



ОДО «МИКРОТЕСТМАШИНЫ»

**УСТРОЙСТВО ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ
МОНОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ПЛЕНОК**

LT-211

Руководство по эксплуатации

2024

Устройство для нанесения мономолекулярных пленок LT-211: Руководство по эксплуатации. – Гомель: ОДО Микротестмашины, 2024. – 28 с.



Внимание! Ввиду постоянных улучшений устройства и обновления механической части, электроники и управляющей программы, могут существовать некоторые различия между реальным исполнением и данной инструкцией, что, однако, не означает ухудшение качества данного прибора.



ОДО «Микротестмашины»,
г. Гомель 246003, Беларусь
Tel./Fax: +375 232 715463
E-mail: microtm@mail.ru

- © Текст: А. А. Суслов, Г. К. Жавнерко, 2007–2024
Иллюстрации и компоновка текста: А. А. Суслов, 2007–2024
© Графический пользовательский интерфейс программного обеспечения: Д. И. Шашолко, А. В. Буткевич, 2002–2024
Консультации по программным алгоритмам и интерфейсу: Г. К. Жавнерко, В. В. Чикунев, А. А. Суслов, 2002–2024
© ОДО «Микротестмашины», 2002–2024

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	4
1.1	Л-Б ванна	4
1.2	Датчик поверхностного натяжения	6
1.3	Механизм погружения/подъема	8
1.4	Блок электроники	9
2	ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ УПРАВЛЕНИЯ LT-211	11
2.1	Главное окно	11
2.2	Панель параметров эксперимента.....	13
2.3	Панели управления.....	15
2.3.1.	Панель ручного управления: LB Manual Control	15
2.3.2.	Панель управления измерением изотермы: Isotherm.....	17
2.3.3.	Панель управления осаждением: Deposition	17
2.3.4.	Панель настройки параметров обратной связи для процедуры осаждения: Deposition feedback	19
2.3.6.	Панель калибровки устройства Calibrate Device	20
2.4	Окно визуализации	21
2.5	Панели конфигурации.....	22
3	ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА С УСТРОЙСТВОМ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ МОНОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ПЛЕНОК LT-211	23
3.1	Включение установки и ее калибровка	23
3.2	Измерение изотерм сжатия.....	25
3.3	Обработка данных	26

1 ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Установка предназначена для проведения исследований процесса формирования мономолекулярной пленки на жидкой поверхности, а также для нанесения на твердые поверхности мономолекулярных пленок методом Ленгмюра–Блоджетт.

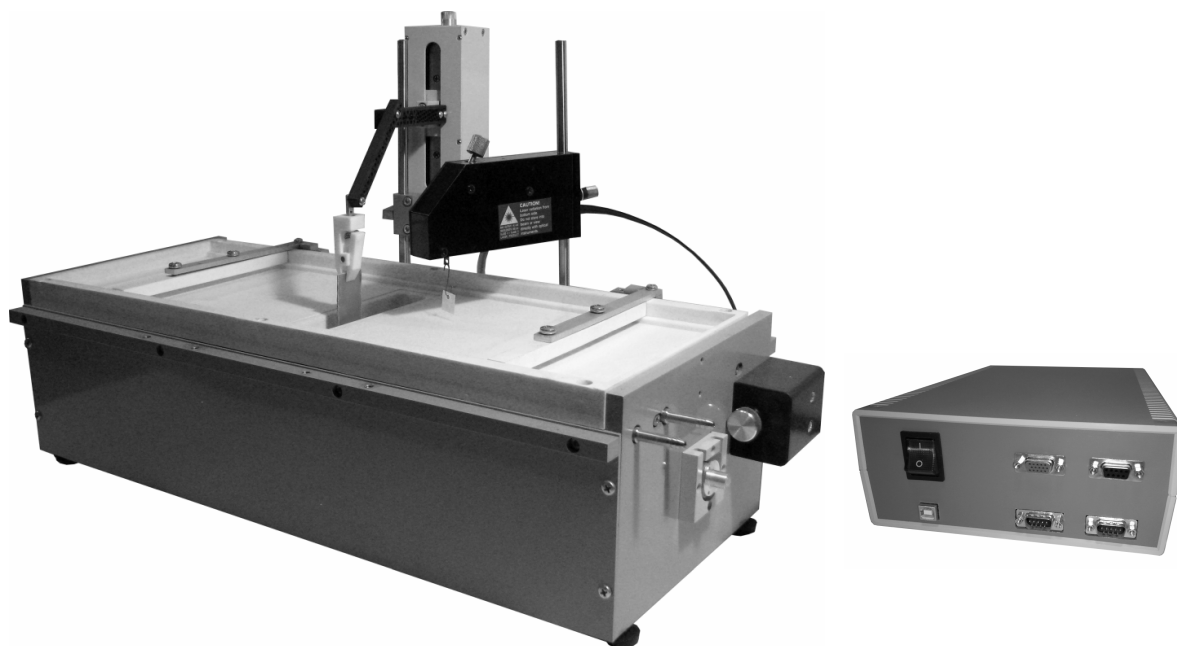


Рис. 1.1. Общий вид установки для нанесения мономолекулярных пленок методом Ленгмюра–Блоджетт: Л-Б ванна (слева), блок электроники (справа).

В комплект установки для нанесения мономолекулярных пленок методом Ленгмюра–Блоджетт (Л-Б ванна) (рис. 1.1) входят следующие компоненты:

1. Л-Б ванна;
2. Датчик поверхностного натяжения;
3. Механизм погружения/подъема образца;
4. Блок электроники с соединительными кабелями.

Для исполнения программного обеспечения управления устройством блок электроники необходимо подключить к персональному компьютеру с операционной системой класса Win32 и имеющему свободный USB-порт.

1.1 Л-Б ванна

Схема Л-Б ванны приведена на рис. 1.2. Собственно ванна – емкость, изготовленная из фторопласта. Площадь свободной поверхности жидкости в ванне – 830 см^2 ($490 \times 170 \text{ мм}$), максимальная глубина рабочей области 14 мм. Площадь свободной поверхности, ограниченная барьерами, составляет 800 см^2 . Ванна вмещает $1200\text{--}1500 \text{ см}^3$ жидкости. Изменяемая поверхность свободной поверхности жидкости в ванне 600 см^2 . В центре рабочей области ванны

размещается углубление для погружения размером 28x130x110 мм (ш-г-в), что позволяет наносить слои вещества на подложки с максимальными размерами около 26x128x120 мм (ш-г-в).

Барьеры для ограничения свободной поверхности жидкости изготовлены из фторопласта и скользят внутри бортов ванны. Каждый из барьеров может перемещаться от внешнего края фторопластовой емкости до углубления для погружения (колодца).

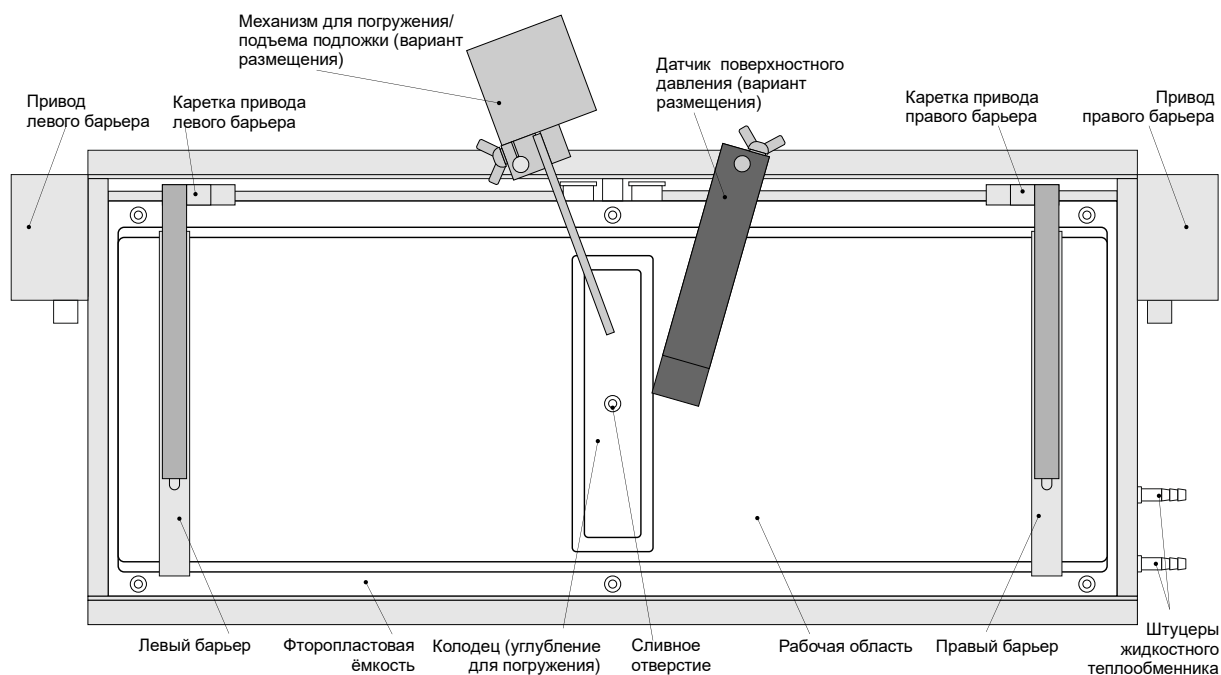


Рис. 1.2. Схема (в плане) установки для нанесения моно- и мультимолекулярных пленок методом Ленгмюра–Блоджетт.

Фторопластовая емкость крепится на раме из алюминиевого сплава, на которой в свою очередь установлены механизмы горизонтального перемещения барьеров. Привод осуществляется шаговыми двигателями, обеспечивающими точное горизонтальное позиционирование барьеров. Опционально на правой стенке устройства может размещаться встроенный перистальтический насос для обеспечения дополнительных сервисных функций (рис. 1.3). Базовая плита рамы, на которой сверху монтируется фторопластовая ванна, выполнена как жидкостной теплообменник, позволяющий регулировать температуру жидкой фазы в ванне. Штуцеры с внешним диаметром 6 мм для впуска и выпуска жидкого теплоносителя расположены с правой стороны ванны.

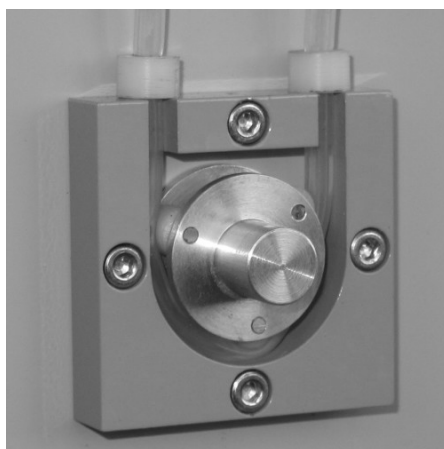


Рис. 1.3. Корпус встроенного перистальтического насоса на правой стенке устройства с заправленным шлангом (опция).

На вертикальных стойках, смонтированных на рейках вдоль длинных бортов снаружи ванны, размещаются датчик поверхностного давления и механизм погружения/подъема образцов. Другие дополнительные модули и сервисные устройства также могут монтироваться на этих рейках.

1.2 Датчик поверхностного натяжения

Датчик поверхностного натяжения служит для измерения поверхностного натяжения жидкости и далее – для формирования сигнала ошибки, определяющего работу системы обратной связи установки. Датчик устанавливается на вертикальной стойке. Пример размещения приведен на схеме на рис. 1.2. Кабель от датчика подключается к соответствующему разъему на блоке электроники устройства.

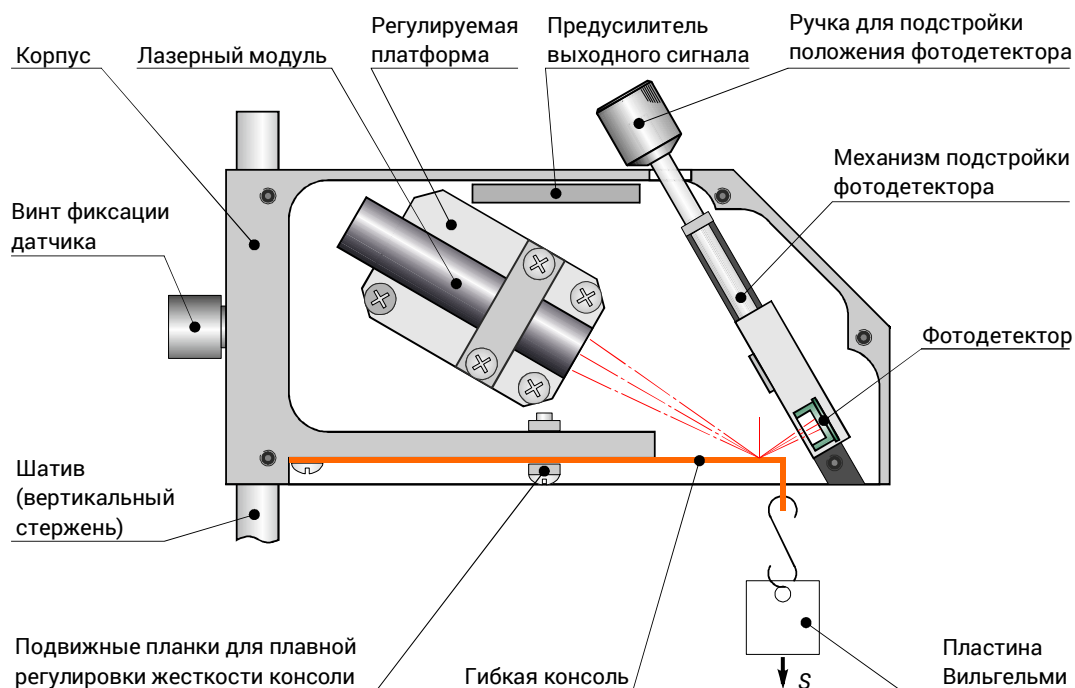


Рис. 1.4. Схема датчика поверхностного натяжения.

Схема конструкции датчика поверхностного натяжения приведена на рис. 1.4. Чувствительный элемент датчика представляет собой гибкую консоль (листовая пружина). Ее изгиб зависит от силы S , с которой поверхность жидкости воздействует на погруженную в нее пластину Вильгельми (из фильтровальной бумаги), прикрепленную к свободному концу консоли. Изменение поверхностного натяжения изменяет силу S и, соответственно, отклонение свободного конца консоли от его предустановленного нейтрального положения в вертикальном направлении. Размер пластины должен быть 14x14 мм, чтобы обеспечить площадь около 200 мм² (эта величина принята за стандарт для измерительной системы устройства)

Для детектирования отклонения гибкой консоли применяется лазерно-лучевая схема (рис. 1.4.). Она включает также лазер и двухсекционный фотодетектор. Лазерный луч от источника, нацеленного на зеркало, закрепленное на свободном конце консоли, отражается на двухсекционный фотодетектор. При изменении изгиба консоли отраженный луч изменяет свое положение на фотодетекторе, что приводит к перераспределению сигналов от его верхнего и нижнего сегментов. Электронная схема сравнивает сигналы от верхнего и нижнего сегментов фотодиода и определяет величину отклонения (изгиба), и, соответственно, изменение поверхностного натяжения.

Конструкция датчика поверхностного натяжения предусматривает плавное регулирование жесткости гибкой консоли путем изменения ее рабочей длины перемещением специальной фиксирующей планки (рис. 1.4.). Жесткость гибкой консоли может также быть изменена установкой другой пружины с отличающейся толщиной, шириной или изготовленной из другого материала. Комбинирование этих двух способов подстройки дает возможность подобрать консоль с необходимыми параметрами.

Источник лазерного излучения датчика представляет собой лазерный модуль, установленный на поворотной платформе. Лазерный модуль включает стабилизирующую цепь питания, лазерный диод и набор линз, собранных в цилиндрическом корпусе. Характеристики лазерного модуля следующие:

длина волны генерируемого излучения 650 нм $\pm 5\%$,
 мощность лазерного излучения диода 5 мВт,
 напряжение питания 5 В пост. тока.

Положение платформы с лазерным модулем может регулироваться для точного нацеливания лазерного луча на зеркало на консоли. С помощью регулировочных винтов, а также поворотом платформы вокруг своего центра осуществляется подстройка при нацеливании на зеркало и выведение в плоскость фотодетектора.

Фотодетектор смонтирован в механизме, обеспечивающем позиционирование центра фотодиода напротив лазерного луча, отраженного от зеркала на конце консоли. Подстройка положения фотодетектора производится с помощью ручки сверху на корпусе датчика. Внутри датчика поверхностного давления вблизи фотодетектора также установлен предусилитель, предназначенный для первичного усиления и обработки сигналов от сегментов фотодиода.

Механическая регулировка положения фотодатчика обеспечивает правильное нацеливание чувствительной области фотодатчика на лазерный луч, отраженный от тыльной стороны гибкой консоли (рис. 1.4). Регулировка положения фотодатчика производится поворотом ручки, расположенной сверху на датчике поверхностного давления (рис. 1.4). Правильная регулировка сводится к расположению пятна отраженного лазерного луча справа от центральной линии чувствительной области фотодатчика.

Проведение этой процедуры контролируется с помощью панели калибровки программы управления устройством. При первичной регулировке системы лазерного детектирования (т. е. положения фотодетектора) рекомендуется визуально проверить положение пятна лазерного луча на чувствительной области фотодетектора – оно должно попадать на правую группу светочувствительных сегментов и располагаться на горизонтальной линии раздела, как показано на рис. 1.5. Для получения максимального выходного сигнала следует избегать пересечения пятном вертикальной линии раздела сегментов.

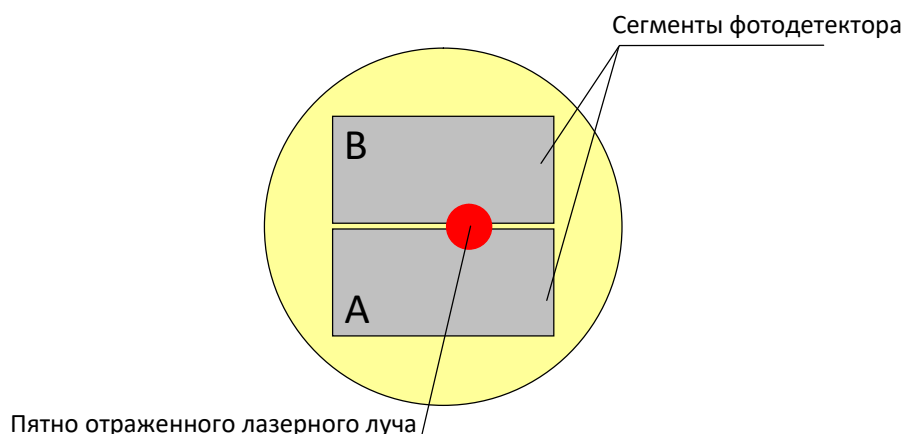


Рис. 1.5. Правильное расположение пятна отраженного лазерного луча на чувствительной области фотодетектора.

После окончания регулировки положения фотодетектора рекомендуется проверить диапазон выходного сигнала датчика. Эта процедура выполняется с ненагруженной консолью датчика небольшим вращением винта регулировки фотодетектора по и против часовой стрелки от его отрегулированного положения. Показания соответствующего индикатора в программе управления должны изменяться при вращении винта в обоих направлениях. После проверки

следует снова установить фотодатчик в отрегулированное положение (т. е. в общем случае до равных сигналов от сегментов).

1.3 Механизм погружения/подъема

Механизм погружения/подъема предназначен для контролируемого подъема образца из ванны. Он устанавливается на вертикальной стойке согласно примеру на рис. 1.2.

Схема механизма погружения/подъема представлена на рис. 1.6. Он обеспечивает вертикальное перемещение кронштейна с присоединенным к нему образцом (подложкой) в пределах 85 ± 2 мм.

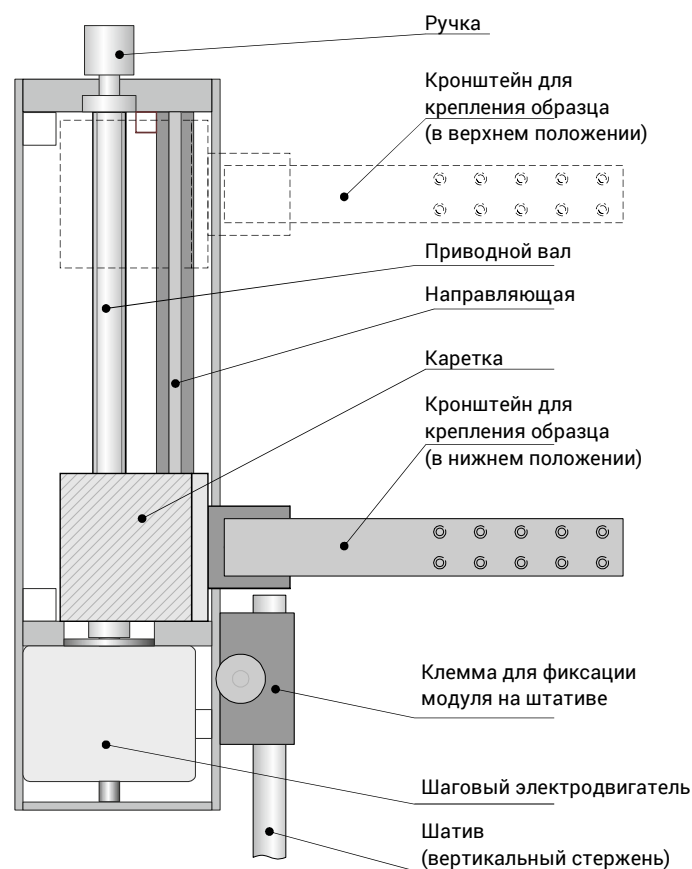


Рис. 1.6 – Схема механизма погружения/подъема.

Для фиксации подложки на кронштейне используется держатель (Рис. 1.7). При необходимости сориентировать плоскость, в которой фиксируется образец (подложка), корпус держателя может быть повернут на своей оси в требуемое положение. Также, сориентировать и разместить в оптимальном положении фиксируемый держателем образец можно используя многочисленные монтажные отверстия на кронштейне механизма погружения/подъема и вспомогательной планке, на конце которой закрепляется ось держателя.

Механизм погружения/подъема приводится в движение шаговым двигателем, управляемым блоком электроники. Электрический кабель от механизма погружения/подъема подсоединяется к соответствующему разъему на блоке электроники. При необходимости, вращением ручки, расположенной на верхней крышке модуля, можно перемещать кронштейн без использования блока электроники или программы управления на компьютере.



Рис. 1.7 – Держатель для фиксации подложки.

Механизм погружения/подъема закрепляется на штативе с помощью клеммы, расположенной на передней стенке модуля. При необходимости, например, обеспечить удобный доступ к винту фиксации на клемме допускается перестановка данной клеммы с левой на правую сторону передней стенки модуля.

1.4 Блок электроники

Блок электроники обеспечивает непосредственное управление электронными и электро-механическими системами ванны, преобразование измеряемых данных и связь устройства с персональным компьютером, на котором выполняется программа управления работой ванны. К блоку электроники подключаются специализированные кабели от ванны и ее внешних модулей, а сам блок электроники соединяется с компьютером USB-кабелем (тип Am-Bm). Питание блока управления осуществляется от сети переменного тока с напряжением 230 В и частотой 50 Гц при помощи кабеля питания. Все кабели входят в комплект поставки. Включение/выключение блока производится выключателем на его передней панели.



ВНИМАНИЕ! Розетка должна иметь надежное заземление. Если розетка не заземлена, чтобы предотвратить поражение электрическим током, необходимо обеспечить надежное заземление блока управления и ванны

Размещение элементов на передней и задней панелях блока электроники представлено, соответственно, на рис. 1.8 и рис. 1.9.



ВНИМАНИЕ! Подсоединение и отсоединение всех специализированных кабелей управления и шнура питания необходимо производить при отключенном выключателе питания на блоке электроники.

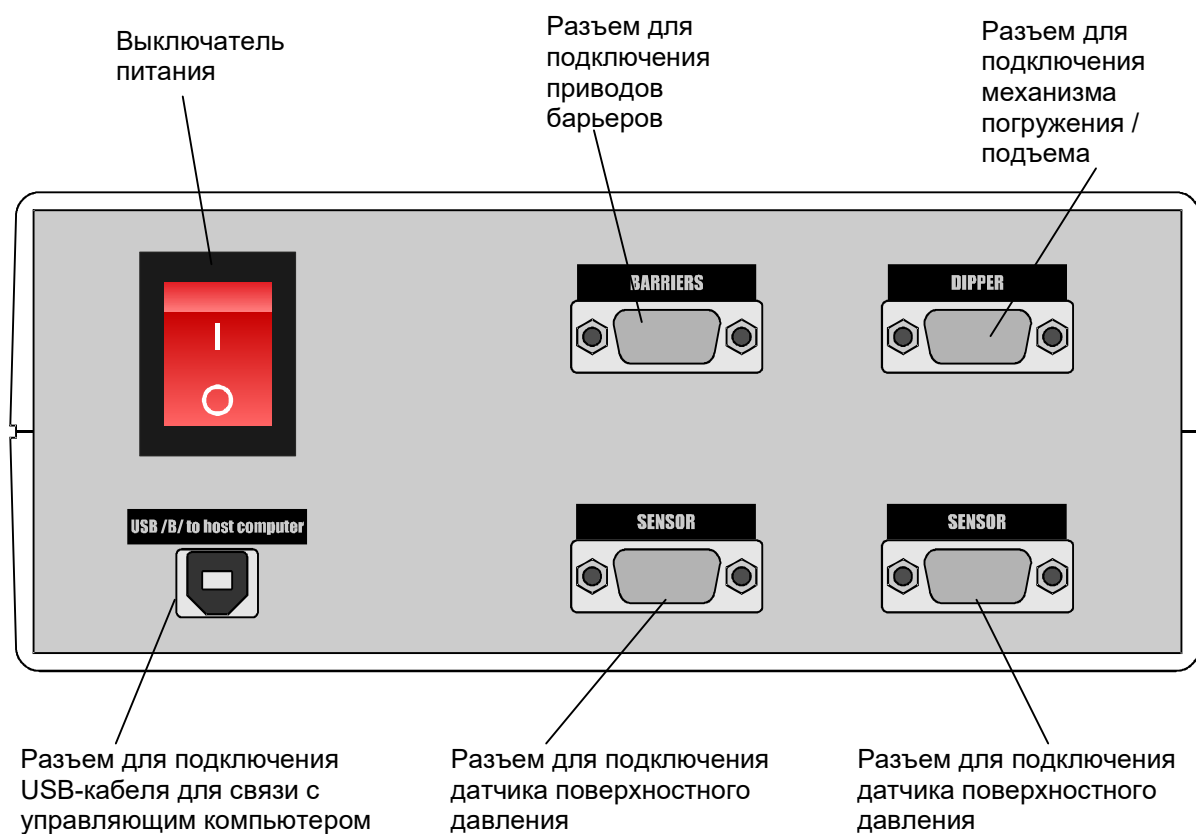


Рис 1.8. Передняя панель блока электроники.

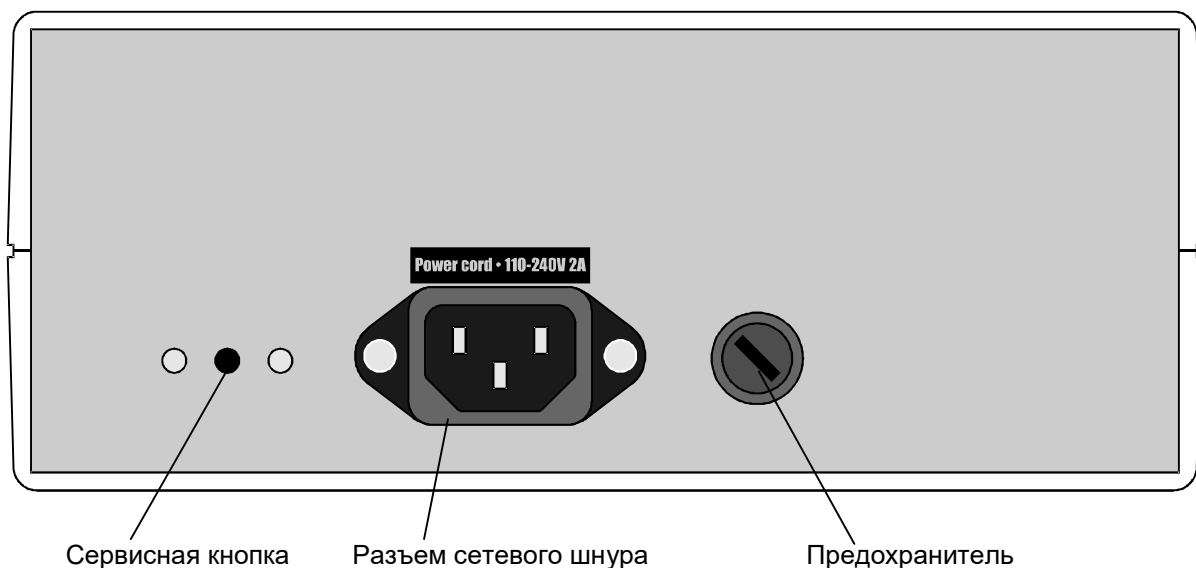


Рис 1.9. Элементы задней панели блока электроники.

2 ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ УПРАВЛЕНИЯ LT-211

Экспериментальное устройство для нанесения мономолекулярных пленок LT-211 работает под управлением специализированного программного обеспечения **LB Trough control** в операционной системе Windows. Программа **LB Trough control** запускается файлом `lbt.exe` в папке, где находится программное обеспечение на жестком диске или другими способами, используемыми в операционной системе Windows (например, двойным щелчком по иконке на рабочем столе).

2.1 Главное окно

После запуска **LB Trough control** на экране монитора отображается главное окно программы (Рис. 2.1). Вверху главное окно содержит линейку меню, под линейкой меню - панель инструментов, в средней части – рабочая область и линейка состояния в основании. Рабочая область – это место, где панели управления и другие элементы интерфейса (окна визуализации, диалоги) размещаются для операций с устройством и измеренными данными.

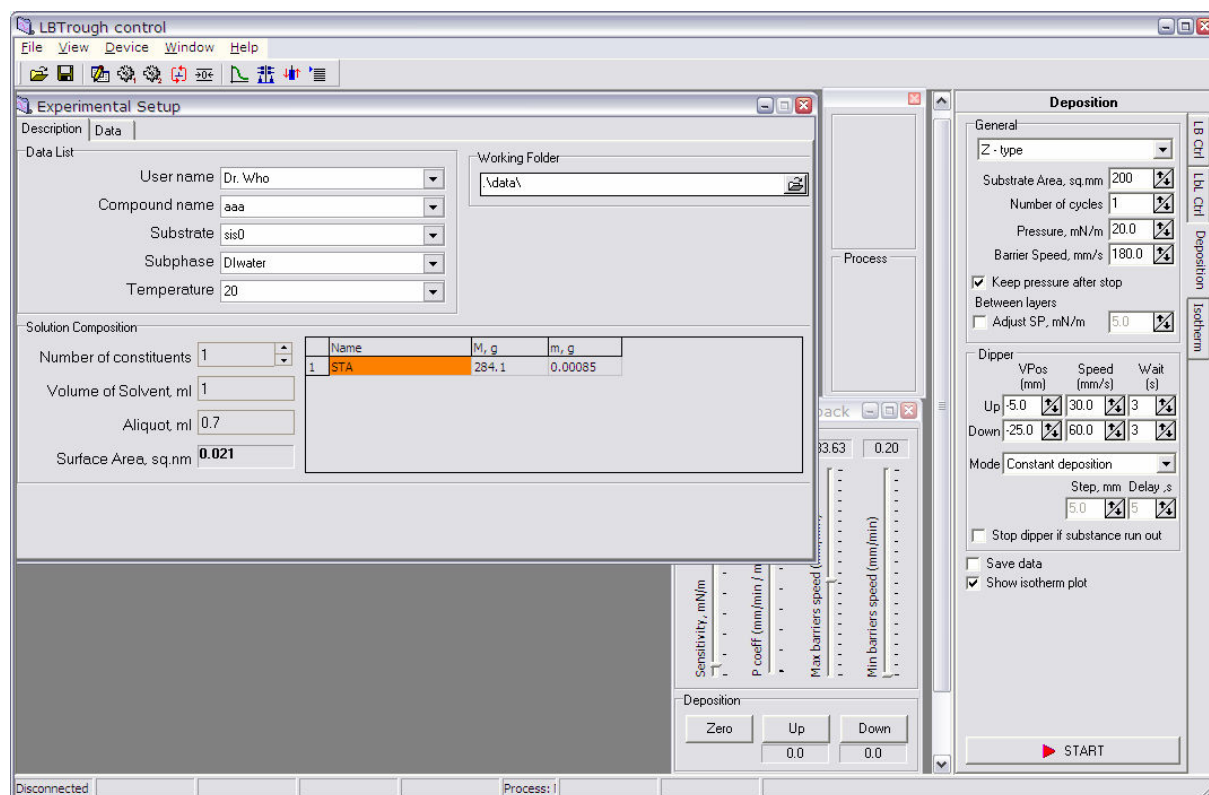


Рис. 2.1 – Главное окно программы **LB Trough control**.

Панели управления могут быть пристыкованы к правой границе рабочей области (Рис. 2.1) при необходимости очистки пространства для других задач. Для пристыковки к группе

протяните панель к правому краю рабочей области, а для отстыковки – от состыкованной группы в нужное место. Каждая панель может быть свернута и, при необходимости, развернута.

Меню обеспечивает доступ ко всем функциям программы. Пункт меню 'File' содержит команды, необходимые для действий с файлами, общие параметры настройки программы и команду выхода (рис. 2.2 а). Пункт меню 'View' содержит команды вывода на экран специализированных панелей управления для операций с устройством. Пункт меню 'Device' обеспечивает команды для операций с аппаратными средствами: соединение с устройством, отсоединение устройства, инициализация устройства, и параметры настройки для порта коммуникации.

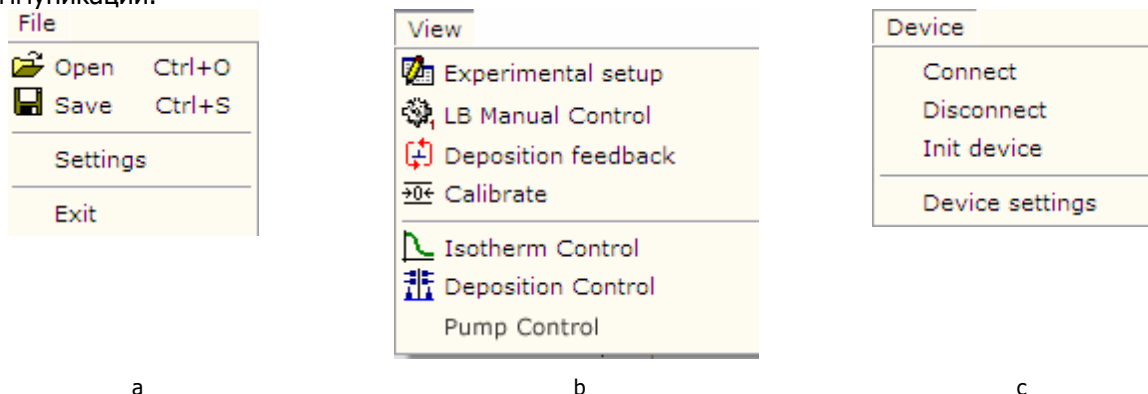


Рис. 2.2 – Содержимое пунктов меню 'File' (а), 'View' (b) и 'Device' (c).

Пункт меню 'Window' содержит стандартные команды для действий с открытыми окнами в рабочей области программы. В пункте меню 'Help' содержится информация о происхождении и поддержке программы, а также непосредственно о самой программе.

Панель инструментов содержит кнопки для быстрого доступа к главным операциям: сохранению файла, открытию диалогов, активации специализированных панелей управления, необходимых для работы с устройством (рис. 2.3). Панель инструментов может быть отделена от области панелей под линией меню и помещена как всплывающая панель в пределах рабочего стола.

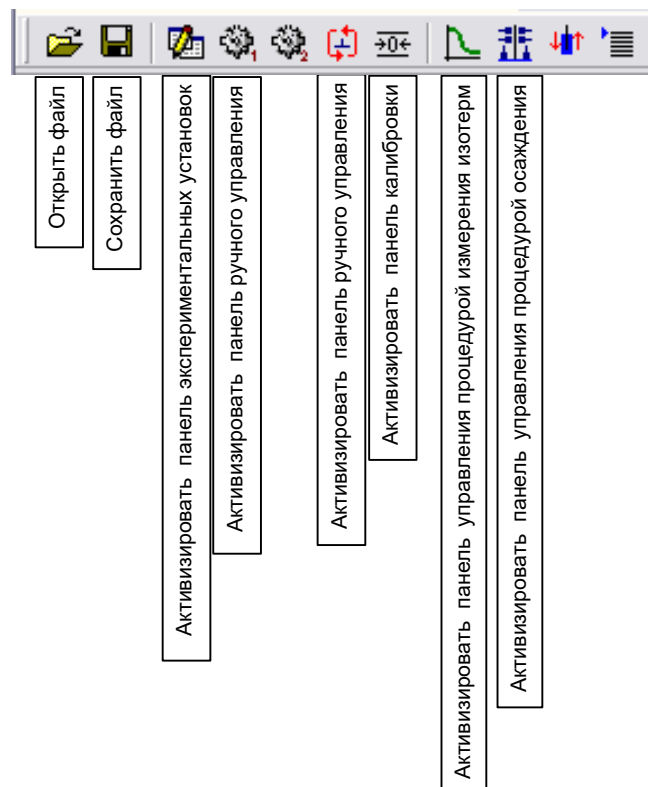


Рис. 2.3 – Функции кнопок панели инструментов.

У нижней границы главного окна программы расположена линейка состояния (рис. 2.4). Она представляет следующую информацию:

- текущее состояние соединения с устройством (**Connected** или **Disconnected**);
- текущее показание датчика поверхностного давления (**SP:###**);
- текущее положение барьера (**BPos: ###**);
- текущее значение площади свободной поверхности жидкости (**Square: ###**);
- текущее положение механизма погружения/подъема (**DPos: ###**);
- процесс, выполняемый в настоящее время, или индикатор его завершения (**Process: <Description>**).

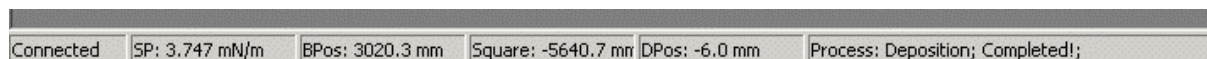


Рис. 2.4 – Пример линейки состояния.

Главная индикаторная панель всегда видна в рабочей области программы (Рис. 2.5 слева). Она повторяет информацию, отображаемую в линейке состояния:

- текущее показание датчика поверхностного давления (SP);
- текущее суммарное положение барьеров (BPos);
- текущее значение площади свободной поверхности жидкости (Square);
- текущее положение механизма погружения/подъема (DPos);
- процесс, выполняемый в настоящее время, или индикатор его завершения (Process).

Индикаторная панель не имеет средств управления для скрытия и восстановления. Однако она не всегда на переднем плане и может перекрываться другими панелями.

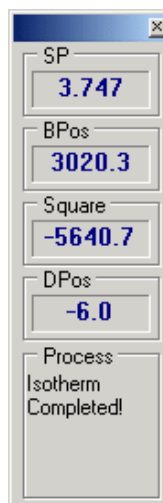


Рис. 2.5 – Главная индикаторная панель.

2.2 Панель параметров эксперимента

Панель параметров эксперимента (рис. 2.6) служит для организации измерений. Она всегда находится в рабочей области, однако может быть минимизирована. Две закладки панели содержат средства для описания измеряемых значений (**Description**) и средства контроля набора данных (**Data**).

Закладка **Description** обеспечивает:

- главное описание эксперимента (группа –Data List–);
- задание рабочей папки на жестком диске для хранения данных (группа –Working Folder–). Рабочую папку рекомендуется задать (ввести вручную, или выбрать из уже созданных) сразу, при первом запуске программы;

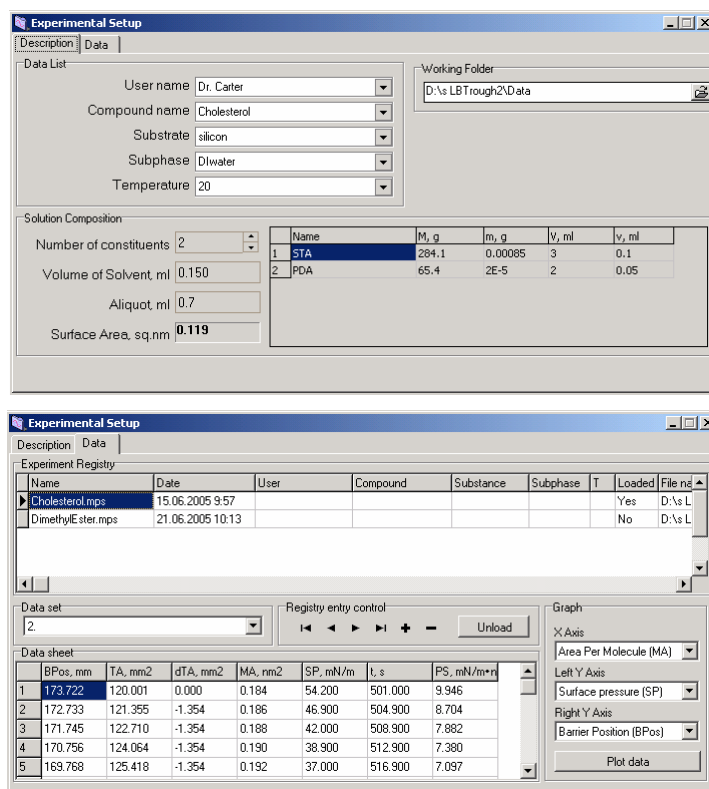
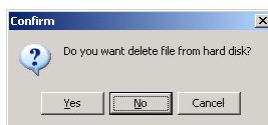


Рис. 2.6 – Панель параметров эксперимента с активизированной закладкой Description (вверху) и Data Sheet (внизу).

- описание осаждаемого вещества (группа –Solution Composition–). Закладка справа –Solution Composition– позволяет входить в информацию о компонентах осаждаемой смеси или единственном веществе, если количество компонентов (Number of constituents) равно 1.

Закладка **Data** обеспечивает:

- отображение списка экспериментальных установок, зарегистрированных в программе и их описание (группа –Experiment Registry–). Колонка закладки Loaded показывает состояние эксперимента в текущем сеансе. Для обработки данных эксперимента программой они должны быть загружены (см. описание средств управления ниже). В случае необходимости, значения в ячейках могут быть изменены вручную;
- переключение между списками экспериментальных установок (переключатель –Data set–). Каждый список экспериментальных установок (данные, полученные за один цикл) рассматривается как отдельный набор. Один файл может содержать серии списков экспериментальных установок.
- панель отображения выбранного списка экспериментальных установок (таблица –Data sheet–). В случае необходимости, значения в ячейках могут быть изменены вручную;
- контроль загрузки и выгрузки списков экспериментальных установок (группа –Registry entry control–). Стрелка позволяет переключаться между строками таблицы –Experiment Registry–. Кнопка добавляет новый список экспериментальных установок, выбранных в виде файла на жестком диске. Файл имеет расширение *.mps (MultiPurpose Set), и позволяет хранить неограниченное количество экспериментальных серий с произвольной организацией данных. Кнопка удаляет текущий список. После нажатия кнопки запрашивается подтверждение на удаление соответствующего файла с жесткого диска:



Если Вы хотите оставить файл на жестком диске, нажмите кнопку , после чего последует запрос на подтверждение удаления соответствующей записи, зарегистрированной в

программе.



После нажатия кнопки **OK** запись будет удалена.

- Кнопка **Load** / **Unload** позволяет загружать текущий список экспериментальных установок, если он был неактивен или выгружен, и был ранее загружен;
- вывод измеренных данных в графическом виде в отдельном окне (группа Graph). Переключатели в группе назначают любой тип данных, доступный в листе данных, нижней (X Axis), левой вертикальной (Left Y Axis) и правой вертикальной (Right Y Axis) осям. Для вызова графического окна и создания диаграммы нажмите кнопку **Plot data**.

2.3 Панели управления

Устройство для осаждения мономолекулярных пленок (или их мультислоев) управляется при помощи панелей управления (Рис. 2.7). Они приспособлены для выполнения следующих задач:

- **LB Manual Control** (LB Ctrl на пристыкованной закладке) – панель ручного управления движением барьеров и механизма погружения/подъема;
- **Isotherm** – панель управления процедурой измерения изотермы (Рис. 2.7 b);
- **Deposition** – панель управления процедурой осаждения вещества на подложку (Рис. 2.7 c);
- **Film preparation** (Film prep. на пристыкованной закладке) – панель управления опциональными подающими устройствами для автоматического формирования пленки вещества на поверхности жидкости-носителя в ванне (Рис. 2.7 d).

Также для проведения подготовительных операций и настроек используются вспомогательные панели:

- **Deposition feedback** – панель настройки параметров обратной связи для процедуры осаждения;
- **Calibrate device** – панель ввода калибровочных параметров устройства.

2.3.1. Панель ручного управления: LB Manual Control

Панель **LB Manual Control** (LB Ctrl на пристыкованной закладке) используется для ручного управления исполнительными механизмами – барьерами (Barrier Right/Left) и подъемником (Dipper), а также сервисными кнопками обнуления показаний датчика(-ов) поверхностного натяжения (Surface tension). Она разделена на соответствующие зоны. В верхней части каждой зоны отображаются текущие данные о соответствующем положении барьера (Barrier position) или каретки подъемника (Position, mm) и его скорости (Barrier speed или Speed).

В каждой зоне размещены кнопки ручного управления шаговыми двигателями. Они позволяют перемещать соответствующий барьер (каретку подъемника) без контроля обратной связи. Эта функция предназначена для быстрого перемещения барьеров к позиции, необходимой оператору, например для очистки ванны или замены образца. Кнопки управления имеют следующие функции:



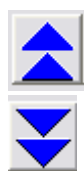
(стрелка влево) – начать движение барьера влево;



(стрелка вправо) – начать движение барьера вправо;



(знак «стоп») – остановить движение;



(стрелка вверх) – перемещение каретки подъемника вверх;

(стрелка вниз) – перемещение каретки подъемника вниз.

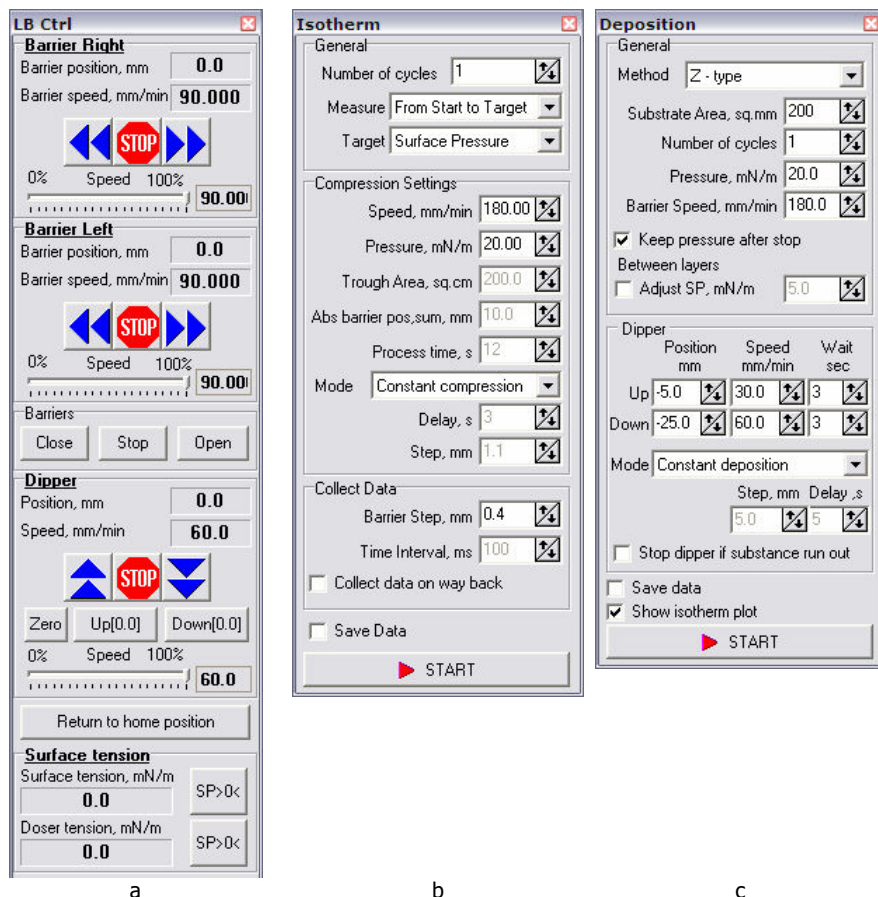


Рис. 2.7 – Панели ручного управления (а), управления процедурой измерения изотермы (b), управления процедурой осаждения (с), управления подающими устройствами (d).

Регулятор под кнопками ручного управления позволяет задавать необходимую скорость данному механизму.

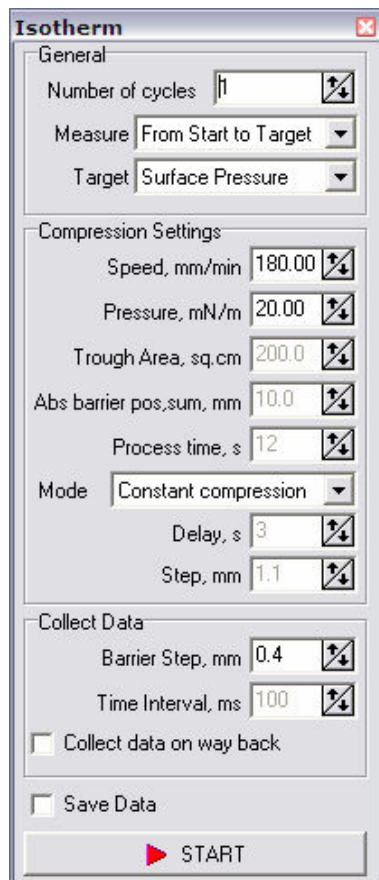
Кнопки **Close**, **Stop**, **Open** в зоне Barriers используются для запуска сжатия (Close) или разведения (Open) двух барьеров одновременно либо их одновременной остановки (Stop).

В зоне управления подъемником Dipper также находятся сервисные кнопки интерактивного задания границ перемещения каретки: кнопка **Zero** программно обнуляет положение каретки (устанавливает текущее положение как нулевое), кнопки **Up** и **Down** при их нажатии принимают текущее положение, соответственно, за верхнюю или нижнюю границу перемещения каретки подъемника (аналогично параметрам Up-VPos и Down-VPos в зоне Dipper панели **Deposition**). При этом необходимое положение каретки для задания нуля и верхней и нижней границ для подъемника может достигаться в т.ч. перемещением каретки в ручном режиме (нажатием кнопок ВВЕРХ или ВНИЗ в панели **LB Manual Control** / LB Ctrl).

Кнопка **Return to home position** при ее нажатии запускает перемещение каретки подъемника и барьеров в их аппаратное нулевое положение – максимальное верхнее положение в подъемном механизме и максимальное раскрытое (разведенное) положение для барьеров (фактически, до срабатывания соответствующих концевых выключателей).

2.3.2. Панель управления измерением изотермы: Isotherm

С помощью панели **Isotherm** осуществляется настройка и управление процедурой измерения изотерм.



В зоне General параметром Number of cycles задается количество циклов сжатия-разжатия пленки вещества (фактически – сведения-разведения барьеров).

Селектором Measure устанавливается схема измерения и записи изотермы:

- From Start to Target – от запуска до достижения целевого параметра;
- From Start to Stop – от запуска до ручной остановки;
- From Target to Stop – от положения, в котором выполняется целевое условие, до ручной остановки;
- From Target to Time – от положения, в котором выполняется целевое условие, до истечения заданного времени;
- Manual – ручной контроль за процессом измерения.

В селекторе Target выбираются целевые параметры – поверхностное давление (Surface Pressure), площадь поверхности (Trough Area), положение барьера (Barrier Position).

В зоне Compression Settings сгруппированы поля для настройки целевых параметров, задаваемых селектором Target – давление (Pressure), площадь поверхности (Trough Area), позиция барьера (Barrier Position), время процесса (Process time). Селектор Mode задает метод сжатия – постоянное (Constant compression) или ступенчатое (Stepwise compression). В случае ступенчатого сжатия под селектором метода активируются поля для задания шага ступени (Step) и времени

задержки между ступенями (Delay).

В зоне Collect Data задаются параметры сбора данных для вывода их на график изотермы. В частности, параметр Barrier Step определяет, с каким шагом перемещения барьеров данные будут регистрироваться на графике.

При включенной опции Collect data on way back данные будут регистрироваться в том числе и при разведении барьеров.

Включение опции Save Data позволяет автоматизировать запись экспериментальных данных в реестре программы, которые далее появляются в списке экспериментов панели параметров эксперимента, и сохранять собранные данные в файле на жестком диске.

Кнопка Start внизу панели служит для запуска процедуры после задания необходимых рабочих параметров. Выполнение процедуры можно остановить вручную повторным нажатием этой же кнопки, надпись на которой изменяется на Stop.

2.3.3. Панель управления осаждением: Deposition

В панели **Deposition** производится настройка и управление процедурой осаждения вещества, распределенного на поверхности жидкости-носителя, на твердую подложку.

В зоне –General– производятся настройки общих параметров процедуры. В селекторе Method, расположенном в верхней части панели, устанавливается метод нанесения соответственно типу осаждаемого на подложку слоя:

- X-type – нанесение вещества при погружении подложки в жидкость.
- Y-type – нанесение вещества как при погружении, так и при извлечении подложки из жидкости.
- Z-type – нанесение вещества при подъеме подложки из жидкости.

- HP-type – нанесение вещества горизонтальным осаждением (методом слива жидкости).
- Manual – пользовательский режим с управлением подъемником.

Параметр Substrate Area, sq.mm позволяет внести в систему данные о площади поверхности подложки, на которую наносится вещество в ванне. Данное значение используется системой для расчета коэффициента переноса вещества Transfer Ratio.

Number of cycles – число циклов осаждения мономолекулярных слоев. Соответственно, полимолекулярные слои осаждаются при двух и более числе циклов.

Pressure, mN/m – рабочее поверхностное давление пленки вещества в ванне, которое будет поддерживаться системой обратной связи перемещением барьеров.

Barrier speed, mm/min – скорость барьера при подготовительном перемещении, т.е. до достижения поверхностного давления, заданного параметром Pressure.

Опция Keep pressure after stop при ее активации используется для указания системе не раздвигать барьеры после окончания процедуры (выполнения заданного числа циклов нанесения). Барьеры при этом будут поддерживать заданное поверхностное давление и после подъема подложки из ванны (или погружения в ванну в зависимости от режима). Если опция Keep pressure after stop не будет активирована, то после завершения процесса осаждения по любой причине барьеры будут автоматически максимально разведены (открыты). Данная опция игнорируется, если выбран метод горизонтального осаждения (HP-type).

Опция Between layers (между слоями) определяет поведение системы в промежутках между нанесением отдельных слоев (если их два и более). При активации данной опции барьеры после нанесения каждого слоя будут перемещаться в положение, определяемое поверхностным давлением Adjust SP, nN/m, для реализации промежуточного хода. Перед нанесением очередного слоя при этом давление пленки вещества в ванне будет восстановлено до рабочего значения (т.е. заданного параметром Pressure, mN/m). Отключенная опция Between layers будет означать, что промежуточный ход подъемника при нанесении мультислойных покрытий на подложку будет выполняться при поддержании рабочего давления.

В зоне –Dipper– осуществляются установки параметров для механизма погружения/подъема подложки. Параметры VPos, Speed и Wait задают, соответственно, координаты вертикального положения каретки подъемника, скорость и время ожидания – в верхней строке (Up) для движения вверх (ожидание в верхней точке), а в нижней строке (Down) для движения вниз (ожидание в нижней точке).

Селектор Mode (Режим) устанавливает режим перемещения каретки подъемника. Режим Constant deposition – движение с постоянной скоростью (устанавливается параметром Speed). Режим Stepwise deposition – ступенчатое движение с равномерным перемещением на шаг Step, mm и задержками Delay, s между шагами, задаваемыми в полях ввода под селектором.

Опция Stop dipper if substance run out при активации позволяет остановить подъемник в случае, если наносимое вещество в ванне окончилось раньше, чем был осажден слой целиком. Т.е. барьеры достигли минимальной площади поверхности, а цикл осаждения слоя не завершился. В противном случае цикл осаждения будет продолжаться и после окончания наносимого вещества (т.е. после остановки барьеров в максимально сжатом положении).

Дополнительные опции в нижней части панели Deposition:

Save data (Сохранить данные) – при активировании дает системе указание автоматически записывать экспериментальные данные в реестре программы, которые далее появляются в списке экспериментов панели параметров эксперимента, и сохранять собранные данные в файле на жестком диске.

The screenshot shows the 'Deposition' dialog box with two main sections: 'General' and 'Dipper'.

General Section:

- Method: Z - type (dropdown)
- Substrate Area, sq.mm: 200 (spin box)
- Number of cycles: 1 (spin box)
- Pressure, mN/m: 20.0 (spin box)
- Barrier Speed, mm/min: 180.0 (spin box)
- ☒ Keep pressure after stop
- Between layers: ☐ Adjust SP, mN/m: 5.0 (spin box)

Dipper Section:

	Position mm	Speed mm/min	Wait sec
Up	-5.0	30.0	3
Down	-25.0	60.0	3

Mode: Constant deposition (dropdown)

Step, mm: 5.0 (spin box) Delay, s: 5 (spin box)

☐ Stop dipper if substance run out

☐ Save data

☒ Show isotherm plot

START button

Show isotherm plot (показать график изотермы) – при активировании выводит на экран график изотермы (зависимость поверхностного давления от площади свободной поверхности, приходящейся на одну молекулу) в процессе выполнения процедуры осаждения.

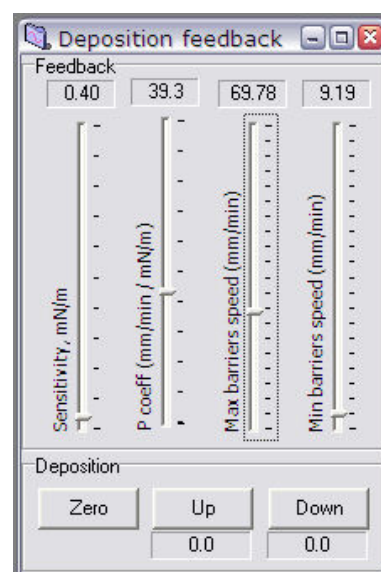
Кнопка **[Start]** внизу панели служит для запуска процедуры после задания необходимых рабочих параметров. Выполнение процедуры можно остановить вручную повторным нажатием этой же кнопки, надпись на которой изменяется на **[Stop]**.

Помимо параметров, настраиваемых на панели **Deposition**, система обратной связи устройства для реализации процедуры осаждения также использует дополнительные настройки, задаваемые пользователем во вспомогательной панели **Deposition feedback**.

2.3.4. Панель настройки параметров обратной связи для процедуры осаждения: Deposition feedback

Вспомогательная панель **Deposition feedback** предоставляет доступ к настройке параметров системы обратной связи, используемым при выполнении процедуры осаждения. В группе –Feedback– панели устанавливаются следующие параметры:

- Sensitivity, mN/m – порог чувствительности системы обратной связи. Регулируется как диапазон измерений датчика поверхностного натяжения, в пределах которых система обратной связи не будет реагировать на изменения. Более широкий диапазон (меньшая чувствительность) позволяет избежать реакции обратной связи на шумы. Однако следует помнить, что слишком большой диапазон параметра (заниженная чувствительность) приводит к ступенчатому осаждению. Поэтому необходимо найти баланс между высокой и низкой чувствительностью обратной связи;
- P coef (mm/min / mN/m) – пропорциональный коэффициент обратной связи. Определяет скорость реакции системы, т.е. как быстро будет восстановлено поддерживаемое устройством поверхностное давление в ванне, изменившееся вследствие переноса вещества на подложку в ходе процедуры осаждения.
- Max barriers speed (mm/min) – ограничение максимальной скорости движения барьера. Ограничение максимально возможной скорости барьера позволяет избежать его слишком быстрого ускорения.
- Min barriers speed (mm/min) – ограничение минимальной скорости движения барьера.



Группа –Deposition– в нижней части панели **Deposition feedback** содержит кнопки для интерактивного назначения границ перемещения каретки подъемника:

- **[Zero]** – принять текущее положение каретки подъемника за программный ноль координат. Для установки программного нуля необходимо переместить каретку вручную (кнопками на панели LB Ctrl) в нужную позицию и нажать кнопку **[Zero]**;
- **[Up]** – принять текущее положение каретки подъемника за верхний предел перемещения в координатах относительно установленного программного нуля. Для установки верхнего предела переместите каретку вручную (кнопками на панели LB Ctrl) в нужную позицию и нажать кнопку **[Up]**;
- **[Down]** – принять текущее положение каретки подъемника за нижний предел перемещения в координатах относительно установленного программного нуля. Для установки нижнего предела переместите каретку подъемника (кнопками на панели LB Ctrl) в необходимое положение и нажмите кнопку **[Down]**.

Все позиции, интерактивно назначенные на панели **Deposition feedback** автоматически переносятся в соответствующие места на панели **Deposition Control** для дальнейшей работы.

При выполнении процедуры осаждения (Deposition) система обратной связи регулирует скорость перемещения барьеров по сигналам от датчика поверхностного натяжения. Скорость

подъема/погружения при этом поддерживается постоянной, заданной параметром Deposition::Dipper::Speed (отдельно для движения каретки вверх Up и вниз Down)

В процессе выполнения процедур каждые 100 мс система обновляет скорость перемещения барьеров, рассчитывая ее на основе данных, получаемых от датчика поверхностного натяжения. Рассчитывается ошибка E между заданным SP_0 и текущим SP значениями поверхностного давления:

$$E = SP_0 - SP.$$

Если абсолютное значение ошибки превышает чувствительность

$$\text{abs}(E) > \text{sens},$$

то обновленное значение скорости барьера v при ненулевом E рассчитывается как

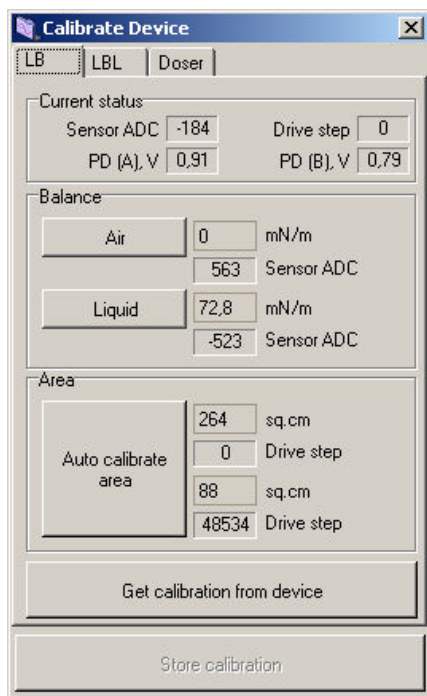
$$v = E * P,$$

где P – пропорциональный коэффициент. Данный коэффициент устанавливается регулятором P coef (mm/min / mN/m) в панели **Deposition feedback**, как и чувствительность системы.

Итоговое значение обновленной скорости барьера v определяется с учетом ограничений максимальной и минимальной скоростей (Max barriers speed и Min barriers speed) во избежание слишком быстрого ускорения барьера или появления колебательных эффектов.

2.3.6. Панель калибровки устройства Calibrate Device

Панель **Calibrate Device** обеспечивает доступ к процедурам калибровки измерительной системы устройства. Она позволяет правильно сопоставить относительные единицы, используемые системой, с физическими значениями силы, расстояния, площади и количества вещества. Для вызова панели необходимо выполнить команду *View > Calibrate* или нажать кнопку  в панели инструментов программы.



Группа –Current status– отображает текущие показания сенсора ADC, число шагов, сделанных шаговым двигателем, а также напряжение на выходах предусилителя, соответствующих сегментам А и В фотодиода датчика поверхностного натяжения (соответственно, PD (A), V и PD (B), V). Группа –Balance– содержит кнопки для установки минимального и максимального пределов измерений датчика поверхностного давления: *minimum* и *maximum* . (см. §3.2).

Для установки минимального значения поднимите датчик поверхностного натяжения так, чтобы полностью смоченная пластинка оказалась в воздухе, и нажмите кнопку **Air**. В окне справа от кнопки вручную вводится число, которое будет приниматься за минимальное значение поверхностного давления (обычно «0»).

Для установки максимального значения опустите датчик поверхностного натяжения так, чтобы пластинка датчика погрузилась в чистую жидкость и нажмите кнопку **Liquid**. В окне справа от кнопки вручную вводится число, которое будет приниматься за максимальное значение поверхностного давления (если жидкость – дистиллированная вода, то это значение «72.8»).

Группа –Area– обеспечивает автоматическую калибровку площади поверхности жидкости. После нажатия кнопки **Auto** калибруется область: барьеры автоматически расходятся до своих крайних положений, а затем сближаются до остановки, для определения количества шагов шагового двигателя, соответствующих наибольшему и наименьшему значению области свободной поверхности жидкости. В окнах справа от кнопок вручную вводятся числа,

соответствующие физическим значениям наибольшей (верхнее окно) и наименьшей (нижнее окно) области поверхности жидкости.

Для записи данных калибровки нажмите кнопку **Store calibration** на панели. Если калибровка минимума и максимума уже была сделана блоком управления, можно перенести ее данные в программу нажатием кнопки **Get calibration from device**. Однако калибровка области может быть произведена только при помощи программы.

2.4 Окно визуализации

При выполнении процедур измеренные данные графически отображаются в специализированном окне (Рис. 2.10).

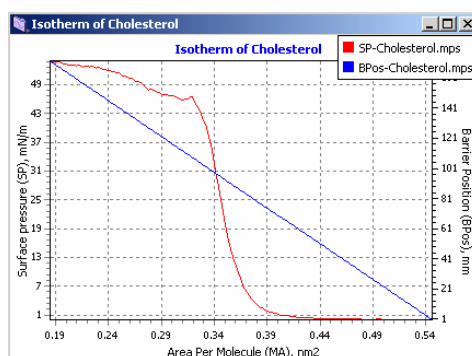


Рис. 2.10 – Пример представления информации в окне визуализации.

График изотермы строится в процессе осаждения и получения изотермы (рис. 2.10). Кривая строится как функция поверхностного давления (ось Y) от площади свободной поверхности, приходящейся на одну молекулу (ось X). Поверхностное давление (Surface pressure, mN/m) определяется устройством как разница между абсолютной величиной поверхностного натяжения для чистой жидкой среды (для воды это 72.8 мН/м.), и текущим значением поверхностного натяжения свободной поверхности жидкости:

$$SP = -(St - St_0).$$

Текущее поверхностное натяжение свободной жидкости измеряется датчиком (см. п. 1.2). Площадь свободной поверхности, приходящаяся на одну молекулу (Area per molecule, nm²), вычисляется, базируясь на положении барьера и количестве вещества, нанесенного на жидкую поверхность. Необходимые данные о веществе должны быть введены в группе –Solution composition– на панели **Experimental Setup** (закладка Description).

Окно визуализации выводится также для отображения ранее собранных данных при помощи утилиты в группе Graph закладки Data на панели **Experimental Setup** (рис. 2.6, снизу).

Включение процедуры осаждения выводит окно **Deposition** в дополнение к участку изотермы. В окне **Deposition** строится зависимость количества осажденного вещества (левая вертикальная ось Transfer) и отношения R/Z (количество осажденного вещества R к числу нанесенных слоев Z, (правая вертикальная ось R/Z)) от числа нанесенных слоев (горизонтальная ось).

2.5 Панели конфигурации

Для правильной настройки конфигурации аппаратных средств и непосредственно программы используются специализированные панели.

Перед проведением экспериментов с помощью установки должна быть выполнена настройка аппаратных средств для корректного соединения устройства и управляющего компьютера. Это производится при помощи панели **Setup** (рис. 2.11), вызываемой командой *Device > Device settings*.

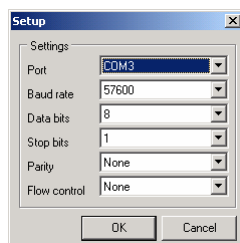


Рис. 2.11 – Панель конфигурации аппаратных средств.

Параметры настройки, сделанные в панели **Setup** касаются последовательного порта управляющего компьютера (COM-порта). При соединении устройства с управляющим компьютером через USB-порт автоматически эмулируется подсоединение через последовательный порт с помощью стандартных драйверов системы, что не требует дополнительных настроек в панели управления операционной системы. Ниже приведены обычно используемые значения параметров:

Port	COM1/2/3/4 (зависит от конфигурации ПК)
Baud rate	57600
Data bits	8
Stop bits	1
Parity	None
Flow control	None

Общие настройки программы могут быть произведены при помощи панели **Settings**, вызываемой командами *File > Settings* (рис. 2.13). Панель позволяет регулировать программные опции коммуникации устройства и точность данных (число разрядов) на закладке Data и выбор языка графического интерфейса на закладке Interface.

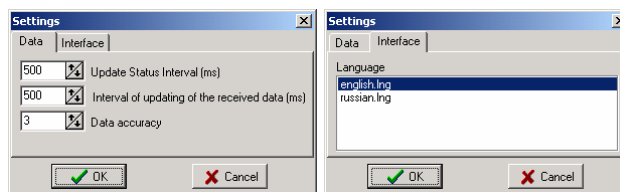


Рис. 2.13 – Панель общих настроек программы.

Язык интерфейса программы можно выбрать из списка файлов, предложенного в папке *Language*, находящейся в программной папке. Файлы имеют расширение *.lng. В программу могут быть добавлены языковые средства при помощи редактирования уже имеющихся файлов (рекомендуется сохранять копию файла под другим именем и редактировать ее в случае необходимости).

3 ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА С УСТРОЙСТВОМ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ МОНОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ПЛЕНОК LT-211

Установка LT-211 предназначена для проведения экспериментальных и других работ на молекулярном уровне: исследования поверхностно-активных свойств амфифильных соединений, формирования мономолекулярных пленок на водной поверхности и модификации твердой поверхности моно- и мультимолекулярными пленками Ленгмюра–Блоджетт (ЛБ).

В процессе работы на установке LT-211 должны быть выполнены следующие **этапы работы**:

1. Тщательно (точность не менее $0.1 \cdot 10^{-4}$ г.) взвесить исследуемые вещества и приготовить 1–0.1 мМ растворы в подходящем растворителе (например, хлороформ, бензол, гексан).
2. Включить блок электроники, загрузить управляющую программу и тщательно откалибровать датчик поверхностного давления, работающий на принципе измерения поверхностного натяжения методом Вильгельми.
3. Нанести исследуемое соединение на поверхность жидкости-носителя (обычно дистиллированной воды).
4. Снять изотерму "поверхностное давление – площадь на молекулу, π -А".
5. Выбрать метод выделения и сформировать пленку желаемой толщины на подложке.

3.1 Включение установки и ее калибровка

Датчик давления имеет чувствительность порядка 0.02 мН/м и его калибровку желательно проводить перед каждым измерением изотермы.



ВНИМАНИЕ! Не допускать попадания прямых солнечных лучей на датчик во избежание смещения нулевой линии поверхностного натяжения.

Датчик калибруется в двух положениях, при этом полностью смоченная пластинка вне контакта с водой соответствует нулевому поверхностному натяжению.

1. После заполнения ванны жидкой средой (обычно – дистиллированной водой) пластинку, подвешенную на консоли датчика, необходимо опустить в эту среду и полностью смочить (3–5 мин).
2. Затем датчик необходимо поднять, чтобы пластинка оказалась в воздухе.
3. При нажатии кнопки "Air" в панели "Calibrate device" (Рис. 3.1) программа запоминает вес смоченной пластинки и присваивает ей нулевое значение.
4. Затем датчик опускается таким образом, чтобы пластинка касалась своей нижней кромкой водной поверхности.
5. При нажатии кнопки "Liquid" в панели "Calibrate device" программа присваивает показаниям АЦП значение 72.8, соответствующее величине поверхностного натяжения чистой водной поверхности.

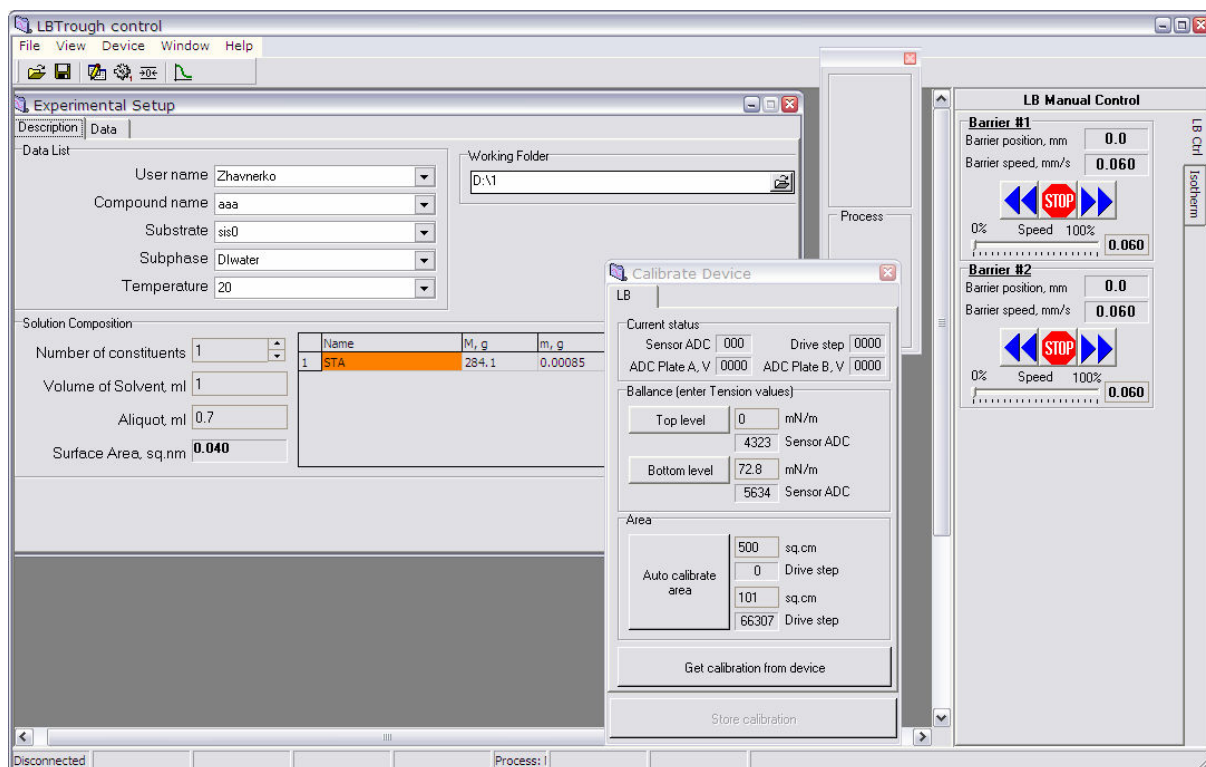


Рис. 3.1 – Основные управляющие окна программы управления работой установки LT-211.

В окне "LB Manual Control" (рис. 3.2) после этого появляется значение Surface Tension, равное 72.8 мН/м, а в окне отражения состояния системы SP (Surface Pressure, рис. 3.1) отображается значение 0, означающее, что поверхностное давление

$$\pi = -(\sigma - \sigma_0) = 0,$$

где σ_0 – поверхностное натяжение чистой водной поверхности 72.8 мН/м при 25 °С; σ – текущее значение поверхностного натяжения в процессе сжатия монослоя.

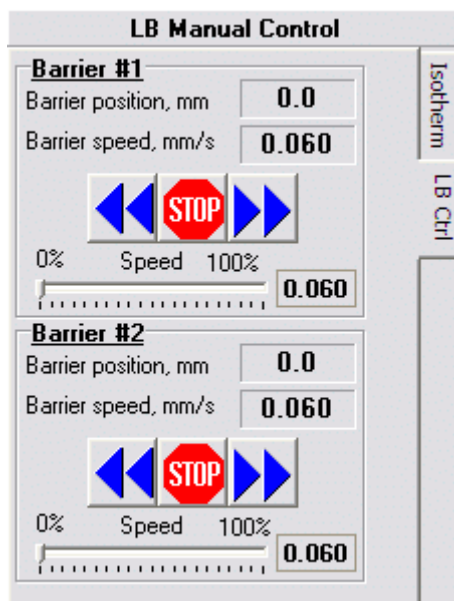


Рис. 3.2 – Панель "LB Manual Control"

После нажатия клавиши "Store Calibration" в окне "Calibrate Device", рис. 3.1, программа передает для запоминания присвоенные значения электронному блоку.

Существует возможность калибровки установки по площади, при использовании вещества-стандарта, например, стеариновой кислоты, с известным значением минимальной площади, приходящейся на молекулу в плотноупакованном монослое. Для этого вначале записывается изотерма и определяется минимальная площадь $A=0.205 \text{ нм}^2$.

Отличие определенного значения от реальной величины может быть обусловлено двумя причинами – неправильным взвешиванием и нанесением вещества на водную поверхность (как правило), либо неверной калибровкой установки. Для изменения минимального и максимального положений барьера пользователь должен нажать клавишу "Auto Calibrate Area" и, следуя инструкциям программы, внести значения минимального и максимального положения барьера таким образом, чтобы рабочая площадь ванны имела истинное значение.

Существует также возможность изменения жесткости консоли на датчике Вильгельми и увеличения (уменьшения) его чувствительности. При изменении положения планки на нижней поверхности датчика дополнительно должны быть правильно подстроена система "фотодетектор–отраженный луч лазера", чтобы рабочий ход смещающегося в результате измерений пятна был в пределах рабочей зоны фотодиода.

3.2 Измерение изотерм сжатия

Перед нанесением рабочего раствора на водную поверхность в ручном режиме следует тщательно очистить рабочую площадь поверхности. Для этого клавишами управления движения барьерами в окне "LB Manual Control" (рис. 3.2) следует поджать барьеры до минимальной рабочей площади и очистить поверхность с помощью водоструйного насоса, затем отогнуть барьеры в положение максимальной рабочей площади и откалибровать датчик поверхностного натяжения согласно п. 3.1 (или п. 1.2).

После нанесения на водную поверхность заданного количества вещества заполняется раздел "Data" в "Experimental Setup" окне (рис. 3.1), куда заносится имя пользователя, имя (сокращенное) вещества, тип (природа) подложки, состав субфазы, температура. Также указывается число соединений в растворе, объем растворителя, молекулярная масса вещества, масса навески и объем пробы, наносимый на водную поверхность. При правильном заполнении таблиц в окне "Surface Area" высвечивается значение максимальной площади, приходящейся на молекулу в данном эксперименте.

В случае многокомпонентных растворов пользователь не заполняет окошко "Volume of Solvent", а вносит данные в таблицу, характеризующую растворы индивидуальных соединений ДО их смешения, а именно молекулярные массы (M , г), массы навесок (m , г) и объемы растворителей (V , ml), использовавшиеся для растворения проб. В последнюю колонку заносятся объемы аликвот, взятые для смешения компонентов для приготовления рабочего раствора с заданным соотношением компонент. Программа автоматически складывает эти значения и заносит суммарный объем рабочего раствора в поле "Volume of Solvent".

Следующий этап работы – запись изотерм с параметрами, задаваемыми в окне "Isotherm Control" (рис. 3.3), выбираемом при нажатии соответствующей закладки. У пользователя есть возможность указать число циклов записи изотерм (обычно – 1), записать обратный ход изотермы, поставив флажок в окне "Backward", записать измерения автоматически, активировав опцию "Rec". Разнообразные опции для процесса записи изотерм позволяют снимать изотерму до достижения задаваемого пользователем значения поверхностного давления, рабочей площади либо позиции барьера, а также записывать изотерму в ручном режиме, используя кнопки "Влево"/"Вправо" в окне "LB Manual Control". Пользователь также задает тип сжатия (Constant / Stepwise), шаг перемещения барьера, после которого фиксируется значение площади на молекулу и соответствующее ей поверхностное давление. То есть уменьшение значения "Barrier Step" приводит к увеличению числа точек, заносимых в файл и используемых при построении графика. Скорость сжатия барьеров определяется установками в панели "LB Manual Control". Автоматическое снятие изотермы начинается при нажатии на клавишу "Start".

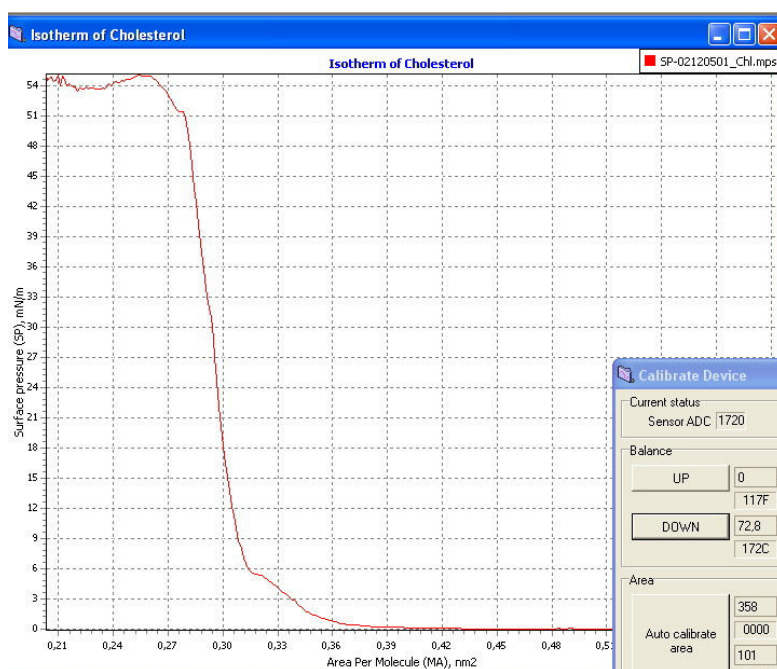


Рис. 3.3 – Окно визуализации данных при исследовании поведения вещества в процессе сжатия.

3.3 Обработка данных

Пользователь может записывать и извлекать данные, используя окно "Experimental Setup", часть "Description" (рис. 3.7), а также открыть файл через меню "File/Open".

В последнем случае появляются данные выбранного файла в окне "Data Sheet". Пользователь может выбрать режим (Isotherm или Deposition) в окне "Data Set", задать оси (X Y) и построить график, нажав кнопку "Plot Data". На экране появляется график, редактировать который возможно двойным нажатием кнопки мыши в любом месте на графике (рис. 3.8).

На экране появляется дополнительная закладка "Graph Properties" (рис. 3.8). Выбор раздела "Graph" позволяет изменить заголовок графика, изменить его цвет и шрифт. Дополнительно можно изменять фон рисунка, цвет осей, накладывать и убирать сетку (флажок в окошке "Grid"), изменять цвет сетки, а также указывать имя графика(ов) в правом верхнем углу, поставив флажок в окошке "Legend", рис. 3.9.

Существует возможность наложения графиков (рис. 3.10) при выборе раздела "Axis" меню "Graph Properties". Изменение осей – X (Bottom), Y (Left), Y (Right) позволяет сопоставлять данные, накладывать желаемые графики друг на друга. Наложение графиков (рис. 3.10) происходит при редактировании дополнительных "Line(s)", появляющихся в окошке "Lines". Для каждого графика (Line) пользователь указывает имя изотермы в окне "Experimental" раздела "Source" (рис. 3.10). Раздел "Line Properties" дает возможность изменить цвет графика, отобразить экспериментальные точки, их цвет и размер, а также сглаживать графики ("Spline").

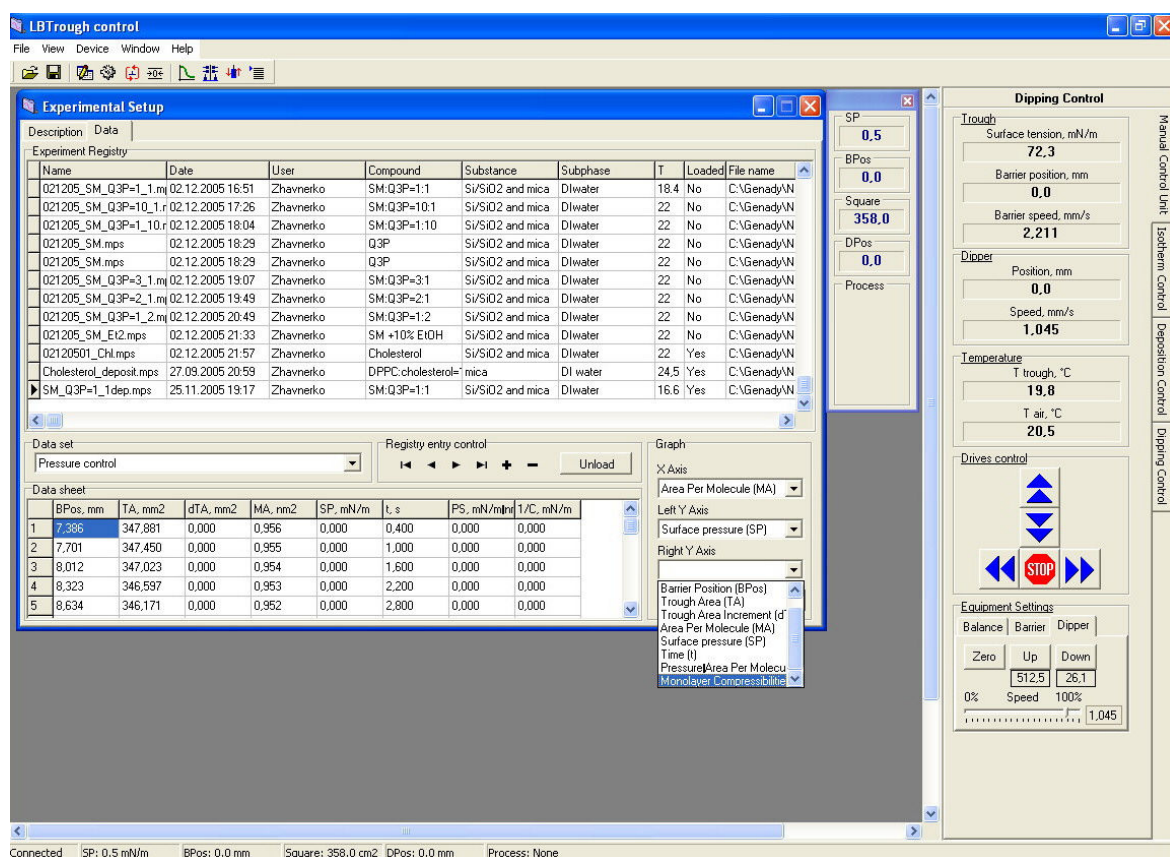


Рис. 3.7 – Основное окно, отображающее значения снятых изотерм, используемое для поиска и открытия файлов данных.

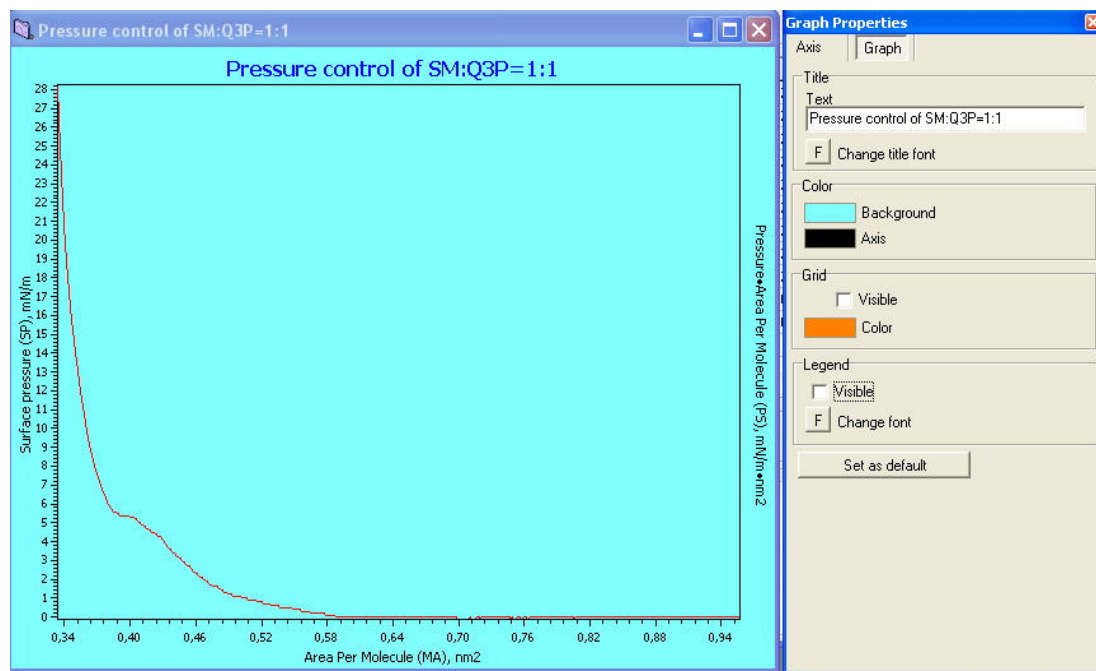


Рис. 3.8 – Пример возможностей редактирования окна графика.

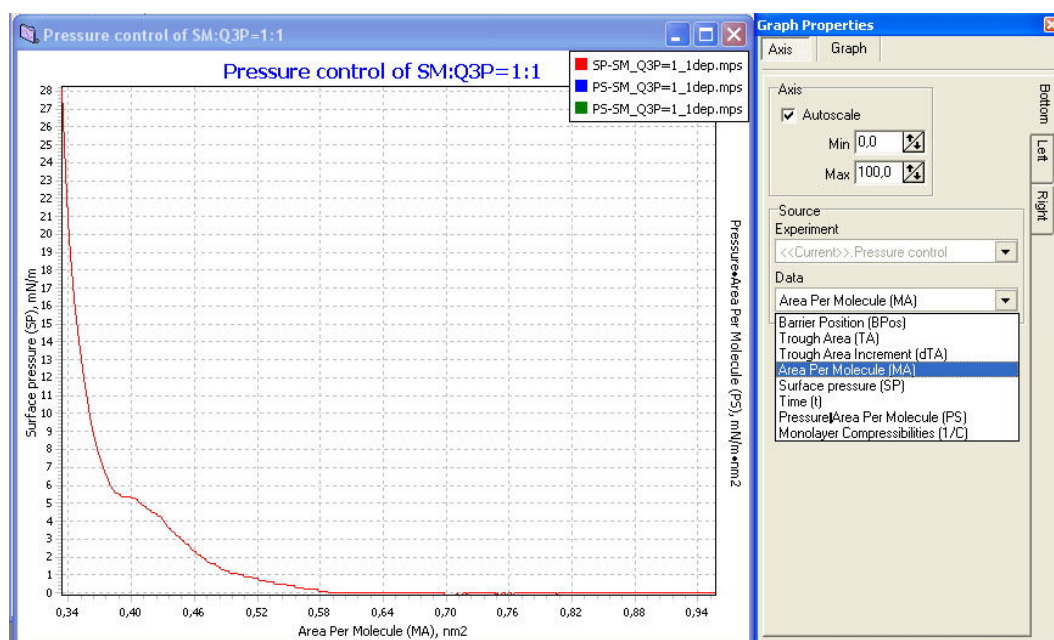


Рис. 3.9 – Пример графика со списком типов осей.

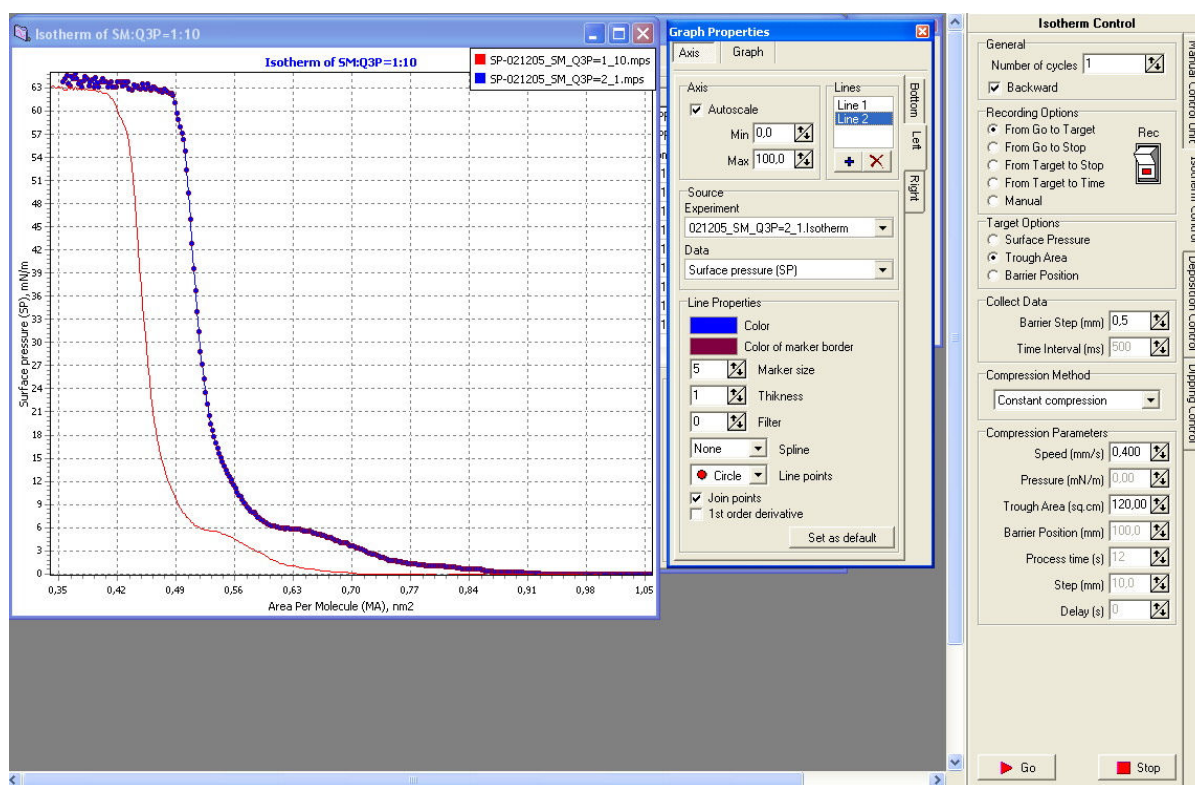


Рис. 3.10 – Пример наложения нескольких графиков в одних осях.



MICROTESTMACHINES Co.

2024