

Микроскопическая характеристика структур и материалов

Калибровки в зондовых методах

Искажения изображений в зондовых методах (неидеальность зондов)

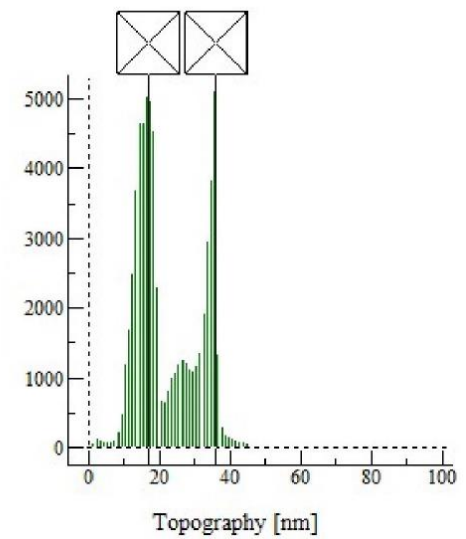
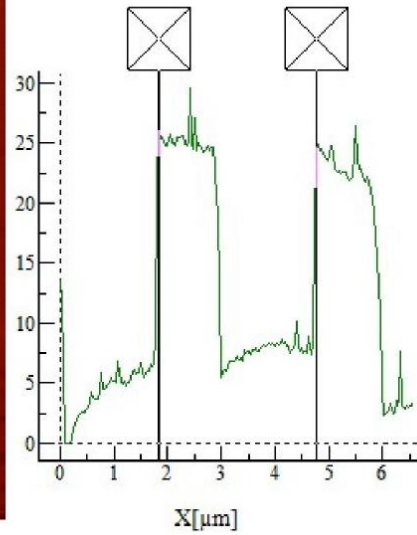
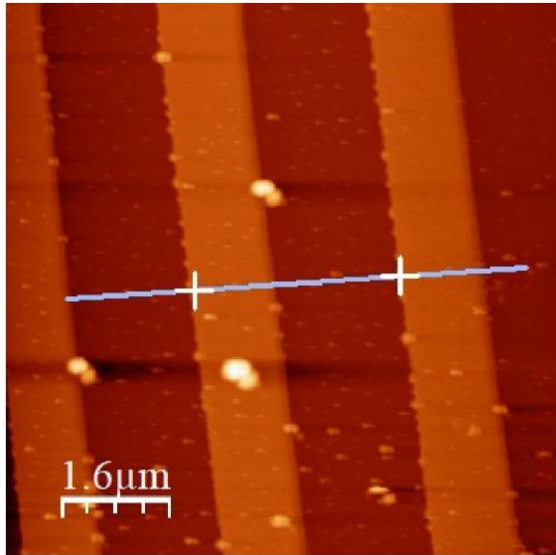
Совместный анализ микроскопических данных и данных «интегральных» методов (дифракция, светорассеяние)

Определение состава в конфигурации микроскопов:

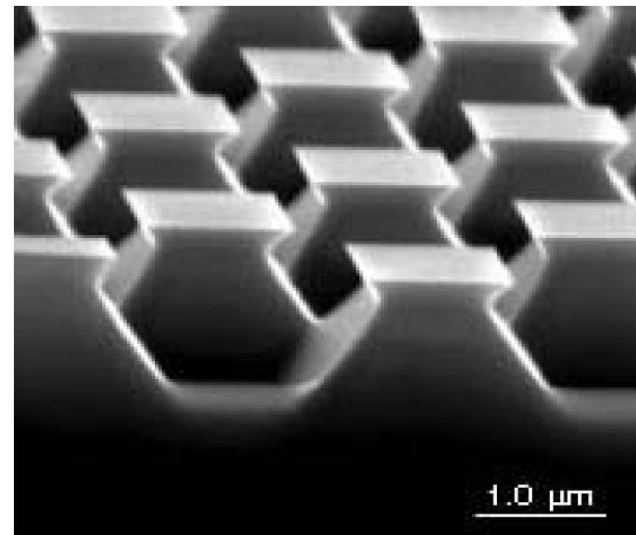
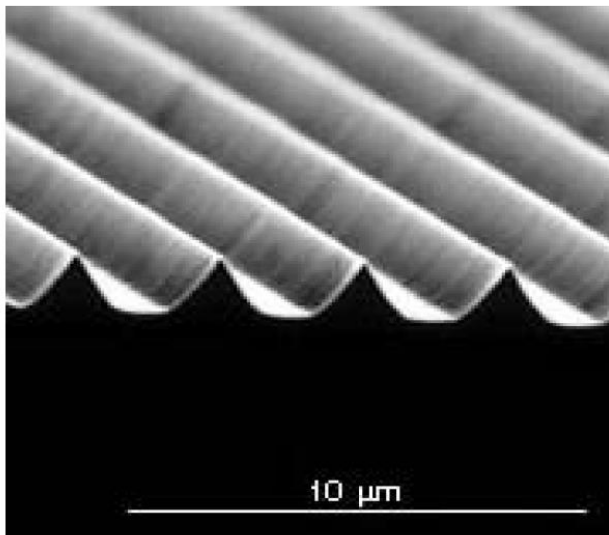
- туннельная спектроскопия

- локальный микроанализ

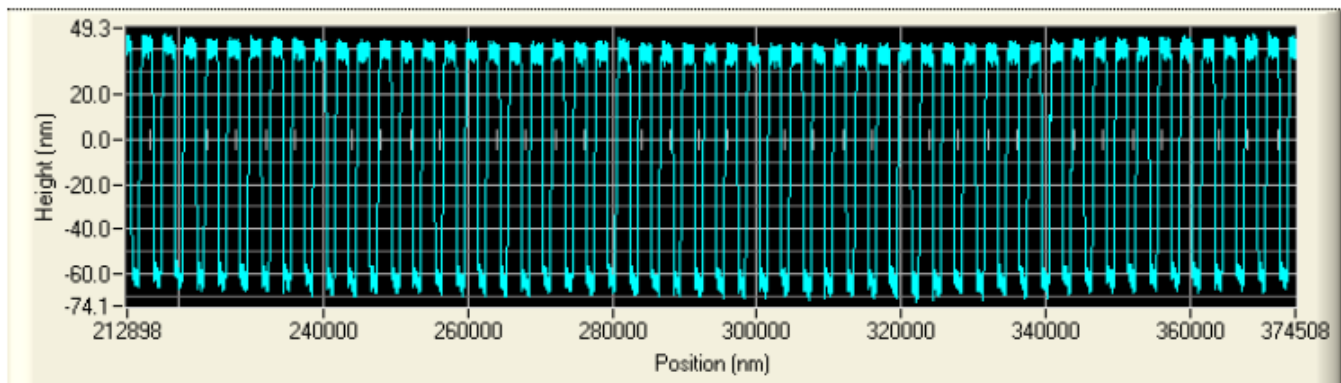
Калибровочные решетки



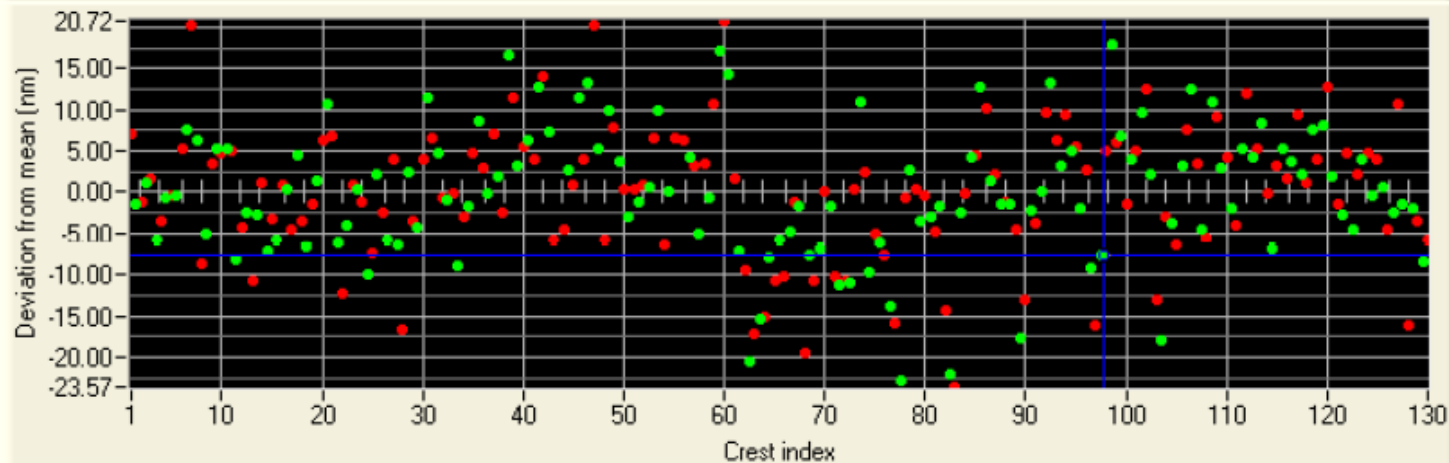
Более сложные, для калибровки и тестирования качества зондов:



Простые тесты: разные направления сканирования, варьирование скорости сканирования



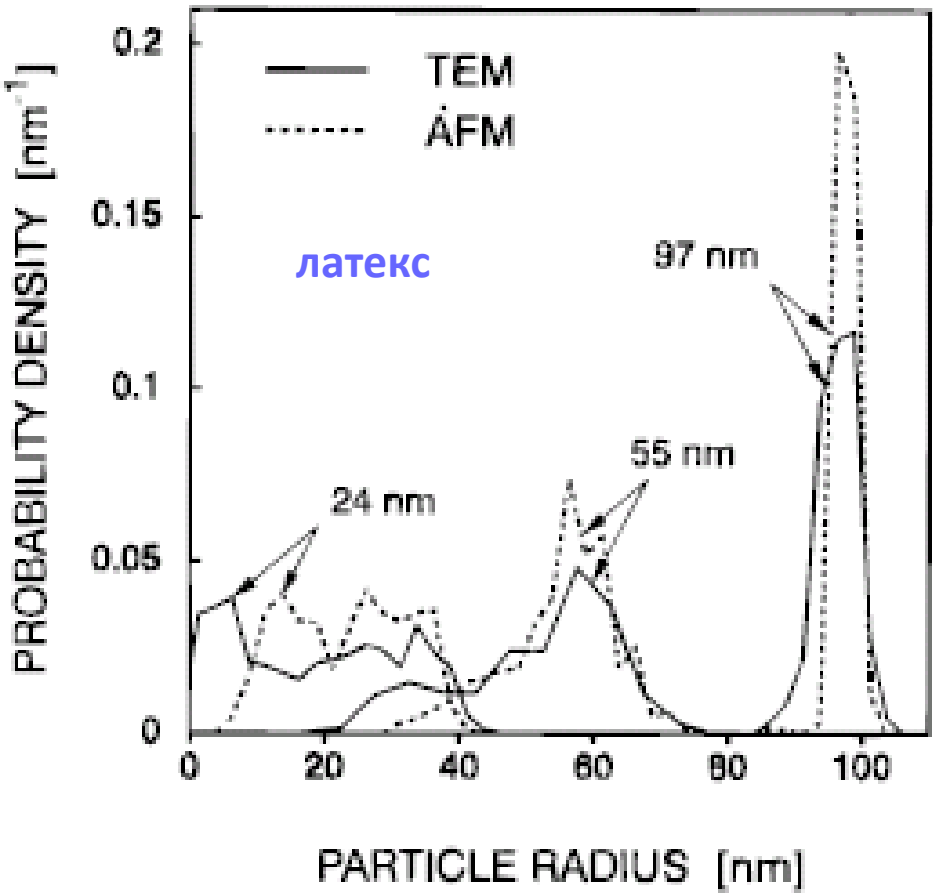
A one-dimensional grating with a nominal pitch of approximately $3\ \mu\text{m}$ was scanned over $161\ \mu\text{m}$ with a long range AFM. The height of the grating is approximately $100\ \text{nm}$. The measured profile is plotted above. Subsequently, the position of each crest of the profile is determined by calculation of its centre of gravity.



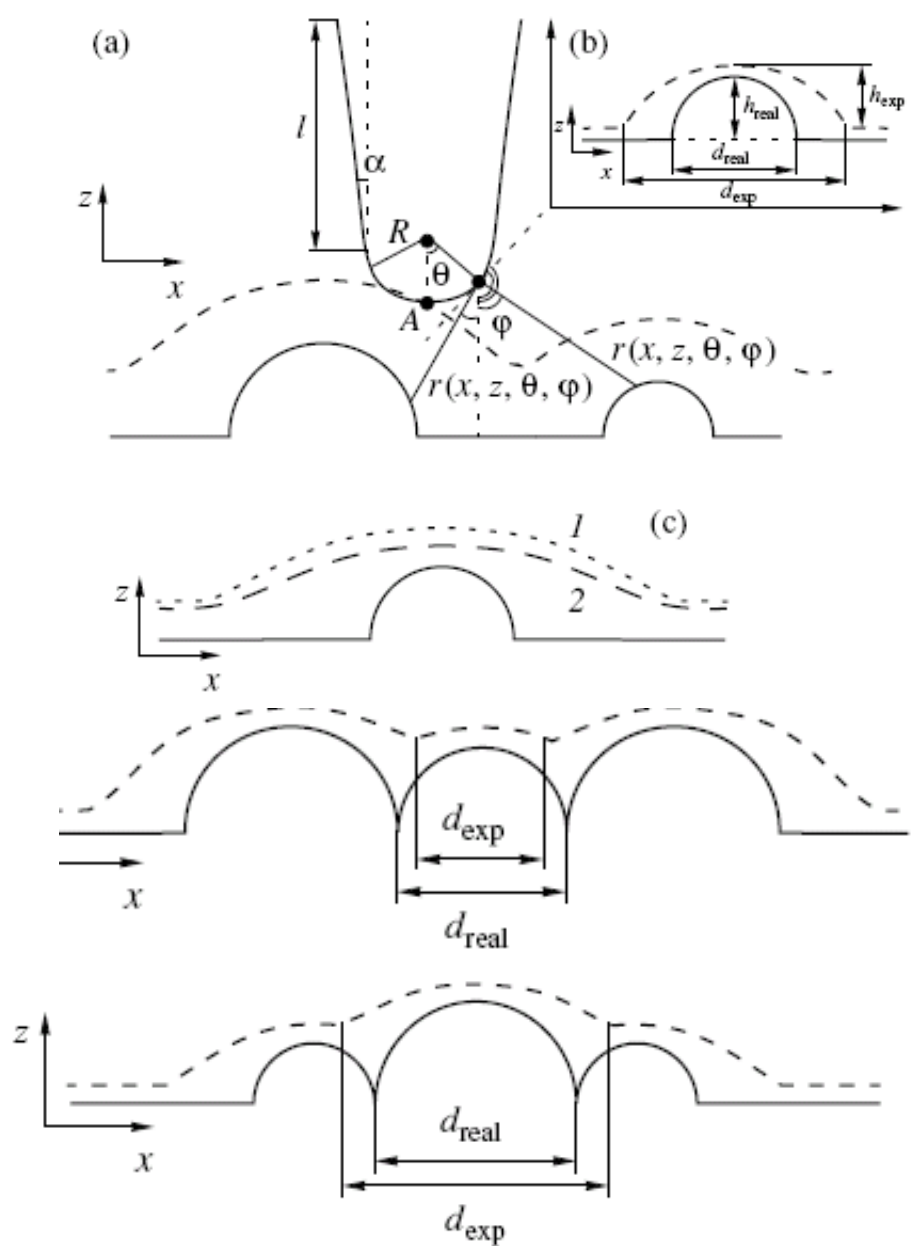
Position deviation of the centres of gravity in the real grating compared to the ideally designed grating with a constant mean pitch. The red dots represent the deviations for the lines when scanning from left to right, green dots when scanning from right to left. The individual lines do not differ from the mean pitch by more than $20\ \text{nm}$.

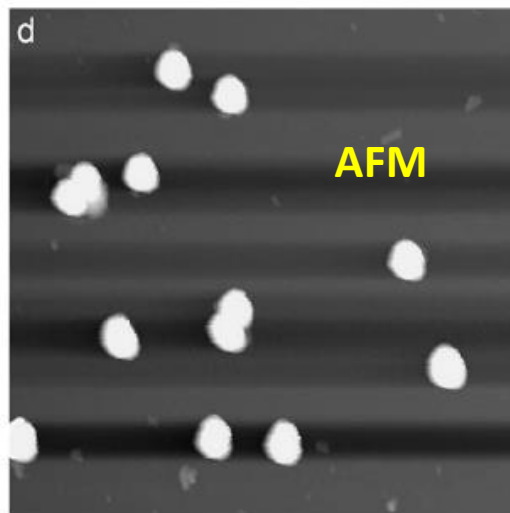
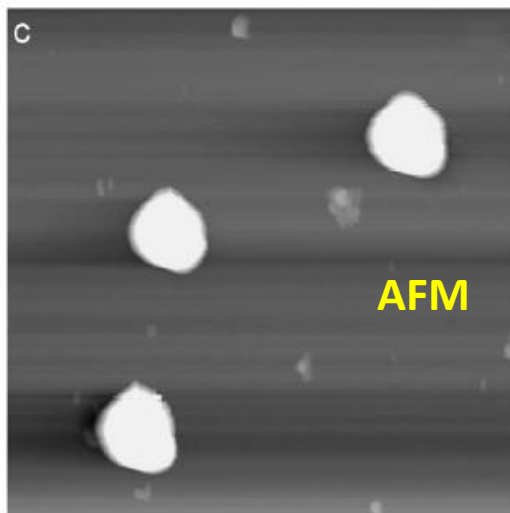
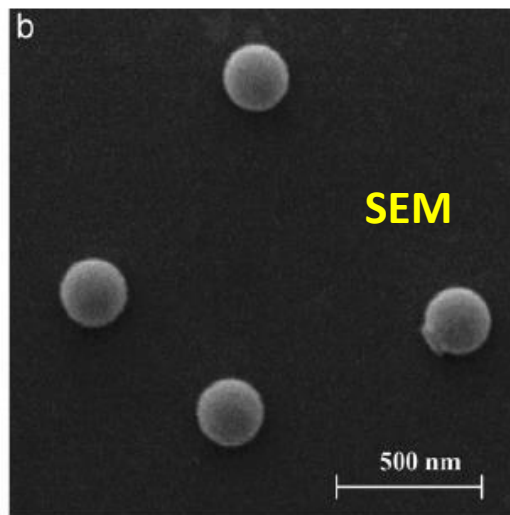
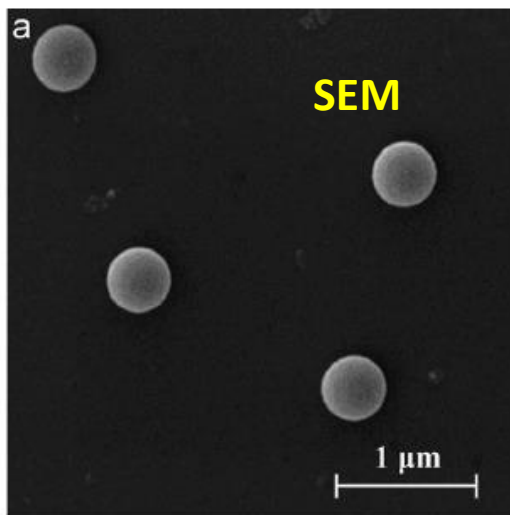
Сопоставление данных просвечивающей и зондовой микроскопии.

Причины искажения зондовых изображений.

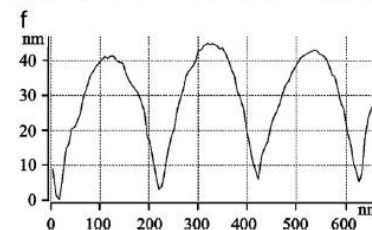
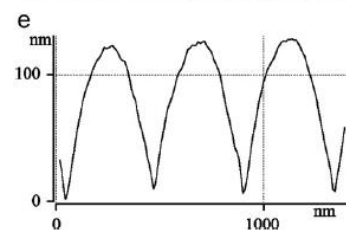
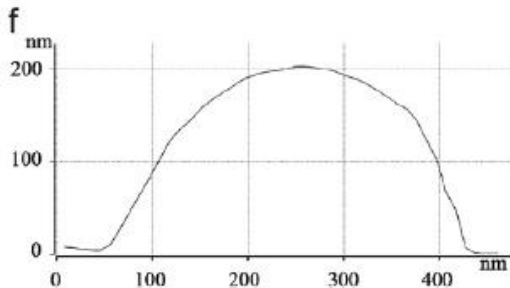
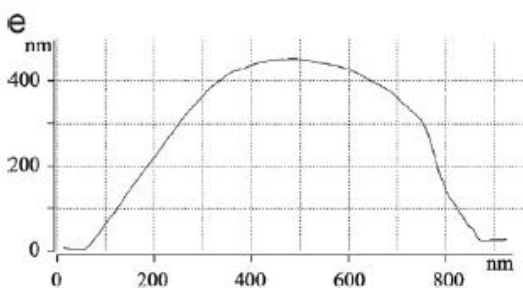
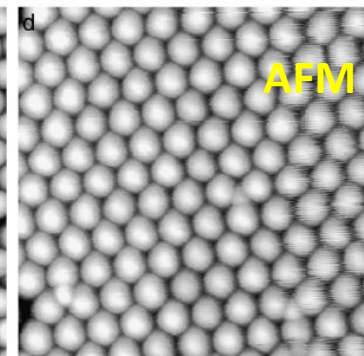
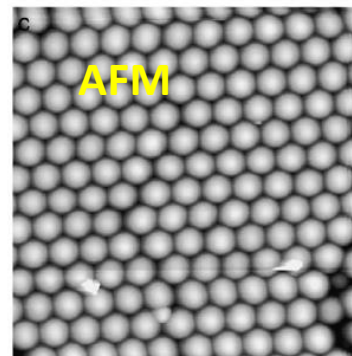
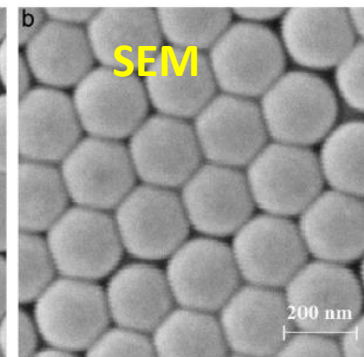
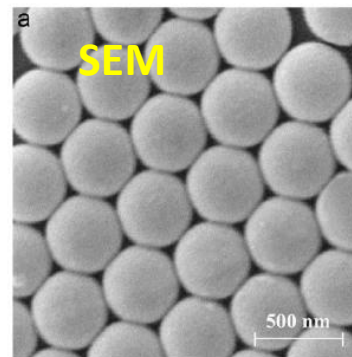


$$I_{\text{ТУН}} = \text{const} \cdot U_{\text{ТУН}} \cdot e^{-\text{const}' \sqrt{V_{\text{ТУН}}} H_{\text{ТУН}}}$$

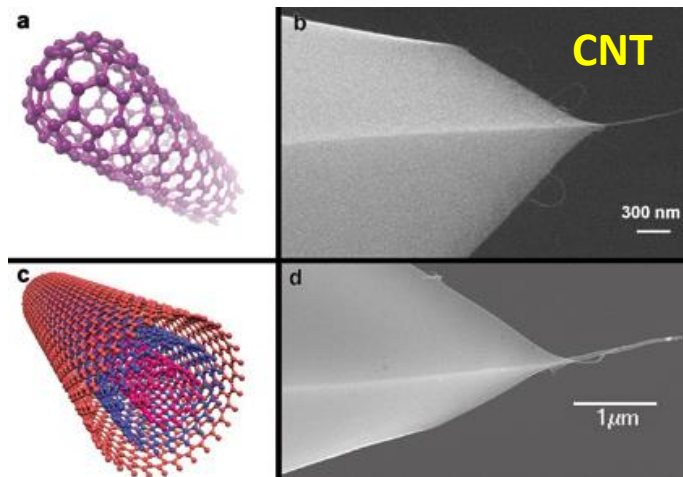
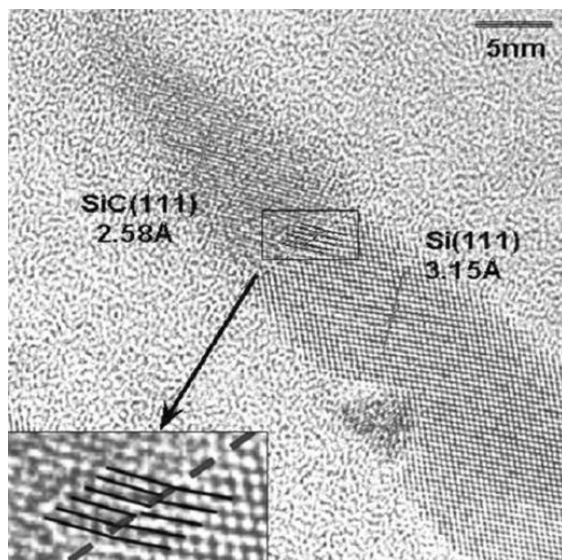
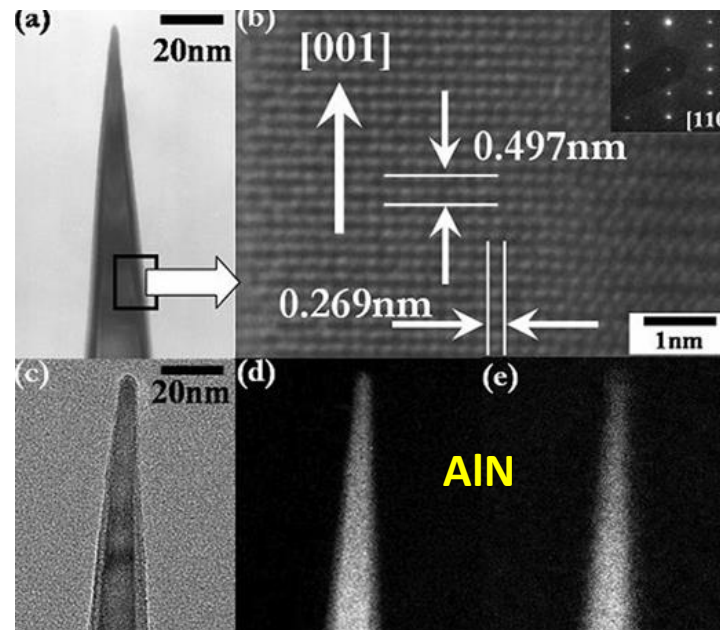
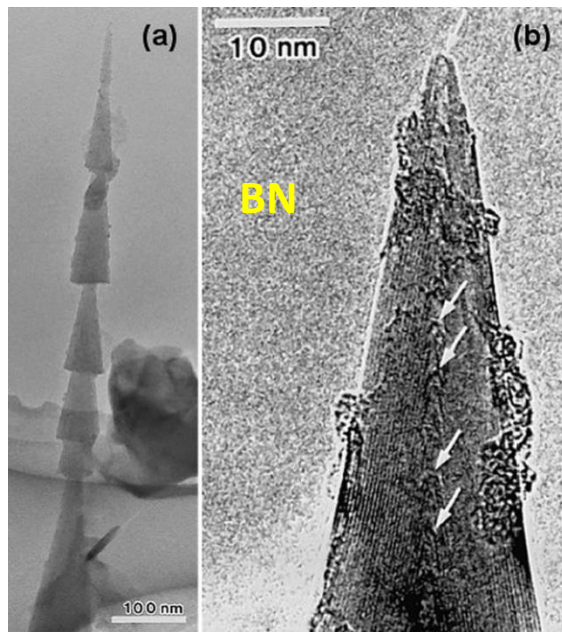




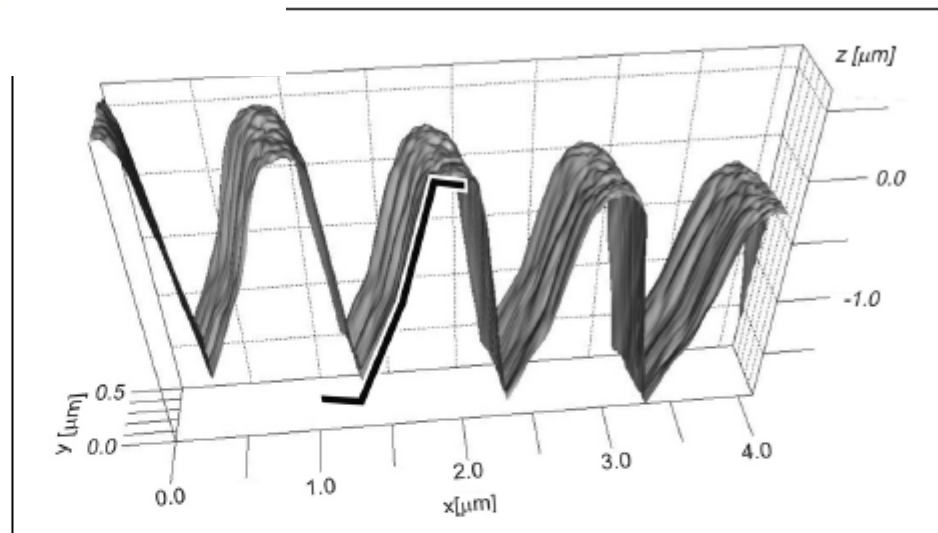
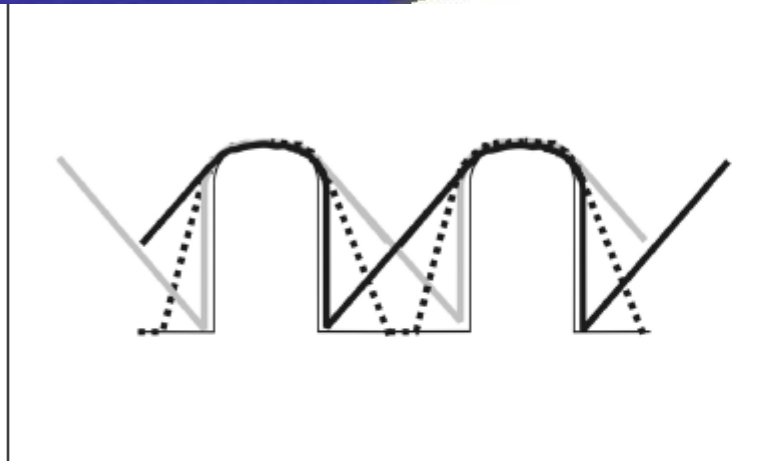
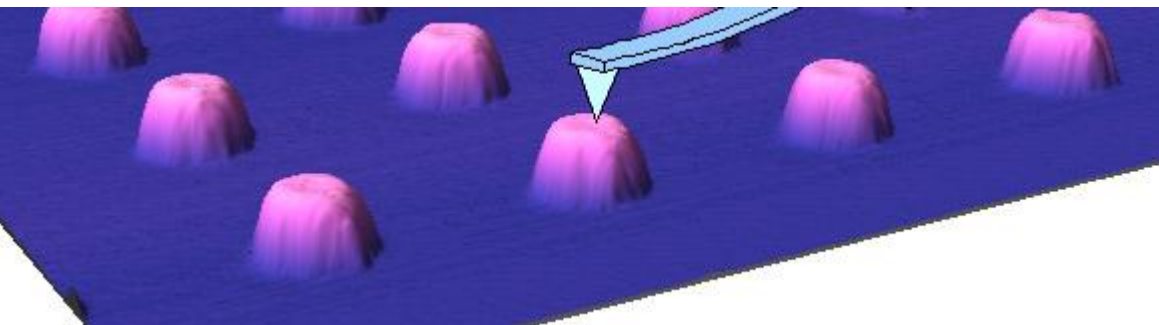
Можно предварительно определить **форму острия зонда** по искажению изображения стандартного объекта (например, полистирольные сферы).



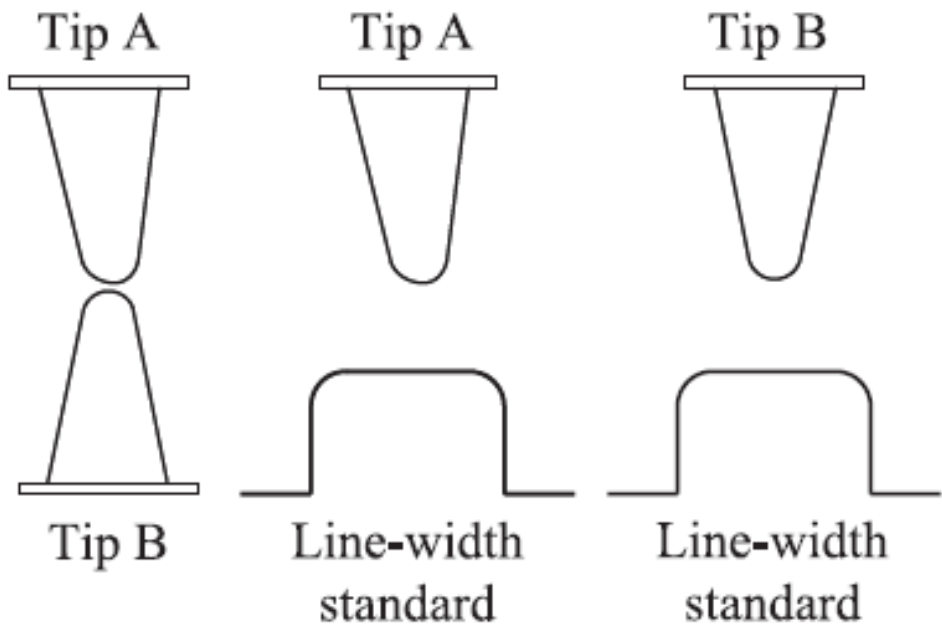
Можно использовать «естественные» кристаллографические особенности некоторых материалов, образующих острия при CVD



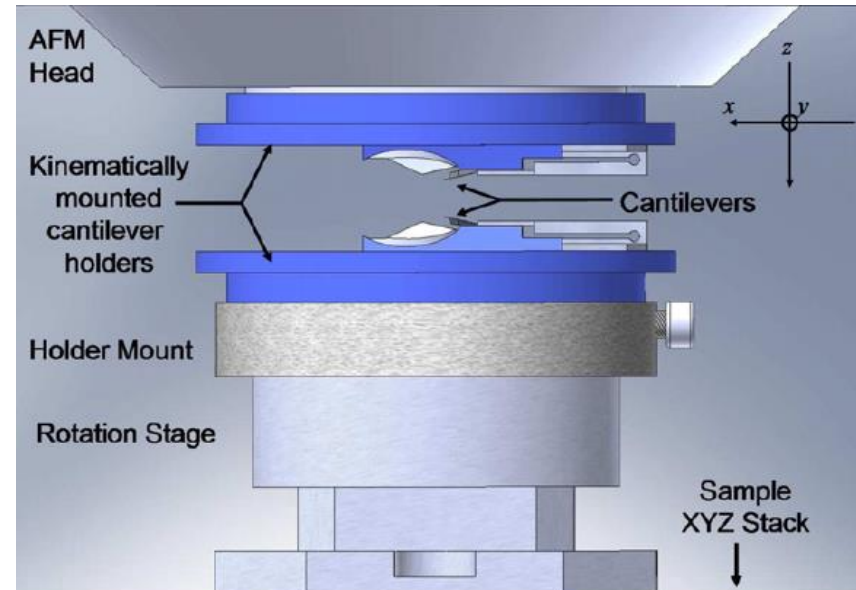
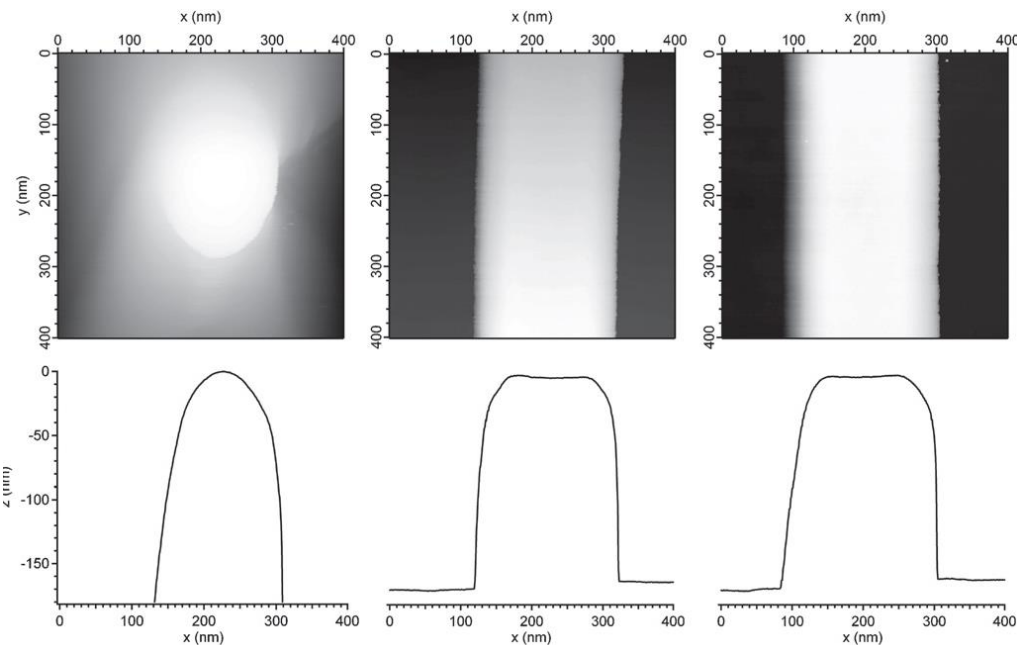
Можно также сканировать **одним и тем же зондом, поворачивая** образец под разными углами



The left picture shows the trace of the tip when it is scanned at different angles with respect to the surface. When scanning with the tip perpendicular to the surface, one will observe the dotted profile in the figure. This profile indicates the surface dilation caused by the tip geometry. The continuous gray and black lines are the line scan curves observed by tilting the samples in two directions. The right picture shows an experimental profile obtained by using the tilting technique. In addition to the experimental profile, an overlaid curve illustrates that the measured profile has different sidewall angles at the top and at the bottom of the profile.



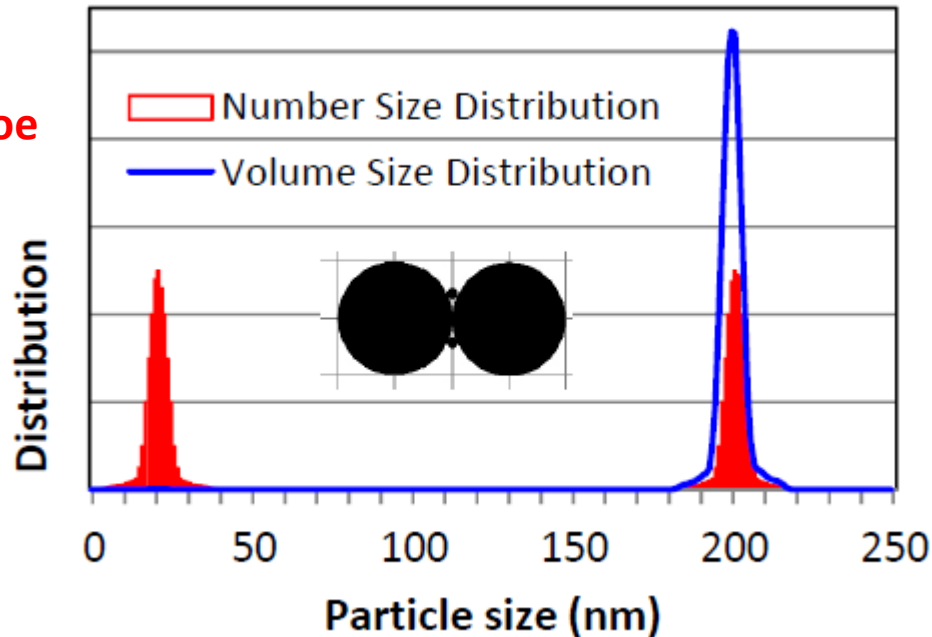
А можно сопоставлять изображения, полученные **двумя разными зондами**, и использовать дополнительно изображение одного зонда при сканировании его другим зондом.



Если наноразмерных объектов много:

- или нужна большая статистика,
- или «интегральный» метод, допускающий модельное описание сигнала.

Среднечисленное
распределение
по размерам

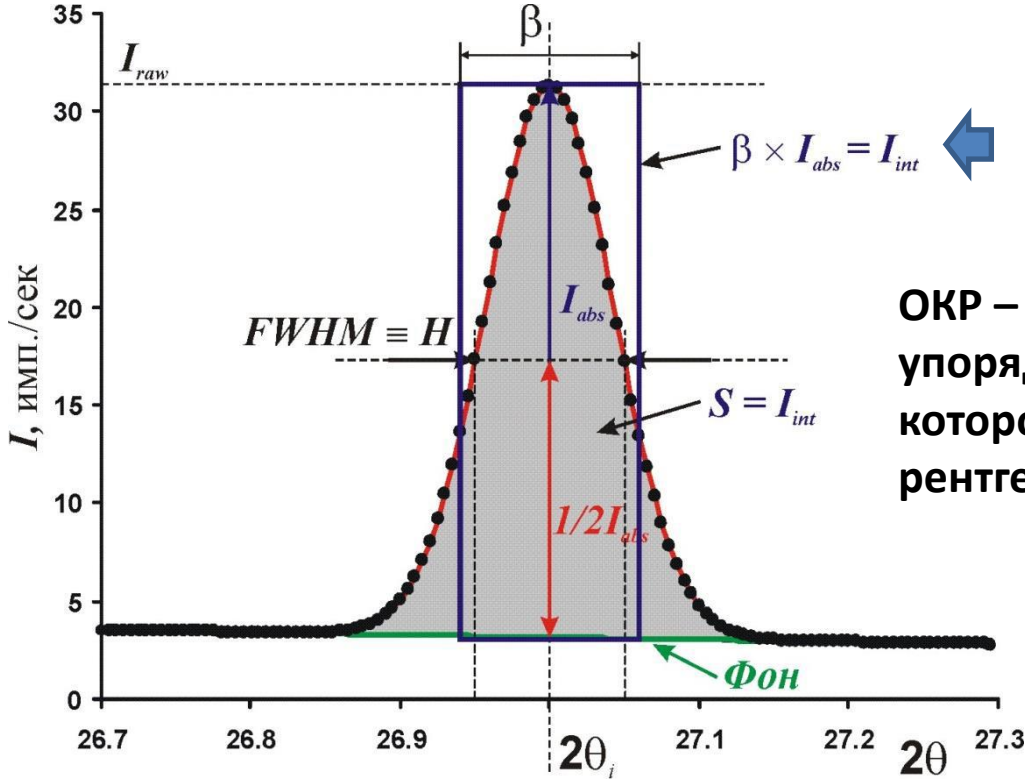


Среднемассовое
распределение
по размерам

Микроскопия – наиболее прямой метод определения размеров:

- оптическая
- электронная (сканирующая и просвечивающая)
- зондовая (туннельная, атомно-силовая,)

Стандартные «интегральные» методы – **рентгеновская дифракция (XRD), светорассеяние**



$\beta \times I_{abs} = I_{int}$ ← Интегральная ширина рефлекса

ОКР – область когерентного рассеяния – упорядоченный участок вещества, на котором возможно когерентное рассеяние рентгеновского излучения

$$\beta \approx \frac{K_{\beta} \lambda}{r \cos \theta}$$

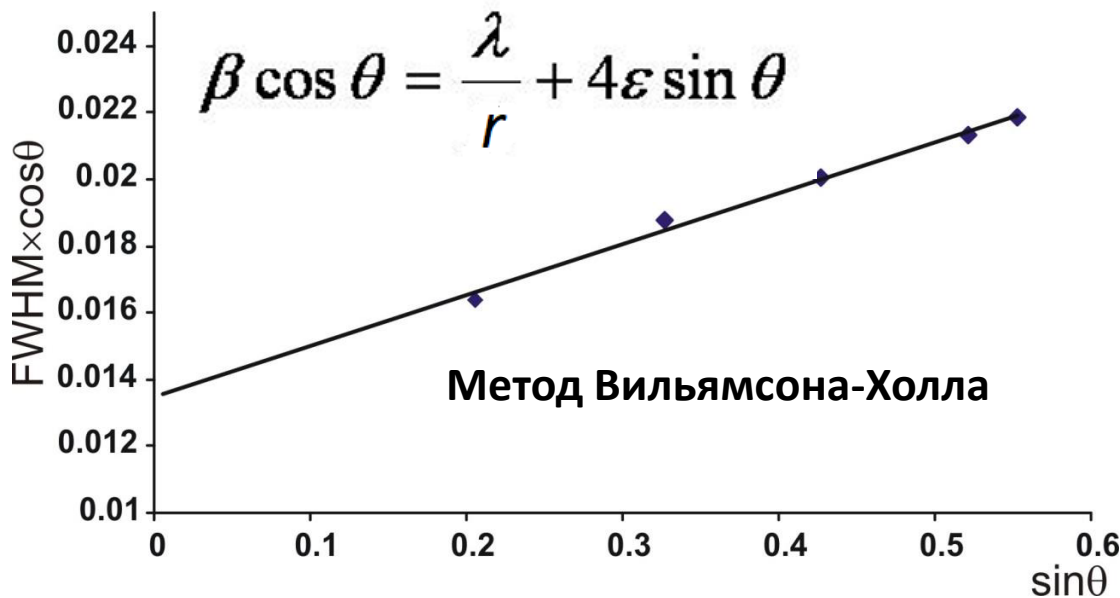
Формула Шеррера



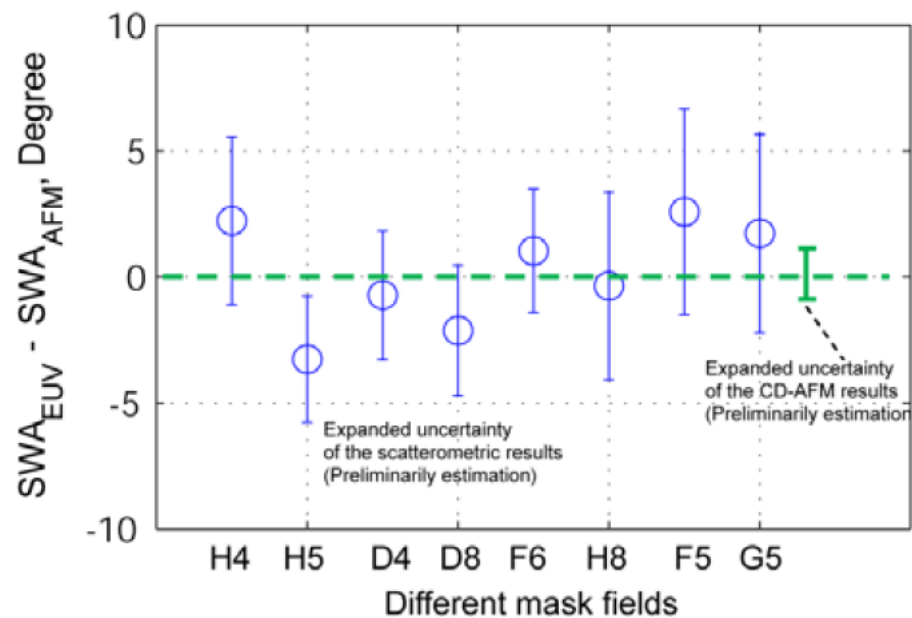
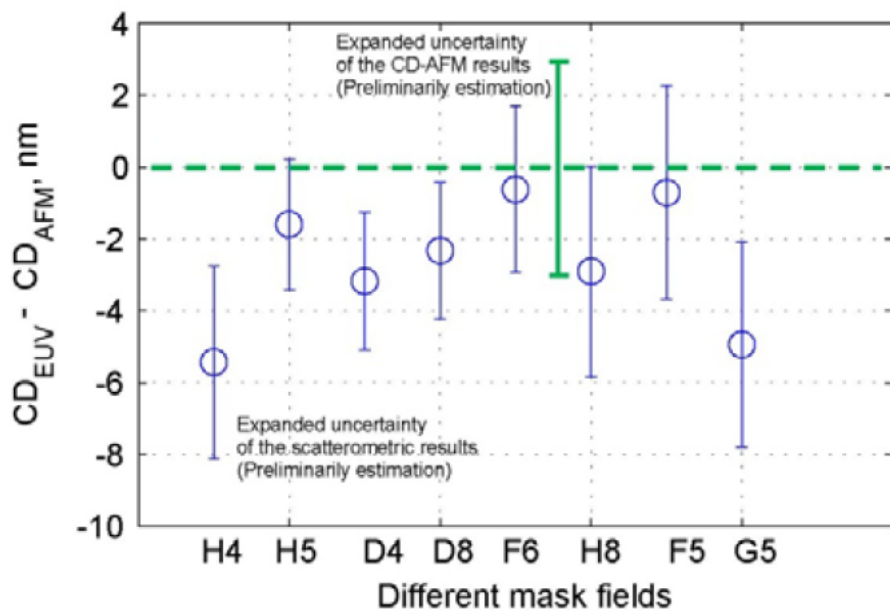
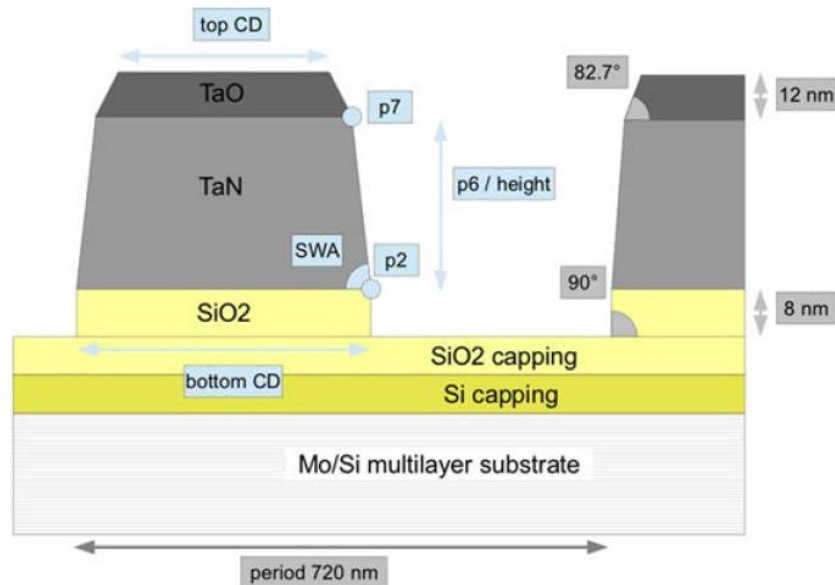
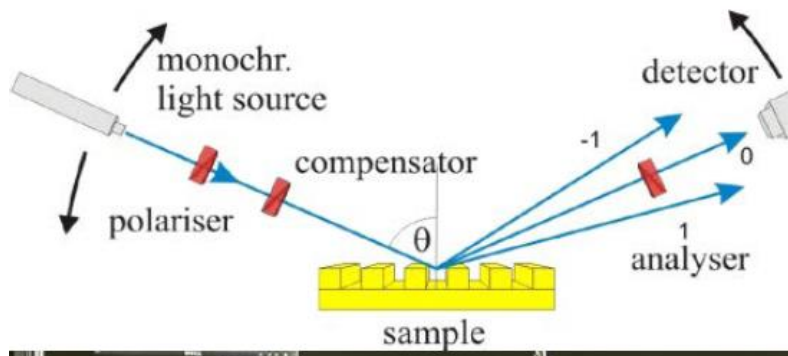
ОКР

НО:

- сначала вычесть инструментальное уширение;
- помнить о том, что напряжения тоже дают вклад в β ;
- не использовать для ОКР < 10 нм.

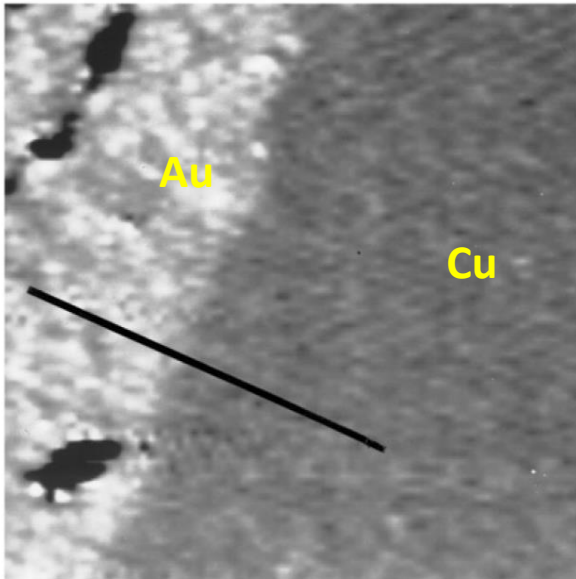


Сопоставление данных светорассеяния и атомно-силовой микроскопии



Состав – локально (туннельные спектры)

Карта поверхности, полученная путем СТМ-измерения в каждой точке производной dI_{tun}/dH

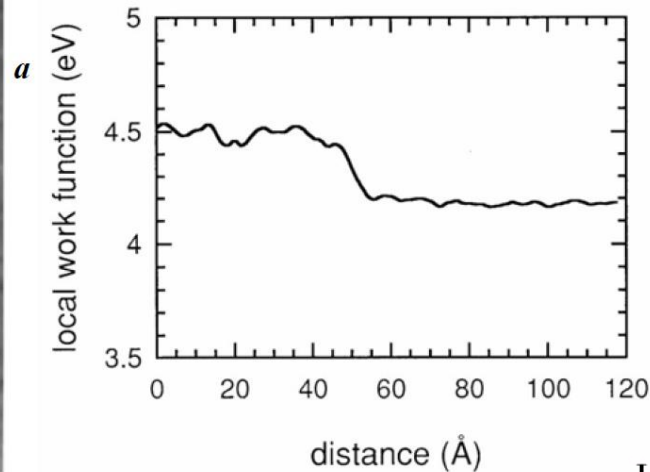


$$I_{\text{тун}} = \text{const} \cdot U_{\text{тун}} \cdot e^{-\text{const}' \sqrt{V_{\text{тун}}} H_{\text{тун}}}$$



три основных вида
туннельных спектров:

- dI/dU ,
- dI/dH ,
- dU/dH .

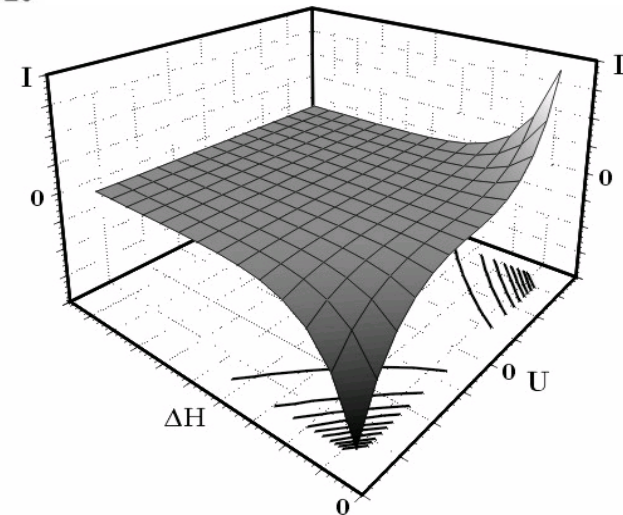


J. Vac. Sci. Technol. B 15(1997)1861

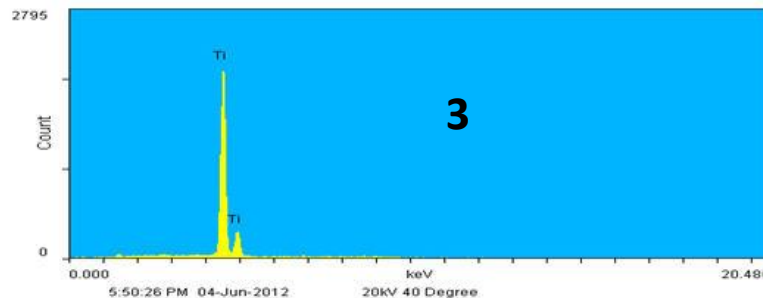
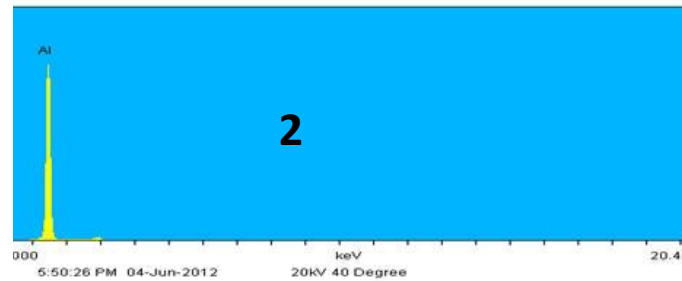
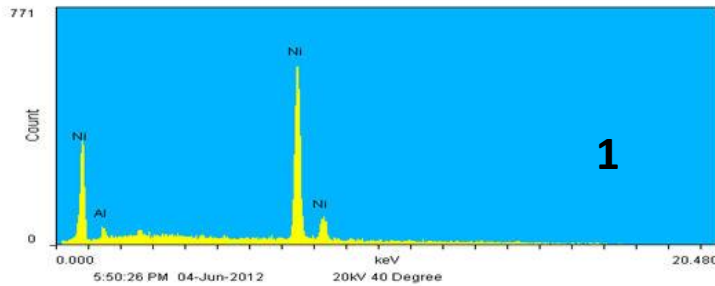
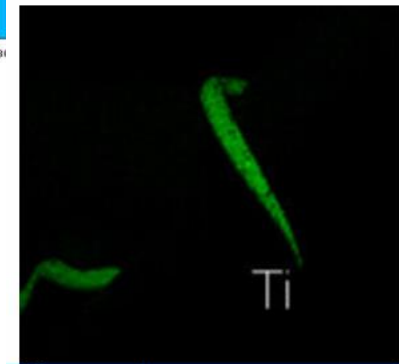
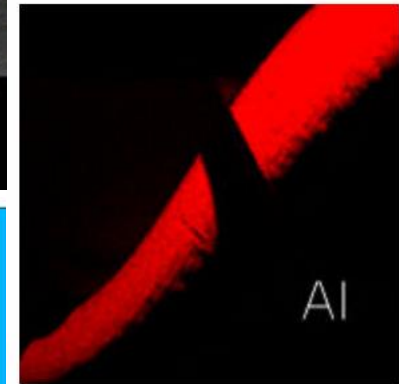
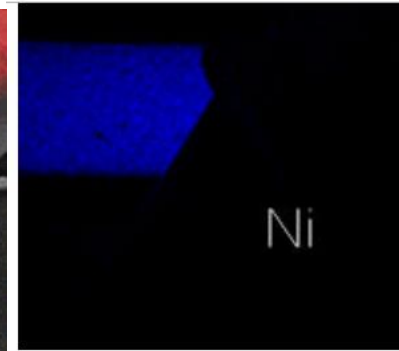
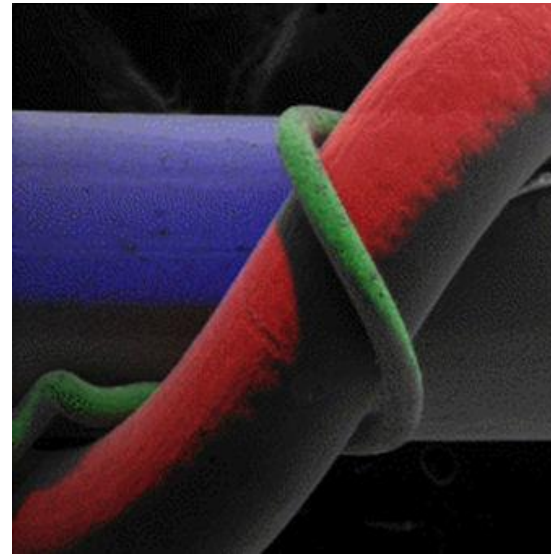
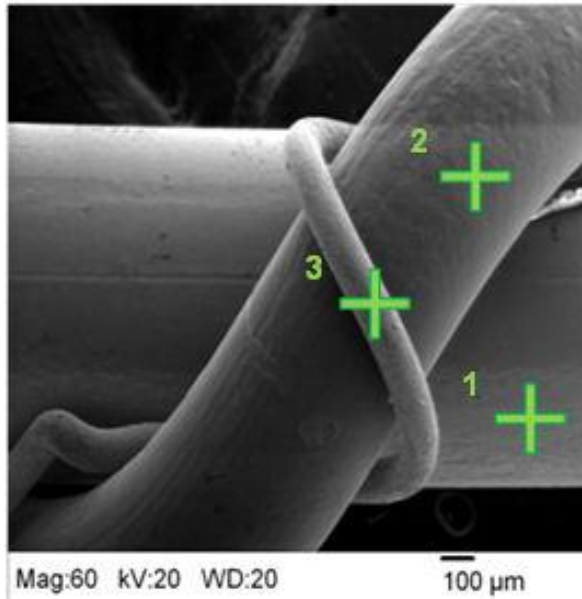
Туннельный барьер коррелирует с разностью работ выхода электрона

- при достаточно низких U_{tun} ,
- низких температурах,
- в вакуумном зазоре

(выполняться должны все эти условия одновременно).



Состав – локально (электронный микроскоп)



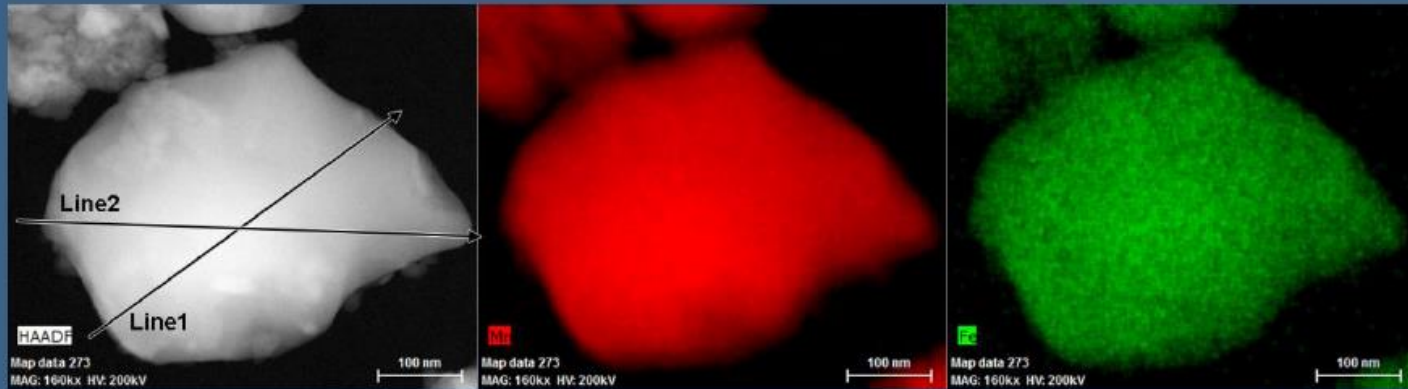
Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (EDX)

Не определяются легкие элементы

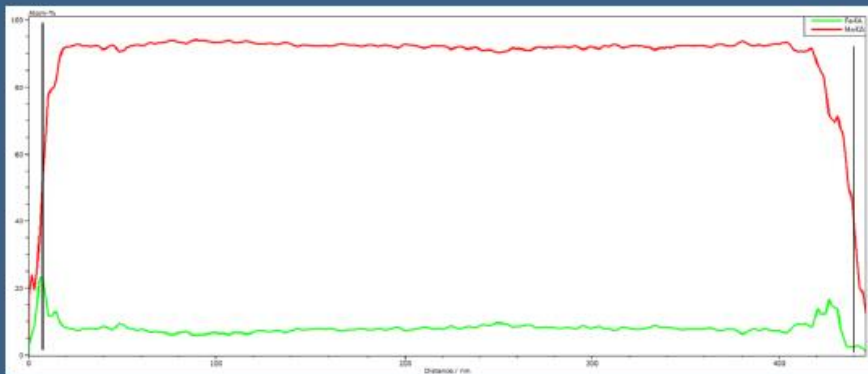
Микроанализ, совмещенный с ТЕМ: пространственное разрешение < 10 нм

4

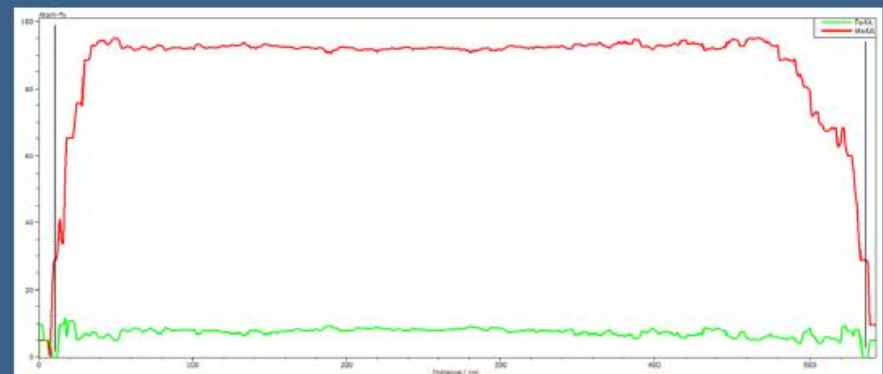
Representative crystal 1, $\text{Mn}_{1,84(6)}\text{Fe}_{0,16(6)}\text{O}_x$:



Measurements over lines with width 100 nm width



Profile along Line 1

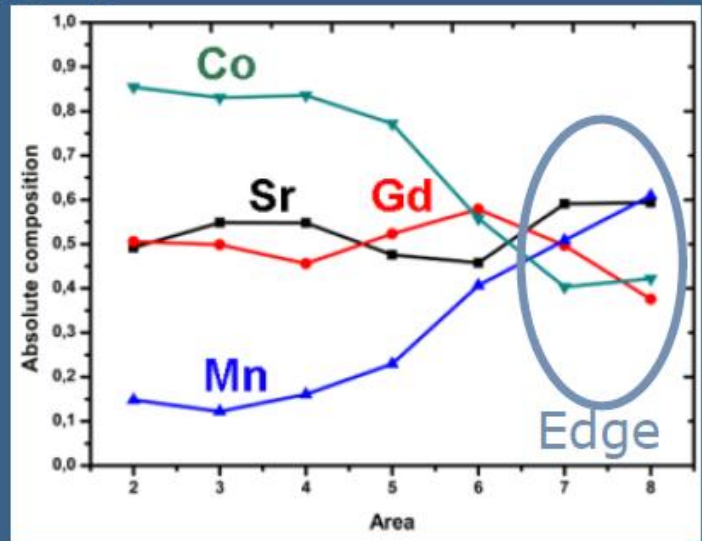
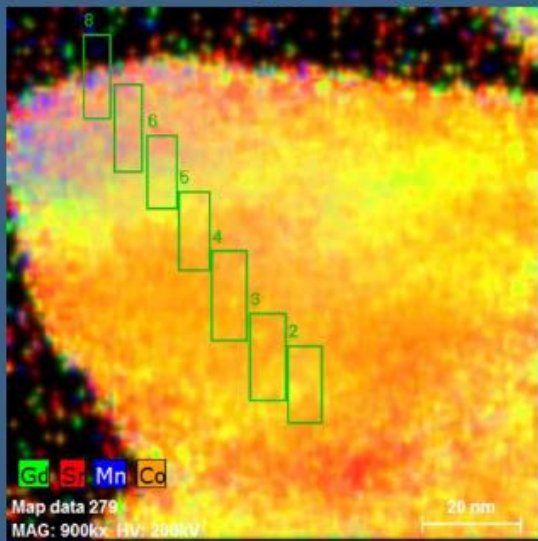


Profile along Line 2

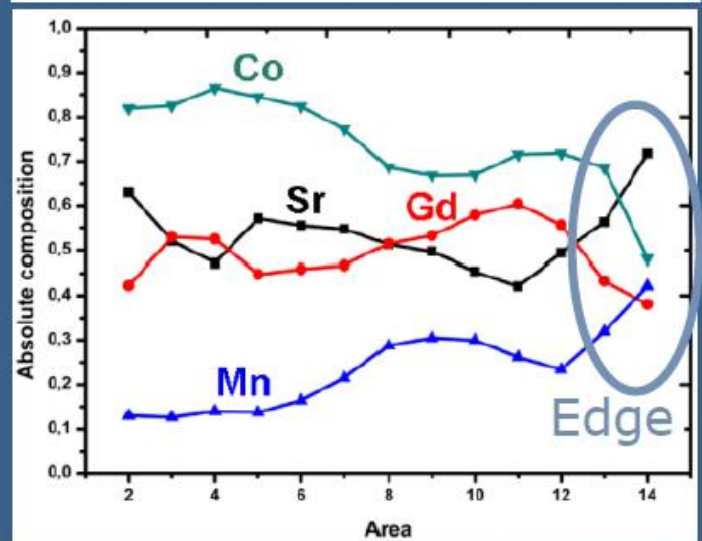
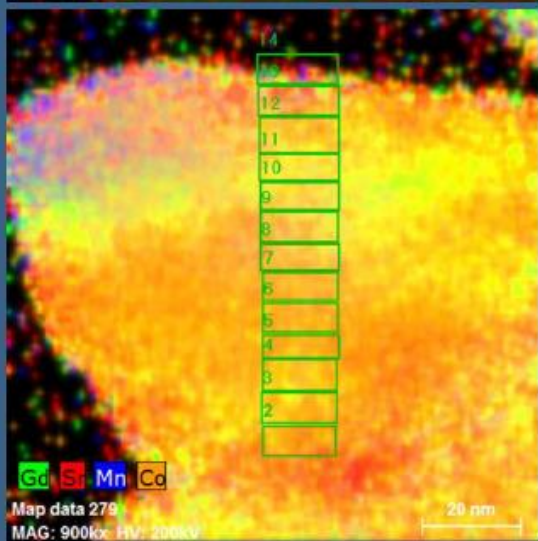
Микроанализ, совмещенный с ТЕМ: пространственное разрешение < 10 нм

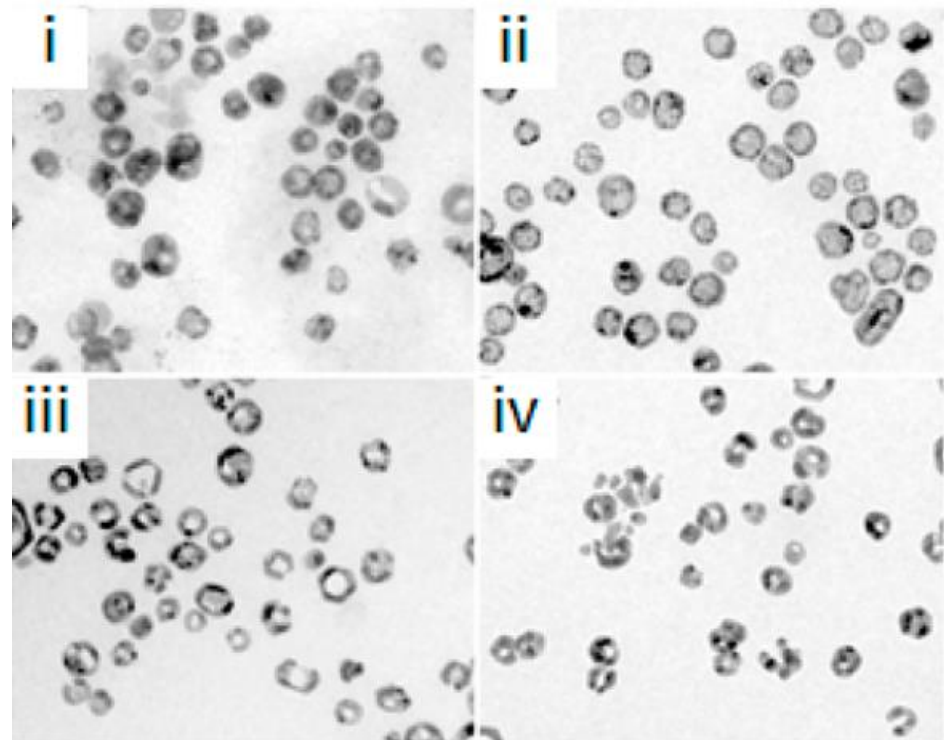
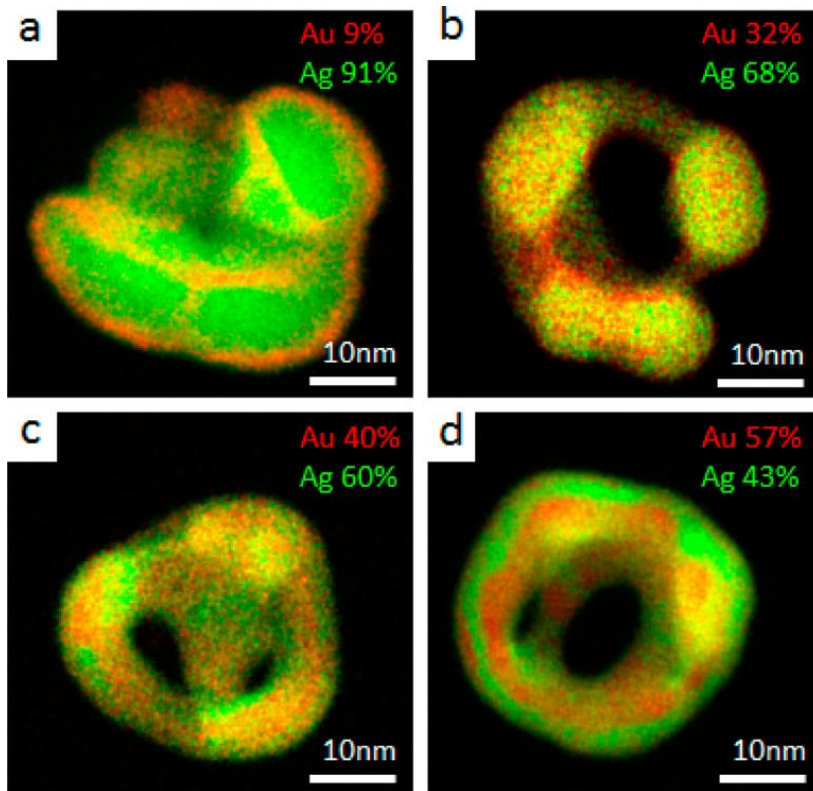


Slight increase Sr:Gd near edge, but not significantly more than fluctuations in bulk



Co:Mn ratio decreases significantly towards edge

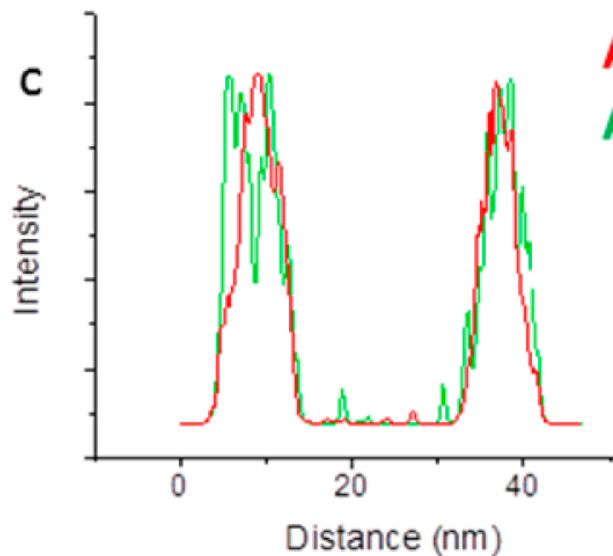
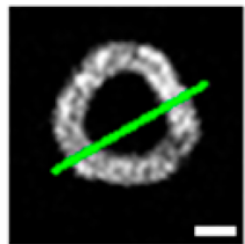
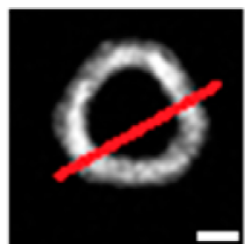




—20 nm

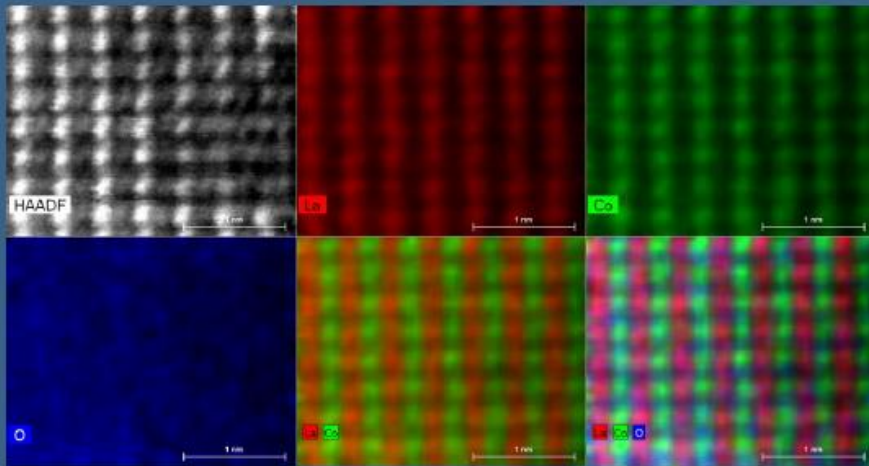
Au
Ag

(i) Ag93Au7, (ii) Ag82Au18,
(iii) Ag78Au22, (iv) Ag66Au34



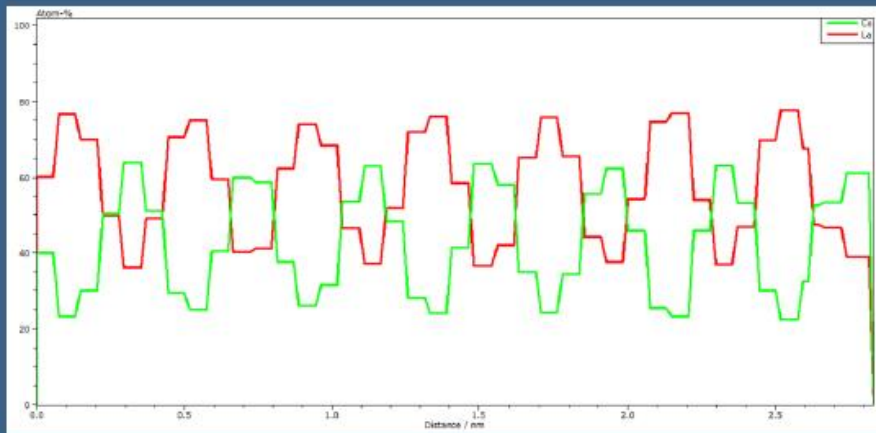
**«Дырявые» коллоидные частицы,
полученные гальваническим вытес-
нением части серебра золотом.**

Микроанализ, совмещенный с ТЕМ: атомарное разрешение



Edge at this side

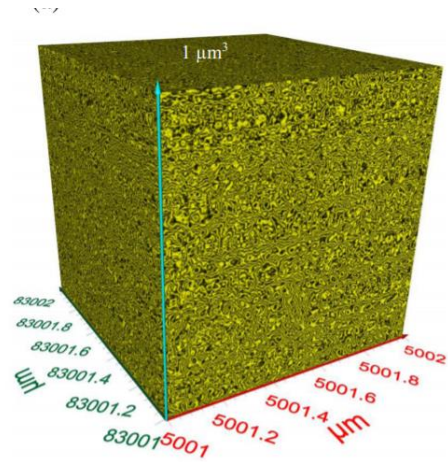
Atomic resolution EDX-STEM map of LaCoO_3 degraded [110]



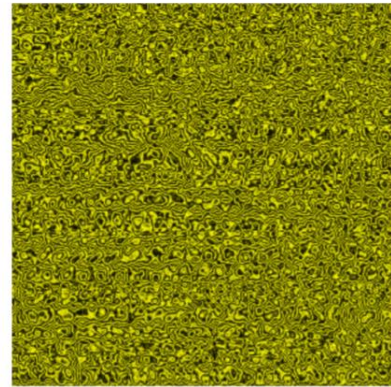
Profile of the cation composition
Averaged over the whole height EDX map.

No gradient observable, however, La content already slightly higher than Co

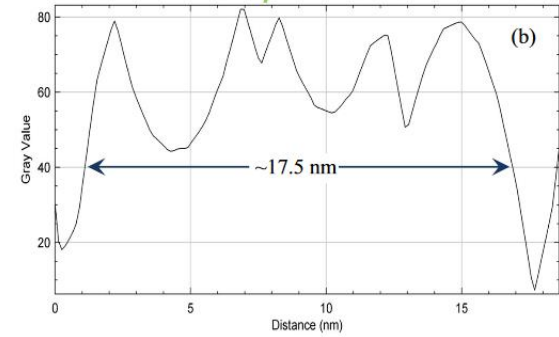
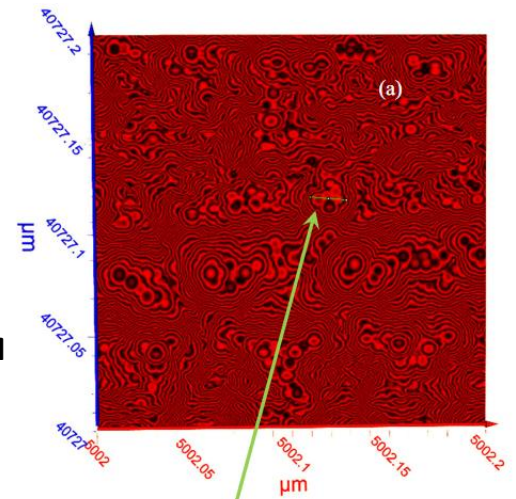
Другие техники с высоким пространственным разрешением – пример, терагерцовое поглощение суспензией SiO₂



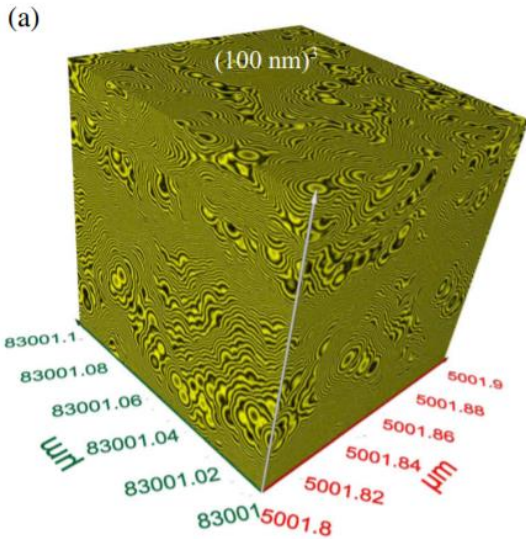
1 мкм



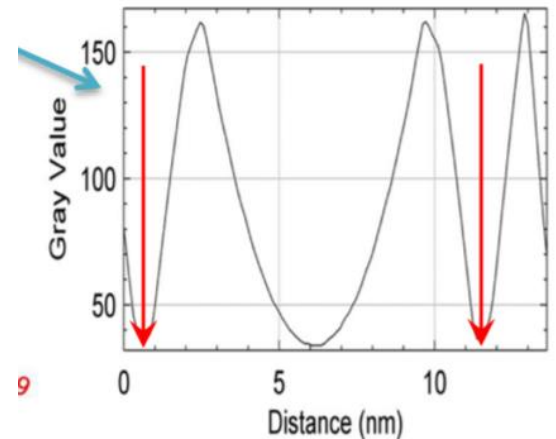
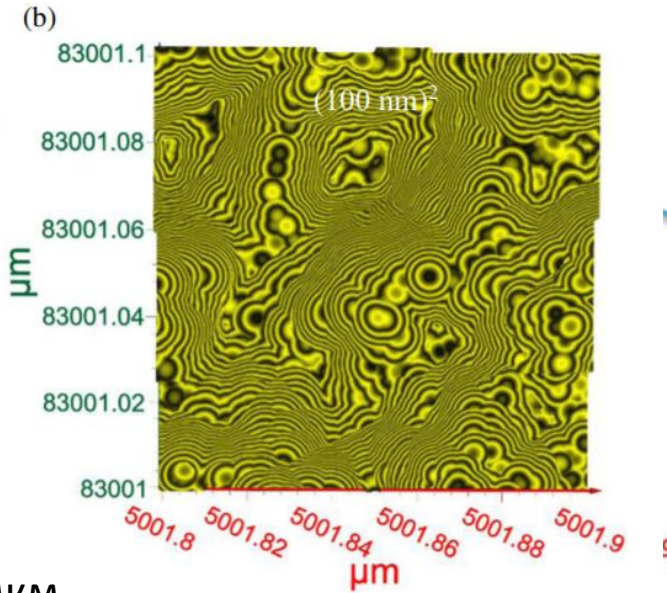
Анализ поглощения на «срезах» (нет вклада жидкости)



Агрегаты



0.1 мкм



Задачи – порядок действий

- (1) Каждый участник присылает письмо с указанием своих предпочтений по объекту (tsir@elch.chem.msu.ru). Объект может быть из числа упомянутых в лекции, если он чем-то заинтересовал, или из числа используемых в собственной научной работе, или являющийся предметом хобби.**
- (2) В ответ получает некоторые экспериментальные данные и формулировку задания.**
- (3) Срок решений – 30 апреля.**
- (4) Участники, не приславшие письма (п.1) или не приславшие решения в срок (п.3), получают нулевую оценку за задачу.**