

Министерство образования и науки Российской Федерации
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.
ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

**РОЛЬ И МЕСТО СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ НА
СОВРЕМЕННОМ ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ И
В НАУЧНОЙ ЛАБОРАТОРИИ**

АВТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ

Студентки 2 курса 207 группы
по направлению 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов»
факультета нано- и биомедицинских технологий

Бутовой Юлии Сергеевны

Научный руководитель

доцент, к.ф.-м.н., доцент

должность, уч. степень, уч. звание

С.В. Стецюра

подпись, дата

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой

д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

С.Б. Вениг

подпись, дата

инициалы, фамилия

Саратов 2017

ВВЕДЕНИЕ

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) – один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. За прошедшие годы применение зондовой микроскопии позволило достичь уникальных научных результатов в различных областях физики, химии и биологии. Наиболее яркими демонстрациями возможностей этого экспериментального направления при исследовании поверхностей твердых тел могут служить: результаты по прямой визуализации поверхностной реконструкции, манипуляция отдельными атомами для записи информации с рекордной плотностью, исследование локального влияния поверхностных дефектов на зонную структуру образца и пр.

Цель выпускной квалификационной работы – изучение опыта российских и зарубежных исследователей при измерении наноразмерных и наноструктурных материалов методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) и экспериментальное исследование влияния цифровой обработки массивов исходных данных, полученных с помощью АСМ, на результаты научного эксперимента.

Для достижения цели поставлены следующие **задачи**:

- 1 описать методики сканирующей зондовой микроскопии;
- 2 указать типичные артефакты, возникающие в процессе сканирования образца;
- 3 произвести измерения и анализ АСМ изображений на гибридных сенсорных структурах, содержащих наночастицы.

Практическая значимость проведенного исследования заключается в том, что показано, каким образом влияет цифровая обработка полученных изображений на «результаты» эксперимента и окончательные выводы. Показаны целесообразность и значимость той или иной операции по преобразованию изображения.

Научная новизна проведенного исследования заключается в том, что метод атомно-силовой микроскопии и последующая цифровая обработка изображений применялись к гибридным структурам, полученным с использованием новой технологии – фотостимулированной адсорбции полиэлектролитных молекул и заряженных наночастиц из раствора на полупроводниковую подложку. Приведенные в магистерской работе результаты являются новыми и имеют перспективу дальнейшего использования.

Магистерская работа занимает 54 страницы, содержит 26 рисунков и 3 таблицы.

Обзор составлен по 31 информационному источнику.

Основное содержание работы

Во введении рассматривается актуальность работы, устанавливается цель и выдвигаются задачи для достижения поставленной цели.

Первый раздел (теоретический) представляет собой обзор литературы и состоит из следующих разделов: описание методик сканирующей зондовой микроскопии, применение атомно-силовой микроскопии при исследовании нано- и микрообъектов в материаловедении, типичные артефакты, наблюдаемые при СЗМ исследованиях.

Описание методик сканирующей зондовой микроскопии. Все методы сканирующей зондовой микроскопии делят на следующие:

- Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ);
- Атомно-силовая микроскопия (АСМ);
- Электросиловая микроскопия;
- Магнитно-силовая микроскопия;
- Ближнепольная оптическая микроскопия.

В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные

зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.

Под силами, действующими между зондом и образцом, в первую очередь подразумевают дальнедействующие силы Ван-дер-Ваальса, которые сначала являются силами притяжения, а при дальнейшем сближении переходят в силы отталкивания.

В зависимости от характера действия силы между кантилевером и поверхностью образца выделяют три режима работы атомно-силового микроскопа: контактный, полуконтактный, бесконтактный.

С помощью АСМ изучают межмолекулярные взаимодействия ДНК и полилизина, ДНК с кардиолипином. АСМ применяется для исследования процессов внутриклеточной сигнализации в нейронах, кроме того с помощью АСМ возможно наблюдать и идентифицировать вирусы, анализировать клетки крови человека, для выявления вирусных частиц в сыворотке крови, различных микроорганизмов, анализа осажденных наночастиц на поверхности.

Посредством АСМ могут быть исследованы клетки человека. Например, можно сравнить топографические и морфологические особенности самообновляемых и плоских клеток человека и остеобластов остеосаркомы. С помощью АСМ может быть определен модуль Юнга для данных клеток

Основные компоненты СЗМ, которые вызывают артефакты:

1. Пьезоэлектрическая керамика;

При работе со сканерами на основе пьезокерамики необходимо принимать во внимание ряд свойств материала:

- Нелинейность (Пьезокерамика деформируется нелинейно);
- Гистерезис;
- Ползучесть;
- Температурный дрейф;

2. СЗМ сканеры;
3. СЗМ зонды.

Во втором разделе описаны объекты исследования, произведены измерения и анализ АСМ изображений на гибридных структурах.

В исследовании участвует 4 образца:

- первые два образца - монокристаллический кремний с электронным типом проводимости, на который нанесены монослой полиэтиленимина и глюкозооксидазы;

- последние два образца - монокристаллический кремний с дырочным типом проводимости со слоем полиэтиленимина и наночастицами оксида кремния.

С помощью нано лаборатории «ИНТЕГРА Спектра» методом АСМ в полуконтактном режиме были получены 8 сканов образцов.

Большое внимание в работе уделено измерению и анализу АСМ сканов образцов, содержащих на поверхности монослой полиэтиленимина и глюкозооксидазы.

Получение и исследование поверхностей такого рода является весьма актуальным, поскольку дает возможность осуществлять контроль за качеством получаемых ферментных биосенсоров. Атомно-силовая микроскопия позволяет оценить однородность осаждения фермента по площади, проконтролировать отсутствие образования конгломератов, оценить качество поверхности буферного полимерного слоя.

Рассматривались 2 образца. Первый образец в процессе адсорбции глюкозооксидазы освещался со стороны раствора, а адсорбция глюкозооксидазы на поверхность второго образца происходила в темноте.

Для каждого скана в программе Gwyddion-2.44 были выполнены следующие операции: вычесть плоскость, выровнять строки, двумерная фильтрация БПФ (быстрое преобразование Фурье).

Результаты обработки представлены на рисунках 1 и 2.

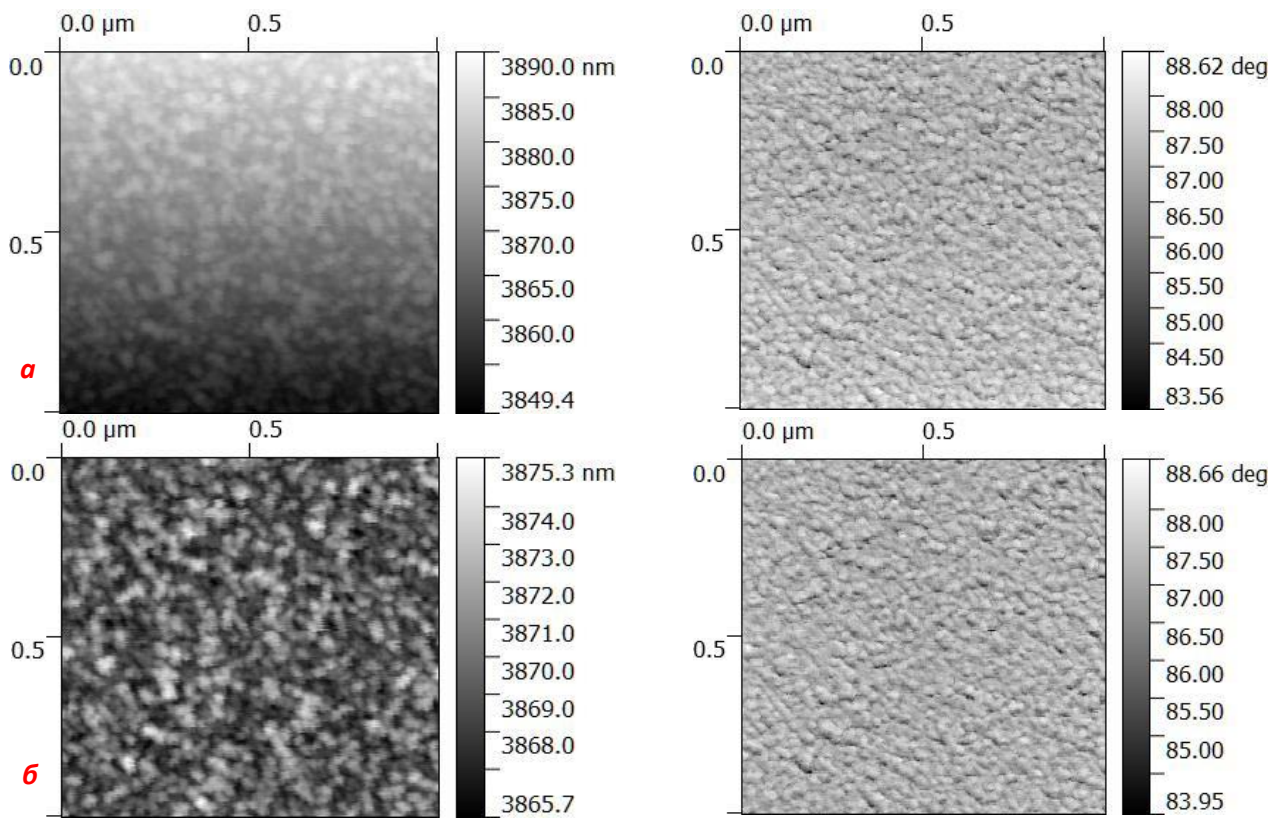


Рисунок 1 – Результаты измерений первого образца до (а) и после (б) цифровой обработки

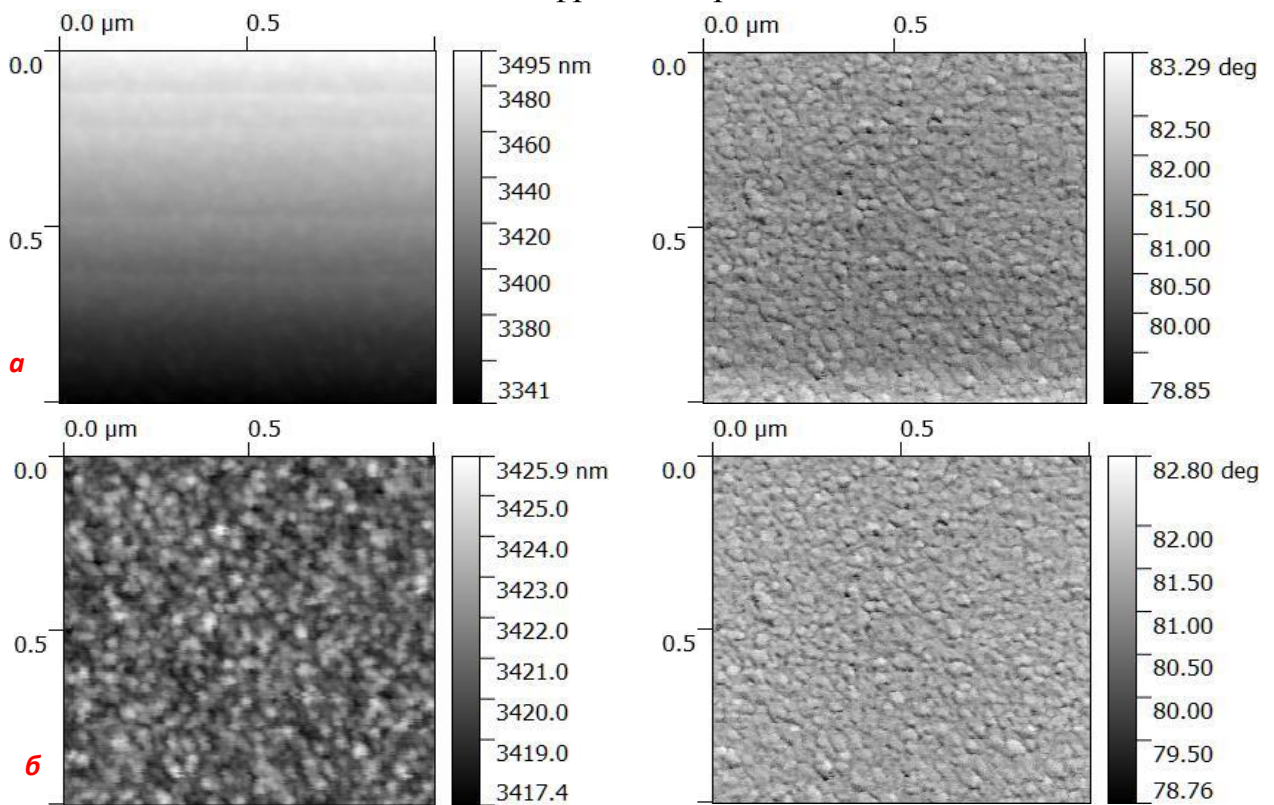


Рисунок 2 – Результаты измерений второго образца до (а) и после (б) цифровой обработки

В последствии был извлечен профиль для первого и второго образцов. Размер молекулы глюкозооксидазы составляет: 6,0 нм X 5,2 нм X 7,7 нм. Было измерено расстояние между самой низкой и самой высокой близлежащими точками, получены высоты 6, 04 нм и 5,566 нм для первого и второго образцов. При сравнении высот и размеров молекулы глюклязооксидазы можно сделать вывод о том, что на образцах действительно присутствуют молекулы глюкозооксидазы.

Измерение и анализ АСМ сканов образцов, содержащих на поверхности монослой полиэтиленimina и наночастицы оксида кремния.

Рассматривались 2 образца. Первый образец освещался галогеновой лампой в процессе адсорбции наночастиц на подложку, а адсорбция наночастиц на подложку у второго образца происходила в темноте. Для каждого образца фиксировались такие параметры как: число наночастиц, средняя площадь наночастиц, средний размер наночастиц. Последовательность обработки такая же как и для первого объекта. В таблица 1-2 приведены результаты измерений образцов, после каждой операции.

Таблица 1 – Результаты измерений для образца, когда при адсорбции наночастиц осуществлялось освещение подложки

Параметр	Значения без обработки	Значения после операции «Вычисть плоскость»	Значения после операции «Выровнять строки»	Значения после операции «Двумерная фильтрация БПФ»
Число наночастиц (штук (в %))	87 (100%)	146 (167%)	98 (113%)	96 (110%)
Средняя площадь наночастицы (10^{-15} м^2 (в %))	304,2 (100%)	11,79 (3,87%)	9,310 (3,06%)	8,950 (2,9%)

Продолжение таблицы 1

Средний размер наночастицы (нм (в %))	103,1 (100%)	59,31 (57,52%)	75,40 (73,13%)	72,94 (70,74%)
---------------------------------------	-----------------	-------------------	-------------------	-------------------

Таблица 2 – Значения параметров после каждого этапа обработки для образца, когда адсорбция наночастиц на подложку осуществлялась в темноте

Параметр	Значения без обработки	Значения после операции «Вычисть плоскость»	Значения после операции «Выровнять строки»	Значения после операции «Двумерная фильтрация БПФ»
Число наночастиц (штук (в %))	548 (100%)	197 (35,9%)	165 (30,1%)	162 (29,56%)
Средняя площадь наночастиц (10^{-15} м ² (в %))	23,62 (100%)	9,098 (38,51%)	9,556 (40,45%)	9,605 (40,66%)
Средний размер наночастиц (нм (в %))	56,58 (100%)	70,54 (124,67%)	74,97 (132,5%)	73,01 (129,03%)

При анализе результатов измерений двух образцов выявлено, что количество наночастиц при освещении подложки в процессе адсорбции значительно меньше, чем при адсорбции наночастиц на подложку в темноте. Выявлено, что наклон плоскости значительно влияет на значения параметров, т.к. распределение маски по скану в программе Gwyddion происходит с учетом наклона, что значительно искажает результаты измерений. Анализируя АСМ сканы после каждой операции, можно увидеть на сколько изменяются значения установленных параметров. Зафиксировано, что максимальное изменение значений происходит после операции «Вычисть плоскость». Также значительно влияние на значения параметров оказывают полосы на сканах. После операции «Двумерная фильтрация БПФ» значения меняются в пределах 1-3%, что можно объяснить погрешностью измерений.

В заключении приводятся основные результаты работы. В частности, указывается, что для кремниевых подложек с монослоями полиэтиленimina и глюкозооксидазы выявлено, что на образцах действительно присутствуют молекулы глюкозооксидазы. Показано, что при изменении технологии (освещении кремния во время адсорбции на него фермента, плотность его иммобилизации менялась. Кроме того, была представлена последовательность операций по обработке сканов, на графиках профилей представлены изменения высот неровностей и углов для фазового контраста. Представлено подробное описание того, каким образом влияет цифровая обработка полученных изображений на «результаты» эксперимента и окончательные выводы.

Таким образом, без сканирующей зондовой микроскопии трудно представить себе контроль качества наноразмерных объектов и наноструктурированных материалов и покрытий на современном высокотехнологичном производстве. В научной лаборатории зондовая сканирующая микроскопия заняла прочное место как один из самых результативных и наглядных методов контроля материалов и покрытий, особенно при разработке новых материалов и способов их получения.