

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

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

**УЛУЧШЕНИЕ КАЧЕСТВА ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ В
НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
КОМПЬЮТЕРНОЙ ОБРАБОТКИ И СТАТИСТИЧЕСКИХ
ИНСТРУМЕНТОВ УПРАВЛЕНИЯ КАЧЕСТВОМ**

АВТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ

студентки магистратуры 3 курса 347 группы
направления 27.04.02 «Управление качеством»
профиль «Менеджмент качества в инженерной и образовательной
деятельности»
факультета нано- и биомедицинских технологий

Андроновой Надежды Алексеевны

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

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.В. Стецюра

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой
профессор, д.ф.-м.н.

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов 2020

Введение. Атомно-силовая микроскопия (АСМ) – один из современных методов исследования морфологии поверхности и её локальных свойств. За последние годы метод АСМ получил много разновидностей воплощения: микроскопы представляют собой сложные многофункциональные аналитические инструменты как для исследования топографии, пространственного распределения приповерхностных силовых полей (магнитных, электрических), температуры, емкостных и адгезионных свойств поверхности, так и для модификации поверхности материалов. Метод открыл широкие возможности для комплексного изучения различных характеристик и морфологии поверхности и стал источником недостающей информации при решении традиционных задач кристаллографии и физики кристаллов.

Атомно-силовые микроскопы сейчас становятся одними из самых популярных и доступных приборов для исследований в самых различных областях науки, оснащённость ими неуклонно растёт. Поэтому основополагающим в работе АСМ является не просто получение адекватного изображения, но и осознанный его анализ.

Актуальность моей выпускной квалификационной работы заключается в применении цифровых изображений для исследования и анализа наноструктурированных материалов и их поверхностей.

Но также существует проблема - правильная интерпретация цифровых изображений, учёт артефактов.

Цель магистерской работы – это изучение проблемы получения и анализа качественных цифровых изображений атомно-силовой микроскопии.

Задачи:

- провести подбор и анализ нормативных документов, научной литературы, раскрывающих актуальность измерений и исследований в нанометровом диапазоне;
- провести обзор методов позволяющих проводить исследования материалов и их поверхностей в нанометровом диапазоне;

- изучить артефакты АСМ изображений, их классификацию и методы их устранения;

- изучить возможности повышения качества изображений АСМ с помощью программы Gwyddion;

- изучить возможности повышения качества изображения АСМ и его анализа с помощью использования гистограмм, диаграммы Исикавы и диаграммы Парето;

- провести проверку изученных методов повышения качества изображения АСМ и его анализа на реальных изображениях наноструктурированных поверхностей, полученных с помощью АСМ.

Основное содержание работы

Наноиндустрия и наноматериалы в современном мире. Появившись относительно недавно, наноиндустрия все активней входит в область научных исследований, а из нее - в нашу повседневную жизнь. Разработки ученых чаще имеют дела с молекулярными цепочками, объектами микромира, молекулами, атомами. Создаваемые искусственно нанообъекты непрерывно удивляют исследователей своими свойствами и обещают самые неожиданные перспективы своего внедрения. Главной единицей измерения в нанотехнологических исследованиях является нанометр - миллиардная доля метра. В данных единицах измеряются вирусы и молекулы, а теперь и элементы компьютерных чипов нового поколения. Именно в наномасштабе происходят все базовые физические процессы, определяющие макровзаимодействия [1].

Необходимость стандартизации в нанотехнологиях. Спрос на нанотехнологии привел к развитию нового направления в метрологии – нанометрологии, с которой связаны теоретические и практические моменты метрологического обеспечения единства измерений в нанотехнологиях. Большинство методов измерений и исследований, которые глубоко внедрились в наноиндустрии, требуют калибровки средств измерений по стандартным

образцам структуры, свойств с известными геометрическими характеристиками, состава.

В результате долгих исследований в России концептуально создана основа метрологического обеспечения измерений длины в диапазоне 1-1000 нм. Для обеспечения полноценной базы нанометрологии, разработаны и внедрены в процесс более 15-ти национальных стандартов РФ и межгосударственных стандартов.

Обзор методов, позволяющих проводить исследования материалов и их поверхностей в нанометровом диапазоне. Внедрение нанотехнологий устанавливает необходимость разработки нового исследовательского и измерительного оборудования, которое позволит формировать и контролировать свойства наноструктур, в том числе для контроля качества новых материалов, качества обработки поверхностей, в особенности в таких областях, как микро – и наноэлектроника.

Методы сканирующей зондовой микроскопии. Атомно-силовая микроскопия (АСМ) относится к группе измерительных высокоразрешающих методов исследования топографических особенностей и материалов микроструктуры, известной под общим названием сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ). АСМ основана на измерении силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом микроскопа, закрепленного на конце упругой консоли, называемой кантилевером. Действующая на зонд сила со стороны образца, приводит к изгибу консоли. Фиксируя уровень изгиба, можно контролировать силу взаимодействия поверхности с зондом. Обычно, под силами взаимодействия подразумевают дальнедействующие силы Ван-дер-Ваальса [2].

Принципы работы сканирующего зондового микроскопа. Сканирующие зондовые микроскопы – класс микроскопов для получения изображения поверхности и её локальных характеристик. Процесс построения изображения основан на сканировании поверхности зондом. Как следует из названия метода, принцип сканирующей зондовой микроскопии заключается в сканировании

поверхности образца сверхтонким зондом. Зонд с толщиной кончика порядка нескольких нанометров позиционируется непосредственно над образцом, позволяя регистрировать взаимодействие с ним. В процессе сканирования (перемещения зонда относительно образца) значение взаимодействия поддерживается постоянным за счет изменения расстояния между образцом и зондом, регистрация которого и формирует изображение [3].

Классификация артефактов. Все артефакты разделены на три группы по значимости вклада основных источников их возникновения – прибор, оператор, объект – и, соответственно, методам их минимизации/устранения.

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) также не лишена артефактов. Если они непонятны, то исследователь не может правильно интерпретировать получаемые АСМ – 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, АСМ – данные могут быть правильно интерпретированы, а полученная информация использована с уверенностью. Сделать изображение более репрезентативным позволяют стандартные функции программ обработки данных, такие как увеличение локального контраста (как правило, в ущерб соблюдению глобального масштаба высот), использование логарифмического масштаба, поиск градиентов, граней и краев различными методами [4].

Обработка полученной информации и восстановление полученных изображений. Программа обработки данных Gwyddion и ее возможности. Gwyddion создан для анализа высоты полей и других данных 2D (изображение). Хотя он в первую очередь предназначен для данных, поступающих с методами сканирующей зондовой микроскопии (как AFM, MFM, STM, SNOM/NSOM), он также может быть использован для анализа данных профилометрии. Данные вычисляются и сохраняются в собственном формате файла (.gwy) в двойной точности [5].

Использование инструментов управления качеством для исследования проблемы повышения качества изображения АСМ.

Диаграмма Исикавы. Результат процесса построения причинно - следственной диаграммы Исикавы зависит от многочисленных факторов, между которыми существуют отношения типа причина - результат. Можно определить структуру или характер этих многофакторных отношений благодаря систематическим наблюдениям. Диаграмма причин и результатов – средство, позволяющее выразить эти отношения в простой и доступной форме (рисунок 3).

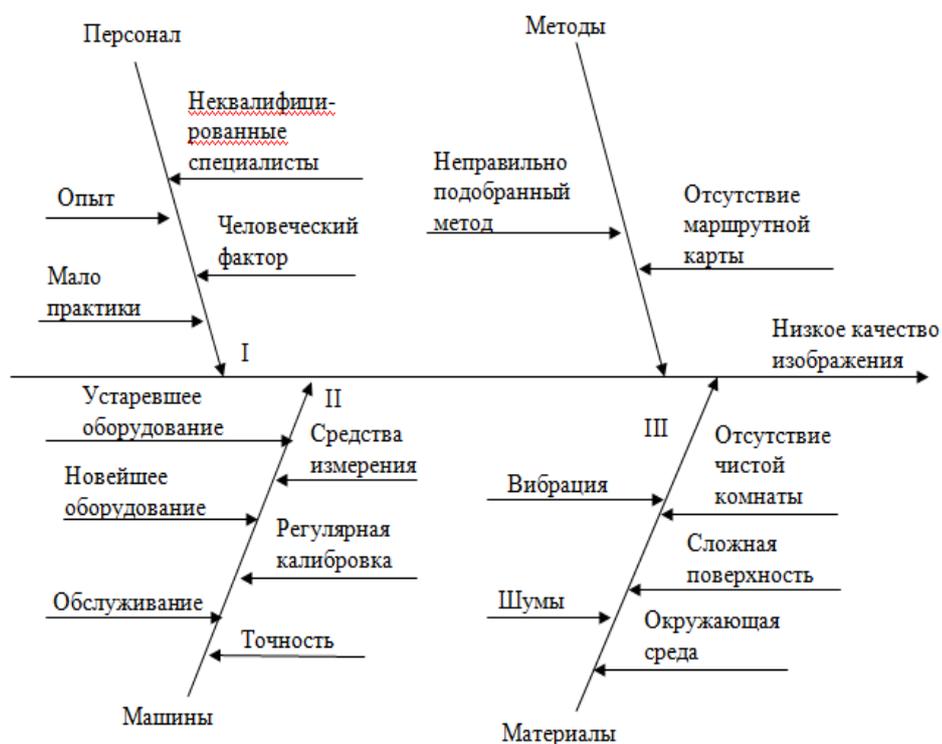


Рисунок 3 – Диаграмма Исикавы для повышения качества изображения АСМ

Опираясь на диаграммы Исикавы, делаем вывод, что большее влияние оказывает процесс I- Персонал, II- Машины и III - Материалы. Следовательно, если на эти категории будет уделено больше внимания, то и результат «Повышения качества АСМ изображения» будет достигнут.

Гистограмма. Исследуется неоднородность органического слоя на поверхности кремния. Неоднородность сигнала численно характеризовалась шириной пика на полувысоте гистограммы распределения сигнала z – модуляции. Ширина пика может дать информацию об однородности

механических свойств поверхности кремниевого слоя (рисунок 4). Для создания органических покрытий использовали катионный полиэлектролит полиэтиленимин (ПЭИ) (рисунок 5) и широко применяемый в биоаналитических системах фермент глюкозооксидазу (GOx) (рисунок 6).

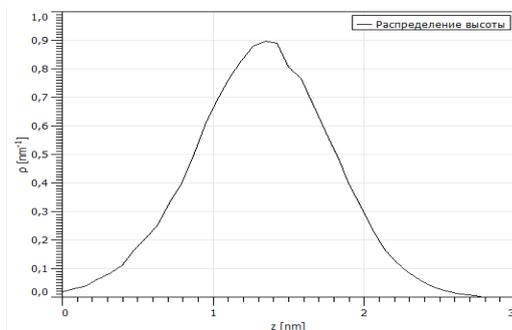


Рисунок 4 – Огибающая гистограммы очищенной пластины кремния р-типа проводимости

Получается, что распределение высот поверхности пластины кремния имеет вид логистического распределения (мультипликативное взаимодействие). Логистическое распределение – это один из видов непрерывных распределений, который формой напоминает нормальное распределение, но имеет более «тяжёлые» концы и больший коэффициент эксцесса, то есть большую островершинность.

Приближение вида распределений высот неровностей исследуемых поверхностей к нормальному распределению свидетельствует о хорошем качестве образцов и достаточно высоком качестве обработки цифровых изображений.

Диаграмма Парето. Инструмент, позволяющий распределить усилия для разрешения возникающих проблем и выявить основные причины, с которых нужно начинать действовать (рисунок 7).

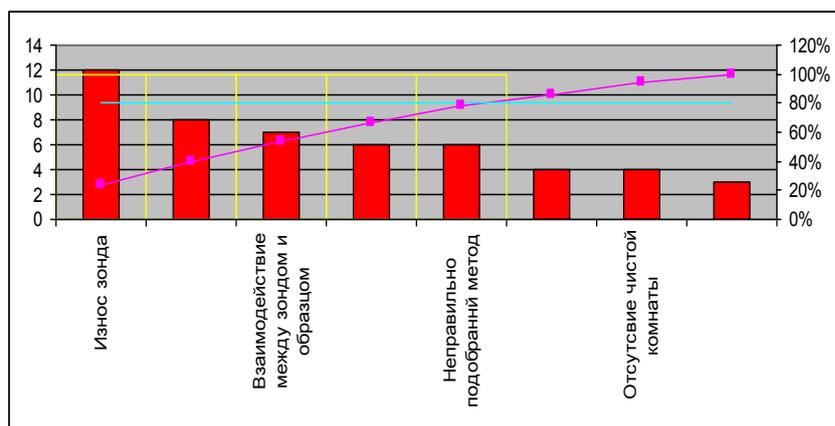


Рисунок 7 – Диаграмма Парето

Исследуя диаграмму, можно выявить основные проблемы при обработке образцов это: износ зонда, устаревшее оборудование, взаимодействие между зондом и образцом, неквалифицированные специалисты, неправильно подобранный метод.

Если сделать акцент на эти проблемы, то можно на выходе получить приближенное к реальному виду поверхность образца [28].

Анализ реальных изображений наноструктурированных поверхностей, полученных с помощью АСМ (на примере структур *Si/SiO₂/полиэтиленимин* и *Si/SiO₂/полиэтиленимин/глюкозооксидаза*). Мне представлен образец очищенной пластины кремния р-типа проводимости (рисунок 8А), изображение после нанесения слоя полиэтиленимина (рисунок 8Б) и изображение поверх слоя полиэтиленимина нанесли фермент глюкозооксидаза (рисунок 8В)

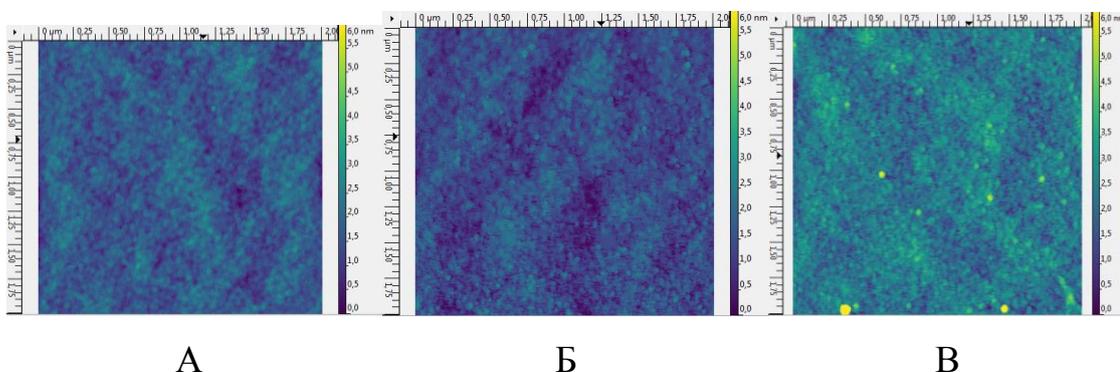
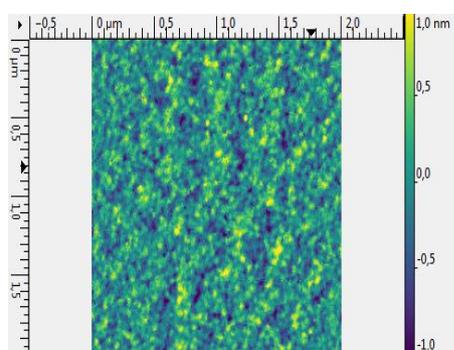
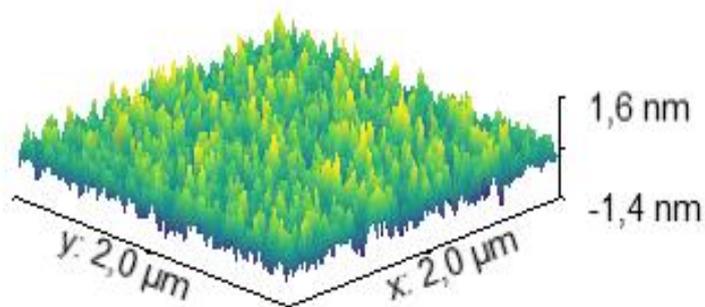


Рисунок 8 – А) АСМ- изображение поверхности пластины кремния р-типа проводимости; Б) Изображение после нанесения слоя полиэтиленимина; В) Изображения нанесенного фермента глюкозооксидазы на полиэтиленимин

С очищенной пластиной кремния было проведено следующее: увеличен полиномиальный фон до 11, убран шум, выбран диапазон цвета от -1нм до 1 нм, выравнивание данных вычитанием средней плоскости (рисунок 9А) и так же для лучшего представления трехмерный вид данных (рисунок 9Б).



А



Б

Рисунок 9– А) Приближенное изображение пластины кремния р-типа;

Б) Трехмерный вид очищенной пластины кремния р-типа

На рисунке 9А более отчетливо видны вершины, что означает о шероховатости, которую частично нам удалось убрать. Когда обработали пластину кремния р-типа, приступим к обработке после нанесения слоя полиэтиленimina. Нам так же требуется снизить шероховатость, убрать наклон.

На рисунке 10А видим, что шероховатость уменьшилась с 6 нм до 1,5 нм, более наглядно представлен результат на рисунке 10Б.

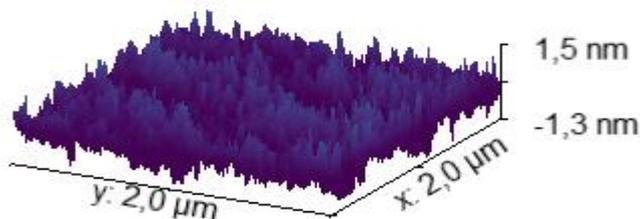
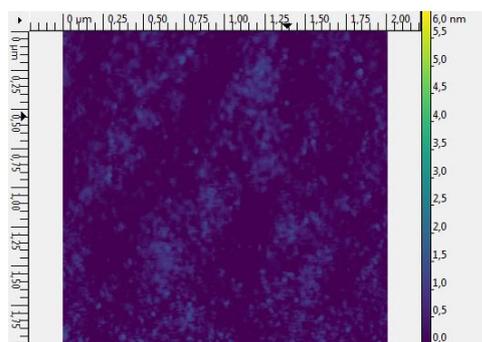


Рисунок 10 – А) Изображение поверхности после компьютерной обработки

пластины кремния р-типа с нанесенным полиэтиленимином; Б) Трехмерное

изображение пластины

Таким образом, компьютерная обработка, связанная с удалением артефактов, существенно снизила шероховатость итогового изображения. Но убрать все искажения не получилось, так как есть еще один факт, осуществляющие обработку данных и оценку статистических характеристик, размеров и других параметров по изображениям можно неправильно подобрать нужную функцию и тем самым, только добавить искажений в данное изображение.

Заключение. Современная атомно-силовая микроскопия активно используется во всем мире для исследования как полупроводников, так и любых других материалов. На сегодняшний день методы атомно-силовой микроскопии нашли широкое применение в физике, электронике и материаловедении. Возможность исследования размеров, структуры сделала данные методы важной частью современной микро- и нанoeлектроники.

АСМ позволяет решать не только прикладные задачи, но и глобальные проблемы фундаментальной физики. Атомно- силовая микроскопия является привлекательным методом для получения изображений поверхности любой сложности образцов.

В ходе магистерской работы была исследована возможность получения цифровых изображений приемлемого качества, полученных методом АСМ, для исследования и анализа наноструктурированных материалов и их поверхностей.

Результаты представлены в работе. К основным результатам относятся:

- подбор и анализ нормативных документов, научной литературы, раскрывающих актуальность измерений и исследований в нанометровом диапазоне, в ходе чего было показано, что интерес к данной теме растет и АСМ применяется все более в различных сферах;
- обзор микроскопических методов, позволяющих проводить исследования материалов и их поверхностей в нанометровом диапазоне;
- изучение артефактов АСМ изображений, их классификации и методов их устранения, что позволило улучшить качество реальных изображений;

- исследование возможностей повышения качества изображений АСМ с помощью программы Gwyddion. Был сделан упор на изучении основных функций;

- исследование возможностей повышения качества изображений АСМ с помощью использования гистограмм, диаграммы Исикавы и диаграммы Парето, что позволило выявить основные внешние и внутренние факторы, влияющие на качество реального изображения на выходе;

- применение изученных методов повышения качества изображения АСМ и их анализа на реальных изображениях наноструктурированных поверхностей.

Список использованных источников

1 Нанотехнологии и области их применения [Электронный ресурс] // РиаНаука [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: <https://ria.ru/20081203/156376525.html> (дата обращения 02.02.2020) . — Загл. с экрана. – Яз. рус.

2 Парфенов, В.А. Атомно- силовая микроскопия и ее применение в науке, технике и реставрации / В. А. Парфенов, И. А. Юдин // Известия СПбГЭТУ «ЛЭТИ». –2015 – № 9. – С. 61-70.

3 Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии: учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений / В.Л. Миронов. – М. : Изд-во Техносфера, 2004. – 114 с.

4 Битюцкая, Л. А. Лабораторная работа по нанотехнологии: специальный практикум / / Л.А. Битюцкая, М.В. Гречкина, Е.Н. Бормонтов – Воронеж : Воронежский государственный университет, 2017. - 31 с.

5 Gwyddion программное обеспечение для анализа данных [Электронный ресурс] // Gwyddion [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: <http://gwyddion.net/> (дата обращения: 24.10.2019). – Загл. с экрана. – Яз.рус.