# О. Г. Крупенников

# ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО НАНОТЕХНОЛОГИЯМ В МАШИНОСТРОЕНИИ

Методические указания

# МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «УЛЬЯНОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

О. Г. Крупенников

# ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО НАНОТЕХНОЛОГИЯМ В МАШИНОСТРОЕНИИ

Методические указания

для студентов очной формы обучения направления 151900 «Конструкторско - технологическое обеспечение машиностроительных производств»

> Ульяновск, УлГТУ 2013

# УДК 621-022.53 (076) ББК 34.4 я7 К84

Рецензент директор УФИРЭ им. В.А.Котельникова РАН, д-р техн. наук, зав. кафедрой «Радиотехника, опто- и наноэлектроника» УлГТУ В. А. Сергеев

Одобрено секцией методических пособий научно-методического совета университета

#### Крупенников, О. Г.

К84 Лабораторный практикум по нанотехнологиям в машиностроении: методические указания / О. Г. Крупенников. – Ульяновск : УлГТУ, 2013. – 39 с.

Содержит основные теоретические положения, методические рекомендации и указания по выполнению трех лабораторных работ по дисциплине «Нанотехнологии в машиностроении».

Содержание методических указаний соответствует требованиям государственного образовательного стандарта и рабочим программам дисциплины «Нанотехнологии в машиностроении» для студентов, обучающихся по направлению подготовки магистров 151900.68 — Конструкторско - технологическое обеспечение машиностроительных производств очной формы обучения. Лабораторный практикум будет полезен студентам других машиностроительных и приборостроительных специальностей технологического направления.

Работа подготовлена на кафедре «Технология машиностроения».

УДК 621-022.53 (076) ББК 34.4 я7

© Крупенников О. Г., 2013

© Оформление. УлГТУ, 2013

# СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ	4
РАБОТА № 1. Получение изображений поверхности заготовок	
на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator	7
РАБОТА № 2. Обработка изображений, полученных на скани-	
рующем зондовом микроскопе NanoEducator, в программе Scan Viewer	17
PAEOTA No 3 U PROTOR RELIVE A ROCCTAHOR RELIVE 2011 FOR THE CLA	
нирующего зондового микроскопа NanoEducator	26
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	38
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	39

#### ПРЕДИСЛОВИЕ

Методические указания предназначены для обеспечения выполнения государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования по дисциплине «Нанотехнологии в машиностроении» для студентов, обучающихся по направлению подготовки магистров 151900.68 – Конструкторско - технологическое обеспечение машиностроительных производств очной формы обучения.

Целью освоения дисциплины является формирование у студентов знаний теоретических основ и принципов практической реализации методов нанотехнологий на основе современных научных и технических достижений отечественного и зарубежного машиностроения.

Основными задачами дисциплины являются:

1. Ознакомить студентов с современными методами нанотехнологий, их достоинствами и недостатками, областями рационального применения;

2. Ознакомить студентов с современными средствами технологического оснащения (оборудования) для реализации разновидностей нанотехнологий;

3. Научить студентов рациональному применению нанотехнологий при совершенствовании существующих и разработке новых технологических процессов изготовления деталей машин.

Настоящие методические указания содержат основные теоретические положения и рекомендации по выполнению трех лабораторных работ из раздела №1 «Наноизмерения» дисциплины «Нанотехнологии в машиностроении».

В результате выполнения лабораторных работ студент должен:

 – знать: сущность, кинематику, физические основы и закономерности основных методов наноизмерений;

*– уметь:* выбирать технологическое оборудование для реализации методов наноизмерений;

- владеть: навыками рационального применения наноизмерений.

Все лабораторные работы, методики выполнения которых приводятся ниже, хорошо апробированы и проводятся в течение многих лет в специализированной учебно-исследовательской лаборатории нанотехнологий УлГТУ (ауд. Г606 главного учебного корпуса).

Допуск студента к выполнению лабораторной работы осуществляется только после проверки знания им соответствующих разделов теоретической части курса. Студенты, имеющие неудовлетворительные теоретические знания по разделам курса, относящимся к теме работы, к ее выполнению не допускаются.

Студенты, приступающие непосредственно к выполнению лабораторной работы, должны:

ознакомиться с содержанием работы;

 изучить правила техники безопасности, которые необходимо соблюдать при выполнении работы;

– ознакомиться со средствами технологического оснащения;

 изучить технику проведения экспериментов и порядок обработки их результатов.

Результаты лабораторной работы оформляют в виде отчета на нескольких листах формата A4, заранее подготовленных студентами к занятию в форме бланков.

Первую страницу (титульный лист) отчета оформляют по образцу, приведенному ниже. Содержание последующих страниц отчета дано в методических указаниях к каждой лабораторной работе.

Лабораторная работа считается выполненной после просмотра и подписи преподавателем отчета.

Обработку результатов экспериментов и выполнение необходимых расчетов следует производить на ПЭВМ, используя соответствующие программы.

### Первая страница (титульный лист) отчета

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «УЛЬЯНОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Учебно-исследовательская лаборатория нанотехнологий

# ОТЧЕТ

по лабораторной работе №

(название лабораторной работы)

Студент Группа Дата

Работу выполнил: (подпись студента)

Работу принял: (подпись преподавателя)

# РАБОТА № 1. Получение изображений поверхности заготовок на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator

Цель работы: изучение устройства сканирующего зондового микроскопа NanoEducator и методики получения на нем изображений поверхности заготовок.

Задание: изучить конструкцию сканирующего зондового микроскопа (СЗМ), методику работы на нем и получить изображение поверхности тестового образца.

Перечень приборов и принадлежностей, необходимых для выполнения работы: C3M NanoEducator, тестовый образец (выдает преподаватель).

#### Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator

## 1.1. Устройство СЗМ NanoEducator

Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator производства ЗАО «НТ - МДТ» (г. Зеленоград) предназначен для получения изображений и исследования локальных участков поверхностей образцов методами сканирующей туннельной и полуконтактной атомно - силовой микроскопии [1,2].

Техническая характеристика C3M NanoEducator

– Размеры области сканирования, мкм	70×70×10
– Пространственное разрешение:	
по осям Хи У, нм	50
по оси Z, нм	2
– Параметры зонда:	
диаметр иглы, мм	0,1
радиус острия иглы, нм	100 - 200
– Максимальные размеры образца:	
диаметр, мм	12
толщина, мм	5

C3M NanoEducator состоит из измерительной головки (рис. 1.1), электронного блока (контроллера), соединительных кабелей и управляющего персонального компьютера Apple Mac.



a)



Рис.1.1. Внешний вид (а) и конструкция (б) измерительной головки СЗМ

**NanoEducator** [1]: 1 – основание, 2 – держатель образца, 3 – зондовый датчик; 4 – винт фиксации датчика, 5 – винт ручного подвода датчика по оси *Z*; 6 – шаговый привод перемещения датчика по оси *Z*; 7, 8 – соответственно винты перемещения сканера с образцом по оси *Y* и *X*; 9 – сканер; 10 – защитная крышка с видеокамерой Измерительная головка (см. рис.1.1) состоит из основания 1, на котором расположены сканер 9, ручной привод перемещения сканера в горизонтальной плоскости с винтами 7 и 8, а также шаговый привод 6 перемещения зондового датчика по оси Z.

Держатель 2, расположенный в верхней части сканера 9, предназначен для крепления на нем, с помощью магнитной подложки, образца для исследований.

Сканер 9 служит для реализации построчного перемещения образца в горизонтальной плоскости в пределах выбранной области исследований и непрерывного перемещения по оси *Z* для поддержания обратной связи с контроллером методом постоянного взаимодействия.

Сканер (рис. 1.2) состоит из корпуса 1, к стенкам которого прикреплены три взаимно перпендикулярных дисковых пьезоэлемента 2. Пьезоэлементы 2 через толкатели 3 соединены со стойкой 5, в верхней части которой закреплен держатель образца 6 (предметный столик).



Рис.1.2. Конструкция сканера [1]: 1 – корпус; 2 – пьезоэлемент; 3 – толкатель; 4 – точка соединения толкателей; 5 – стойка; 6 – держатель образца

При подаче электрического напряжения на каждый пьезоэлемент, он под действием обратного пьезоэффекта изменяет свой линейный размер и через толкатель 3 перемещает стойку 5, а значит, и держатель образца 6, по одной из трех координат X, Y или Z. Максимальное перемещение сканера по осям X и Y составляет 70 мкм, а по оси Z - 10 мкм.

Ручной привод перемещения сканера (см. рис. 1.1) необходим для выбора участка исследований на поверхности образца путем вращения винтов 7 и 8.

Зондовый датчик 3 расположен в держателе шагового привода 6 и зафиксирован винтом 4.

Конструктивно зондовый датчик (рис. 1.3) состоит из корпуса 4, в котом консольно закреплена пьезоэлектрическая трубка 2 (кантилевер). На внешнюю и внутреннюю поверхность кантилевера 2 нанесены токопроводящие обкладки 3, которые, в свою очередь, соединены с электрическими контактами 5. Внутри кантилевера 2 установлен игольчатый зонд 1, изготовленный из вольфрамовой проволоки Ø 0,1 мм.



Рис. 1.3. Конструкция зондового датчика: 1 – игольчатый зонд; 2 – кантилевер; 3 – токопроводящие обкладки; 4 – корпус; 5 – электрические контакты

При работе C3M NanoEducator в режиме атомно - силовой микроскопии трубчатый кантилевер 2 выполняет роль пьезовибратора, а игольчатый зонд 1 используют в качестве датчика механических колебаний.

При подводе к кантилеверу 2 переменного электрического напряжения с частотой, равной резонансной частоте электромеханической системы «кантилевер – зонд», кантилевер начинает колебаться на данной частоте с максимальной амплитудой. При этом в игольчатом зонде 1 возникает переменное электрическое напряжение, пропорциональное амплитуде его смещения относительно равновесного положения. При приближении зонда к образцу зонд начинает касаться его поверхности. Степень взаимодействия зонда с исследуемой поверхностью увеличивается, а амплитуда колебаний уменьшается. Эти изменения приводят к пропорциональному изменению величины электрического сигнала, снимаемого с игольчатого зонда 1 и преобразуемого в рельеф поверхности исследуемого образца.

При работе C3M NanoEducator в режиме сканирующей туннельной микроскопии между игольчатым зондом 1 и токопроводящим образцом прикладывают постоянное напряжение, необходимое для протекания туннельного тока. Величина изменения последнего пропорциональна изменениям рельефа поверхности исследуемого образца. Эти изменения и регистрирует игольчатый зонд 1, используемый в качестве датчика туннельного тока.

Перед началом измерений, в процессе предварительной настройки C3M, зондовый датчик подводят вручную к образцу с помощью винта 5 (см. рис. 1.1).

Для корректной работы C3M NanoEducator необходимо установить определенную величину расстояния между зондовым датчиком и исследуемым образцом. Эту процедуру выполняют с помощью шагового привода 6 по следующему алгоритму [1]:

1. Отключают систему обратной связи и сканером 9 опускают образец в крайнее нижнее положение.

2. Шаговым приводом 6 подводят зонд к образцу на один шаг (примерно 2 мкм).

3. Включают систему обратной связи, плавно поднимают образец сканером 9 и одновременно проводят анализ взаимодействия зонда с образцом.

4. Если взаимодействие отсутствует, то процесс подвода повторяют с п.1.

5. Если во время подъема сканера 9 появляется ненулевой сигнал взаимодействия, то система обратной связи останавливает движение сканера вверх и фиксирует величину взаимодействия зонда с образцом на заданном уровне.

## 1.2. Работа на СЗМ NanoEducator

1. Перед началом работы включают компьютер Apple Mac, затем электронный блок C3M и запускают программу NanoEducator.

2. Прикрепляют исследуемый образец к магнитной подложке и устанавливают на предметный столик СЗМ (держатель образца 2 на рис. 1.1). Если образец не обладает магнитными свойствами, то его прикрепляют к магнитной подложке с помощью двухстороннего скотча.

3. Выбирают на поверхности образца участок для исследований, вращая винты 7 и 8 ручного привода перемещения сканера.

4. Переводят в верхнее положение держатель зондового датчика, поворачивая винт ручного подвода 5 по часовой стрелке.

5. Вставляют зондовый датчик 3 в гнездо держателя до упора и фиксируют его винтом 4.

6. На панели основных операций (рис. 1.4) кнопкой открывают окно «Подготовка к сканированию» и выбирают режим «АСМ» (атомно - силовая микроскопия).

7. Перед началом каждого измерения или в случае возникновения внештатных ситуаций (потере контакта между зондом и заготовкой, сбое при сканировании образца и т. п.) выполняют процедуру поиска резонанса и установки рабочей частоты зонда. Для этого на панели основных опера-

ций кнопкой открывают окно «Резонанс» (рис. 1.5) и запускают автоматический поиск резонансной частоты нажатием кнопки «Старт». В результате измерения амплитуды колебаний зонда автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда. В процессе поиска резонансной частоты автоматически подстраиваются амплитуда выходного сигнала генератора и коэффициент усиления таким образом, чтобы амплитуда колебаний зондового датчика на резонансной частоте была не менее 2 В.



Рис. 1.4. Общий вид главного окна программы NanoEducator [1]



Рис. 1.5. Общий вид окна «Резонанс» [1]

Если полученная резонансная кривая имеет искаженный несимметричный пик или на ней присутствует несколько пиков с амплитудой менее 2 В, то резонансную частоту определяют повторно. При очередном достижении негативного результата зондовый датчик заменяют на новый и повторяют процедуру поиска резонанса и установки рабочей частоты зонда.

8. Осуществляют процедуру подвода зонда к образцу. Для этого на

панели основных операций кнопкой маке открывают окно «Подвод» и

запускают автоматический подвод зонда нажатием кнопки

В результате этих действий сканер выдвинется на максимальную длину и включится шаговый двигатель, выполняющий подвод зонда к образцу.

Характер взаимодействия между зондом и образцом отслеживают по степени заполнения различным цветом двух индикаторов – сканера и амплитуды колебаний зонда (рис. 1.6).

Красный цвет означает нахождение сканера вне рабочей зоны или его опасное сближение с поверхностью образца, которое может привести к деформации зонда. Желтым и зеленым цветом обозначают, что сканер находится соответственно в переходной или в рабочей зоне.

Если зонд находится далеко от поверхности образца, то весь индикатор сканера заполнен красным цветом, а весь индикатор амплитуды колебаний зонда – зеленым цветом.



Рис. 1.6. Фрагмент окна «Подвод» [1]

Если зонд приближен к поверхности образца на максимально возможное безопасное расстояние, то вся шкала индикатора сканера заполнена зеленым цветом.

Подвод заканчивают, когда индикатор сканера заполнен зеленым цветом наполовину, что соответствует середине диапазона удлинения сканера. При этом индикатор амплитуды колебаний зонда должен быть заполнен на 0,7 от диапазона амплитуды свободных колебаний зонда. 9. Закрывают окна «Резонанс» и «Подвод».

10. На панели управления выбирают тип измерения, нажав кнопку «Сканирование» (рис. 1.7).

Сканирование Спектроскопия Литография Рис. 1.7. Фрагмент панели управления [1]

11. Кнопкой *м* на панели основных операций открывают, с правой стороны главного окна, панель параметров измерений, на которой устанавливают необходимые параметры сканирования (рис. 1.8).

X0 10	HM	Y0	10	нм
Быстрый	X	🗌 🗆 Ква	адрат Ос	нова
Размер	50627	X 5062	7 нм	0
Шаг	396	x 396	нм	0
Разрешени	ie 128	<b>X</b> 128	точен	< 💿
Режим А	СМ	\$		
Скорость	5,00	мкм/с	5,0	00
			-0-	
вг	еред	назад	L Pa	авные
Усиление	oc	3	1	z
Рабочая то	очка	0,87	1	10
			_	
2 <u></u>				
				-
				10.00
		CCE	рос настр	ооек



12. Запускают процесс сканирования нажатием кнопки «Пуск» на панели управления. В результате начинается построчное сканирование поверхности образца, и в области измерений, строчка за строчкой, появляется изображение сканируемой поверхности.

13. После завершения процесса сканирования сохраняют результаты на жесткий диск. Для этого закрывают окно программы с областью измерений и в главном меню выбирают последовательно «Файл» и «Сохранить как» (рис. 1.9).

В открывшемся диалоговом окне выбирают папку, в которой будут храниться полученные данные, вводят название файла, сохраняют его с расширением \*.mdt и закрывают программу NanoEducator.





#### Содержание отчета

В отчет по лабораторной работе заносят эскизы конструкции C3M NanoEducator и тестового образца; описывают методику работы на C3M; размещают изображения резонансного пика зондового датчика, окна подвода, панели параметров измерений и отсканированной поверхности тестового образца; делают выводы об идентичности полученного изображения и оригинала.

#### Вопросы для самопроверки

1. Для каких целей предназначен C3M NanoEducator?

2. Какие методы сканирующей зондовой микроскопии используют при работе на C3M NanoEducator?

3. Каковы размеры области сканирования у СЗМ NanoEducator?

4. Какие максимальные размеры могут иметь образцы для исследований?

5. Каково пространственное разрешение у СЗМ NanoEducator?

6. Из какого материала изготовлен и какие размеры имеет зонд для исследований?

7. Из каких элементов состоит C3M NanoEducator?

8. Для чего предназначен сканер СЗМ?

9. Какова конструкция и принцип работы сканера?

10. Из каких элементов состоит зондовый датчик?

11. Что такое кантилевер?

12. Как работает зондовый датчик на разных режимах СЗМ?

13. По какому алгоритму устанавливают определенное расстояние между зондом и исследуемым образцом?

14. Для чего необходимо определять резонансную частоту зондового датчика?

15. Как определяют момент окончания процедуры подвода зонда к исследуемой поверхности?

16. Какова последовательность действий при работе на СЗМ NanoEducator?

# РАБОТА № 2. Обработка изображений, полученных на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator, в программе Scan Viewer

**Цель работы:** изучение методики обработки изображений поверхности заготовок в программе Scan Viewer.

**Задание:** получить изображение поверхности тестового образца на C3M NanoEducator и обработать его при помощи программы Scan Viewer.

Перечень приборов и принадлежностей, необходимых для выполнения работы: C3M NanoEducator, тестовый образец (выдает преподаватель).

#### Работа с программой Scan Viewer

Программа Scan Viewer является частью программного обеспечения C3M NanoEducator и предназначена для обработки изображений, непосредственно получаемых на сканирующем зондовом микроскопе или импортируемых извне в виде файлов с расширением **\*.mdt**, **\*.spm**, а также zip-архивов файлов **\*.spm** [1].

Запуск программы Scan Viewer может быть осуществлен как стандарт-

ным способом, при помощи значка (А), находящегося на панели основных операций (или в каталоге установленного программного обеспечения для C3M NanoEducator), так и автоматически в ходе работы с программой NanoEducator.

Для настройки автоматического запуска программы Scan Viewer необходимо после запуска программы NanoEducator в ее главном меню открыть окно «Свойства», выбрать вкладку «Общие» и установить флажок в строке «Запустить сервер сразу».

После запуска программы Scan Viewer на мониторе появляется главное окно программы, общий вид которого представлен на рис. 2.1.



Рис. 2.1. Общий вид главного окна программы Scan Viewer [1]

Большую часть главного окна занимает область анализа, в которой пользователь работает над фреймами, представляющими собой определенную часть или фрагмент отсканированного изображения.

Выбор фреймов для анализа осуществляют на панели фреймов, в которой отображаются уменьшенные копии открытых фреймов данных.

В самой области анализа можно одновременно отобразить не более чем четыре фрейма.

Все методы обработки и анализа изображений, реализованные в программе Scan Viewer, представлены в так называемом «Дереве методов», расположенном справа от области анализа.

Панель «Дерево методов» состоит из групп, с помощью которых можно преобразовывать исходные изображения, строить различные сечения их профиля, вычитать поверхности из исходного профиля, а также корректировать изображения путем применения фильтров.

Методы группы «Преобразования изображений» используют для выполнения над исходными изображениями следующих действий:

1. Выделения с помощью кнопки и исследуемого фрагмента изображения, вырезания его и создания на основе выделенного фрагмента нового фрейма.

2. Обрезания исходного профиля изображения по оси *Z* сверху и снизу на заданном уровне.

3. Поворота фрейма на 180°.

4. Осуществления поворота фрейма на 90° по часовой стрелке или против часовой стрелки.

5. Зеркального отображения фрейма сверху вниз или слева направо.

Методы группы «Сечение» применяют для построения единичного или усредненного сечения профиля исследуемой поверхности образца и последующего их анализа.

При построении единичного сечения на 2D - изображении поверхно-

сти кнопкой стороно отрезок, по которому будет построено сечение, размещенное в области анализа.

Если необходимо построить сечение с усреднением, то на 2D - изо-

бражении поверхности кнопкой ыделяют фрагмент изображения, и сечение будет построено по количеству линий, равномерно расположенных внутри выделенного фрагмента (3, 5, 10, 20 или 50 линий), с последующим выводом в области анализа усредненного сечения профиля.

Для того чтобы проанализировать построенные сечения, следует в группе методов «Сечение» выбрать пункт «Анализ сечений», который откроет окно для работы с сечениями. При этом в левой половине окна будет размещаться исходное 2*D* - изображение поверхности, а в правой его части – профили выбранных сечений. Методы группы «Вычитание поверхностей» основаны на преобразовании исходного изображения путем вычитания из его математической модели полиномов или поверхностей различного порядка. В результате таких преобразований у фрейма может быть устранен наклон, выровнена поверхность или исправлены искажения более высокого порядка.

При этом у модели фрейма может быть:

1. Вычтена плоскость или поверхность второго порядка.

2. Реализовано построчное вычитание полиномов первого и второго порядков, а также среднего значения высоты рельефа по осям *X* или *Y*.

Методы, условно объединенные в группу «Фильтры», применяют для очистки изображения от различных помех, источниками которых являются собственные шумы от электронных блоков СЗМ, и шумы, возникающие в каналах связи этих блоков между собой, а также импульсных помех от источников питания. Эти методы включают в себя сглаживающие, градиентные и нелинейные фильтры, а также фильтры резкости [1,3].

Сущность данных методов фильтрации заключается в следующем. Изображение представляют в виде совокупности пикселей определенной яркости  $g_{11}, g_{12}, ..., g_{ij}, ..., g_{mk}$ , расположенных в узлах прямоугольной сетки размером  $M \times K$ . Для каждого метода выбирают маску или ядро фильтрации, представляющее собой локальную матрицу размерностью  $N \times N$ (N - нечетное число), состоящую из коэффициентов  $a_{i,j}$ :

$$\begin{bmatrix} a_{i-1,j-1} & a_{i,j-1} & a_{i+1,j-1} \\ a_{i-1,j} & a_{i,j} & a_{i+1,j} \\ a_{i-1,j+1} & a_{i,j+1} & a_{i+1,j+1} \end{bmatrix}.$$

В процессе фильтрации маску «накладывают» на исходное изображение и на каждом шаге преобразования яркости пикселей в точке (i,j) и ее окрестностях (в пределах локальной матрицы N) умножают на весовые множители (коэффициенты  $a_{i,j}$ ) и суммируют произведения. Полученное значение делят на заранее заданное число K (нормирующий множитель) и присваивают результат яркости центрального пикселя в точке (i,j):

$$g_{i,j}^{\phi} = \frac{1}{K} \times \left( a_{i-1,j-1} \cdot g_{i-1,j-1} + a_{i,j-1} \cdot g_{i,j-1} + a_{i+1,j-1} \cdot g_{i+1,j-1} + a_{i-1,j} \cdot g_{i-1,j} + a_{i,j} \cdot g_{i,j} + a_{i+1,j} \cdot g_{i+1,j} + a_{i-1,j+1} \cdot g_{i-1,j+1} + a_{i,j+1} \cdot g_{i,j+1} + a_{i+1,j+1} \cdot g_{i+1,j+1} \right).$$

Фильтрацию продолжают перемещением маски на один пиксель слева направо или сверху вниз в зависимости от алгоритма программы преобразования изображения, повторяя вышеупомянутые операции.

*Сглаживающие фильтры* используют, как правило, для уменьшения высокочастотных шумов на изображениях. В программе Scan Viewer в эту группу фильтров включены собственно фильтры сглаживания, однородные и гауссовы фильтры.

Все *собственно фильтры сглаживания* имеют маску размерностью 3×3 и различаются только весовыми множителями (рис. 2.2).

$$\begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 2 & 4 & 2 \\ 1 & 2 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 1,73 & 1 \\ 1,73 & 3 & 1,73 \\ 1 & 1,73 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 1,41 & 1 \\ 1,41 & 2 & 1,41 \\ 1 & 1,41 & 1 \end{bmatrix}$$
  
a) 6) b)

Рис. 2.2. Маски фильтров «Сглаживание 3×3 2,0» (а), «Сглаживание 3×3 1,73» (б) и « Сглаживание 3×3 1,41» (в)

Однородные фильтры являются самыми простыми сглаживающими фильтрами, после применения которых яркость исходного изображения усредняется внутри локальной области (ядра фильтрации). Программа Scan Viewer содержит два однородных фильтра, различающихся только размерностью маски (рис. 2.3).

Рис. 2.3. Маски фильтров «Однородный 3×3» (а) и «Однородный 5×5» (б)

У *гауссовых фильтров* значения весовых множителей в маске соответствуют нормальному распределению (закону Гаусса). В программе Scan Viewer для преобразования изображения можно воспользоваться четырьмя гауссовыми фильтрами, которые отличаются друг от друга как размерностью маски, так и величиной среднего квадратичного отклонения о (рис. 2.4).

	[1	2	1]				[1	4	1		
	2	4	2				4	12	4		
	1	2	1				1	4	1		
		a)						б)			
[1	2	3	2	1]		2	7	12	7	2]	
2	7	11	7	2		7	31	52	31	7	
3	11	17	11	3		12	52	127	52	12	
2	7	11	7	2		7	31	52	31	7	
1	2	3	2	1		_ 2	7	12	7	2	
		в)						г)			

Рис. 2.4. Маски фильтров «Гауссов σ=0,391» (а), «Гауссов σ=0,85» (б), «Гауссов σ=0,625» (в) и «Гауссов σ=1,0» (г)

Градиентные фильтры применяют для выделения границ объектов, а также для подчеркивания и усиления локальных неоднородностей на исследуемом изображении. Для этих целей программа Scan Viewer располагает вертикальным и горизонтальным фильтрами Превита, а также вертикальным и горизонтальным фильтрами Собеля.

При использовании *вертикального фильтра Превита* происходит дифференцирование яркостей пикселей в горизонтальном направлении (по оси *X*) и их усреднение в вертикальном направлении (по оси *Y*).

После применения *горизонтального фильтра Превита*, наоборот, яркость пикселей будет усреднена по оси *X*, а их дифференцирование произойдет по оси *Y*.

Маски фильтров Превита представлены на рисунке 2.5.



Рис. 2.5. Маски вертикального (а) и горизонтального (б) фильтров Превита

Вертикальный и горизонтальный фильтры Собеля являются модификацией соответствующих фильтров Превита. Их действие подобно указанным фильтрам, однако они в меньшей степени сглаживают исходное изображение. Маски фильтров Собеля приведены на рисунке 2.6.

$$\begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 \\ 2 & 0 & -2 \\ 1 & 0 & -1 \end{bmatrix} \qquad \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -2 & -1 \end{bmatrix}$$
a) 6)

Рис. 2.6. Маски вертикального (а) и горизонтального (б) фильтров Собеля

*Нелинейные фильтры* необходимы в тех случаях, когда на изображении необходимо убрать шумы импульсного характера и в то же время сохранить резкость границ объектов. В программе Scan Viewer эта группа фильтров представлена четырьмя разновидностями медианных фильтров – «Медианный  $3 \times 3$ », «Медианный  $5 \times 5$ », «Медианный  $7 \times 7$ » и «Медианный авто  $5 \times 5$ ».

Сущность медианной фильтрации заключается в том, что на каждом шаге преобразования изображения яркости центрального пикселя в точке с координатами (i,j) присваивают медианное значение яркости в пределах маски, т. е. такое значение яркости, частота которого равна 0,5. Для этих целей значения яркостей пикселей внутри ядра фильтрации выстраивают по возрастанию, находят середину ряда (медиану) и заменяют исходную яркость центрального пикселя на медианное значение яркости. При этом вариационный ряд, в зависимости от разновидности фильтра, может состоять из 9, 25 или 49 значений локальных яркостей. В результате такой

сортировки случайные выбросы или провалы яркости окажутся на краях ряда, будут отфильтрованы и не войдут в преобразованное изображение.

**Фильтры резкости** предназначены для повышения общей визуальной четкости изображения, для выделения границ областей и объектов, имеющих различную высоту, а также для усиления контраста локальных неоднородностей на исследуемой поверхности. В программе Scan Viewer в эту группу фильтров включены такие фильтры, как «Лаплас  $3 \times 3$ », «Лаплас  $5 \times 5$ », «Высокочастотный  $3 \times 3$ » и «Высокочастотный  $5 \times 5$ ».

Фильтры «Лаплас  $3 \times 3$ » и «Высокочастотный  $3 \times 3$ » тождественны по своей сути и имеют одинаковую маску (рис. 2.7).

 $\begin{bmatrix} -1 & -1 & -1 \\ -1 & 8 & -1 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}$ 

#### Рис. 2.7. Маска фильтра «Лаплас 3×3» («Высокочастотный 3×3»)

У фильтров «Лаплас  $5 \times 5$ » и «Высокочастотный  $5 \times 5$ » ядро фильтрации, по сравнению с вышерассмотренными фильтрами данной группы, имеет большие размеры и представляет собой локальную матрицу размерностью  $5 \times 5$  (рис. 2.8):

-1	-3	-4	-3	-1	$\begin{bmatrix} -1 & -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}$
-3	0	6	0	-3	-1 -1 -1 -1 -1
-4	6	20	6	-4	-1 -1 24 -1 -1
-3	0	6	0	-3	-1 -1 -1 -1 -1
1	-3	-4	-3	-1_	
		a)			б)

Рис. 2.8. Маски фильтров «Лаплас 5×5» (а) и «Высокочастотный 5×5» (б)

После обработки изображения полученные фреймы сохраняют стандартным способом в виде файлов с расширением **\*.mdt** или **\*.spm** и закрывают программу Scan Viewer.

#### Содержание отчета

В отчет по лабораторной работе заносят эскиз тестового образца; размещают изображения его исходной отсканированной поверхности и фреймов, полученных с помощью программы Scan Viewer; делают выводы об эффективности применения различных методов обработки изображения поверхности тестового образца.

#### Вопросы для самопроверки

1. Для каких целей предназначена программа Scan Viewer?

2. С какими типами файлов может работать программа Scan Viewer?

3. Как запустить программу для обработки изображений Scan Viewer?

4. Из каких элементов состоит главное окно этой программы?

5. Что такое фрейм?

6. В какой панели главного окна выбирают методы обработки и анализа изображений?

7. Для каких целей предназначена панель «Дерево методов»?

8. Какие действия над изображениями можно выполнить с помощью методов группы «Преобразования изображений»?

9. Для каких целей применяют методы группы «Сечение»?

10. На чем основан принцип работы методов группы «Вычитание поверхностей»?

11. От каких помех очищают изображение методы группы «Фильтры»?

12. В чем заключается сущность методов фильтрации изображений?

13. Какие сглаживающие фильтры имеются в программе Scan Viewer?

14. Какова область применения градиентных фильтров?

15. В каких случаях применяют нелинейные фильтры?

16. В чем заключается принцип медианной фильтрации изображений?

17. Для каких целей предназначены фильтры резкости?

# РАБОТА № 3. Изготовление и восстановление зондов для сканирующего зондового микроскопа NanoEducator

**Цель работы:** изучение методик изготовления и восстановления зондов, получение навыков работы с оправкой для изготовления заготовок зондов и устройством для их травления.

Задание: с помощью оправки изготовить заготовку зонда, заострить ее на устройстве для травления и проверить работоспособность полученного зонда, измерив тестовый образец на сканирующем зондовом микроскопе.

Перечень приборов и принадлежностей, необходимых для выполнения работы: оправка для изготовления заготовок зондов, устройство для травления зондов, вольфрамовая проволока Ø 0,1 мм, ножницы, пинцет, чашка Петри, 5 % - й водный раствор КОН, сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator, тестовый образец (выдает преподаватель).

#### Оправка для изготовления заготовок зондов

Оправка предназначена для изготовления заготовок зондов из вольфрамовой проволоки [1]. Общий вид оправки представлен на рис. 3.1.

Оправка состоит из цилиндрического корпуса 1, к торцам которого прикреплены две тонкие металлические трубки (капилляры) 2 и 5.

Капилляр 2 предназначен для формирования у заготовки зонда хвостовика в виде плоской пружины. Для того чтобы пружина зонда имела определенный размер, капилляр 2 пережат на расстоянии, равном длине плоской пружины. Отрезок вольфрамовой проволоки устанавливают до упора в капилляр 2 и загибают на угол, равный 180°.

На корпусе 1, со стороны пережатого капилляра 2, имеется мерная канавка 3. Она предназначена для получения у заготовки зонда фиксированной длины (18,5  $\pm$  0,3) мм. Для этого в канавку 3 укладывают заготовку

зонда со сформированным хвостовиком и отрезают излишки вольфрамовой проволоки, выполняя рез по торцу капилляра 2.





1 – корпус; 2 – капилляр для формирования хвостовика зонда; 3 – мерная канавка;
4 – отверстие для калибрования усилия плоской пружины хвостовика; 5 – капилляр для формирования иглы зонда

В корпусе 1, перпендикулярно его продольной оси, выполнено сквозное отверстие 4. Оно предназначено для калибрования усилия плоской пружины хвостовика зонда. Если зонд будет изготовлен с некалиброванной пружиной, то в процессе его установки в зондовый датчик избыточное усилие пружины хвостовика может разрушить трубчатый кантилевер, изготовленный из хрупкой пьезокерамики (см. рис. 1.3). Поэтому заготовку зонда протягивают через отверстие 4, тем самым калибруя усилие его плоской пружины.

Для формирования у зонда иглы определенной длины заготовку устанавливают до упора в капилляр 5 и изгибают ее под углом 90°.

#### Устройство для травления зондов

Устройство для травления зондов предназначено для заострения игл у вновь изготавливаемых зондов и восстановления остроты игл у зондов в процессе их эксплуатации методом электрохимического травления. Общий вид устройства представлен на рис. 3.2.

Устройство состоит из основания 8, на котором закреплены привод 7 вертикального перемещения держателя зонда 6, нихромовое кольцо 2 с держателем, источник питания 4, светодиодный осветитель 3 и видеомикроскоп 1.



Рис. 3.2. Общий вид устройства для травления зондов [1]:1 – видеомикроскоп; 2 – кольцо; 3 – светодиодный осветитель; 4 – источник питания; 5 – заготовка зонда; 6 – держатель зондов; 7 – привод вертикального перемещения держателя; 8 – основание Устройство для травления зондов работает следующим образом.

Заготовку зонда из вольфрамовой проволоки 5 закрепляют в держателе 6. Далее на кольцо 2, изготовленное из нихромовой проволоки, навешивают каплю 5 % - го водного раствора КОН или NaOH. Вращая винт 7, проволоку5 опускают в кольцо 2 до нужной глубины. После этого включают источник постоянного тока 4. Происходит травление вольфрамовой проволоки с образованием острой иглы.

Процесс травления контролируют визуально или через видеомикроскоп 1. При этом рабочую зону освещают подвижным светодиодным осветителем 3. После окончания травления держатель 6 вместе с зондом 5 поднимают в верхнее положение и вынимают из устройства.

## Порядок выполнения работы

#### Методика изготовления нового зонда

– Изучают конструкцию оправки для изготовления заготовок зондов и принцип работы устройства для травления зондов.

 Отрезают ножницами от мотка вольфрамовой проволоки заготовку длиной 30 мм.

– Вставляют отрезанный кусок проволоки 1 до упора в капилляр 2 оправки и изгибают ее на угол, равный 180°, для формирования плоской пружины (хвостовика) зонда (рис. 3.3).



Рис. 3.3. Эскиз формирования хвостовика заготовки зонда: 1 – заготовка зонда; 2 – оправка

– Вынимают заготовку зонда 1 со сформированным хвостовиком из капилляра 2, укладывают ее в мерную канавку 3 до упора и, прижимая за-

готовку к канавке пальцем, отрезают ножницами излишки вольфрамовой проволоки, выполняя рез по торцу капилляра 2 (рис. 3.4). В результате получают заготовку зонда с фиксированной длиной (18,5 ± 0,3) мм.



Рис. 3.4. Эскиз формирования заготовки зонда фиксированной длины: 1 – заготовка зонда; 2 – капилляр; 3 – мерная канавка

– Для калибрования усилия плоской пружины хвостовика заготовку зонда 1 протягивают через отверстие 3 в оправке 2 (рис. 3.5).



Рис. 3.5. Эскиз калибрования усилия плоской пружины хвостовика:

- 1 заготовка зонда; 2 оправка;
  - 3 калибрующее отверстие

– Вставляют заготовку зонда 1 в капилляр 2 до упора и изгибают ее под углом 90°, формируя у зонда иглу определенной длины (рис. 3.6).



Рис. 3.6. Эскиз формирования иглы у заготовки зонда: 1 – заготовка зонда; 2 – капилляр

– Вынимают заготовку зонда 1 со сформированной иглой из капилляра и вставляют ее хвостовиком до упора в отверстие держателя 2, имитирующего корпус зондового датчика (рис. 3.7).



 – Фиксируют держатель с заготовкой зонда в приводе вертикального перемещения устройства для травления таким образом, чтобы игла зонда была расположена вертикально.

 Вращая винт привода вертикального перемещения, отводят держатель с заготовкой зонда в верхнее положение для того, чтобы конец иглы был выше нихромового кольца.

– Поворачивают держатель 5 с нихромовым кольцом 3 в горизонтальной плоскости до тех пор, пока кольцо 3 не окажется под иглой зонда 6 (рис. 3.8).

– Наливают 5%-й водный раствор КОН или NaOH в чашку Петри 1.

 – Навешивают на нихромовое кольцо каплю раствора. Для этого поднимают чашку Петри 1 до тех пор, пока кольцо 3 не коснется поверхности раствора 2.



Рис. 3.8. Эскиз навешивания капли раствора на нихромовое кольцо: 1 – чашка Петри; 2 – водный раствор КОН; 3 – нихромовое кольцо; 4 – капля раствора; 5 – держатель кольца; 6 – игла зонда

После этого опускают чашку Петри вниз. Под действием сил поверхностного натяжения капля раствора должна удерживаться кольцом.

Если капля сорвалась, то повторно прикасаются кольцом к поверхности раствора.

– Вращая винт привода вертикального перемещения, опускают держатель 1 с зондом 2 в каплю раствора 3 до тех пор, пока расстояние между торцом иглы зонда и нижней поверхностью капли не будет приблизительно равно 2 мм (рис. 3.9). При этом длина заостренной иглы после окончания процесса травления будет приближенно равна 5 мм.



Рис. 3.9. Эскиз настройки устройства для травления заготовок зондов на размер: 1 – держатель; 2 – игла зонда; 3 – капля раствора; 4 – нихромовое кольцо с державкой

– Включают источник питания, подавая постоянное напряжение между заготовкой зонда 2 (анодом) и кольцом 4 (катодом). Раствор в капле 3 начинает «кипеть», что свидетельствует о начавшейся реакции электрохимического травления (растворения) иглы зонда (рис. 3.10).



Рис. 3.10. Схема процесса электрохимического травления иглы зонда: 1 – держатель; 2 – игла зонда; 3 – капля раствора; 4 – нихромовое кольцо с державкой

Периодически выключая источник питания, наблюдают за утонением вольфрамовой проволоки в капле раствора, в результате которого формируется острие иглы зонда.

– При приближении момента окончания процесса травления интенсивность протекания электрохимической реакции падает, утоненная проволока удлиняется и под действием собственного веса обрывается с образованием острия иглы зонда 2 (рис. 3.11).



Рис. 3.11. Схема окончания процесса заострения иглы зонда: 1 – держатель; 2 – игла зонда; 3 – капля раствора; 4 – нихромовое кольцо с державкой; 5 – остаток проволоки

Типичный радиус полученного острия иглы *R* составляет 0,2 мкм [1].

Для получения более острой иглы зонда необходимо, при наступлении первых признаков снижения интенсивности протекания электрохимической реакции (уменьшении «кипения» раствора), пинцетом осторожно потянуть за нижний конец вольфрамовой проволоки 2 и оторвать его от иглы зонда 1 (рис. 3.12).

В результате пластического течения материала проволоки радиус образующегося острия иглы  $R_1$  будет меньше типичного радиуса зонда R (рис. 3.13).

 После падения (или отрыва) нижнего конца вольфрамовой проволоки источник питания отключают и поднимают держатель с зондом в верхнее положение с помощью винта привода вертикального перемещения.

 Снимают держатель с готовым зондом с привода вертикального перемещения.

 Из держателя пинцетом вынимают зонд 1 и устанавливают его в трубчатый кантилевер 2 зондового датчика (см. рис. 1.3).



Рис. 3.12. Схема травления заготовки зонда с пластическим деформированием: 1 – игла зонда; 2 – остаток проволоки Рис. 3.13. Форма острия иглы зонда после стандартного травления (а) и травления с пластическим деформированием (б)  Зондовый датчик в сборе вставляют в гнездо держателя сканирующего зондового микроскопа NanoEducator и фиксируют винтом.

– По методике, изложенной в лабораторной работе №1, проверяют у нового зонда наличие резонансного пика. Если резонансный пик отсутствует или его форма и параметры не соответствуют рекомендуемым значениям, то процедуру изготовления нового зонда повторяют.

 Сканируют поверхность тестового образца, выданного преподавателем, и, по результатам измерений, делают заключение о работоспособности изготовленного зонда.

# Методика восстановления остроты иглы зонда в процессе его эксплуатации

 В случае ухудшения качества изображения исследуемого образца процесс его сканирования прекращают и отводят зонд в крайнее верхнее положение.

 Ослабив винт, вынимают зондовый датчик в сборе из гнезда держателя сканирующего зондового микроскопа NanoEducator.

– Осторожно пинцетом извлекают зонд из трубчатого кантилевера зондового датчика и вставляют его хвостовиком до упора в отверстие держателя 2, имитирующего корпус зондового датчика (см. рис. 3.7).

 Держатель с зондом закрепляют в приводе вертикального перемещения устройства для травления таким образом, чтобы игла зонда была расположена вертикально.

 Вращая винт привода вертикального перемещения, отводят держатель с заготовкой зонда в верхнее положение для того, чтобы конец иглы был выше нихромового кольца.

 Поворачивают держатель с нихромовым кольцом в горизонтальной плоскости до тех пор, пока кольцо не окажется под иглой зонда (см. рис. 3.8).

- Наливают 5 % - й водный раствор КОН или NaOH в чашку Петри.

 Навешивают на нихромовое кольцо каплю раствора по методике, изложенной выше.

– Вращая винт привода вертикального перемещения, несколько раз опускают и поднимают держатель с зондом 1 в каплю раствора 2 до тех пор, пока острие зонда не будет касаться поверхности раствора с образованием мениска (рис. 3.14,а).



Рис. 3.14. Эскиз начальной (а) и конечной (б) стадии восстановления острия зонда: 1 – зонд; 2 – капля раствора; 3 – нихромовое кольцо с держателем

 Включают источник питания и начинают процесс электрохимического травления острия иглы зонда.

После отрыва острия зонда 1 от поверхности капли раствора 2 источник питания отключают (рис. 3.14,б) и поднимают держатель с зондом в верхнее положение с помощью винта привода вертикального перемещения.

 Снимают держатель с восстановленным зондом с привода вертикального перемещения.

 Из держателя пинцетом вынимают зонд 1 и устанавливают его в трубчатый кантилевер 2 зондового датчика (см. рис. 1.3).

 Зондовый датчик в сборе вставляют в гнездо держателя сканирующего зондового микроскопа NanoEducator и фиксируют винтом.

– По методике, изложенной в лабораторной работе №1, проверяют у восстановленного зонда наличие резонансного пика. Если резонансный пик отсутствует или его форма и параметры не соответствуют рекомендуемым значениям, то процедуру заострения иглы зонда повторяют. Если требуемых характеристик резонансного пика у восстановленного зонда достичь не удается, то изготавливают новый зонд по вышеизложенной методике.

 Сканируют поверхность тестового образца, выданного преподавателем, и, по результатам измерений, делают заключение о работоспособности восстановленного зонда.

#### Содержание отчета

В отчет по лабораторной работе заносят эскизы оправки для изготовления заготовок зондов и устройства для их травления, описывают методику изготовления новых зондов или восстановления зондов в процессе их эксплуатации, размещают изображения резонансного пика нового (или восстановленного) зонда и отсканированной поверхности тестового образца, делают выводы о работоспособности зонда.

#### Вопросы для самопроверки

1. Из каких элементов состоит оправка для изготовления заготовок зондов?

2. В чем заключается конструктивное отличие между капилляром для формообразования хвостовика и капилляром для формирования иглы зонда?

3. Для каких целей используют мерную канавку оправки?

4. Для чего необходимо калибровать хвостовик зонда?

5. Какова последовательность действий по изготовлению заготовок зондов?

6. Из каких элементов состоит устройство для травления зондов?

7. В чем заключается принцип работы устройства для травления зондов?

8. Каким образом капля раствора навешивается на нихромовое кольцо?

9. Какова глубина погружения иглы заготовки зонда в каплю раствора?

10. По каким признакам можно определить момент окончания процесса заострения иглы зонда?

11. Как можно уменьшить радиус скругления иглы зонда?

12. Какова последовательность действий по восстановлению остроты иглы зонда в процессе эксплуатации?

13. Как проверить работоспособность нового или восстановленного зонда?

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изложенные в методических указаниях материалы позволяют студентам изучить устройство сканирующего зондового микроскопа NanoEducator, получать на нем изображения и исследовать локальные участки поверхностей образцов методами сканирующей туннельной и полуконтактной атомно - силовой микроскопии; с помощью программы Scan Viewer преобразовывать исходные изображения, строить различные сечения их профиля, вычитать поверхности из исходного профиля, а также корректировать изображения путем применения фильтров; изучить методики изготовления и восстановления зондов, получить навыки работы с оправкой для изготовления заготовок зондов и устройством для их травления.

# БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator: руководство пользователя. – Зеленоград : ЗАО «НТ - МДТ», 2008. – 134 с.

2. Григорьев, С.Н.Технологии нанообработки : учебное пособие/ С.Н. Григорьев, А.А. Грибков, С.В. Алешин. – Старый Оскол : ТНТ, 2011. – 319 с.

3. Гонсалес, Р. Цифровая обработка изображений / Р. Гонсалес, Р. Вудс. – М. : Техносфера, 2012. – 1104 с.

Учебное издание

КРУПЕННИКОВ Олег Геннадьевич

## ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО НАНОТЕХНОЛОГИЯМ В МАШИНОСТРОЕНИИ

Методические указания

Редактор Н.А.Евдокимова

Подписано в печать 28.12.2013. Формат 60×84/16. Усл. печ. л. 2,32. Тираж 50 экз. Заказ

Ульяновский государственный технический университет, 432027, г. Ульяновск, ул. Северный Венец, д. 32. ИПК «Венец» УлГТУ, 432027, г. Ульяновск, ул. Северный Венец, 32.