

Государственное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Российский государственный педагогический университет  
им. А. И. Герцена»

**А. Ю. Дашина, А. А. Лужков, И. О. Попова, И. И. Хинич**

**Физические основы наноэлектроники**  
**Часть 1: Сканирующая зондовая микроскопия**

*Допущено Учебно-методическим объединением  
по направлениям педагогического образования Министерства  
образования и науки РФ в качестве учебно-методического пособия  
для студентов высших учебных заведений, обучающихся  
по направлению 050200 Физико-математическое образование*

Санкт-Петербург  
Издательство РГПУ им. А. И. Герцена  
2010

ББК 74я73  
Д 12

*Печатается по рекомендации кафедры физической  
электроники и решению редакционно-издательского  
совета РГПУ им. А. И. Герцена*

**Рецензенты:** доктор физ.-мат. наук, профессор кафедры физической химии, микро- и нанотехнологий СПбГПУ **С. А. Немов**;  
доктор пед. наук, профессор кафедры методики обучения физике РГПУ им. А. И. Герцена **С. В. Бубликов**

**Д 12**      **Дашина А. Ю., Лужков А. А., Попова И. О., Хинич И. И.**  
Физические основы наноэлектроники.  
Часть 1: Сканирующая зондовая микроскопия:  
Учебно-методическое пособие. – СПб.: Изд-во РГПУ  
им. А. И. Герцена, 2010. – 86 с.

ISBN 978-5-8064-1645-3

В учебно-методическом пособии описывается устройство атомно-силового микроскопа и приводится описание пяти практических учебно-исследовательских заданий, выполняемых на базе лабораторного комплекса для учебных целей NanoEducator. Подбор работ позволяет организовать различные циклы занятий в соответствии с их спецификой. Выполнение предлагаемых работ должно способствовать формированию у учащихся профессиональных исследовательских компетенций.

Пособие предназначено для студентов и магистрантов, обучающихся по основным образовательным программам, связанным с инновационным курсом «Современные наукоемкие технологии». Материал, изложенный в пособии, будет также полезен преподавателям общеобразовательных и специализированных учебных заведений в целях популяризации современных научно-технических достижений и ориентации учащихся на более глубокое изучение естественнонаучных областей знаний.

**ББК 74я73**

**ISBN 978-5-8064-1645-3**

© Коллектив авторов, 2010  
© Изд-во РГПУ им. А. И. Герцена, 2010

# СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
Раздел I. СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ.....	7
Раздел II. УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЕ ЗАДАНИЯ.....	18
Работа 1. Знакомство со сканирующим зондовым микроскопом NanoEducator в режиме АСМ.....	18
Работа 2. Исследование поверхности тестовых образцов и реальных объектов.....	33
Работа 3. Математическая обработка изображения поверхности.....	44
Работа 4. Сканирующая зондовая нанолитография.....	63
Работа 5. Изготовление зонда. Влияние его формы на результаты сканирования.....	73
Литература.....	84

## Введение

В ряду современных наукоемких технологий особое место занимают нанотехнологии – высокие технологии, используемые в наноразмерном диапазоне. На их развитие ведущие экономические державы тратят сегодня миллиарды долларов. По прогнозам ученых, нанотехнологии в XXI веке произведут такую же революцию, какую в XX веке произвели компьютеры, и они так же изменят жизнь человечества, как освоение письменности, паровой машины или электричества. Разработки в этой области ведут к революционным успехам в медицине, электронике, машиностроении и создании искусственного интеллекта.

Возможность применения нанотехнологических разработок практически во всех областях знаний определяет необходимость включения курса «Физические основы нанотехнологий» в качестве составной части подготовки специалистов различных областей. Очевидно, что эти вопросы должны осваиваться в современном образовании уже начиная со школы, что требует, в свою очередь, соответствующей подготовки педагогических кадров. Однако анализ содержания действующих в педагогических вузах учебных планов и программ показывает, что данный курс еще не получил достойного отражения.

Настоящее учебно-методическое пособие призвано частично решить эту проблему. Оно предназначено студентам и магистрантам, обучающимся на различных естественнонаучных факультетах. В связи с этим основная часть материала пособия написана на качественном уровне, что дает возможность отнести его к методической литературе для учащихся с разным уровнем стартовой подготовки. Некоторая часть материала изложена на двух уровнях, более высокий из которых содержит, где это необходимо, формулы и графики, что позволяет обсудить соответствующие вопросы не только на качественном, но и на достаточно строгом физическом уровне.

Практически нанотехнологии – это совокупность методов изготовления изделий, имеющих размер 1 – 100 нм хотя бы в одном измерении. Это значит, что в основном идет речь о методах изготовления сверхмалых изделий, хотя в принципе это могут быть и относительно большие элементы, но, например, очень-очень тонкие. Технологии наноразмерного диапазона достаточно существенно отличаются от технологий микроразмерного диапазона, при этом сами нанотехнологии неразрывно связаны с методами наблюдения

нанообъектов, поэтому эти вопросы всегда рассматриваются в совокупности.

Для наблюдения нанообъектов используют неоптические методы исследований, основными из которых являются два метода – сканирующая зондовая микроскопия и сканирующая электронная микроскопия. В этом пособии идет речь о сканирующем зондовом микроскопе (СЗМ), в котором для изучения микрорельефа детектируется результат взаимодействия твердотельного проводящего сверхтонкого зонда с исследуемым объектом при сканировании зонда вдоль его поверхности. Образно выражаясь, можно сказать, что если в оптическом или электронном микроскопах образец осматривается, то в СЗМ – ощупывается. В настоящее время существуют как СЗМ исследовательского класса, так и микроскопы, предназначенные для учебных целей, одним из которых является СЗМ NanoEducator, выпускаемый фирмой NT-MTD («Molecular Devices and Tools for Nano Technology»).

Именно этот прибор и является базовым при выполнении всех практических заданий данного учебно-методического пособия.

Практическое освоение методов СЗМ является уникальной возможностью приобретения опыта исследовательской деятельности, имеющей важнейшее значение для специалистов естественно-научных специальностей. Это обусловлено рядом причин, к основным из которых относятся следующие: эффективность исследовательской подготовки в развитии творческих способностей, умение выполнения широкого комплекса мыслительных операций, выработка в процессе исследовательской деятельности навыков систематического самообразования, возможность развития принципиально важных в профессиональной деятельности исследовательских умений, в том числе поиска, отбора и критического анализа имеющейся информации.

На овладение опытом исследовательской деятельности и направлено данное пособие. Оно начинается с теоретического раздела, при изучении которого студенты осваивают принципы работы и возможности использования методов СЗМ в нанотехнологиях. Изучение этого раздела является обязательным этапом подготовки к экспериментальной деятельности учащихся, в которой эти знания используются как при выполнении самих работ, так и при анализе полученных результатов. Остальную часть пособия составляют учебно-исследовательские задания, организованные как цикл практических работ. Рекомендуются при любом плане занятий

являются работы 1–2, в результате выполнения которых учащиеся осваивают сам метод зондовой микроскопии и исследуют топологии нескольких поверхностей с заранее известным рельефом (тестовые образцы) и биологические объекты, структура поверхности которых неизвестна. Остальные работы могут рассматриваться как вариативная составляющая пособия, позволяющая организовать достаточно разнообразную программу занятий. Общее количество работ, выполняемых при реализации того или другого учебного плана, определяется выделенным объемом часов и конкретной спецификой проводимых занятий – факультетом, уровнем обучения и т. д.

Весь представленный в пособии учебно-методический материал отвечает требованиям Федерального государственного образовательного стандарта по достижению нового качества образования. При этом в основу образовательного процесса положена целенаправленная и контролируемая преподавателем самостоятельная работа студентов (как аудиторная, так и внеаудиторная), результат которой должен способствовать развитию комплекса общекультурных, общепрофессиональных и профессиональных компетенций.

## Раздел I

# СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Рассмотрим применение методов сканирующей зондовой микроскопии, широко используемой в различных областях нанотехнологий, для изучения рельефа поверхности. Для визуализации нанообъектов невозможно использовать оптические приборы, предельное разрешение которых определяется эффектом дифракции. Вследствие этого оптического эффекта любое изображение в микроскопе оказывается несколько размытым, причем в случае относительно небольших увеличений это размытие практически не проявляется, однако оказывается принципиальным при рассмотрении деталей с размерами менее чем половина длины волн света. Поскольку видимый свет имеет диапазон длин волн  $\lambda = 380 - 760$  нм, оптические методы оказываются эффективными лишь до порога нанотехнологий.

Для наблюдения нанообъектов используют другие, неоптические методы исследований, основными из которых являются два метода – сканирующая зондовая микроскопия и сканирующая электронная микроскопия. Возможность высокого разрешения обоих методов определяется тем, что в них используется сверхтонкий механический или электронный зонд, и он последовательно перемещается по всей исследуемой поверхности и изучает ее микрорельеф. В этом пособии рассматривается сканирующая зондовая микроскопия, ее наивысшим достижением является возможность наблюдения отдельных атомов твердого тела и их упорядоченного строения (рис. 1). На полученном изображении видны отдельные атомы и реальный период кристаллической решетки в несколько десятых долей нм.

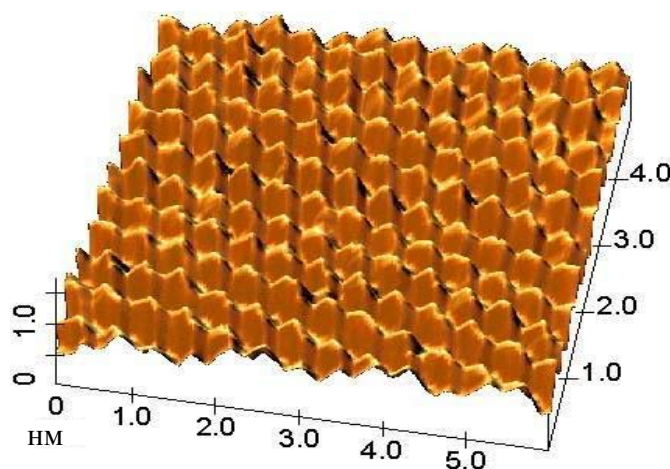


Рис. 1. Трехмерное изображение поверхности слюды

Еще совсем недавно такие результаты казались фантастическими, и для доказательства существования кристаллической решетки использовали не прямые методы наблюдения, а косвенные методы, например, изучали дифракцию рентгеновских лучей.

Несколько слов об истории сканирующей зондовой микроскопии. Это очень молодое направление современной техники, как и все нанотехнологии. Первый сканирующий зондовый микроскоп был изобретен в 1981 году германскими учеными Биннигом и Рорером. За это изобретение в 1986 году им была присуждена Нобелевская премия по физике.

Материал данного пособия ориентирован на использование в лабораторном практикуме сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) для учебных целей NanoEducator, выпускаемого компанией НТ-МДТ. Этот прибор несколько проще современных зондовых микроскопов исследовательского класса, и он не позволяет наблюдать кристаллическую решетку вещества, но работа на нем позволяет учащимся ознакомиться с принципами современной зондовой микроскопии.

Существуют два основных типа СЗМ – туннельный и атомно-силовой. Первый основан на исследовании туннельного тока, протекающего между зондом и образцом при сверхмалых расстояниях между ними, и может быть применен только для исследования проводящих поверхностей, второй – на исследовании силы взаимодействия между атомами зонда и поверхности, этот метод годится для изучения любых поверхностей. На микроскопе NanoEducator реализованы оба метода исследования, и он является в этом смысле универсальным. Описание методики работы на нем во втором режиме приводится в следующем разделе (работа № 1).

Обсудим принцип работы атомно-силового микроскопа – сокращенно АСМ. Как уже указывалось, высокое разрешение АСМ по поверхности образца (по  $X$  и по  $Y$ ) обеспечивается прецизионной заточкой острия зонда, диаметр которого для рассматриваемого прибора составляет несколько десятков нм. Разрешение по высоте (по  $Z$ ), а это и есть информация о рельефе поверхности, здесь еще выше, и оно обеспечивается так называемой системой обратной связи – ОС. Рассмотрим работу этой системы (рис. 2).

Обозначим силу взаимодействия между зондом и образцом буквой  $P$ , для нее существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость от расстояния зонд – образец  $P = P(z)$ . Пусть величина этой силы контролируется специальным датчиком, а система обратной связи поддерживает ее значение постоянным, равным величине  $P_0$ , задаваемой оператором.



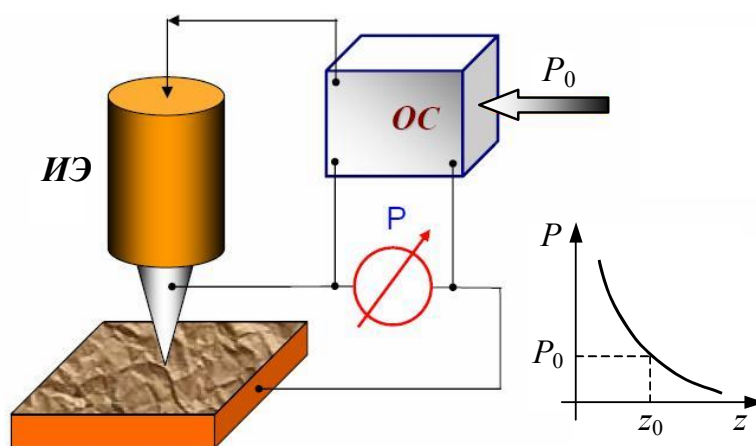


Рис. 2. Принцип работы зондового АСМ и системы обратной связи

Если при перемещении зонда по поверхности в плоскости  $X, Y$  расстояние зонд – поверхность изменяется, то происходит изменение и силы  $P$ . В системе обратной связи формируется разностный сигнал, пропорциональный величине  $\Delta P = P - P_0$ , который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент ИЭ.

Исполнительный элемент отрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. В результате расстояние зонд – образец поддерживается постоянным с высокой точностью, которая в современных микроскопах достигает величины  $\sim 0.01 \text{ \AA}$ , а разностный сигнал, величине которого пропорционально вертикальное перемещение колонки зонда, может быть использован как информация о рельефе поверхности.

Остается несколько вопросов. Как перемещается зонд по поверхности образца, какова природа рассмотренной силы  $P$  и как она измеряется? Перемещение зонда по поверхности образца в плоскости  $X, Y$  называется сканированием, и оно полностью аналогично растровой развертке изображения по экрану телевизора (рис. 3).

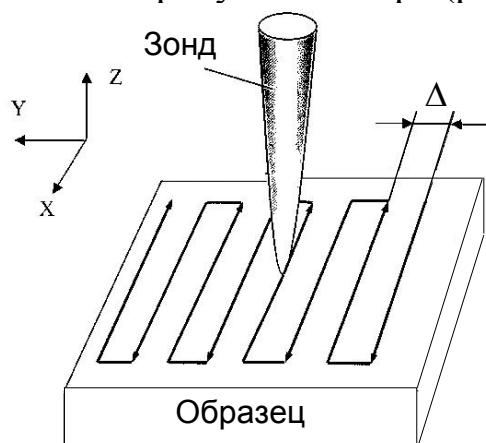


Рис. 3. Принцип сканирования зондом поверхности образца

Зонд движется построчно таким образом, что кончик иглы постепенно проходит над всей заданной площадью образца с шагом  $\Delta$ . Шаг  $\Delta$  выбирается таким малым, чтобы измерить рельеф поверхности максимально подробно, он не должен превышать диаметр зонда, то есть его разумно выбрать равным 30–40 нм.

Далее, для сканирования зонда по поверхности образца нет различия между перемещением зонда и обратным перемещением столика с образцом (рис. 4). Технологически в зондовом микроскопе NanoEducator при сканировании в плоскости X,Y организовано перемещение столика, а не зонда. Более того, зонд остается неподвижным и в вертикальном направлении при работе системы обратной связи. Реально происходит не перемещение колонки с зондом, а обратное перемещение столика с образцом.

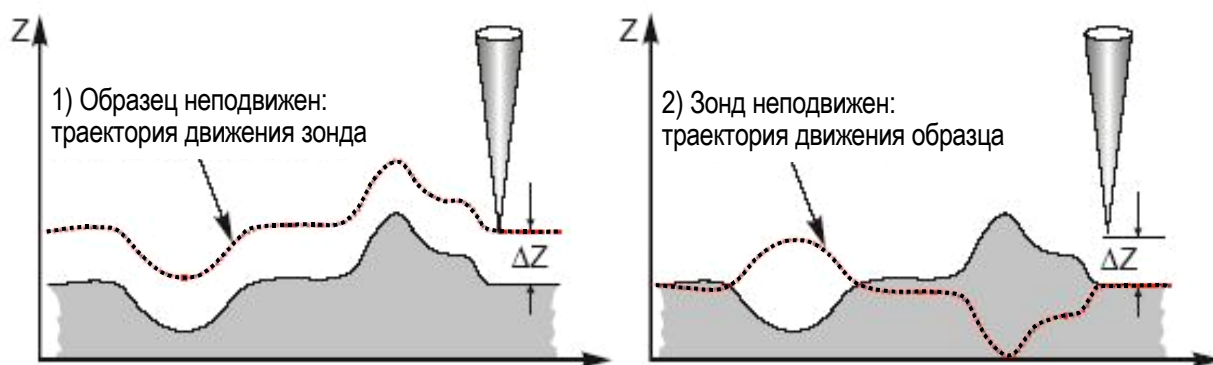


Рис. 4. Траектория относительного движения зонда и образца при поддержании системой обратной связи постоянного взаимодействия

На практике реализовывать такие прецизионные перемещения столика с образцом с помощью двигателей очень сложно и удобнее использовать явление пьезоэффекта, при котором малые перемещения реализуются за счет микроскопических изменений размеров пьезокристаллов при подаче на них соответствующих напряжений.

Следующий вопрос – какова природа рассмотренной силы  $P$ ? В качестве силы  $P$  выступают электрические силы взаимодействия между атомами зонда и атомами образца, эти силы проявляются при расстояниях между зондом и образцом, сравнимых с межатомными расстояниями. Такие силы всегда есть между атомами вещества, они обеспечивают жесткость решетки твердого тела, и они же используются в АСМ в качестве датчика расстояния зонд – образец, определяя название микроскопа.

В сканирующем туннельном микроскопе (СТМ) в качестве датчика расстояния зонд – образец используется туннельный ток.

Обсудим характер взаимодействия, возникающего между зондом и образцом. При приближении зонда к образцу он сначала притягивается к поверхности благодаря наличию относительно дальнотействующих сил Ван-дер-Ваальса, проявляющихся при величине зазора игла – образец от нескольких тысяч до единиц ангстрем. При малых расстояниях до образца преобладающими становятся короткотействующие силы отталкивания между атомами вследствие перекрытия их электронных оболочек, которое практически сказывается на расстояниях менее 10 Å.

Взаимодействие между зондом и образцом может быть рассчитано на основе модели взаимодействия двух отдельных атомов. Энергию взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии  $r$  друг от друга, наиболее часто аппроксимируют степенной функцией – потенциалом Леннарда – Джонса (*the Lennard – Jones potential*), качественный вид которого представлен на рис. 5а:

$$U_{LJ}(r) = U_0 \left\{ \left( \frac{a}{r} \right)^{12} - 2 \left( \frac{a}{r} \right)^6 \right\}. \quad (1)$$

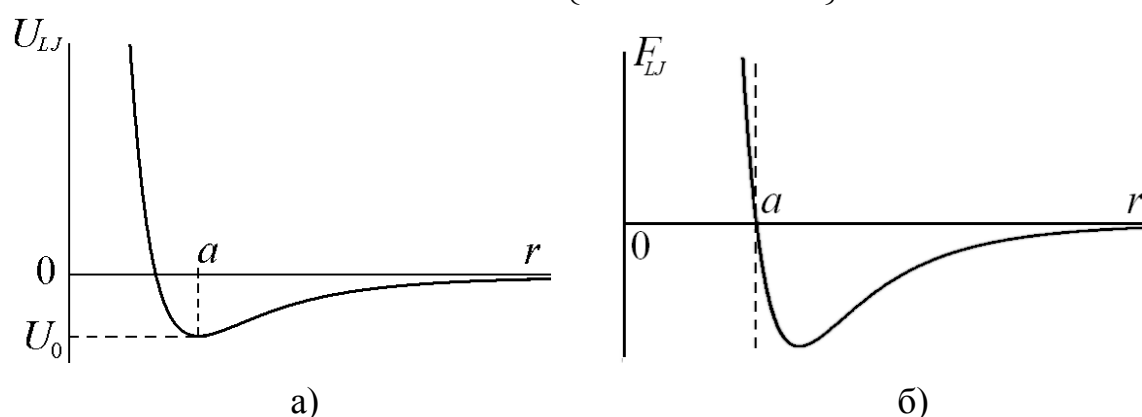


Рис. 5. Качественный вид потенциала Леннарда – Джонса  $U_{LJ}$  (а) и силы взаимодействия ( $-dU_{LJ}/dr$ ) (б)

Первое слагаемое в (1) описывает отталкивание атомов на малых расстояниях, а второе слагаемое учитывает их притяжение на относительно больших расстояниях. Параметр  $a$  – координата минимума потенциала, соответствующая равновесному расстоянию между атомами,  $U_0$  – значение энергии в минимуме. Если поместить первый атом в начало координат, то сила, действующая на второй атом, определяется стандартной формулой

$$\vec{F}_{LJ} = -grad(U_{LJ}) = \vec{n} \cdot \left( -\frac{dU_{LJ}(r)}{dr} \right), \quad (2)$$

где  $\vec{n} = \frac{\vec{r}}{|\vec{r}|}$  – единичный вектор, направленный на второй атом,  $\vec{r}$  – радиус-вектор второго атома. Проекция на радиус-вектор силы, действующей на второй атом  $F_{LJ}$ , изображена на рис. 5б. Отрицательное значение выражения в скобках в (2) (знак проекции силы отрицателен) соответствует притяжению атомов, а положительное – их отталкиванию.

Общую энергию взаимодействия системы зонд – образец можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца (рис. 6):

$$W_{PS} = \int_{V_P} \int_{V_S} U_{LJ}(\vec{r} - \vec{r}') \cdot n_p(\vec{r}') \cdot n_S(\vec{r}) \cdot dV dV', \quad (3)$$

где  $n_p(\vec{r}')$  и  $n_S(\vec{r})$  – плотности атомов в материале образца и зонда. Результирующая сила, действующая на зонд со стороны поверхности, может быть вычислена по формуле  $\vec{F}_{PS} = -grad(W_{PS})$ .

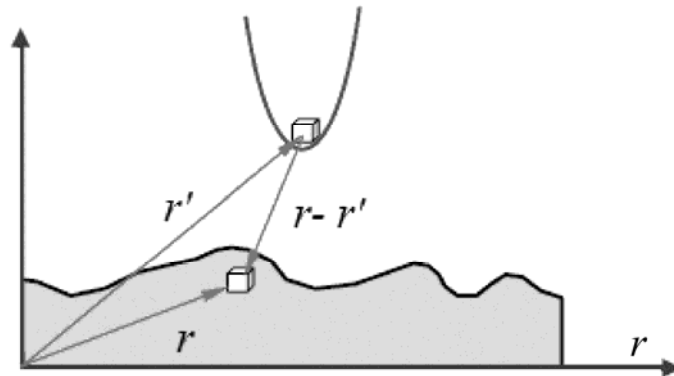


Рис. 6. К расчету энергии взаимодействия зонда и образца

В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и касательную к ней составляющие, однако основные черты данного взаимодействия сохраняются – зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых.

Следующий вопрос – как измерить эту силу взаимодействия, проявляющуюся лишь на нанорасстояниях между зондом и образцом, и обеспечивающую работу системы обратной связи? Непосредственное измерение этой малой силы представляет очень сложную задачу, поэтому поступают следующим образом. Изучают, например, не саму силу, а ее влияние на амплитуду механических колебаний зонда в поле этой силы, такой режим измерений называют колебательным.

Рассмотрим, как реализован колебательный режим измерений в микроскопе NanoEducator. На рис. 7а изображено устройство зондового датчика этого микроскопа. Зонд закреплен на упругой консоли, которая, в свою очередь, закрепляется на неподвижном основании. Консоль, ее второе название кантилевер, изготавливается из пьезокерамики, обладающей пьезоэлектрическими свойствами. Таким образом, консоль одновременно обладает и упругими, и пьезоэлектрическими свойствами.

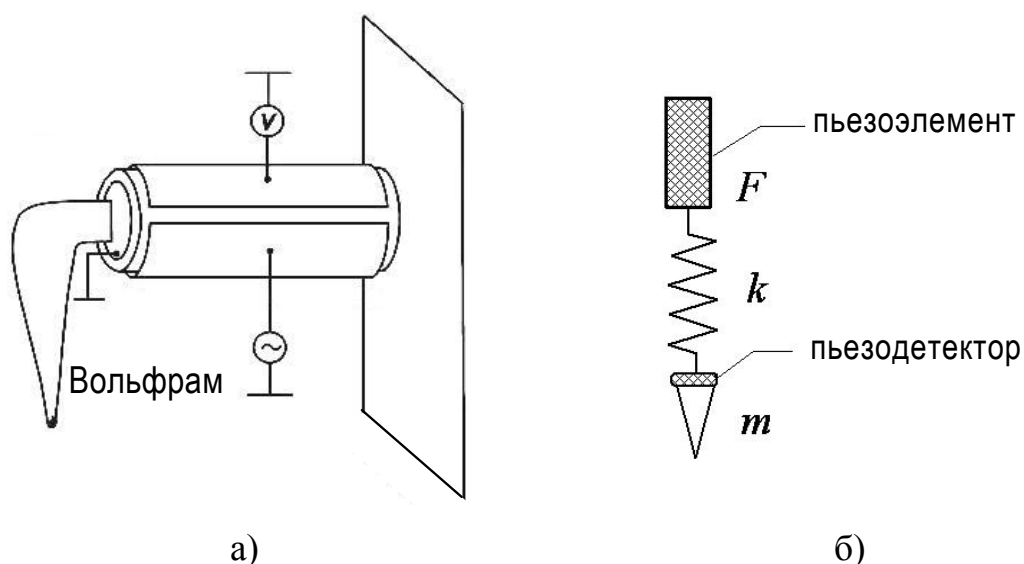


Рис. 7. Конструкция универсального датчика прибора NanoEducator (а) и его упрощенная механическая модель (б)

К консоли подсоединены два электрически изолированных полупроводниковых электрода, к одному из которых, выполняющему роль пьезоэлемента, прикладывается переменное напряжение резонансной частоты для раскачки зондового датчика, а другой является электродом пьезодатчика и измеряет амплитуду возникающих колебаний. Оба напряжения отсчитываются относительно общего электрода, которым является внутренняя поверхность пьезокерамического кантилевера, на которую нанесено проводящее покрытие.

В простейшей модели колебаниям реального зондового датчика можно сопоставить колебания пружинного маятника массы  $m$  на конце пружины с жесткостью  $k$  (рис. 7б). Отличие этой модели от модели колебаний тела на пружине из школьного учебника в том, что здесь добавлены пьезоэлемент и пьезодетектор, однако они не меняют принципы колебательного движения в такой системе.

Если к пружинному маятнику не прикладывать дополнительных сил, кроме силы тяготения, то он, как известно, совершает собственные гармонические колебания с частотой, определяемой по формуле

$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$ . Если к этой системе подвести периодическую силу  $F = F_0 \cdot \sin(\omega t)$ , то система совершает вынужденные колебания с частотой приложенной силы  $\omega$ . Соответствующее уравнение колебаний пружинного маятника (зондового датчика) вдоль вертикальной оси  $z$  может быть представлено в виде:

$$m \frac{d^2 \tilde{z}}{dt^2} + b \frac{d\tilde{z}}{dt} + k\tilde{z} = F_0 \cdot \sin \omega t, \quad (4)$$

где  $\tilde{z}(t)$  – смещение зонда из положения равновесия, а  $b$  – малый коэффициент затухания колеблющейся системы. Установившееся решение (4) (вынужденные колебания) есть  $\tilde{z}(t) = A \cdot \sin(\omega t + \varphi)$ . Амплитуда этих колебаний  $A$  зависит от  $\omega$ :

$$A(\omega) = \frac{F_0}{\sqrt{b^2 \omega^2 + m^2 (\omega_0^2 - \omega^2)^2}}. \quad (5)$$

Максимум амплитуды колебаний соответствует минимуму знаменателя в (5), он достигается на резонансной частоте  $\omega_{рез} = \sqrt{\omega_0^2 - \frac{b^2}{2m^2}}$  и равен:

$$A_{рез} = \frac{F_0}{b \sqrt{\omega_0^2 - \frac{b^2}{4m^2}}}. \quad (6)$$

Колебания с такой резонансной частотой наблюдаются, когда зондовый датчик расположен относительно далеко от образца (рис. 8, кривая 1). С измерения амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) этих колебаний и начинается исследование на АСМ (см. работу 1).

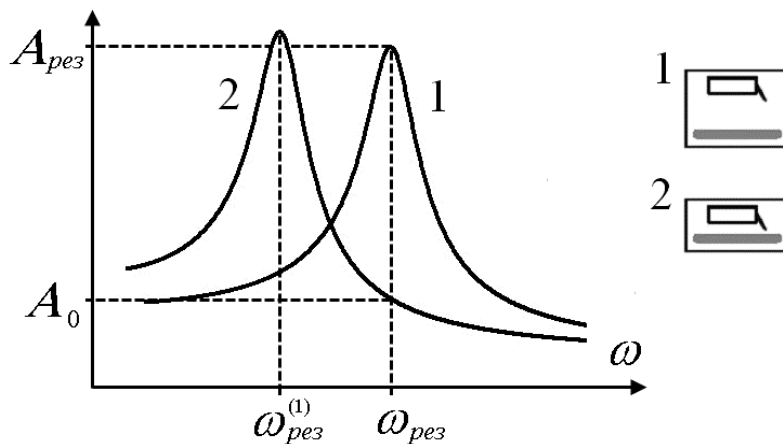


Рис. 8. Сдвиг амплитудно-частотной характеристики зондового датчика при приближении зонда к поверхности образца

В начале исследования определяется резонансная (рабочая) частота колебаний  $\omega_{рез}$ , на которой в дальнейшем будет колебаться зондовый датчик при любом его положении относительно образца. На следующем шаге исследования рельефа поверхности производится подвод зонда к образцу до момента проявления силы взаимодействия зонда с образцом, что приводит к изменению резонансной частоты системы и сдвигу ее АЧХ. Поскольку зондовый датчик постоянно колеблется со «старой» резонансной частотой, его амплитуда колебаний уменьшается от  $A_{рез}$  до  $A_0$ . В дальнейшем при сканировании по поверхности образца эта измененная амплитуда системой обратной связи поддерживается постоянной, что обеспечивает постоянное расстояние зонд – образец и возможность детального «ощупывания» поверхностного рельефа. Практически оператор до начала подвода задает это значение  $A_0$  в относительных единицах в виде  $A_0 / A_{рез}$ .

Рассмотрим теоретически изменение амплитуды колебаний зондового датчика при учете его взаимодействия с образцом. Этот учет может быть проведен в приближении простейшего линейного закона для силы взаимодействия. Действительно, зависимость силы взаимодействия от расстояния между зондом и образцом качественно имеет такой же вид, как и силы взаимодействия между атомами (рис. 5б). В окрестности точки, не являющейся минимумом, допустима линейная аппроксимация закона взаимодействия, т.е. учет лишь первых двух слагаемых ряда Тейлора. Другими словами, маленький «кусочек» графика 5б, если нас интересует лишь малый диапазон расстояний, можно заменить отрезком прямой:

$$f(z) = f_0 + \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \cdot (z - z_0), \text{ где } z_0 \text{ обозначено новое положение равно-}$$

весия зондового датчика. В нашем случае это соответствует малой амплитуде вынужденных колебаний кантилевера и области расстояний между зондом и образцом, где действуют силы притяжения, которые зависят от расстояния «более линейно», чем силы отталкивания (рис. 9).

Появление постоянной силы  $f_0$  в линейном выражении для силы взаимодействия приводит, как известно, только к смещению положения равновесия, не меняя резонансную частоту колебаний, и может не учитываться. Тогда уравнение колебаний зондового датчика вместо (4) примет вид:

$$m \frac{d^2 \tilde{z}}{dt^2} + b \frac{d\tilde{z}}{dt} + k\tilde{z} = F_0 \cdot \sin \omega t + \frac{\partial F}{\partial z} \cdot \tilde{z}. \quad (7)$$

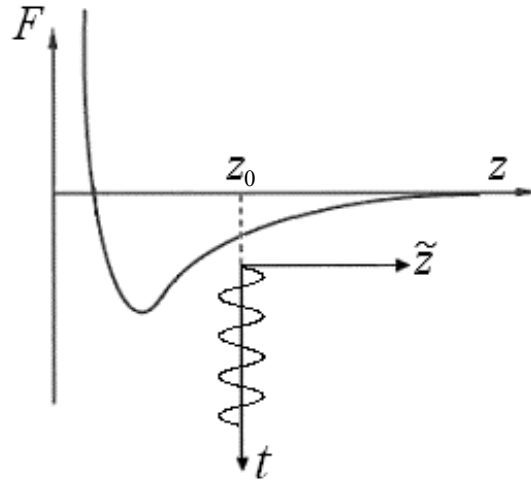


Рис. 9. Выбор рабочей точки при колебательном режиме АСМ

Математически учет слагаемого с градиентом силы эквивалентен изменению жесткости пружины  $k$  на  $k_{эфф} = k - \frac{\partial F(z_0)}{\partial z}$ , что позволяет переписать уравнение колебаний в прежнем виде, заменив в нем лишь выражение для жесткости пружины. Соответственно, таким же образом можно использовать полученные ранее формулы для амплитуды и резонансной частоты. Так как  $\frac{\partial F}{\partial z} > 0$  при  $z = z_0$  (рис. 9), новая резонансная частота колебаний датчика уменьшается:

$$\omega_{рез}^{(1)}(z_0) = \sqrt{\frac{k_{эфф}}{m} - \frac{b^2}{2m^2}} = \sqrt{\omega_0^2 - \frac{1}{m} \cdot \frac{\partial F}{\partial z} - \frac{b^2}{2m^2}}, \quad (8)$$

а новая АЧХ примет вид:

$$A_1(\omega) = \frac{F_0}{\sqrt{b^2 \omega^2 + m^2 \left( \omega_0^2 - \frac{1}{m} \cdot \frac{\partial F}{\partial z} - \omega^2 \right)^2}}. \quad (9)$$

Таким образом, при приближении зонда к поверхности АЧХ колебаний датчика смещается влево по сравнению с АЧХ, измеренной вдали от поверхности (рис. 8, кривая 2). Соответственно, амплитуда его колебаний на старой  $\omega_{рез}$  уменьшается до значения  $A_0$ , определяемого подстановкой  $\omega_{рез}$  в выражение (9):

$$A_0 = \frac{F_0}{\sqrt{b^2 \left( \omega_0^2 - \frac{b^2}{2m^2} \right) + m^2 \left( \frac{b^2}{2m^2} - \frac{1}{m} \cdot \frac{\partial F}{\partial z} \right)^2}}. \quad (10)$$



Как уже указывалось, при сканировании система обратной связи слегка пододвигает или отодвигает зонд от поверхности образца, чтобы обеспечить неизменное значение этой новой амплитуды колебаний зонда. При этом величина электрического сигнала, управляющего этим перемещением, отображается на экране в качестве значения высоты поверхности в точке, над которой в данный момент находится зонд.

\* \* \*

Изучение рельефа поверхности является одной из возможных методик СЗМ, в общем случае позволяющей изучать изменение по поверхности ее различных свойств (механических, электромагнитных). С другой стороны, исследование рельефа – необходимая составляющая широкого класса нанотехнологий, как один из методов контроля результатов воздействия на поверхность. При этом изучение рельефа является не самоцелью (как в учебных лабораторных работах), а составной частью метода направленной модификации поверхности. Надо отметить, что туннельный микроскоп обладает большими возможностями для изменения рельефа поверхности, чем АСМ. Здесь при приложении разности потенциалов между зондом и образцом в зависимости от технологических условий можно либо вытравливать определенные области, либо локально создавать те или иные слои, например, в водной среде наращивать слой оксида.

## **Раздел II**

# **УЧЕБНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЕ ЗАДАНИЯ**

### Работа 1

## **Знакомство со сканирующим зондовым микроскопом NanoEducator в режиме АСМ**

### **Цели работы:**

1. Изучить основы сканирующей зондовой атомно-силовой микроскопии на примере прибора NanoEducator.
2. Изучить конструкцию, принципы работы прибора NanoEducator и получить практические навыки работы на этом приборе.
3. Освоить методику получения изображения поверхности и получить ее тестовое изображение.

### **Вопросы для допуска к работе:**

1. Опишите общую конструкцию прибора NanoEducator.
2. Объясните конструкцию зондового датчика силового взаимодействия прибора NanoEducator.
3. Объясните характер взаимодействия зонда с образцом и принцип работы системы обратной связи.
4. Объясните принцип сканирования. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.
5. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator.

## **Устройство сканирующего зондового микроскопа NanoEducator и его программное обеспечение**

Микроскоп NanoEducator состоит из измерительной головки с видеомикроскопом, электронного блока управления (контроллера) и компьютера, на котором установлена программа управления настройкой и работой микроскопа – программа NanoEducator (рис. 1.1). Контроллер содержит электронные блоки управления движением столика и зонда, а также системой обратной связи. Для сохранения информации на внешний носитель можно использовать USB-порт разветвителя (HUB) или USB-порт на самом компьютере (справа за дисплеем или на клавиатуре).

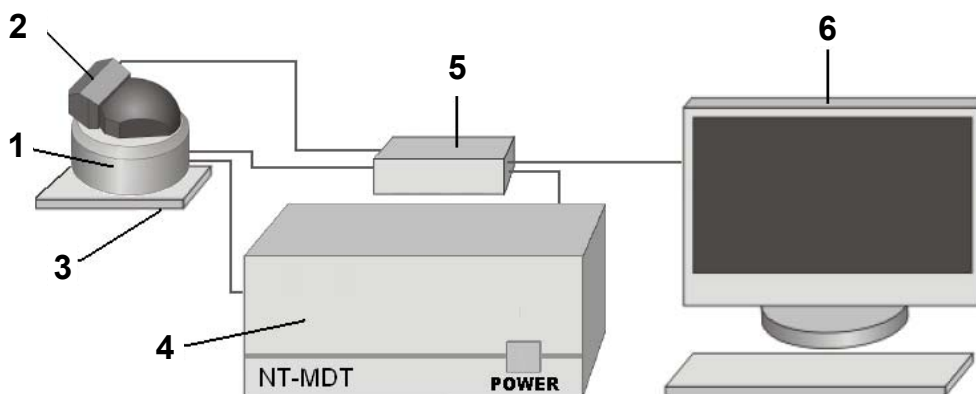


Рис. 1.1. Основные элементы СЗМ NanoEducator.

- 1 – измерительная головка; 2 – видеомикроскоп;  
 3 – виброизолирующая подставка; 4 – электронный блок (контроллер);  
 5 – USB HUB (разветвитель); 6 – компьютер

Измерительная головка содержит столик для размещения образца (держатель образца), над которым размещен измерительный зонд. Внешний вид измерительной головки, подготовленной для установки (снятия) образца показан на рис. 1.2. На этом рисунке видеомикроскоп (видеокамера), который служит для формирования увеличенного изображения предметного столика и зонда, отсоединен.

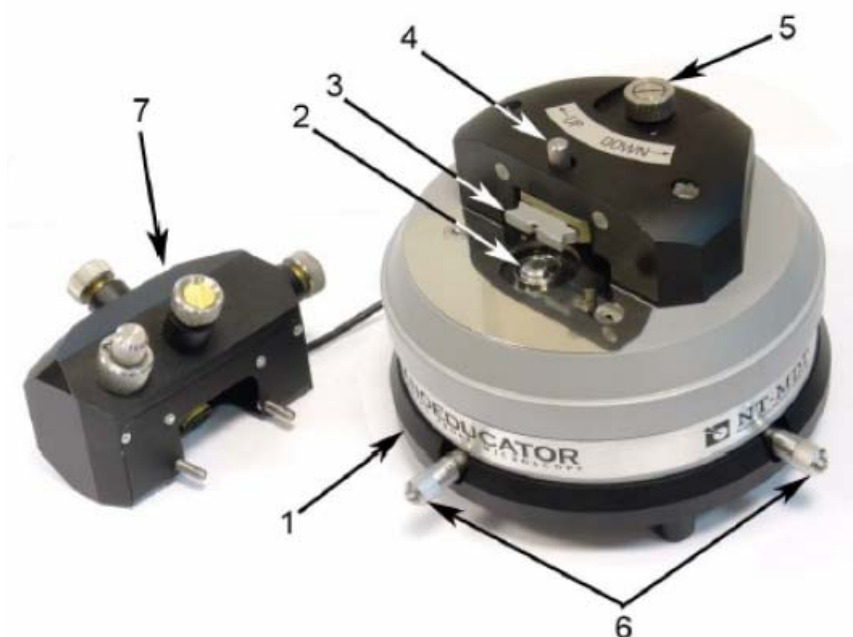


Рис. 1.2. Внешний вид измерительной головки микроскопа NanoEducator со снятой видеокамерой.

- 1 – основание; 2 – держатель образца; 3 – зондовый датчик;  
 4 – винт фиксации датчика; 5 – винт ручного подвода зонда;  
 6 – винты перемещения сканера с образцом в горизонтальной плоскости;  
 7 – защитная крышка с видеокамерой (видеомикроскопом)

Интерфейс программы NanoEducator, позволяющей осуществлять настройку и управление СЗМ и проводить сканирование поверхности, представлен на рис. 1.3. Область измерений предназначена для формирования изображения сканируемой поверхности.

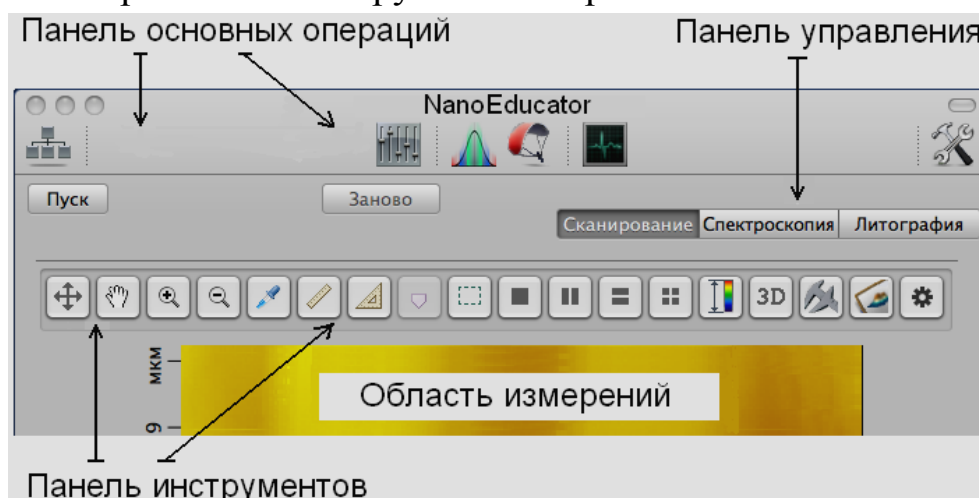


Рис. 1.3. Верхняя часть главного окна программы NanoEducator.

В нижней части окна находится информационная строка

Назначение значков самой верхней панели на рис. 1.3 описано в таблице 1.1.

Таблица 1.1







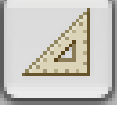
Кнопки панели основных операций

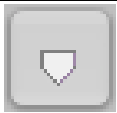
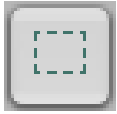
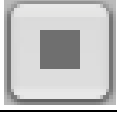


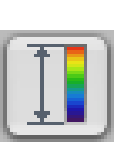




Значок кнопки	Название кнопки	Назначение кнопки
	<b>Сессия</b>	Открывает панель «Сессия», содержащую набор изображений, не удаленных в процессе предыдущих измерений (в порядке их проведения)
	<b>Подготовка к сканированию</b>	Открывает окно «Подготовка к сканированию» для подготовки и настройки прибора к сканированию
	<b>Резонанс</b>	Открывает окно «Резонанс» для поиска резонанса и установки рабочей частоты зондового датчика
	<b>Подвод</b>	Открывает окно «Подвод» для осуществления подвода (отвода) зонда к образцу
	<b>Осциллограф</b>	Открывает окно «Осциллограф» для работы с программным осциллографом
	<b>Параметры измерений</b>	Открывает «Панель параметров измерений». В зависимости от выбранного типа измерений панель содержит разные элементы

Вторая сверху панель – панель управления – содержит кнопку «**Пуск**», запускающую процесс сканирования, кнопку «**Заново**», перезапускающую процесс измерений без сохранения результатов, а также кнопки выбора режима функционирования прибора. На рисунке выбран режим сканирования. Третья сверху панель – панель инструментов – содержит кнопки, необходимые для проведения измерений (выбор области сканирования, вид представления результатов) и для работы с полученным изображением (измерение координат, расстояний и т. д.). Функции этих кнопок описаны в таблице 1.2.

Таблица 1.2

Кнопки панели инструментов

	Показать максимальную область сканирования
	Переместить видимую область при помощи мыши с нажатой основной кнопкой. Используется после увеличения масштаба
	Увеличить масштаб, что осуществляется двумя способами; – после нажатия этой кнопки мышью выделить область изображения, которую нужно увеличить; – после нажатия кнопки щелчком мыши указать центр области, которую нужно увеличить
	Уменьшить масштаб. Отменяет последнее увеличение масштаба
	Измерить координаты точки. После нажатия этой кнопки щелчком мыши укажите точку на изображении. Координата Z появится над указанной точкой, координаты X, Y появятся внизу в информационной строке. Точку можно перемещать с нажатой кнопкой мыши. Последующие точки можно выбрать с нажатой кнопкой <Ctrl>
	Измерить расстояние между точками. После нажатия этой кнопки щелчком мыши выберите первую точку. При перемещении мыши с нажатой основной кнопкой строится отрезок, соединяющий первую точку с текущим положением курсора. Измеряемое расстояние (длина отрезка) отображается в центре отрезка. Координаты X, Y крайних точек отрезка отображаются в информационной строке
	Измерить угол. После нажатия этой кнопки с помощью основной кнопки мыши выделите на изображении первую точку (вершину угла). Не отпуская клавишу мыши, постройте отрезок. Отпустите клавишу мыши. Выделите третью точку щелчком мыши – возникнет второй отрезок. Построение угла завершено. Напротив его вершины отображается величина угла в градусах

	Установить маркеры – применяется только для одномерных данных (графиков)
	Выделить область. Кнопка предназначена для выбора области сканирования
	Показать в области измерений один фрейм
	Показать в области измерений два фрейма горизонтально
	Показать в области измерений два фрейма вертикально
	Показать в области измерений четыре фрейма
	Изменить контрастность изображения. После нажатия кнопки при помощи мыши с нажатой основной кнопкой выделите область на изображении. В результате диапазон контрастности всего изображения будет равен контрастности выделенной области.
	Создать трехмерное представление результатов измерений
	Экспортировать активный фрейм для анализа в программу Scan Viewer (см. работу 3)
	Сохранить изображение в виде графического файла (по умолчанию с расширением *.tiff)
	Открыть окно « <b>Инспектор просмотра</b> », позволяющее настроить интерфейс области измерений

## Часть 1. Работа прибора NanoEducator в режиме программного эмулятора


### Задания:

1. Изучить элементы, входящие в комплект NanoEducator и конструкцию его измерительной головки.
2. Освоить методы настройки и управления работой измерительной системы микроскопа при подготовке к сканированию – выбор

рабочей частоты и подвод зонда к поверхности образца с помощью компьютерной программы «NanoEducator».

### **Порядок выполнения работы:**

В режиме программного эмулятора возможно моделирование некоторых этапов реального исследования.

1. Включение прибора. Включить компьютер, электронный блок – контроллер должен оставаться выключенным. Запустить программу «NanoEducator» при помощи ярлыка программы – , расположенного на рабочем столе внизу. Убедиться в появлении на экране главного окна (рис. 1.3). Проверить, что на главном окне выбран режим «**Программный эмулятор**», а на панели управления выбрано «**Сканирование**».

2. Установка рабочей частоты. На панели основных операций главного окна кнопкой «**Резонанс**» открыть окно «**Резонанс**» (таблица 1.1). Флажком «**Настройки**» открыть панель параметров поиска резонанса, убедиться, что флажок «**Точно**» на этой панели сброшен. Кликнуть по кнопке «**Старт**» для грубого поиска резонанса. В результате компьютер предложит возможную амплитудно-частотную характеристику (АЧХ) зонда и вертикальной линией отметит резонансную частоту. АЧХ должна иметь острую симметричную форму, а амплитуда колебаний зонда на частоте резонанса должна быть примерно равна нескольким вольтам.

Установить флажок «**Точно**». Снова измерить АЧХ и определить добротность кривой. Закрывать окно «**Резонанс**». Подвод зонда в режиме эмуляции не моделируется.

3. Выбор параметров сканирования. Кнопкой «**Параметры**» на панели основных операций главного окна открыть панель параметров измерений. Для выбора области сканирования нажимаем левую кнопку на панели инструментов – открывается максимально доступная область сканирования 90×90 мкм. Далее нажимаем кнопку с пунктирным прямоугольником на панели инструментов, что позволяет выбрать конкретную область сканирования. Для ее изменения удобно форму области сканирования выбрать квадратной (установить флажок «**Квадрат**»), а переключатель «**Основа**» установить напротив параметра «**Разрешение**». Теперь «мышкой» можно изменять размер и положение области сканирования; в качестве удобного размера квадрата рекомендуется выбрать 10×10 мкм.

Шаг сканирования разумно выбрать не больше диаметра зонда, то есть 25–35 нм. Для изменения шага без изменения размера области сканирования переключатель «**Основа**» установить напротив параметра «**Размер**», а сам выбор величины шага осуществляется вводом величины «**Разрешения**» (разрешение – размер, деленный на шаг), ввод величины «**Разрешения**» фиксируется Enter. Направление сканирования выбирается только X. Остальные параметры сканирования на работу программы в режиме эмуляции не влияют.

4. Сканирование. В режиме эмуляции программа воспроизводит рельеф CD-диска. Запуск программы осуществляется кнопкой «**Пуск**» в главном окне программы (рис. 1.3). Удобно область визуализации данных разделить на две вертикально расположенные части, для этого надо в то время, пока сканер придвигает к зонду исследуемую область, нажать на панели инструментов кнопку с двумя горизонтальными полосками. В этом случае при сканировании в верхней части области визуализации данных будет отображение сканируемой поверхности, строчка за строчкой, а в нижней – построчное отображение измеряемого сигнала. Кнопка «**Стоп**» прерывает процесс сканирования, кнопка «**Заново**» начинает процесс сканирования сначала, без сохранения полученных результатов. В процессе сканирования можно изменять относительную контрастность изображаемых точек (таблица 1.2) и контролировать как время сканирования, так и время, остающееся до его окончания. После окончания измерений полученный рельеф поверхности может быть сохранен в памяти компьютера.

## **Часть 2. Работа прибора NanoEducator в режиме атомно-силового микроскопа**

### **Задания:**

1. Освоить правила установки и замены образцов и зондового датчика прибора NanoEducator.
2. Освоить методы настройки и управления работой измерительной системы микроскопа при подготовке к сканированию – выбор рабочей частоты и подвод зонда к поверхности образца с помощью компьютерной программы «NanoEducator».
3. Освоить методику работы микроскопа в режиме сканирования (выбор параметров сканирования) при получении тестового изображения поверхности на приборе NanoEducator.



## Порядок выполнения работы:


1. Подготовка к установке образца, снятие зондового датчика. Снять видеомикроскоп с измерительной головки NanoEducator. При смене образца зондовый датчик должен находиться в верхнем положении или должен быть снят. При снятии самого датчика он также должен находиться в верхнем положении, поэтому проверить, в каком положении находится зондовый датчик. Если он не находится в верхнем положении, то винтом UP-DOWN поднять зондовый датчик до упора. Для снятия зондового датчика ослабить стопорный винт его фиксации и, удерживая датчик за металлические кромки основания, осторожно вынуть его из гнезда.

2. Установка образца. Образец крепится на магнитную подложку. При изучении образца, заранее не установленного на подложке, он фиксируется на ней с помощью двухстороннего скотча. Магнитная подложка устанавливается на магнитный столик. Соблюдать особую осторожность при смене образца без снятия зондового датчика. Если случайно задеть острие зонда образцом, он выйдет из строя (затупится).

3. Установка зондового датчика и предварительный выбор области исследования. Проверить, что гнездо держателя зондового датчика находится в верхнем положении. Ослабить, если необходимо, стопорный винт фиксации зондового датчика. Удерживая датчик за металлические кромки основания, с максимальной осторожностью вставить его до упора в гнездо держателя, зафиксировать датчик стопорным винтом.

С помощью микрометрических винтов перемещения столика в двух взаимно-перпендикулярных направлениях подвести центр исследуемой области под зонд. Винтом UP-DOWN аккуратно произвести предварительный подвод зонда к поверхности до расстояния около 1 мм, это расстояние удобно контролировать с помощью лупы.

4. Включение прибора. Включить компьютер, включить электронный блок – контроллер. Запустить программу «NanoEducator» при

помощи ярлыка программы – , расположенного на рабочем столе внизу. Убедиться в появлении на экране главного окна (рис. 1.3), на панели управления которого должно быть выбрано «Сканирование». Проверить, что на главном окне выбран режим «НаноЭдюкатор: АСМ». Если это не так, то кнопкой «Подготовка

**к сканированию»** открыть окно **«Подготовка к сканированию»**, в нем выбрать **«НаноЭдюкатор»** и режим **«АСМ»**. Свернуть окно **«Подготовка к сканированию»**.

5. Установка рабочей частоты. На панели основных операций главного окна кнопкой **«Резонанс»** открыть окно **«Резонанс»** (таблица 1.1). Флажком **«Настройки»** открыть панель параметров поиска резонанса, убедиться, что флажок **«Точно»** на этой панели сброшен. Кликнуть по кнопке **«Старт»** для грубого поиска резонанса. В результате будет измерена амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) зонда и приблизительно установлена резонансная частота. АЧХ должна иметь острую симметричную форму, а амплитуда колебаний зонда на частоте резонанса должна быть примерно равна 2 В. Если амплитуда превышает 2 В, то кнопкой **«Стандарт»** установить стандартные настройки. Если амплитуда мала или кривая АЧХ искажена, необходимо небольшими шагами увеличивать амплитуду колебаний и усиление амплитуды и на каждом шаге контролировать АЧХ.

Установить флажок **«Точно»**. Снова измерить АЧХ, убедиться, что добротность не менее 20. Если добротность менее 20, попробовать несколько изменить амплитуду колебаний и усиление амплитуды и вновь измерить АЧХ. При этом если АЧХ имеет заметно несимметричную форму, то практическим способом ее улучшения является изменение усилия закрепления зондового датчика стопорным винтом. Для этого сначала ослабляют стопорный винт, а затем его закрепляют с другим усилием. При достижении необходимых параметров АЧХ закрыть окно **«Резонанс»**.

Поиск резонанса и установку рабочей частоты колебаний зонда выполнять перед каждым захватом взаимодействия. В процессе измерений иногда возникает потеря взаимодействия, требующая повторного выполнения этой операции.

6. Подвод зонда к поверхности и захват взаимодействия. До начала сканирования необходимо приблизить зонд к поверхности образца до расстояния, на котором появляется достаточное взаимодействие между атомами зонда и поверхности.

Перед началом подвода необходимо установить видеомикроскоп на измерительную головку NanoEducator. На панели основных операций кнопкой **«Подвод»** открыть окно **«Подвод»**. Включить «видеокамеру» и попытаться получить четкое изображение зонда, для регулировки использовать ручку FOCUS, одновременно подбирая освещение ручками UP-DOWN и RIGHT-LEFT осветителя. По воз-

возможности попытаться получить на экране одновременно изображение зонда и поверхности под ним, на которой при приближении зонда можно увидеть луч света, отраженный от зонда. Перемещение видеомикроскопа осуществляется его ручками UP-DOWN и RIGHT-LEFT.

Флажком «**Настройки**» открыть панель параметров подвода, рекомендуется при подводе использовать стандартные настройки: усиление ОС – 3, а рабочая точка – 0,7. Обнулить счетчик шагов «**Шаги**». Убедиться, что сброшен флажок «**Быстро**». Начать автоматический подвод нажатием кнопки «**Вниз**» на окне «**Подвод**».

Схема механизма подвода показана на рис. 1.4. Подвод осуществляется ступенчато, шаговым двигателем, величина одного шага около 2 мкм. Шаговый двигатель 1 при подаче на него электрических импульсов вращает винт подачи 2 и перемещает планку 3 с зондовым датчиком 4, приближая или отдаляя его от образца 5, установленного на сканере 6.

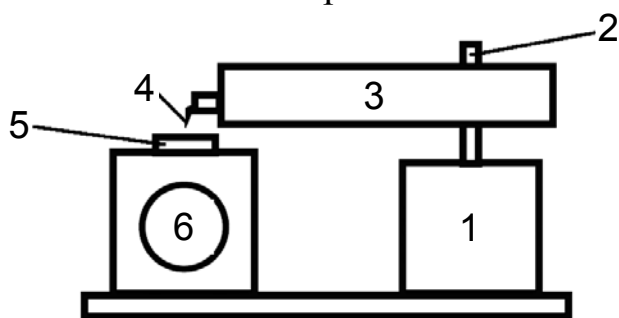


Рис. 1.4. Схема механизма подвода зонда к поверхности образца

После каждого шага опускания зонда производится встречное поднимание столика с одновременным контролем изменения амплитуды колебаний зондового датчика. Подвод контролируется визуально по сближению зонда со своим отражением и по показаниям индикаторов «**Сканер**» и «**Амплитуда**». Работа двигателя, опускающего зонд, слышна. Опускание уровня индикатора «**Сканер**» соответствует подъему столика после каждого шага опускания зонда. Если после очередного шага уровень индикатора «**Сканер**» возвращается к исходному, и он окрашивается в красный или желтый цвет, то это означает отсутствие взаимодействия. Амплитуда измеряется в относительных единицах по отношению к резонансной амплитуде и при отсутствии взаимодействия колеблется около уровня 1. После окончания подвода индикатор «**Сканер**» должен занять промежуточное положение и окрасится в зеленый цвет. Амплитуда остановится около значения, заданного в настройках прибора.

После окончания автоматического подвода оператор должен принять решение о необходимости дополнительных шагов подвода за счет движения столиком вверх. Эти шаги совершаются, если индикатор «Сканер» не окрасился в зеленый цвет или если его уровень выше, чем  $2/3$  высоты индикатора, то есть он остановился далеко от середины диапазона своего полного удлинения. Для выполнения дополнительных шагов нужно нажать 1-4 раза кнопку «Вниз» на панели параметров подвода. Закрывать окно «Подвод».

7. Выбор параметров сканирования. Кнопкой «Параметры» на панели основных операций главного окна открыть панель параметров измерений. Для выбора области сканирования нажимаем левую кнопку на панели инструментов – открывается максимально доступная область сканирования  $90 \times 90$  мкм. Далее нажимаем кнопку с пунктирным прямоугольником на панели инструментов, что позволяет выбрать конкретную область сканирования. Для ее изменения удобно форму области сканирования выбрать квадратной (установить флажок «Квадрат»), а переключатель «Основа» установить напротив параметра «Разрешение». Теперь «мышкой» можно изменять размер и положение области сканирования; в качестве удобного размера квадрата рекомендуется выбрать  $10 \times 10$  мкм. Шаг сканирования разумно выбрать не большим, чем диаметр зонда, то есть 25 – 35 нм. Для изменения шага без изменения размера области сканирования переключатель «Основа» установить напротив параметра «Размер», а сам выбор величины шага осуществляется вводом величины «Разрешения» (разрешение – размер, деленный на шаг), ввод величины «Разрешения» фиксируется Enter.

После этого выбираются остальные параметры сканирования. Выбирается любое направление сканирования – X или Y. **Усиление ОС** выбирается 1 или 2, **Рабочая точка** (амплитуда колебаний в относительных единицах по отношению к резонансной амплитуде) – 0,87. **Скорость** сканирования вперед – около 3, назад – около 7. Полное время сканирования не выбирается, оно зависит от выбранных параметров сканирования, разумным временем сканирования является 15–20 минут.

8. Сканирование. Запуск сканирования осуществляется кнопкой «Пуск» в главном окне программы (рис. 1.3). Удобно область визуализации данных разделить на две вертикально расположенных части, для этого надо в то время, пока сканер придвигает к зонду

исследуемую область, нажать на панели инструментов кнопку с двумя горизонтальными полосками. В этом случае при сканировании в верхней части области визуализации данных будет отображение сканируемой поверхности, строчка за строчкой, а в нижней – построчное отображение измеряемого сигнала. Кнопка «**Стоп**» прерывает процесс сканирования, кнопка «**Заново**» начинает процесс сканирования сначала, без сохранения полученных результатов. В процессе сканирования можно изменять относительную контрастность изображаемых точек (таблица 1.2) и контролировать как время сканирования, так и время, остающееся до его окончания.

После окончания измерений полученный рельеф поверхности сохраняется в памяти компьютера. Рекомендуется кнопкой «**Сессия**» на панели основных операций открыть панель «**Описание**», куда последовательно помещаются результаты всех измерений под одинаковым именем «**Рельеф**». Двойной щелчок мыши на выбранном рельефе позволяет переименовать его название. Еще один двойной щелчок мыши позволяет справа от рельефа дать его описание. Нажатие на ту же кнопку «**Сессия**» закрывает панель «**Описание**». Возможны два основных сценария дальнейшей работы:

а) математическая обработка полученного изображения, запись его на внешний носитель, получение следующего изображения поверхности в той же доступной области сканирования без выхода из достигнутого взаимодействия зонда с поверхностью;

б) подъем зондового датчика, выбор другой доступной области сканирования того же образца, смена образца, смена зондового датчика или выключение прибора.

9. Продолжение исследований внутри доступной области сканирования. Причинами повторения эксперимента в той же доступной области сканирования могут быть следующие обстоятельства: а) изменение направления сканирования или других параметров сканирования в той же выбранной области сканирования; б) изменение области сканирования; в) уменьшение влияния различных нелинейностей пьезокерамики, из которых наиболее заметна ее ползучесть. Ползучесть пьезокерамики проявляется в медленном дрейфе в направлении предшествующих перемещений или в замедленном смещении после быстрого изменения напряжения. Ползучесть обычно проявляется в искажении начального участка скана. Влияние ползучести уменьшается при уменьшении скорости сканирования и после «тренировки» сканера.

### Часть 3. АСМ-спектроскопия

Этот режим работы АСМ позволяет отключить систему обратной связи, поддерживающую постоянной амплитуду колебаний зонда, и изучить изменение этой амплитуды по мере приближения зонда к образцу. Для подготовки микроскопа к такому исследованию выполняются все подготовительные этапы перед сканированием, включая подвод зонда к поверхности и захват взаимодействия. АСМ-спектроскопия может быть проведена как после изучения рельефа поверхности в ее различных точках, так и без такого исследования в точке захвата взаимодействия. Рассмотрим вариант изучения амплитуды колебаний зонда в точке подвода и захвата взаимодействия (без исследования рельефа поверхности).

Для проведения спектроскопии следует нажать кнопку «Спектроскопия» на панели управления главного окна программы (рис. 1.3). Настройка параметров спектроскопии производится на панели параметров измерений, открываемой кнопкой «Параметры» на панели основных операций. Задаются следующие параметры исследования: 1) диапазон перемещения зонда относительно поверхности (заданием расстояния, на которое отводится зонд относительно точки захвата взаимодействия, и расстояния, на которое зонд дополнительно приближается к поверхности; 2) шаг исследований, который задается введением диапазона перемещения зонда и числа точек, в которых происходит измерение амплитуды колебаний; 3) задержку между шагами при движении зонда. Значения выставленных параметров раскрываются в таблице 1.3.

Таблица 1.3

Параметры спектроскопии

Режим	В поле «Режим» должен быть выбран пункт АСМ
Вниз	Задается оператором отрицательное начальное положение зонда от 0 до –200 нм
Вверх	Задается конечное положение зонда, минимальный диапазон перемещения зонда составляет 100 нм
Число точек	Задается оператором количество точек, в которых измеряются амплитуды колебаний, рекомендуется 200 точек
Шаг	Определяется программой по диапазону перемещения зонда и числу точек измерения
Задержка	Задается оператором, рекомендуется 3–10 мс
Сброс настроек	Возвращает исходные настройки параметров

Запуск процесса спектроскопии осуществляется кнопкой «Пуск». Алгоритм проведения спектроскопии состоит в следующем:

- 1) отключается система обратной связи;
- 2) зонд отводится от образца на расстояние, задаваемое оператором;
- 3) зонд пошагово приближается к образцу и на каждом шаге производится измерение амплитуды его колебаний;
- 4) зонд движется в обратном направлении (удаляется от образца) и в тех же точках вторично производятся измерения амплитуды колебаний.

Результат спектроскопии представляется в области измерений на графике, состоящем из двух кривых (рис. 1.4). Цвета графиков можно настраивать. Для настроек, используемых по умолчанию:

- кривая синего цвета (на рисунке кривая 1) – при приближении зонда к образцу;
- кривая красного цвета (на рисунке кривая 2) – при отдалении зонда от образца.

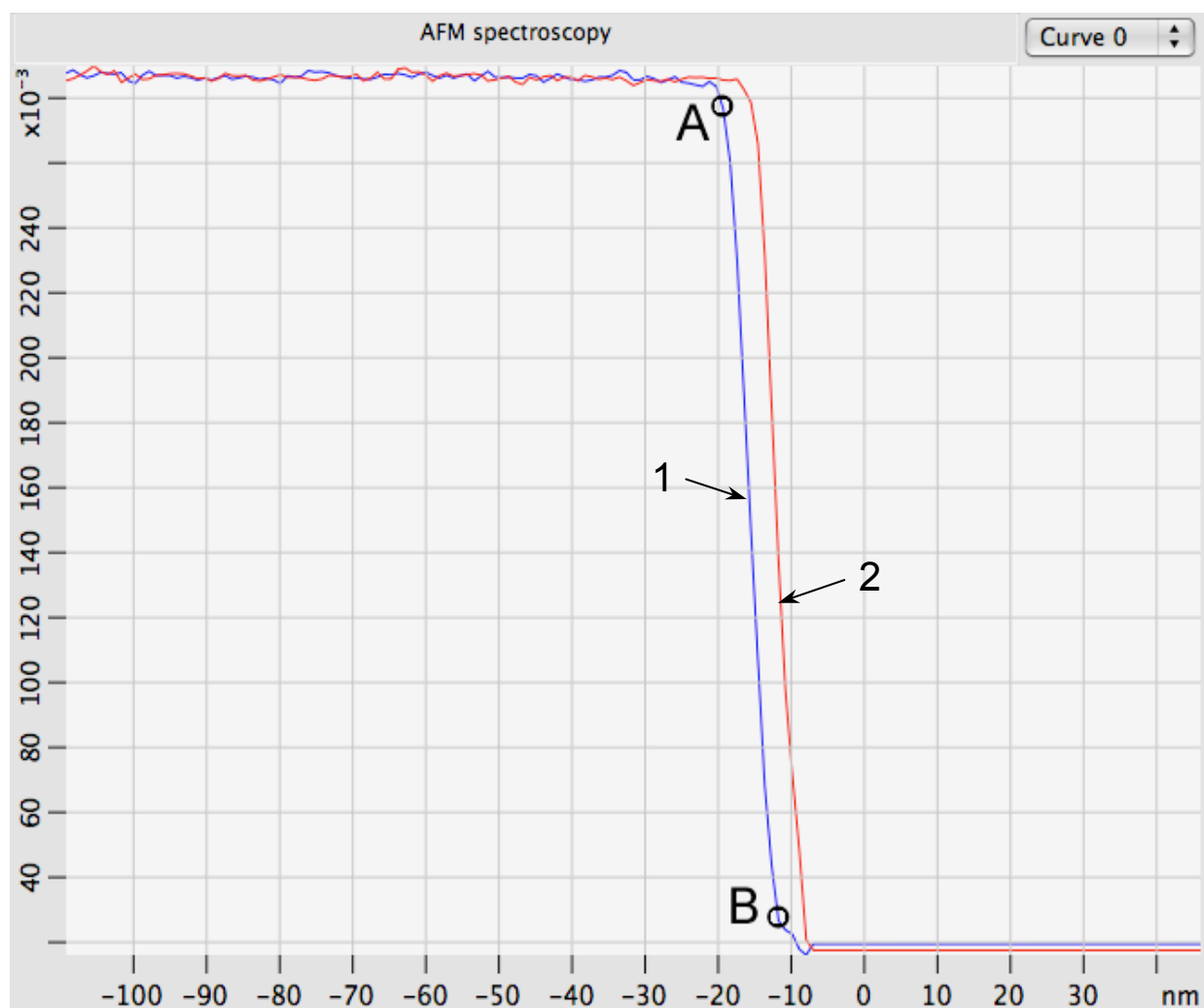


Рис. 1.4. Результат спектроскопических измерений

По оси абсцисс на графике отложены величины перемещения зонда в направлении  $Z$ . По оси ординат – амплитуда колебаний зонда в относительных единицах. Точка А соответствует появлению взаимодействия между зондом и образцом в результате их сближения. Начиная с этой точки, при дальнейшем сближении, амплитуда колебаний зонда уменьшается до полного затухания колебаний (точка В). Участок кривой правее точки В соответствует нахождению зонда в полном механическом контакте с поверхностью образца.

### **Контрольные вопросы:**

1. Назовите основные компоненты СЗМ и их назначение.
2. Назовите виды сенсоров и принципы их действия.
3. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Опишите различные конструкции сканеров.
4. Опишите общую конструкцию и назначение основных элементов СЗМ NanoEducator.
5. Объясните конструкцию и принцип работы зондового датчика силового взаимодействия.
6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.



## Работа 2

### **Исследование поверхности тестовых образцов и реальных объектов**

#### **Цели работы:**

1. Освоить методику исследования рельефа поверхности методом АСМ на СЗМ NanoEducator.
2. Исследовать структуру поверхности дифракционной решетки. Определить ее тип и основные количественные характеристики.
3. Изучить рельеф поверхности CD диска и определить размеры геометрических структур на ее поверхности.
4. Изучить топографию поверхности биологических объектов – крови, кисломолочных бактерий и др.

#### **Вопросы для допуска к работе:**

1. Основные компоненты СЗМ NanoEducator, их назначение и алгоритм получения изображения поверхности методом АСМ.
2. Критерии выбора параметров сканирования и способы количественного анализа изображений поверхности.
3. Использование панели инструментов программы NanoEducator для количественного исследования поверхности.
4. Устройство и основные свойства и отражательной и пропускающей дифракционной решетки. Условие главных максимумов.
5. Принцип записи информации на CD диске.
6. Критерии выбора биологических объектов для исследования топографии их поверхности методом АСМ.

### **Часть 1. Исследование дифракционной решетки**

Дифракционная решетка представляет собой периодический набор одинаковых оптических неоднородностей, в частности, это может быть набор большого числа регулярно расположенных штрихов (щелей, выступов), нанесенных на некоторую поверхность. Дифракционная решетка является оптическим элементом, осуществляющим регулярную дифракции света. По форме рабочей поверхности дифракционные решетки делят на плоские и неплоские, а по особенностям дифракции – на пропускающие и отражательные. В отражательных решетках штрихи нанесены на зеркальную (метал-

лическую) поверхность и наблюдение ведется в отраженном свете. В пропускающих решетках штрихи нанесены на прозрачную поверхность (или вырезаются в виде щелей на непрозрачном экране), наблюдение ведется в проходящем свете. Дифракционные решетки бывают одномерные (оптические неоднородности располагаются вдоль одного направления), двумерные и трехмерные (атомы в узлах кристаллической решетки).

Расстояние, через которое повторяются штрихи на решетке, называют периодом дифракционной решетки, или постоянной решетки, и обычно обозначают буквой  $d$ . Если известно число штрихов  $n$ , приходящихся на 1 мм решетки, то период решетки находят по формуле:  $d = 1/n$  мм. Для работы в видимом диапазоне спектра ( $\lambda = 390 - 780$  нм) типичные значения  $n$  составляют от 100 до 3000 штрихов на миллиметр.

На рис. 2.1 представлена фотография отражательной одномерной дифракционной решетки, полученная с помощью электронного микроскопа.

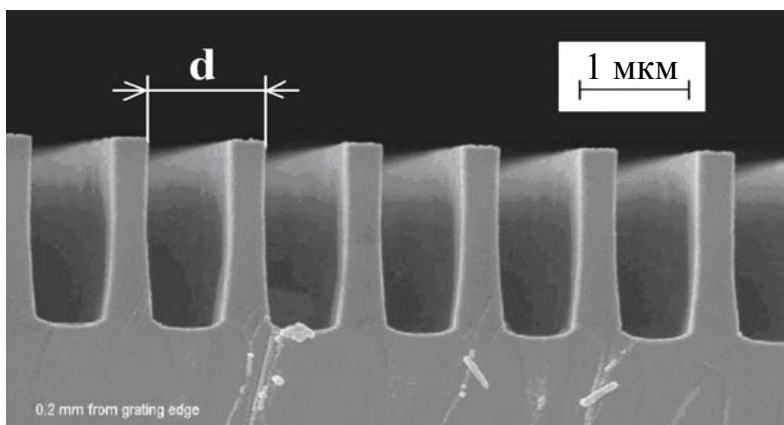


Рис. 2.1. Микрофотография профиля дифракционной решетки.  
Период решетки  $d$  равен сумме ширины ненарушенного промежутка и ширины бороздки

Дифракционную решетку применяют в спектральных приборах для получения монохроматического света, в оптических датчиках линейных и угловых перемещений (измерительные дифракционные решетки), в поляризаторах и фильтрах инфракрасного излучения, делителях световых пучков в интерферометрах и т. д.

Рассмотрим в качестве примера пропускающую решетку, на которую падает плоская монохроматическая волна в направлении нормали (перпендикуляра) к плоскости решетки (рис. 2.2). В качестве плоской световой волны может быть использован лазерный луч.

Рассмотрение явления дифракции приводит к следующим результатам. После прохождения светового пучка через решетку на удаленном экране наблюдается упорядоченный набор световых пятен, самые яркие из которых называются главными максимумами. Главные максимумы располагаются на экране таким образом, что углы  $\varphi$  между нормалью к решетке и направлением на максимум (рис. 2.2) удовлетворяют формуле:

$$d \sin(\varphi_m) = m\lambda, \quad (2.1)$$

где  $d$  – период решетки,  $\varphi_m$  – угол, определяющий направление на данный максимум,  $m$  – порядок (номер) максимума ( $m = 0, \pm 1, \pm 2 \dots$ ),  $\lambda$  – длина волны падающего света. Это основная формула дифракционной решетки. Из нее видно, что число главных максимумов конечно, так как порядок максимума ограничен условием  $(m\lambda/d) < 1$ . Между главными максимумами расположены побочные максимумы, интенсивность которых существенно меньше интенсивности главных максимумов.

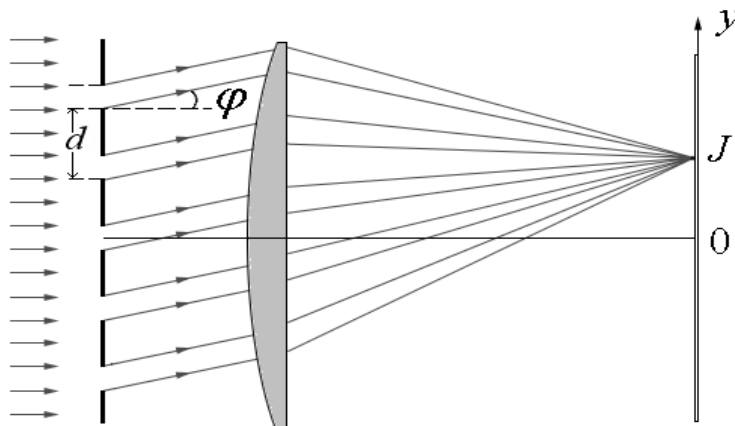


Рис. 2.2. Прохождение плоской волны через дифракционную решетку. Точка  $J$  соответствует одному из максимумов

Для фокусировки дифрагировавших лучей можно использовать собирающую линзу, тогда экран помещают в ее фокальную плоскость (как показано на рисунке). В фокальной плоскости линзы расстояние  $y_m$  от максимума нулевого порядка ( $m = 0$ ) до максимума  $m$ -го порядка при малых углах дифракции равно  $y_m = m \frac{\lambda}{d} F$ , где  $F$  – фокусное расстояние линзы. Угловая полуширина  $\delta\varphi$  главных максимумов (поперечный размер пятен) обратно пропорциональна полному числу штрихов решетки  $N$  и определяется формулой  $\delta\varphi = \frac{\lambda}{Nd}$ , где  $Nd$  – полный размер решетки.

При освещении дифракционной решетки белым светом максимумы будут иметь радужную окраску из-за того, что согласно формуле (3.1) углы для главных максимумов зависят от длины волны.

### Задания:

1. Получить дифракционную картину при прохождении лазерного луча через пропускающую дифракционную решетку с известным периодом и определить длину волны лазера.

2. Определить тип и основные количественные характеристики фрагмента дифракционной решетки с помощью СЗМ NanoEducator.

### Порядок выполнения работы:

1. Собрать лабораторную установку по схеме, представленной на рис. 2.3, используя детали учебного комплекса для исследования оптических явлений (при необходимости использовать приложенные методические указания). Получить дифракционную картину от решетки с известным периодом и измерить углы дифракции первого, второго и третьего порядков ( $\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3$ ).

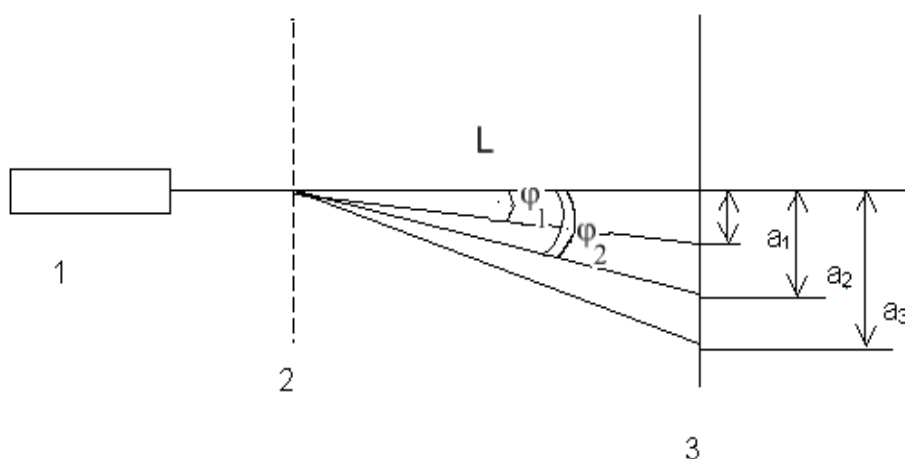


Рис. 2.3. Схема лабораторной установки для исследования пропускающей дифракционной решетки:

1 – лазер, 2 – дифракционная решетка; 3 – экран

Для определения углов дифракции необходимо измерить на экране расстояния между центрами боковых световых пятен и центральным пятном (максимумом нулевого порядка) для первого, второго и третьего порядков соответственно ( $a_1, a_2, a_3$ ) и расстояние от решетки до экрана  $L$ . Углы дифракции рассчитываются по формуле:

$$\text{arctg } \varphi_m = a_m / L. \quad (2.2)$$

Вычислить длину волны по формуле (2.1) для каждого максимума и найти среднее значение.

2. Установите образец с фрагментом дифракционной решетки в СЗМ NanoEducator и подготовьте его к работе, как указано в работе № 1. Проведите сканирование участка дифракционной решетки размером порядка  $10 \times 10$  мкм. Если выбрать решетку 1000 штрихов/мм ( $d = 1$  мкм), то на такой участок попадет 10 периодов решетки.

С помощью кнопок панели инструментов проанализируйте полученное изображение поверхности дифракционной решетки, определите ее основные характеристики: тип, период, глубину штрихов. Назначение кнопок на панели инструментов описано в таблице 1.2.

## Часть 2. Исследование поверхности компакт-диска

Компакт-диск CD представляет собой полимерный диск диаметром 120 мм и толщиной 1,2 мм, покрытый тонким слоем алюминия и лака. В центре диска отверстие диаметром 15 мм. Информация на диске записывается в виде спиральной дорожки выдавленных углублений. Расстояние между двумя ближайшими кругами дорожки (шаг спиральной дорожки) составляет 1,6 мкм. На рис. 2.4 представлен маленький кусочек диска  $15 \times 15$  мкм, поэтому фрагмент спиральной дорожки кажется прямым.

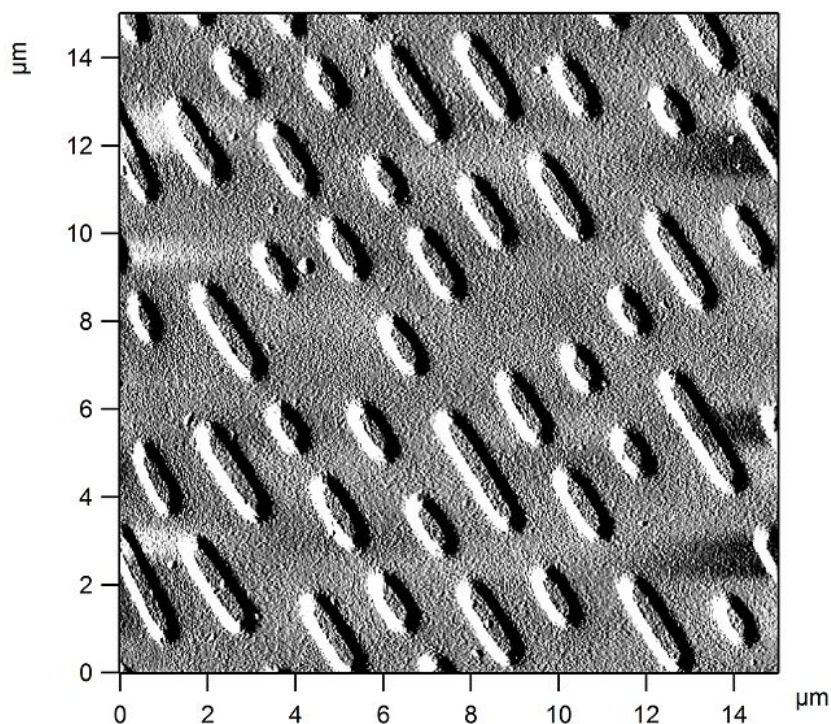


Рис. 2.4. Фрагмент поверхности компакт-диска, полученный методом АСМ

Эти углубления называются питами, они имеют длину от 850 нм до 3,5 мкм и глубину менее 100 нм (*при восприятии рисунка может ошибочно показаться, чтопиты – это выпуклости, все зависит от предполагаемого расположения источника освещения*). Промежутки между питами называются лендами. Комбинация длин питов и лендов и является носителем информации. Эта комбинация в особом формате соответствует последовательности нулей и единиц и служит для записи звуковой и визуальной информации. Формат, используемый в CD-дисках, называется «Red Book». Для считывания информации с диска он освещается инфракрасным лазерным лучом, который последовательно обходит спиральную дорожку. Диаметр луча – 1,2 мкм, что, естественно, меньше шага дорожки, поэтому луч «видит» только одну дорожку. Информация регистрируется фотодиодом, который измеряет интенсивность отраженного от поверхности лазерного луча. Если падающий луч попадает на ленд, то фотодиод регистрирует большой отраженный сигнал, если падающий луч попадает на пит (в углубление), то интенсивность отраженного света резко уменьшается. Комбинация сильного и слабого отраженных сигналов и соответствует комбинации нулей и единиц.

На основании приведенных размеров питов и лендов можно оценить современную плотность записи информации и общий объем информации на диске. Из рис. 2.4 можно приближенно оценить размер поверхности, требуемый для записи одного элемента информации (1 бита), который составляет приблизительно 3 мкм<sup>2</sup>. Тогда плотность записи:

$$n = \frac{1 \text{ см}^2}{3 \text{ мкм}^2} = \frac{10^4 \text{ мкм} \cdot 10^4 \text{ мкм}}{3 \text{ мкм}^2} = 3 \cdot 10^7 \text{ элем} / \text{см}^2 = 30 \text{ Мбит} / \text{см}^2.$$

Рабочая площадь диска – 100 см<sup>2</sup>. Тогда общий объем информации на диске в предположении постоянной плотности записи:

$$30 \text{ Мбит} / \text{см}^2 \cdot 100 \text{ см}^2 = 3 \text{ Гбит} \approx 0,4 \text{ Гбайт}.$$

Известно, что 1 байт (1байт = 8 бит) информации соответствует примерно одному знаку, одной букве. Стандартная страница обычного текста содержит примерно 3000 знаков, а это позволяет оценить число страниц, которые могут быть одновременно записаны на одном диске:

$$\frac{0,4 \cdot 10^9 \text{ букв}}{3000 \text{ букв} / \text{стр}} \approx 130000 \text{ стр}.$$

Таким образом, один CD-диск эквивалентен целой библиотеке, а сегодня это не самая большая плотность записи.

Фрагмент компакт-диска «может работать» как дифракционная решетка. Действительно, шаг спиральной дорожки (1,6 мкм) компакт-диска соизмерим с длиной световой волны ( $\lambda = 0,390 - 0,780$  мкм), и на такой поверхности должны проявляться дифракционные и интерференционные явления, что и является причиной обычно наблюдаемой радужной окраски бликов в отраженном белом свете. При освещении диска лучом лазера с диаметром поперечного сечения много большим шага дорожки освещенный участок можно считать одномерной дифракционной решеткой (рис. 2.5).

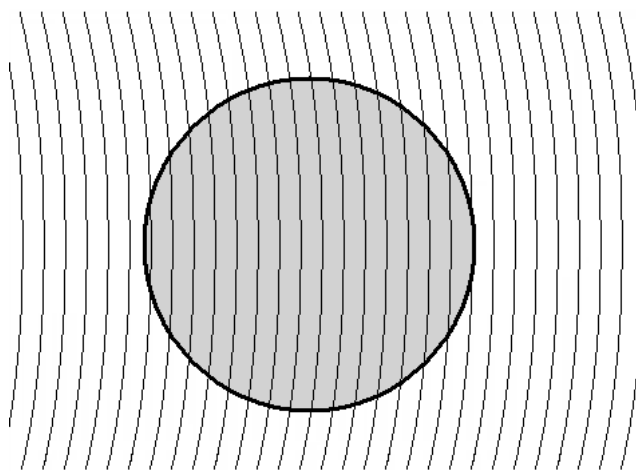


Рис. 2.5. Участок CD, освещенный лазерным лучом достаточно большого диаметра, захватывающим много дорожек

При нормальном падении лазерного луча на поверхность условия максимумов в отражении будет определяться той же самой формулой (2.1), что и для пропускающей дифракционной решетки, только теперь угол  $\varphi$  – это угол между падающим лучом и отраженным (в результате дифракции) лучом в направлении на один из максимумов. Отметим, что в случае CD-диска наблюдается больше дифракционных максимумов с каждой стороны от направления падения луча, чем для DVD-диска, у которого меньше интервал между дорожками.

### Задания:

1. Исследовать поверхность компакт-диска и определить параметры спиральной дорожки: шаг дорожки, размеры и глубину питов.
2. Исследовать дифракцию от поверхности компакт диска и по размеру дифракционной картины определить шаг дорожки.

### Порядок выполнения работы:

1. Установите образец с фрагментом CD-диска в СЗМ Nano-Educator и подготовьте его к работе, как указано в работе 1. Проведите сканирование участка CD-диска размером порядка  $10 \times 10$  мкм. В качестве образца используйте выданный преподавателем специально приготовленный фрагмент CD-диска со снятым защитным слоем.

Проанализируйте полученное изображение поверхности CD-диска, определите ее основные характеристики: шаг спиральной дорожки, размеры питов и расстояния между ними.

2. Используя лазер с известной длиной волны, получите дифракционную картину от CD-диска для отраженного лазерного луча, для этого соберите установку в соответствии с рис. 2.6, при сборке установки используйте тот же учебный комплекс, что и для пропускающей дифракционной решетки.

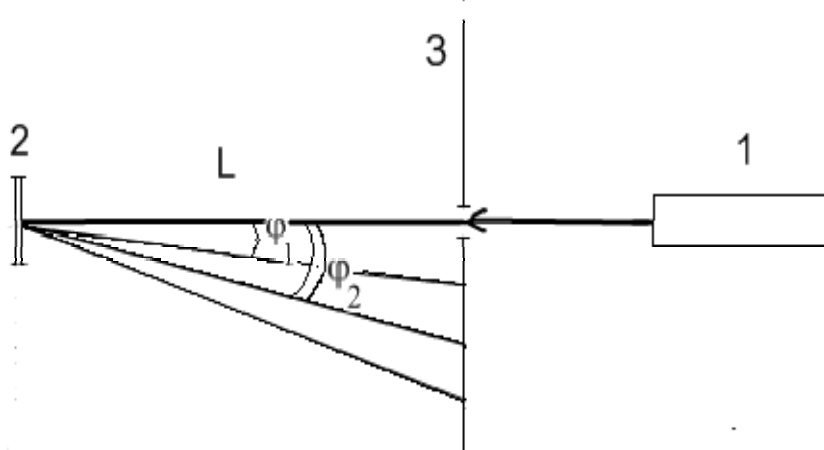


Рис. 2.6. Схема установки для исследования дифракции от поверхности CD-диска.

1 – лазер; 2 – фрагмент CD-диска; 3 – экран с отверстием

Луч лазера проходит через отверстие в экране и попадает на отражающую поверхность диска. Перпендикулярность направления луча к поверхности диска можно обеспечить, поворачивая его таким образом, чтобы отраженный центральный луч попадал в отверстие на экране «3». Измерьте расстояния между главными максимумами и центральным максимумом и найдите углы дифракции по формуле (2.2). Определите период эффективной дифракционной решетки по формуле (2.1) и сравните его с найденным ранее шагом дорожки, полученным прямым измерением на СЗМ NanoEducator.



### Часть 3. Исследование биологических объектов

Изучение морфологии биологических структур является важной задачей для исследователей, поскольку размеры и форма некоторых структур во многом определяют их физиологические свойства. Сопоставляя морфологические данные с функциональными характеристиками, можно получить полноценную информацию об участии живых клеток в поддержании физиологического баланса организма человека или животного.

Сканирующая зондовая микроскопия открыла новые возможности в исследовании клеток, бактерий, биологических молекул, ДНК, позволяя исследовать биологические объекты без специальных фиксаторов и красителей, на воздухе или даже в жидкой среде.

В рамках данной лабораторной работы студентам предлагается исследовать кисломолочные бактерии или клетки крови человека.

Кисломолочные бактерии относятся к лактобактериям (*Lactobacillus*). Клетки имеют вид палочек, обычно правильной формы. Палочки – длинные, иногда почти кокковидные, обычно в коротких цепочках, их размеры –  $(1,0 - 10) \times (0,5 - 1,2)$  мкм<sup>2</sup>. Кисломолочные бактерии широко распространены в окружающей среде, особенно часто встречаются в пищевых продуктах животного и растительного происхождения. Они входят в нормальную микрофлору пищеварительного тракта. На рис. 2.7 представлено АСМ-изображение такой бактерии.

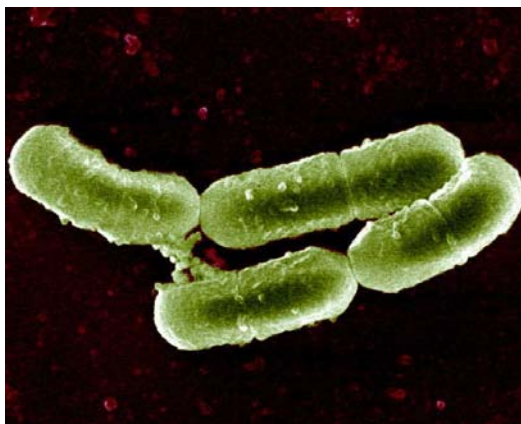


Рис. 2.7. АСМ-изображение кисломолочных бактерий на покровном стекле. Время инкубации раствора – 5 мин

В состав крови человека входят так называемые красные кровяные тельца – эритроциты, основной функцией которых является перенос кислорода из легких к тканям тела и транспорт диоксида углерода

(CO<sub>2</sub>) в обратном направлении. Количество эритроцитов в крови в норме поддерживается на постоянном уровне. Продолжительность жизни эритроцита человека в среднем 125 суток (ежесекундно образуется около 2,5 млн эритроцитов и такое же их количество разрушается). При различных заболеваниях крови возможно изменение цвета эритроцитов, их размеров, количества, а также формы; они могут принимать, например, серповидную, овальную или мишеневидную форму. На рис. 2.8 представлено изображение эритроцитов крови человека, полученное с помощью атомно-силового микроскопа.

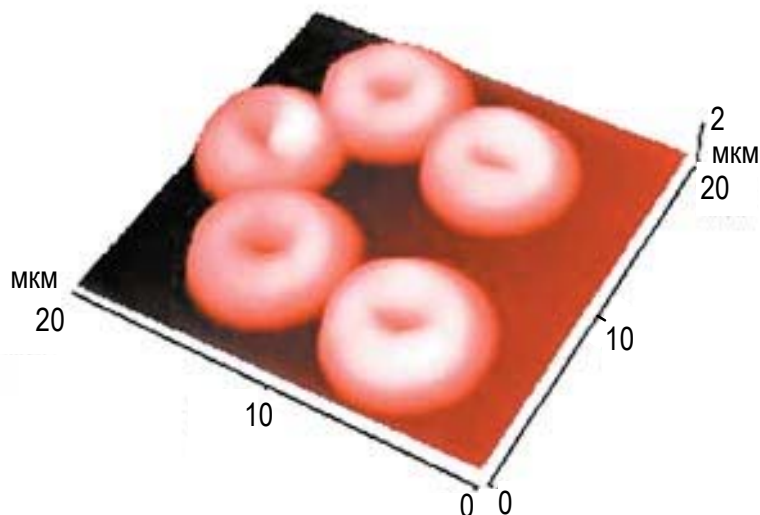


Рис. 2.8. АСМ-изображение эритроцитов крови человека

### **Задания:**

1. Изготовить биологический препарат для дальнейшего его исследования на атомно-силовом микроскопе.
2. Исследовать морфологию поверхности биологического препарата.

### **Порядок выполнения работы:**

1. Подготовьте биологический препарат. Для этого каплю раствора, содержащего бактериальные клетки (кефир, йогурт, кисло-молочная сыворотка) или клетки крови, нанесите на покровное стекло, выдержите 5–60 минут. Затем, не дожидаясь полного высыхания капли, тщательно промойте ее дистиллированной водой. Высушите на воздухе.

2. Установите образец с биологическим препаратом в СЗМ NanoEducator и подготовьте его к работе, как указано в работе 1. Проведите сканирование образца. Проанализируйте полученное изобра-

жение поверхности биологического объекта, определите основные размеры исследуемого объекта.

### **Контрольные вопросы:**

1. Какие элементы панели инструментов программы NanoEducator можно использовать для измерения поперечных размеров деталей рельефа поверхности?

2. Каким образом можно исследовать высоту и глубину элементов рельефа и получить сечение поверхности?

3. Опишите дифракционную картину при дифракции лазерного луча на отражательной и пропускающей дифракционных решетках.

4. Как из условия главных максимумов определить по дифракционной картине период решетки при известной длине волны лазера?

5. Опишите свойства поверхности CD-диска и принцип записи информации на нем.

6. При каком диаметре лазерного луча его можно использовать для считывания информации, а в каком случае будет наблюдаться дифракция луча от поверхности CD-диска?

7. Какие биологические объекты доступны для исследования СЗМ-методом?

8. Какие преимущества дают СЗМ-исследования биологических объектов?

9. Можно ли наблюдать бактерии в обычный оптический микроскоп?

## Математическая обработка изображения поверхности

### Цели работы:

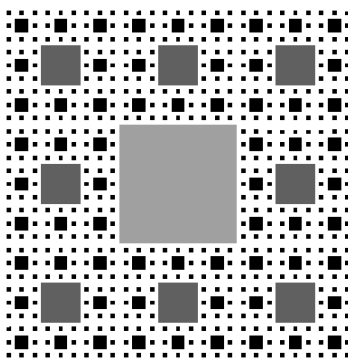
1. Изучение видов погрешностей изображений, полученных на сканирующем зондовом микроскопе.
2. Знакомство с математическими методами устранения дефектов изображений, улучшения качества изображений и их количественной обработки.
3. Получение практических навыков обработки и количественного анализа изображений поверхности с помощью программы «Scan Viewer».

### ОСНОВНОЙ ВАРИАНТ РАБОТЫ

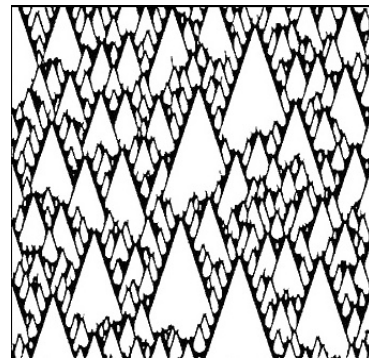
#### Цифровая обработка СЗМ-изображений

Среди многообразия изображений поверхности, получаемых методом СЗМ, можно выделить три основных типа:

- регулярный;
- случайно-неоднородный;
- фрактальный (рис. 3.1).



а)



б)

Рис. 3.1. Фрактальные поверхности:  
а) – регулярная, б) – стохастическая (случайная)

Регулярная поверхность представляет собой заданный, специально нанесенный рельеф. Примером может служить дифракционная решетка или поверхность компакт-диска. Случайная поверхность

---

\* Выполнение данной работы предусмотрено в двух вариантах – основном и расширенном.

содержит разного рода дефекты и неоднородности, которые характеризуются коэффициентами шероховатости. В некоторых случаях они могут исказить и регулярную поверхность.

Фрактальные поверхности формируются либо специальными методами, либо возникают естественным образом, например, в результате самоорганизации частиц в сложные структуры в процессе осаждения. Отличительной особенностью фрактальных поверхностей является наличие специфических геометрических свойств (самоподобие, самоаффинность и т. д.) Проще говоря, если изменить масштаб «кусочка» рисунка в определенное количество раз, новое изображение будет таким же (рис. 3.1а) или статистически эквивалентно исходному (рис. 3.1б), причем новое изображение при повторении этого преобразования обязательно ведет себя так же и т. д.

### **1. Первичные преобразования изображений поверхности**

Математически поверхность образца в выбранной трехмерной системе координат описывается функцией  $Z(x,y)$ , сопоставляющей каждой точке плоскости с координатами  $x,y$  значение  $z$ -координаты («высоты») соответствующей ей точки поверхности:  $z = Z(x,y)$ . Информация о поверхности, полученная с помощью СЗМ, представляет из себя дискретный вариант этой функции. Это так называемый СЗМ-кадр – двумерный массив (матрица) целых чисел  $A_{ij}$ . Координаты точек поверхности связаны с этой матрицей формулами:

$$x_i = x_0 + a \cdot i, \quad y_j = y_0 + b \cdot j, \quad Z(x_i, y_j) = z_0 + h \cdot A_{ij}. \quad (3.1)$$

Здесь  $a, b$  определяются шагом сканирования,  $x_0, y_0, z_0$  – определяют выбранное начало отсчета,  $h$  – масштабный множитель. Визуализация СЗМ-кадров производится средствами компьютерной графики в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При этом программными средствами реализуются масштабирование, вращение и другие методы обработки изображений.

Однако СЗМ-изображения не являются идеальными, так как содержат различного рода погрешности, присущие любому реальному измерению. Стандартный список источников искажения в СЗМ-изображениях следующий:

1. Постоянная составляющая в распределении высоты.
2. Постоянный наклон изображения.
3. Неидеальность сканера (зонда и пьезоэлементов).
4. Шумы аппаратуры, внешние вибрации.
5. Нестабильность контакта зонд – образец.

Для устранения этих искажений изображения применяют специальные методы обработки цифровой матрицы СЗМ-кадра.

**Вычитание постоянной составляющей.** Постоянная составляющая в распределении высоты связана с точностью подвода образца в середину динамического диапазона перемещения сканера по оси Z. Она удаляется программным способом – подбором значения постоянной  $z_0$  в формуле (3.1), например, таким образом, чтобы минимальное значение высоты поверхности равнялось нулю.

**Вычитание постоянного наклона.** Постоянный наклон в изображении поверхности может быть обусловлен несколькими причинами. Он может появиться в результате неточной установки образца, температурного дрейфа, смещающего зонд относительно образца, или нелинейности перемещения пьезосканера.

Для вычитания постоянного наклона сначала методом наименьших квадратов аппроксимируют измеренный рельеф плоскостью. Эта плоскость будет иметь минимальное отклонение по высоте от текущего рельефа, ее уравнение имеет вид  $z = \alpha \cdot x + \beta \cdot y + \gamma$ , где коэффициенты  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  как раз и подбираются методом наименьших квадратов. После этого можно вычесть z-координату плоскости из z-координаты изображения при одном и том же значении координаты (x,y):

$$Z^{6bl4}(x_i, y_j) = Z(x_i, y_j) - (\alpha \cdot x_i + \beta \cdot y_j + \gamma). \quad (3.2)$$

Другим возможным способом устранения постоянного наклона является поворот поверхности таким образом, чтобы после поворота новая аппроксимирующая плоскость легла строго горизонтально (т. е. ее уравнение стало бы иметь вид  $z = 0$ ).

В результате вычитания постоянного наклона получается массив данных с меньшим диапазоном значений, и мелкие детали будут отображаться большим количеством цветов, становятся более заметными.

**Компенсация неидеальности сканера.** Неидеальность пьезосканера приводит к появлению специфических искажений СЗМ-изображений. Частично такие эффекты, как неравноправность прямого и обратного хода сканера (гистерезис), крип (ползучесть) и нелинейность пьезокерамики, компенсируются аппаратными средствами и выбором оптимальных параметров сканирования. В других случаях в СЗМ-изображении появляется специфическая деформация поверхности в виде фиктивного прогиба истинного профиля. Другими

словами, если реальный рельеф представить себе «приклеенным» к плоскости, то данный вид искажений приводит к деформации этой плоскости вместе с рельефом. Деформированная плоскость приобретает вид поверхности второго или более высокого порядка.

Для устранения этих искажений поступают так же, как и при вычитании постоянного наклона. Методом наименьших квадратов находят аппроксимирующую поверхность второго (или более высокого) порядка  $z = P(x, y)$ , имеющую минимальные отклонения от измеренного профиля и описывающую рассмотренный выше фиктивный прогиб рельефа. Затем данная поверхность вычитается из исходного изображения:  $Z^{блч}(x_i, y_j) = Z(x_i, y_j) - P(x_i, y_j)$ .

Нелинейность и неортогональность перемещения сканера в плоскости  $X, Y$  приводит к искажению пропорций в различных частях СЗМ-кадра. Для устранения этих искажений производят коррекцию кадра при помощи файла коэффициентов коррекции, снятого текущим сканером с изображения тестовой поверхности заданной структуры.

## **2. Фильтрация изображений**

Суть методов фильтрации состоит в замене значения высоты поверхности в данной точке новым значением, величина которого учитывает и высоту точек ближайшего окружения. В программном обеспечении СЗМ NanoEducator применяются линейные и нелинейные фильтры.

В линейных фильтрах используется следующий алгоритм: высота поверхности в данной точке определяется линейной комбинацией высот ее окрестности. Имеются два основных типа фильтрации:

- уменьшающий разницу высот ближайших точек (сглаживающие фильтры);
- усиливающий эту разницу (градиентные фильтры и фильтры резкости).

Сглаживающие фильтры применяют для удаления с изображения высокочастотных всплесков. Градиентные фильтры используют для выделения границ объектов. Фильтры резкости усиливают разницу между соседними точками изображений, что улучшает контрастность локальных неоднородностей и также выделяет границы объектов.

Самый простой сглаживающий фильтр – однородный линейный фильтр. Результатом такой сглаживающей процедуры является замена

текущего значения высоты средним арифметическим значением высот нескольких ближайших точек (то есть самой точки и  $N \times N$  ближайших соседей).

К нелинейным фильтрам относятся медианные фильтры, которые являются разновидностью сглаживающих фильтров. Они хорошо убирают шумы импульсного характера, например, шумы в виде «отдельных точек», и в то же время сохраняют резкость границ.

При медианной фильтрации для каждой точки изображения строится вариационный ряд высот для некоторой ее окрестности, то есть значения высот для всех точек этой окрестности располагаются в порядке возрастания. Значение высоты в рассматриваемой точке заменяется на значение высоты поверхности, занимающей центральное положение в вариационном ряду. Таким образом, случайные «точечные» выбросы и провалы при такой сортировке окажутся на краях сортируемого набора значений, будут отфильтрованы и не войдут в результирующее изображение.

### **3. Количественный анализ СЗМ-изображений**

После улучшения качества изображения можно провести его прямое исследование, например, непосредственно на нем измерять расстояния, углы, высоту, глубину и т. д. Кроме этого, можно провести количественный анализ изображения путем математической обработки всего массива данных  $Z(x_i, y_j)$ .

**Построение гистограммы изображения.** Одним из методов анализа изображений является построение гистограммы значений  $Z(x_i, y_j)$ . Этот метод показывает, как часто встречается данное значение высоты в пределах всего образца. При построении гистограммы горизонтальная ось содержит весь диапазон значений высот в точках изображения. Этот диапазон разбивается на определенный набор одинаковых частей (интервалов), для каждого отрезка по вертикальной оси откладывается количество точек, имеющих значение высоты в пределах этого интервалов.

**Определение параметров шероховатости поверхности.** Для количественной характеристики СЗМ-изображений (например, для оценки случайно-неоднородной составляющей) часто используют следующие параметры шероховатости изображения:



1. Средняя шероховатость:

$$\Delta H = \frac{1}{MN} \sum_{n=1}^N \sum_{m=1}^M |Z(x_n, y_m) - h|, \quad (3.3)$$

где  $h = \frac{1}{MN} \sum_{n=1}^N \sum_{m=1}^M Z(x_n, y_m)$  – средняя высота изображения.

2. Среднеквадратичная шероховатость:


$$\Delta H_q = \left( \frac{1}{MN} \sum_{n=1}^N \sum_{m=1}^M |Z(x_n, y_m) - h|^2 \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (3.4)$$

Для корректного определения шероховатости необходимо предварительно удалить неровность фона изображения, для этого вычесть плоскость, либо удалить поверхность второго порядка. Наличие небольшой шероховатости ( $\Delta H \ll h$ ) интерпретируется как наличие случайных неоднородностей на регулярной поверхности, в обратном случае ( $\Delta H > h$ ) поверхность может быть как регулярной (очень глубокие борозды), так и фрактальной.

### **Использование программы «Scan Viewer» для цифрового анализа изображений**

В данной работе математическая обработка изображений осуществляется с помощью специальной программы «Scan Viewer». Запуск программы «Scan Viewer» может осуществляться несколькими способами:

- в ходе работы с программой «NanoEducator» экспортом активного фрейма с помощью соответствующей кнопки панели инструментов (см. таблицу 1.2);

- при помощи значка Scan Viewer , находящегося на рабочем столе или в каталоге установленного программного обеспечения для СЗМ NanoEducator;

- щелчком по файлу с расширением \*.mdt, представляющему собой коллекцию фреймов, сохраненных программой «Scan Viewer».

Интерфейс программы «Scan Viewer» во многом аналогичен интерфейсу программы «NanoEducator». Схема разделения интерфей-

са программы программы «Scan Viewer» на рабочие зоны представлена на рис. 3.2.



Рис. 3.2. Интерфейс программы «Scan Viewer».

В верхней части указано имя исследуемого файла.

В области анализа находится исследуемое изображение.


Кнопки панели инструментов те же, что и в программе «NanoEducator».

Дерево методов содержит список средств для обработки изображения

После того как выбрано изображение для анализа с помощью программы «Scan Viewer», оно становится активным фреймом и помещается в «**Область анализа**». Область анализа предназначена для работы с фреймами (фильтрации, измерений, преобразований). В области анализа одновременно может отображаться до четырех фреймов. В зависимости от выбранного типа отображения возможно несколько состояний области анализа.


На «**Панели фреймов**» отображаются уменьшенные копии открытых фреймов данных. Файл СЗМ-данных состоит из одного или нескольких фреймов. Каждый фрейм является элементарным фрагментом данных, который соответствует СЗМ-изображению.


В левой части окна программы «Scan Viewer» расположена «**Панель инструментов**», содержащая кнопки для выполнения определенных действий над фреймом. Внешний вид кнопок и закрепленные за ними действия полностью эквивалентны кнопкам панели инструментов программы «NanoEducator» и описаны в работе 1. Исключение составляют три кнопки

1.  – Кадрирование. Выделяет область прямоугольной формы.

После нажатия кнопки при помощи мыши с нажатой основной

кнопкой выделите область на изображении. Значения длины и ширины выделенной области отобразятся на панели результатов измерений. Пунктирные линии внутри прямоугольника обозначают направления: верх, низ, правый. Для поворота выделенной области установите курсор в любое место за пределами области выделения, нажмите основную кнопку мыши и, не отпуская кнопку мыши, поверните область выделения на нужный угол.

2.  – Экспорт активного фрейма на сервер локальной сети, на котором запущена другая программа обработки изображения.

3.  – Корзина – удаление выбранных фреймов.

«**Дерево методов**». Все методы обработки и анализа, реализованные в программе «Scan Viewer», разделены на группы, которые объединяют родственные методы. Список групп и входящих в них методов содержится в раскрывающемся списке методов (дерево методов) в правой части рабочего окна программы. В случае применения к фрейму одного из методов появляется новый фрейм – результат действия метода. Результат помещается в области фреймов и анализа. Отдельный фрейм можно сохранить в виде файла с расширением \*.mdt или \*.spm.

«**Дерево методов**» является двухуровневым: первый уровень – названия групп методов, второй уровень – названия методов, входящих в группы. Для применения метода к активному фрейму следует выполнить следующую последовательность действий:

1. Раскрыть группу методов щелчком по маркеру перед названием группы.

2. Выбрать метод двойным щелчком мыши на названии метода.

Ниже представлен список методов, реализованных в программе «Scan Viewer» (развернутое «**Дерево методов**»).

- Сглаживающие фильтры

Гауссов 1.0; Гауссов 0.625; Гауссов 0.85; Гауссов 0.391.	Сглаживание 3x3 2.0; Сглаживание 3x3 1.73; Сглаживание 3x3 1.41;	Однородный 3x3; Однородный 5x5
---	--	-----------------------------------

- Градиентные фильтры

Горизонтальный фильтр Превита; Вертикальный фильтр Превита	Горизонтальный фильтр Собеля; Вертикальный фильтр Собеля
---	---

- Фильтры резкости

Лаплас 5x5; Лаплас 3x3;	Высокочастотный 5x5; Высокочастотный 3x3
----------------------------	---

- Нелинейные фильтры

Медианный авто; Медианный 7x7;	Медианный 5x5; Медианный 3x3
-----------------------------------	---------------------------------

- Преобразования изображений

Урезание по Z Поворот на 180° Поворот на 90° против часовой стрелки Поворот на 90° по часовой стрелке	Отразить по вертикали Отразить по горизонтали Инверсия Вырезание области
--	---

- Сечение

Простое сечение  
Сечение с усреднением  
Анализ сечений

- Статистика

Гистограмма

- Вычитание поверхностей

Поверхность Плоскость	Кривая по Y Прямая по Y Постоянная по Y	Кривая по X Прямая по X Постоянная по X
--------------------------	---	---

- Фурье

Вертикальный PS анализ Горизонтальный PS анализ	Изотропный PS анализ Фурье анализ
--	--------------------------------------

Методы, связанные с фильтрацией изображений, были рассмотрены ранее. Методы преобразования изображений содержат очевидные действия над изображениями. Рассмотрим кратко остальные методы.

**Сечение.** Простое сечение изображения осуществляется по отмеченному отрезку, который создается с помощью кнопки «линейка» панели инструментов. Сечение с усреднением усредняет заданное число сечений, равномерно расположенных внутри выделенного фрагмента, который выделяется кнопкой «**Кадрирование**». График сечения помещается в области фреймов и анализа. Метод «**Анализ сечений**» открывает новое окно, в котором выполняется работа с сечениями.

**Гистограмма.** После применения метода строится гистограмма плотности распределения значений и график распределения значений функции  $Z(X_i, Y_i)$ , описывающей исходный фрейм. Гистограмма и график распределения значений помещаются в области фреймов и анализа.

**Вычитание поверхностей.** Основным принцип метода вычитания полиномов и поверхностей был рассмотрен выше. При этом происходит преобразование поверхности, направленное на «выравнивание» («планаризацию») поверхности, в частности, для устранения наклона и искажений более высокого порядка.

*1. Методы вычитания поверхности заданного порядка:*

Поверхность – вычитание поверхности второго порядка;

Плоскость – вычитание плоскости.

*2. Методы построчного вычитания полинома заданного порядка:*

Кривая по Y – построчное вычитание в направлении оси Y полинома второго порядка.

Прямая по Y – построчное вычитание в направлении оси Y полинома первого порядка.

Постоянная по Y – построчное вычитание среднего значения в направлении оси Y.

Кривая по X – построчное вычитание в направлении оси X полинома второго порядка.

Прямая по X – построчное вычитание в направлении оси X полинома первого порядка.

Постоянная по X – построчное вычитание среднего значения в направлении оси X.

**Задания к основной части работы:**

1. Изучить функциональные возможности программы «Scan Viewer», ориентируясь на математический смысл манипуляций с изображением, включенных в этот программный продукт. Освоить следующие базовые навыки работы с программой:

- а) выполнять фильтрацию изображения;
- б) проводить прямое измерение деталей изображений с помощью панели инструментов и дерева методов;
- в) измерять параметры шероховатости изображений;

2. Провести обработку и анализ ранее полученного изображения фрагмента компакт-диска и дифракционной решетки с использованием программы «Scan Viewer».

### **Порядок выполнения основной части работы:**

1. Выбрать файл данных и перейти к его просмотру и обработке с помощью программы «Scan Viewer». Запустить программу «Scan Viewer» (см. стр.54).
2. Провести измерение деталей изображений с помощью панели инструментов и дерева методов.
3. Построить контрольное сечение изображения.
4. Определить характер имеющихся искажений и провести необходимую обработку и фильтрацию данных с помощью методов, доступных в программе.
5. Измерить и сравнить параметры шероховатости изображений (отображаются в поле «Измерения» для активного фрейма) до и после фильтрации.
6. Провести контрольные сечения файла после обработки и сравнить с сечением исходного изображения.

### **РАСШИРЕННЫЙ ВАРИАНТ РАБОТЫ**

#### **Дополнение к использованию программы «Scan Viewer» для цифрового анализа изображений**

**Фурье.** Вертикальный PS-анализ рассчитывает одномерную функцию – средний спектр мощности (PS) по оси Y для всего изображения. Для этого сначала вычисляют все одномерные Фурье-образы  $F_j(n)$  для каждого столбца по оси Y. Затем находят средний Фурье-образ  $F(n)$  в результате усреднения по набору  $F_j(n)$ . Далее находится функция спектра мощности – квадрат модуля комплексной функции  $F(n)$ , то есть сумма квадратов действительной и мнимой частей  $F(n)$ . В результате строится график полученной одномерной функции – спектра мощности для направления по оси Y. Вертикальный PS-анализ является полезным инструментом для анализа периодичности структуры поверхности в направлении оси Y.

Горизонтальный PS-анализ полностью аналогичен вертикальному, но ориентирован вдоль оси X.

Изотропный PS анализ рассчитывает средний спектр мощности, усредненный по всем радиальным направлениям, проведенным из центра Фурье-изображения.

Фурье-анализ. При выборе метода «Фурье-анализ» в дереве методов, открывается окно Фурье-анализа. В правой половине окна


Фурье-анализа располагается исходное изображение фрейма, в левой половине – Фурье-образ этого изображения (аналогично рис. 3.2). Фурье-образ является двумерной комплексной функцией вида  $F = (A + i \cdot B)$ , определенной в пространстве, сопряженном к координатному (см. формулу (3.11) на стр. 61). При построении изображения Фурье-образа, в зависимости от выбранного метода, в меню, расположенном в левом нижнем углу, можно выбрать следующие величины:


Мощность	Величина	Корень из величины	Логарифм
$A^2 + B^2$	$\sqrt{A^2 + B^2}$	$(A^2 + B^2)^{1/4}$	$\ln(1 + A^2 + B^2)$

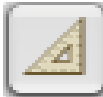
При установке флажка «Сечение» (в левом верхнем углу) открывается боковая панель, на которой будут выводиться выбранные сечения.

При установке флажка «Вычесть среднее» (в левом нижнем углу) из Фурье-образа вычитается среднее значение функции.

Панель инструментов окна Фурье-анализа содержит как обычные кнопки, так и кнопки, выполняющие различные функции для исходного изображения и Фурье-изображения:

1.  – при работе с исходным фреймом выполняется измерение координаты  $Z$  в точке, выбранной щелчком мыши на изображении. Координата  $Z$  отобразится над указанной точкой. При работе с Фурье-образом выполняется функция выделения симметричных областей для Фурье-фильтрации.

2.  – для исходного фрейма – инструмент «Линейка». При работе с Фурье-образом выполняется сечения Фурье-образа. После нажатия кнопки поместите курсор на поле Фурье-образа, нажмите основную кнопку мыши, при этом появится радиус-вектор, выходящий из центра, конец которого совпадает с положением курсора. Не отпуская основную кнопку мыши, переместите курсор на необходимую точку. В открытой панели «Сечения» появится сечение Фурье-образа, проходящее по радиус-вектору.


3.  – при работе с исходным фреймом выполняется обычная функция измерения угла. При работе с Фурье-образом выполняется функция измерения угла между направлениями на различные

частотные компоненты. После нажатия кнопки щелчком мыши зафиксируйте на Фурье-образе первую точку. Затем щелчком мыши зафиксируйте вторую точку. Измеряемый угол является углом, образованным отрезками от зафиксированных точек до общей точки в центре Фурье-образа (отображается напротив его вершины)

**Применение Фурье-фильтра.** При Фурье-фильтрации производятся преобразования над Фурье-образом. Затем измененный Фурье-образ подвергается обратному преобразованию Фурье. В результате получается новое изображение, которое соответствует отфильтрованному начальному изображению.

Преобразования над Фурье-образом заключаются в удалении определенных частотных составляющих. При низкочастотной фильтрации удаляется симметричная область вблизи центральной части, что соответствует отбрасыванию вклада малых пространственных частот. В случае высокочастотной фильтрации удаляются области на краях Фурье-образа, что соответствует отбрасыванию вклада больших пространственных частот. Низкочастотная фильтрация усиливает резкость, а высокочастотная – сглаживает изображение.

Для выделения частотных составляющих следует:

2. Нажать кнопку  на панели инструментов окна Фурье-анализа.

3. Переместить курсор на поле Фурье-образа, при помощи мыши с нажатой основной кнопкой выделить одну из симметричных областей. Выделение последующих симметричных областей производится с нажатой клавишей <Ctrl>. Выделение окружности с центром, совпадающим с центром Фурье-образа, производится с нажатой клавишей <Shift>.

Выбор удаляемых частотных составляющих зависит от положения переключателя «**Включить**» – «**Исключить**» (в нижней части окна Фурье-анализа). «**Включить**» – удалить частоты, не принадлежащие выделенной области. «**Исключить**» – удалить частоты, принадлежащие выделенной области.

Переключатель «**Резко**» – «**Гладко**» позволяет сгладить границы области удаляемых частот.

Переключатель «**Фильтр**» – «**Исходн**» позволяет применить Фурье-фильтр к исходному изображению: «**Фильтр**» – включить фильтр, «**Исходн**» – отключить фильтр.



Кнопка «**Сохранить**» помещает изображение, полученное в результате Фурье-фильтрации, в области фреймов и анализа программы «Scan Viewer».

При низкочастотной фильтрации следует выделить окружность, лежащую вблизи центра Фурье-образа, и удалить область внутри окружности, поэтому переключатель «**Включить**» – «**Исключить**» устанавливается в положение «**Исключить**». При высокочастотной фильтрации следует выделить окружность, лежащую вдали от центра Фурье-образа, и удалить область вне окружности, поэтому переключатель «**Включить**» – «**Исключить**» устанавливается в положение «**Включить**».

После завершения работы с программой «Scan Viewer» можно сохранить несколько фреймов в виде файла с расширением \*.mdt, либо zip-архива, состоящего из отдельных файлов с расширением \*.spm, каждый из которых включает один фрейм. Сохранение данных осуществляется стандартным способом – выбором пункта меню **Файл → Сохранить как**. Кроме того, выбранные фреймы можно сохранить, переместив их в нужное место с помощью мыши. В этом случае выбранные фреймы сохраняются в виде одного файла с расширением \*.mdt.

### Примеры методов фильтрации изображений

Как уже упоминалось, в линейных фильтрах высота поверхности в данной точке заменяется линейной комбинацией высот ее окрестности. Общая формула такой фильтрации имеет вид:

$$Z_{new}(i, j) = \sum_{m=-M}^{m=M} \sum_{n=-M}^{n=M} \Phi(m, n) Z(i + m, j + n), \quad (3.5)$$

где матрица  $\Phi(m, n)$  описывает конкретный вид фильтра. Размер матрицы  $\Phi(m, n)$  равен  $(2M+1) \times (2M+1)$ . Поскольку  $-M \leq m \leq M$ ,  $-M \leq n \leq M$ , нумерация элементов в матрице  $\Phi(m, n)$  отличается от стандартной, в частности, левым верхним элементом матрицы будет  $\Phi(-M, M)$ .

Первый тип фильтрации сглаживает изображение, то есть удаляет с него высокочастотные всплески. Второй тип усиливает различие значений высот в соседних точках – это градиентные фильтры и фильтры резкости. Градиентные фильтры используют для выделения границ объектов. Фильтры резкости усиливают разницу между соседними точками изображений, что улучшает контрастность локальных неоднородностей и также выделяет границы объектов.

**Сглаживающие фильтры.** Самый простой сглаживающий фильтр – «Однородный  $3 \times 3$ », при этом  $M = 1$ , а матрица фильтрации имеет вид:  $\Phi(m, n) = \frac{1}{9}$ , то есть  $\Phi = \frac{1}{9} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \end{bmatrix}$ .

Результатом такой сглаживающей процедуры является замена текущего значения высоты средним арифметическим значением высот 9 ближайших точек (то есть самой точки и 8 ближайших соседей). Соответственно, при применении фильтра «Однородный  $5 \times 5$ » усреднение производится по области, содержащей 25 точек.

Гауссовы сглаживающие фильтры имеют другую матрицу фильтрации, которая, в отличие от однородного фильтра, выбирается согласно форме функции Гаусса  $\Phi(m, n) = A \cdot \exp\left(-\frac{m^2 + n^2}{2d}\right)$ .

В программном обеспечении значения элементов матрицы  $\Phi(m, n)$  округляют до ближайшего целого. Например, матрица гауссова фильтра  $3 \times 3$  с параметром  $d = 0.85$  («Гауссов 0.85») имеет вид

$$\Phi = \frac{1}{16} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 2 & 4 & 2 \\ 1 & 2 & 1 \end{bmatrix}.$$

Имеются также и другие гауссовы фильтры с различными значениями  $d$  и размером матрицы фильтрации (в частности  $5 \times 5$ ).

**Градиентные фильтры.** Градиентные фильтры используются для выделения границ объектов, для подчеркивания и усиления локальных неоднородностей посредством выделения их границ. К градиентным фильтрам относятся: горизонтальный и вертикальный фильтры Превита, горизонтальный и вертикальный фильтры Собеля.

«Вертикальный фильтр Превита» производит численное дифференцирование в горизонтальном направлении (по оси X) и усреднение в вертикальном (по оси Y). «Горизонтальный фильтр Превита» производит численное дифференцирование в вертикальном направлении (по оси Y) и усреднение в горизонтальном (по оси X). Соответствующие матрицы фильтрации имеют вид:

$$\Phi = \frac{1}{6} \cdot \begin{bmatrix} -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad \Phi = \frac{1}{6} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}.$$

Слева – матрица вертикального фильтра, а справа – горизонтального. Численное дифференцирование по переменной  $x$  (по оси X)

вычисляется как полусумма конечно-разностных производных справа и слева от данной точки:

$$\frac{1}{2}[(z(i+1, j) - z(i, j)) + (z(i, j) - z(i-1, j))] = \frac{1}{2}[z(i+1, j) - z(i-1, j)].$$

Затем эта производная усредняется по трем различным значениям  $j$ .

Вертикальный фильтр Превита выделяет границы объектов, расположенные в вертикальном направлении. Горизонтальный фильтр Превита выделяет границы объектов, расположенные в горизонтальном направлении.

Горизонтальный фильтр Собеля и вертикальный фильтр Собеля являются модификацией аналогичных фильтров Превита, они действуют подобным образом, но в меньшей степени сглаживают изображение.

**Фильтры резкости.** Фильтры резкости усиливают разницу между соседними точками изображения. Эти фильтры используются для повышения общей визуальной четкости изображения, для выделения границ областей и объектов, имеющих различную высоту, для контрастирования локальных неоднородностей. К фильтрам резкости относятся «Лаплас  $3 \times 3$ », «Лаплас  $5 \times 5$ », «Высокочастотный  $3 \times 3$ » и «Высокочастотный  $5 \times 5$ ». Сума элементов матриц фильтрации этих фильтров равна 0. Например для фильтра «Лаплас  $3 \times 3$ » (и «Высокочастотный  $3 \times 3$ ») матрица  $\Phi(m, n)$  имеет вид:

$$\Phi = \begin{bmatrix} -1 & -1 & -1 \\ -1 & 8 & -1 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}.$$

## Фурье-анализ и фильтрация

Методы, основанные на преобразованиях Фурье, широко используются в самых различных алгоритмах обработки информации. В частности, могут исследоваться как пространственные зависимости интересующих нас величин, так и временные зависимости — например, спектр частот звукового или оптического сигналов. В данном случае Фурье-анализу подвергается функция зависимости высоты рельефа от двумерных координат точек поверхности  $Z(x, y)$ . Представление изображения в виде Фурье-образа этой функции дает возможность наблюдать его структурные особенности, связанные с периодичностью повторения элементов, наличием мелких деталей и др. В программном обеспечении СЗМ NanoEducator применяется как

одномерное (по одной переменной), так и двумерное преобразование Фурье.

**Одномерное дискретное преобразование Фурье.** Рассмотрим дискретную функцию  $Z(j)$ , определенную как совокупность  $N$  отсчетов некоторой непрерывной функции  $z(x)$ , взятых в равноотстоящих точках, то есть  $Z(j) = z(a \cdot j)$ . В рамках преобразования Фурье эту функцию можно представить в виде ряда по периодическим функциям – Фурье-гармоникам:

$$Z(j) = \sum_{n=1}^N \left[ a(n) \cos\left(\frac{2\pi}{N} nj\right) + b(n) \sin\left(\frac{2\pi}{N} nj\right) \right]. \quad (3.6)$$

Полученный ряд называют рядом Фурье для функции  $Z(j)$ , а коэффициенты  $a(n)$ ,  $b(n)$  называются спектром, при этом  $j=1, 2 \dots N$ . Спектр сигнала определяется по специальным формулам через значения функции  $Z(j)$  (см. ниже), причем  $a(n) = a(N-n)$ ,  $b(n) = -b(N-n)$ . Используем формулу для комплексной экспоненты:

$$e^{i\varphi} \equiv \exp(i\varphi) = \cos(\varphi) + i \sin(\varphi),$$

где  $i$  – мнимая единица,  $i^2 = -1$ . Тогда ряд Фурье (3.6) для функции  $Z(j)$  можно записать в комплексной форме:

$$Z(j) = \sum_{n=1}^N F(n) \exp\left[-i \frac{2\pi}{N} nj\right], \quad (3.7)$$

где  $F(n) = a(n) + i \cdot b(n)$ . Условие  $F(n) = F^*(N-n)$ , вытекающее из свойств спектра  $a(n)$ ,  $b(n)$ , обеспечивает вещественность ряда (3.7) (звездочка – комплексное сопряжение). Коэффициенты  $F(n)$  определяются формулой:

$$F(n) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N Z(j) \exp\left[i \frac{2\pi}{N} nj\right]. \quad (3.8)$$

Именно это выражение и называется преобразованием Фурье функции  $Z(j)$ . Видно, что условие  $F(n) = F^*(N-n)$  прямо следует из (3.8).

Важно понимать, что преобразование Фурье – это другой способ представления информации о функции  $Z(j)$ . При этом количество независимых параметров, описывающих функцию ( $N$  штук), остается одинаковым как в исходном, так и в Фурье-представлении. Однако число значимых параметров при этом будет различным. Например,

функция  $Z(j) = \cos(\frac{2\pi \cdot m}{aN} j)$  в исходном пространстве описывается  $N$  отсчетами, а спектр этой функции имеет единственное отличное от нуля значение  $a(m) = 1$ , все остальные коэффициенты при  $n \neq m$  равны нулю. Это позволяет наглядно выделять структурные особенности рельефа, связанные с наличием периодичности и т. д.

Можно также переписать представление Фурье, используя непосредственно координатную зависимость функции  $Z(x_j)$  (где  $x = a \cdot j$ ), а Фурье-гармоники считать функцией аргумента  $p_n = \frac{n}{aN}$ .

При этом удобно сдвинуть начало отсчета Фурье-гармоник так, чтобы интервал суммирования был симметричен относительно нуля:

$$Z(x_j) = \sum_{p_n=-Q}^Q F(p_n) \exp[-(2\pi \cdot i) p_n x_j], \quad (3.9)$$

где  $Q = \frac{1}{2a}$ . В этом случае условие, обеспечивающее вещественность

ряда, имеет более простой вид:  $F(p_n) = F^*(-p_n)$ .

При этом если исходная функция периодична с периодом  $d$ , то максимальное значение имеют Фурье-гармоники с аргументом

$p = \pm \frac{1}{d}$  (с точностью до шага дискретизации  $\Delta p = 1/(aN)$ ). Это

полностью аналогично связи между частотой и периодом ( $\nu = 1/T$ ) для функций, зависящих от времени ( $T$  – период в секундах, а  $\nu$  – частота в герцах).

**Двумерное дискретное преобразование Фурье.** Двумерное преобразование Фурье строится аналогично одномерному преобразованию (3.7) – (3.9). Для дискретной функции двух переменных  $Z(x_j, y_l)$ , представление Фурье имеет вид:

$$Z(x_j, y_l) = \sum_{p_n=-Q}^Q \sum_{q_m=-Q}^Q F(p_n, q_m) \exp[-(2\pi \cdot i)(p_n x_j + q_m y_l)], \quad (3.10)$$

$$F(p_n, q_m) = \left(\frac{1}{N^2}\right) \sum_{p_n=-Q}^Q \sum_{q_m=-Q}^Q Z(x_j, y_l) \exp[(2\pi \cdot i)(p_n x_j + q_m y_l)]. \quad (3.11)$$

Для графического представления Фурье-образа изображения строится матрица модулей комплексных коэффициентов Фурье

$F(p_n, q_l)$ . Эта матрица имеет смысл двумерного спектра сигнала. Для действительной функции  $Z(x_j, y_l)$  матрица является центрально симметричной, так как аналогично одномерному случаю  $F(p_n, q_l) = F^*(-p_n, -q_l)$ .

Если функция  $Z(x_j, y_l)$  периодична с периодом  $d$  только вдоль одного направления, например, вдоль оси  $X$ , то отличны от нуля только коэффициенты Фурье  $F(p_n, 0)$ , и спектр (точнее  $|F(p_n, q_l)|$ ) на яркостном графике имеет вид горизонтальной цепочки точек. На рис. 3.3 представлена именно такая ситуация, когда по изображению периодической структуры построено ее преобразование Фурье с помощью программы «Scan Viewer». Значение параметра  $p_n$  отложено по горизонтали, а  $q_l$  – по вертикали (см. (3.10), (3.11)).

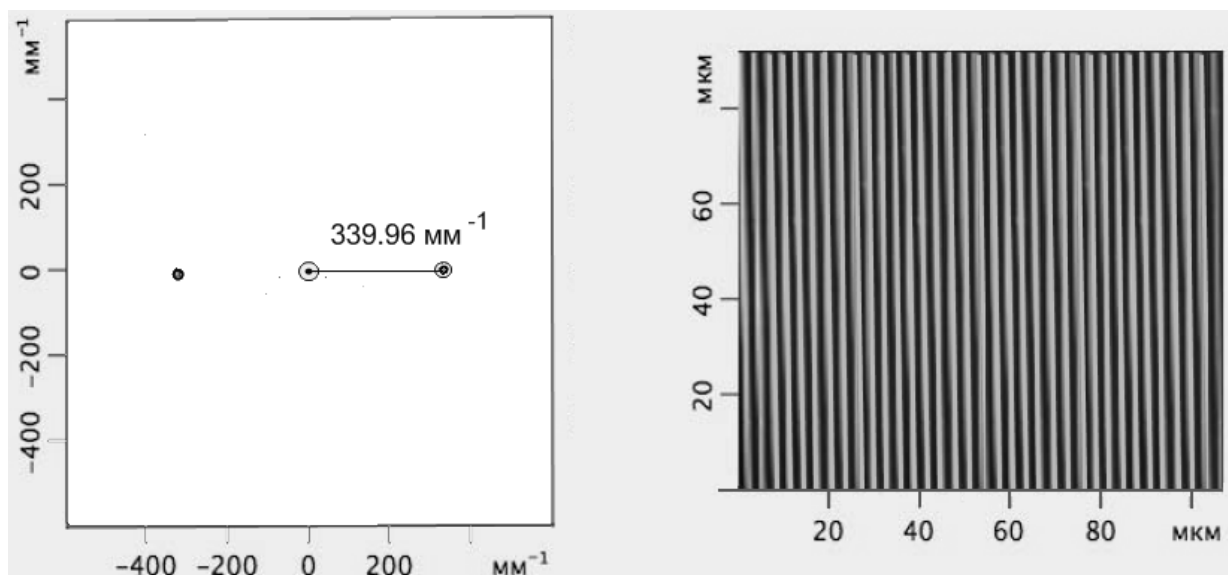


Рис. 3.3. Представление двумерного преобразования Фурье. Справа изображена периодическая структура с периодом  $d=2.94 \text{ мкм}$ , слева – ее двумерное преобразование Фурье.

Ненулевые элементы матрицы  $F(p_n, q_l)$  выглядят как «островки». Расстояние между нулем и первым ненулевым вкладом в спектр измерено с помощью инструмента «**Линейка**» (точное значение  $(1/d) = 340.14 \text{ мм}^{-1}$ )

Точки разной интенсивности на графике соответствуют значениям  $|F(p_n, q_l)|$  – модулю комплексного Фурье-образа. Если периодическая структура ориентирована произвольным образом, то соответственно будет повернута цепочка точек. Расстояние между элементами цепочки равно обратному периоду структуры  $(1/d)$ .

### **Дополнительные задания к расширенному варианту работы:**

1. Изучить методы программы «Scan Viewer», основанные на преобразованиях Фурье: уметь получать Фурье-спектр изображения и измерять величины преобладающих пространственных «частот» спектра.

2. Провести обработку и исследование ранее полученного изображения фрагмента компакт-диска и дифракционной решетки с использованием методов Фурье анализа.

### **Порядок выполнения дополнительных заданий:**

1. Выполнить преобразование Фурье (см. рис. 3.3). Определить по характеру спектра, имеются ли на изображении периодические структуры. Если имеются, то измерить величины преобладающих «частот» (переход в режим измерения «частот» осуществляется при нажатии кнопки «**Линейка**»), указав на них на изображении Фурье-образа с помощью левой кнопки мыши.

2. По полученным с помощью Фурье-образа «частотам» вычислить соответствующие им периоды повторения элементов исходного изображения. Сравнить эти значения с периодом повторения элементов исходного изображения, измеренным непосредственно при помощи инструмента «**Линейка**».

3. Измерить величины углов между направлениями (инструмент «**Треугольник**») по изображению Фурье-образа и сравнить с величинами углов между соответствующими сечениями исследуемого изображения.

### **Контрольные вопросы к основному и расширенному вариантам:**

1. Какие типы искажений характерны для СЗМ-изображений, по каким причинам они возникают?

2. Каковы основные методы фильтрации СЗМ-изображений?

3. Назовите некоторые методы определения количественных характеристик изображений.

4. Для каких изображений следует воспользоваться «частотным» представлением?

5. Какую информацию об изображении можно получить по его Фурье-образу?

## Работа 4

### **Сканирующая зондовая нанолитография**

#### **Цели работы:**

1. Изучение физических основ различных режимов работы на сканирующих зондовых микроскопах.
2. Изучение различных видов литографии, выполняемых с помощью сканирующего зондового микроскопа.
3. Освоение методики нанесения наноразмерного изображения на поверхность на СЗМ NanoEducator.

#### **Вопросы для допуска к работе:**

1. Расскажите о различных видах литографии, выполняемых с помощью сканирующих зондовых микроскопов.
2. Объясните принцип нанолитографии. Расскажите о критериях выбора рабочих параметров.
3. Расскажите об особенностях динамической силовой литографии на СЗМ NanoEducator.
4. Назовите критерии выбора образцов для проведения динамической силовой литографии.
5. Объясните различие между наногравировкой и наночеканкой.
6. Расскажите об использовании панели инструментов программы NanoEducator для модификации поверхности.

### **Физические основы нанолитографии**

Одним из традиционных направлений развития электронной техники является миниатюризация ее компонентов. На современном этапе это разработка, производство и применение электронных приборов, основные рабочие компоненты которых имеют размеры 1–100 нм (такое направление техники называется наноэлектроникой).

Создание интегральных наноэлектронных квантовых схем, по существу, является конечной целью нанотехнологии. Нанотехнологию, таким образом, можно определить еще и как совокупность способов и приемов создания функциональных элементов нанометровых размеров на поверхности твердых тел, в том числе из отдельных молекул и атомов, с возможностью одновременной их визуализации и контроля.

Традиционный метод, включающий создание масок на поверхности полупроводниковой пластины (например кремния) с последующим применением различных видов микролитографии все более



высокого разрешения, в том числе рентгено-, электронно- или ионной литографий, позволяет создавать элементы с нанометровыми поперечными размерами. Однако создание элементов на основе отдельных молекул или атомов традиционными путями невозможно.

Создатели сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) первыми предложили использовать его и в качестве инструмента для модификации поверхности образца. Действительно, в области локального контакта зонда с образцом могут возникать достаточно большие механические силы, напряженности электрического поля и плотности электрических токов. Раздельное или совместное действие этих факторов может приводить к заметной локальной модификации поверхности образца и зонда. То есть, повышая уровень взаимодействия между зондом и образцом, можно перевести СЗМ из измерительного режима работы с нулевым или минимальным уровнем воздействия исследуемой поверхности в литографический режим, обеспечивающий создание на поверхности образца заранее заданных структур с нанометровым уровнем пространственного разрешения.

С помощью СТМ можно производить следующие нанолитографические операции: модификацию поверхности, перенос материала зонда на образец и наоборот, перенос материала образца на зонд, манипулирование молекулами и отдельными атомами, наносборку миниатюрных устройств, что позволяет создавать запоминающие устройства со сверхплотной записью информации, дискретные устройства нанoeлектроники в виде отдельных функциональных элементов (например, одноэлектронный транзистор).

В соответствии с видами локального взаимодействия СЗМ-зонда с поверхностью выделяют следующие виды зондовой литографии:

- СТМ литография (на сканирующем туннельном микроскопе);
- АСМ силовая литография (на атомно-силовом микроскопе);
- АСМ анодно-окислительная литография (на атомно-силовом микроскопе);
- другие специфические виды (электростатическая зарядовая литография, литография с помощью зонда ближнепольного оптического микроскопа и др.).

Остановимся на некоторых видах подробнее.

### **СТМ литография**

Наиболее простой способ модификации поверхности с помощью СТМ заключается в непосредственном контактном воздействии СТМ-зонда на поверхность. Это приводит к появлению ямки на поверхности образца, но при этом может повреждаться зонд.

Более щадящий способ воздействия на поверхность заключается в подаче на образец импульса тока высокой плотности или электрического поля высокой напряженности. В СТМ между тонкой иглой и образцом возможно создание локальных электрических полей, сравнимых с внутримолекулярными и атомными (например, при напряжении между игольчатым электродом и подложкой 5 В и зазоре между ними 0,5 нм возникают электрические поля напряженностью приблизительно  $10^8$  В/см). В то же время при таких значениях напряженности электрического поля между иглой и подложкой между ними может возникнуть плотность тока электронной эмиссии (вырывание электронов под действием электрического поля) порядка  $10^8$  А/см<sup>2</sup>. Плотности токов электронной эмиссии можно оценить по формулам Фаулера – Нордхейма, выражающим зависимость плотности тока от напряженности электрического поля и работы выхода электрона. В соответствии с формулой Фаулера – Нордхейма плотность тока растет с ростом напряженности поля, однако этот рост обычно заканчивается при плотностях тока порядка  $10^8 - 10^9$  А/см<sup>2</sup>, что обусловлено вакуумным пробоем и разрушением иглы.

При протекании сверхплотного пучка электронов из игольчатого электрода возможен локальный разогрев подложки, повышение температуры на оси пучка можно оценить по формуле

$$\delta T(0) = \frac{UI}{2\pi kl}, \text{ где } U - \text{напряжение, приложенное к электродам,}$$

$I$  – туннельный ток, возникающий между иглой и поверхностью образца,  $k$  – коэффициент термической проводимости,  $l$  – длина неупругого рассеяния электронов в подложке (при неупругом рассеянии электронов его энергия при взаимодействии передается атомам, в результате чего энергия электрона уменьшается от столкновения к столкновению). При удалении по радиусу  $r$  вдоль поверхности от оси пучка для изотропных подложек (свойства которых одинаковы во всех направлениях) имеем:

$$\delta T(r) = \frac{UI}{4\pi kl} \left( 2 \frac{l}{r} \left( 1 - e^{-\frac{r}{l}} \right) - e^{-\frac{r}{l}} \right).$$

Ко всему прочему, электрическое поле, возникающее между иглой микроскопа и образцом, может быть достаточным для локальных упругих и пластических деформаций поверхности электродов, например, возможна локальная пластическая деформация металлической подложки в виде бугорков). Для металлической подложки нормальное

к поверхности механическое напряжение (нормальная сила на единицу площади), вызванное действием поля на приповерхностный заряд, можно оценить по формуле:

$$s_{norm} = \frac{1}{2} \sigma E = \frac{1}{2} \varepsilon \varepsilon_0 E^2,$$

где  $\varepsilon$  – диэлектрическая проницаемость среды между электродами,  $\varepsilon_0$  – электрическая постоянная,  $E$  – напряженность электрического поля между электродами,  $\sigma$  – поверхностная плотность заряда. В зоне действия поля эта сила приподнимает поверхность.

Кроме того, под действием сильного электрического поля в межэлектродном зазоре возможна заметная поляризация молекул среды и их перестройка, а за счет диполь-дипольного взаимодействия молекул и примесей возможно образование проводящих молекулярных мостиков из адсорбата (поглощенного вещества) электродов либо из жидкой диэлектрической фазы, находящейся в межэлектродном зазоре.

Таким образом, указанные эффекты приводят к тому, что поверхность образца под зондом может модифицироваться, например, расплавляться и даже частично испаряться (рис. 4.1).

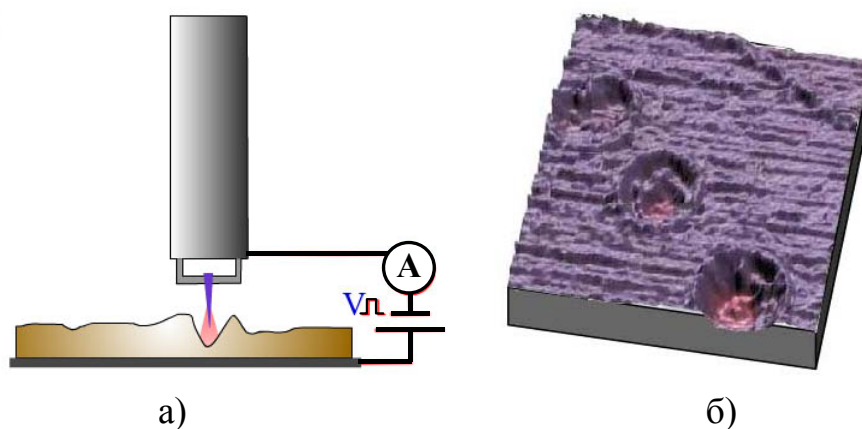


Рис. 4.1. а) Схема СТМ-литографии;  
б) Изображение, полученное с помощью СТМ-литографии

## Силовая литография

СЗМ позволяет осуществлять непосредственное силовое воздействие зондом на поверхность образца. Это может производиться двумя способами – статическим воздействием (нанограбировка) и динамическим воздействием (наночеканка). Процесс гравировки хорошо известен как средство формирования рисунка на поверхности предмета.

Реализация такого процесса с использованием методов сканирующей зондовой микроскопии позволяет осуществлять наногравировку с нанометровым разрешением. При осуществлении наногравировки с использованием методики обычной контактной силовой микроскопии зонд микроскопа перемещается по поверхности подложки с достаточно большой силой прижима (бóльшей, чем силы взаимодействия между зондом и исследуемой поверхностью при АСМ-сканировании), так что на подложке (или на расположенном на ней слое резиста – чувствительного к внешнему воздействию материала) формируется рисунок в виде углублений (царапин) (рис. 4.2). Такая методика использует принцип вспашки: материал извлекается из подложки вполне определенным образом, оставляя канавки с характерным сечением, определяемым формой кончика зонда.

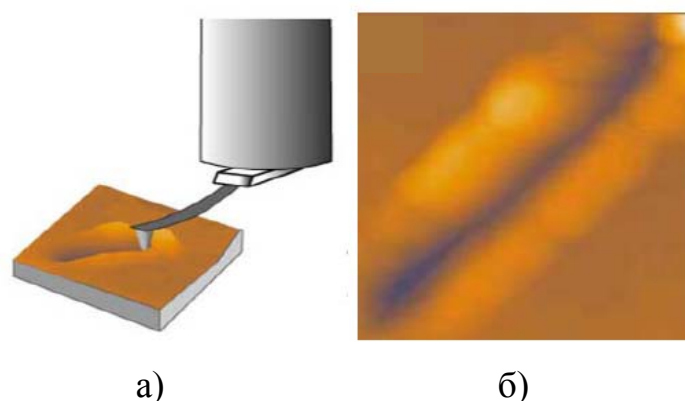


Рис. 4.2. Схематическое изображение процесса статической силовой литографии (а)

и изображение поверхности алюминия с нанесенной на нее царапиной (б)

Для проведения силовой литографии необходимо, очевидно, чтобы твердость материала зонда была выше твердости образца. При этом не должно происходить залипание кантилевера и налипание частиц материала подложки на зонд. Также необходимо, чтобы поверхность была чиста от загрязнений. Для осуществления силовой литографии хорошо подходят некоторые полимеры, такие как поликарбонат и полиэтилен.

Такая технология нанолитографии достаточно проста и дешева, однако у нее есть определенные недостатки. При формировании наноканавки статическим воздействием зонда случайные торсионные изгибы кантилевера приводят к краевым неоднородностям рисунка. Кроме того, при работе с твердыми поверхностями этот метод приводит к быстрому разрушению зонда.

С использованием динамической силовой литографии (наночеканки) модификация поверхности происходит за счет формирования углублений на поверхности образца колеблющимся зондом, при этом используется прерывисто-контактный метод сканирования. Такой метод нанолитографии свободен от торсионных искажений и позволяет производить визуализацию сформированного рисунка без серьезного воздействия на поверхность подложки или резиста. Кратковременное «укалывание» поверхности также защищает зонд от быстрого разрушения.

Динамическая литография может производиться с использованием векторного или растрового сканирования. Векторная литография осуществляется по заранее заданному рисунку, ее преимущество заключается в относительно большой скорости, однако она не позволяет варьировать силу воздействия на подложку в процессе литографии. Растровая литография осуществляется более медленно, поскольку при ее проведении сканирование осуществляется по всей площади участка подложки, на которой формируется рисунок, однако она позволяет осуществлять различное (в зависимости от рисунка шаблона) по силе воздействие зонда на подложку.

В получении хороших результатов в растровой литографии с использованием наночеканки большую роль играет предварительная подготовка графического изображения-шаблона. Белому цвету на изображении соответствует отсутствие воздействия на образец, черному цвету – воздействие с максимальной силой. При подготовке изображения наиболее важные детали необходимо окрашивать в черный цвет таким образом, чтобы области черного цвета были достаточно большими и не чередовались с малыми белыми участками, а фон и ненужные детали, как правило, заливаются белым цветом. Изображение должно быть контрастным.

### **Анодно-окислительная литография**

В этом виде литографии изменяется не только рельеф образца, но и локальные электрофизические свойства его поверхности. Например, при подаче напряжения на проводящий АСМ зонд на поверхности образца может начаться электрохимический процесс, и металлический слой под зондом начнет окисляться. Этот метод используется на воздухе, когда зонд и поверхность материала покрыты тонким слоем абсорбированной (поглощенной) воды. Когда зонд приближается достаточно близко к поверхности образца, эти абсорбированные слои соприкасаются, и вследствие капиллярного эффекта между острием и

образом возникает водяная перемычка. Таким образом, при подаче напряжения возникает электрохимическая реакция между зондом и поверхностью образца в водной среде. Если поверхность имеет положительный заряд, а острие – отрицательный, то они будут электрохимически взаимодействовать соответственно как анод и катод, и непосредственно под острием начнет расти оксидный слой (рис. 4.3).

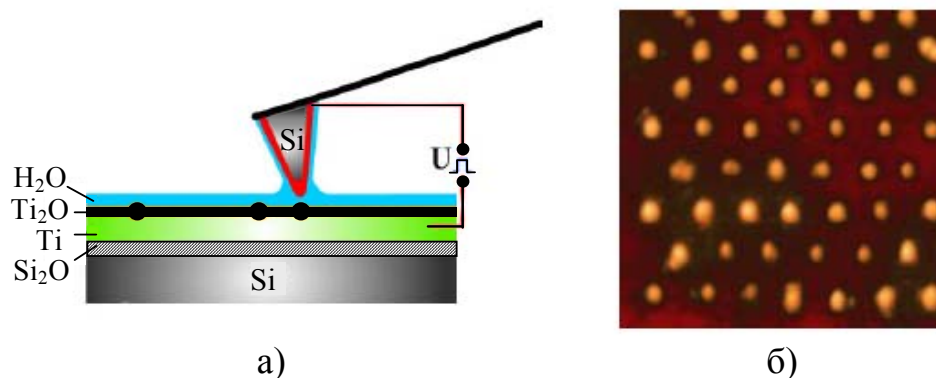


Рис. 4.3. а) Схема процесса локального анодного оксидирования с помощью проводящего АСМ зонда;  
б) Изображение сверхтонкой пленки титана на поверхности кремния

Необходимо отметить, что диаметр оксидных наночастиц, измеренный по полувысоте, составляет 8–10 нм. При использовании таких наночастиц в качестве элементов записи эффективная плотность записи информации может составить 1 Тб/кв. дюйм.

Наномодификация поверхности не ограничивается только формированием точек. Используя соответствующее программное обеспечение, можно организовать перемещение зонда вдоль заданных векторов и формировать линии и более сложные объекты.

Для сложных рисунков можно проводить растровую литографию, которая осуществляется в процессе сканирования поверхности. То есть зонд проходит по всем точкам выбранной области сканирования, а не только по точкам и линиям, соответствующим рисунку шаблона, как в векторной литографии. В качестве шаблона в растровой литографии служит заранее загружаемый графический файл. Разница между наибольшим и наименьшим возможным напряжением на образце делится пропорционально в соответствии с наибольшим и наименьшим значениями яркости на исходном изображении, и в соответствии с этим будет меняться высота анодного оксидного слоя на поверхности образца, формируя на ней топографический контраст.

**Рекомендации к выполнению нанолитографии на приборе NanoEduktor.** Перед выполнением литографии необходимо провести

сканирование участка поверхности, предназначенного для нанесения литографического рисунка (см. работу 1). Для успешного проведения литографии необходимо, чтобы рабочая поверхность образца была достаточно гладкой (шероховатость образца должна быть небольшой, порядка 1–10 нм) и не имела существенных поверхностных дефектов и загрязнений. Поэтому при первом сканировании обычно выбирается такой размер области сканирования, который превышает область литографии. Это дает возможность быстро найти наиболее подходящий рабочий участок в середине доступного поля сканирования. Процесс растровой литографии занимает достаточно длительное время, за которое в результате дрейфа сканер может сместиться относительно выбранного участка поверхности, при этом формируемый в соответствии с шаблоном рельеф поверхности может быть сильно искажен. Во избежание этого следует отсканировать рабочую поверхность несколько раз, убедиться в отсутствии дрейфа и только после этого проводить процесс литографии.

Чеканка изображения на поверхности образца осуществляется на приборе NanoEducator растровым способом путем сканирования определенного участка и воздействия на образец в заданных точках с силой, зависящей от яркости соответствующих пикселей изображения-шаблона. Для определения максимальной глубины воздействия рекомендуется выполнить процедуру спектроскопии и оценить по кривой зависимости амплитуды колебаний зонда от расстояния величину оптимального зазора между зондом и образцом (см. работу 1).

### **Задания:**

1. Провести нанолитографию со стандартными настройками времени и силы воздействия зонда АСМ на рабочую поверхность.
2. Исследовать влияние силы и времени воздействия зонда на рабочую поверхность при процессе нанолитографии.

### **Порядок выполнения работы:**

1. Перед выполнением литографии провести сканирование с определением рельефа участка поверхности, предназначенного для нанесения литографического рисунка, и убедиться в том, что поверхность достаточно ровная (см. работу 1).

2. Перейти на вкладку «**Литография**» на панели управления в главном окне программы «NanoEducator» (см. рис. 1.3 из работы 1).

3. Открыть панель параметров измерения для доступа к параметрам литографии с помощью кнопки «**Параметры**».

4. Параметры, относящиеся к выбору участка сканирования (X0, Y0, направление сканирования, «Размер», «Шаг», «Разрешение»), а также «Усиление ОС» и «Рабочая точка» оставить такими же, как и при предварительном сканировании поверхности.

5. Установить следующие параметры нанолитографии (см. таблицу):

Таблица

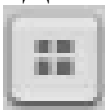
Параметры нанолитографии

Режим	АСМ-литография
Скорость вперед	2 мкм/с
Скорость назад	2 мкм/с
<b>Сила:</b> максимальная глубина воздействия (выставляется не величина силы, а величина возможной глубины воздействия на образец)	100 нм
<b>Время:</b> время воздействия	100 мкс

6. Загрузить шаблон с изображением, которое будет наноситься на поверхность образца, нажав на кнопку «Изображение» на панели параметров литографии. Изображение должно быть заранее сформировано и сохранено в графическом формате (\*.tiff, \*.jpg, \*.bmp, \*.png, \*.gif). Рекомендуется черно-белый рисунок.

В данной работе на рабочем столе компьютера уже находится несколько рисунков нужного формата, которые можно использовать для выполнения литографии (наночеканки).

7. Нажать кнопку «Пуск» в главном окне программы. После этого начинается процесс литографии. Для контроля прописываемого

рельефа необходимо нажать кнопку  на панели управления в главном окне программы. На прямом проходе осуществляется нанесение рисунка на поверхность образца. На обратном проходе происходит сканирование поверхности, результат сканирования отображается в области измерений.

8. После выполнения литографии необходимо сравнить получившееся изображение с исходным изображением. Предварительно его можно математически обработать с помощью методов, изложенных в работе 3)

9. Провести исследование литографированного изображения. Определить поперечные размеры и глубину канавок, построить



сечение канавок. Построить гистограмму этого изображения и сравнить с гистограммой исходного изображения, выделить вклад канавок.

10. Повторить процедуру нанолитографии, изменив максимальную силу и время воздействия зонда на подложку (образец), после получения результата сделать соответствующий вывод о влиянии этих параметров на качество получаемого рельефа.

### **Контрольные вопросы:**

1. Сканирующий зондовый микроскоп как инструмент для считывания и записи информации. Расскажите о физических принципах различных зондовых нанотехнологий.

2. Что такое сканирующая зондовая литография? Расскажите об основных ее видах.

3. Расскажите о возможностях применения нанолитографии.

4. Какие искажения изображения могут проявиться при нанолитографии?

5. Укажите преимущества различных видов нанолитографии.

## Работа 5

### **Изготовление зонда.**

#### **Влияние его формы на результаты сканирования**

##### **Цели работы:**

1. Исследование влияния формы зонда на качество получаемого изображения топографии поверхности.
2. Изготовление зонда для СЗМ методом электрохимического травления.

##### **Вопросы для допуска к работе:**

1. Какие артефакты имеют место при исследовании рельефа поверхности с помощью СЗМ?
2. Как форма зонда влияет на качество изображения топографии поверхности?
3. Возможно или нет создание идеального микроскопа и почему?
4. Расскажите о методе электрохимического травления.
5. Опишите устройство для изготовления СЗМ-зондов для прибора NanoEducator.

#### **Причины искажения регистрируемого рельефа поверхности**

Целью микроскопического исследования рельефа твердых тел, в том числе и методами сканирующей зондовой микроскопии, является получение увеличенного изображения поверхности. В неидеальном микроскопе истинное изображение поверхности может быть искажено. Любая деталь изображения, не соответствующая реальному рельефу поверхности, является артефактом – воспроизводимым при определенных условиях дефектом изображения, порожденным несовершенством методики измерения.

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) также не лишена артефактов. Если они непонятны, то исследователь не может правильно интерпретировать получаемые СЗМ-данные. Это приводит к множеству нежелательных последствий, таких как неспособность правильно оценивать работу прибора и неправильное использование результатов эксперимента. Если артефакты хорошо изучены и выявлена причина их появления, СЗМ-данные могут быть правильно откорректированы, и полученная информация становится достоверной.

Существуют следующие основные источники СЗМ-артефактов.

## 1. Особенности поведения реальной пьезоэлектрической керамики

Для контролируемого перемещения иглы на сверхмалых расстояниях в СЗМ используются пьезоэлектрические двигатели. Их задача – обеспечить прецизионное механическое сканирование зондом исследуемого образца путем перемещения зонда относительно неподвижного образца или перемещения образца относительно неподвижного зонда (см. раздел I). Реальная пьезоэлектрическая керамика имеет следующие недостатки.

а) *Нелинейность* – удлинение реальной пьезокерамики является нелинейной функцией от приложенного напряжения  $\Delta l = f(U)$  – (рис. 5.1), что приводит к тому, что одинаковые объекты в начале и в конце сканируемого изображения будут иметь различные размеры.



Рис. 5.1. Зависимость механической деформации пьезокерамики от приложенного напряжения

б) *Гистерезис* – зависимость удлинения пьезокерамики от направления изменения электрического напряжения (рис. 5.2), что приводит к сдвигу областей сканирования (и соответственно, СЗМ-изображений), получаемых при прямом и обратном перемещениях. Для исключения искажений СЗМ-изображений поверхности образца, связанных с гистерезисом, следует проводить измерения только при прямом или только при обратном ходе сканера.

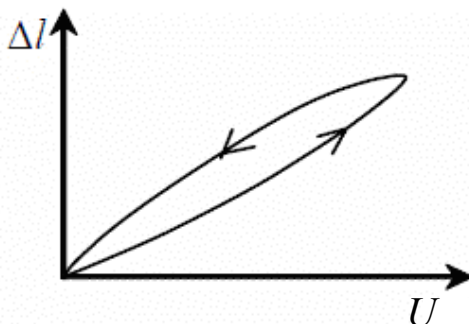


Рис. 5.2. Гистерезис пьезокерамики.

При прямом и обратном изменении напряжения ее удлинение будет различным при одном и том же значении напряжения

в) *Ползучесть* – медленный дрейф в направлении последних предшествующих перемещений или замедленное во времени механическое смещение после быстрого изменения напряжения, что проявляется в искажении начального участка скана при больших площадях и скоростях сканирования, когда напряжение, приложенное к пьезоматериалу, изменяется достаточно быстро. Влияние ползучести уменьшается при уменьшении скорости сканирования.

г) *Температурный дрейф* – изменения температуры, всегда существующие в лаборатории, приводят к изменению длины элементов конструкции и относительному смещению зонда и образца. Например, при изменении температуры на  $\Delta T = 1^\circ\text{C}$ , пьезотрубка длиной  $l = 2 \text{ мм}$  с коэффициентом линейного температурного расширения  $\beta = 2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , изменит свою длину на  $\Delta l = \beta \cdot l \cdot \Delta T = 40 \text{ Å}$ .

Плавный температурный дрейф вдоль координаты  $Z$  в процессе сканирования приводит к наклону плоскости образца на СЗМ-изображении. Изменение же линейных размеров вдоль координат  $X$  и  $Y$ , приводящее к взаимному сдвигу зонда и образца в плоскости образца, вызывает изменение масштабов изображения.

## 2. Влияние формы острия зонда

Форма зонда является определяющей при получении качественного изображения. Если для относительно гладких поверхностей критичным является только радиус заостренного острия, то для отображения ступенек, склонов, ям и прочих резких перепадов по высоте критическим является угол заточки зонда. Зонд с большим радиусом начинает взаимодействовать с поверхностными особенностями задолго до того, как центральная ось зонда достигает особенности. Это можно видеть на примере отображения ступеньки, показанном на рис. 5.3.

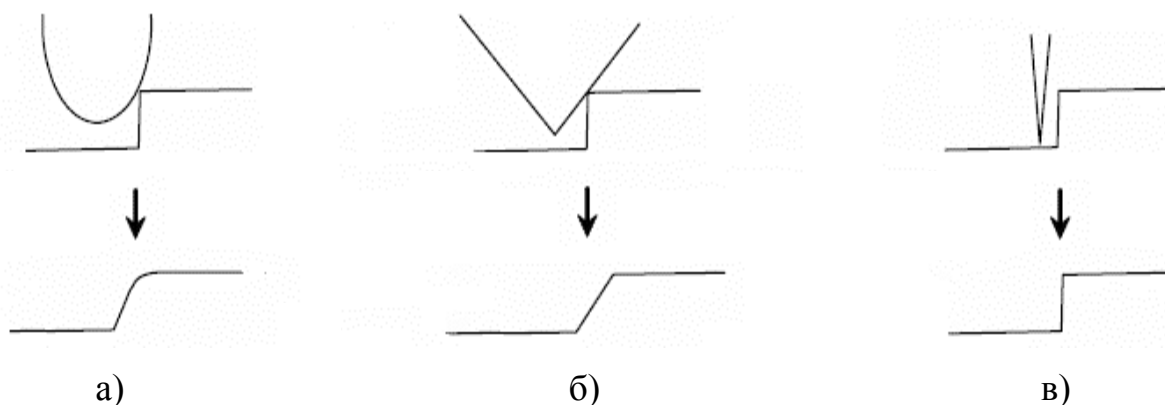


Рис. 5.3. Зависимость профиля изображения ступеньки от формы зонда

На артефакты, связанные с пьезокерамикой, пользователь СЗМ влиять не может, в то же время изменить форму зонда ему под силу. Важно использовать в эксперименте зонд такой формы, чтобы максимально правильно отобразить особенности поверхностного рельефа. Основные методы изготовления зондов могут характеризоваться как механические или физико-химические. Их выбор определяется решаемой задачей и позволяет регулировать такие параметры зонда, как симметрия кончика, острота, угол конуса.

Механические методы, как правило, предусматривают простые механические операции – сдвиг или срез металлической проволоки из вольфрама (W), молибдена (Mo), сплава платины с иридием (Pt-Ir), при котором обеспечивается острый кончик. В месте разреза формируется вытянутое острие с неровным (рваным) краем с многочисленными выступами (волоками), один из которых и оказывается рабочим элементом зонда (рис. 5.4).

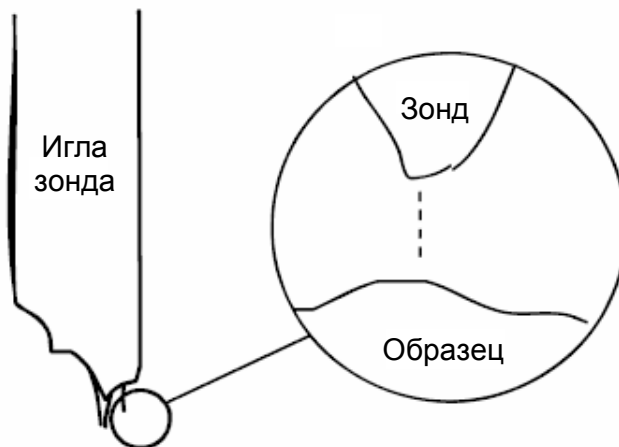


Рис. 5.4. Микроскопические волокна на конце механически обрезанной проволоки

Другим способом является изготовление зондов с помощью ионной заточки, когда по касательной к зонду направляется поток ионов аргона. В случае вольфрамового зонда эта операция удаляет слой оксида и формирует зонд с радиусом кончика в несколько нм.

Для придания металлическим зондам формы конуса с острой вершиной широко используется метод электрохимического травления, при котором металлическая проволока из вольфрама (W), золота (Au), тантала (Ta), железа (Fe), платины (Pt) в качестве одного из электродов погружается в соответствующий электролит и к цепи прикладывается разность потенциалов. Рассмотрим более подробно метод электрохимического травления, позволяющий в достаточно простых условиях получать зонды необходимой формы.

В качестве электролита обычно используют раствор щелочи  $KOH$  или  $NaOH$ . При электрохимическом оксидировании вольфрамовой проволоки в щелочных растворах происходит разложение воды с образованием иона  $WO_4^{2-}$ . Процесс выделения водорода на  $W$  зависит от pH раствора, плотности тока и вида поверхности. Обычно процесс анодного растворения ведут при плотности тока на аноде  $j = 0,1–0,5 \text{ А/см}^2$  и температуре  $25–30^\circ\text{C}$ . Плотность тока на катоде при этом составляет  $0,05 – 0,1 \text{ А/см}^2$  (плотность тока меньше, так как площадь катода больше площади анода). Растворение  $W$  в щелочи связано с образованием на его поверхности оксидных пленок и их быстрым растворением, при этом в пленке сохраняется объемная проводимость окисла. Травление тугоплавких металлов происходит в растворе электролита, причем для полирования проволоки размером  $0,002–1,00 \text{ мм}$  достаточно вести процесс в  $2–20\%$  щелочи, а скорость съема металла достигает  $0,98 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3/\text{А} \cdot \text{мин}$ . Напряжение между анодом и катодом составляет  $6–12 \text{ В}$ .

Процесс электролиза может быть разложен на несколько последовательных этапов.

#### 1. Электрохимическое разложение воды:

$K_{p+}^- : 2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2O + 2OH^-$  – реакция восстановления на катоде

$A^+ : 2OH^- \rightarrow 2H_2O + O + 2e^-$  – реакция окисления на аноде

#### 2. Реакция окисление вольфрамовой проволоки на аноде:

$W + 2O \rightarrow WO_2$  (преимущественно)

$2W + 5O \rightarrow W_2O_5$  (возможно и окисление до  $WO_3$  с последующим растворением)

#### 3. Растворение оксидного слоя:

$WO_2 + 4OH^- \rightarrow WO_4^{2-} + 2H_2O + 2e^-$ .

$W_2O_5 + 6OH^- \rightarrow 2WO_4^{2-} + 3H_2O + 2e^-$ .

Суммарное уравнение реакции:

$W + 2KOH + 2H_2O \rightarrow K_2WO_4 + 3H_2$

Порядок реакции растворения  $W$  по ионам  $OH^-$  равен 1. В отсутствии тока  $W$  покрыт  $WO_2$ .

При электрохимическом травлении для придания острию необходимой формы принципиальное значение имеет геометрия зоны травления. В простейшем случае достаточно окунуть вертикально ориентированную проволоку в ванночку с раствором электролита. В области границы жидкости и воздуха на поверхности проволоки образуется мениск высотой  $h$  (рис. 5.5).

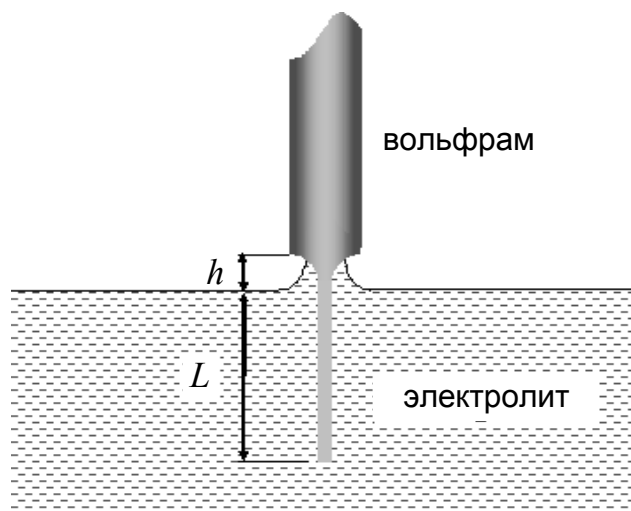


Рис. 5.5. Травление вольфрамовой проволоки в электролите

Скорость травления больше в глубине электролита и убывает по мере подъема по мениску, что связано как с формой силовых линий, так и с различной концентрацией ионов. Такое распределение скорости травления и определяет формирование заостренного острия. Одновременно удаляется погруженная в электролит часть проволоки длиной  $L$ .

Для локализации травления в определенной области заготовки (для получения зонда нужной длины) часто вместо ванночки используют проволочное кольцо с навешенной на него каплей электролита. Это позволяет с точностью до 1 мм устанавливать место перетравливания заготовки.

Рассмотрим технологию изготовления заостренного вольфрамового зонда сканирующего зондового микроскопа NanoEducator. Зонд является универсальным для обоих методик – АСМ и СТМ.

### **Задания:**

1. Изготовление вольфрамовой заготовки для зонда.
2. Заточка зонда для СЗМ методом электрохимического травления.
3. Контроль формы изготовленного зонда с помощью изучения контрольного образца.

## Порядок выполнения работы:

### Этап I. Изготовление вольфрамовой заготовки

Изготовление заготовки включает в себя выполнение следующих технологических операций:

1) выпрямить вольфрамовую проволоку диаметром 0,1 мм на длину приблизительно 3 сантиметра;

2) вставить проволоку до упора в металлический капилляр со стороны мерной канавки устройства для изготовления острия (рис. 5.6);

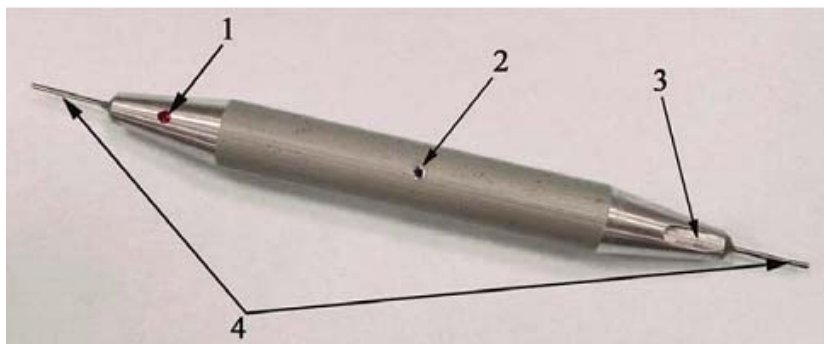


Рис. 5.6. Устройство для изготовления острия зондового датчика:

1 – маркер; 2 – отверстие; 3 – мерная канавка; 4 – капилляры

3) загнуть проволоку на угол приблизительно 180 градусов, прижимая ее пальцем к металлическому капилляру;

4) вытянуть проволоку из капилляра, вложить ее загнутым концом в мерную канавку 3 до упора и прижать пальцем к мерной канавке;

5) отрезать проволоку ножницами, упираясь режущей плоскостью ножниц в торец капилляра – важно обеспечить длину прямого участка  $18.5 \pm 0.3$  мм;

6) для формирования необходимой формы предварительно сформированного угла заготовки вставить проволоку этим загнутым углом в отверстие 2, расположенное в центре приспособления, и протащить ее сквозь отверстие;

7) со стороны прямого отрезка вставить проволоку до упора в капилляр, отмеченный красной точкой, и загнуть ее приблизительно на 90 градусов, прижимая пальцем (рис. 5.7);

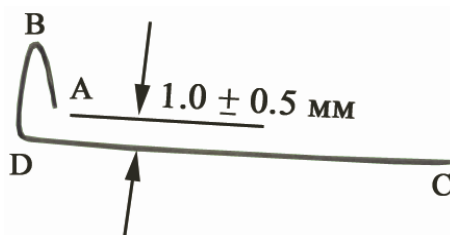


Рис. 5.7. Форма вольфрамовой заготовки для датчика



8) вынуть проволоку из капилляра, угол BDC должен быть в пределах  $90 \pm 5$  градусов, ширина зазора должна быть не меньше  $1,0 \pm 0,5$  мм – при слишком узком зазоре работа датчика может быть нестабильной;

9) со стороны точки В вставить проволоку в имитатор датчика строго вдоль оси трубки и утопить ее до упора.

Вольфрамовая заготовка готова для последующей заточки острия методом электрохимического травления.

## Этап II. Травление

Устройство заточки зондов (УЗЗ) методом электрохимического травления представлено на рис. 5.8.

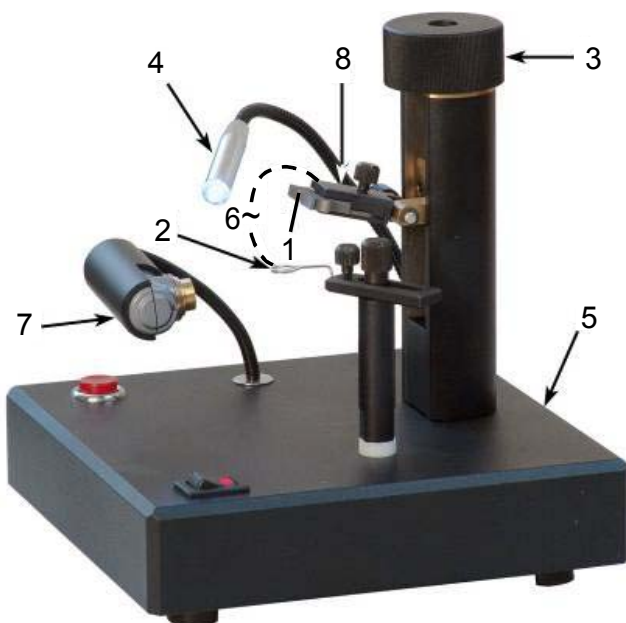


Рис. 5.8. Конструкция устройства заточки зондов:

- 1 – заготовка зонда; 2 – кольцо; 3 – винт перемещения по вертикали;
- 4 – подвижный светодиодный осветитель; 5 – основание;
- 6 – источник переменного электрического напряжения;
- 7 – микроскоп; 8 – держатель

Оно функционирует следующим образом. Приготовленная вольфрамовая заготовка вместе с имитатором датчика (1) закрепляется на держателе (8), который перемещается вверх и вниз по вертикали вручную при помощи винта (3) и опускает проволоку в кольцо (2) до нужной глубины. Предварительно на кольцо, изготовленное из нихромовой проволоки, вешается капля пятипроцентного раствора КОН или NaOH. После этого включается источник переменного электрического напряжения (6). Отметим, что описанная выше схема

травления работает на постоянном токе, использование в данном устройстве переменного тока сделано, во-первых, для того, чтобы уменьшить скорость реакции и этим облегчить ее управление, а во-вторых, чтобы при обратном знаке тока удалялись нежелательные продукты реакции.

При травлении происходят процессы перетравливания вольфрамовой проволоки и образования острой иглы. Оператор наблюдает за этими процессами в видеомикроскоп (7), освещение обеспечивается подвижным светодиодным осветителем (4). Все элементы конструкции закреплены на основании (5). После окончания травления держатель вместе с иглой поднимают в верхнее положение и вынимают.

Травление иглы реализуется следующим образом:

- 1) повернуть кольцо 2 в сторону от держателя 8;
- 2) вставить имитатор датчика с вольфрамовой заготовкой в держатель 8 и установить держатель в такое положение, чтобы проволока-заготовка 1 была вертикальна;
- 3) поднять винтом 3 держатель с датчиком в верхнее положение так, чтобы конец проволоки 1 был выше кольца 2;
- 4) повернуть кольцо 2 так, чтобы оно оказалось под проволокой 1;
- 5) подключить адаптер УЗЗ к электрической сети и убедиться, что режим травления выключен (не горит красная лампочка на выключателе);
- 6) запустить программу Camera для включения видеомикроскопа;
- 7) отрегулировать положение видеомикроскопа, изгибая рукой его гибкий держатель так, чтобы кольцо 2 было в фокусе микроскопа, при необходимости можно воспользоваться регулировкой фокуса;
- 8) отвести кольцо 2 в исходное положение и навесить на него каплю пятипроцентного раствора КОН (или NaOH) из чашки Петри (рис. 5.9), для этого прикоснуться поверхностью жидкости к проводочному кольцу, после чего опустить чашку вниз;

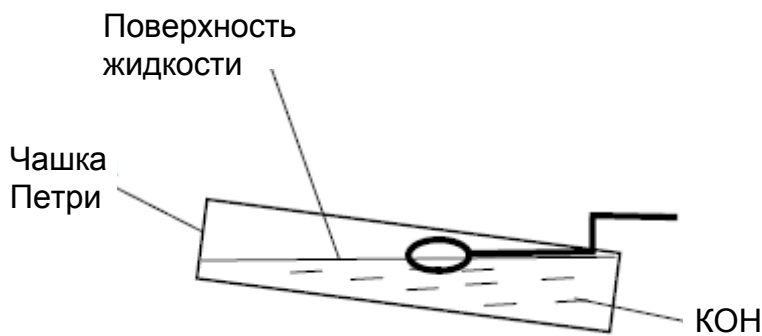


Рис. 5.9. Навешивание капли на кольцо

9) снова повернуть кольцо под проволоку 1 и винтом 3 опустить проволоку в каплю;

10) опустить держатель 8 с имитатором датчика так, чтобы зонд приблизительно на 2 мм вошел в каплю, при этом длина будущей иглы будет около 5 мм;

11) включить процесс травления, при этом загорится лампочка на выключателе и жидкость начнет «кипеть»;

12) периодически выключая травление, наблюдать за процессом травления в микроскоп и постепенным утоньшением вольфрамовой проволоки внутри капли, после перетравливания проволоки ее нижний конец падает;

13) поднять держатель с зондом в такое положение, чтобы только самый кончик иглы был погружен в жидкость;

14) включить на короткое время (не более 1 сек.) процесс травления для дополнительной заточки зонда;

15) поднять держатель с имитатором датчика, вынуть имитатор из держателя и при помощи пинцета осторожно извлечь заточенный зонд;

16) промыть зонд в струе проточной воды, держа его иглой вниз;

17) просушить зонд сначала промокательной бумагой, а затем несколько минут на воздухе.

Осторожно извлечь старую иглу при помощи пинцета из пьезотрубки универсального датчика взаимодействия и также осторожно вставить новый зонд.

Отметим, что затупленный в процессе эксплуатации зондовый датчик не обязательно каждый раз должен заменяться. Обычно изготовленный описанным образом зонд 2–3 раза допускает заточку, которая осуществляется по той же технологии непосредственно в универсальном датчике взаимодействия без перестановки зонда в имитатор датчика.

### Этап III. Контроль формы изготовленного зонда

1. Вставить зондовый датчик в NanoEducator и проверить качество (добротность) резонансного пика (см. работу 1).

2. Провести сканирование контрольного образца и сравнить параметры получившегося изображения с известными параметрами контрольного образца.

### **Контрольные вопросы:**

1. Перечислите основные способы изготовления зондов, используемых в СЗМ.
2. Опишите «идеальный» СЗМ-зонд.
3. Какие искажения способны вызвать зонды при отображении различных поверхностных особенностей?
4. Расскажите о методе электрохимического травления.

## Литература

### а) Основная литература:

1. Шик А. Я., Бакуева Л. Г., Мусихин С. Ф., Рыков С. А. Физика низкоразмерных систем. – СПб.: Наука, 2001. – 160 с.
2. Драгунов В. П., Неизвестный В. А., Гридчин В. А. Основы нанoeлектроники: Учебное пособие. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2000. – 332 с.
3. Пул Ч., Оуенс Ф. Нанотехнологии. – М.: Техносфера, 2004. – 328 с.
4. Харрис П. Углеродные нанотрубки и родственные структуры. Новые материалы XXI века. – М.: Техносфера, 2003. – 336 с.
5. Неволин В. К. Основы туннельно-зондовой нанотехнологии. – М.: МИЭТ, 1996. – 90 с.
6. Гусев А. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. – 416 с.
7. Рыбалкина М. Нанотехнологии для всех. Nanotechnology News Network, 2005. – 444 с.
8. Неволин В. К. Зондовые нанотехнологии в электронике. – М.: Техносфера, 2005. – 160 с.
9. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. – М.: Техносфера, 2005. – 144 с.
10. Жабреев В. А., Лукьянов Г. Н., Марголин В. И., и др. Введение в нанотехнологию: Учебное пособие. – М.: Московский государственный институт электроники и математики (технический университет), 2007. – 293 с.
11. Нанотехнологии. Азбука для всех: Сборник статей. / Под ред. Ю. Третьякова. – М.: Физматлит, 2007. – 368 с.
12. Уильямс Л., Адамс У. Нанотехнологии без тайн / Пер. с англ. Ю. Г. Гордиенко. – М.: Эксмо, 2009. – 368 с.

### б) Дополнительная литература:

1. Рыков С. А. Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и наноструктур. – СПб.: Наука, 2001 – 51 с.
13. Баллюзек Ф. В., Куркаев А. С., Сенте Л. Нанотехнологии для медицины. – СПб.: Изд-во Сезам-Принт, 2008 – 103 с.
3. Нанотехнология в ближайшем десятилетии /Под ред. М. К. Роко, Р. С. Уильямса и П. Аливисатоса. – М.: Мир, 2002 – 291 с.

4. Андреевский Р. А., Рагуля А. В. Наноструктурные материалы. – М.: Издательский центр «Академия», 2005. – 192 с.

5. Фейнман Р. Ф. Внизу полным-полно места: приглашение в новый мир физики // Журнал Российского химического общества им. Д. И. Менделеева. 2002. Т. XLVI. № 5. С. 4–7.

6. Ратнер М., Ратнер Д. Нанотехнология: простое объяснение очередной гениальной идеи. – М.: ИД «Вильямс», 2004. – 240 с.

7. Хартманн У. Очарование нанотехнологии / Пер. с нем. под ред. проф. Л. Н. Патрикеева. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2008. – 173 с.

8. Ханин С. Д., Хинич И. И. Освоение физики материалов и приборов электронной техники и проблема достижения целостности и результативности исследовательского обучения: Монография. – СПб.: Изд-во РГПУ им. А. И. Герцена, 2009. – 108 с.

8. Ханин С. Д., Хинич И. И. Исследовательское обучение физическим основам электроники в подготовке педагогических кадров: Монография. – СПб.: Изд-во РГПУ им. А. И. Герцена, 2009. – 127 с.

в) Электронные издания:

– Интернет-энциклопедия: <http://ru.wikipedia.org>  
(статья «Нанотехнология»)

– Нанотехнологический портал: <http://www.nanonewsnet.ru>

– Портал Наноиндекс: <http://www.nanoindex.ru>

– Нанотехнологическое сообщество Нанометр:  
<http://www.nanometer.ru>

– Сайт компании «НТ-МДТ»: <http://www.ntmdt.ru>

– Сообщество Nano.Tex: <http://www.nanotex.ru>

– Национальный информационно-аналитический центр  
«Нанотехнологии и наноматериалы»: <http://www.iacnano.ru>

– Российское общество сканирующей зондовой микроскопии  
и нанотехнологий: <http://www.nanoworld.org>