NT-MDT Spectrum Instruments

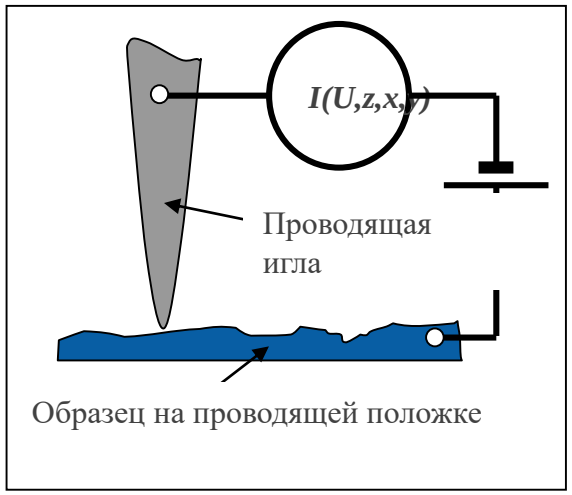
НАНОтехнологическое общество России
Общероссийская общественная организация

Зондовая микроскопия и спектроскопия для контроля свойств и качества поверхности и приповерхностных структур аморфных и кристаллических материалов: измерения и технологии нанометрового масштаба

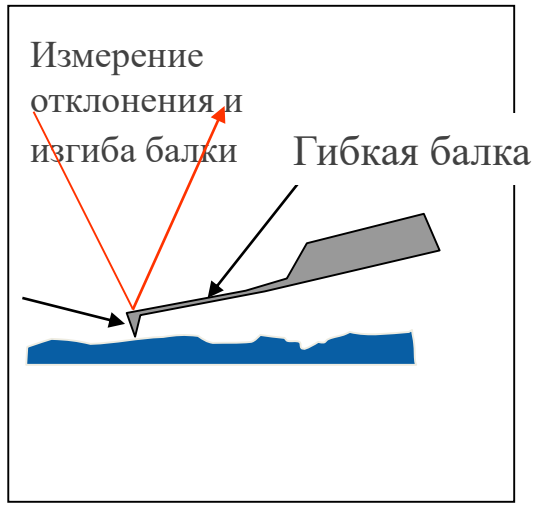
Быков Виктор Александрович, проф. МФТИ,
Почётный президент NT-MDT Spectrum Instruments
Президент нанотехнологического общества России
Бобров Юрий Александрович, к.ф.-м.н., NT-MDT Spectrum Instruments

11.12.2018

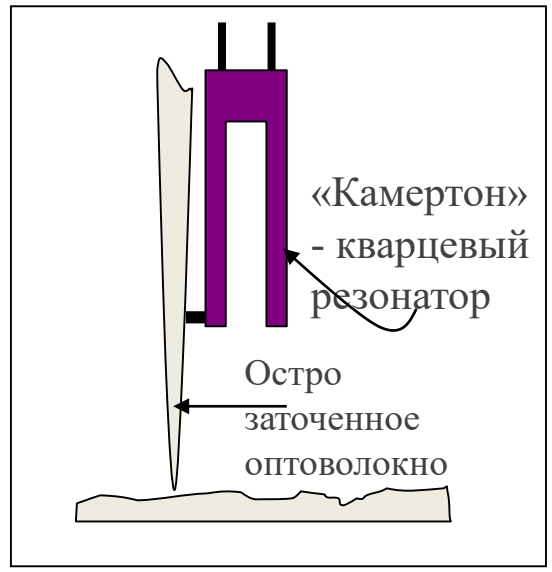
Измерения проводятся с использованием зондов - Сканирующая зондовая микроскопия



Туннельная микроскопия и спектроскопия

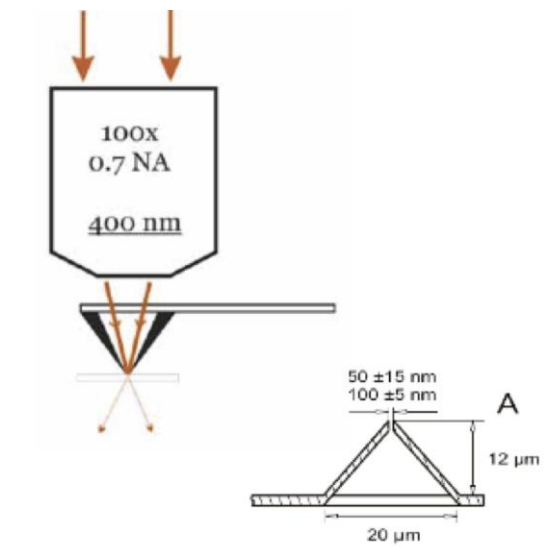


Атомно-силовая микроскопия

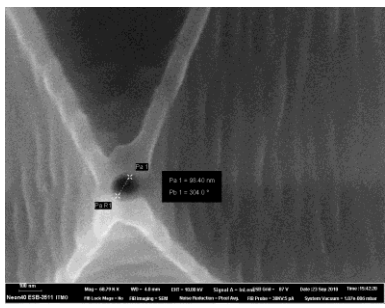


Сканирующая ближнепольная микроскопия
Исследование оптических свойств с разрешением, определяемым апертурой зонда

Кремниевый кантилевер с пустотелой иглой с отверстием на вершине



NT-MDT produces all hardware and software to work with such probes at all SNOM modes.

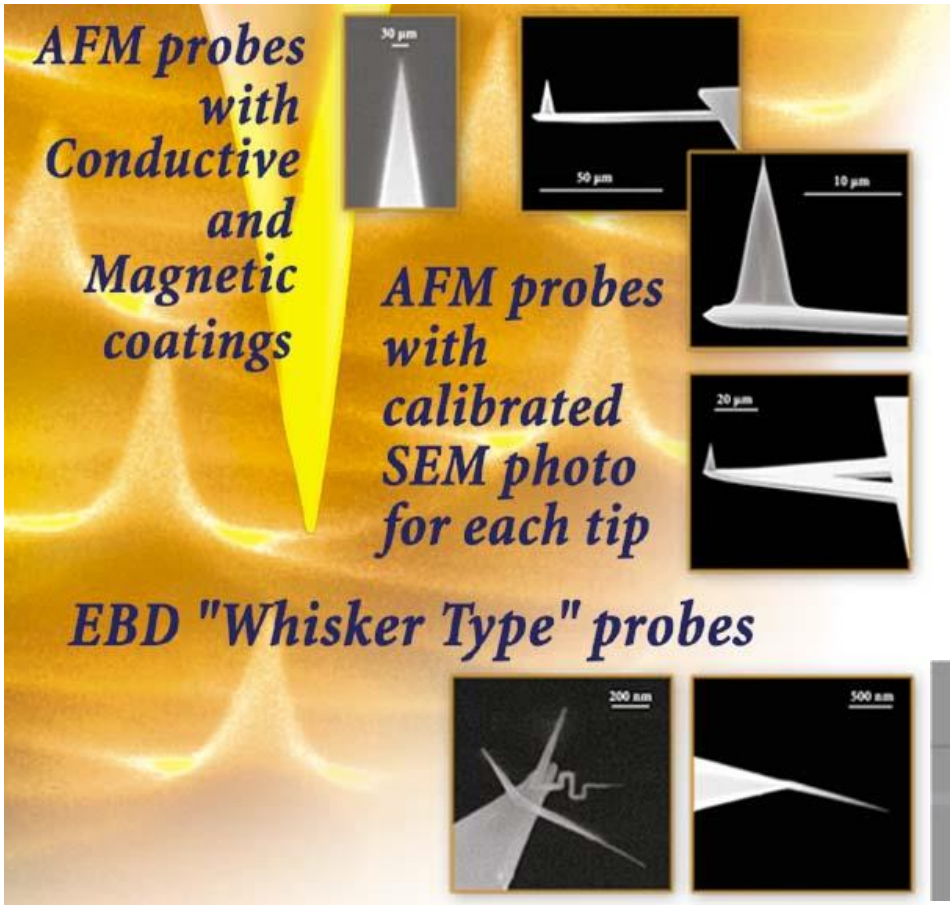


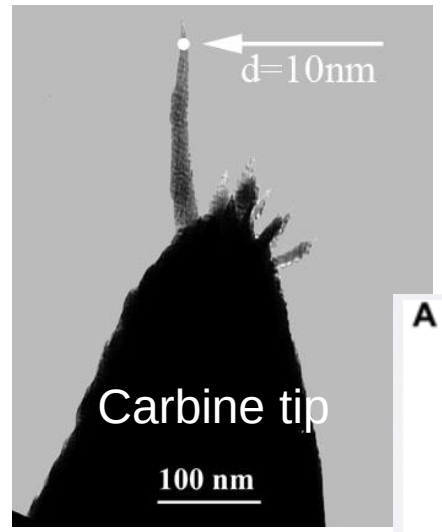
СЗМ – комплексный анализ

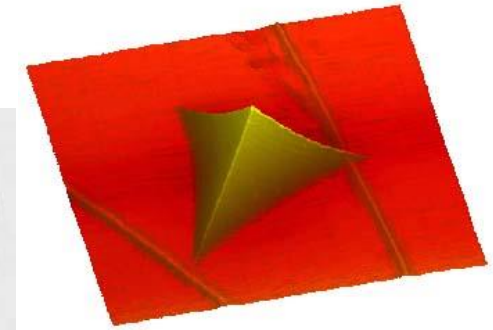
- Туннельная микроскопия и спектроскопия;
- Профиль поверхностных структур и его зависимость от давления прижима;
- Неоднородность силы трения в системе зонд – поверхность;
- Неоднородность адгезионных сил;
- Распределение поверхностного потенциала (Кельвин-мода);
- Распределение электрической емкости в системе кантилевер –поверхность;
- Распределение теплопроводности;
- Распределение модуля Юнга;
- Диагностика пределов упругой деформации;
- Распределение магнитных сил;
- Распределение пьезоэлектрических характеристик поверхностных структур;
- Распределение оптических свойств поверхности в видимой и ИК области спектра с разрешением значительно превышающим дифракционные ограничения (ближнепольная оптическая микроскопия);
- Возможность модификации поверхности

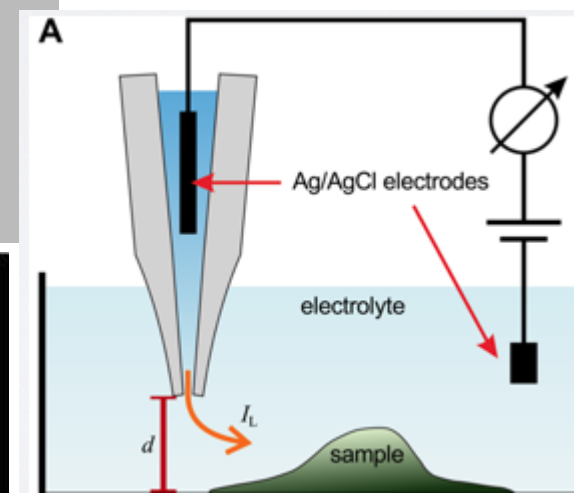
NT-MDT Spectrum Instruments

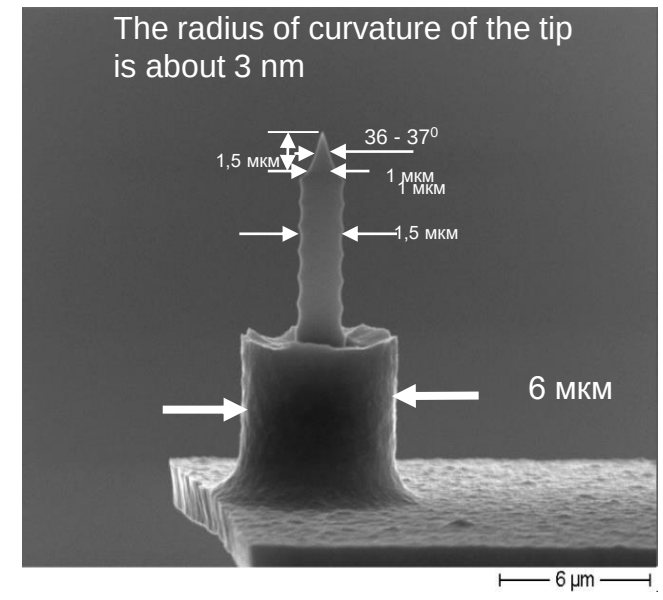
Кантилеверы

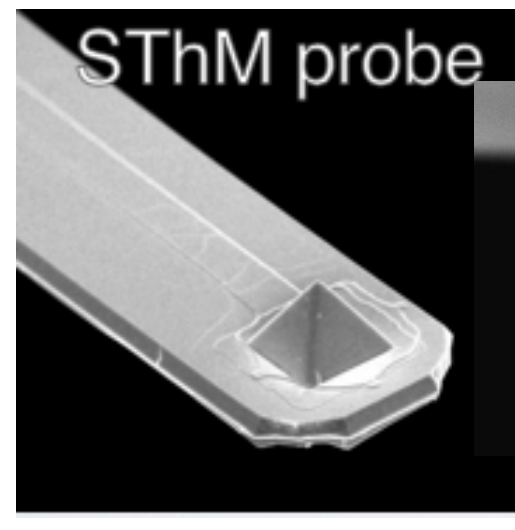


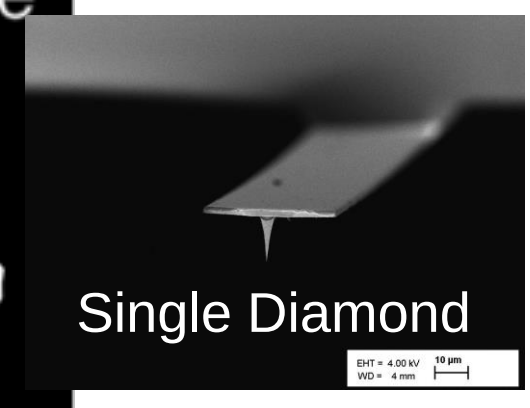


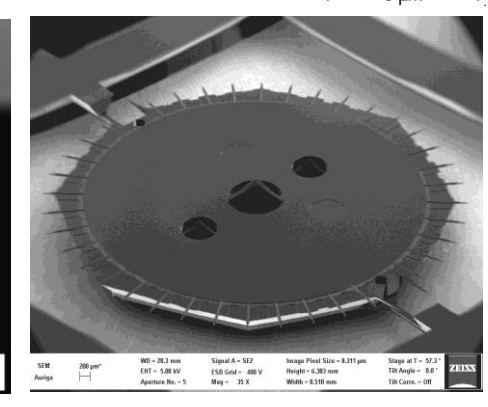




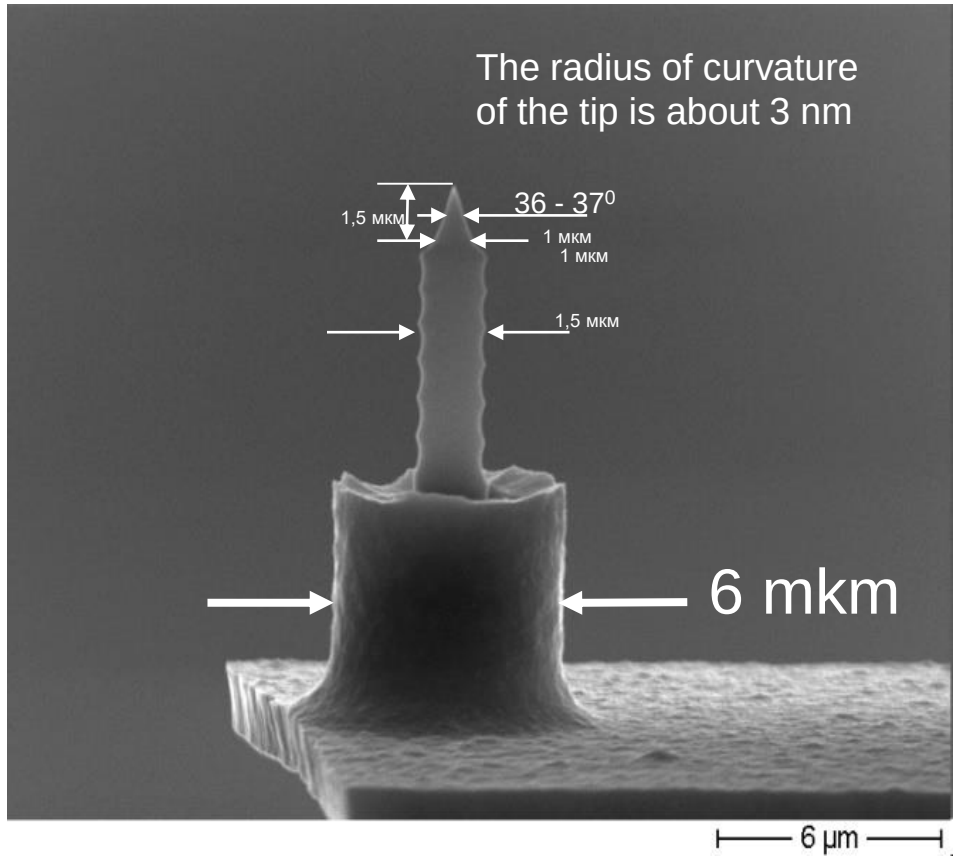


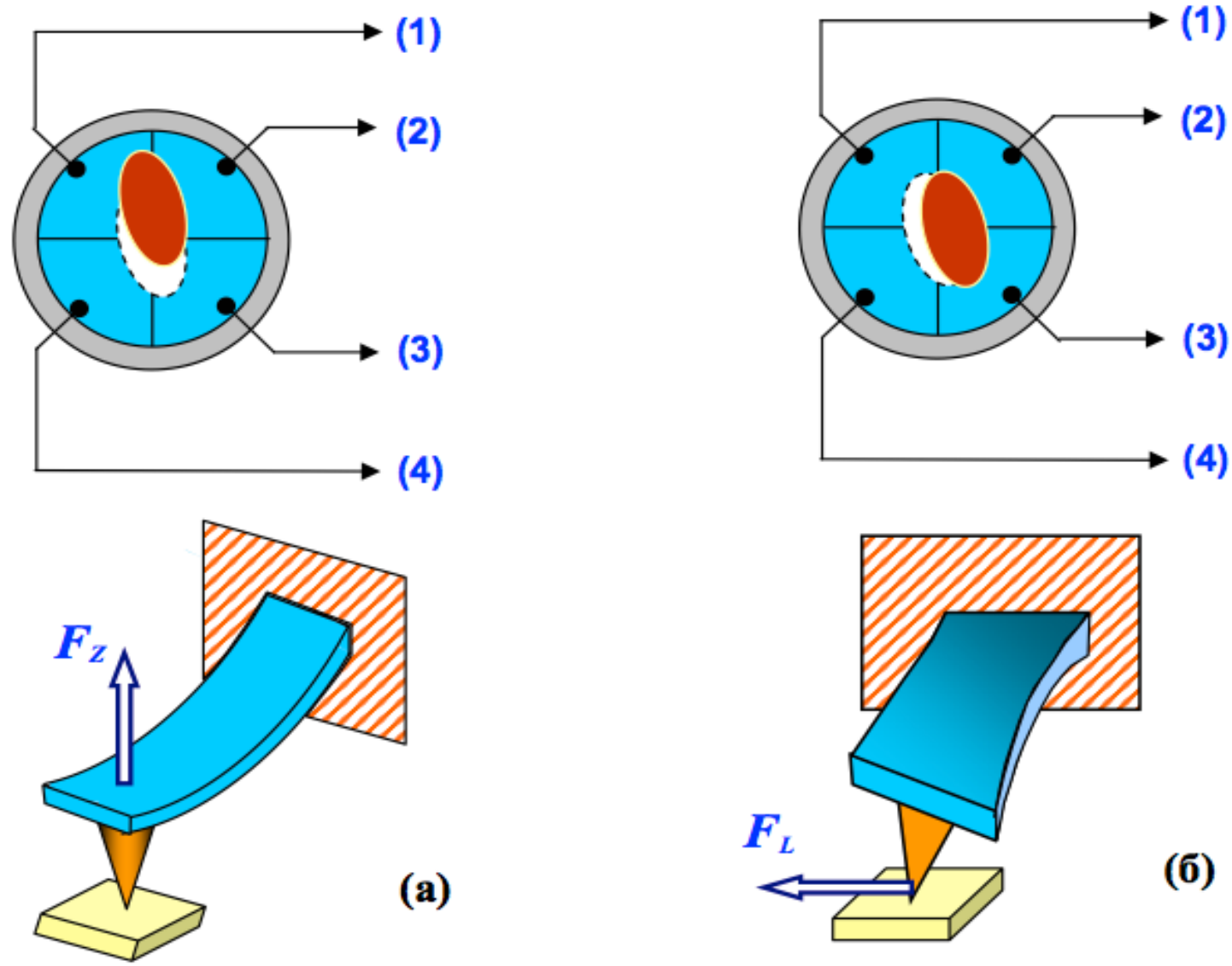






Сканирующая зондовая микроскопия





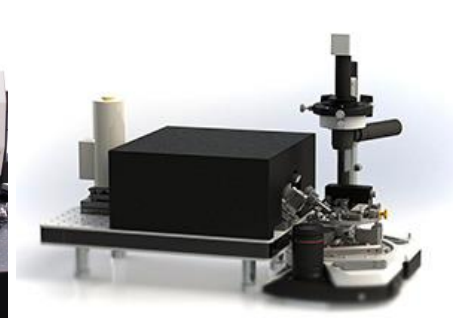
$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4)$$

$$\Delta I_L = (\Delta I_1 + \Delta I_4) - (\Delta I_2 + \Delta I_3)$$

Поли-Si – кантилевер с монокристаллической кремниевой иглой в электронном Микроскопе (РЭМ изображение)

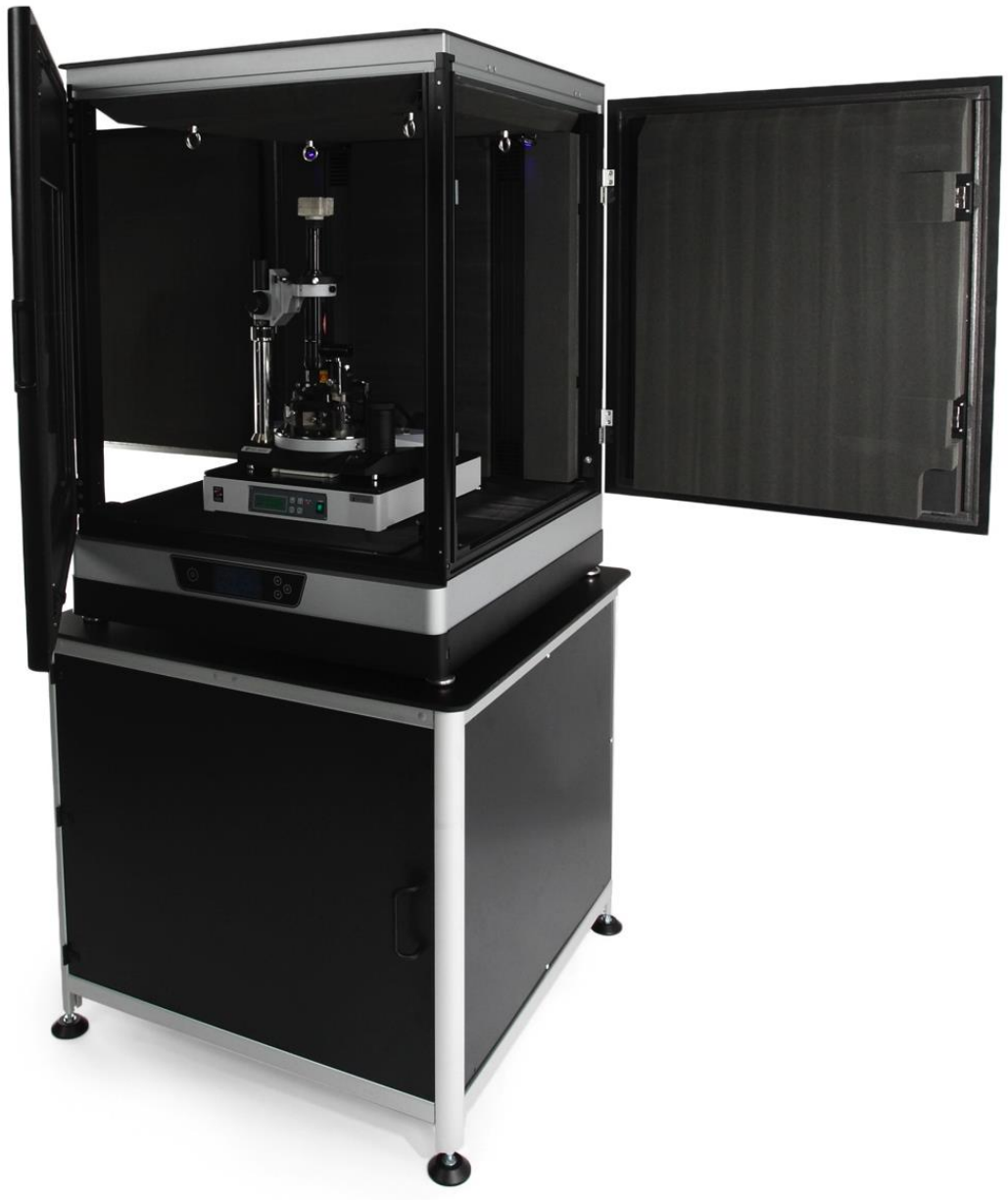
Чувствительность системы - до 0,1 Ангстрема =0,01 nm

Продуктовая линейка NT-MDT SI, все приборы оснащены контроллерами и программным обеспечением 2017-2018 годов

AFM				AFM-Raman / IR / TERS	
2011	2009				
Solver Nano	NEXT II	NTEGRA II	VEGA	NTEGRA SPECTRA II	NTEGRA Nano IR
• АСМ для образования и науки • Полный набор стандартных методик	• Первый автоматизированный АСМ • Простота в использовании • Непрерывное увеличение от миллиметров до ангстрема • HybriD Mode™ • MultiScan™ • ScanTronic™	• АСМ для любых задач • Быстрое сканирование (скорость строчной развертки до 2 см/сек) • Низкие шумы • Самый широкий набор методик • HybriD Mode™ • ScanTronic™ Разработка 2018 года	• Автоматизированный АСМ для больших образцов • Предельная стабильность • Самый широкий набор методик • HybriD Mode™ • ScanTronic™ Разработка 2016 -2018 годов	• Автоматизированная система для АСМ-Раман, СБОМ и TERS исследований. • Модульная оптическая система. • Лёгкая и точная настройка объективов. Разработка 2015 - 2016 годов	• АСМ-ИК для микроскопии • ИК микроскопия с разрешением 10 нм • Самый низкий дрейф • Спектральный диапазон 3-12мкм • Интеграция с микроРаманом Разработка 2016-2017 годов

NTEGRA II.

2018



Быстрый сканер RapidScan

Новое ПО ScanTronic

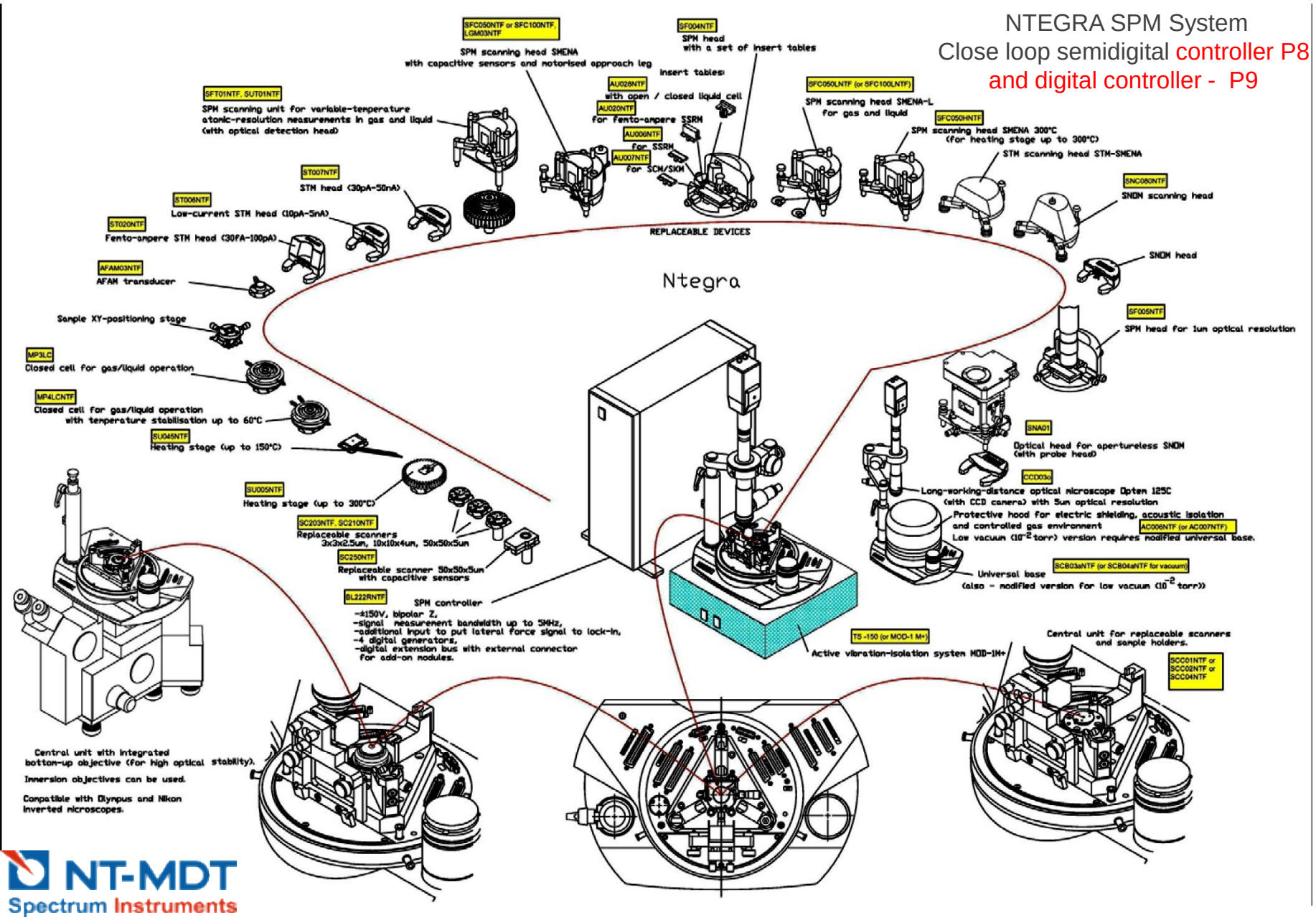
Новая управляющая электроника PX

HybriD 2.0

Шкаф акустовиброзащиты (опция)

NT-MDT Spectrum Instruments

NTEGRA SPM System



Контроллер BL222RNTF

NT-MDT Spectrum Instruments

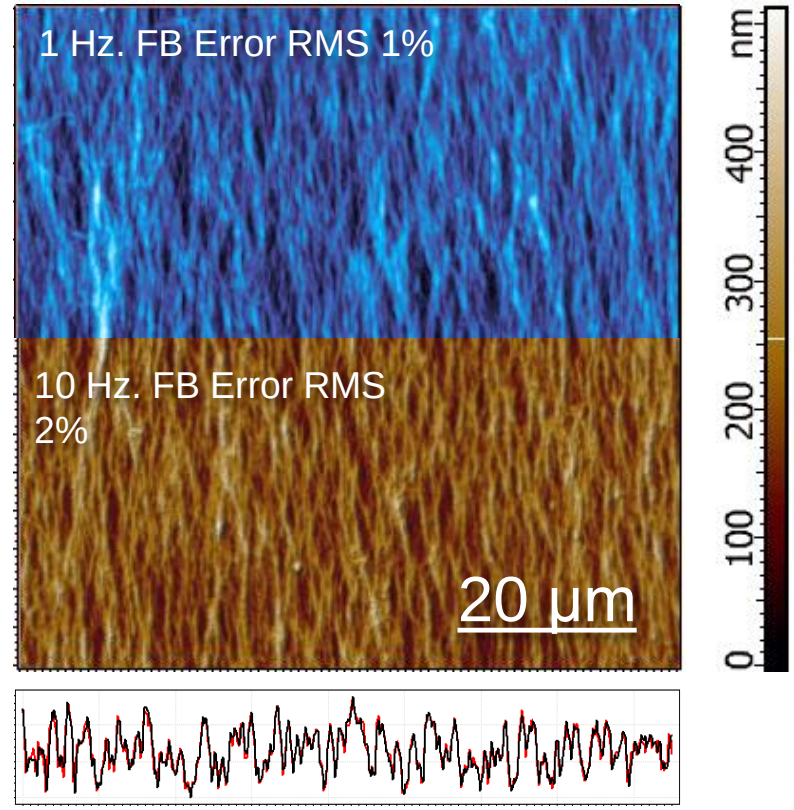
Быстрый сканер.

2018

Самый быстрый сканер.

Рабочее поле XY/Z, μm:
90×90×4 ±10%

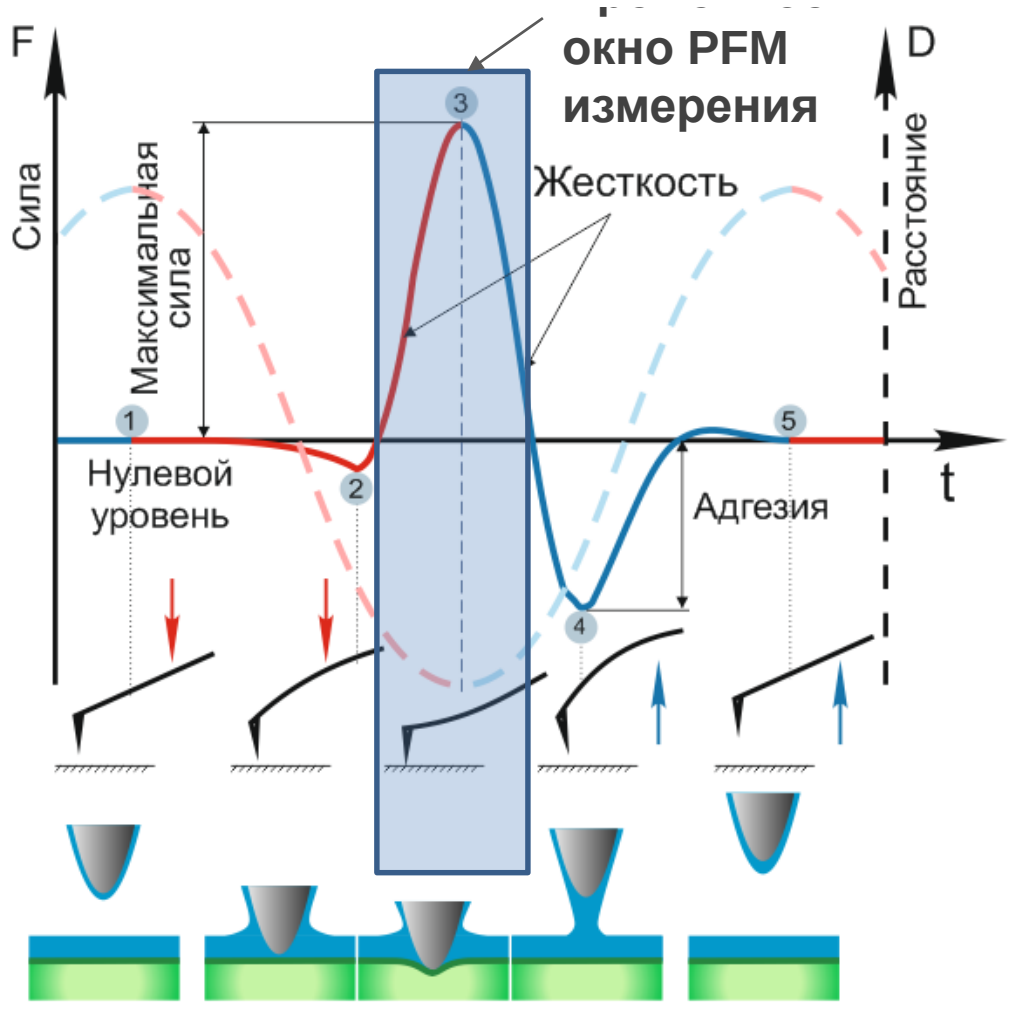
Скорость: 2 мм/сек



АСМ-изображение коллагеновых волокон.
Размер скана 90*90*0,5μм

NT-MDT
Spectrum Instruments

АТОМНО-СИЛОВАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ - HybriD Mode. HD+PFM

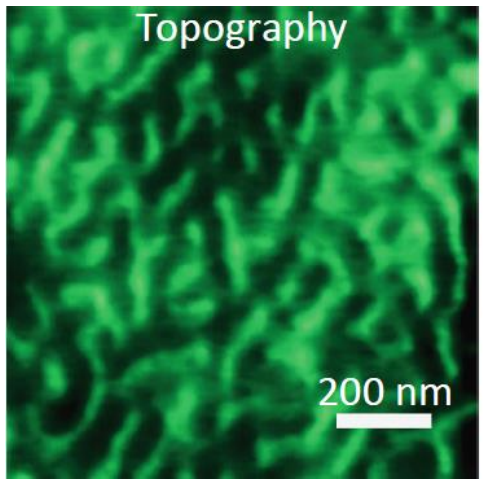


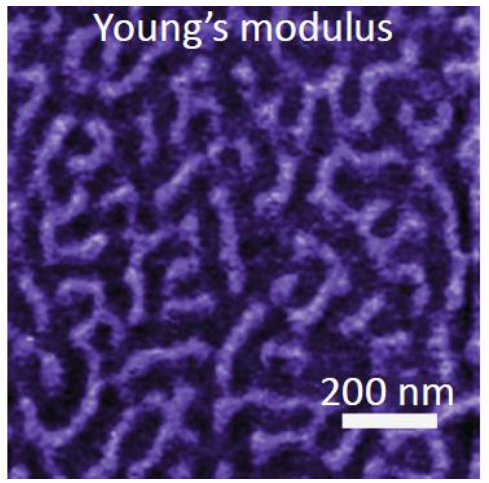
- Положение зонд-образец модулируется с частотой порядка 1 кГц
- Высокоскоростное АЦП собирает информацию об изгибе кантилевера (DFL и LF) в режиме реального времени
- На проводящее покрытие зонда постоянно подается переменное напряжение
- Определяется временное окно, в котором зонд находится в контакте с поверхностью
- В этом окне цифровые синхронные детекторы регистрируют амплитуду и фазу сигналов DFL и LF

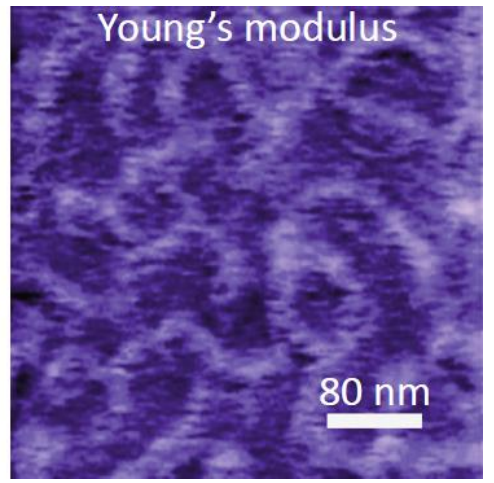
Таким образом, после измерения каждой точки, зонд отводится от поверхности, что позволяет не разрушать исследуемый образец и проводить PFM измерения мягких и плохозакрепленных образцов.

HybriD Mode. Механические свойства поверхности

Ultimate spatial resolution

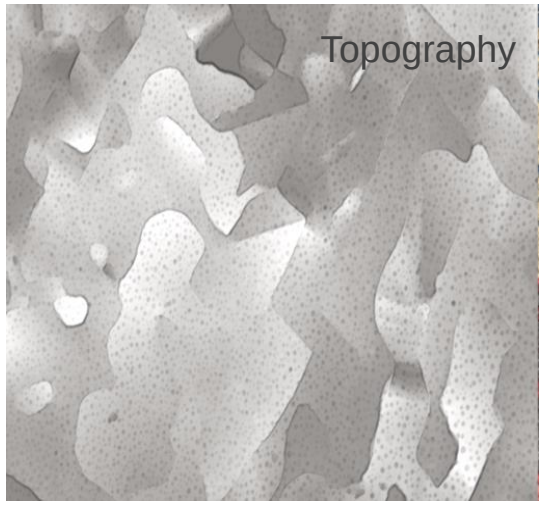


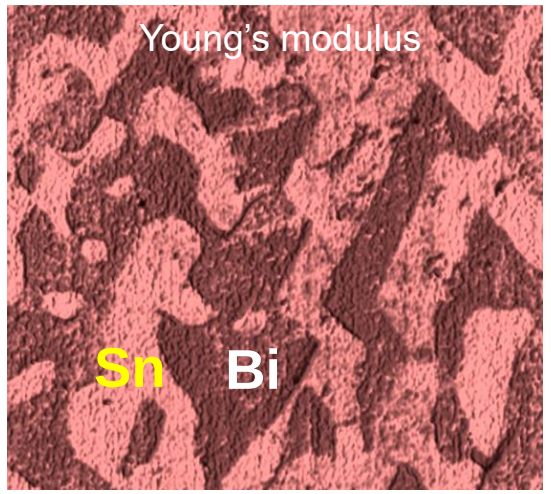


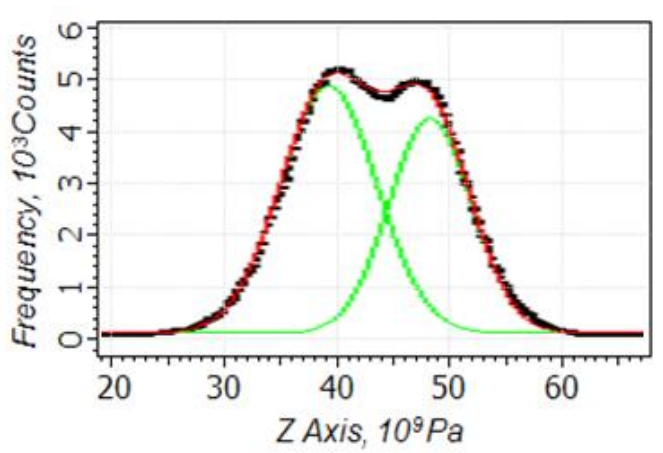


HD QNM study of PS-b-PMMA. Right image demonstrates around 10 nm spatial resolution.

Braking the force limit







Young's Modulus:
Si: 70 GPa
Tin: 50 GPa
Bismuth: 32 GPa

HD QNM study of Tin-Bismuth alloy . Scan size: 10×10 µm.

Исследовались стекла, «склеенные» слоем тушей (Гамма-1,2 , Кох и Нор, сажи), для подбора оптимального вещества для связанной деформации в процессе термопластики

Туши:

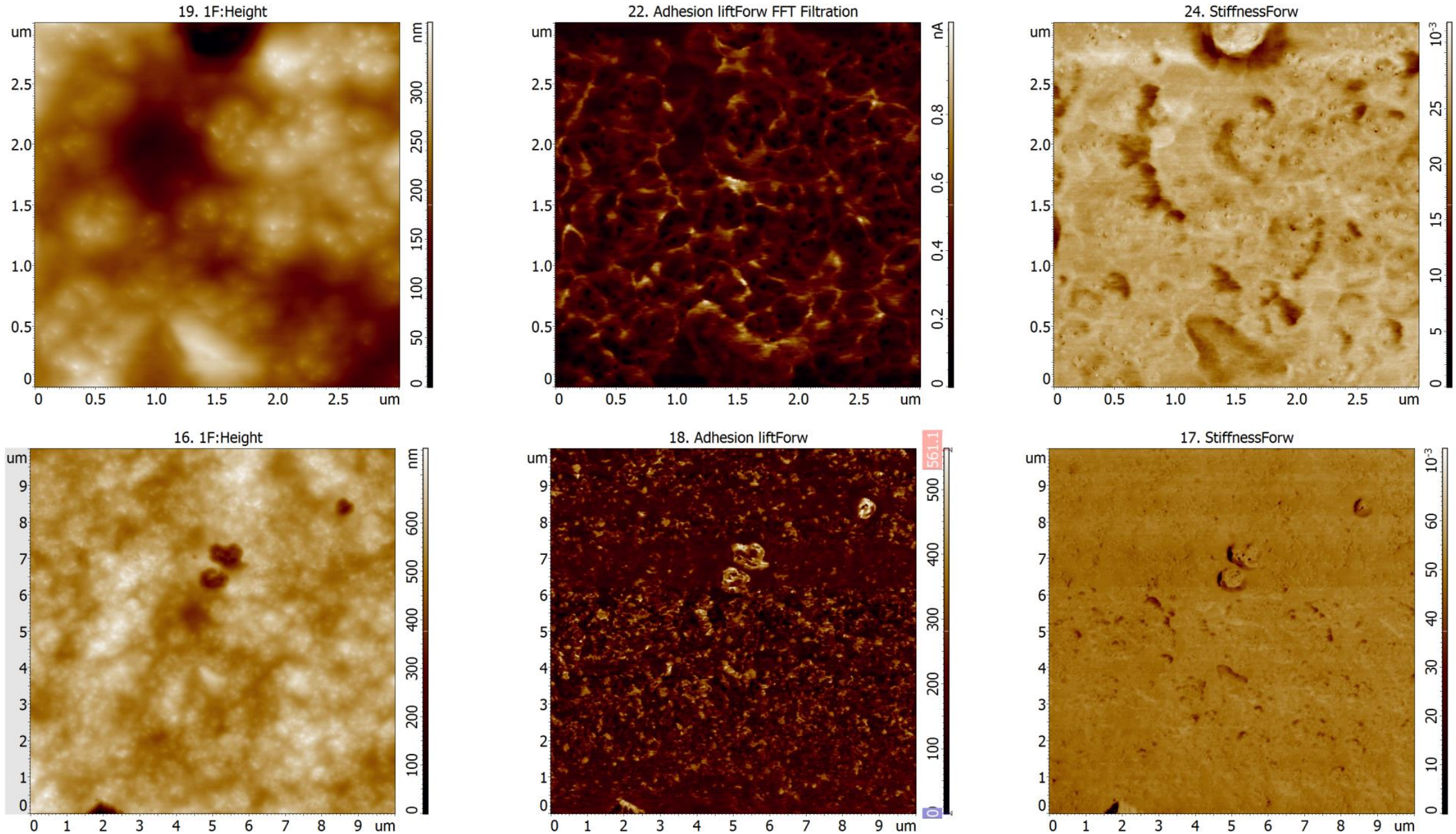
Гамма 1а, Гамма 1б

Koh-I-Noor 2а, Koh-I-Noor 2б

Сажа 1г, Сажа 2г

Образец Гамма-1а

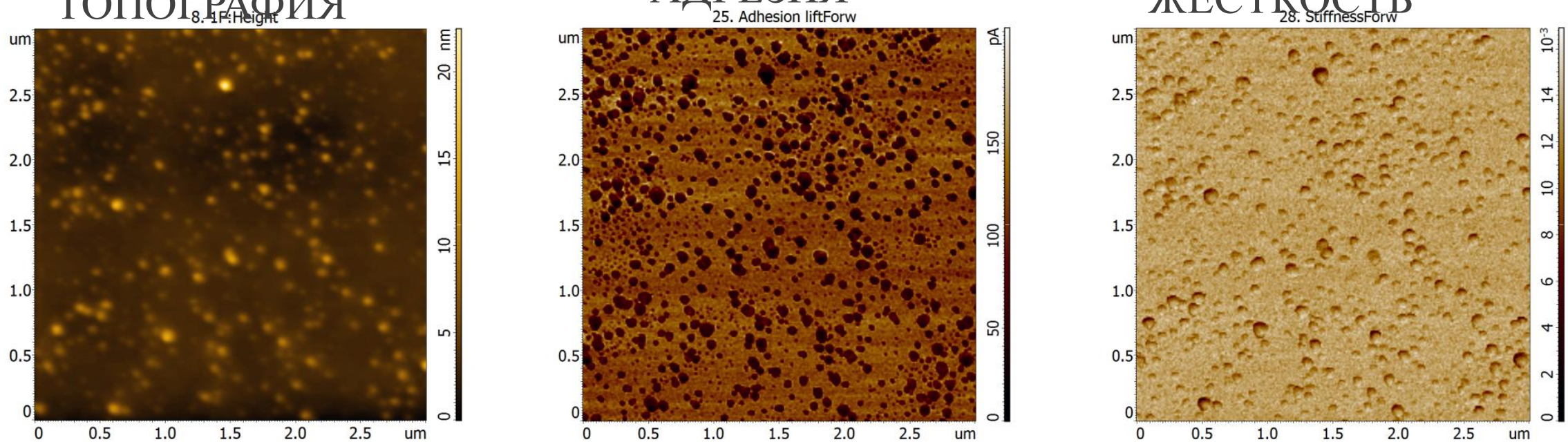
ТОПОГРАФИЯ | АДГЕЗИЯ | ЖЕСТКОСТЬ

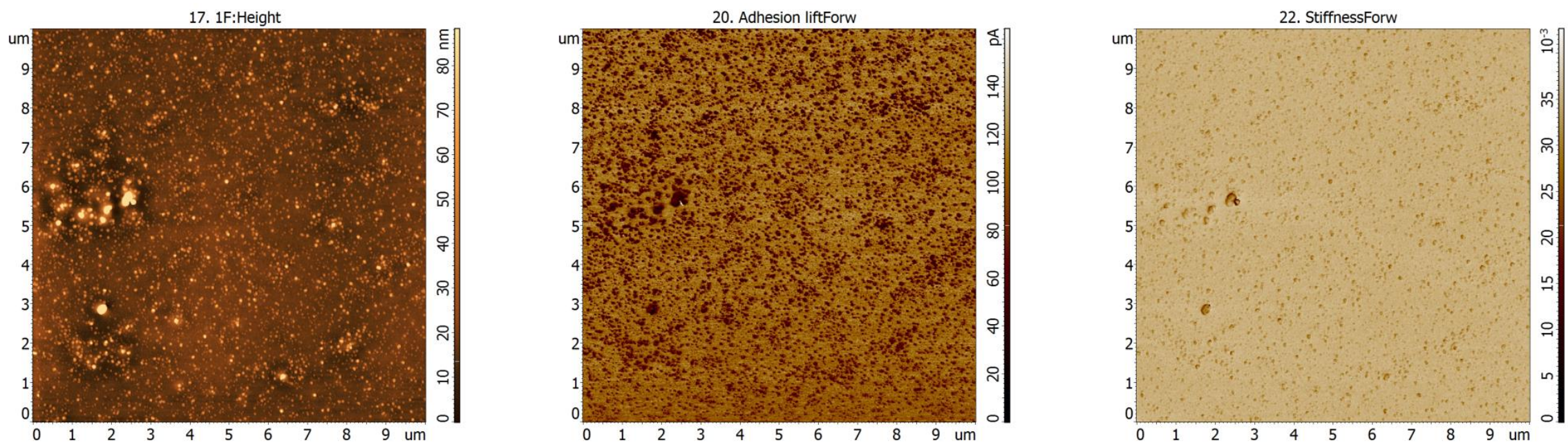


Изображения рельефа (слева) и карт распределения сил адгезии (в центре) и поверхностной жесткости (справа). Размер изображений: 3х3мкм –верхний ряд, 10х10 мкм –нижний. Силы адгезии и жесткость поверхности даны в произвольных единицах

Образец Гамма-1б

ТОПОГРАФИЯ | АДГЕЗИЯ | ЖЕСТКОСТЬ

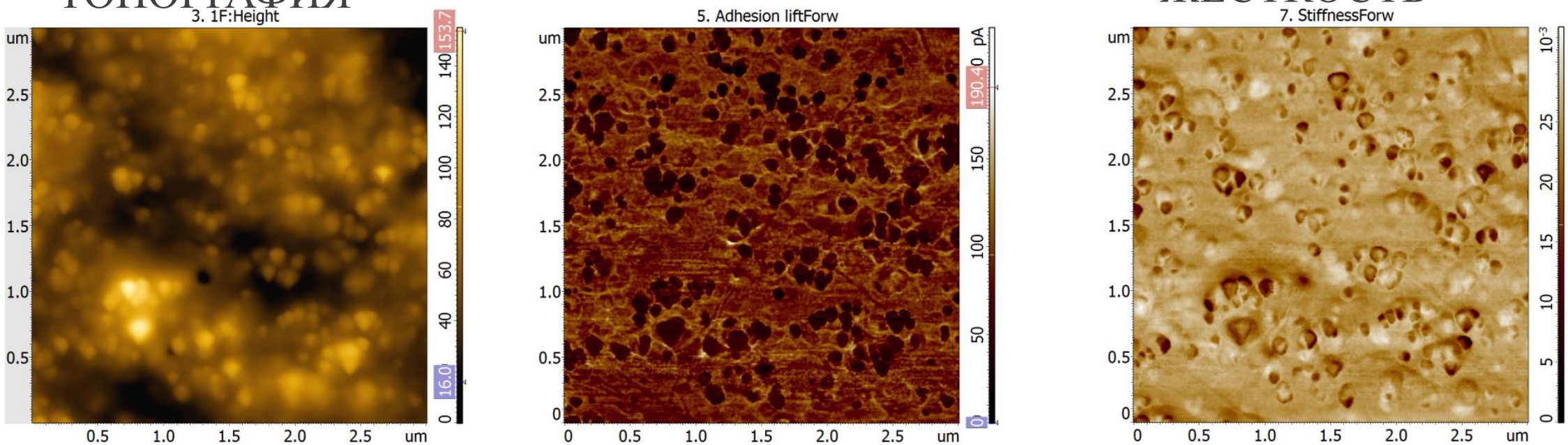


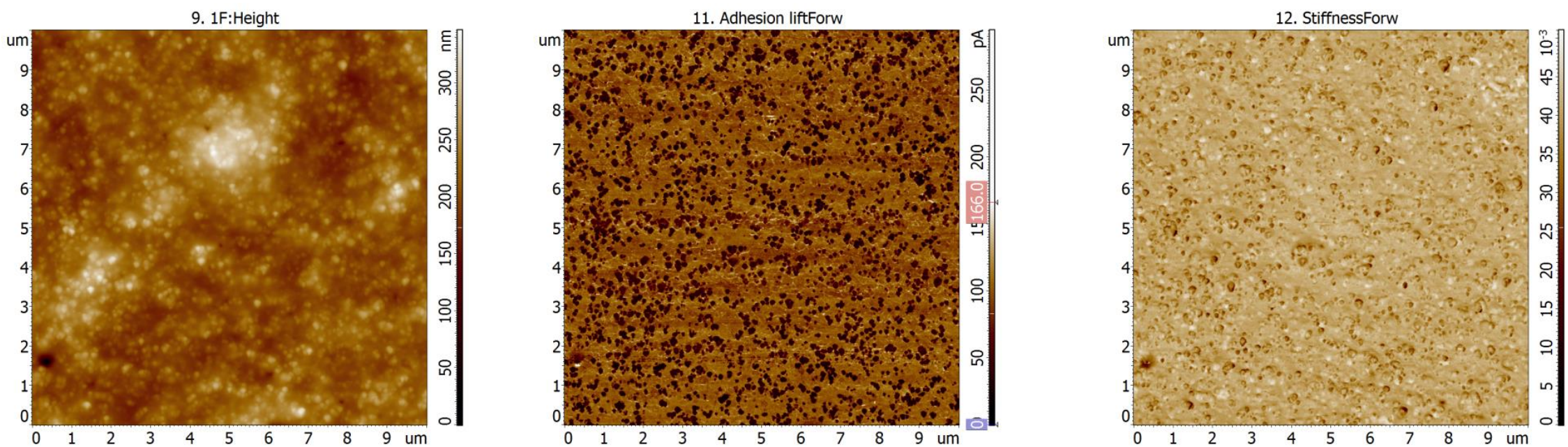


Изображения рельефа (слева) и карт распределения сил адгезии (в центре) и поверхностной жесткости (справа). Размер изображений: 3х3мкм –верхний ряд, 10х10 мкм –нижний. Силы адгезии и жесткость поверхности даны в произвольных едиицах

Образец Koh-I-Noor-2a

ТОПОГРАФИЯ | АДГЕЗИЯ | ЖЕСТКОСТЬ

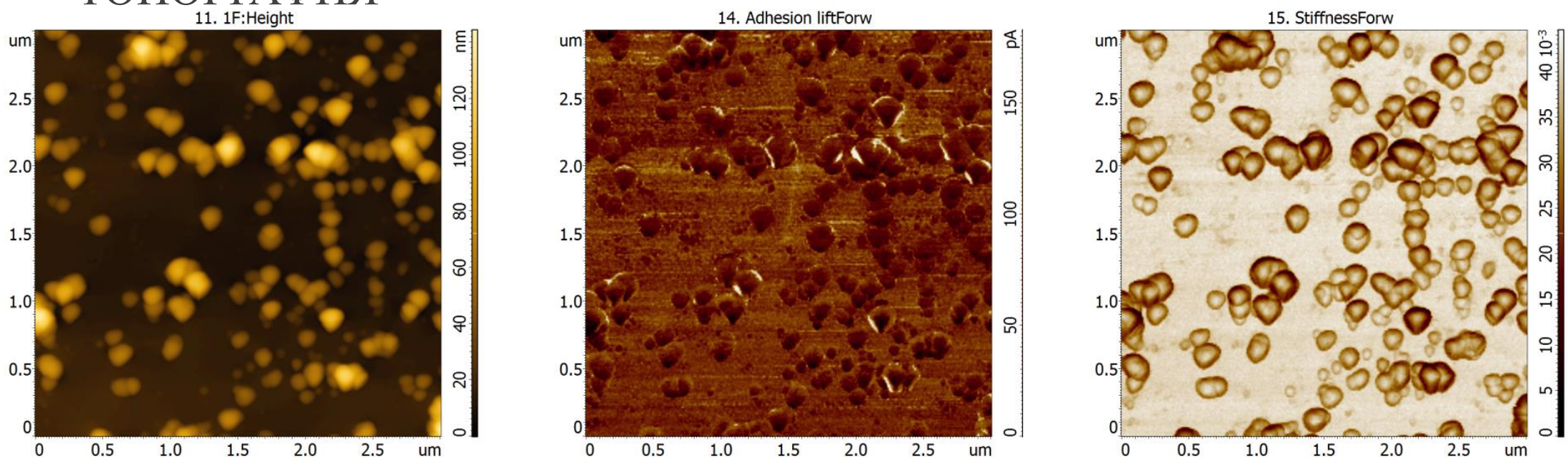


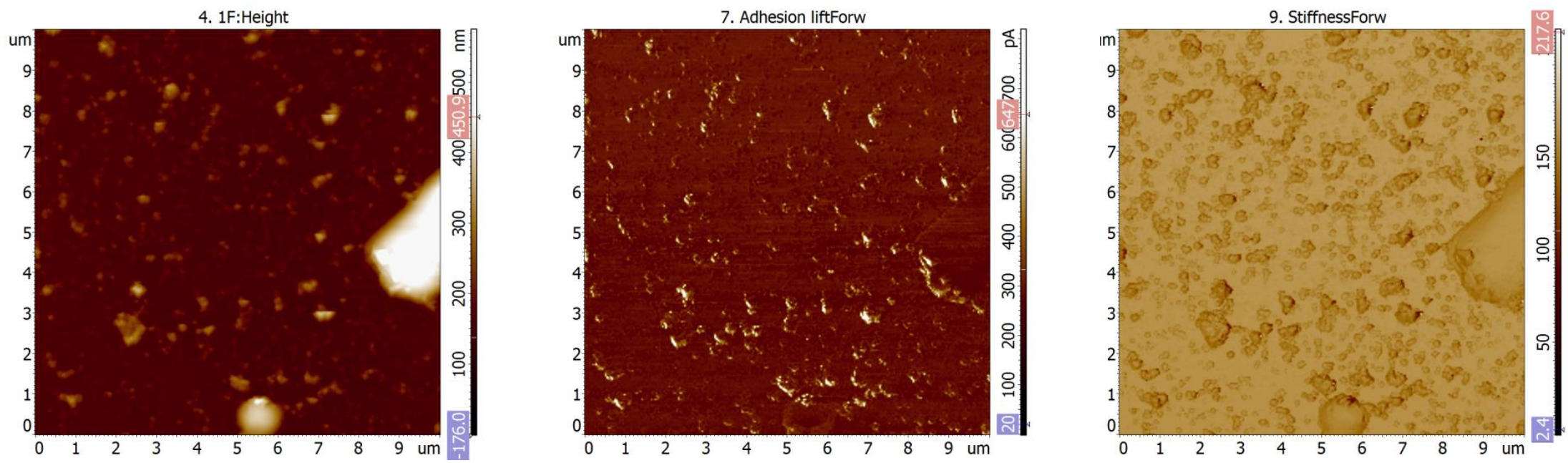


Изображения рельефа (слева) и карт распределения сил адгезии (в центре) и поверхностной жесткости (справа). Размер изображений: 3х3мкм –верхний ряд, 10х10 мкм –нижний. Силы адгезии и жесткость поверхности даны в произвольных едиицах

Образец Koh-I-Noor-2б

ТОПОГРАФИЯ | АДГЕЗИЯ | ЖЕСТКОСТЬ

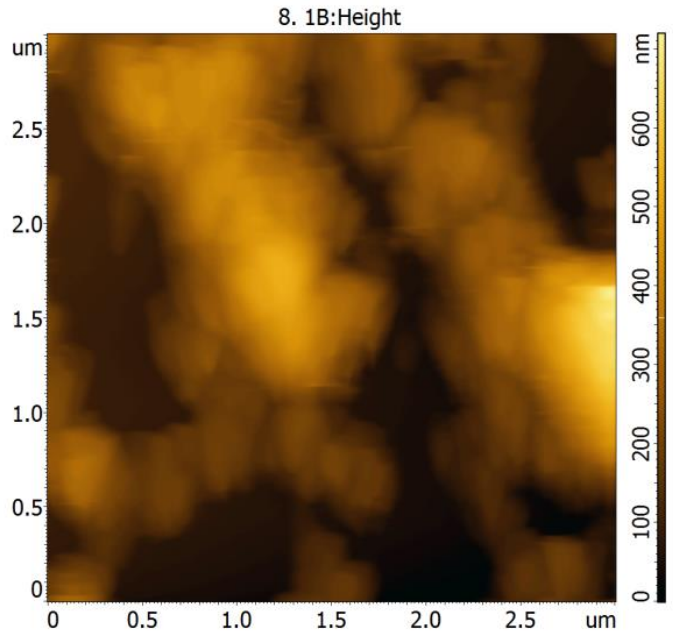


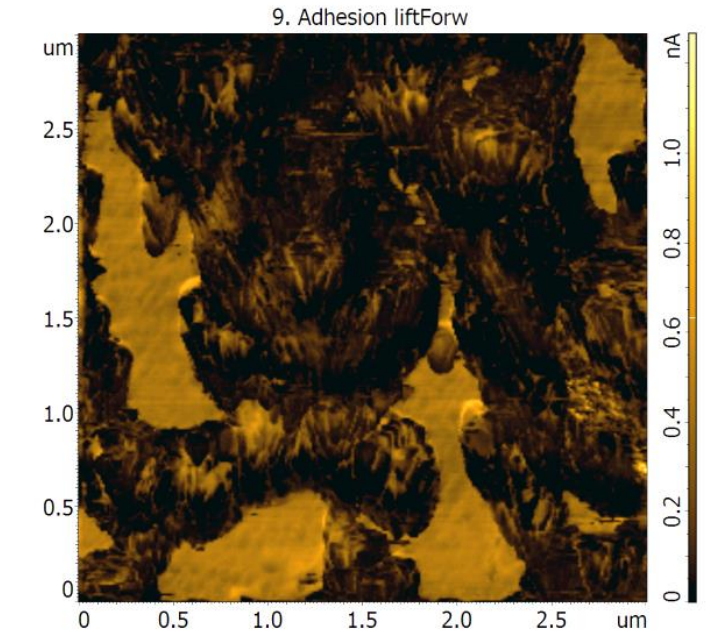


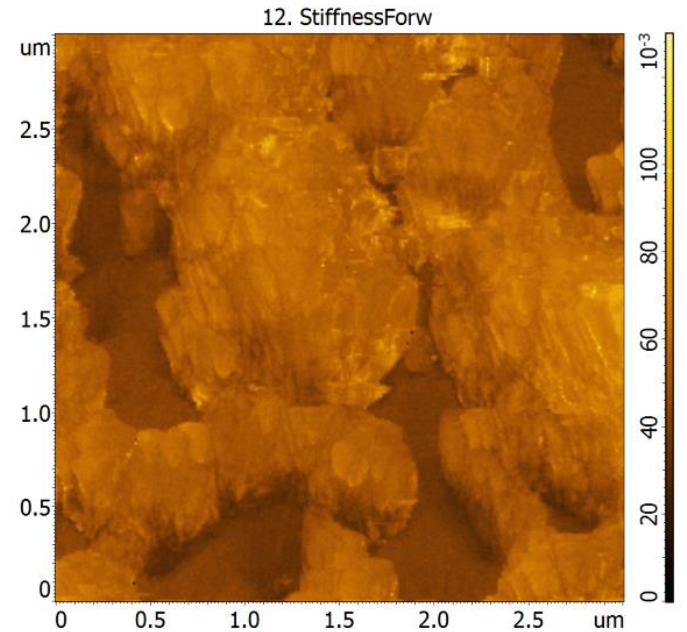
Изображения рельефа (слева) и карт распределения сил адгезии (в центре) и поверхностной жесткости (справа). Размер изображений: 3х3мкм –верхний ряд, 10х10 мкм –нижний. Силы адгезии и жесткость поверхности даны в произвольных единицах

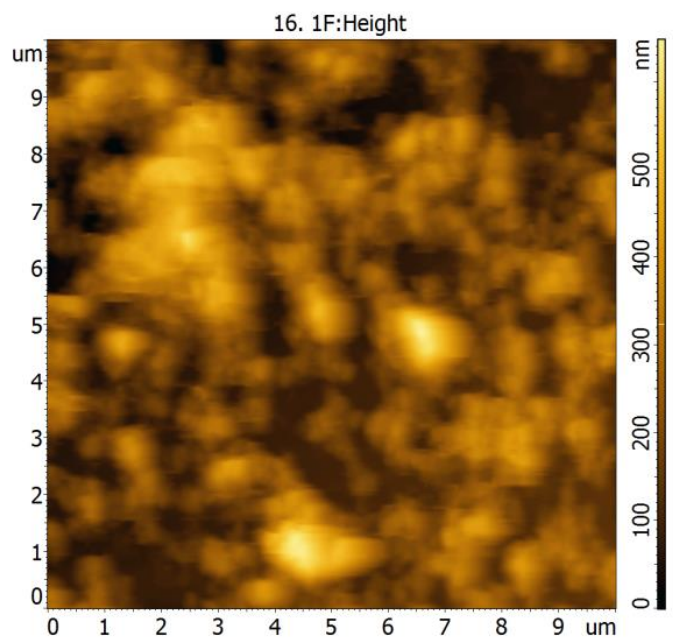
Образец Сажа-1г

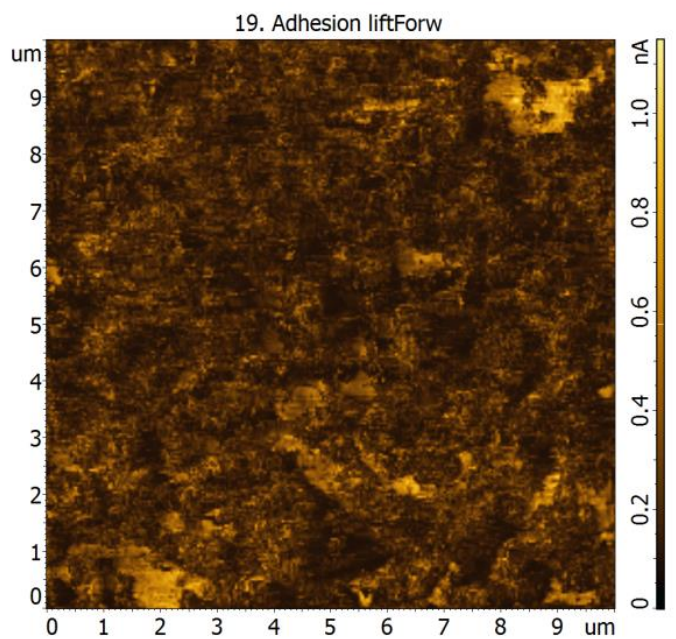
ТОПОГРАФИЯ | АДГЕЗИЯ | ЖЕСТКОСТЬ

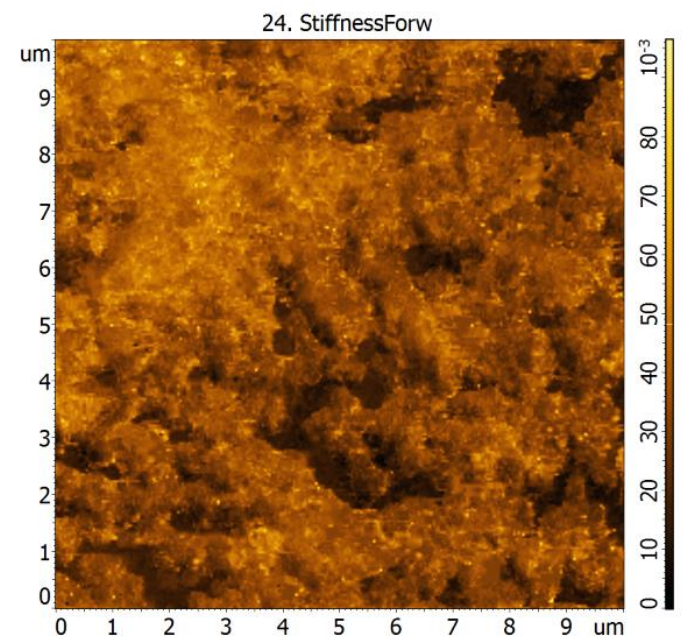








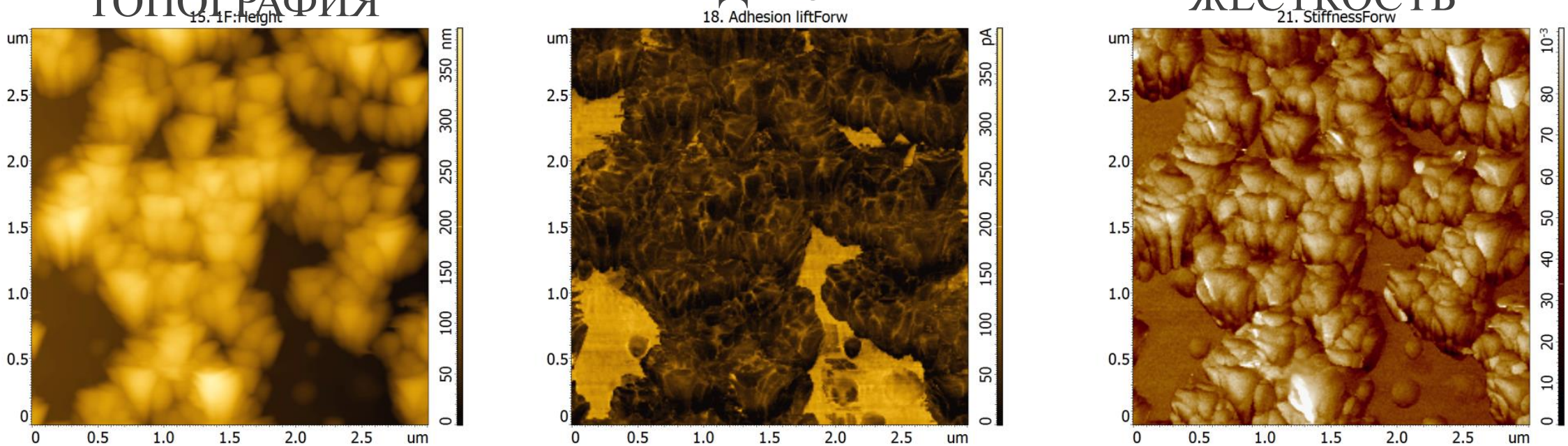


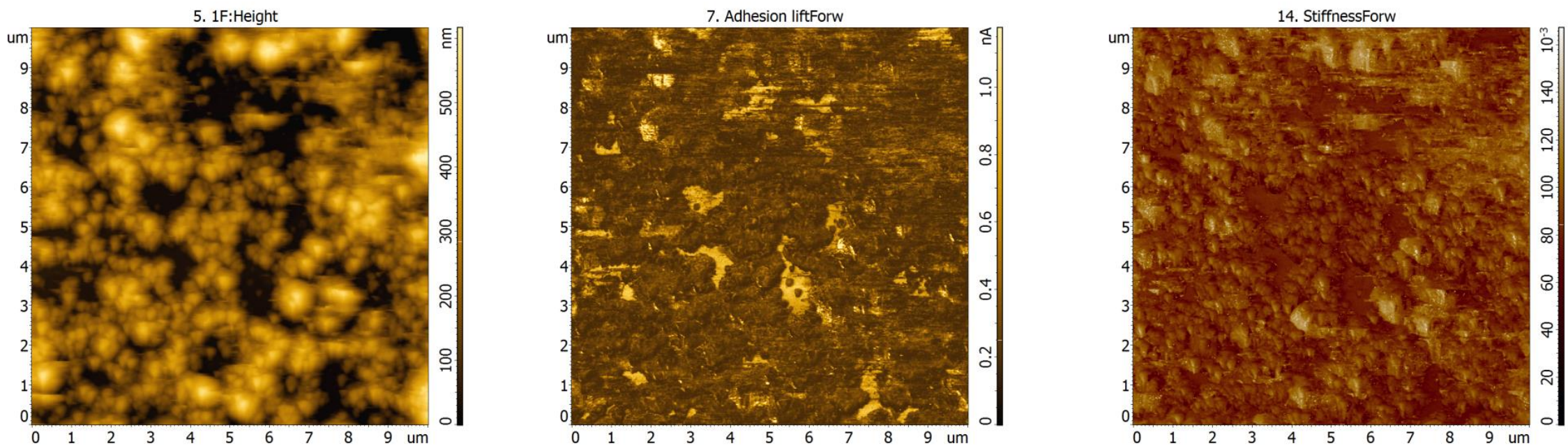


Изображения рельефа (слева) и карт распределения сил адгезии (в центре) и поверхностной жесткости (справа). Размер изображений: 3х3мкм –верхний ряд, 10х10 мкм –нижний. Силы адгезии и жесткость поверхности даны в произвольных едиицах

Образец Сажа-2г

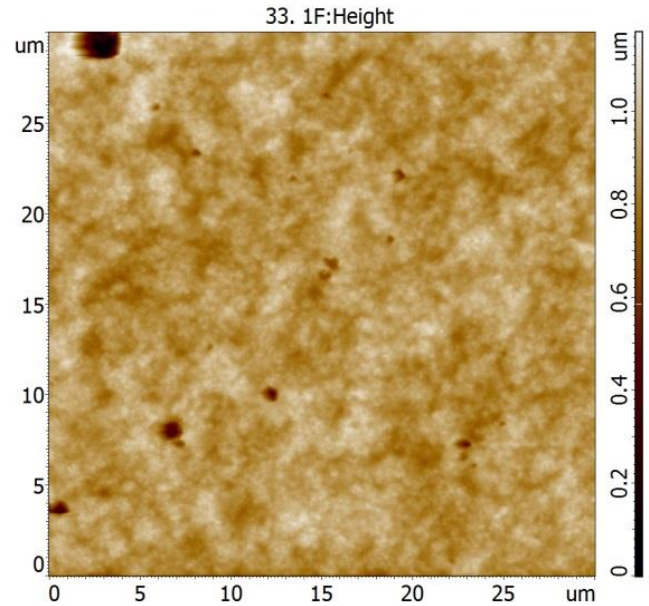
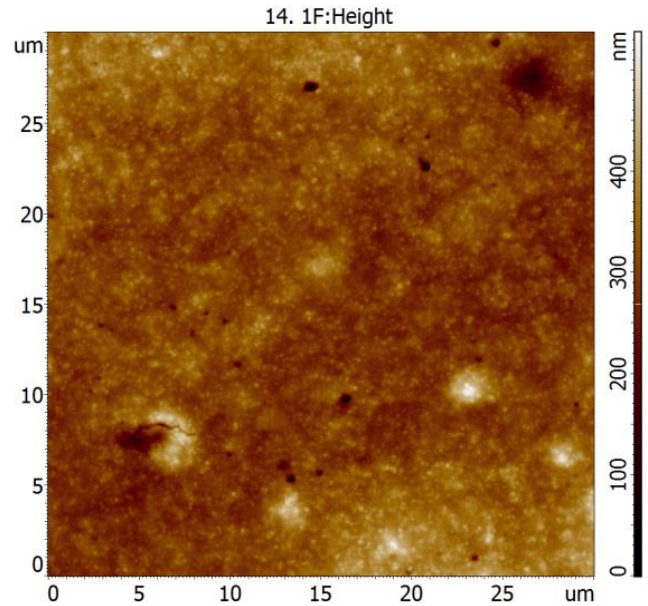
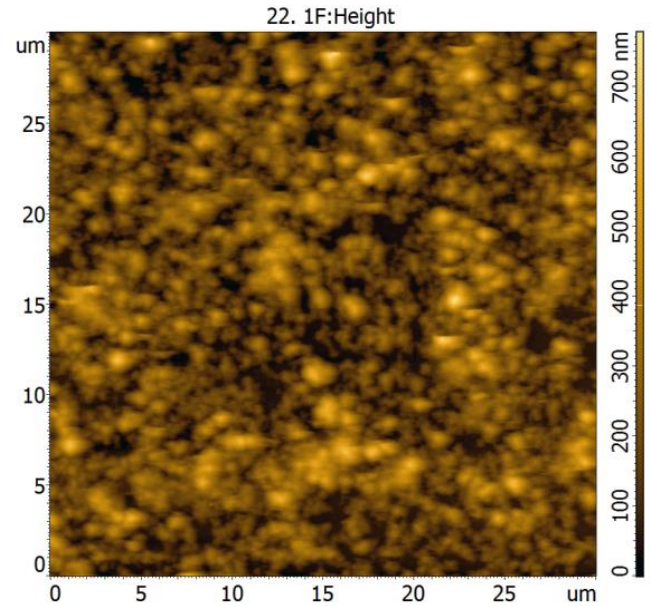
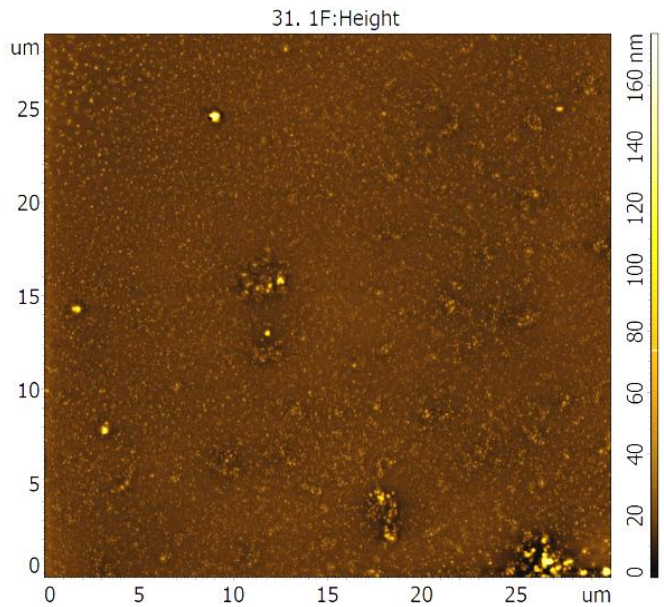
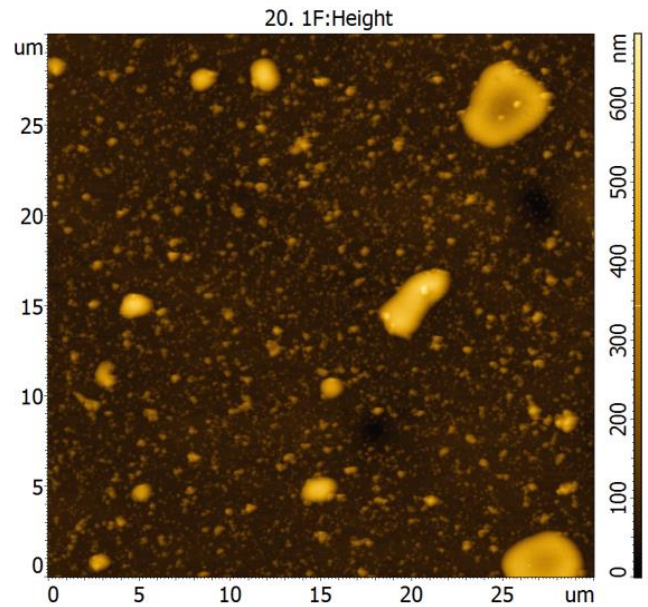
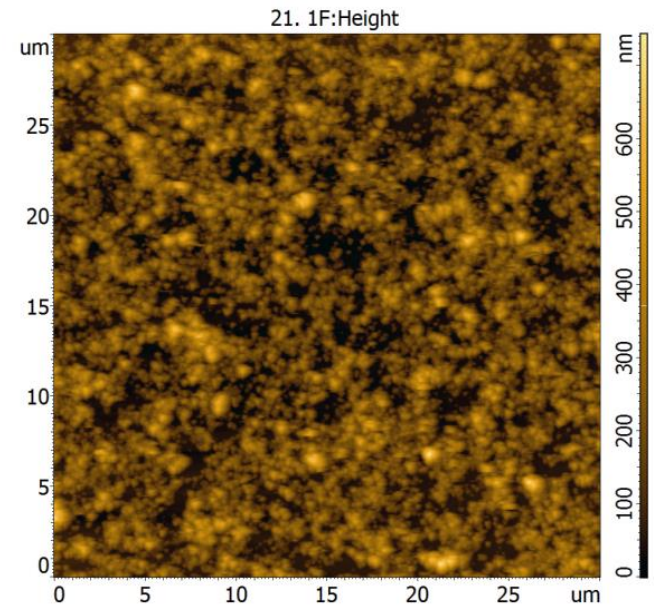
ТОПОГРАФИЯ | АДГЕЗИЯ | ЖЕСТКОСТЬ





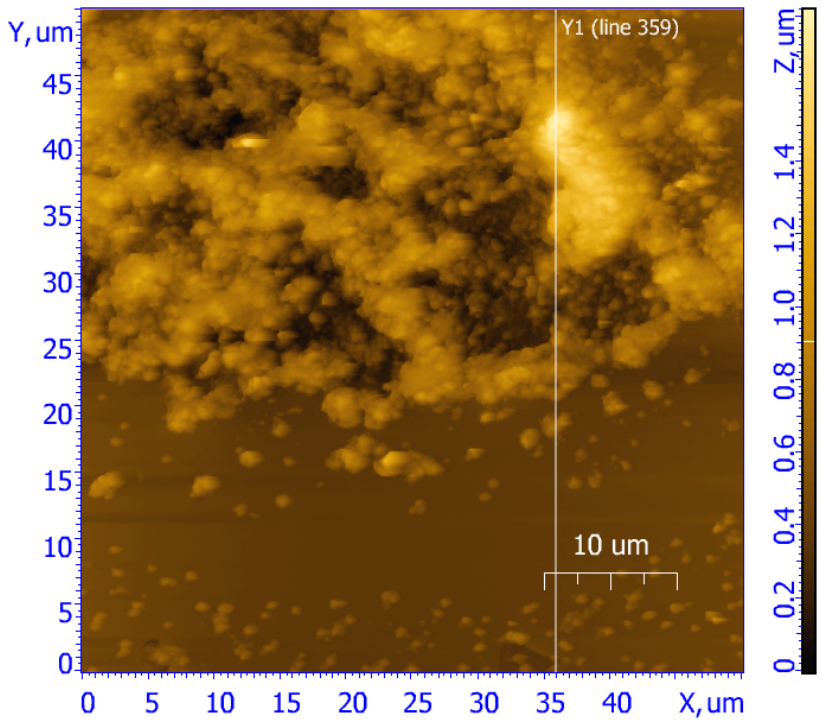
Изображения рельефа (слева) и карт распределения сил адгезии (в центре) и поверхностной жесткости (справа). Размер изображений: 3х3мкм –верхний ряд, 10х10 мкм –нижний. Силы адгезии и жесткость поверхности даны в произвольных едиицах

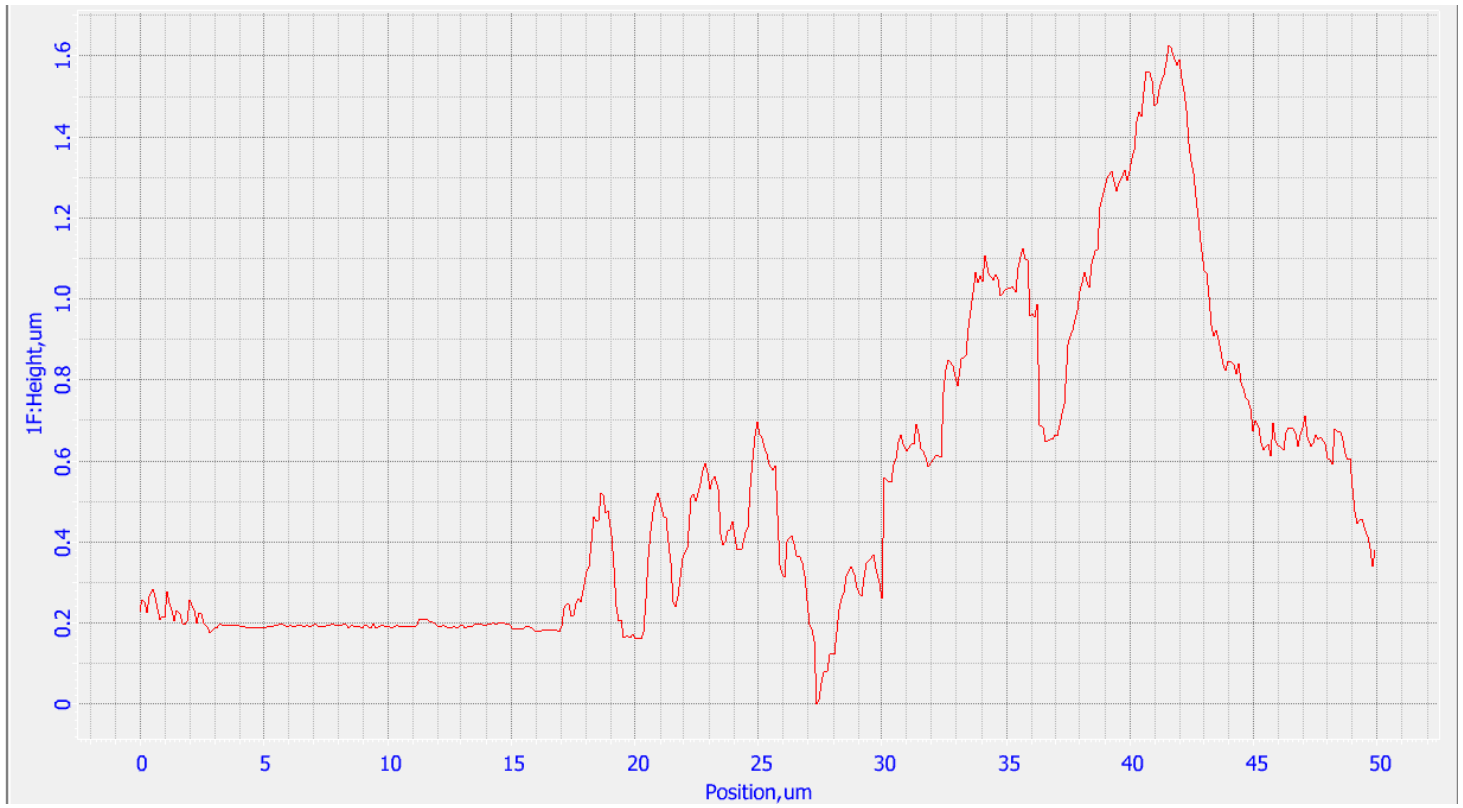
Сопоставление рельефа до и после термообработки образцов

	Гамма	Koh-I-Noor	Сажа
Рельеф до термообра ботки			
Рельеф после термообра ботки			

Вверху-рельеф до термообработки, внизу-после термообработки

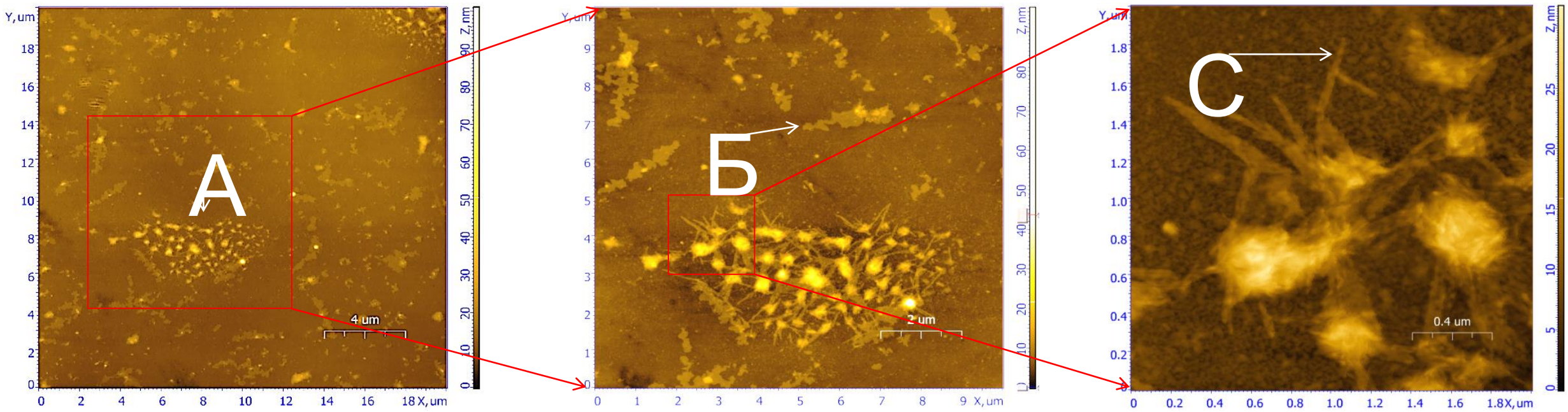
Образец 1.2: Гамма, край стекла, область В -крупная частица



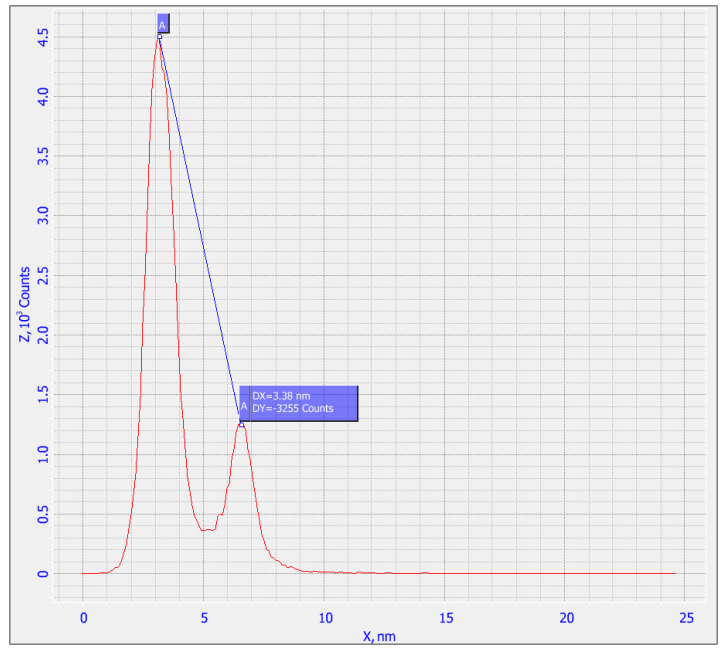


Профиль частицы вдоль линии на изображении рельефа. Глубина каверны 200 нм, ширина ~50 мкм, высота агломерата частиц 1.4 мкм

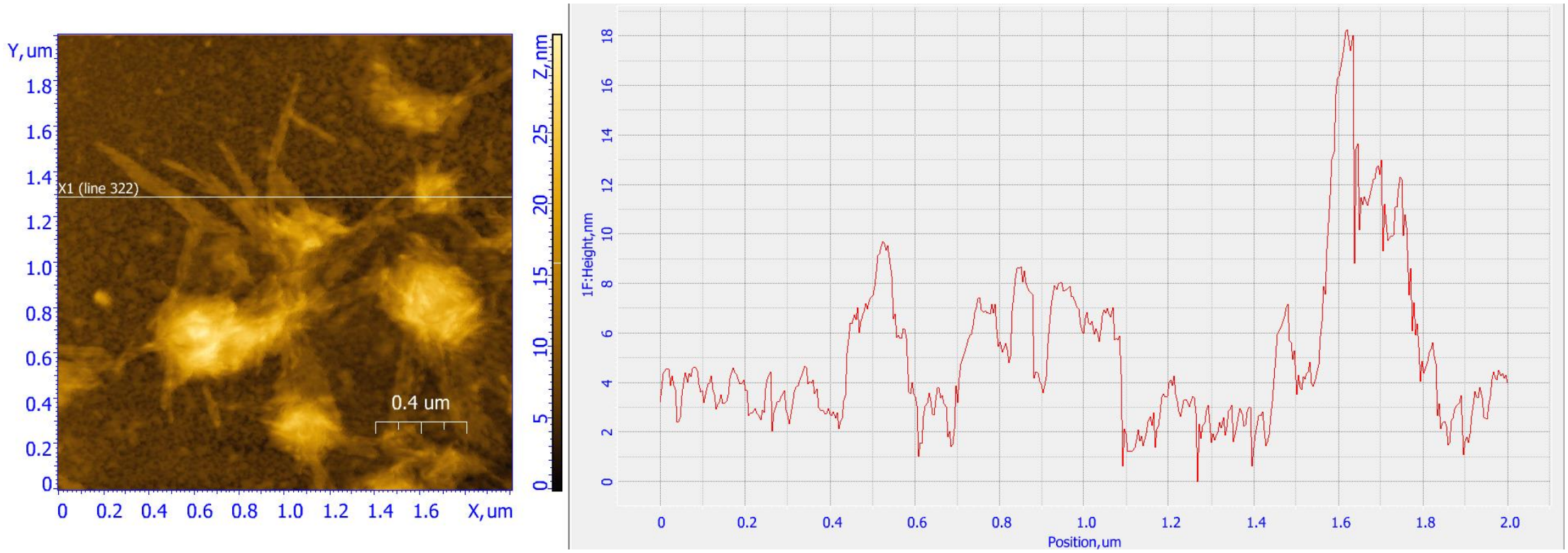
Тушь Koh-I-Noor



Изображения рельефа частицы и области вокруг нее с последовательным увеличением. Рельеф сформирован двумя типами агрегатов А и Б, состоящих из мелких палочкообразных пластинчатых частиц. Агрегаты типа А представляют собой округлые частицы, которые группируются в большой агрегат размером до 6 мкм. Агрегаты типа Б имеют пластинчатый вид с
с характерной толщиной 3,4 нм. На изображении крайнем справа видно, что округлые и пластинчатые частицы состоят, по-видимому, из одних и тех же частиц С. Справа внизу – распределение высот участка с пластинчатыми частицами, которое показывает, что частицы имеют одинаковую среднюю высоту 3,4 нм.

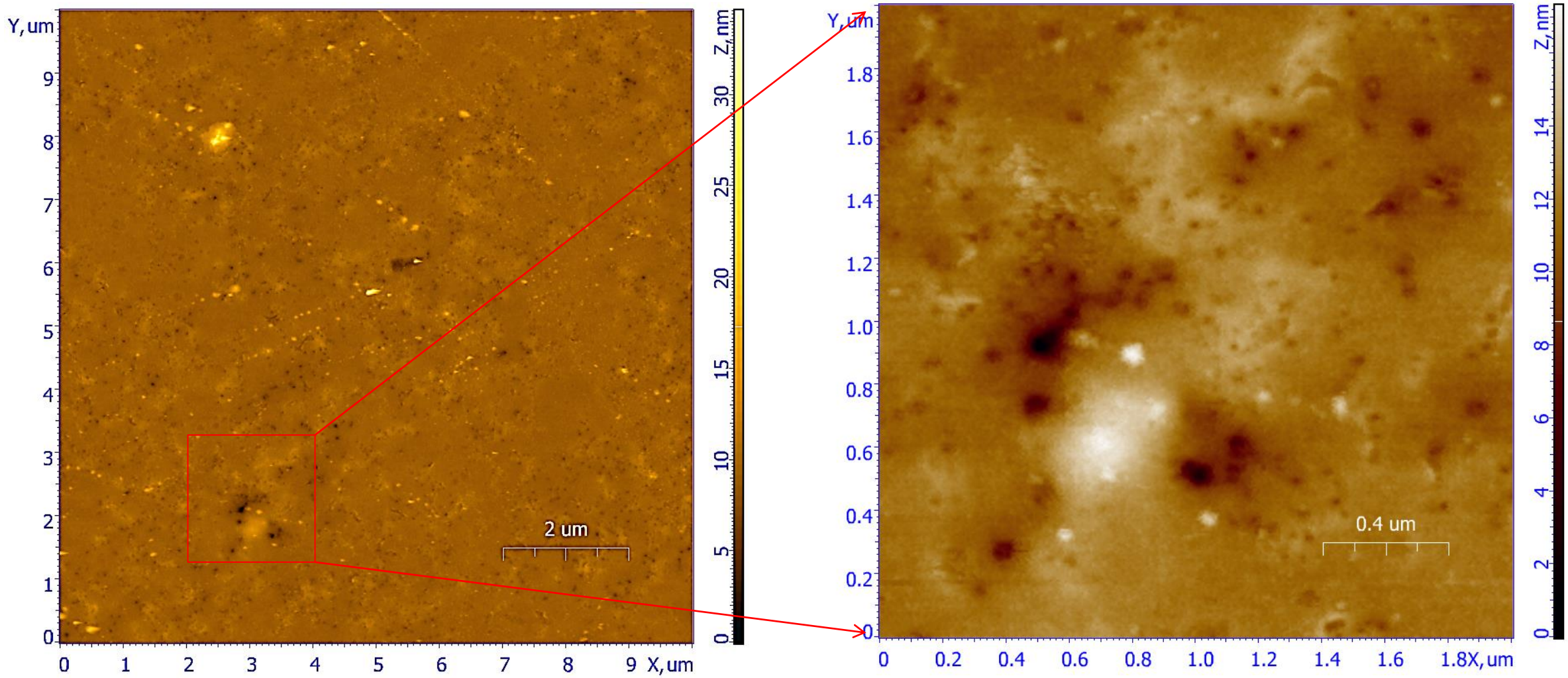


Тушь Koh-I-Noor



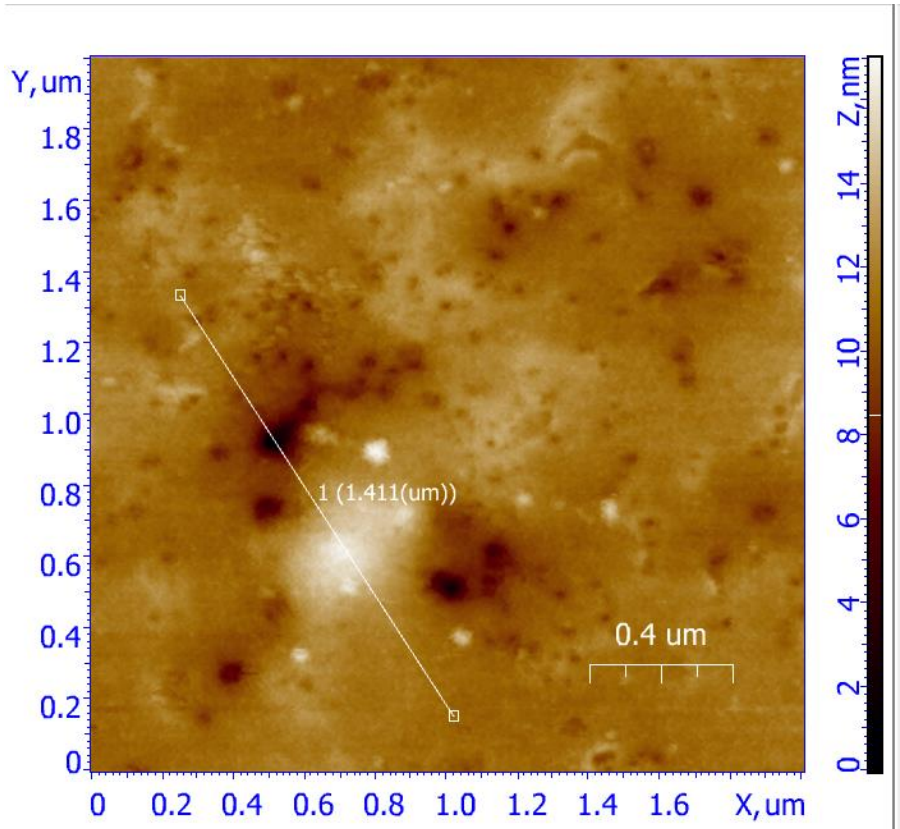
Профиль частицы вдоль линии на изображении рельефа.

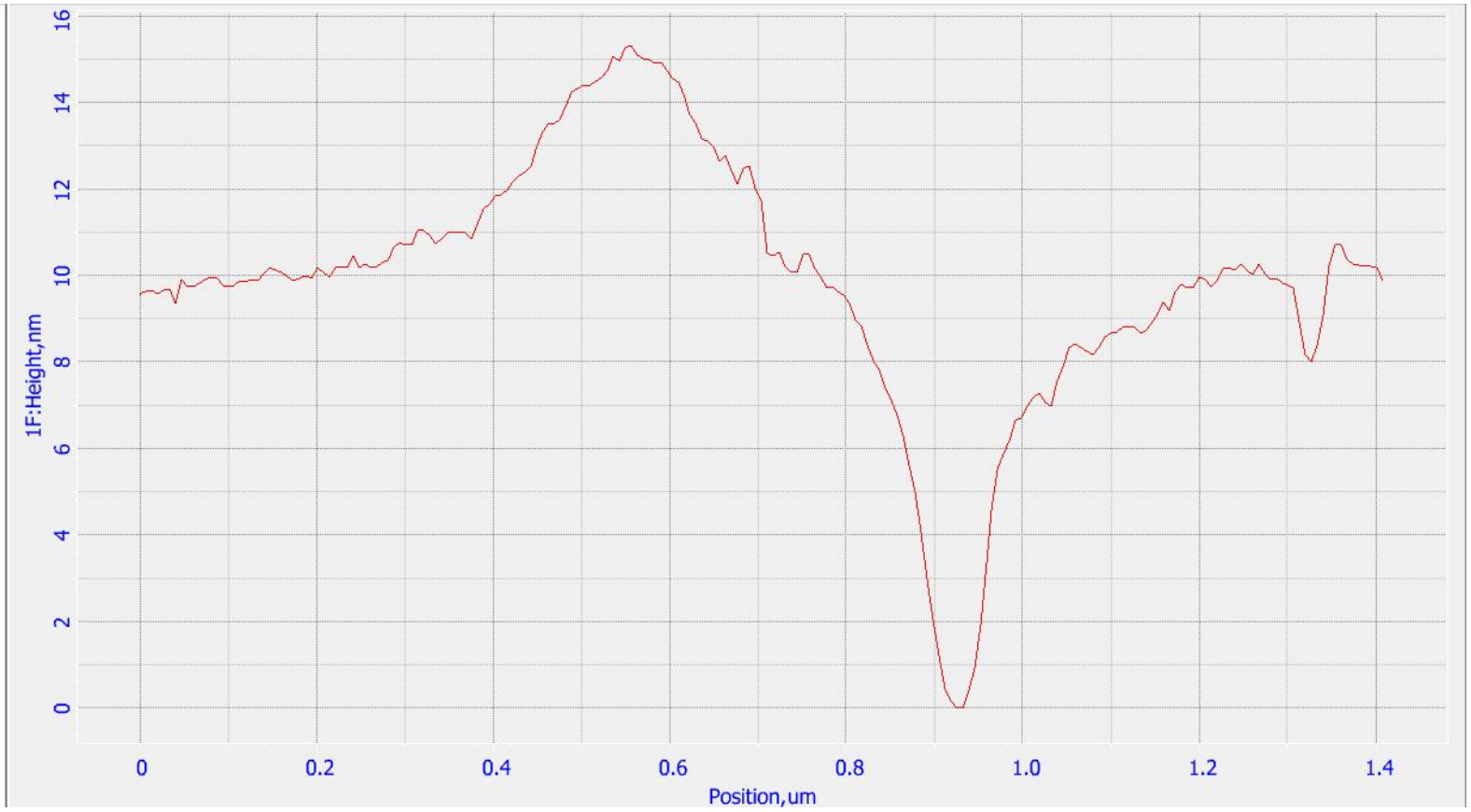
Образец 3: Сажа



Рельеф поверхности образца 3. Образец не имеет видимых в оптический микроскоп дефектов . Это подтверждается и АФМ сканированием. Поверхность покрыта мелкими углублениями и частицами, глубина и высота которых лежит в пределах 5-20 нм.

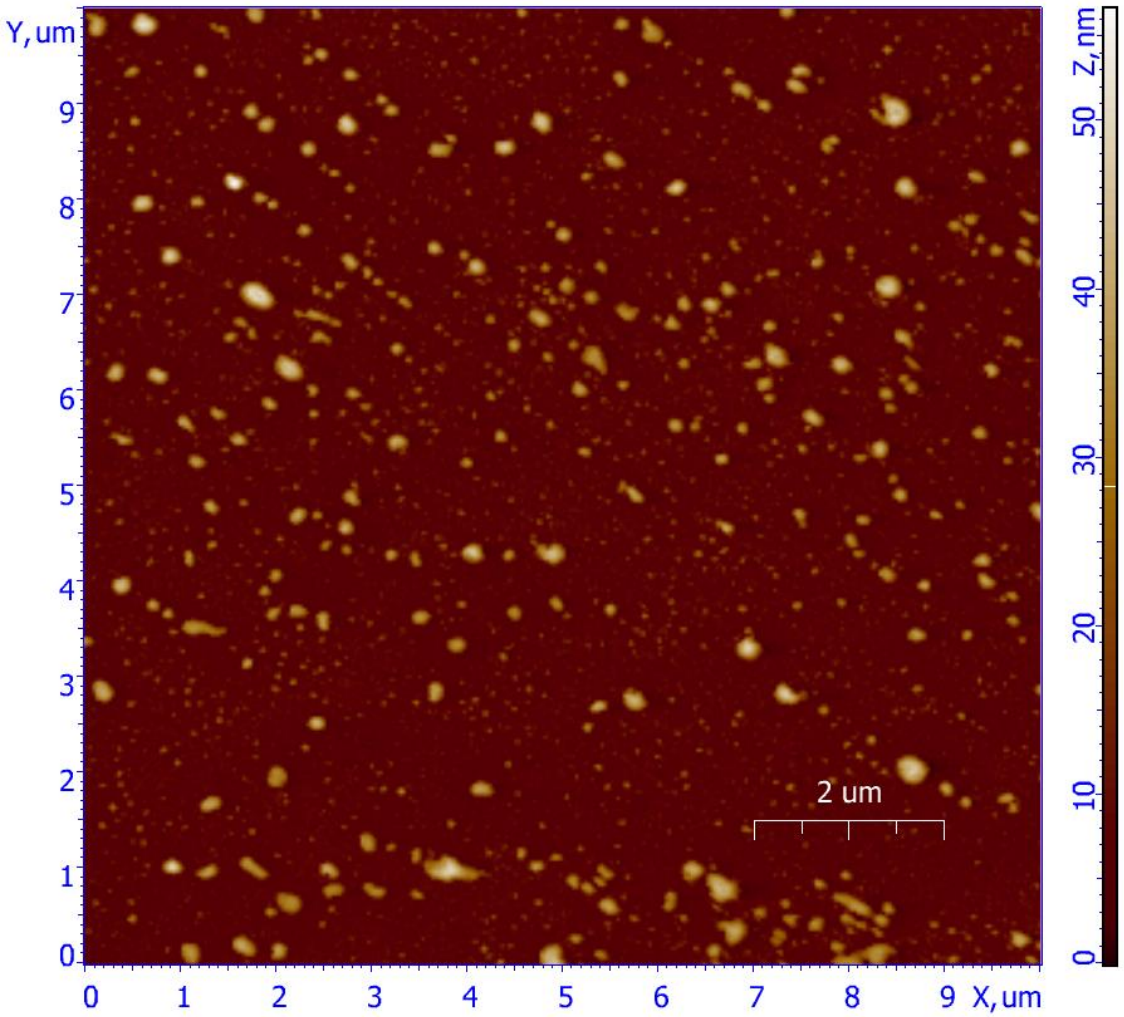
Образец 3: Сажа

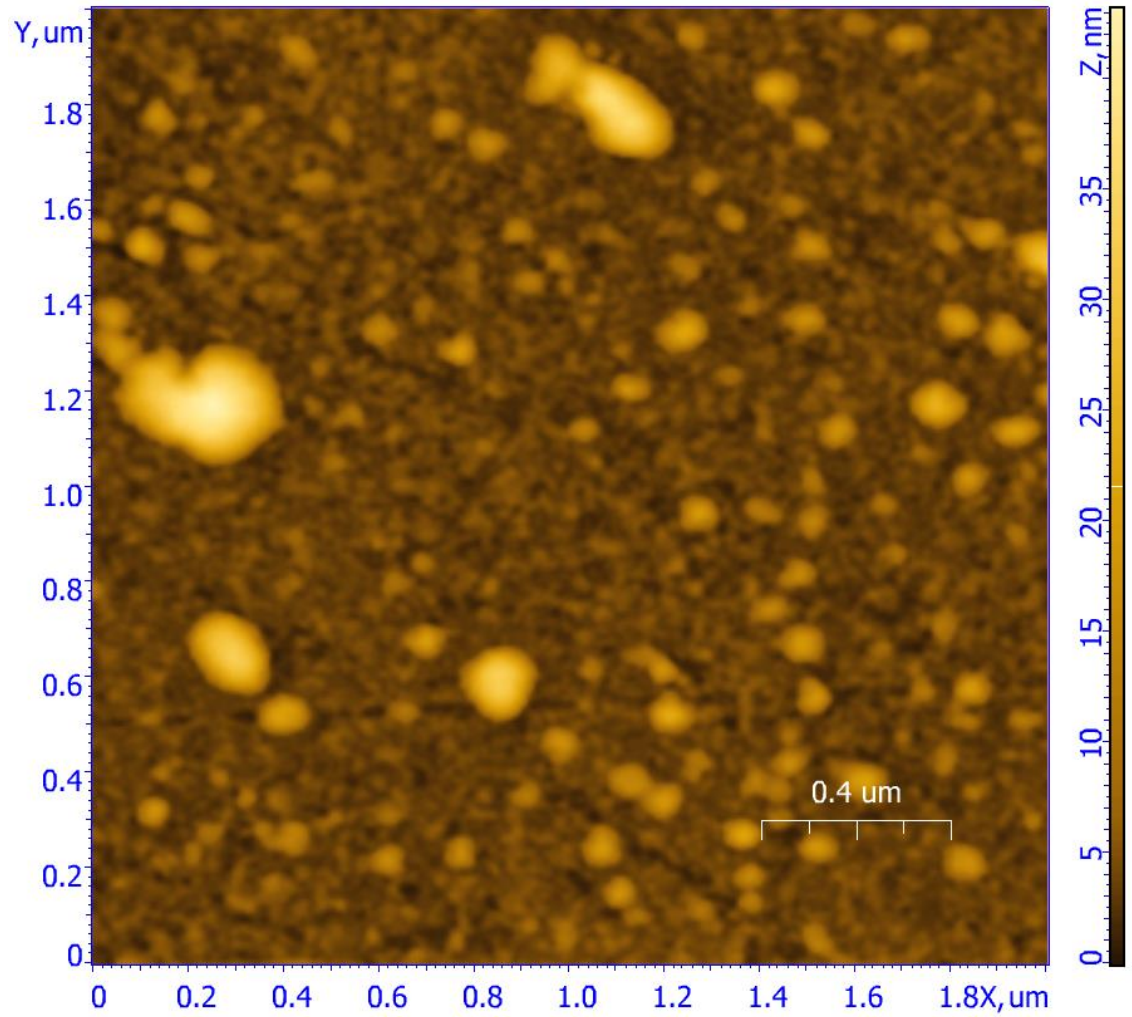




Профиль возвышения и углубления в поверхности вдоль линии на изображении рельефа. Глубина вмятины 10 нм, высота возвышения 6 нм.

Обратная сторона стекла



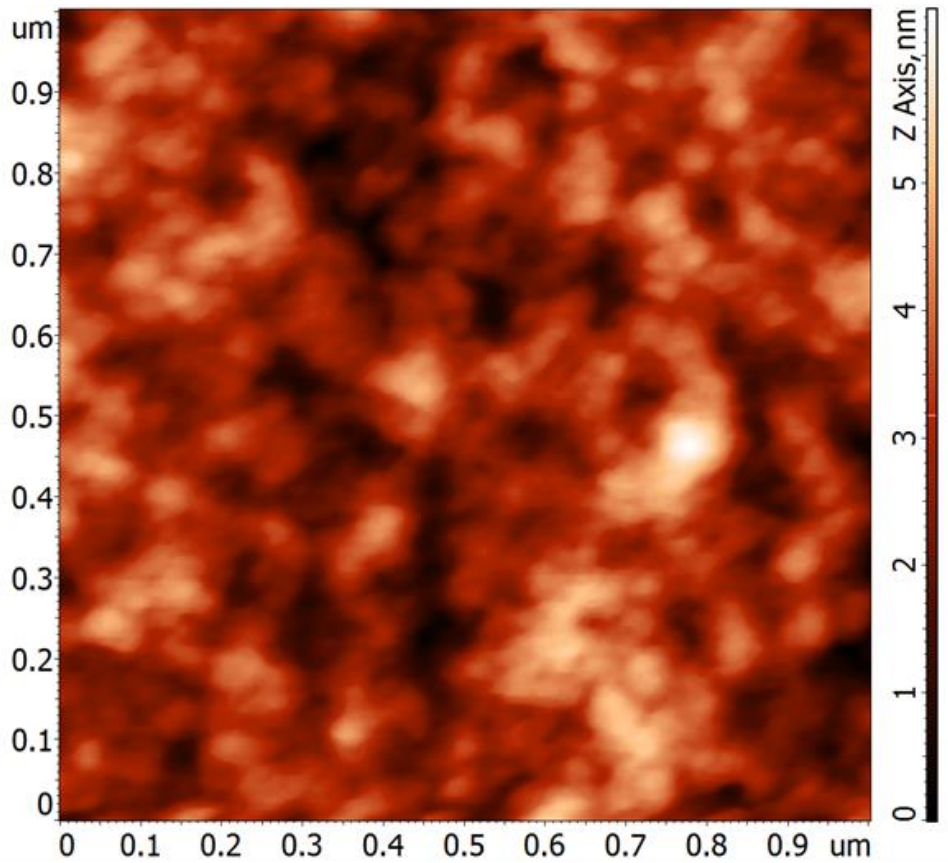


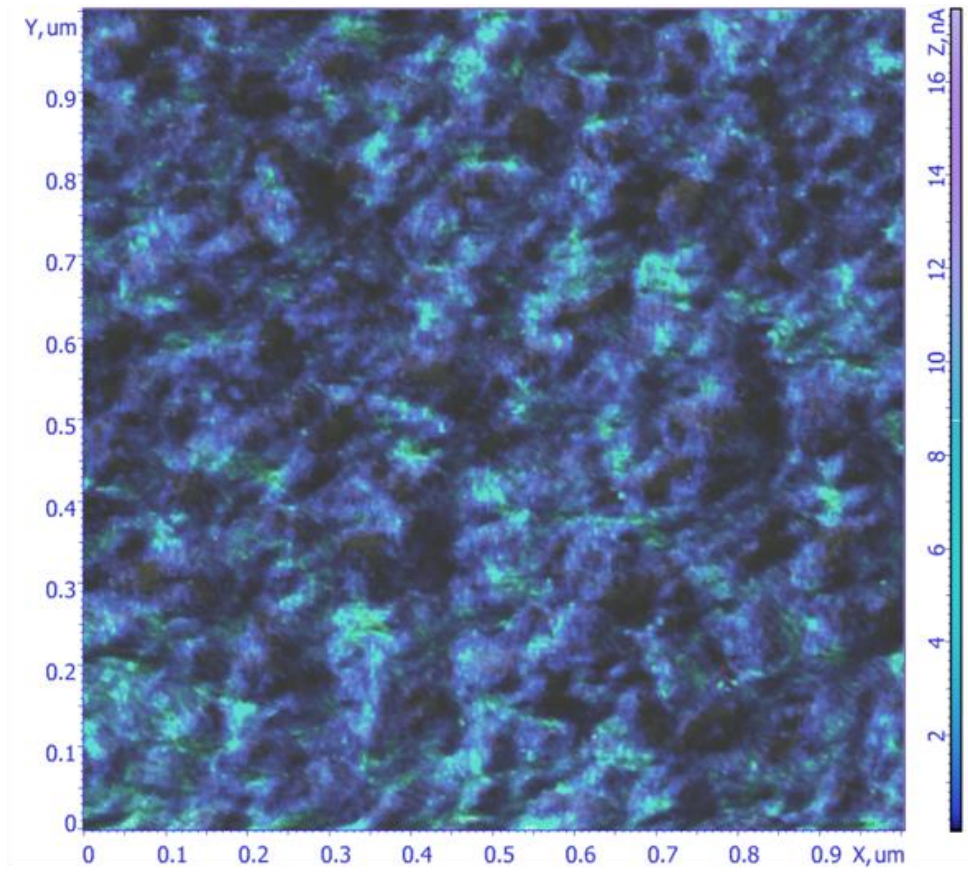
Изображение рельефа обратной стороны стекла. На поверхности находится множество частиц, что вызвано ее загрязнением во время измерения поверхности, на которую наносился антиадгезионный слой. При этом, однако, видно, что на поверхности осутствуют каверны или углубления, что говорит о том, что она действительно не подвергалась деформации, вызванной нанесенным антиадгезионным слоем, при температурной обработке.

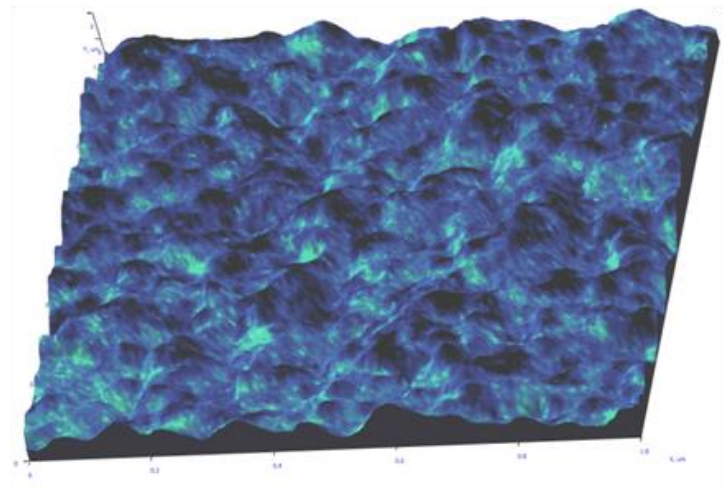
Статистические параметры рельефа поверхности

Образец	Гамма 1а	Гамма1б	Koh-I-Noor 2а	Koh-I-Noor 2б	Сажа 1г	Сажа 2г
Peak-to-Peak	1169,7	176,2	537,0	695,3	776,8	742,4
Root Mean Square, RMS	71,6	4,2	40,8	75,9	108,1	103,0
Roughness average	50,8	2,3	31,3	45,5	85,3	82,0
Skewness, Ssk	-2,2	8,3	0,5	3,2	0,8	0,7
Kurtosis, Ska	22,5	157,8	4,9	14,0	3,7	3,5

Стекла с прозрачными электродами из In_2O_3





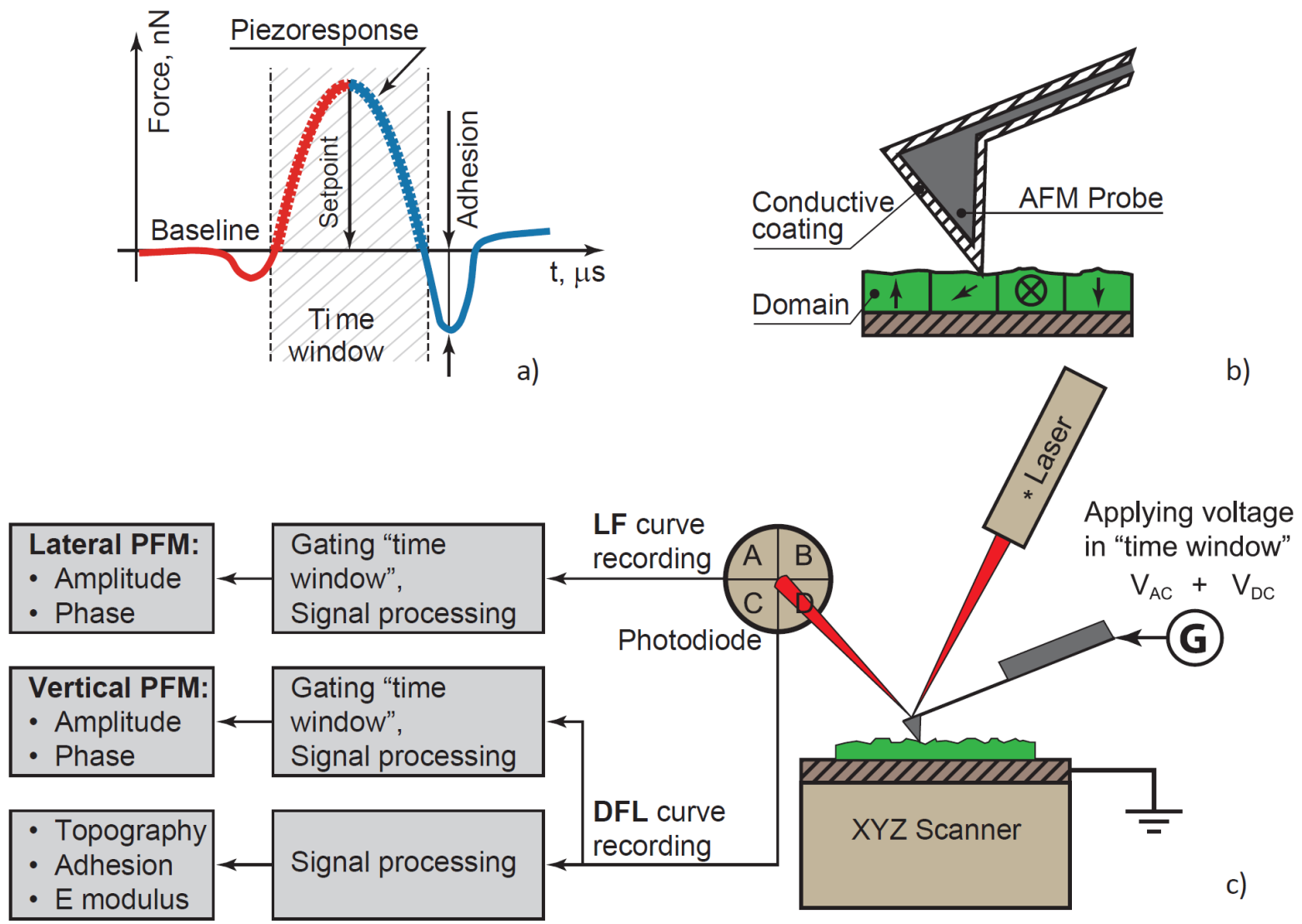


AFM images of In_2O_3(left) and spreading resistance maps (right). The scanning area is 1 μm x 1 μm. The spreading current is superimposed on the relief image. The bottom right is a 3D image of flow and relief flow. The voltage between the sample and the probe is U = 2.3 V.

Новый контроллер HybriD 2.0. HybriD + PFM

2018

In HD PFM an AC voltage is applied to the conductive coating of the AFM cantilever when the tip comes in contact with the sample during each fast force spectroscopy cycle.

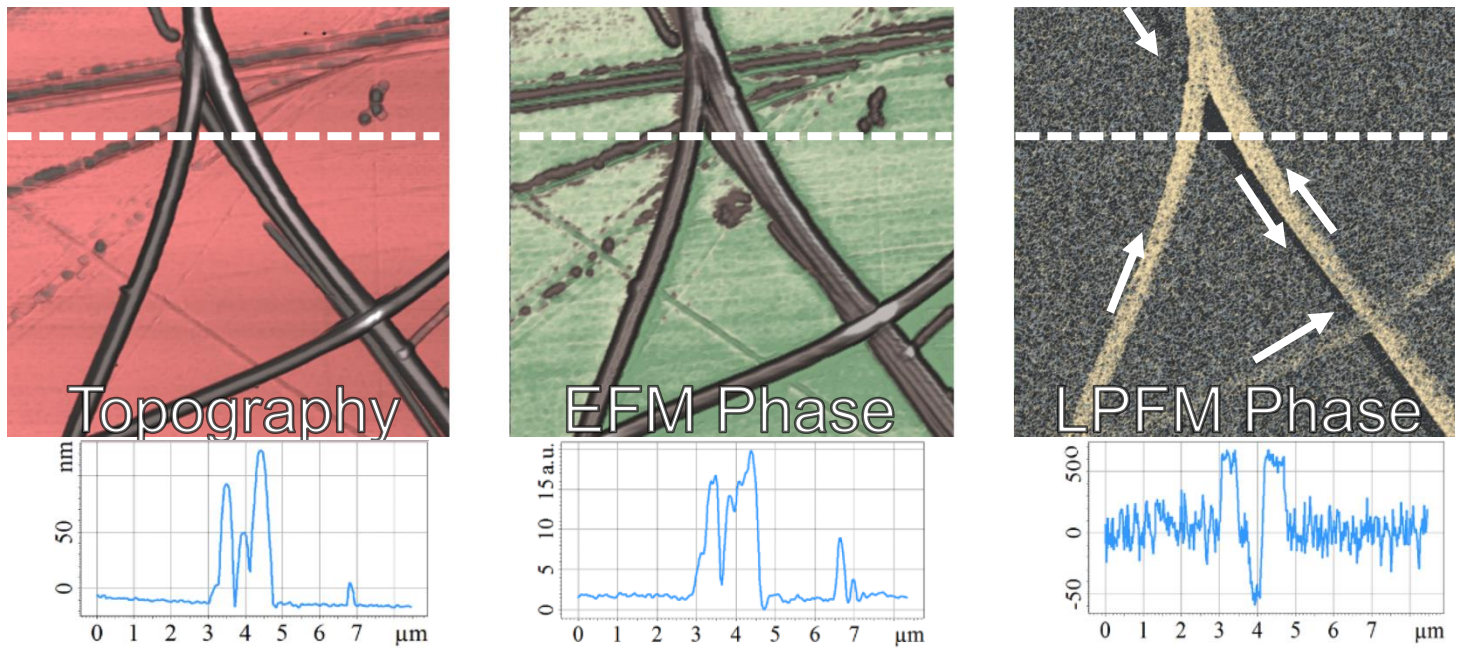


•HD PFM working principle: a) an idealized temporal deflection curve during an
•oscillatory cycle, b) tip-sample interaction in "time window", c) measurement scheme

HybriD Mode. Hybrid + PFM

2018

•For the first time HD PFM mode allowed non-destructive piezoresponse study of diphenylalanine peptide nanotubes – a very prospective material for biomedical applications.



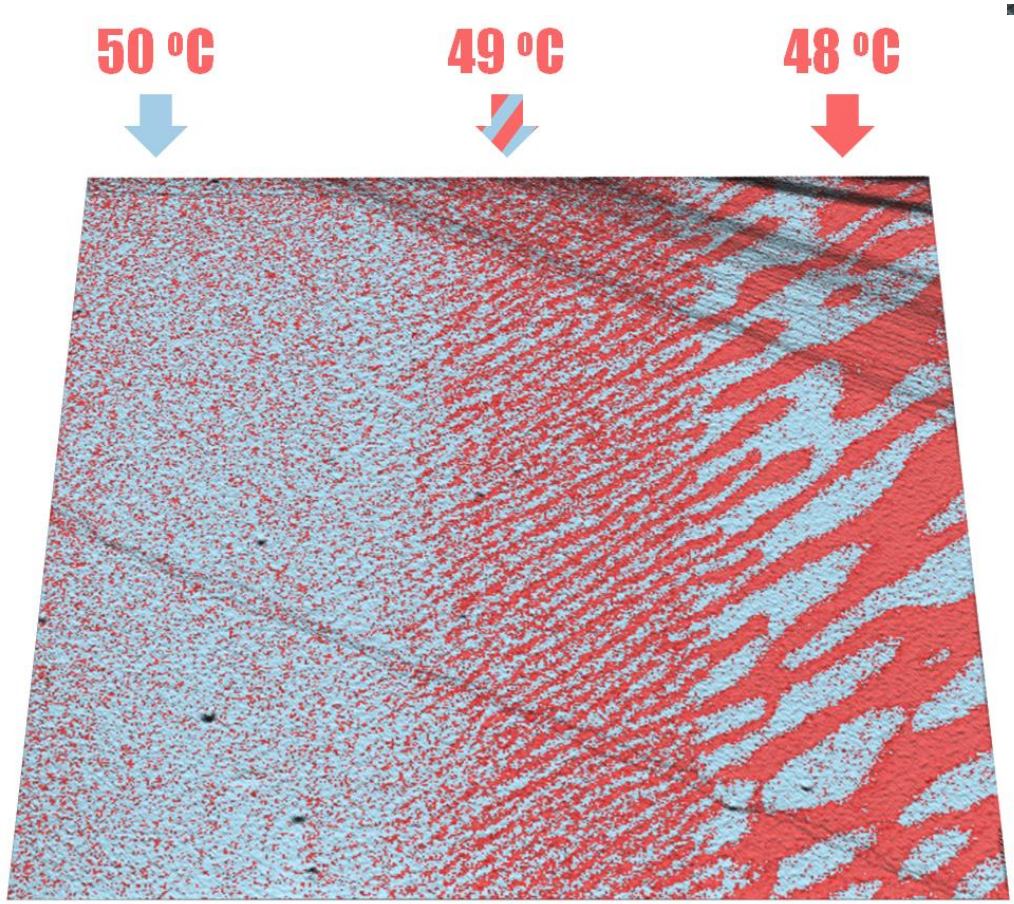
•Non-destructive electromechanical study of diphenylalanine peptide nanotubes. Scan size: 8×8 µm, nanotubes diameter: 30÷150 nm[1]. Sample courtesy: Dr. A. Kholkin, University of Aviero

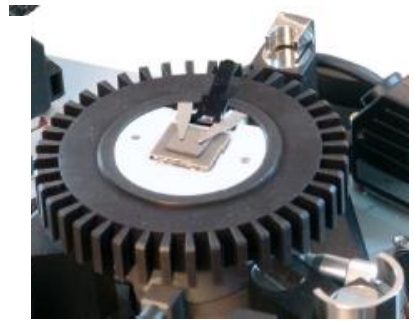
NT-MDT Spectrum Instruments

[1] A. Kalinin, V. Atepalikhin, O. Pakhomov, A. Kholkin, A. Tselev. An Atomic Force Microscopy Mode for Nondestructive Electromechanical Studies and its Application to Diphenylalanine Peptide Nanotubes. To be published in Ultramicroscopy

HybriD Mode. Hybrid + PFM+°C

2018

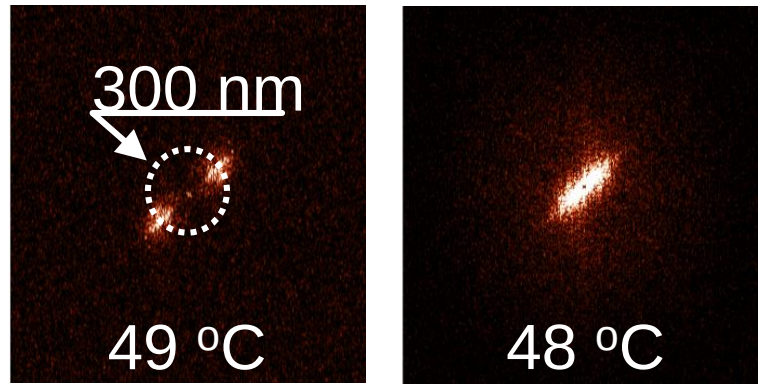




RT÷300 °C

-30÷120 °C

NT-MDT S.I. accessories for sample temperature control

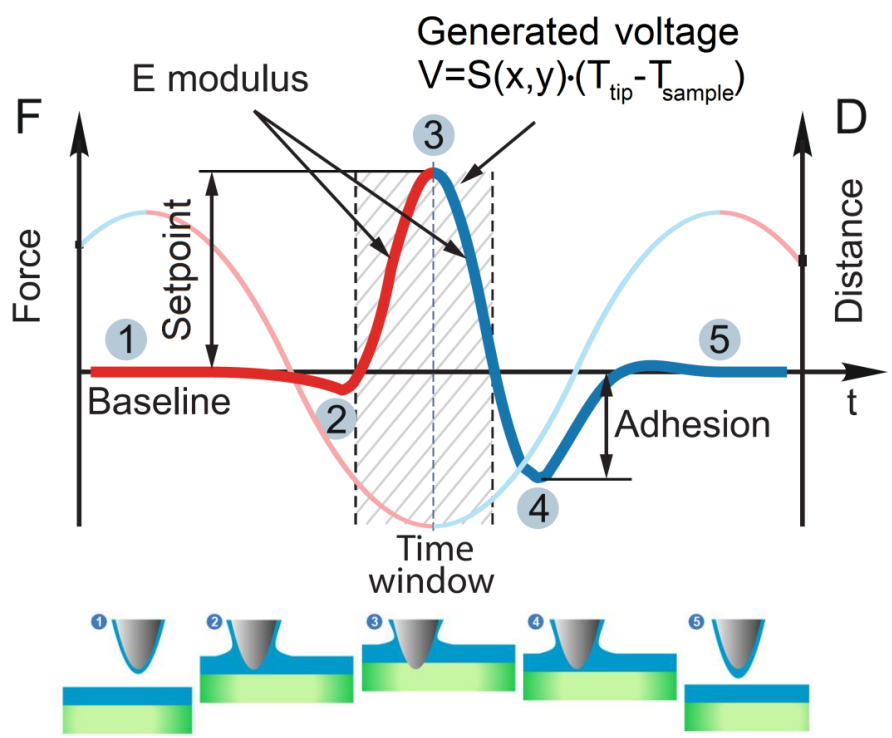


In-situ HD PFM study of second-order phase transition of triglycine sulfate crystal. Scan size 15×15 µm. Sample courtesy: Dr. R. Gainutdinov, IC RAS

HybriD Mode. Hybrid + SThEM

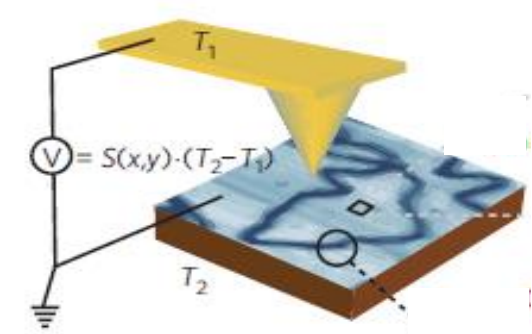
2018

HD SThEM working principle is based on direct measurement of generated voltage when conductive tip and sample under different temperatures contact each other (Seebeck effect) during fast force spectroscopy measurements



•HD SThEM working principle

•NT-MDT S.I. insert for SThEM measurement



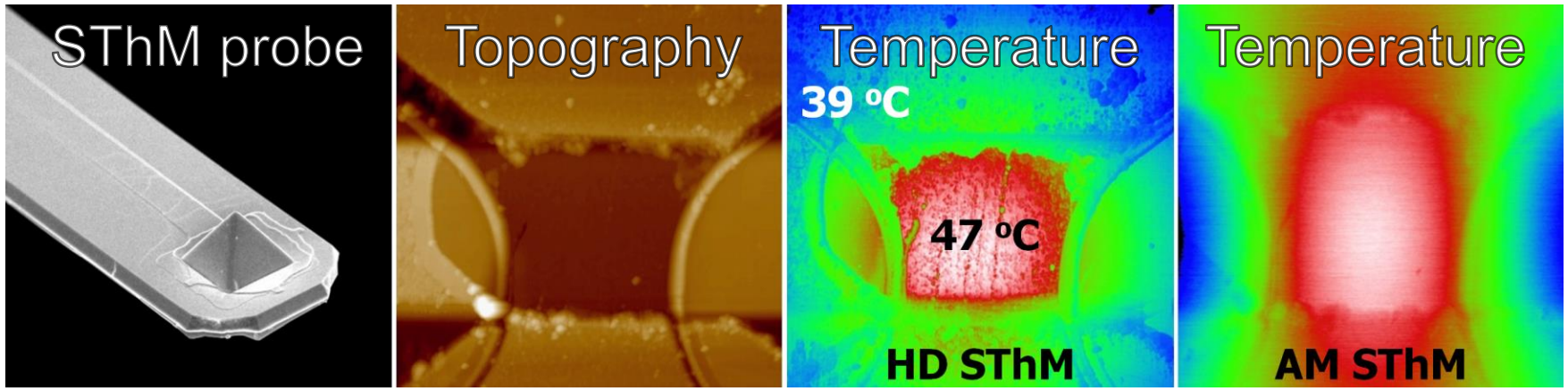
S. Cho et al "Thermoelectric imaging of structural disorder in epitaxial graphene" Nature Materials, 2013.

J.C. Walrath *et al*, Quantifying the local Seebeck coefficient with scanning thermoelectric microscopy, Appl. Phys. Lett. 103 (2013) 212101.

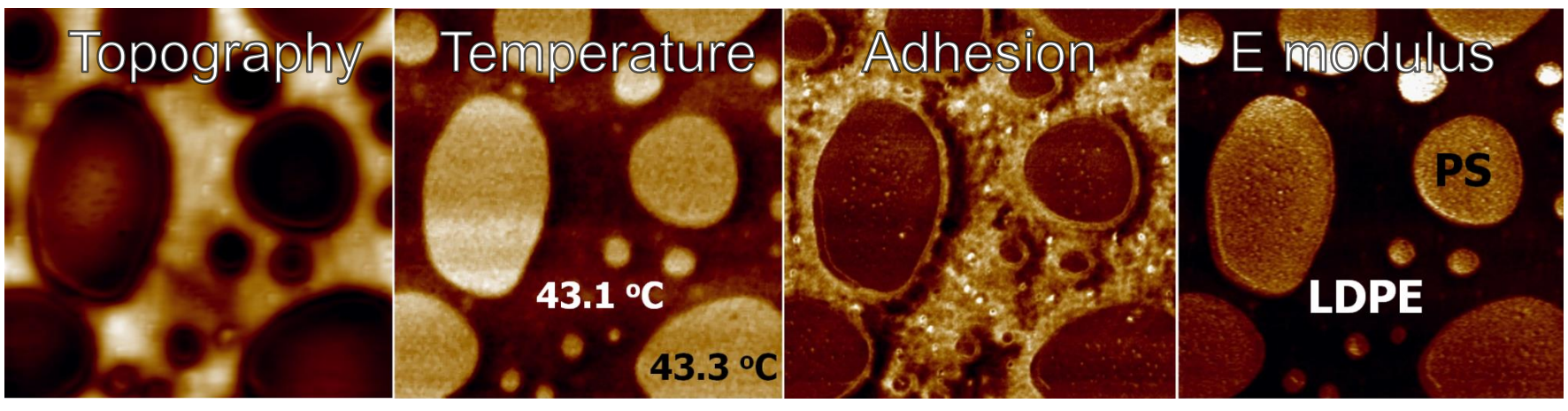
HybriD Mode. Hybrid + SThM

2018

•HD Scanning Thermal Microscopy (HD SThM) allows studying local thermal properties – temperature and thermal conductivity – simultaneously with QNM measurements.



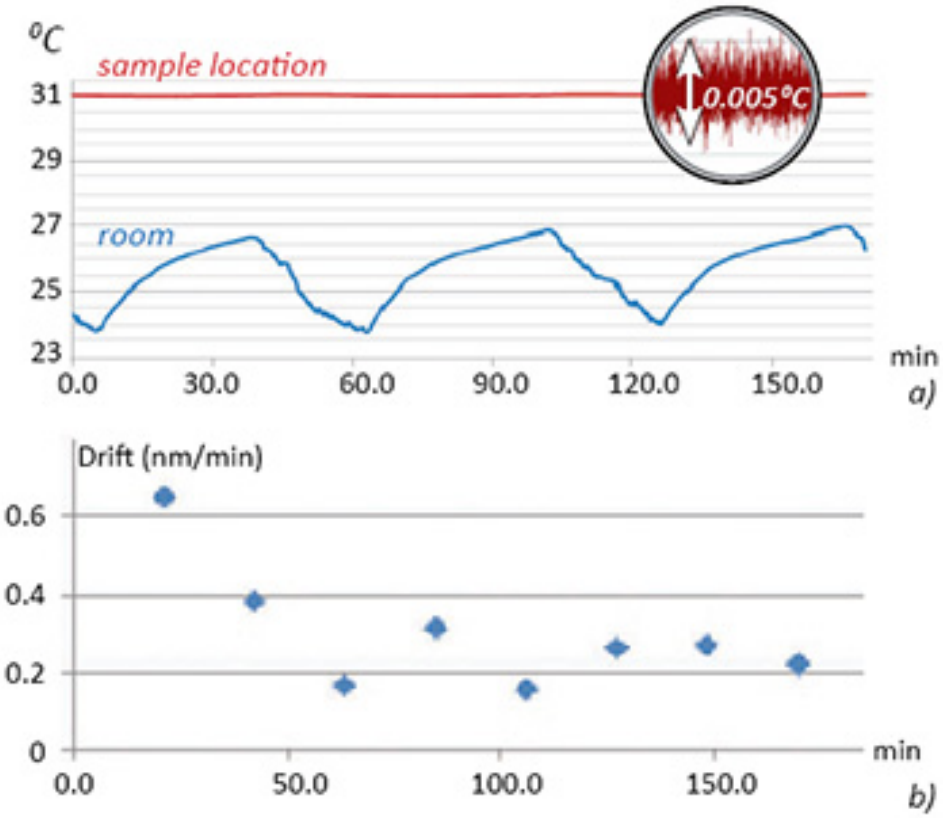
•SEM image of AppNano VertiSense™ thermocouple probe and comparison of HD SThM and AM SThM techniques. Scan size: 17×17 µm.



•HD SThM study of PS-LDPE. Scan size: 10×10 µm.

NT-MDT Spectrum Instruments

ULTRASTABLE THERMAL CABINET FOR NT-MDT SI MICROSCOPES



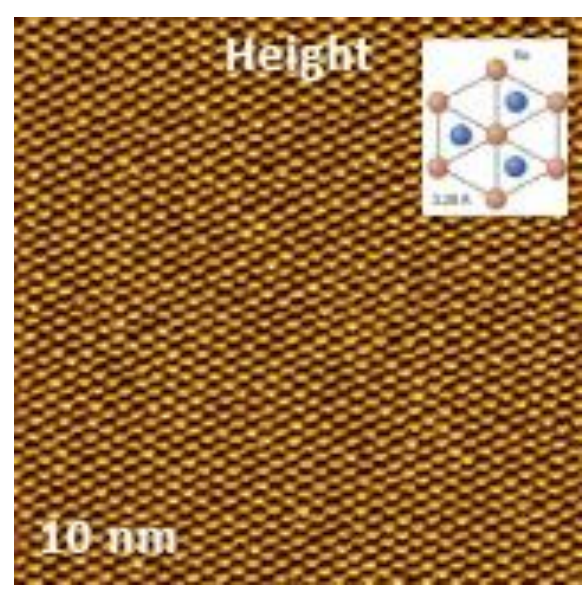
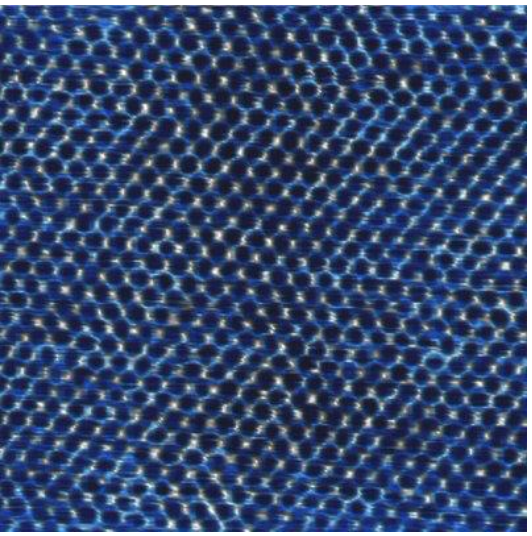


Image (512x512) of $MoSe_2$, scan rate - 1.5 Hz

NT-MDT Spectrum Instruments

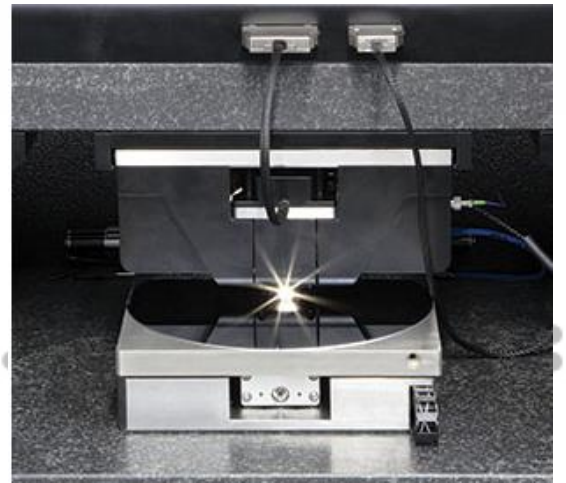
VEGA – АСМ для больших образцов.

2018



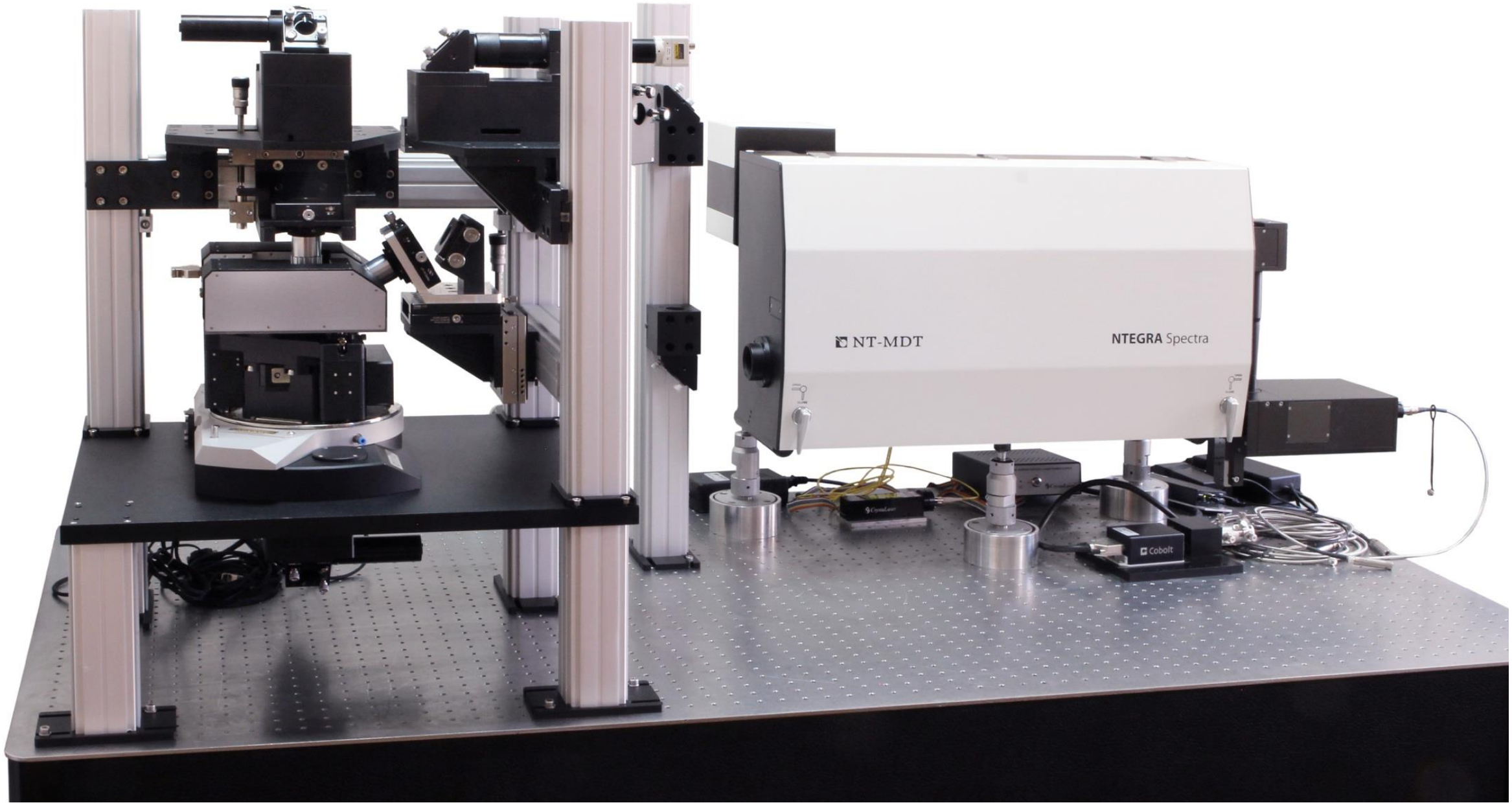
5x5 nm, HOPG

Peptide nanotubes of diphenilalanine. 8×8 mkm. Dielectric constant



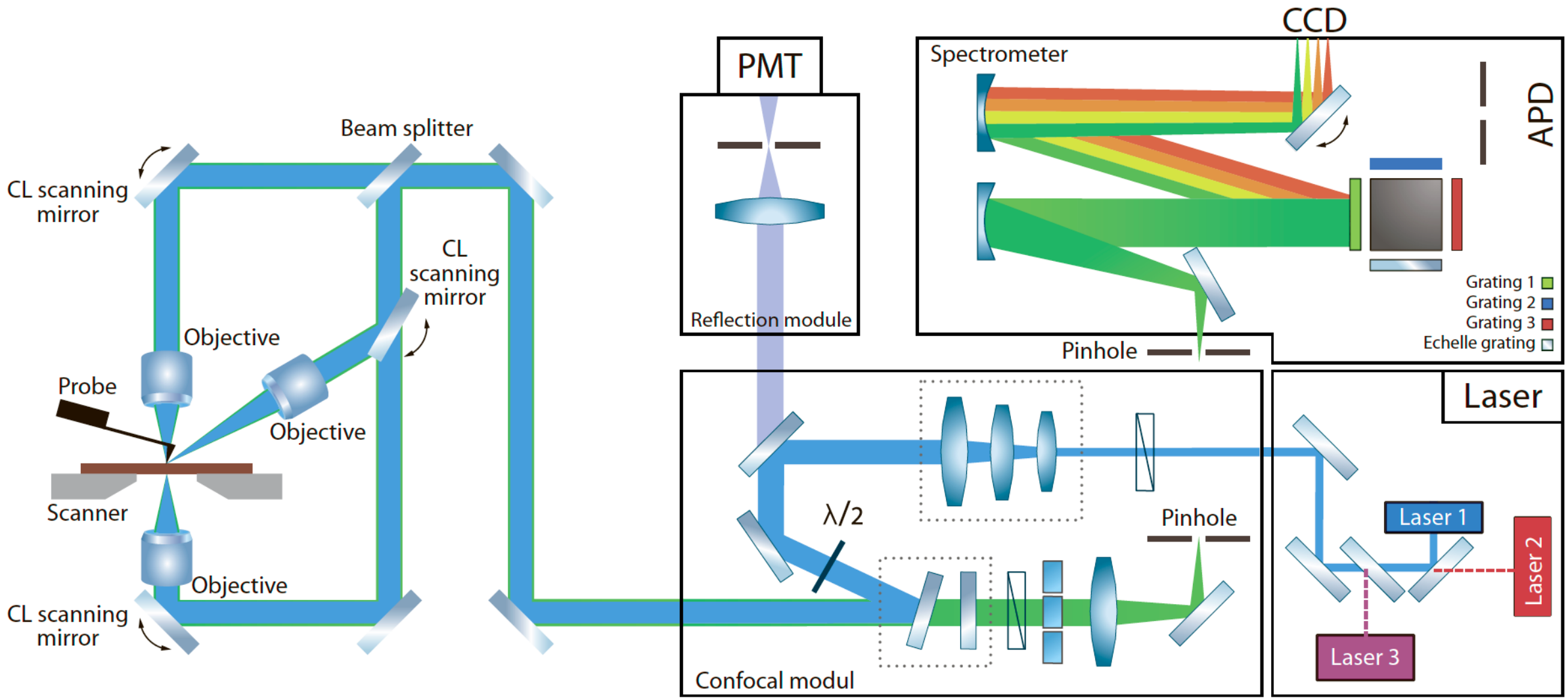
NTEGRA SPECTRA II

2016



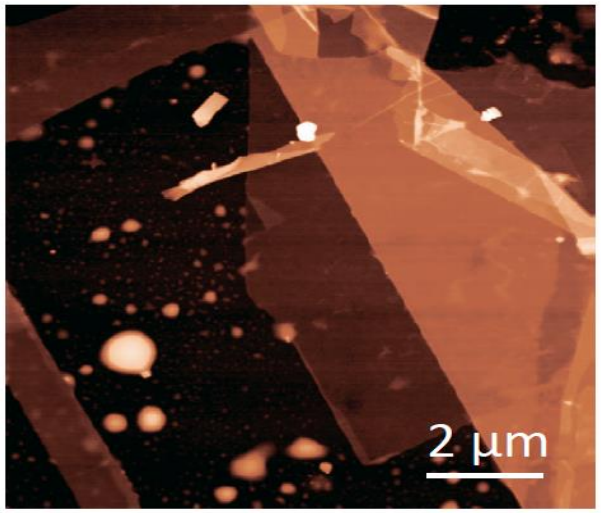
NTEGRA SPECTRA II

Принцип работы

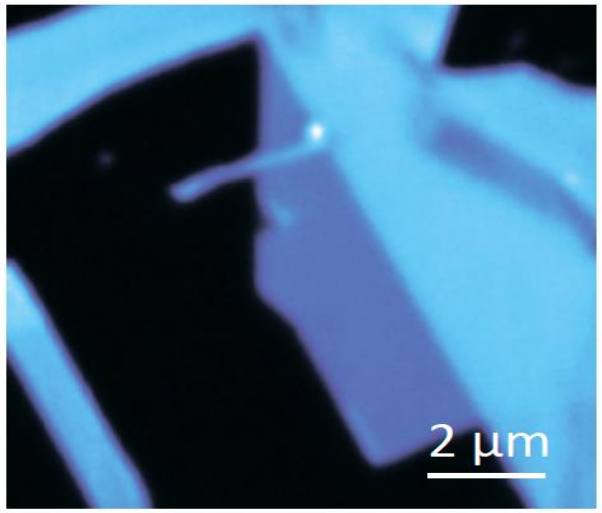


NTEGRA SPECTRA II

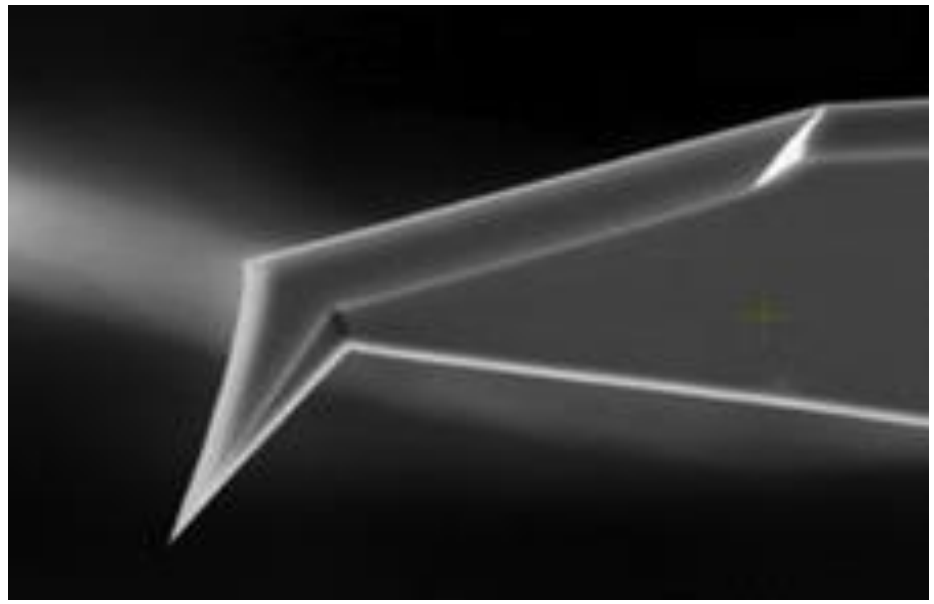
Чешуйки графена на Si/SiO_2

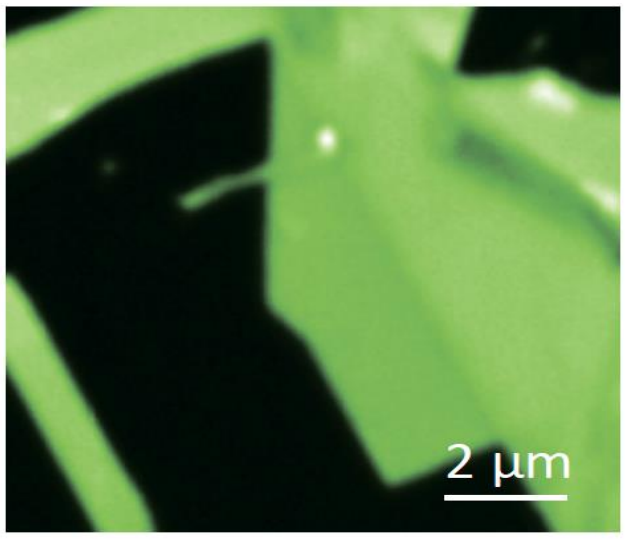


Рельеф

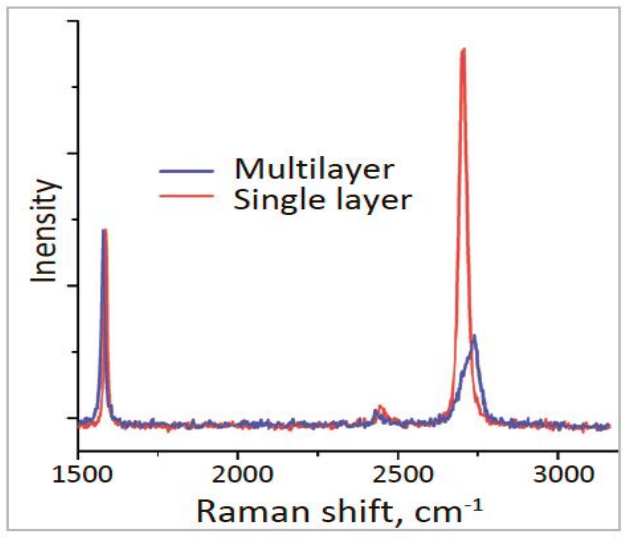


Интенсивность G полосы

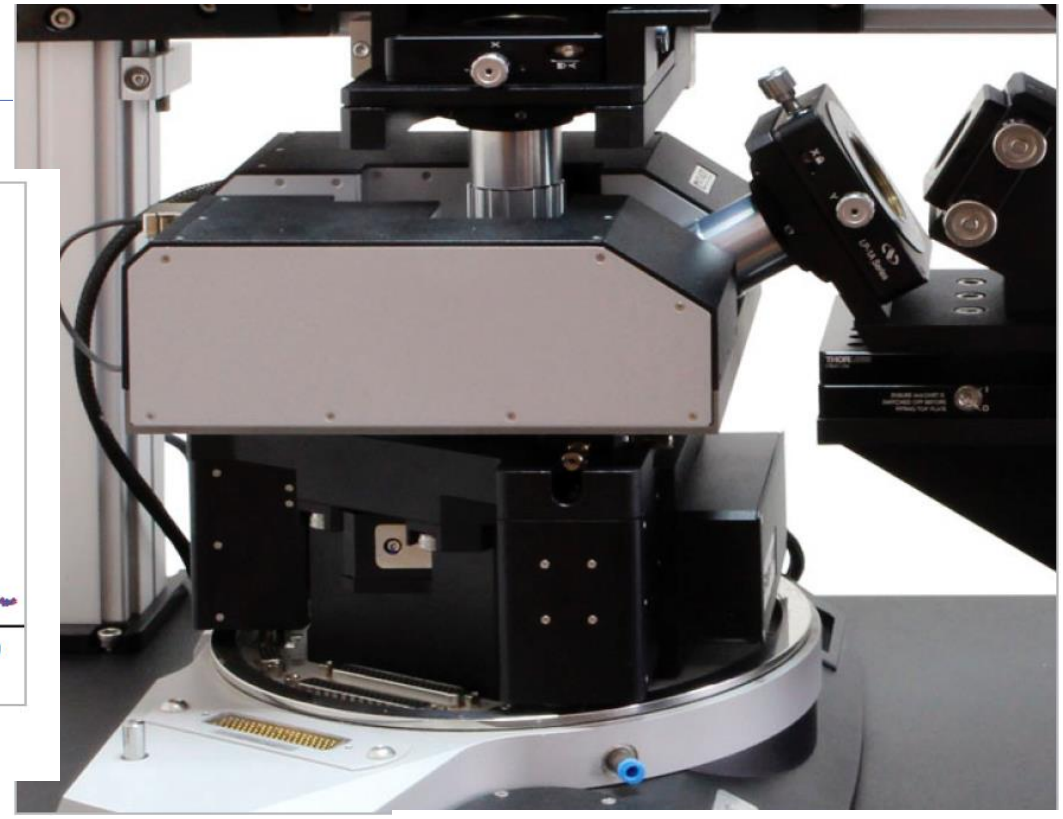




Инденсивность 2D полосы

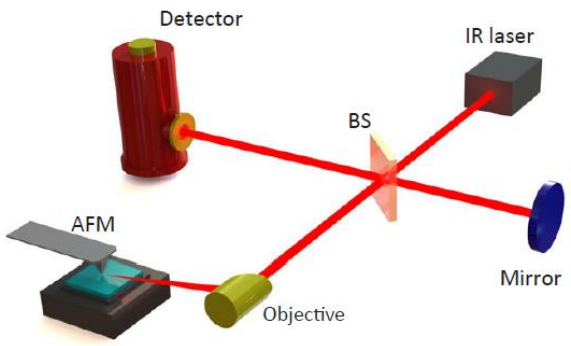


Рамановский спектр

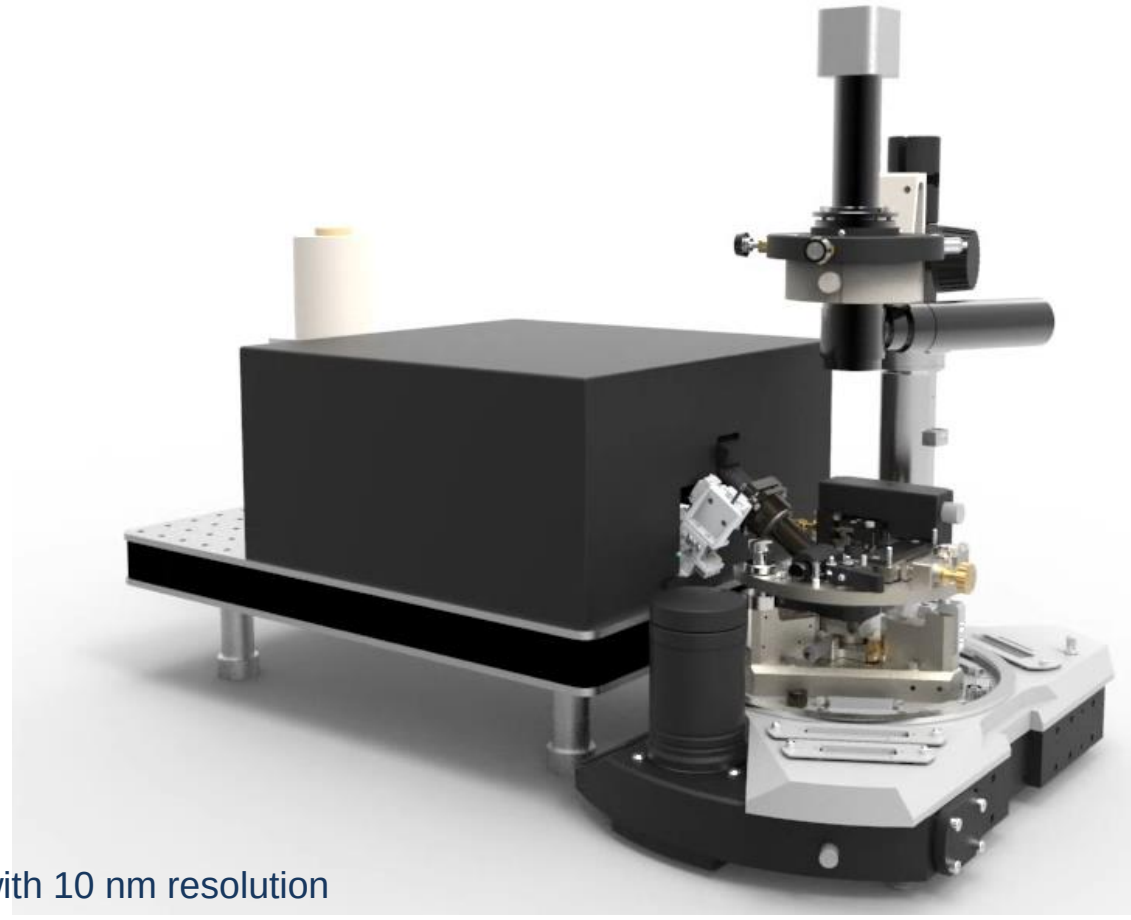


NTEGRA nano IR

2017-18



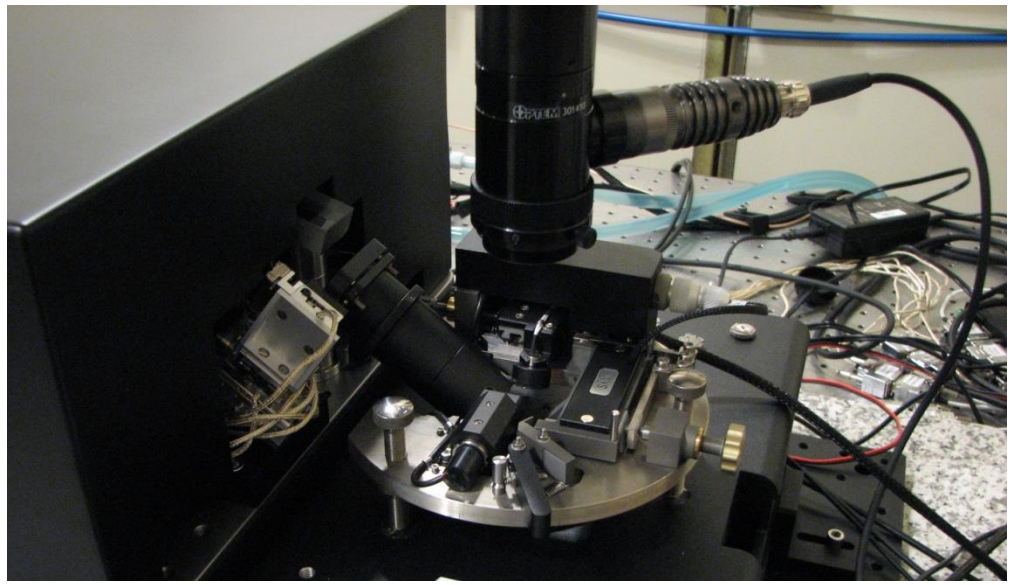
NTEGRA IR principal scheme

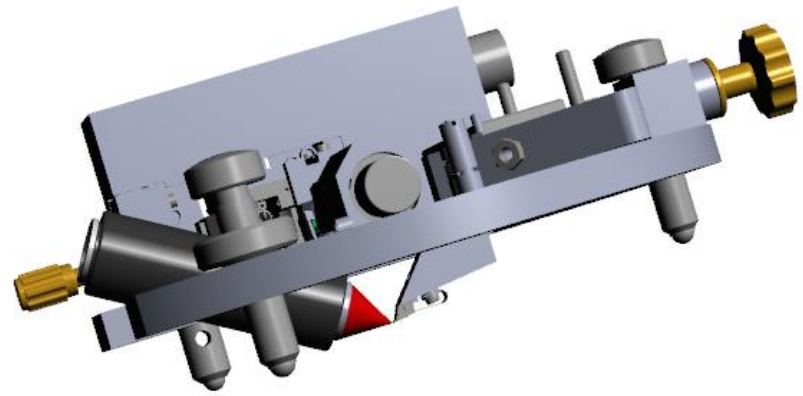


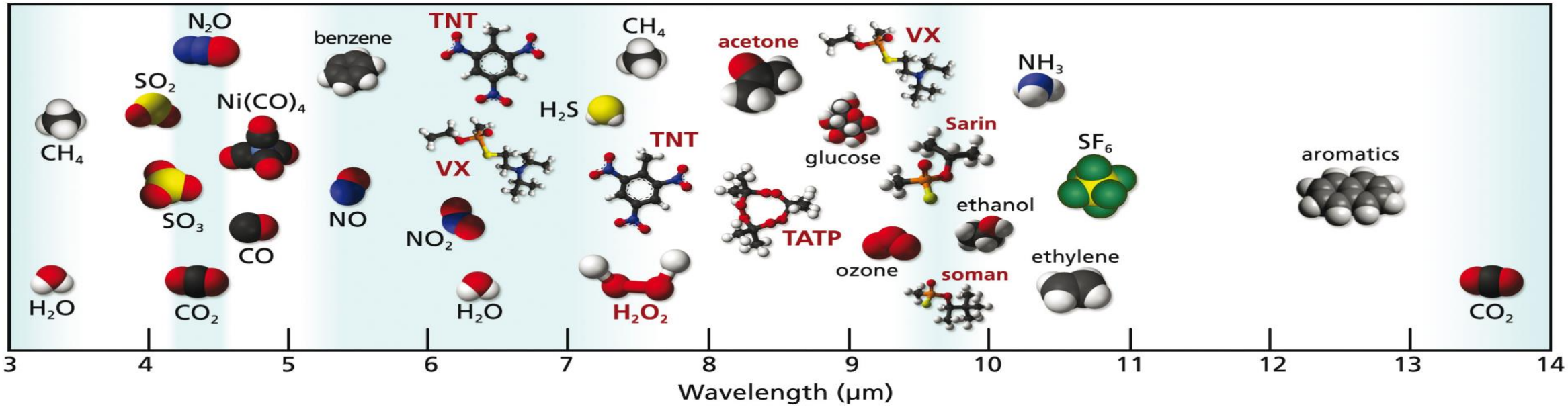
- IR microscopy and spectroscopy with 10 nm resolution
- Wide spectral range of operation: 3-12 μm
- Incredibly low thermal drift and high signal stability
- Versatile AFM with advanced modes: SRI (conductivity), KPFM (surface potential), SCM (capacitance), MFM (magnetic properties), PFM (piezoelectric forces)
- HybriD Mode - quantitative nanomechanical mapping
- Integration with Raman (optionally)

NTEGRA nano IR: АСМ-ИК головка

2017-18

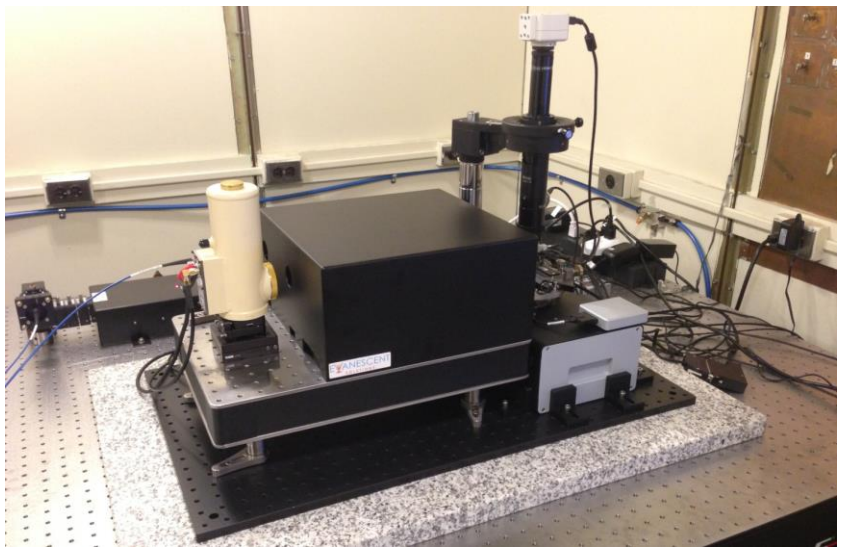




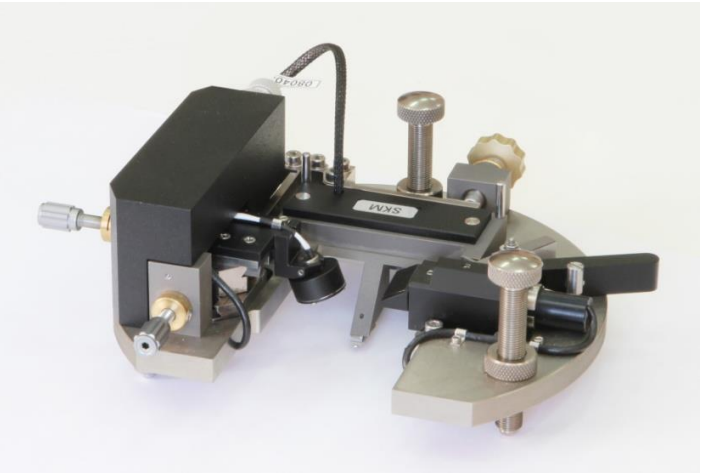


NTEGRA nano IR: s-SNOM technology

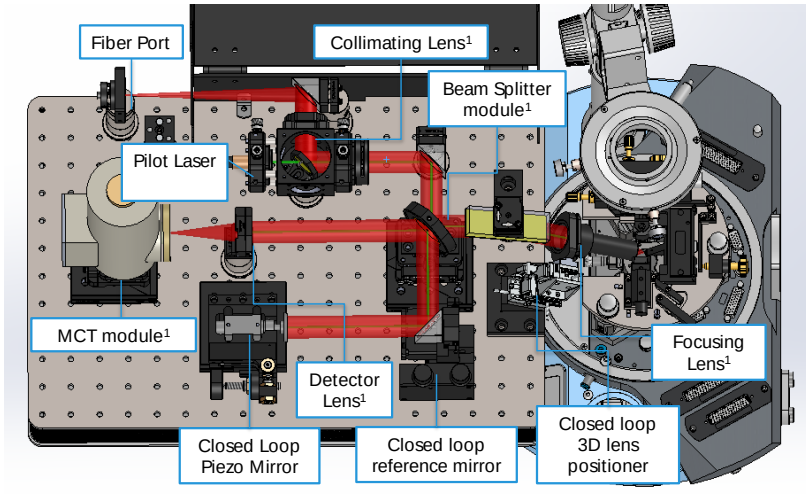
2016-18

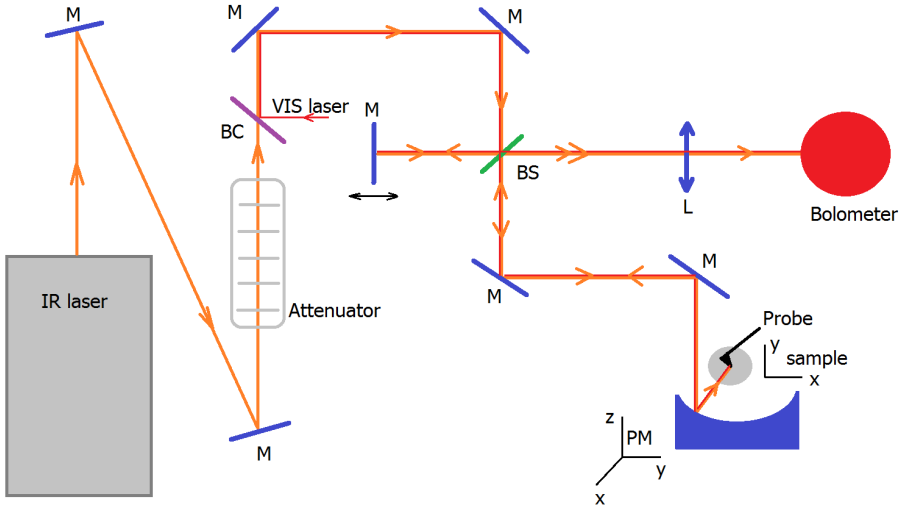


ИНТЕГРА нано-ИК (университет Стони Брук, NY)



Измерительная АСМ-головка с доступом для параболического зеркала

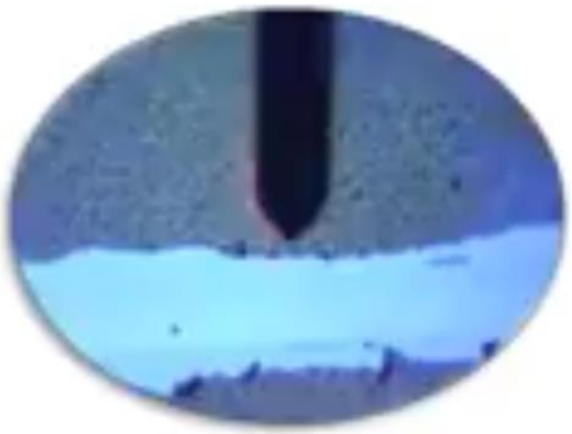




Оптические схемы прибора: ввод излучения лазера по волокну с фокусировкой и сбором рассеянного излучения через объектив (слева) и прямой ввод лазерного излучения с фокусировкой и сбором с помощью параболического зеркала (справа)

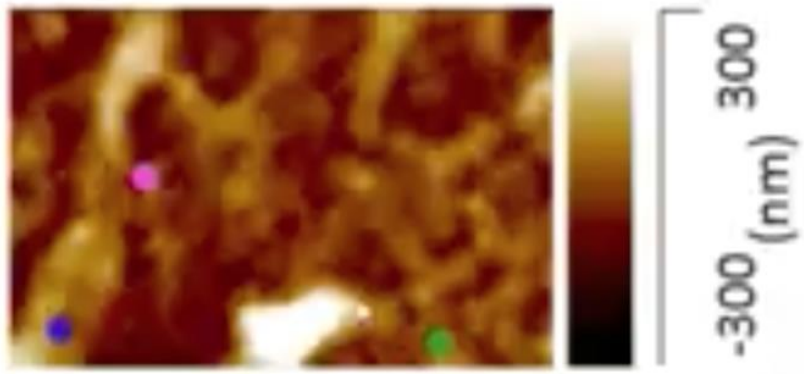
NT-MDT
Spectrum Instruments

*Fast*Spectra: Reverse Osmosis Membrane



Optical Image

Height



IR image at 1660 cm^{-1}

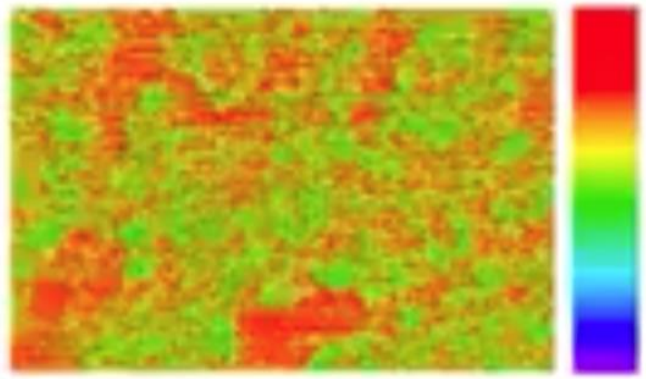
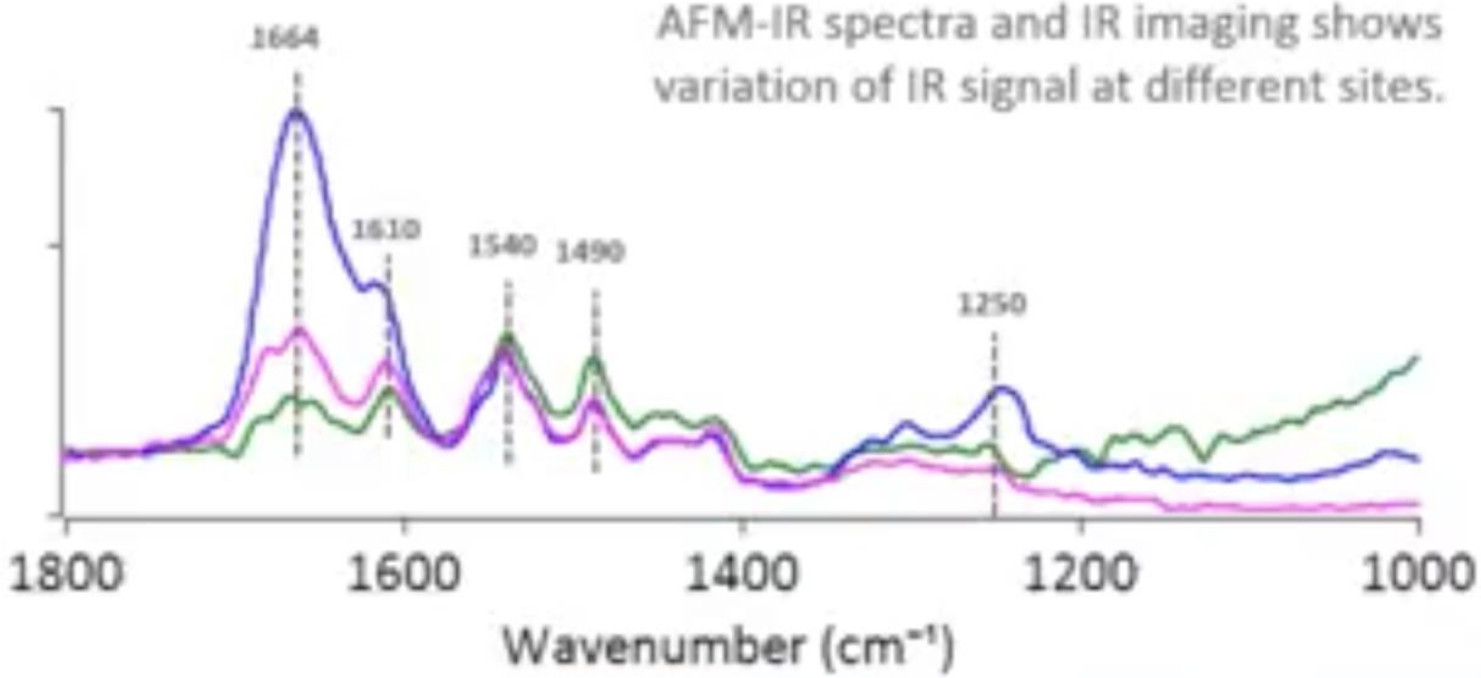


Image size: 15 um x 10 um

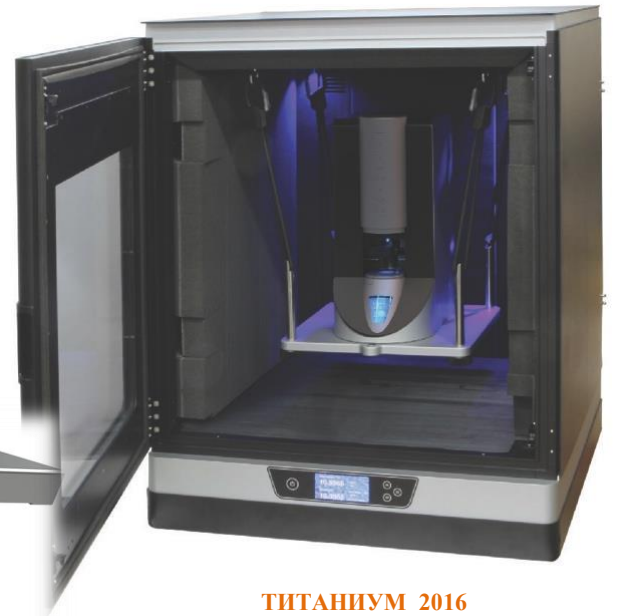
AFM-IR spectra and IR imaging shows variation of IR signal at different sites.



ANASYS

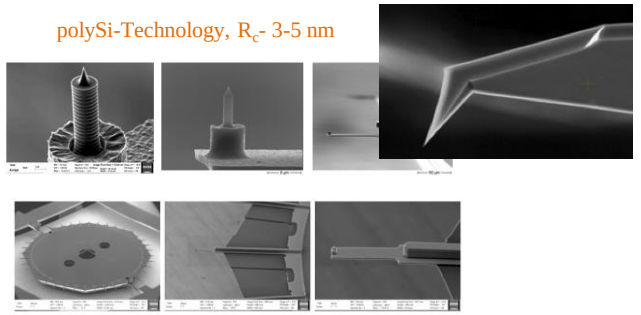
NT-MDT Spectrum Instruments

IR ALSNOM,
2016 - 2017 год



ТИТАНИУМ 2016

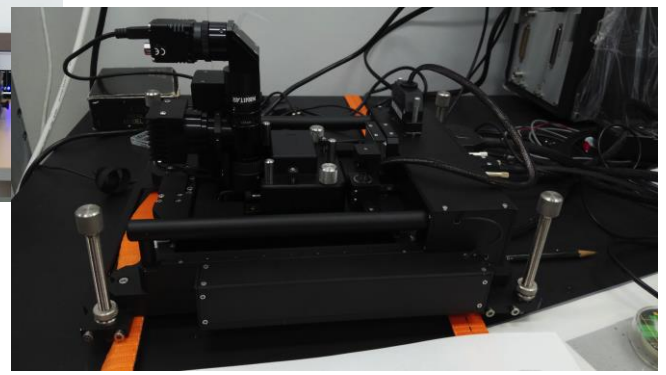
polySi-Technology, R_c- 3-5 nm



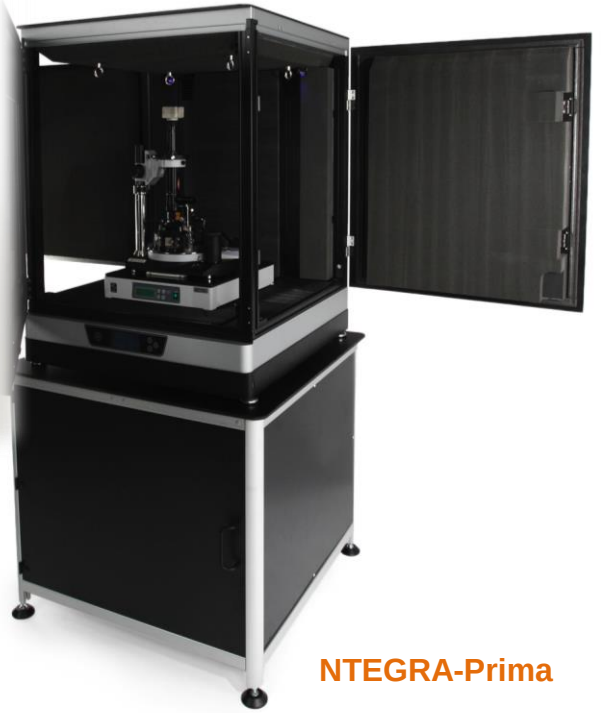
Новые типы кантилеверов (2015 -2016 г.г.)

ИНТЕГРА-СПЕКТРА-4Р 2016

СОЛВЕР-ПАЙП-2017



СОЛВЕР-НАНО-2017



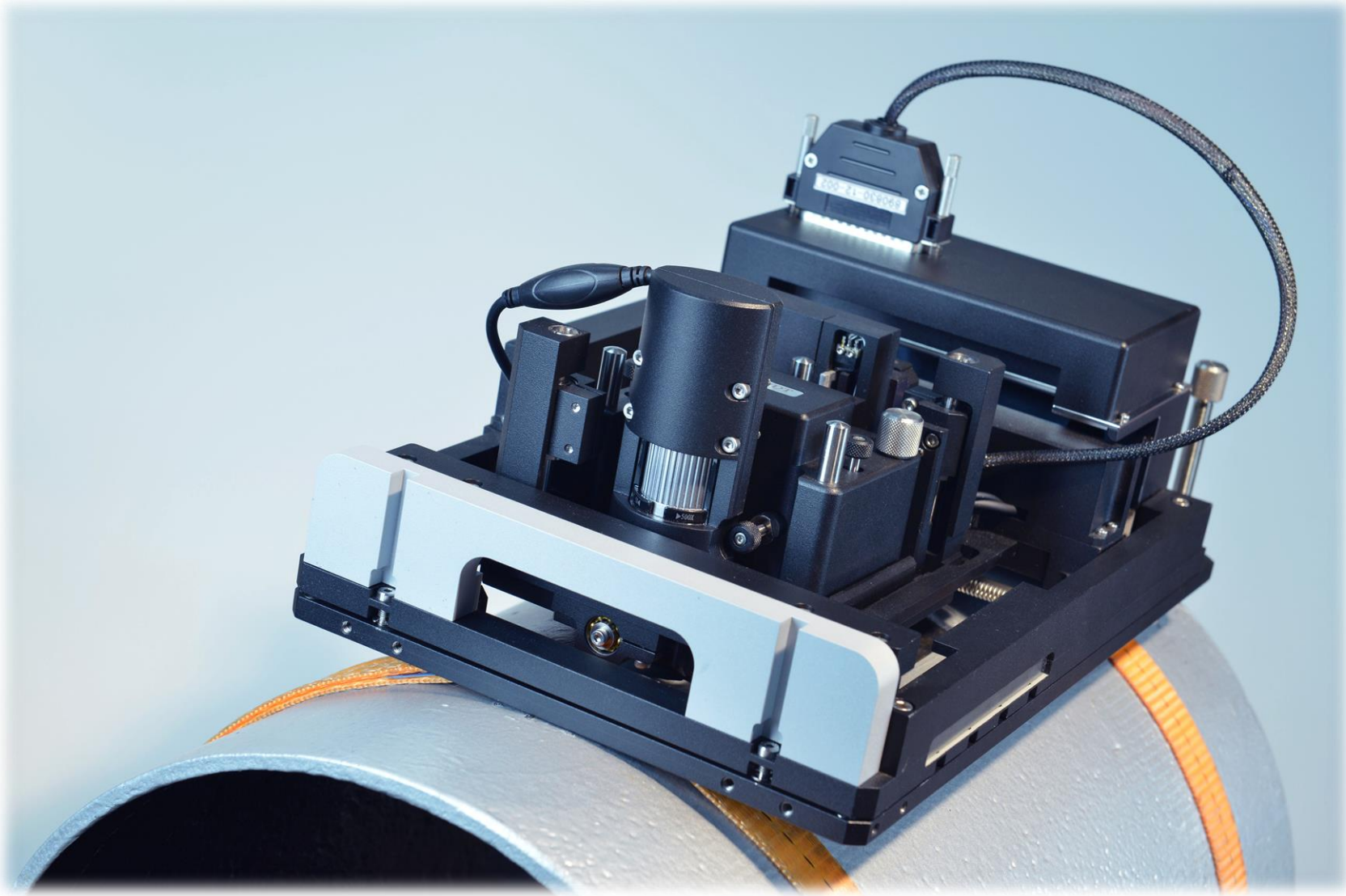
NTEGRA-Prima

NT-MDT Spectrum Instruments

Your AFM & Raman Company

NT-MDT Spectrum Instruments

Первый в мире аппаратно-программный комплекс для диагностики состояния промышленных объектов и неразрушающего контроля

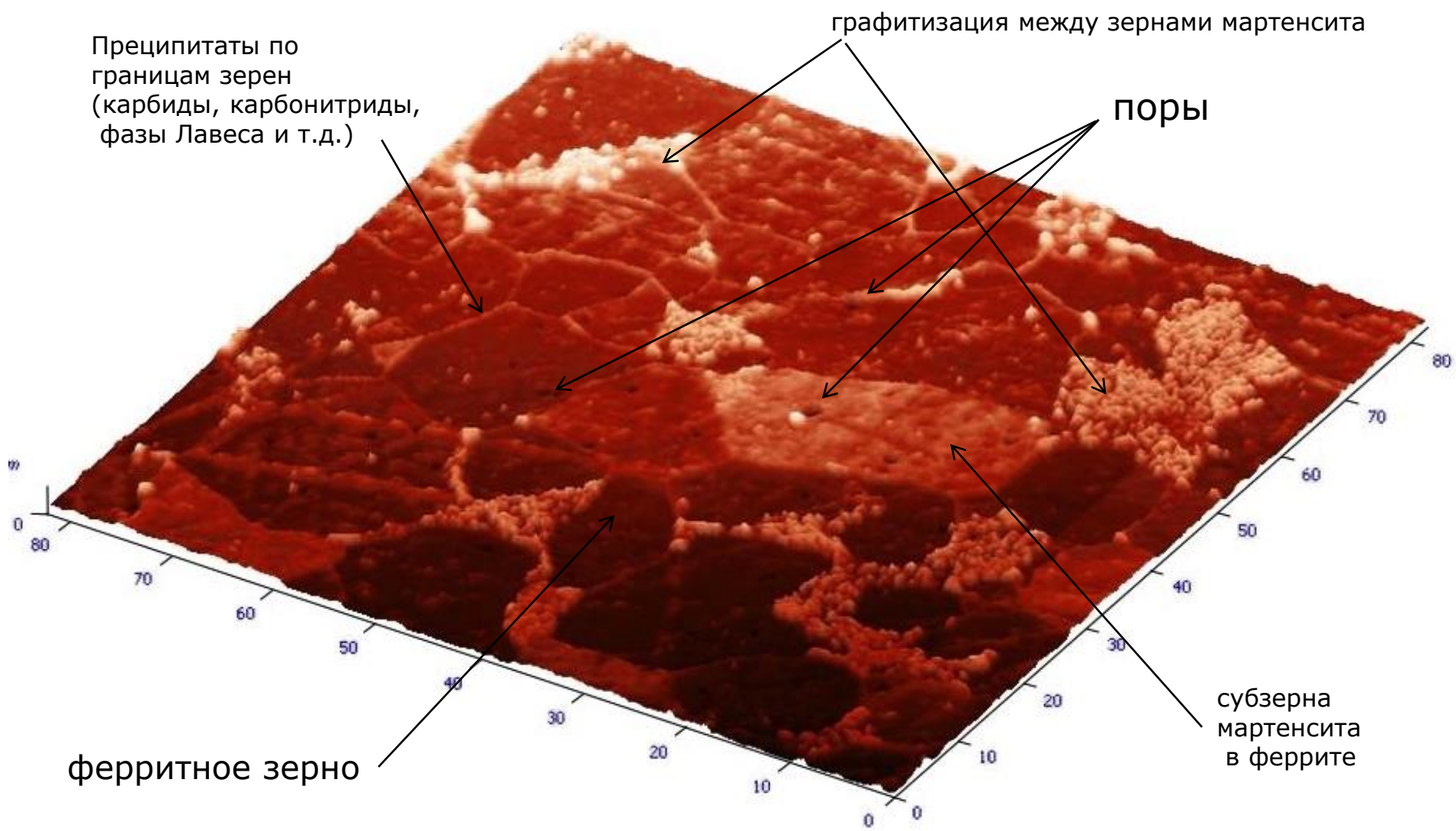


Your AFM & Raman Company

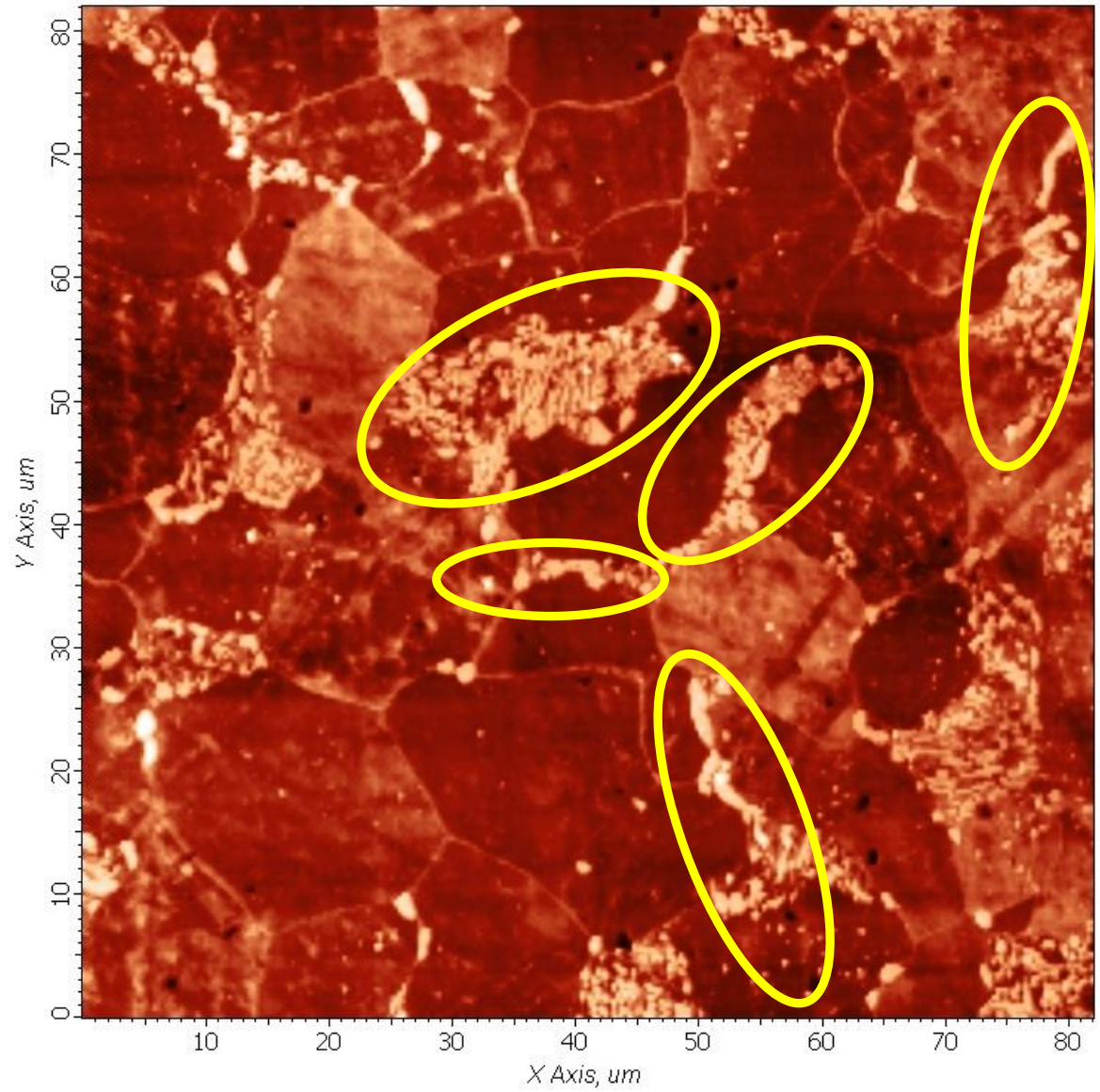
Эффект ползучести

Ползучесть относится к зависящему от времени компоненту пластической деформации. Ползучесть является медленной и непрерывной пластической деформацией материалов в течение длительного периода времени под нагрузкой.

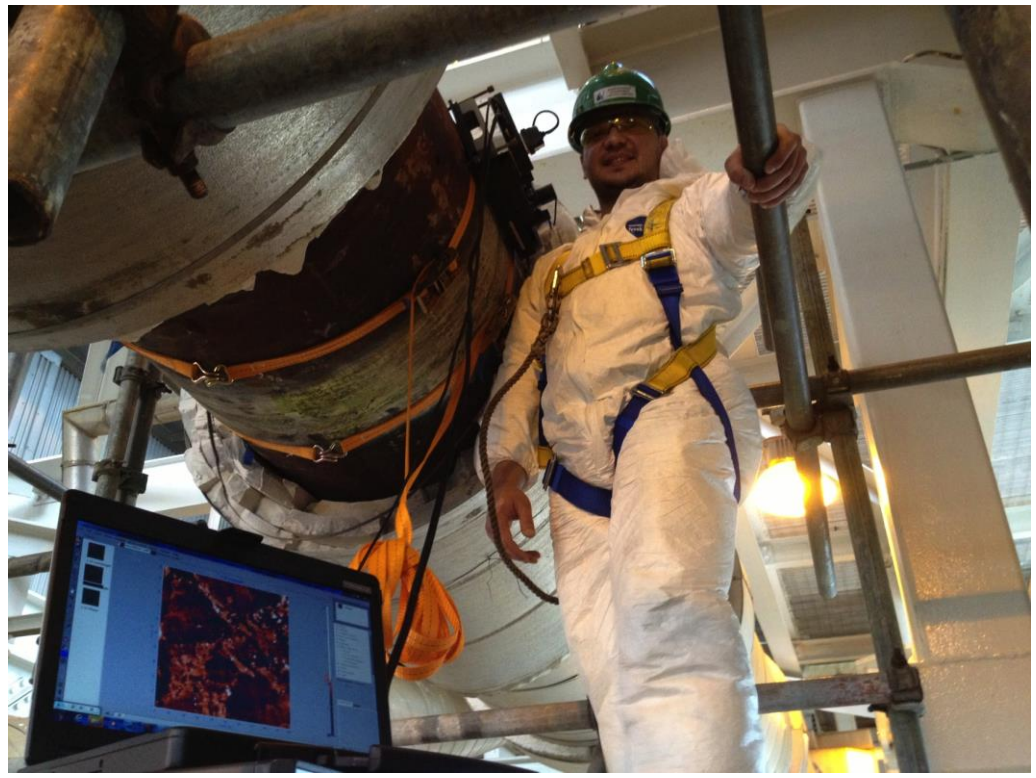
Типичное АСМ-изображение стали



Сталь мартенситно-ферритного класса после 250000 часов эксплуатации (около 30 лет)



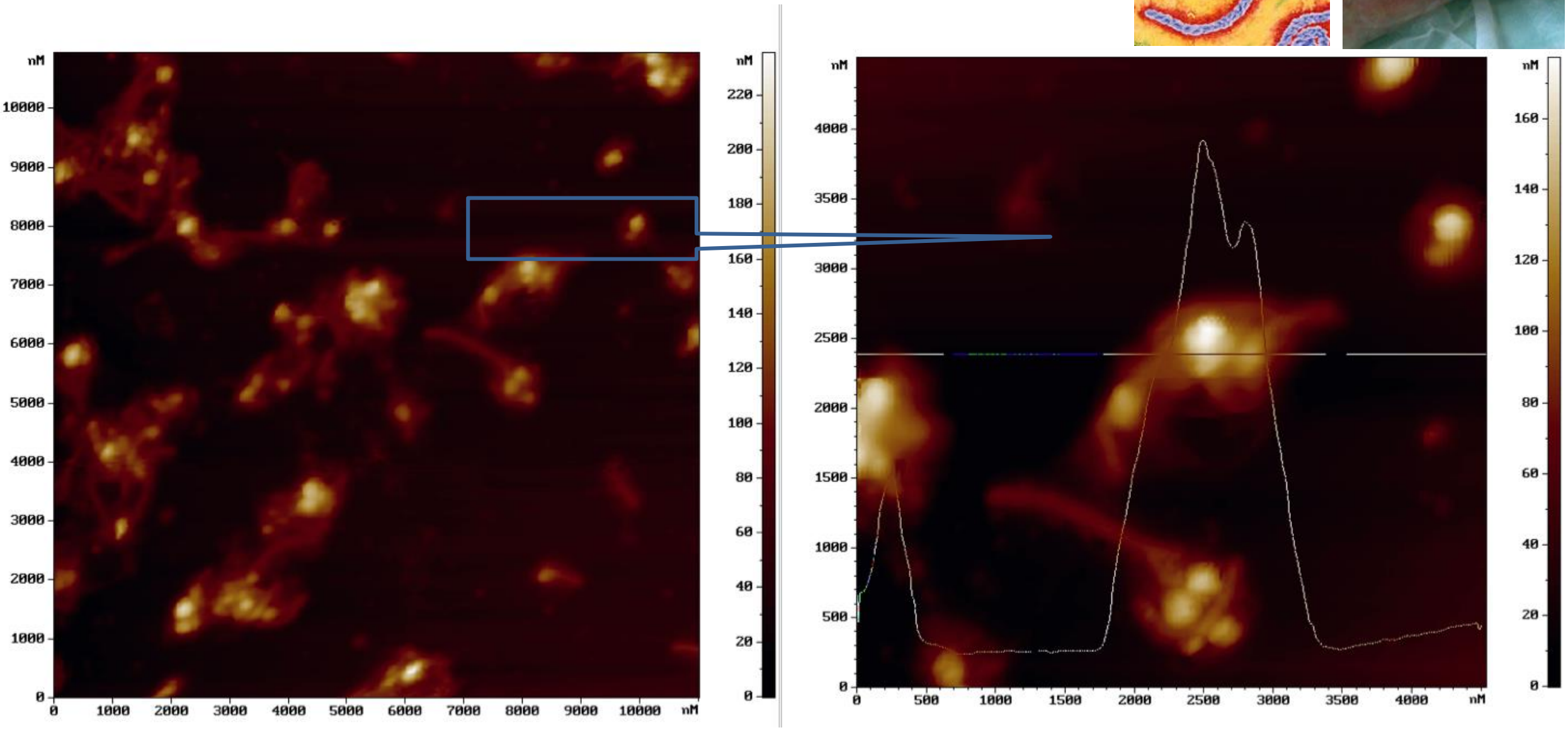
Аппаратно-программный комплекс Solver PIPE



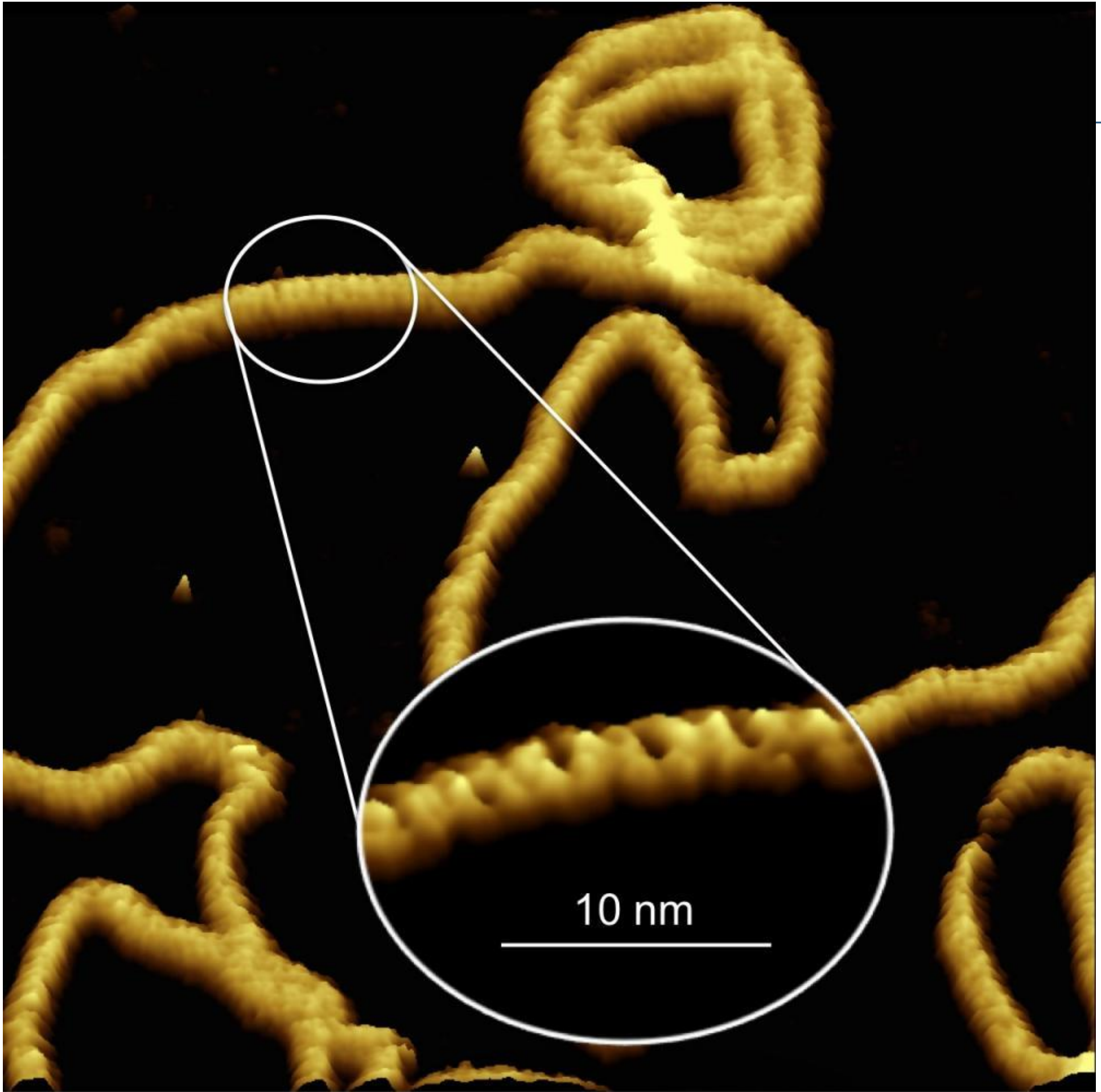
1. Разработан первый в мире аппаратно-программный комплекс на основе атомно-силового микроскопа для ранней диагностики состояния промышленных объектов и неразрушающего контроля материалов.
2. Разработана методика раннего предупреждения по обнаружению дефектов ползучести.
3. АПК рекомендован для проведения диагностики состояния методом неразрушающего контроля (метод «прямого» сканирования поверхности промышленных объектов).

NT-MDT Spectrum Instruments

Атомно-силовое изображение вирусов Эбола

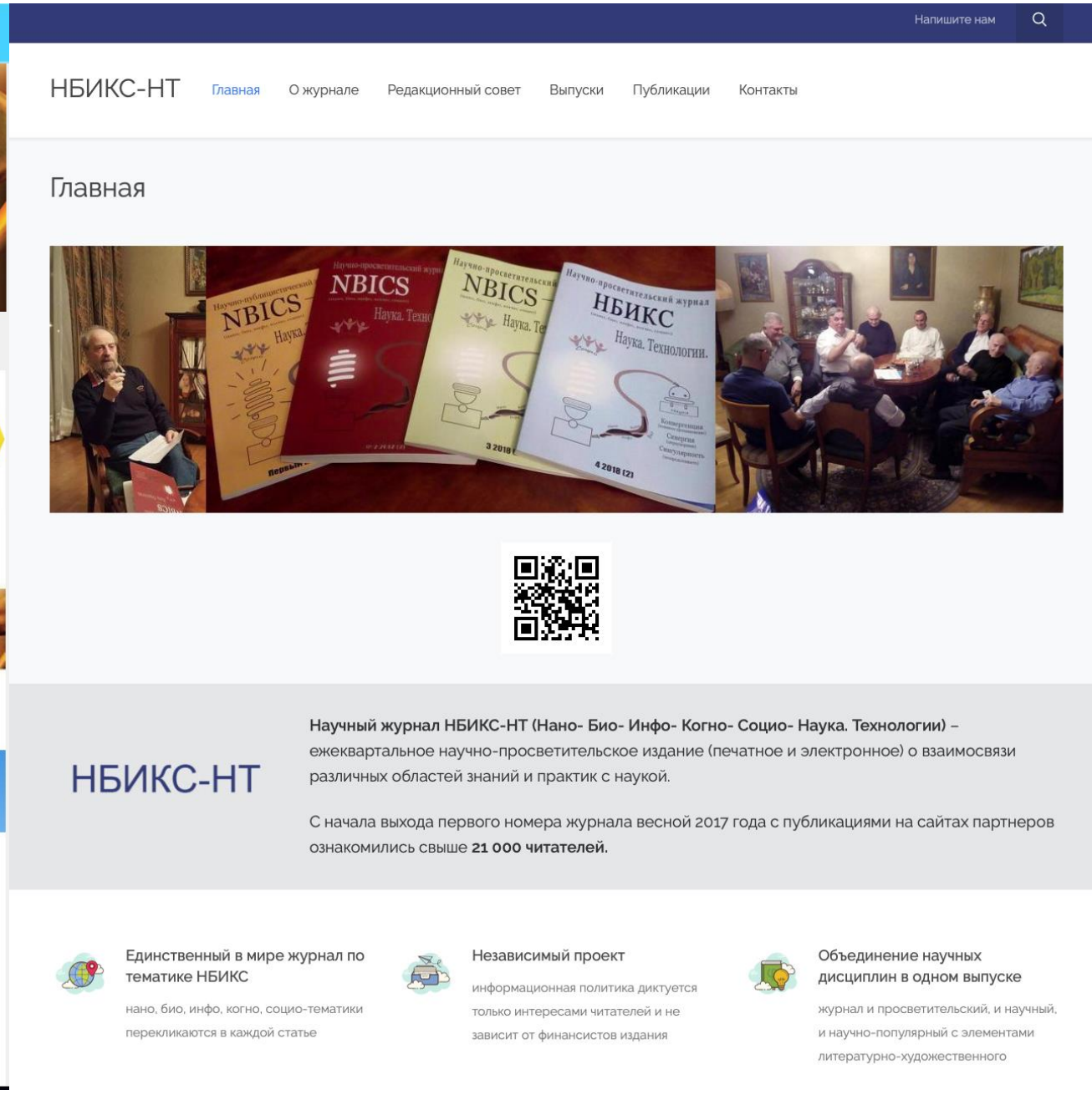


Your AFM & Raman Company

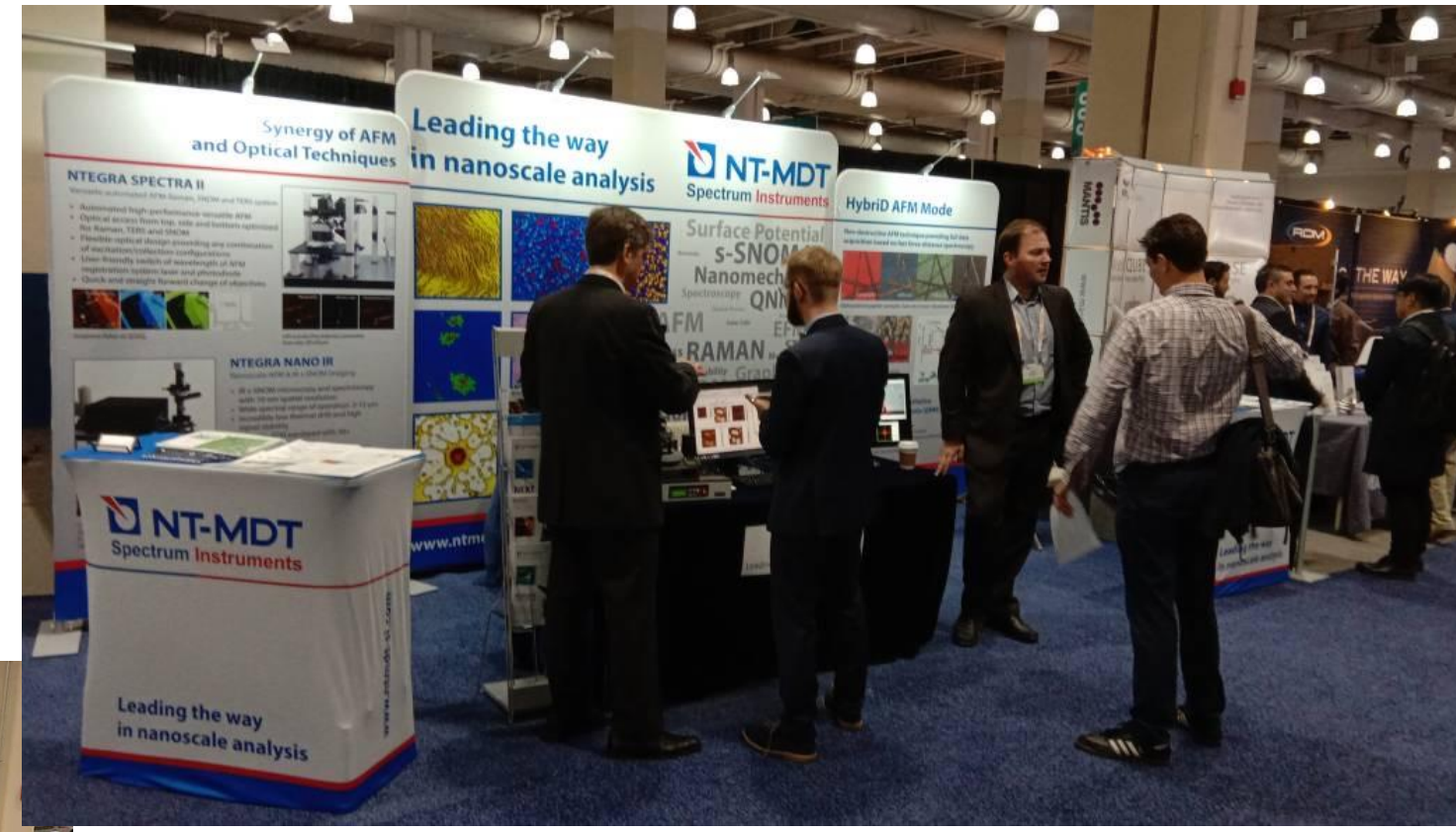


ДНК на слюде

NT-MDT Spectrum Instruments



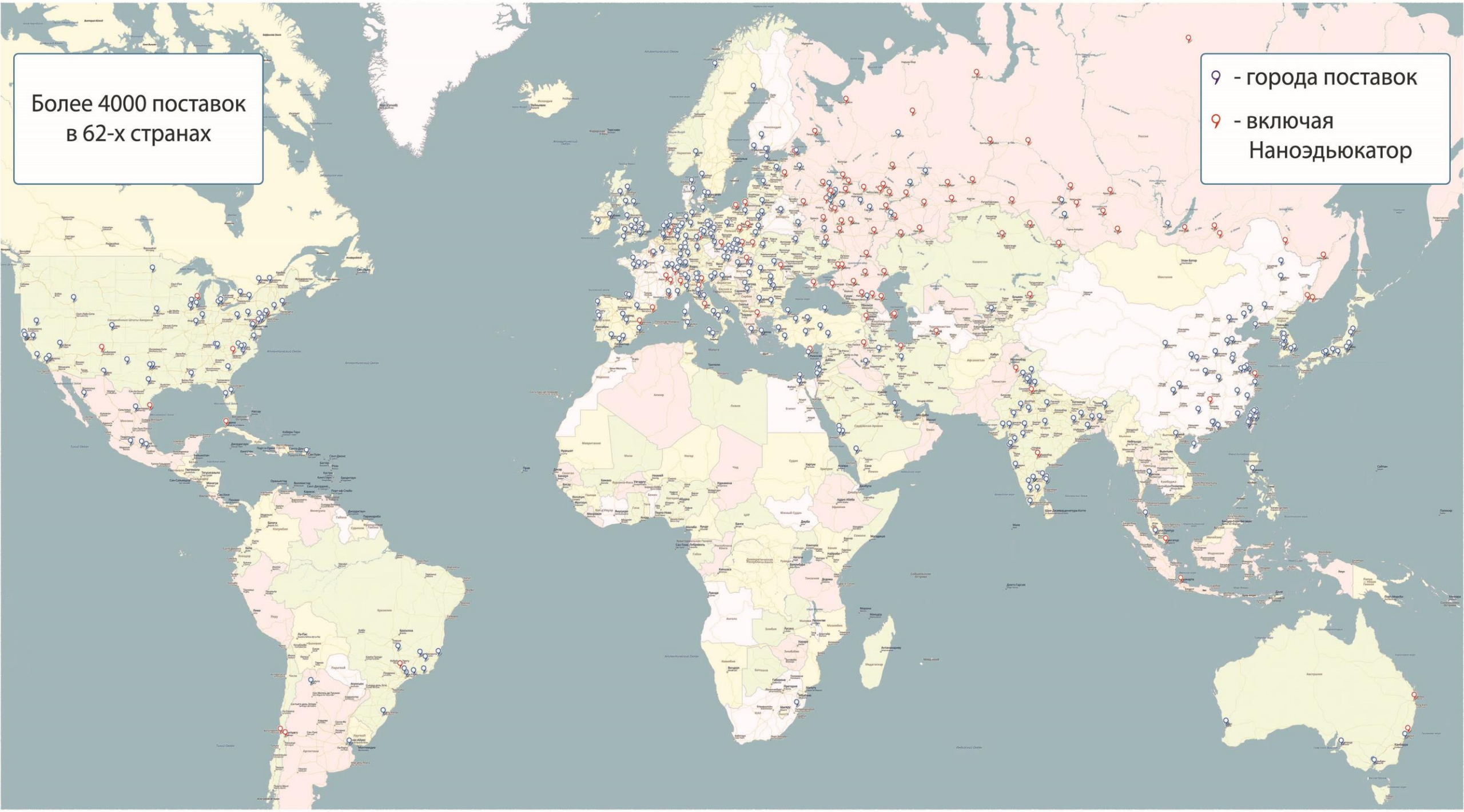
NT-MDT SI на MRS-2018 (25 - 30 ноября 1918)

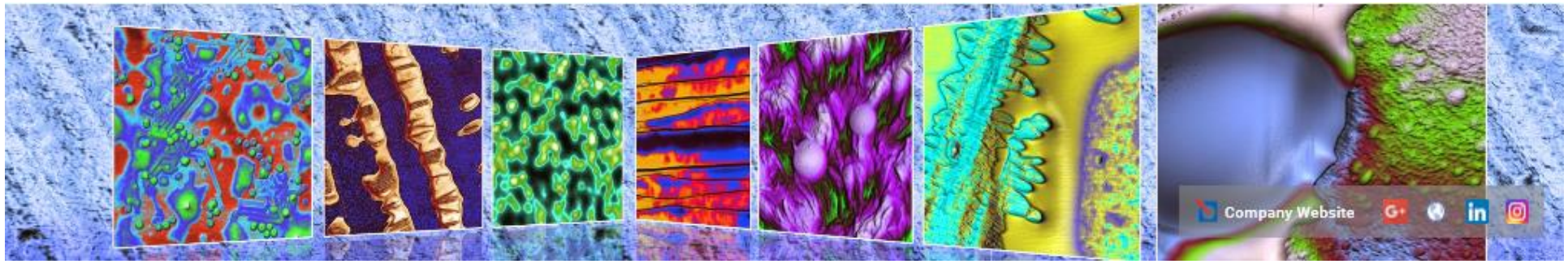


Офисы NT-MDT Spectrum Instruments

NT-MDT Spectrum Instruments

География поставок оборудования по России и миру





Follow us in social networks!

#NTMDT