

МИНОБРНАУКИ РОССИИ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения,  
технологии и управления качеством

**КРИТЕРИИ КАЧЕСТВА АСМ-ИЗОБРАЖЕНИЙ, УЧЕТ И МИНИМИЗАЦИЯ  
АРТЕФАКТОВ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

**АВТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ**

студентки магистратуры 2 года обучения 207 группы  
направления 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов»  
профиль «Менеджмент высокотехнологичного инновационного  
производства и бизнеса»  
факультета нано- и биомедицинских технологий  
Киселевой Элины Дмитриевны

Научный руководитель  
доцент, к.ф.-м.н., доцент  
\_\_\_\_\_

должность, уч. степень, уч. звание

\_\_\_\_\_

подпись, дата

С.В. Стецюра  
\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой  
д.ф.-м.н., профессор  
\_\_\_\_\_

должность, уч. степень, уч. звание

\_\_\_\_\_

подпись, дата

С.Б. Вениг  
\_\_\_\_\_

инициалы, фамилия

Саратов 2019

**Введение.** Специфика нанотехнологий привела к изменениям в области метрологии и появлению нового направления – нанометрологии. Нанометрология является весьма важной областью исследований и разработок, объединяющей в себе возможности для открытий в фундаментальной науке и открывающей перспективы коммерческого применения. Благодаря накопленному опыту исследования наноструктур различного типа возникло понимание недостаточности имеющейся на данный момент приборной базы для решения задач обеспечения единства измерений параметров наноструктур. В связи с этим выделяют следующие проблемы нанометрологии [1]: повышение точности измерений параметров нанобъектов, снижение влияния окружающей среды на получаемые результаты измерений.

Одним из наиболее перспективных методов исследования поверхности наноструктурированных материалов является метод атомно-силовой микроскопии (АСМ). Но каждому виду микроскопии, в том числе и АСМ, в той или иной мере присущи артефакты изображений – ложные детали изображений, воспроизводимые прибором дефекты, искусственно возникающие при исследовании и несвойственные самому объекту изучения. Артефакты необходимо изучать, чтобы уметь от них избавляться или их учитывать. Даже в условиях оптимальной работы микроскопа искомую информацию может исказить само состояние поверхности образцов, что должно быть самостоятельным аспектом анализа изображений.

**Целью** данной работы являлось определение критериев качества АСМ-изображений для определения уровня качества, учета и минимизации артефактов АСМ-изображений.

Для достижения данной цели были сформулированы следующие **задачи**:

1. Провести обзор научной литературы по нанометрологии.
2. Проанализировать публикационную активность в области нанометрологии.
3. Изучить и классифицировать нормативную базу стандартизации в области нанометрологии.
4. Проследить корреляцию между появлением стандартов и публикаций по

данной тематике.

5. Выявить основные проблемы метода АСМ.
6. Изучить технологию получения биосенсорной структуры Si/ПЭИ/GOx.
7. Получить и проанализировать АСМ-изображения биосенсорной структуры Si/ПЭИ/GOx.
8. Определить критерии качества АСМ-изображений для учета и минимизации артефактов.
9. Сформулировать алгоритм оценки качества АСМ-изображений.
10. Провести апробацию алгоритма.

### Основное содержание работы

В работе приведен обзор научной литературы по нанометрологии, описаны её задачи.

**Анализ состояния нормативной базы нанометрологии. Анализ публикационной активности в области нанометрологии.** По данным Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU была составлена гистограмма (рисунок 1), отражающая публикационную активность по нанометрологии с 1900 по 2019 год. Поиск показал 74 публикации. Начало активности отмечено в 2005 году. Это объясняется созданием в 2005 году Технического комитета Международной организации по стандартизации ISO/TC 229 «Нанотехнологии» [2].

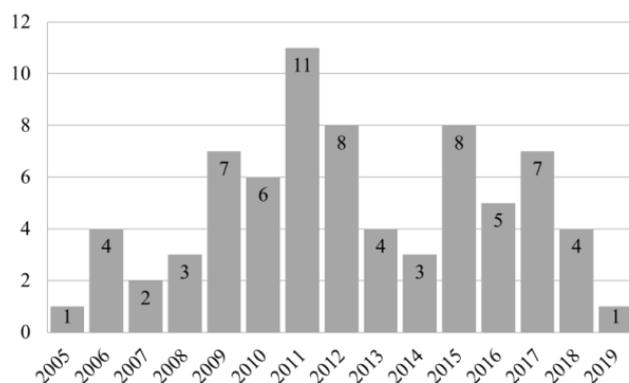


Рисунок 1 – Диаграмма публикационной активности по ключевому слову «нанометрология» (по данным eLibrary)

Из диаграммы видно, что всплеском публикационной активности являлись периоды с 2009 по 2012 год и с 2015 по 2017.

**Классификация стандартов нанометрологии.** В результате анализа ГОСТов по нанометрологии были выделены 4 типа стандартов:

- 1 – Требования к геометрическим формам, линейным размерам и выбору материала для изготовления.
- 2 – Методика выполнения измерений.
- 3 – Методика калибровки.
- 4 – Методика поверки.

Также можно выделить 4 категории объектов стандартизации:

- 1 – Меры рельефные нанометрового диапазона.
- 2 – Микроскопы электронные.
- 3 – Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые.
- 4 – Дифрактометры.

Затем была создана классификация стандартов по двум выделенным выше категориям и отражена в схеме (рисунок 2). Класс объекта стандартизации выделен цветом, а категории стандартов выделены графическим группированием.



Рисунок 2 – Классификация стандартов в области нанометрологии

**Корреляция между разработкой стандартов и публикаций по нанометрологии.** После анализа публикационной активности и классификации стандартов по нанометрологии было целесообразно проследить корреляцию между этими событиями по годам с 2005 по 2019. Анализ полученных данных и опубликованных статей показал, что: в 2005-2006 годах нанометрология рассматривалась в широком смысле и статьи носили ознакомительный (фундаментальный) характер; в 2007-2010 годах формировалась нормативная метрологическая база в области нанометрологии; в 2009-2012 наблюдался пик публикационной активности, так как создание нормативной базы значительно расширило возможности; с 2015 года второй пик публикационной активности объясняется окончанием Программы развития nanoиндустрии в Российской Федерации до 2015 года.

**Атомно-силовая микроскопия как один из основных инструментов нанометрологии.** Анализ рассмотренных научных источников по нанометрологии позволяет назвать атомно-силовую микроскопию одним из основных методов нанометрологии при изучении нанообъектов на твердой подложке. Атомно-силовая микроскопия является одним из видов сканирующей зондовой микроскопии. АСМ активно применяется при исследованиях поверхностей различного происхождения.

**Артефакты АСМ-изображений.** Все методы измерений подвержены появлению артефактов. Некоторые артефакты могут быть легко идентифицируемы, если известен источник ошибки. Некоторые артефакты неизбежны, но их учет при обработке данных позволяет избежать неверного представления о реальной поверхности исследуемого объекта [3].

Верификация полученных с помощью метода АСМ результатов затруднена, а зачастую невозможна. Поэтому необходимо быть уверенным в том, что трансформация сигнала в изображение происходит корректно. На результаты измерений оказывают влияние факторы самого различного происхождения: аппаратурные – связанные с конструктивными особенностями узлов микроскопа, методические – обусловленные выбором оператором

параметров режима работы, и иные, в том числе и продуцируемые окружающей средой.

Все артефакты разделены на три группы по значимости вклада основных источников их возникновения – прибор, оператор, объект – и, соответственно, методам их минимизации/устранения, а именно [4]:

1. **Инструментальные артефакты** – искажения изображений, которые вносятся от составляющих прибора.
2. **Артефакты режима** – то, что вносит оператор – ошибки при установке параметров режимов работы.
3. **Артефакты состояния** – то, что привносит сам объект.

**Выявление проблем в области АСМ.** Обзор статей по нанометрологии, а именно метода атомно-силовой микроскопии (АСМ) позволил выделить основные проблемы АСМ-измерений.

*Анализ проблем*, возникающих при получении АСМ-изображений, показал, что в настоящее время существует множество методов улучшения качества изображений. В работе приведена классификация методов улучшения качества АСМ-изображений была начата в работе [3] и дополнена в процессе наших исследований.

**Экспериментальное изучение процесса получения биосенсорной структуры Si/PEI/GOx.** Было проведено экспериментальное изучение процесса получения биосенсорной структуры Si/ПЭИ/GOx. Схематичное изображение данной структуры представлено на рисунке 3.

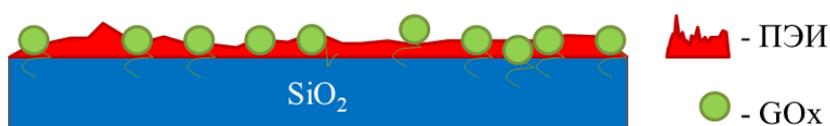


Рисунок 3 – Схематичное изображение биосенсорной структуры Si/ПЭИ/GOx

Исследование поверхности производилось методом АСМ, реализуемой с помощью NTEGRA Spectra (NT-MDT, г. Зеленоград).

**Калибровка АСМ.** На основе знаний, полученных при анализе ГОСТ Р 8.635-2007 «Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика калибровки»

была проведена калибровка АСМ [5]. Было получено изображение калибровочной решетки TGS1 для вертикальной калибровки и нелинейных измерений. Высота ступенек для данной меры представляет собой среднее значение, основанное на измерении 5 решеток из партии в 300 штук. Значение высоты ступени может изменяться на 15% от заданного. Значение составляет  $520 \pm 20$  нм. Размер периода составляет 3,0 мкм. С помощью ПО Gwyddion 2.53 были измерены размеры периода (рисунок 4).

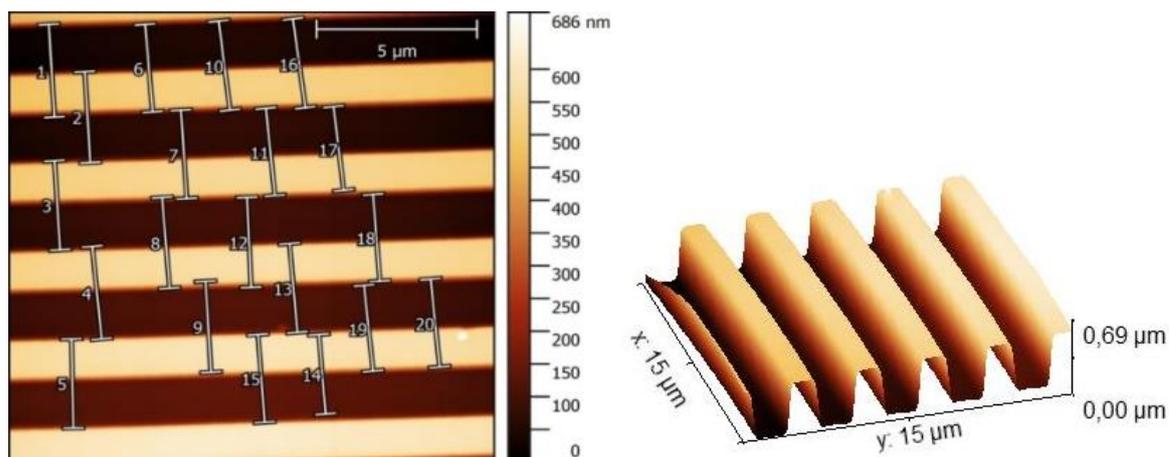


Рисунок 4 – АСМ-изображение калибровочной решетки TGS1

Был рассчитан средний размер периода, и он составил **2,92 мкм**, который отклоняется от эталона на 2,6%, что не превышает норму (10-15%).

**Результаты исследования поверхности структуры Si/PEI/GOx и их анализ.** Были получены АСМ-изображения поверхности образцов на каждом этапе изготовления биосенсорной структуры. Поскольку параметры АСМ изображения зависят также от размера скана, поэтому были исследованы сканы площадью  $10 \times 10$  и  $2 \times 2$  мкм<sup>2</sup>. Большой по размеру скан больше пригоден для статистического исследования при условии отсутствия загрязнений поверхности и дает возможность оценить однородность поверхности. Меньший по площади скан дает возможность «увидеть» нанообъекты и визуально оценить их расположение.

Были извлечены профили АСМ-изображений поверхностей на всех этапах получения биосенсорной структуры и построены графики распределения высот поверхности.

Поскольку измерения проводились на воздухе, образец загрязнялся. Для получения достоверной информации о морфологии поверхности исключили единичные значения высот. Удаление этих значений из рассмотрения оправданно, так как эти выбросы не могут быть полезным сигналом по следующим признакам: 1) «выбросы» наблюдаются также на полированной не модифицированной поверхности Si; 2) размер «выбросов» значительно превышает размер исследуемых объектов.

Также был использован альтернативный способ избавления от артефактов. С помощью компьютерной обработки в программе Gwyddion 2.53 были удалены дефекты изображения, выбранные вручную, исходя из имеющихся знаний о получаемых структурах. Для наглядности по полученным данным была построена сравнительная диаграмма, отражающая изменения значений в зависимости от способа исключения артефактов (рисунок 5).

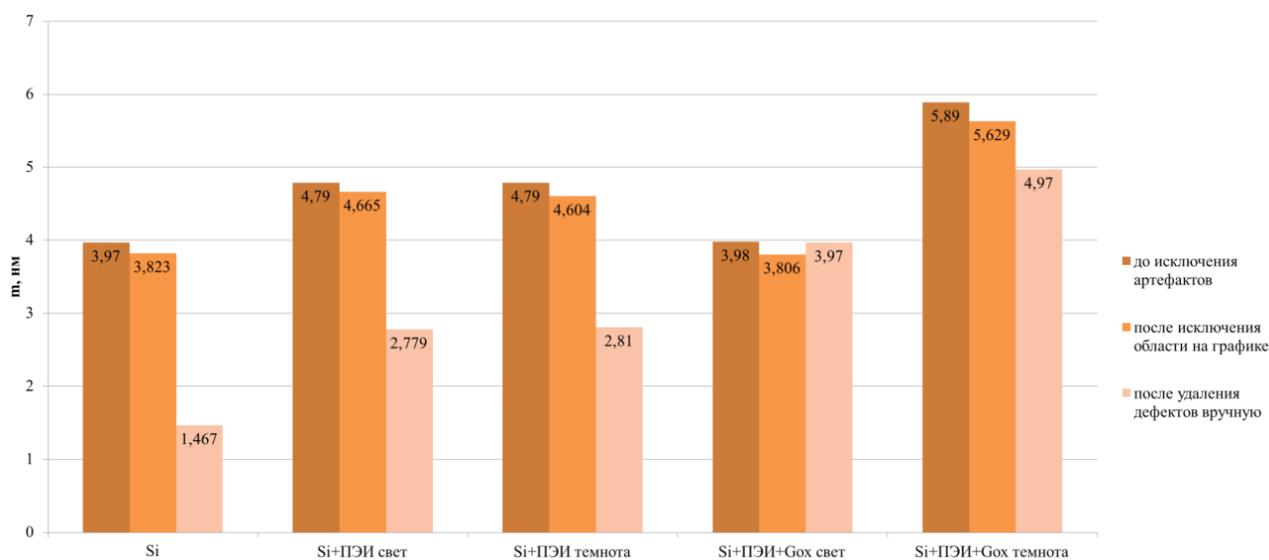


Рисунок 5 – Диаграмма сравнения способов исключения дефектов на АСМ-изображениях

Затем по полученным данным были построены сравнительные диаграммы (рисунок 6), отражающие изменения средних значений высоты неровности поверхности по всему изображению и по этапам формирования биосенсорной структуры.

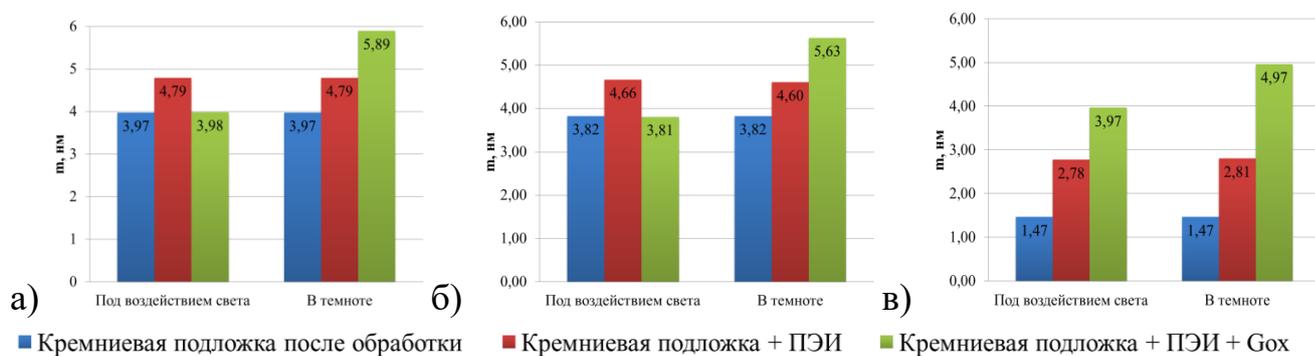


Рисунок 6 – Диаграмма изменений средних значений высоты неровности поверхности по всему изображению (для области сканирования 10x10 мкм) по этапам формирования биосенсорной структуры под воздействием света и в темноте (а – до исключения артефактов б – после исключения области на графике в – после удаления дефектов вручную)

Несомненным плюсом исключения артефактов путем удаления очевидно не относящихся к исследуемой структуре данных с графика является быстрота работы. Однако при удалении дефектов вручную получают более достоверные данные о формировании структуры: на рисунке 6в видно, что средний размер высоты неровности растет по мере нанесения слоев, что соответствует нормальному процессу формирования биосенсорной структуры.

Затем был проведен анализ зерен для анализа размера молекул GOx. Полученные значения не выходят за границы ожидаемых, что может говорить о правильной интерпретации изображений и идентификации молекул GOx на скане. Также был проведен автоматический расчет средней шероховатости поверхности (Ra) и среднеквадратичной шероховатости (Rq) до и после обработки изображений. По полученным данным построены диаграммы сравнения средней шероховатости в зависимости от размера скана до и после обработки (рисунок 7). Очевидно, что, в зависимости от размера области сканирования, шероховатость получается различной. На изображениях размером 2x2 мкм<sup>2</sup> средняя шероховатость поверхности почти в 2 раза меньше, чем на сканах размером 10x10 мкм<sup>2</sup>. Из чего можно сделать вывод о том, что при сравнении значений шероховатости разных образцов необходимо использовать сканы только одного размера.

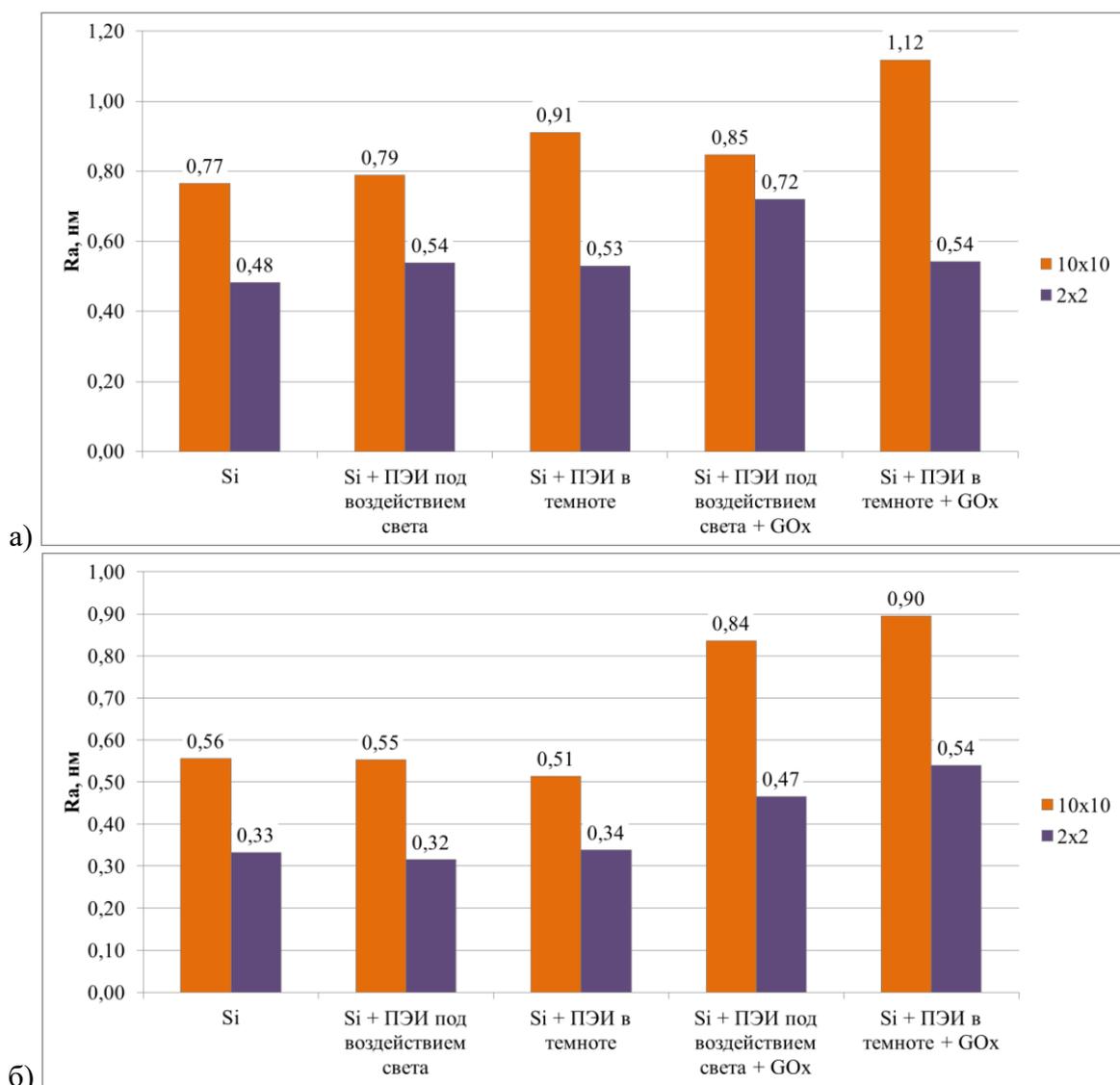


Рисунок 7 – Диаграммы сравнения средней шероховатости в зависимости от размера скана до (а) и после (б) исключения артефактов

**Определение и апробация критериев качества АСМ-изображений для учета и минимизации артефактов.** Для определения уровня качества АСМ изображений были выбраны следующие показатели, характеризующие различные свойства получаемого изображения. Для каждого показателя справедливо разделение критериев на качественные (субъективные) и количественные (объективные).

1. **Уровень шума.** Цифровой шум – дефект изображения, вносимый фотосенсорами и электроникой устройств, которые их используют. Качественной характеристикой уровня шума является визуальная оценка наличия шума на изображении. Также при обработке АСМ изображения возможно извлечение информации о наличии шума без его количественной

оценки. *Количественной* характеристикой уровня шума для изображения с разрешением 256x256 пкс является пиковое отношение сигнал/шум (ПОСШ), определяемое по формуле:

$$\text{ПОСШ} = 20 \log \frac{255}{\sqrt{\text{СКО}}}, \quad (1)$$

где  $\text{СКО} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - y_i)^2$  – среднеквадратичная ошибка, для которой  $x_i$  – значения пикселей исходного изображения,  $y_i$  – значения пикселей восстановленного изображения [6].

2. **Однородность изображения.** Под однородностью изображения понимается приближение распределения величины неровности к нормальному. *Качественной* характеристикой однородности изображения является визуальная оценка наличия/отсутствия объектов с несвойственной исследуемому образцу геометрией на АСМ изображении (треугольников, полос и др.). Также построение профилей разных участков изображения и их визуальное сравнение. *Количественной* характеристикой однородности изображения является построение распределения высот поверхности на разных участках АСМ изображения и оценка с помощью статистических критериев согласия. Для выборок большого объема задача проверки гипотезы о модели выборочного распределения может быть решена с использованием критерия  $\chi^2$  (хи-квадрат) Пирсона. Также *количественной* характеристикой однородности является сравнение значения шероховатости на разных участках АСМ изображения.

3. **Наличие тени.** Данный показатель характеризует области АСМ изображений, в которых разница высоты на близких участках, сравнимых по площади, резко сменяется от максимума к минимуму или наоборот. Данное явление может быть вызвано, например, потерей сигнала. *Качественной* характеристикой наличия тени является визуальная оценка АСМ изображения исходя из знаний об исследуемом объекте. *Количественной* характеристикой наличия тени является измерение интенсивности в области «резкой» тени:

$$I = \frac{i_{max} - i_{min}}{i_{min}}, \quad (2)$$

где  $i_{max}$  – интенсивность на высотах;  $i_{min}$  – интенсивность в «теньях».

4. **Латеральное разрешение.** Под разрешением понимается характеристика прибора или метода, говорящая о достижимой им степени детализации (сколько объектов на единице площади возможно различить). Если радиус скругления зонда сравним или больше размеров неровности, то наблюдается искажение формы неровности на изображении и при больших искажениях неровности могут сливаться. *Качественной* характеристикой латерального разрешения является визуальная оценка различимости объектов малых размеров. Поскольку профиль калибровочной меры схож с меандром, то *количественной* характеристикой латерального разрешения является скважность – безразмерная величина, определяющая отношение периода следования (повторения) импульсов  $T$  к длительности импульса  $t$ . Также в качестве *количественной* характеристики латерального разрешения выступает цена деления вертикальной шкалы микроскопа  $m_z$ , нм/пиксель, вычисляют по формуле [5]:

$$m_z = \frac{h}{H}, \quad (3)$$

где  $h$  – высота выступа, приведенная в паспорте (формуляре) на рельефную меру, нм;  $H$  – высота выступа рельефной меры, измеренная по видеопрофилю, пиксель.

В работе предложен и апробирован алгоритм проведения оценки качества АСМ-изображений с использованием критериев качества.

**Заключение.** В итоге выполнения работы были разработаны 5 качественных и 6 количественных критериев качества АСМ изображений для следующих показателей качества: уровень шума, однородность изображения, наличие тени, латеральное разрешение.

Разработан алгоритм оценки качества АСМ изображений, опирающийся на выбранные критерии, а также проведена экспериментальная апробация данного алгоритма.

## Список использованных источников

- 1 Липинский, С. И. Анализ метрологического обеспечения измерений линейных параметров нанообъектов в нанометровом диапазоне / С. И. Липинский // Инновационные технологии на транспорте: образование, наука, практика. – 2017. – С. 510-516.
- 2 Тодуа, П. Метрология в нанотехнологии / П. Тодуа // Российские нанотехнологии. – 2007 – Т. 2. – №. 1-2. – С. 61-69.
- 3 Толстихина, А. Л. Атомно-силовая микроскопия кристаллов и пленок со сложной морфологией поверхности : дис. на соискание ученой степени доктора физико-математических наук : 01.04.18 / Алла Леонидовна Толстихина ; Ком. по высшему образованию РФ, Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН. – Москва, 2013. – 333 с. – Библиогр. : 273-310 с.
- 4 Gwyddion (software) [Электронный ресурс] // Wikipedia, the free encyclopedia [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: [https://en.wikipedia.org/wiki/Gwyddion\\_\(software\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Gwyddion_(software)) (дата обращения: 14.06.2019). – Загл. с экрана. – Яз. англ.
- 5 ГОСТ Р 8.635-2007. Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика калибровки. – М. : Стандартинформ, 2008. – 7 с.
- 6 Арляпов, С. А. Модифицированный критерий оценки качества восстановленных изображений / С. А. Арляпов, А. Л. Приоров, В. В. Хрящев // Цифровая обработка сигналов. – 2006. – №. 2. – С. 27-33.