

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

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

СТАНДАРТЫ И АРТЕФАКТЫ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 4 курса 4091 группы
направления 22.03.01 «Материаловедения и технологии материалов»,
профиль «Нанотехнологии, диагностика и синтез современных материалов»
института физики

Ивановой Анны 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 2022

Введение. Атомно-силовая микроскопия (АСМ) широко используется при исследовании рельефа поверхности с разрешением до атомарного. Её можно использовать как на воздухе при атмосферном давлении, так и в жидкостях; можно изучать проводники и диэлектрики, полимерные материалы. Эти возможности АСМ позволяют в промышленных лабораториях диагностировать практически любой материал – измерения могут проводиться на участках сканирования от десятка нм до 150 мкм [1].

В современном мире нанотехнологии имеют большой вес во многих областях: в медицине, в машино-, авиа-, кораблестроении, при создании другой различной техники. И для контроля результатов нанотехнологий АСМ является одним из самых востребованных методов [2].

Целью выпускной квалификационной работы является на примере гибридных структур полупроводник – органическое покрытие с нанорельефной поверхностью показать возможности АСМ и провести анализ их морфологии с учетом возможных артефактов измерения.

На основе поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- изучить с помощью учебно-методической и научной литературы физические принципы, режимы измерения АСМ и проблемы, возникающие при сканировании;
- изучить возможности программного обеспечения Gwyddion для обработки изображений АСМ;
- изучить на практике оборудование для проведения АСМ измерений;
- описать лабораторные образцы;
- обработать сканы лабораторных образцов;
- проанализировать имеющиеся артефакты на обрабатываемых сканах, устранить артефакты;
- провести сравнительный анализ морфологии поверхности исследуемых образцов.

Дипломная работа занимает 49 страницы, имеет 32 рисунков и 3 таблицы.

Обзор составлен по 26 информационным источникам.

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

Первый раздел представляет собой анализ научных и нормативных источников в области атомно-силовой микроскопии, описание режимов измерения АСМ и проблем, возникающих при сканировании.

Во втором разделе работы говорится о программе Gwyddion и её возможности в области устранения артефактов АСМ изображений, содержится описание лабораторных образцов и микроскопа NANOEDUCATOR I компании НТ-МДТ (Москва, Зеленоград), с помощью которого исследовались образцы. Пятый пункт посвящен обработке полученных АСМ изображений.

Основное содержание работы

Для проведения эксперимента использовали пластины монокристаллического Si кристаллографической ориентации (100) p-типа проводимости.

В качестве катионного полиэлектролита использовался полиэтиленимин (ПЭИ), который растворяли в воде и осаждали на Si в темноте в течение 10 минут. В качестве анионного полиэлектролита использовался фермент глюкозооксидаза (GOx, тип X-S от фирмы Sigma Aldrich), так как данный фермент широко используется как модельный при создании ферментных биосенсоров.

Молекулы GOx растворяли в деионизированной воде до концентрации 0.5мг/мл. Во время нанесения GOx один образец освещался белым светом высокой интенсивности в течение 60 минут при помощи галогенной лампы Philips 13186 EPX/EPV. У второго образца адсорбция GOx проходила в темноте так же в течении 60. минут. После адсорбции образцы промывались в деионизированной воде и сушились в потоке сухого воздуха.

На рисунке 1 представлено схематичная структура образца, изменяющаяся в процессе его изготовления.

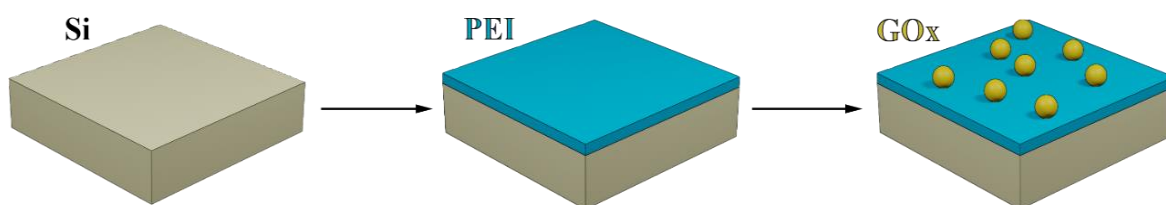


Рисунок 1 – Строение образца

Полученные образцы исследовали с помощью микроскопа NANOEDUCATOR I компании НТ-МДТ (Москва, Зеленоград) в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ). В полуконтактном режиме сканировались участки одинаковой площади.

NanoEducator I – это сканирующий зондовый микроскоп, который сочетает в себе простоту, устойчивость к случайным поломкам, низкую стоимость эксплуатации, возможность использовать в образовательном процессе и профессиональный функционал атомно-силового микроскопа.

На рисунке 2 показан внешний вид СЗМ NanoEducator I.



Рисунок 2 – Внешний вид измерительной головки СЗМ NanoEducator 1 – основание, 2 – держатель образца, 3 – Датчик взаимодействия, 4 – винт фиксации датчика, 5 – винт ручного подвода, 6 – винты перемещения сканера с образцом, 7 – защитная крышка с видеокамерой [3]

Для изображений, сделанных после сканирования микроскопами, им необходима обработка для избавления от артефактов. Для обработки используется программное обеспечение Gwyddion.

Gwyddion – это модульная программа анализа данных СЗМ. В первую очередь она предназначена для анализа полей высот, полученных различными

техниками сканирующей зондовой микроскопии (АСМ, МСМ, СТМ, СБОМ), но в общем случае её можно использовать для анализа любых полей высот или изображений. Используемые инструменты: выравнивание, основные фильтры, статистический анализ [4].

На рисунке 3 изображены исходные и обработанные АСМ изображения участков образца, выдержанного в темноте в течение 60 минут на время адсорбции GOx.

На рисунке 4 изображены исходные и обработанные АСМ изображения участков образца, выдержанного при интенсивном освещении в течение 60 минут на время адсорбции GOx.

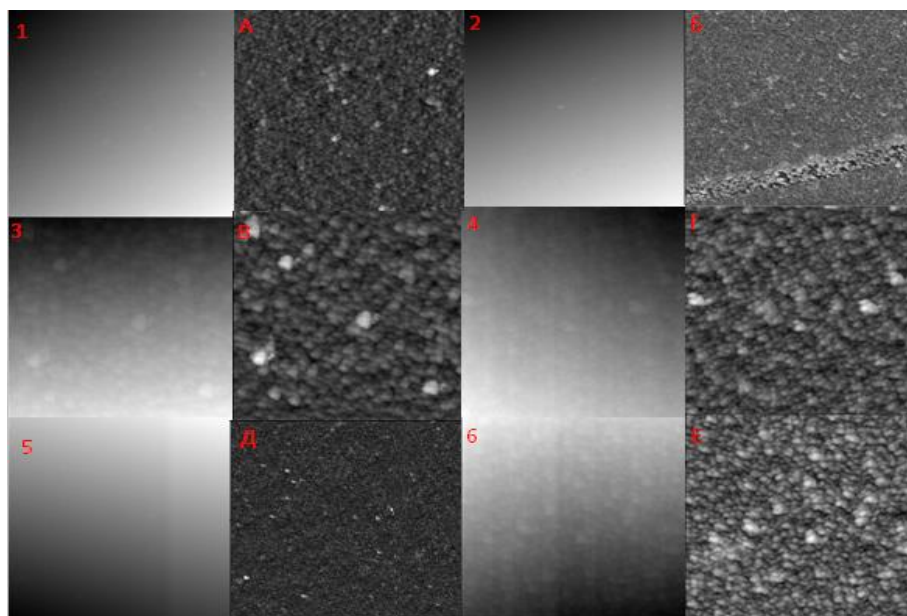


Рисунок 3 – Исходные АСМ изображения структур p-Si/ПЭИ/GOx после нанесения слоя молекул GOx в темноте (1-6) и соответствующие им обработанные изображения (А-Е)

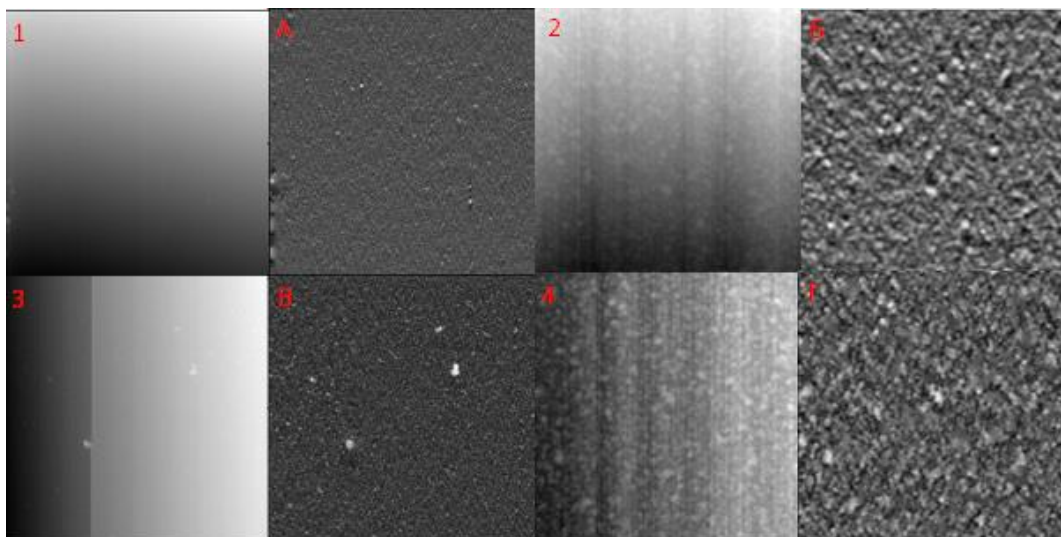


Рисунок 4 – Исходные АСМ изображения структур p-Si/ПЭИ/GOx после нанесения слоя молекул GOx при интенсивном освещении (1-4) и соответствующие им обработанные изображения (А-Г)

Фрагменты 1-6 на рисунке 3 представляют собой разные области, отсканированные на одном и том же образце. Фрагменты 1-4 на рисунке 4 представляют собой разные области, отсканированные на одном и том же образце.

В таблицах 1, 2 представлены, полученные после обработки, результаты. Таблица 1 – Результаты для обработанных сканов изображения структур p-Si/ПЭИ/GOx после нанесения слоя молекул GOx в темноте

№ скана	Число зёрен	Общая площадь проекции(отн), %	Средняя высота неровностей, нм	Средняя шероховатость поверхности, нм	Наиболее часто встречающееся значения высоты
1	264	3,957	3,92	0,924	3,95
2	135	7,733	3,51	0,895	3,2
3	543	6,813	8,5	1,039	5,5
4	149	3,431	3,42	0,917	3,25
5	133	0,731	3,12	0,984	2,66
6	115	2,709	4,16	1,383	3,5

Таблица 2 – Результаты для обработанных сканов изображения структур р-Si/ПЭИ/GOx после нанесения слоя молекул GOx при интенсивном освещении

№ скана	Число зёрен	Общая площадь проекции(отн), %	Средняя высота неровностей, нм	Средняя шероховатость поверхности, нм	Наиболее часто встречающееся значения высоты
1	64	0,146	7,37	1,220	6,97
2	40	0,584	4,38	1,094	3,98
3	46	0,380	4,85	1,321	4,06
4	36	0,473	4,23	1,097	3,88

По данным таблицы 1 среднее число зерен для данной группы сканов составляет 223. Диапазон наиболее часто встречающихся значений высот составляет 3,2-5,5 нм.

По данным таблицы 2 среднее число зерен для данной группы сканов составляет 46. Диапазон наиболее часто встречающихся значений высот составляет 3,88-6,97 нм.

Из приведенных выше данных видно, что освещение уменьшает число адсорбированных на р-Si молекул GOx в среднем больше, чем в 4 раза.

На рисунке 5 изображена диаграмма сравнения числа адсорбированных на р-Si молекул GOx в темноте и при освещении.

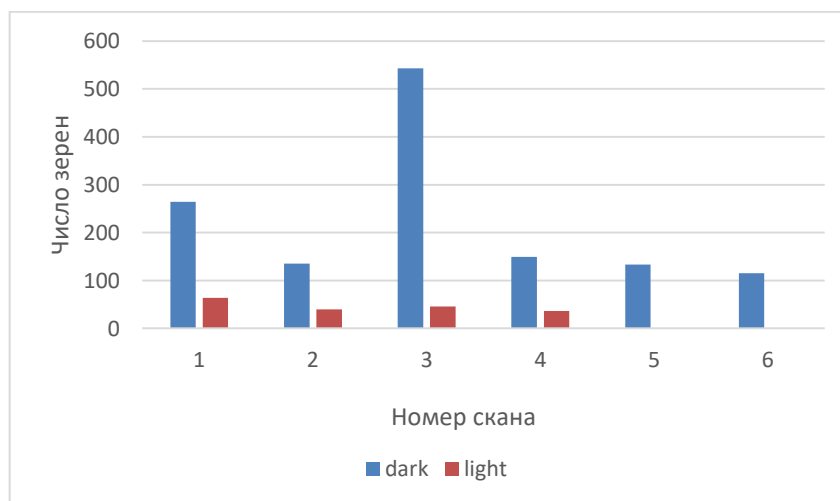


Рисунок 5 – Число адсорбированных на р-Si молекул GOx

Заключение. В процессе выполнения выпускной квалификационной работы были получены следующие основные результаты и сделаны выводы:

– изучены межгосударственные и национальные стандарты в области атомно-силовой микроскопии. Сделан вывод о том, что первоочередное внимание уделяется описанию рельефных мер нанометрового диапазона, методике калибровки и методике измерений эффективной высоты шероховатости поверхности с помощью атомно-силовых микроскопов. Это вызвано тем, что при измерениях возможно проявление различных артефактов, требующих устранения.

– в результате сканирования при помощи АСМ образца зондом получается изображение рельефа образца, искажённое артефактами, причинами которых может быть неидеальность сканера, ошибки при установке образца в оборудование, внешние причины;

– программное обеспечение для обработки изображений АСМ помогает понять природу артефактов и исправить их;

– были обработаны АСМ-изображения образцов структур p-Si/ПЭИ/GOx, адсорбция GOx на первом образце проходила при освещении Si белым светом высокой интенсивности в течении 60 минут, второго - в темноте так же в течении 60 минут. Были обнаружены и устранены такие артефакты, как периодически повторяющиеся помехи, наклон изображения и двойственность изображения.

– с помощью программного обеспечения Gwyddion были получены данные о шероховатости поверхности указанных образцов, высоте неровностей, степени покрытия поверхности молекулами GOx (в процентах относительно площади скана) и числе адсорбированных на p-Si молекул GOx.

– сделан вывод о том, что освещение p-Si во время адсорбции глюкозооксидазы существенно уменьшает число адсорбированных на p-Si молекул GOx (более, чем в 4 раза).

Список использованных источников

1 Андреева, Н. В. Экспериментальные методы исследования. Методики туннельной и атомно-силовой микроскопии : учебное пособие для студентов вузов / Н. В. Андреева, [и др]. – СПб. : Изд-во Политехн. ун-та, 2015. – 104 с.

2 Дроздов, О. И. Сканирующая зондовая микроскопия в нанометрологии / О. И. Дроздов, [и др]. // Современные материалы, техника и технологии. – 2019. – № 2 (23). – С. 91-97.

3 Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator [Электронный ресурс] // Руководство пользователя НТ-МДТ [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: <http://lab2.phys.spbu.ru/nano/images/nanoeducator.pdf/> (дата обращения: 16.03.2022). – Загл. с экрана. – Яз. рус.

4 Руководство пользователя Gwyddion [Электронный ресурс] // Gwyddion.net [Электронный ресурс] : [сайт]. – URL: <http://gwyddion.net/download/user-guide/gwyddion-user-guide-ru.pdf> (дата обращения: 26.03.2022). – Загл. с экрана. – Яз. рус.