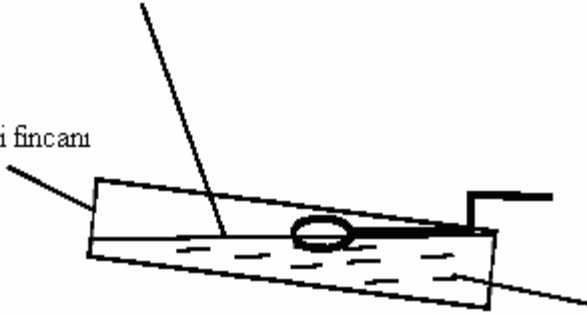


Şəkil 4-24. Optik mikroskopda alınmış İHQ həlqə və zondun ucu

9. Həlqə(2) əvvəlki vəziyyətə gətirilir və Şəkil 4-25-də göstəriləndiyi kimi Petri fincanındakı 5%-li KON məhluluna salınır. Bunun üçün məhlul mayesinin səthini həlqəyə toxundurmalı və fincanı aşağı salmalı. Həlqədə məhlul

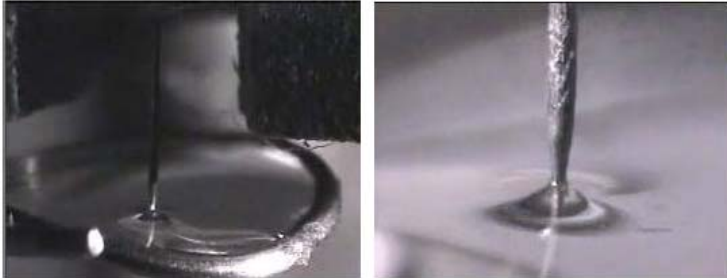
damcısı əmələ gələcəkdir.
Mayenin səthi

Petri fincanı



Şəkil 4-25. Həlqədə qələvi məhlul damcısının əmələ gəlməsi

10. Yenidən həlqəni döndərərək zondun(1) altında yerləşdirərək zond iynəsini aşağıya endirməli(Şəkil 4-26). Bunun üçün vintini(3) o vaxta qədər fırlatmalı ki, iynənin ucu qələvi məhlulun səthinə toxunsun. Optik mikroskopda iynə ilə qabarma müşahidə olunacaqdır (Şəkil 4-26).



Şəkil 4-26. İynənin ucu maye səthinə toxunarkən yaranmış qabarma

11. Əmələ gələn qabarmanı saxlamaq şərti ilə iynəni ehtiyatla elə qaldırmalı ki, ucu əsas mayenin səthindən yuxarıda olsun(və bu zaman qabarma qalsın). Bu onun üçün zəruridir ki, itiləmə prosesində hazırlanan zondun ucu qabarmaya toxunmuş olsun.
12. İynələrin itilənmə prosesi. Bu zaman lampa işıqlanacaq və

maye “qaynamağa” başlayacaq (Şəkil 4-27). Qabarmaya toxunan iynənin ucunu itilədikdən sonra, qələvi məhlulun səthi zondla elektrik kontaktını itirir və “qaynama” prosesi sona yetir (Şəkil 4-27).



Şəkil 4-27. Qələvi məhlulunun səthi ilə zond (solda) arasında elektrik cərəyanı keçən zamanı “qaynama” prosesi. Zond iynəsinin hazırlanmasından sonra “qaynama” prosesinin sönməsi momenti (sağda)

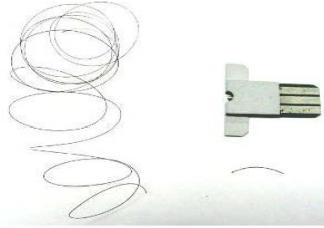
13. İHQ söndürməli.
14. Zond yerləşdirilmiş saxlayıcı(8) vintlə(3) yuxarıya qaldırılmalı.
15. Saxlayıcıdan zond çıxarmalı.
16. Zondun iynəsini su ilə yuyaraq və onu qurutmalı.
17. SZM də işləmək qaydalarına uyğun olaraq zond saxlayıcı hissəyə qoyub rezonans pikin olmasını yoxlamalı. Əgər pik kifayət qədər amplituda malik deyilsə, zond təkrarən qurutmalı, yəni nəmliyin qalması pyezoelektrik elektrodları elektrik şuntlamaya səbəb olur.
18. Əgər iynələrin hazırlanması aparılmırsa, onda qələvi məhlul olan həlqəni çıxarıb su ilə yuyun.
19. İHQ elektrik şəbəkəsindən ayırılmalı.

I) Yeni zondun hazırlanması üsulu

1. Yeni zondun hazırlanması üçün universal qarşılıqlı təsir çeviricisi götürülür. Köhnə iynəni pyezoborudan pinset vasitəsilə fırladaraq çıxarılır. Əgər lazımdırsa pyezoborunun so-

nunu təmizləmək.

2. Volfram naqıl dolaqdan uzunluğu 10-15mm hissə kəsməli(Şəkil 4-28).



Şəkil 4-28. Yeni zondun hazırlanmasına hazırlıq

3. Pinsetlə iynənin sonunu Şəkil 4-29 göstərilədiyi kimi pyezoboruya daxil etməli. Hazırlanmış iynənin əyilmiş sonunun ölçüsü pyezoborunun diametrindən çox az böyük olmalıdır.



Şəkil 4-29. Yeni zond üçün hazırlanmış iynənin əyilmiş hissəsi

4. Pyezoboruya iynənin əyilmiş sonunu ehtiyatla qoymalı(Şəkil 4-30). O pyezoboruda volfram naqılın elastikliyinə görə möhkəm yerləşəcəkdir.



Şəkil 4-30. Pyezoboruya qoyulmuş iynə

5. Göndərilən komplektə daxil olan adapterə İHQ qoşmalı, adapteri 220V elektrik şəbəkəsinə qoşmalı.
6. İtilmə rejiminin sönməsini dəqiqləşdirmək(qırmızı işıq yanmır).

7. Həlqəni(2) saxlayıcıdan(8) İHQ-yə döndərmək (Şəkil 4-23).
 8. Yeni zond hazırlamaq üçün çeviricini iynə ilə birlikdə saxlayıcıya(8) qoymalı.
 9. Saxlayıcıyı çevirici ilə birlikdə elə vəziyyətə gətirmək lazımdır ki, iynə(1) şaquli vəziyyətdə olsun.
 10. Saxlayıcıyı çevirici ilə birlikdə vinti(3) yuxarıya qaldıraraq elə vəziyyətə gətirilir ki, iynənin sonu(1) həlqədən(2) yuxarıda olsun.
 11. Həlqəni(2) elə döndərin ki, o iynənin altında olsun.
 12. Optik mikroskopun vəziyyəti dəqiqləşdirilərək onu elə vəziyyətə gətirilir ki, həlqə(2) mikroskopunun fokusunda olsun (Şəkil 4-24).
 13. Həlqəni(2) döndərərək əvvəlki vəziyyətə gətirməli və içərisində 5%-li KON məhlul olan Petri fincanına salaraq köpüyü almalı (Şəkil 4-25). Bunun üçün məhlulun səthini həlqəyə toxundurmaq və fincanı aşağı salmaq lazımdır. Bu zaman həlqədə məhlulun köpüyü yaranacaqdır.
 14. Yenidən həlqəni naqilin(1) altına gətirmək və naqili damcı köpüyünə endirmək. Bu zaman iynə qələvi məhlulə tamamilə daxil olmalıdır.
 15. Köpük və zond çeviricisi arasında təqribən 2-3 mm məsafə saxlamaq. Yeni hazırlanacaq iynənin uzunluğu 5-7 mm olacaqdır.
 16. İtilmə prosesinə başlamaq. Bu zaman lampa işıqlanacaq və maye məhlul “qaynamağa” başlayacaq(Şəkil 4-27).
 17. Optik mikroskopda itiləmə prosesini müşahidə edərək periodik olaraq itiləmə bağlayıcısını yandırıb söndürməli. Bu zaman volfram naqilin köpük daxilində itilənməsini müşahidə olunur.
- İtilənmənin ölçüsünə görə, itilənən hissə nazikləşir, naqil kəsilərək aşağı hissəsi dayağa düşür və avtomatik olaraq elektrik dövrəsi və iynənin hazırlanması(itilənməsi) prosesi dayandırılır.

DIQQƏT! İynənin hazırlanmasını diqqətlə izləyin və aşağı

hissənin 1 kəsilib düşdükdən sonra cərəyanı dərhal söndürün.

18. Zond qoyulmuş saxlayıcıyı 8 vintlə 3 yuxarıya qaldırmaq.

19. Saxlayıcıdan zonu çıxarmaq.

20. Zondun ucunu su ilə yumaq və qurutmaq.

21. Zonu saxlayıcı hissəyə qoyub SZM-lə iş qaydalarına əsasən rezonans pikin yaranmasını yoxlamalı. Əgər pik kifayət qədər amplituda malik deyilsə, zonu təkrar qurutmalı. Zondda qalmış nəmlik pyezoelementin elektrodlarını elektrik şuntlaya bilər.

22. İtilmə aparılması lazım deyilsə, məhlullu həlqəni çıxarıb və onu su ilə yumalı.

23. İHQ-ni elektrik şəbəkəsindən ayırmalı.

4.3. Metodik göstərişlər

NanoEducator skanedici zond mikroskopunda işləməyə başlamazdan əvvəl cihazın istifadəçilərə rəhbərlik sənədini öyrənmək zəruridir.

4.4. Tapşırıq

I hissə

1. Skanedicinin rezonans tezliyinin ölçülməsi.

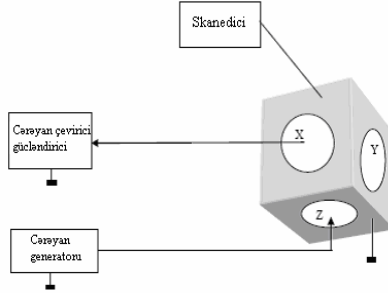
1.1. **NanoEducator** proqramını bağlayın və elektron bloku söndürün.

1.2. Əgər zond yuvadadırsa, zond çeviricini ölçən başlığı yuvasından çıxarmalı. Altılıqda nümunə varsa onu çıxarmalı.

1.3. İdarəetmə blokundan ölçən başlığa verilən skanedicinin idarə olunması gərginlik kabeli başlıqdan ayırmalı.

1.4. Onun yerinə ölçən başlığa xüsusi birləşdirici kabeli birləşdirin. Birləşdirici kabelin ikinci sonunu qarşılıqlı təsir çeviricinin yuvasına birləşdirməli. Bu kabel generatordan verilən gərginliklə skanedicinin amplitud-tezlik xarakteristikasını(ATX) təyin etmək üçün istifadə edilir. Eyni ilə bu zondun ATX-sini ölçmək üçün istifadə olunur. Skanedicinin ATX-nin ölçmə sxemi Şəkil 4-31-də göstərilmişdir. Skanedicinin Z

pyezoelementinə generatordan gərginlik verilir. Mexaniki rəqslər skanedicinin X pyezoelementi oxu istiqamətində elektrik yüklərinin yaranmasına səbəb olur. Bu siqnal gücləndirilir və ölçmə sxeminə daxil olur.



Şəkil 4-31. Skanedicinin amplitud-tezlik xarakteristikasının ölçmə sxemi

- 1.5. Elektron blokunu elektrik şəbəkəsinə birləşdirməli və cihazı idarə edən **NanoEducator** proqramını işə salmalı. Skanedicini qüvvə mikroskopu (SQM) rejimini seçməli.
- 1.6. Alətlər panelindəki **Adjust** düyməsini, sonra işə **Resonance** düyməsini sıxmaq. Daha sonra **Manual** rejiminə daxil olub **RUN** düyməsini sıxmalı. Nəticədə qarşılıqlı təsir qüvvəsinin çeviricisində olduğu kimi, skanedicidə yaranan rəqslərin amplitud-tezlik xarakteristikası ölçüləcəkdir.
- 1.7. Skanediciyə uyğun alınmış ATX-ə görə rezonans piki təyin edilir. Generatordan həyəcanlanma gərginliyinin qiymətini dəyişməklə, rezonans pikinin hündürlüyü dəyişmək olur. Əgər bu baş vermirsə, başqa tezlik intervalında skanedicinin rəqsinin rezonansına uyğun pikin axtarışına cəhd edin. Razılaşmaya görə rəqs amplitudunun dəyişməsi 3-dən 17 Khs(**Frequency range** 10 vəziyyətinə keçirmək) tezlik intervalında baş verir. **Frequency range** 2 və 50 qiymətlərində rəqs amplitudunun tezlikdən asılı qrafikinə qurulması. Skanedicinin

- rəqslərinin rezonans pikinin alınmış ATX nəticələrini saxlamalı.
- 1.8. Yük olan skanedicinin rezonans tezliyinin ölçülməsini təkrar edin. Kütlənin artması nəticəsində skanedicinin rəqs sisteminin rezonans piki başqa tezlik intervalına yerini dəyişəcək, bu zaman maksimumun forması dəyişməyəcək. Skanedicinin rəqslərinin rezonans pikinin olduğu tezlik intervalındakı ATX nəticələrini saxlayın. Alınmış nəticələri müqayisə edin.
 - 1.9. **NanoEductor** proqramını bağlamaq və **Elektron bloku** söndürmək.
 - 1.10. Qarşılıqlı təsir zond çeviricisini yuvasından və ölçmə başlıqdan kabeli ayırın. Onun yerinə elektron blokdan skanediciyə verilən cərəyan kabelini birləşdirin.
 2. TGX1 test qəfəsinə görə skanedicinin qeyri-xətliyi təyini
 - 2.1. TGX1 test qəfəsi nümunəsini altlığa qoymaq.
 - 2.2. Zond çeviricisini ölçən başlıq yuvasına qoymaq.
 - 2.3. **NanoEducator** cihazın idarəedici proqramını işlətmək. Skanedici qüvvə mikroskopu (SQM) iş rejimini seçməli.
 - 2.4. Zond çeviricisinin amplitud-tezlik xarakteristikasının təyini və iş rejiminin qurulması.
 - 2.5. Əl ilə vintin köməyi ilə zondun nümunəyə 1 mm məsafəyə qədər yaxınlaşmasını həyata keçirməli.
 - 2.6. Qarşılıqlı təsirin alınmasını aşağıdakı qiymətlərdə apar-malı
 - **Amplitude Suppression = 0,3;**
 - **Feed Back Loop Gain = 3.**
 - 2.7. Skanetmə pəncərəsini açmaq. Tədqiq olunan nümunə haqqında əvvəlcədən verilmiş məlumatlar əsasında skanetmənin zəruri parameterlərini daxil etməli.
 - 2.8. Nümunə səthinin SZM şəkillərinin alınması. Alınmış nəticələrin saxlanması.
 - 2.9. Topoqrafiya ölçmələrini təkrar etməli. Bunun üçün seçilmiş sahəni başqa mümkün (**Area**) sahə ilə əvəz

edərək skanetməni təkrar etməli. Başqa oblasta keçərkən və ya skanetmə oblastının ölçülərini dəyişərkən skanedicinin pyezokeramikanın sürüşməsi ilə əlaqəli şəkildə xarakteristik əyilmə müşahidə olunacaqdır. Bu zaman 2 dəqiqə gözləmək lazımdır ki, skanetmənin nəticələrində təhriflər minimal olsun. Bundan sora skanetməni yenidən başlamalı. Alınmış şəkilləri saxlamalı.

2.10. Alınmış şəkillərin nizamlanması dəqiqliyini x , y və z oxlarına görə skanetmənin dəqiqliyini, period və hündürlük elementlərinin test qəfəsinin nominal qiymətlərinə görə qiymətləndirilməli.

2.11. Alınmış şəkillər üçün skanedicinin qeyri-xətliliyini təyini etməli. Bu X və Y oxları üzrə xətlərdə birinci və sonuncu periodda ölçmələrə görə difraksiya qəfəsinin periodunun faizlə meyl etməsi əsaslanır.

2.12. Alınmış şəkillərdə qəfəsin bucaqlarının meyletməsinin kvadratlarının 90° -yə nəzərən qiymətləndirməli.

3. Termodyfin tədqiqi

3.1. Əks əlaqədən çıxmadan 1mkm^2 böyük olmayan sahə üçün üfüqi hissədə SZM şəkillərin çəkilməsi.

3.2. Alınmış şəkili saxlamalı və alınma vaxtını qeyd etməli. Şəkil üzərində xarakteristik məxsusiyətləri qeyd etmək lazımdır ki, yerdəyişməyə əsasən təkrar skanetmədə termodyfi təyin etmək mümkün olsun.

3.3. Skanetmənin parametrlərini dəyişməyərək skanetməni bir neçə dəqiqə təkrar etməli, alınmış şəkilləri saxlamalı və vaxtı qeyd etməli.

3.4. Təkrar skanetmədə qeyd olunmuş xarakteristik xüsusiyyətləri tapın. Müxtəlif vaxt aralığında alınmış nəticələrdə nümunədə eyni yerin koordinatlarını müqayisə edərək X və Y oxları üzrə zond və nümunə qarşılıqlı termodyfin sürətini təyin edin (nm/s).

3.5. Təcrübə aparılan vaxt ərzində temperatur dəyişməsi zamanı termodyfin mümkün qiymətini qiymətləndirin.

Hesablanmış nəticələri eksperimental nəticələrlə müqayisə edin.

II Hissə

4. TGT1 test qəfəsinə görə zond formasının təyini.

4.1. Altılıqda tədqiq olunan -TGT1 test qəfəsi nümunəsini yerləşdirin.

4.2. **NanoEducator** cihazının ölçən başlığının yuvasına zond çeviricisini yerləşdirin. Yavaşca sıxan vintlə bərkidin.

4.3. **NanoEducator** cihazının idarəedici proqramını işə salın. Skanedici qüvvə mikroskopunun (SQM) iş rejimini seçin.

4.4. Zond çeviricisinin rezonansa uyğunluğunu yoxlayın.

Generator tərəfindən verilən amplitudun qiymətini minimal götürməli(0 qədər ola bilər) və **50mV**-dan böyük olmamaq şərti ilə verilməsi məsləhət olunur. Zondun rəqslərinin cavab amplitudunun kiçik qiymətlərində(<**IV**) **AM Gain** əmsalını böyütmək məsləhətdir. Əgər qrafik üzərində bir neçə piklər varsa, əlavə piklərin amplitudlarını azaltmağa çalışın. Bunun üçün vint ilə çeviricinin sıxılma dərəcəsini seçmək.

4.5. Əl ilə gətirmə vintinin köməyi ilə zondun nümunə səthinə təqribən 1mm məsafəyə qədər yaxınlaşdırılmasını həyata keçirməli.

4.6. **Landing** menyusuna daxil olun. **Options** pəncərəsində **Integrator Delay**(izləmə sistemini qoşarkən skanedicinin qalxması üçün tələb olun vaxt) 1000 ms qədər böyütməli ki, yaxınlaşmanı ehtiyatlı aparmaq mümkün olsun. **Amplitud Suppresion** qiymətini təqribən 0,2 götürün. Bu ehtiyatlılıq iynənin ucunda və ya əymədə qarşılıqlı təsirin alınması üçün edilir və bu zaman izləyən sistemin işi dayanıqlı olmaya da bilər.

4.7. **Run** düyməsini sıxıb yaxınlaşmanı aparın. Qarşılıqlı təsir alındıqdan sonra(**OK** düyməsi əmələ gəldikdə) qarşılıqlı təsirin qiymətini 0,1-əqədər azaltmaq. Dəqiqləşdirmək lazımdır ki, Z azalmır.

- 4.8. Skanetmə pəncərəsini açın menyuya daxil olub **Scan** düyməsini sıxmalı. Skanetmənin zəruri parametirlərini verin. TGT1 test nümunəsi üçün skanetmənin sürətini 1000 nm/s-dən böyük olmaqla verilməsi məsləhət görülür. Skanetmənin addımını isə zondun iynəsinin ucunun əyrilik radiusunun gözlənilən qiymətlərindən kiçik olması məqsədəuyğundur (<100nm).
- 4.9. Nümunə səthinin topografiyasını almalı. Alınmış SZM şəkillərini saxlamalı.
- 4.10. Zondun nümunə səthindən uzaqlaşmasını əvvəlcə avtomatik **Rising** rejimində, sonra isə əl ilə təhlükəsiz məsafəyə gətirməli.
- 4.11. **NanoEductor** cihazının ölçmə başlığının yuvasından zond çeviricisini çıxarmalı.
5. Zondun elektrokimyəvi hazırlanması
Yuxarıda verilmiş üsula uyğun olaraq zondun elektrokimyəvi itilənməsi və ya yenisinin elektrokimyəvi hazırlanmasını həyata keçirin.
6. Zondun formalarının TGT1 test qəfəsinə görə təkrar təyini
 - 6.1. İtiləmədən və ya yeni zonu hazırladıqdan sonra TGT1 test qəfəsinə görə formaların təkrar təyini Şəkil 4-27 kimi həyata keçirin.
 - 6.2. Bir qrafikdə zondun (itilənmədən əvvəl və sonra) xətlərin profilini qurun. Alınmış nəticələri müqayisə edin.
 - 6.3. Zondla 10, 100 və 300 nm pilləli hündürlükləri skanedərkən onun ayırdetməsini zondun kontaktının real və zahiri görünən pilləli nöqtələri arasındakı məsafəyə görə qiymətləndirin (Şəkil 4-15). Bu məsafə pilləli hündürlükdə zondun diametrinə mütənasibdir.

4.5. Yoxlama sualları

1. Düz və əks pyezoeffekt nədir? Kvars misalında pyezoelektrik effekt anlayışını və pyezoelektrik mühərrikinin iş prinsipini aydınlaşdırın.

2. Pyezokeramika tərəfindən mümkün olan artefaktları aydınlaşdırın: qeyri-xəttilik, histeresiz, sürüşmə, temperatur dreyfi. Bunları hansı üsullarla azaltmaq olar?
3. Hansı növ skanedicilər tanıyırsız? SZM şəkillərində skanedicilərin əmələ gətirdiyi təhriflərin adlarını deyin.
4. SZM-də istifadə olunan zondların əsas növləri və onların hazırlanması üsullarını sadalayın.
5. İdeal SZM zondunu təsvir edin. Səthlərin müxtəlif xüsusiyyətlərinin təsvirləri zamanı zondlar nə kimi təhriflər əmələ gətirir?
6. **NanoEducator** cihazı üçün SZM zondlarının hazırlanması qurğularını təsvir edin. Elektrokimyəvi itiləmə üsulu haqqında danışın.