

Andrzej MAJCHER, Mirosław MROZEK, Andrzej ZBROWSKI
Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy, Radom
Wielisław OLEJNICZAK, Sławomir PAWŁOWSKI, Michał PISKORSKI
Uniwersytet Łódzki, Łódź

MIKROSKOP STM/AFM DO ZASTOSOWAŃ BADAWCZYCH W ZAAWANSOWANYCH TECHNOLOGIACH W PRZEMYSŁE ORAZ W DYDAKTYCE SZKÓŁ WYŻSZYCH

Słowa kluczowe

Mikroskop STM/AFM, magistrala VME, konstrukcja modułowa.

Streszczenie

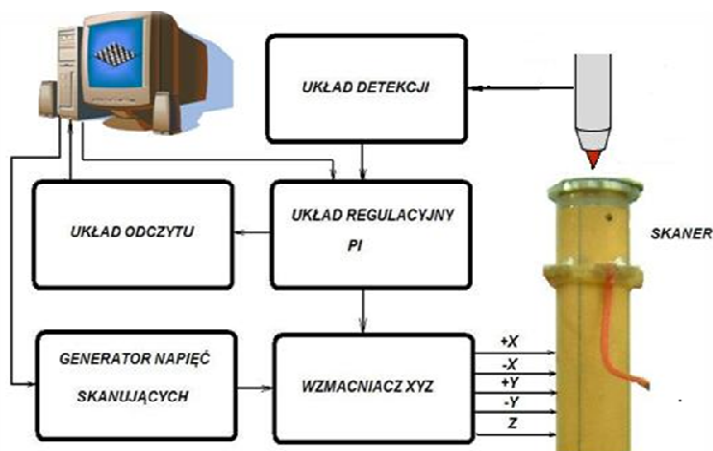
W artykule przedstawiono zagadnienia konstrukcyjne związane z budową i oprogramowaniem tunelowego mikroskopu skaningowego oraz mikroskopu sił atomowych. Opracowane urządzenie łączy obydwie funkcje, a dostosowanie do spełniania jednej z nich odbywa się przez wymianę jednej z części głowicy pomiarowej oraz uruchomienia odpowiedniego fragmentu oprogramowania.

Z uwagi na przeznaczenie mikroskopu do badań przemysłowych oraz do nauczania podstaw nanotechnologii w szkołach wyższych zostały zastosowane rozwiązania ułatwiające obsługę, a zwłaszcza proces wstępnej regulacji aparatury. Dzięki zastosowaniu modularnej konstrukcji aparatury oraz oprogramowania możliwe jest przystosowanie urządzenia do dalszej rozbudowy rozszerzającej zakres aplikacji.

Wprowadzenie

Podstawowym narzędziem służącym do badania nanometrowych struktur molekularnych jest skaningowy mikroskop bliskich oddziaływań. Przyrząd ten staje się niezbędnym wyposażeniem coraz większej liczby laboratoriów badawczych i przemysłowych. Rosnący krąg odbiorców o wielu, często bardzo różnorodnych, specjalnościach wymusza na producentach coraz większą dbałość o łatwość obsługi sprzętu.

Tunelowy mikroskop skaningowy STM (ang. *Scanning Tunneling Microscope*) umożliwia uzyskanie obrazu powierzchni materiałów przewodzących ze zdolnością rozdzielczą rzędu pojedynczego atomu. Uzyskanie obrazu powierzchni jest możliwe dzięki wykorzystaniu zjawiska tunelowego. Nad powierzchnią próbki, wykonanej z materiału przewodzącego prąd elektryczny, umieszczona jest sonda (igła), którą można poruszać w sposób kontrolowany. Ramię trzymające igłę mocowane jest do aparatury poprzez skaner piezoelektryczny, który pod wpływem napięcia elektrycznego, w wyniku zjawiska piezoelektrycznego zmienia w niewielkim stopniu swe wymiary, a tym samym zmienia położenie igły przesuwając ją nad próbką. Przemiatanie (skanowanie) kolejnych linii i punktów obrazu próbki odbywa się według z góry zadanego programu.



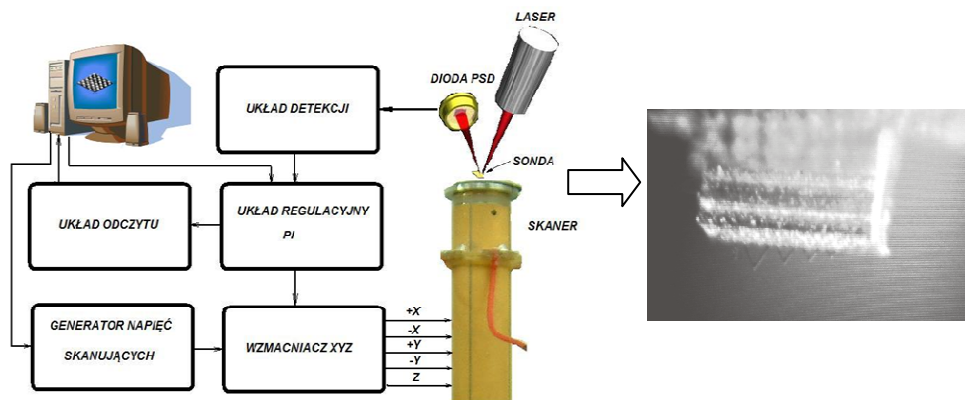
Rys. 1. Schemat blokowy mikroskopu tunelowego

Schemat blokowy typowego mikroskopu tunelowego przedstawia rys 1. Elementem umożliwiającym przesuwanie próbki w kierunkach XYZ jest piezoceramiczny skaner rurkowy, którego ruchy kontrolowane są przez doprowadzenie napięć wysokiego napięcia do czterech elementów rurki. Za pomocą tych napięć odbywa się skanowanie w kierunkach X i Y, a wartość tych napięć kon-

truluje program komputerowy. Napięcie decydujące o ruchach w kierunku Z, przykładowe do wewnętrznej powierzchni metalicznej rurki, wytwarzane jest przez układ regulatora proporcjonalno-całkującego tak, aby wartość prądu tunelowego była stała lub też byłaby stała odległość igła–próbka. Układ detekcji jest precyzyjnym wzmacniaczem reagującym na prąd tunelowy o wartości ok.1 nanoampera.

Mikroskop sił atomowych AFM (ang. *Atomic Force Microscope*) pozwala na oglądanie topografii powierzchni materiałów nieprzewodzących, takich jak ceramika lub tworzywa sztuczne. Jest to możliwe dzięki wykorzystaniu sił oddziaływania międzyatomowego (van der Waalsa). Siły te oddziałują między badaną powierzchnią a delikatną sondą pomiarową (dźwignia zwana także cantileverem), powodując uginanie się dźwigni.

W opracowanej konstrukcji do pomiaru tego ugięcia zastosowano metodę optyczną polegającą na badaniu położenia odbitej od dźwigni wiązki światła laserowego. Światło to padając na diodę posiadającą cztery powierzchnie fotoczułe pozwala na rejestrację zmian położenia dźwigni mniejszych od 1 nanometra tak w płaszczyźnie pionowej, jak i poziomej.

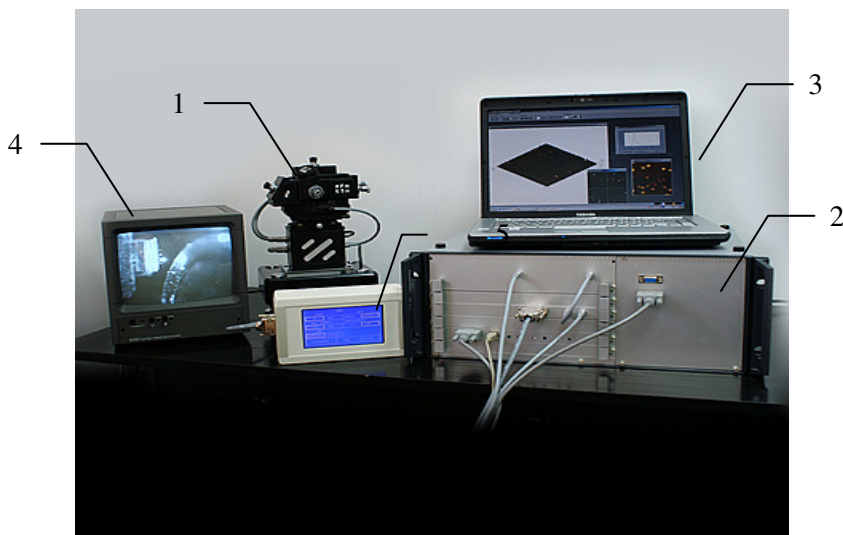


Rys. 2. Podstawowy schemat mikroskopu sił atomowych

Na rys. 2 przedstawiony jest podstawowy schemat mikroskopu sił atomowych oraz sonda pomiarowa (w powiększeniu) zaopatrzona w ostrza o promieniu kilku nanometrów. Wybrane ostrze zbliżone do badanej próbki poddane jest sile oddziaływania Van der Waalsa, powodując ugięcie delikatnej beleczki. Ugięcie to rejestrowane jest przez zmianę kąta odbicia wiązki światła laserowego padającej następnie na czterosegmentową diodę p-i-n. Na podstawie pomiarów natężenia prądów wypływających z poszczególnych segmentów diody z dużą dokładnością obliczane jest położenie plamki.

1. Głowica pomiarowa mikroskopu AFM/STM

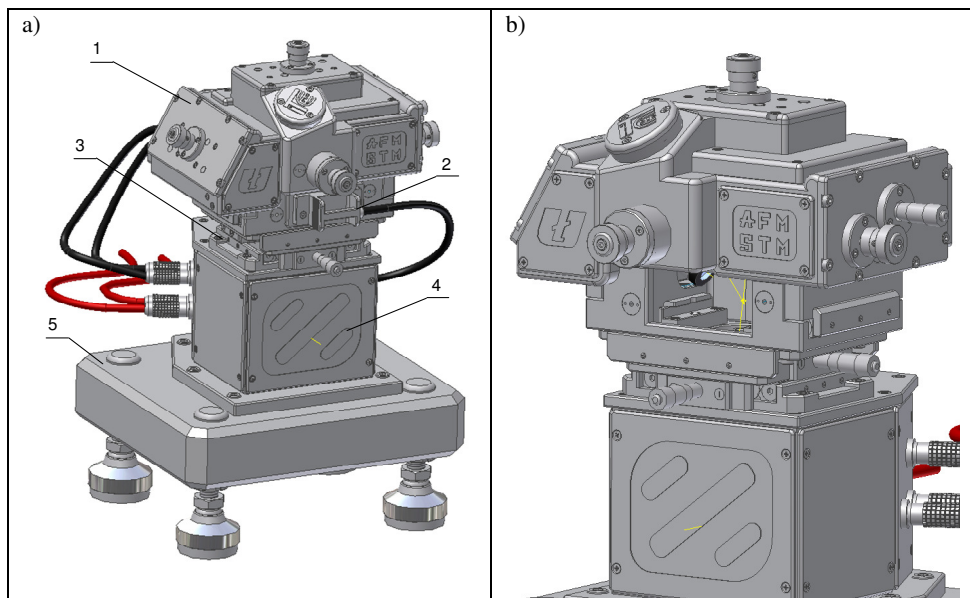
Aparatura mikroskopu STM/AFM składa się z trzech zasadniczych części: głowicy pomiarowej, elektronicznego układu sterowania oraz oprogramowania zewnętrznego komputera PC (rys. 3).



Rys. 3. Aparatura mikroskopu STM/AFM: 1 – głowica pomiarowa, 2 – elektroniczny układ sterowania, 3 – oprogramowanie zewnętrznego komputera PC, 4 – monitor, 5 – panel operatorski

Głowica pomiarowa jest częścią aparatury, w której umieszczona jest badana próbka, skaner, wzmacniacze słabych sygnałów elektrycznych towarzyszących pracy mikroskopów oraz układ wstępnego zbliżania próbki do sondy pomiarowej (rys. 4). Wewnątrz głowicy wbudowane są także niektóre układy elektroniczne: wzmacniacz prądu tunelowego, układy wejściowe mikroskopu sił atomowych pozwalające na konwersję prądów wypływających z czterech segmentów diody fotoczułej na wartość napięcia.

Zespół pomiarowy głowicy posiada dwa stopnie swobody w prostopadłych kierunkach płaszczyzny poziomej. Holder systemu AFM i STM pozostaje nieruchomy względem próbki a wszelkie ruchy justerskie i ustawcze wykonuje głowica. W celu utrzymania kompaktowych wymiarów głowicy tor promienia lasera został załamany z zastosowaniem zwierciadła płaskiego, ogniskującego wiązkę lasera na ostrzu sondy pomiarowej (cantilevera). Dwa stopnie swobody głowicy umożliwiają naprowadzenie wiązki lasera na cantilever.



Rys. 4. Bryłowy model mikroskopu AFM/STM: a) widok z zamontowanym modulem AFM/STM, b) widok z pustym gniazdem zespołu pomiarowego; 1 – zespół pomiarowy, 2 – wymienny modulem AFM/STM, 3 – stolik XY, 4 – skaner, 5 – podstawa

Fotodioda posiada dwa niezależne od głowicy stopnie swobody umożliwiające naprowadzanie elementu światłoczułego na odbitą od cantilewera wiązkę światła laserowego. Przemieszczanie głowicy i fotodiody zrealizowano za pomocą miniaturowych śrub mikrometrycznych. Zamknięcie mechanizmów pozycjonujących zrealizowano z zastosowaniem sprężyn naciągowych. Precyzyjne prowadzenie wózków głowicy zapewniono poprzez zastosowanie miniaturowych, bezluzowych liniowych łożysk wałeczkowych.

Zwartą strukturę systemu optycznego w konfiguracji AFM uzyskano dzięki zastosowaniu załamania promienia lasera za pomocą zwierciadła. Dla uniknięcia wpływu ruchów powietrza przestrzeń pomiarową zabudowano wewnątrz głowicy pomiarowej bez możliwości bezpośredniego podglądu próbki i końcówek skanujących. W celu obserwacji procesu skanowania i wykonania precyzyjnych ruchów ustawczych zastosowano podgląd z wykorzystaniem dwóch miniaturowych kamer CCD.

2. Elektroniczny układ sterowania

Elektroniczny układ sterowania mikroskopem składa się z dwóch zasadniczych części: panelu operatorskiego oraz kasy z modułami elektronicznymi. Panel operatorski ma za zadanie ułatwić użytkownikowi obsługę mikroskopu.

Układy umieszczone w panelu operatorskim zawierają główne układy analogowe mikroskopu sił atomowych, a także sterowany mikroprocesorowo zespół urządzeń ułatwiających proces regulacji układów optycznych mikroskopu. Zobrazowanie tego procesu, a także ustawianie innych parametrów pracy urządzenia, odbywa się za pomocą ciekłokrystalicznego wyświetlacza z panelem dotykowym (rys. 6). Komunikację tego modułu z podstawowym modulem elektroniki umożliwia magistrala szeregową.



Rys. 6. Panel operatorski

Kaseta z modułami elektronicznymi zaopatrzona jest w krótką (6 stanowisk) magistralę systemu VME. Takie rozwiązanie pozwala na rozszerzenie możliwości mikroskopu poprzez wymianę poszczególnych modułów lub dodanie kolejnych. Moduły zostały wykonane na płytach w formie podwójnej eurokarty. W tylnej części kasety umieszczono zasilacze niskiego i wysokiego napięcia oraz sterownik silnika krokowego.

Moduły znajdujące się w kasecie spełniają następujące funkcje:

- Moduł regulatora proporcjonalno-całkującego zapewniający utrzymanie odległości igła–próbka (w skali atomowej) w czasie trwania procesu skanowania. Proces regulacji wykonywany jest analogowo, ale parametry tego procesu ustawiane są cyfrowo ze współpracującego komputera.
- Moduł sterownika nadrzędnego zawierający układ programowalny FPGA, mikroprocesor 32-bitowy, pamięci dodatkowe, układy komunikacji z magistralą VME i z komputerem zewnętrznym PC poprzez magistralę USB 2.0.
- Moduł wzmacniacza wysokiego napięcia zapewnia sterowanie piezoceramicznego skanera rurkowego napięciami $\pm 225\text{V}$ (dla poszczególnych czterech segmentów rurki oraz wewnętrznej jej powierzchni odpowiedzialnej za przesunięcie w kierunku osi Z. W module tym umieszczono także zespół

przetworników cyfrowo-analogowych generujących przebiegi odchylające o wysokiej liniowości oraz układ sterujący tymi przetwornikami zapewniający ciągłość procesu sterowania.

3. Moduł regulatora proporcjonalno-całkującego

Podstawowym elementem każdego mikroskopu STM/AFM jest pętla regulacyjna. Ze względu na sprzężenie układów elektronicznych z układami mechanicznymi, jak rurka skanująca, beleczka pomiarowa, układ „dźwigni optycznej” koniecznością było zastosowanie układu sprzężenia zwrotnego o parametrach regulowanych w szerokim zakresie wartości wzmocnienia i stałej czasowej. Zastosowana pętla PI wykorzystuje do regulacji 12-bitowe drabinki oporowe AD7547, dzięki którym udało się uzyskać dynamikę regulacji wzmocnienia na poziomie 72 dB i regulację stałej czasowej w zakresie od 10 μ s do 400 ms. W skład układu regulacji wchodzi również układy różnicowych wzmacniaczy sygnałów wejściowych, układ zadawania parametrów początkowych skanowania w oparciu o przetwornik AD669, układ wykrywania przekroczenia wartości progowej prądu do sterowania procesem automatycznego zbliżania oraz układy przełączające i zapamiętujące (AD7512 DI i AD585).

Wejściowy sygnał analogowy niosący informację o wartości prądu tunelowego lub też o położeniu beleczki pomiarowej poprzez różnicowy układ wejściowy (eliminacja zakłóceń sieciowych) podawany jest na układ porównujący wartość chwilową zadaną oraz na szybki komparator wykrywający obecność prądu tunelowego. Dalszą część układu stanowią elementy realizujące analogowo funkcję regulatora PI oraz złożone funkcje pomiarowe. Wszystkie parametry modułu regulowane są cyfrowo z magistrali VME. Organizacja procesu wymiany danych realizowana jest przy pomocy układu FPGA.

4. Moduł sterownika nadrzędnego

Mikroskopem zarządza moduł sterownika nadrzędnego, który inicjuje i nadzoruje operacje zapisu i odczytu na magistrali VME, za pomocą której dokonywana jest komunikacja z innymi modułami. W tej wersji systemu wykorzystano następujące sygnały magistrali VME:

- 16 linii danych + 8 linii adresowych + 4 linie sterujące, zarezerwowane do operacji zapisu (odczytu) do (z) innych bloków mikroskopu mających swój adres w przestrzeni adresowej magistrali;
- 9 linii do kontroli modułu sterownika silnika krokowego;
- 6 linii do transmisji z modułem panelu operatora.

Dzięki takiemu podziałowi operacje na blokach mikroskopu, sterownika silnika krokowego i panelu operatora mogą być wykonywane jednocześnie i niezależnie od siebie.

Do głównych zadań modułu sterownika należy sterowanie innymi modułami mikroskopu, wymiana danych z innymi modułami mikroskopu, wymiana danych z aplikacją uruchomioną na PC oraz nadzorowanie procesu skanowania. Dwa główne elementy sterownika to układ FPGA XC3S400 z rodziny Spartan3 firmy Xilinx oraz mikrokontroler SH7086 z rdzeniem SH2 firmy Renesas.

Zadaniem układu SH7086 jest sterowanie mikroskopem z wysokiego poziomu:

- pobieranie, przetwarzanie i wykonywanie komend z aplikacji uruchomionej na PC;
- gromadzenie danych z procesu skanowania w pamięci SDRAM;
- przekazywanie uzyskanych próbek i stanu mikroskopu do aplikacji uruchomionej na PC.

Zadaniem układu FPGA jest niskopoziomowa obsługa transmisji i urządzeń peryferyjnych znajdujących się w bloku sterownika:

- inicjacja i nadzorowanie transmisji danych na magistrali za pośrednictwem buforów magistrali;
- sterowanie modułami mikroskopu nieumieszczonymi w przestrzeni adresowej magistrali;
- sterowanie układami peryferyjnymi umieszczonymi na płycie sterownika (np. pamięcią FLASH, układami transmisji RS232 i USB);
- kontrola poprawności pakietów danych przesyłanych pomiędzy mikroskopem i PC, z wykorzystaniem interfejsu USB;
- sterowanie i programowanie mikrokontrolera SH7086;
- nadzorowanie i monitorowanie stanu modułów mikroskopu.

Układ FPGA dołączony jest do zewnętrznej magistrali układu SH7086, do której dołączone są m.in. pamięci SDRAM. Dzięki temu możliwe jest takie zaprogramowanie układu FPGA, aby widziany był przez mikrokontroler jako pamięć SRAM.

Poprzez operacje zapisu/odczytu w pamięci SRAM, mikrokontroler może – za pośrednictwem układu FPGA – w prosty i bardzo szybki sposób sterować modułami mikroskopu oraz przysyłać dane do PC. W projekcie sterownika wykorzystane są trzy wolne obszary SRAM w przestrzeni adresowej mikrokontrolera:

- 1) obszar dostępu do pakietów USB przychodzące z PC i wysyłane do PC;
- 2) obszar dostępu do rejestrów przypisanych wybranym modułom mikroskopu (np. rejestry sterujące i monitorujące sterownik silnika krokowego) niemających swojego adresu w przestrzeni adresowej magistrali;
- 3) obszar dostępu do bloków mikroskopu będących w przestrzeni adresowej magistrali (np. wzmacniacz wysokiego napięcia z przetwornikami DAC i układem generującym przebiegi skanujące, układ pętli stabilizacyjnej z przetwornikami DAC i ADC).

Zastosowanie układu FPGA oraz taki sposób połączenia go z mikrokontrolerem ma szereg zalet, np.:

- 1) jednolity i szybki sposób dostępu do elementów mikroskopu z poziomu układu SH7086;
- 2) możliwa zmiana funkcjonalności sterownika poprzez przeprogramowanie FPGA lub mikrokontrolera, bez wprowadzania zmian sprzętowych, tj. bez ingerowania w sposób połączeń na płycie drukowanej;
- 3) układ FPGA obsługujący moduły mikroskopu i układy peryferyjne zwalnia programistę C/C++ projektującego oprogramowanie dla mikrokontrolera z obowiązku zaawansowanej znajomości elektroniki i sposobów sterowania niskiego poziomu.

5. Oprogramowanie mikroskopu

Oprogramowanie mikroskopu składa się z pięciu podstawowych modułów:

- oprogramowania układów wbudowanych,
- oprogramowania komunikacyjnego,
- modelu fizycznego danych i eksperymentu,
- aplikacji programowania eksperymentu,
- analizy i prezentacji danych.

Podstawowym zadaniem modułu oprogramowania układów wbudowanych jest odbieranie informacji od procesu wirtualnego urządzenia sterującego uruchomionego na PC, rozkodowanie i przekazanie do wykonania do modułów wykonawczych mikroskopu. Drugim zadaniem jest zbieranie i transmisja bloków danych do zewnętrznego PC.

Zadaniem modułu oprogramowania komunikacyjnego jest komunikacja samodzielnego układu sterującego z wirtualnym modelem urządzenia uruchomionym na sprzężonym z urządzeniem PC. Składa się on z dwóch podstawowych portów USB i RS232. Moduł komunikacji oparty o standard USB pozwala na szybką wymianę informacji pomiędzy modułem sterownika a komputerem PC.

Moduł modelu fizycznego danych i eksperymentu (MCC) jest aplikacją stanowiącą wirtualny model mikroskopu, zawierającą zestaw zmiennych opisujących aktualny stan urządzenia oraz algorytmy sterujące procesem skanowania. Stanowi ona oś komunikacji między programem sterującym a fizycznym urządzeniem. Zadaniem modułu jest formowanie, kodowanie i konfigurowanie rozkazów wykonawczych dla modułu sterującego na podstawie danych dostarczonych przez aplikację interfejsu użytkownika. Aplikacja posiada interfejs użytkownika umożliwiający podgląd stanu jak i aktualnych wartości wszystkich parametrów mikroskopu.

Moduł aplikacji programowania eksperymentu (MSA) jest graficznym interfejsem umożliwiającym programowanie przebiegu eksperymentu. Moduł ten

pozwała na wybór obszaru oraz sterowanie procesem skanowania w mikroskopie STM/AFM, a także na wizualizację danych.

Moduł analizy i prezentacji danych to moduł podstawowej obróbki, analizy i prezentacji rezultatów. Podstawowe operacje prezentowania wyników pomiaru są także zaimplementowane i wykorzystywane w module sterowania MSA.

Podsumowanie

Obecnie na rynku dostępne są mikroskopy, które mogą być wykorzystywane do celów dydaktycznych oraz prostych prac badawczych. Ceny tych urządzeń są jednak wysokie (około 40000 euro). Żaden z nich nie wykazuje opisanej powyżej modularności konstrukcji co pozwala na dostosowywanie parametrów sprzętu do aktualnych potrzeb użytkownika bądź też aktualnego stanu wiedzy. Modernizacja taka prowadzona drogą wymiany modułów będzie mogła być wykonana w miejscu zainstalowania lub nawet przez samego użytkownika. Modułowa konstrukcja mikroskopu umożliwia instalowanie dodatkowych bloków elektroniki i oprogramowania, wprowadzanie nowych trybów pracy zwiększających zakres zastosowań.

Przedstawiony w artykule mikroskop STM/AFM charakteryzuje się prostotą i wygodą obsługi osiągniętą przez zastosowanie:

- podglądu procesu zbliżania na monitorze TV w dużym powiększeniu;
- podglądu procesu regulacji mikroskopu na monitorze oraz na ciekłokrystalicznym ekranie panelu operatorskiego;
- wspomaganie sprzętowe i programowe procesu wstępnego zbliżania, dzięki czemu proces ten trwa tylko kilkanaście sekund.

Mikroskop ten posiada następujące podstawowe parametry techniczne:

- zakres pozycjonowania wstępnego:
x: 10 mm, y: 10 mm, z: 8 mm
- zakresy skanowania w osi x, y:
12 μm z rozdzielczością 0,3 nm (rurka 1")
50 μm z rozdzielczością 1 nm (rurka 2")
- zakresy skanowania w osi z:
2,5 μm z rozdzielczością 0,05 nm (rurka 1")
6 μm z rozdzielczością 0,1 nm (rurka 2")
- rozdzielczość skanowanych obrazów:
256x256 z 16-bitową precyzją skanowania
- typ skanera:
piezoelektryczny rurkowy, wymienny
- układ regulacyjny mikroskopu:
analogowy ze sterowaniem cyfrowym.

Praca naukowa wykonana w ramach realizacji Programu Strategicznego pn. „Innowacyjne systemy wspomaganie technicznego zrównoważonego rozwoju gospodarki” w Programie Operacyjnym Innowacyjna Gospodarka.

Bibliografia

1. Scanning Tunneling Microscopy and Its Application, Chunli Bai, Springer Series in Surface Sciences, 2000.
2. Atomic Force Microscopy/scanning Tunneling Microscopy, Cohen, Samuel H; Lightbody, Marcia L, Springer, 2004.
3. Noncontact Atomic Force Microscopy, praca zbiorowa pod red. S. Mority, Springer, 2002.
4. Atomic Force Microscopy in Adhesion Studies, praca zbiorowa pod red. Jarosława Drelicha, Brill Academic Pub, 2005.
5. Gotszalk T.P.: Systemy mikroskopii bliskich oddziaływań w badaniach mikro- i nanostruktur, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004.
6. Praca zbiorowa pod redakcją prof. R. Wiesendangera „Scanning Tunnelling Microscopy” Springer Verlag 2002.
7. Prospekty i strony internetowe firm Veeco, NTD, Molecular Imaging, Nano-Surf.

Recenzent:
Eugeniusz RATAJCZYK

STM/AFM microscope for application in industrial advanced technologies and the high schools education

Key words

Microscope STM/AFM, VME bus, modular construction.

Summary

Construction matters connected with software of scanning tunneling microscope and atomic force microscope have been presented in the article.

Those presented devices connect both functions and adaptation of one of the functions which is held by an exchange of one of the parts of the measure heads and by setting an appropriate part of the software in motion.

Taking into consideration the fact that the microscope is going to be used in industrial tests as well as to teach basis of nanotechnology at universities, some

solutions that made the operation easier have been used – especially the process of initial regulation of the device.

Thanks to the implementation of modular construction of the device and the software it is possible to accommodate the device to extend the range of applications.