

UNIVERZITET U BEOGRADU

MAŠINSKI FAKULTET

Ljubiša S. Petrov

**KARAKTERIZACIJA MATERIJALA
SPM TEHNIKOM I NJENO
UNAPREĐENJE PRIMENOM ANALIZE
UTICAJA DEFEKATA SONDI**

Doktorska disertacija

Beograd, 2018.

UNIVERSITY OF BELGRADE
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

Ljubiša S. Petrov

**SPM CHARACTERIZATION OF
MATERIALS AND ITS IMPROVEMENT
BY PROBE DEFECTS ANALYSIS**

Doctoral Dissertation

Belgrade, 2018.

PODACI O MENTORU I ČLANOVIMA KOMISIJE

Mentor:

dr Lidija Matija, redovni profesor
Univerzitet u Beogradu, Mašinski fakultet

Članovi komisije:

dr Aleksandra Vasić-Milovanović, redovni profesor
Univerzitet u Beogradu, Mašinski fakultet

dr Aleksandar Sedmak, redovni profesor
Univerzitet u Beogradu, Mašinski fakultet

dr Goran Lazović, vanredni profesor
Univerzitet u Beogradu, Mašinski fakultet

Dr Dragomir Stamenković, docent
Univerzitet u Beogradu, Fakultet za specijalnu edukaciju i
rehabilitaciju

Datum odbrane:

KARAKTERIZACIJA MATERIJALA SPM TEHNIKOM I NJENO UNAPREĐENJE PRIMENOM ANALIZE UTICAJA DEFEKATA SONDI

SAŽETAK

Jedna od najperspektivnijih tehnika za ispitivanje sastava, strukture i svojstava materijala je mikroskopija sondama za skeniranje (SPM), odnosno njene komponente mikroskopija tunelovanjem elektrona (STM) i mikroskopija atomskim silama (AFM). Ovim metodama se rutinski postiže nanometarska i atomska rezolucija. Posebno istaknuta prednost metode je da ne postoje ograničenja u smislu porekla i sastava uzoraka, te je moguće ispitivanje organskih i neorganskih materijala. Ova tehnika se primenjuje u savremenim multidisciplinarnim istraživanjima u oblasti medicine, farmacije, stomatologije, nauke o materijalima, itd, i to za ispitivanje bioloških uzoraka, hemijskih jedinjenja, farmaceutskih proizvoda, veštačkih tkiva, materijala za implantologiju, i svih ostalih materijala čija nanotehnološka svojstva imaju uticaj na primenu u navedenim naučnim oblastima. Međutim, snimci dobijeni pomoću AFM-a su samo aproksimacije površina uzoraka, jer sonde nemaju ni savršenu veličinu ni geometriju, usled čega dolazi do pojave artefakata koji se definišu kao karakteristike koje se pojavljuju na snimku a koje nisu prisutne na ispitivanom uzorku. Ovi efekti izazvani konvolucijom između sonde i uzorka mogu do izvesne mere da budu korigovani matematičkom manipulacijom topografskim podacima. Metodologija koja je u ovom radu korišćena se zasniva na algebri skupova i osnovnim alatima matematičke morfologije. Iskorišćeni su matematički algoritmi za “slepu rekonstrukciju” vrhova sonde, a potom je izvršena dekonvolucija, da bi se otkrili delovi površine uzorka koji u realnosti nisu bili dostupni. Granica realnog vrha sonde se izračunava iz slike pomoću morfoloških ograničenja koja su inherentna u procesu snimanja. Rezultat se dobija u vidu snimka rekonstruisane površine uzorka iz dobijenih snimaka, uz pomoć rekonstrukcije vrha sonde kojom je uzorak sniman.

Ključne reči:

Karakterizacija, materijali, SPM, AFM, sonde, artefakti, konvolucija, postprocesuiranje, emulacija

Naučna oblast: Mašinstvo

Uža naučna oblast: Biomedicinsko inženjerstvo

UDK broj: 66.017/.018:544.2(043.3)

SPM CHARACTERIZATION OF MATERIALS AND ITS IMPROVEMENT BY PROBE DEFECTS ANALYSIS

ABSTRACT

One of the most perspective available technique for investigation of the composition, structure and properties of materials, is scanning probe microscopy (SPM), respectively its components scanning tunneling microscopy (STM) and atomic force microscopy (AFM). The advantage of the method is that they have no restrictions related to origin and composition of the material, and its possibilities to investigate wide variety of materials. This technique is used in multidisciplinary research in the field of medicine, pharmacy, dentistry, material science, etc., for study of biological samples, chemical compounds, pharmaceutical products, artificial tissues, implantology materials, and all other materials that have nanotechnological impact on application in these scientific fields. However, images obtained by AFM represent only approximation of the sample surfaces. This is because the probes have not perfect size and geometry, which leads to the appearance of artifacts. They are defined as characteristics that appear on the image and are not present on the sample. These effects caused by convolutions between the probe and sample can be corrected to a certain extent by mathematical manipulation of topographic data. The methodology used in this paper is based on algebra of sets, and basic tools of mathematical morphology. Mathematical algorithms for the "blind reconstruction" of the tip were used, and then in order to detect the parts of the sample surface which is not available in real-time scanning deconvolution was applied. The limit of the real probe tip is calculated from the image, using the morphological limitations inherent in the recording process. The result acured as an image of the reconstructed surface out of the used images, with the reconstruction of the real tip.

Keywords:

Characterization, materials, SPM, AFM, probes, artefacts, convolution, postprocessing, emulation, reconstruction

Scientific field: Mechanical Engineering

Specific Scientific field: Biomedical Engineering

UDK number: 66.017/.018:544.2(043.3)

SADRŽAJ

1. UVOD	1
1.1. NANOTEHNOLOGIJE.....	2
1.2. SPM	6
1.2.1. STM.....	7
1.2.2. AFM	10
2. UOČAVANJE PROBLEMA I CILJEVI ISTRAŽIVANJA	15
3. MATERIJALI.....	31
3.1. MATERIJALI UZORAKA	32
3.2. MATERIJALI SONDI	35
3.2.1. Sonde primenjene za snimanje uzoraka i njihove osobine	36
4. METODE I TEHNIKE	42
4.1. STM.....	43
4.1.1. Princip rada.....	43
4.1.2. Skenirajuća tunelska mikroskopija.....	45
4.2. Aparatura	47
4.2.1 Aparatura	47
4.2.2 Interakcija šiljak-podloga (uzorak).....	49
4.3 Međuatomske, međumolekularne sile i <i>Atomic Force Microscopy</i> (AFM).....	50
4.3.1 Fazno snimanje	53
4.3.2 Modulacija sile	53
4.3.3 Mikroskopija bočnih i hemijskih sila	53
4.3.4 Analiza krive sile	54
4.3.5 Elektrohemijski SPM.....	54
4.3.6 Mikroskopija magnetnih sila	55
4.3.7 Slike visoke rezolucije.....	55
4.4 Nanotehnoški uređaj JSPM-5200.....	56
4.4.1 Opis uređaja i komponenti.....	56
4.4.2 Struktura AFM glave	58
4.4.3 Struktura skenera	58

4.4.4 Metode izbora sonde za AFM snimanje.....	59
4.4.5 Priprema uzoraka.....	60
4.4.6 Primer AFM observacije upotrebom NC (<i>Non Contact</i>) režima, i upotreba programa WinSPM (<i>Scanning</i>)	62
4.4.7 Analiza slike upotrebom programa WinSPM (<i>Processing</i>)	66
4.4.8 Kreiranje izveštaja	69
4.5 Villarrubia metod eliminacije artefakata sonde	70
4.5.1 Matematička morfologija i SPM snimanje.....	70
4.5.2 Morfološki opis procesa snimanja.....	73
4.5.3 Procena geometrije vrhova sonde	74
4.5.4 Izbor početne gornje granice	79
4.5.5 Upotreba P_R za oporavak snimka površine.....	81
4.6 Karakterizacija sonde	84
5. REZULTATI I DISKUSIJA.....	91
5.1. Rezultati.....	92
5.2. Diskusija	130
6. ZAKLJUČAK	137
7. LITERATURA	141

SPISAK SLIKA

Slika 1.1 Princip rada STM izrađenog od strane Binniga i Rohrera

Slika 1.2 Prikaz sonde za STM naoštrene elektrohemijским putem

Slika 1.3 Shematski prikaz AFM skenera

Slika 2.1 Dva scenarija koja proizvode istu sliku

Slika 2.2 Tri uopštena slučaja konvolucije sonda-uzorak

Slika 2.3 Greška izazvana konvoluciji sonda-uzorak

Slika 2.4 Razlika u visini čestica na topografiji uzorka u zavisnosti od radijusu vrha sonde

Slika 2.5 Prelazak tupe (a) i oštne (b) sonde preko iglaste neravnine na uzorku

Slika 2.6 Dvostruki vrh izaziva senku ili dvostruku sliku duž pravca skeniranja

Slika 2.7 Zbog velike širine vrha sonde ili velikog ugla konusa pri vrhu, udubljenje neće biti verno reprodukovano

Slika 2.8 Oštećen vrh sonde stvara artefakte tokom skeniranja podloge za kalibraciju i testiranje

Slika 3.1 Serija CSC

Slika 3.2 Serija NSC

Slika 3.3 Serija NSC za magnetni mod

Slika 4.1. Barijera tunelovanja sa potencijalom barijere i mogućom talasnom funkcijom za česticu

Slika 4.2. Tunelska barijera opšteg tipa između dve metalne elektrode

Slika 4.3. Osnovne komponente STM i shematski prikaz međuzavisnosti

Slika 4.4. Zavisnost identifikacije veličine neravnina na površini uzorka

Slika 4.5. Mikroskopski aspekti dobijanja STM slika

Slika 4.6. Vrhovi sonde od volframa

Slika 4.7. Shematski prikaz rada uređaja za merenje međuatomskih i međumolekularnih sila (AFM)

Slika 4.8. a. JSPM-5200

Slika 4.9. Shematski prikaz JSPM-5200

Slika 4.10. SPM glava

Slika 4.11. Shematski prikaz piezo skenera

Slika 4.12. Početni meni programa WinSPM

Slika 4.13. Određivanje rezonantne frekvencije sonde – rezultat merenja

Slika 4.14. Podešavanje parametara skeniranja

Slika 4.15. Rezultat skeniranja površine 3x3 μm u NC modu

Slika 4.16. Single. Jedna proizvoljna linija može biti postavljena u bilo kom smeru unutar slike

Slika 4.17. Multi. Do pet proizvoljnih linija može biti postavljeno u bilo kom smeru unutar slike

Slika 4.18. Unutar postavljene pravougaone oblasti meri se hrapavost skenirane površine

Slika 4.19. Multiple Images. Mogu biti postavljene do tri slike a profil se analizira na istoj liniji

Slika 4.20. 3D prikaz skenirane površine sa prozorom za podešavanje parametara

Slika 4.21. Report pripremljen za štampu

Slika 4.22 Geometrija AFM skeniranja: pozicija vrha sonde definiše snimak

Slika 4.23 Primer profila površine (donja kriva) i sonde (gornja kriva)

Slika 4.24 Geometrija refleksije sonde koja skenira površinu na donjoj strani slike

Slika 4.25 Situacija u kojoj određena tačka vrha sonde poznatog oblika dodiruje površinu

Slika 4.26 Stvarna površina uzorka, vrh sonde i odgovarajući snimak

Slika 4.27 Rekonstrukcija površine korišćenjem aproksimativnog vrha sonde

Slika 4.28 Ekranski prikaz menija softvera SPIP, i komanda Analyze Tip

Slika 4.29 Ekranski prikaz dijaloga Tip Characterization

Slika 4.30 Ekranski prikaz rezultata

Slika 5.1 AFM snimak mozga pacova

Slika 5.2 AFM snimak mozga pacova

Slika 5.3 AFM snimak rožnjače kunića

Slika 5.4 AFM snimak rožnjače kunića

Slika 5.5 AFM snimak ekstrakovanog zuba

Slika 5.6 AFM snimak ekstrakovanog zuba

Slika 5.7 AFM snimak ekstrakovanog zuba izloženog dejstvu nagrizajuće tečnosti

Slika 5.8 AFM snimak ekstrakovanog zuba izloženog dejstvu nagrizajuće tečnosti

Slika 5.9 AFM snimak ekstrakovanog zuba izloženog dejstvu nagrizajuće tečnosti

Slika 5.10 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodonciji

Slika 5.11 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodonciji

Slika 5.12 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodonciji

Slika 5.13 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodonciji

Slika 5.14 AFM snimak vlasi kose

Slika 5.15 AFM snimak vlasi kose

Slika 5.16 AFM snimak vlasi kose

Slika 5.17 AFM snimak butne kosti

Slika 5.18 AFM snimak butne kosti

Slika 5.19 AFM snimak butne kosti

Slika 5.20 AFM snimak površinskog sloja kože

Slika 5.21 AFM snimak RGP kontaktnog sočiva

Slika 5.22 AFM snimak RGP kontaktnog sočiva

Slika 5.23 AFM snimak aluminijuma

Slika 5.24 AFM snimak aluminijuma

Slika 5.25 AFM snimak ugljeničnog čelika 1040

Slika 5.26 AFM snimak magnetnog medija

Slika 5.27 AFM snimak magnetnog medija

Slika 5.28 AFM snimak PbMnTe

Slika 5.29 AFM snimak PbMnTe

Slika 5.30 AFM snimak PbMnTe

Slika 5.31 AFM snimak PbMnTe

Slika 5.32 AFM snimak PbMnTe

Slika 5.33 AFM snimak PbMnTe

Slika 5.34 Grafički prikaz promene parametra S_z

Slika 5.35 Grafički prikaz promene parametra S_v

Slika 5.36 Grafički prikaz promene parametra S_p

Slika 5.37 Grafički prikaz promene parametra S_a

Slika 5.38 Zbirni grafički prikaz promena svih parametara

SPISAK TABELA

Tabela 3.1 Parametri sonde serija CSC17 i CSC37

Tabela 3.2 Parametri sonde serija NSC14, NSC15 i NSC35

Tabela 3.3 Parametri sonde serija NSC18 i NSC36 za magnetni mod

Tabela 4.1. Važniji događaji vezani za otkriće fenomena tunelovanja elektrona

Tabela 4.2. Tipovi sonde proizvođača μ -masch i njihove karakteristike vezane za izbor

Tabela 5.1 – Tabela 5.33 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

Tabela 5.34 Prikaz svih parametara za upoređivanje podataka

NOMENKLATURA

Skraćenice

SPM – Scanning Probe Microscope

STM – Scanning Tunneling Microscope

AFM – Atomic Force Microscope

MFM – Magnetic Force Microscope

CVD – Chemical Vapor Deposition

SEM – Scanning Electron Microscope

TEM – Transmission Electron Microscopy

FFT – Fast Fourier Transformation

Oznake

J_T – struja tunelovanja

V_T – napon

Φ - prosečna širina barijere

Q – faktor kvaliteta sonde

l – dužina sonde

w – širina sonde

t – debljina sonde

\hbar – redukovana Plankova konstanta

Ψ – talasna funkcija

m – masa čestice

E – ukupna energija

V – potencijalna energija

$P_{(T>)}$ – verovatnoća tunelovanja

N – broj tunelovanih elektrona

$D(E_z)$ – verovatnoća da elektron sa energijom E_z

$V(z)$ – potencijalna barijera

$f(E)$ – Fermi-Dirac funkcija raspodele

E_F – Fermijeva energija

$\phi(z)$ – prosečna vrednost potencijalne barijere

$M_{\mu V}$ – matrica tunelovanja elemenata neperturbovanih elektronskih stanja

$E_{\mu}(E_V)$ – energija stanja kada nema tunelovanja

v^* - talasni broj

c – brzina svetlosti

k – konstanta sile veze

μ – redukovana masa

w – stvarna širina neravnine na uzorku

S – umbra površine

\oplus - dilacija skupova

\ominus - erozija skupova

◦ - izdvajanje skupova

• - spajanje skupova

P_{nd} – najveći neizobličeni vrh

T_{nd} – nereflektovani oblik najvećeg neizobličenog vrha

S – skup dobijen rekonstrukcijom površine sonde

S_z – maksimalna razlika između dva vrha na snimku

S_v – maksimalna dubina na snimku

S_p – visina najvišeg vrha na snimku

S_a – prosečna hrapavost na celoj površini snimka

1. UVOD

1.1. NANOTEHNOLOGIJE

Najstarija sistematska diskusija o nanotehnologijama je govor (godišnja konferencija Američkog društva fizičara, održan na Caltech Univerzitetu, 29.12.1959.) teorijskog fizičara Ričarda Fejnmana (Richard Feynman: 1918-1988) pod nazivom „Ima dovoljno prostora na dnu“ („*There's Plenty of Room at the Bottom*“) [1]. U njemu ovaj dobitnik Nobelove nagrade za fiziku 1965. godine tvrdi da se ne ustručava da uzme u obzir pitanje da li ćemo u dalekoj budućnosti moći da organizujemo atome na način na koji želimo. On je jasno opisao mogućnost da se manipuliše pojedinačnim atomima i/ili molekulima. Predstavljena je ljudska sposobnost da dizajnira skup preciznih alata za izradu i upravljanje drugim proporcionalno manjim skupom, pomerajući se po vertikali u dubinu do najmanjih dimenzija. U narednim decenijama, minijaturizacija senzora i motora doživljava se kao dominantni trend u nauci i tehnologiji. Krajem prošlog, a naročito početkom ovog veka, ljudsko društvo je u velikoj meri zahtevalo visoko integrisane napredne sisteme sačinjene od minijaturnih komponenti kako bi se osigurala udobnost, sigurnost i visok kvalitet života. Sadašnji sistemi su smanjeni do mikronskih i donekle nanometarskih dimenzija, a budućnost obećava smanjenje do veličina atoma i molekula. Na nanometarskoj skali postoji velika paleta sistemskih performansi, koje su naprednije od generalizovanih svojstava materijala u mehaničkim, električnim, hemijskim, toplotnim i optičkim domenima [2]; [3]; [4]. Nanotehnologije su postale neophodne u svakom segmentu našeg društva, uključujući najšire oblasti industrije, biomedicine, kao i u svim oblicima proizvodnje, prikupljanja i skladištenja energije [5]; [6]; [7].

Reč „nanotehnologija“ prvi je upotrebio japanski naučnik Taniguchi Nori 1974. godine [8], ali u sasvim uskom kontekstu minijaturnih mašina. Futuristička predviđanja Feynmanove hipoteze kao društvene transformacije tehnologije su morala da čekaju Erica Drexlera koji je 1986. godine objavio knjigu „Motori stvaranja: dolazeća era nanotehnologije“ (*Engines of Creation: The Coming Era of Nanotechnology*). U Pogovoru izdanja iz 1990. godine on navodi svoju viziju: „Mi se krećemo prema spajanju, prema dobu molekularne proizvodnje koja daje temeljnu i jeftinu kontrolu strukture materije“. Njegova centralna ideja – da se koriste nanomehanizmi za prikupljanje i proizvodnju na molekularnom nivou bilo koje materije korisne za ljude, tehnički je razrađena u radu objavljenom 1992. godine pod naslovom „Nanosistemi“ (*Nanosystems*)

[9]. U međuvremenu instrumenti i tehnike nanotehnologije približile su nas viziji. Osvajaju se i usavršavaju tehnologije: mikroskopija atomskih sila (*Atomic Force Microscopy - AFM*), tunelujuća skenirajuća mikroskopija (*Scanning Tunnelling Microscopy - STM*), mikroskopija magnetskim silama (*Magnetic Force Microscopy - MFM*), napredna spektroskopija i elektrohemija, nanolitografija, molekularne samomontažne tehnike, i druge tehnologije koje se koriste u savremenim nanotehnološkim istraživanjima.

U trećem poglavlju svoje knjige Drexler objašnjava pojam „nanotehnologija“ kao ideju o nekim vrstama nanomašina koje bi mogle da izgrađuju željeni subjekat atom-po-atom (molekularna proizvodnja). Ovaj pojam je vremenom evoluirao u termin koji se koristi za bilo koju tehnologiju koja uključuje nanoprocese i nanoproizvode. On objašnjava da je hemijska samomontaža osnovni proizvodni proces, i tvrdi: „Vreme je da nanotehnološka zajednica povрати Feynmanovu viziju u njenoj velikoj i uznemirujućoj celini“. Na temelju ovog koncepta nastaje jezgro mnogih društvenih i etičkih pitanja. Nanotehnologija se, dakle, može šire posmatrati kao savremeni rezultat prirodnog napretka u gotovo svim granama nauke i tehnike, bilo da je reč o hemiji, nauci o materijalima, fizici, biologiji, industrijskim procesima, farmakologiji, genetskom inženjeringu, elektronici, neuropsihologiji itd.

Zašto se nanotehnologija smatra najznačajnijom naukom budućnosti? Vlade najrazvijenijih zemalja sveta i njihove industrije gledaju na nanotehnologije kao tehnologiju koja daje ogromne privredne mogućnosti optimizacijom životnog ciklusa materijala i proizvoda, čime se povećava produktivnost, smanjuje uticaj industrije na prirodnu okolinu i povećava se privredni rast. Nanotehnologija obećava mnoge uzbudljive mogućnosti za dramatično poboljšanje zdravstvene zaštite i kvaliteta života. Sposobnost naučnika je da vizuelizuju i kontrolišu ponašanja materijala i na nanonivoima pružajući alate za razvoj novih proizvoda. Na nanonivoima, materijali sadrže nova i neočekivana svojstva koja u osnovi sadrže prave osobine za stvaranje pametnih materijala, čija upotreba rezultuje proizvodima sa potpuno novim funkcijama. Ovi proizvodi bi trebali da koriste manje resursa i energije za intenzivniju proizvodnju. Kroz tehnologije se ostvaruje vizija da će proizvodnja postati čistija, a nanotehnološki proizvodi će biti jeftiniji i imati veću funkcionalnost. Postoji nekoliko područja u kojima nanotehnologija već ostvaruje veliki uticaj:

- *Zdravstvo*: nanotehnologija razvija farmaceutske proizvode prilagođene pojedincu, i omogućava isporuku tačno na mesto infekcije ili bolesti, pojavljuju se nove i bolje hirurške tehnike, koristi se robotika, olakšana je i unapređena proizvodnja implantata, a nagoveštava se da će sposobnost za oporavak oštećenih nerava biti rutinska praksa.
- *Energetika*: energija se koristi efikasnije kroz razvoj pametnih zgrada koje reaguju na okruženje, lakši ali jači materijali za prevozna sredstva smanjuju troškove proizvodnje i potrošnju goriva, proizvode se jeftini i svestrani izvori za proizvodnju (fotonaponske polimerne ćelije) i za skladištenje energije (pomoću ugljeničnih nanotuba).
- *Životna sredina*: nanotehnologija je vodeća disciplina na putu razvoja molekularnih prečišćivača za čišćenje i za smanjenje zagađenja, kao i novih jednokratnih senzora za praćenje zagađujućih materija u vazduhu i vodi.

Ove potencijalne prednosti ogledaju se u nanotehnološkim istraživanjima najvećih svetskih ekonomskih sila.

Područje nanotehnologije danas dramatično raste i resursi su još uvek potrebni, naročito za stvaranje neophodne infrastrukture, uključujući i dobro opremljene objekte za istraživanja i izradu prototipova, kao i obučene radne snage. Posebni izazovi su razvoj standarda i mernih tehnika za osiguranje kontrole kvaliteta i ponovljivosti, ali je neophodan oprez i pravovremena brza reakcija na bilo kakve javne sugestije u vezi bezbednosti. Ti izazovi zahtevaju stvaranje unija ili saveza industrija/istraživača značajnih razmera.

Nanotehnologija je otvorila eru naučne i tehnološke konvergencije i integracije sa mogućnostima širokih implikacija na društvene tokove. Šta je motiv velikih materijalnih ulaganja i ključ preobražaja strategije za njihovo sprovođenje? Očigledna su očekivanja od komercijalizacije i drugih potencijalnih koristi nanotehnologije. Nanotehnologija je evoluirala u području širokog međunarodnog interesa, povećanje saradnje i podsticanje konkurencije.

Današnja nauka zna mnogo o jednom atomu i molekulu s jedne strane, i o ukupnom ponašanju materijala i sistema s druge strane. To je prvi stepen organizacije molekula i atoma u nanočesticama, nanokristalima, nanotubama, nanobiomotorima, itd. Na ovom nivou se definišu osnovna svojstva i funkcije materijala, i još važnije – mogu se menjati

funkcije organizacije materije preko atomskih ili slabih molekularnih interakcija (kao što su vodonične veze, elektrostatički dipol, Van der Waalsove sile, razne površinske sile, elektrofluidne sile, i DNK asembliranje). U ovu svrhu se koriste različite naučne discipline i različita područja od značaja. Intelektualni pogon je od ključnog značaja za pomeraj prema malim dimenzijama, za koja su neophodan preduslov otkrića svojstava materijala i interakcije među njima. Tek 1981. godine došlo se do mogućnosti merenja veličine atoma na površini materijala (IBM, Zürich). Deset godina kasnije, 1991. godine postalo je moguće premeštanje atoma na tim površinama (IBM, Almaden). Nakon deset godina, 2002. godine sastavljeni su molekuli fizičkim pozicioniranjem komponentnih atoma. Ipak, još uvek smo na početku ovog plodnog puta naučnih otkrića, a nanotehnologija širi granice znanja.

Drugi važan razlog zbog čega nanotehnologije dobijaju veliku pažnju proizilazi iz uočavanja značajnih društvenih implikacija, koje uključuju bolje razumevanje prirode, efikasne tehnike proizvodnje za gotovo svaki objekat izrađen od strane čoveka i novi svet proizvoda van onoga što je moguće upotrebom drugih tehnologija, razvoj molekularne medicine i održivog razvoja s čistijom okolinom i efikasnim korišćenjem energije i njenog pretvaranja iz jednog u drugi oblik. Davne 1999. godine je predviđeno ulaganje od trilion dolara širom sveta za proizvode koji sadrže neki nanotehnološki izum u periodu do 2015. godine, i da će biti potrebno dva miliona nanotehnoloških radnika. Počeli smo da pronalazimo nove pojave i da planiramo nove proizvodne procese, uz pomoć eksperimentalnih alata i tehnika modeliranja. Nakon što su otkrivena nova ponašanja i osobine na nanometarskom nivou i mogućnost kontrolisane manipulacije, važnost nanometra postaje lako uočljiva.

Prva generacija „pasivnih nanostrukture“ primenjenih u nanočestičnim premazima i rasutim materijalima (nanostrukturni metali, polimeri i keramike), već su ušli na komercijalna tržišta, i ostvaruje se napredak prema metodama projektovanja sistema. Druga generacija „aktivnih nanostrukture“, kao što su tranzistori, pojačala, ciljani lekovi i hemijska jedinjenja, pogoni i prilagodljive strukture su na istom putu od 2005. godine. Treća generacija su nanosistemi sa trodimenzionalnim osobinama, heterogene nanokomponente i specifične tehnike montaže (kao što su bio-montaža, umrežavanje na nanonivoima, hijerarhijske integracije i nove arhitekture). Četvrta generacija su molekularni nanosistemi sa heterogenim molekulima, na temelju makromolekula kao

nanouređaja, biomimetički i molekularni dizajn, a procenjuje se da će se početna faza prototipa desiti oko 2020. godine.

1.2. SPM

Godine 1981. dr Gerd Binnig i njegove kolege iz IBM istraživačke laboratorije u Cirihi, Švajcarska, razvili su mikroskop čiji se rad zasniva na principima tunelovanja elektrona. Ovaj uređaj, nazvan *Scanning Tunneling Microscope* (STM), je prvi instrument kojim je moguće direktno snimiti trodimenzionalne slike čvrstih površina u atomskoj rezoluciji [10]. Za svoje otkriće Binnig i Rohrer su 1986. godine dobili Nobelovu nagradu za fiziku. Kao posledica fizičkih principa na kojima je zasnovan STM, on se može koristiti samo za proučavanje materijala koji su do neke mere elektroprovodni. Na osnovu konstrukcije ovog STM-a, 1985. godine su Binnig i saradnici razvili mikroskop zasnovan na međuatomskim silama koji je nazvan *Atomic Force Microscope* (AFM), za merenje sila manjih od $1\mu\text{N}$ koje se javljaju između površine AFM sonde i površine uzorka [11]. Za razliku od STM-a, AFM se može koristiti za snimanje površina koje nisu elektroprovodne. Ubrzo je AFM postao popularan uređaj za snimanje topografije i merenje normalne sile na mikro i nano nivoima. Merenje međuatomskih sila je omogućilo modifikaciju osnovnog AFM-a kako bi se merile ne samo normalne, već i bočne (lateralne) sile. Usled toga je ova vrsta mikroskopije nazivana *Lateral Force Microscopy* (LFM) odnosno zbog postojanja sile trenja – *Friction Force Microscopy* (FFM) [12]. Dalje modifikacije su dovele do poboljšavanja dizajna AFM/LFM/FFM i unapređenja funkcija merenje adhezije i trenja između čvrstih i tečnih površina na mikro i nano nivoima [13]; [14]; [15]. AFM se koristi i za fizičku manipulaciju na površinama uzoraka kao što su grebanje, habanje kao i za merenja elastičnih/plastičnih mehaničkih osobina materijala, kao što su identifikacija tvrdoće i modula elastičnosti [13]; [16]; [17]; [18]; [19]; [20]; [21]. STM se upotrebljava za formiranje i promenu karakteristika materijala na nanometarskom nivou pomoću lokalizovanog grejanja i za indukovanje hemijskih reakcija ispod sonde [22]; [23]. AFM se u praksi koristi za nanotehnološku proizvodnju [24] i nanotehnološku obradu [25].

Mikroskopske tehnike i STM/AFM instrumentacija se koriste za postizanje ekstremnih uvećanja, u rasponu od 10^3 do 10^9 i u sve tri dimenzije i sa visokom rezolucijom snimaka,

kao i za spektroskopiju. Velika prednost ovih instrumenata je što ih je moguće koristiti u bilo kojoj sredini kao što su vazduh i razni gasovi [11], tečnost [26], vakuum [10], pri temperaturama nižim od 100K [27] i visokim temperaturama [28].

Nauka i tehnologija na nanoskalarnim nivoima nisu moguće bez SPM-a koji omogućava istraživanja i manipulaciju do atomskog nivoa. Prodor u razumevanju mehanizama i principa na kojima je zasnovan, omogućio je da SPM pronade primenu u mnogim sferama izvan osnovnih istraživačkih oblasti. Pored toga, iz ovih tehnika su izvedene i razne metode za posebne primene, od kojih su neke daleko izvan mikroskopije.

Porodice instrumenata zasnovanih na STM/AFM zovu se *Scanning Probe Microscopes* (SPM) i razvijene su za različite primene u nauci i industriji. Ovo pored STM, AFM, FFM (ili LFM) uključuje: *Scanning Electrostatic Force Microscopy* (SEFM), *Scanning Force Acoustic Microscopy* (SFAM), *Magnetic Force Microscopy* (MFM), *Scanning Near field Optical Microscopy* (SNOM), *Scanning Thermal Microscopy* (SThM), *Scanning Electrochemical Microscopy* (SECM), *Scanning Kelvin Probe Microscopy* (SKPM), *Scanning Chemical Potential Microscopy* (SCPM), *Scanning Ion Conductance Microscopy* (SICM) i *Scanning Capacitance Microscopy* (SCM) [15]. Iako ovi instrumenti nude atomsku rezoluciju i idealni su za fundamentalna istraživanja, koriste se za najsavremenije industrijske primene koje ne zahtevaju atomsku rezoluciju.

Komercijalna proizvodnja SPM-a započela je za STM 1987., a AFM 1989. godine od strane Digital Instruments Inc. Više od trideset godina od tada, jasno je da se oblasti istraživanja i industrijske primene SPM-a veoma brzo šire.

1.2.1. STM

Princip elektronskog tunelovanja objasnio je Ivar Giaever 1960. godine [29]. Pokazano je da ako postoji potencijalna razlika između dva metala odvojena tankim izolacionim filmom, struja će teći zbog sposobnosti elektrona da prodru kroz potencijalnu barijeru. Da bi bilo moguće izmeriti struju tunelovanja, metali moraju da budu na rastojanju ne većem od 10 nm. Binnig i saradnici su konstruisali uređaj za tunelovanje elektrona u vakuumu kombinovan sa bočnim skeniranjem [10]. Vakuum je idealna sredina za tunelovanje. Bočno skeniranje omogućava izuzetnu rezoluciju slike površine, lateralno – manje od 1 nm i vertikalno – manje od 0,1 nm, dovoljno da definiše položaj pojedinačnih

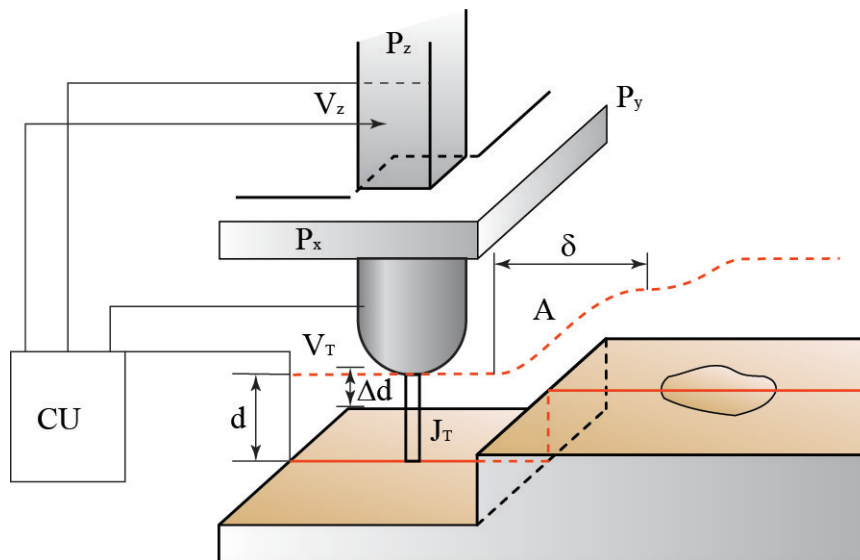
atoma. Vrlo visoka vertikalna rezolucija se dobija jer struja tunelovanja raste eksponencijalno sa rastojanjem između dve elektrode – metalne igle i skenirane površine. Binnig i saradnici su savladali dve ključne prepreke: prigušivanje spoljašnjih vibracija i kretanje sonde u neposrednoj blizini uzorka. Njihov instrument nazvan je *Scanning Tunneling Microscope* (STM).

Upotrebne vrednosti ovog uređaja u praksi su se pokazale od samog početka. Hansma i Tersoff objavljuju snimke u atomskoj rezoluciji uzoraka u vakuumu, gasovima i tečnostima (ulje, voda i provodni rastvori) [30]; Frommer koristi STM za istraživanja u oblasti organske hemije [31]; Stroscio i Eigler od samih početaka koriste STM za manipulaciju atomima [32].

Princip rada STM-a je jednostavan. Oštra metalna igla (jedna elektroda tunelovanja) dovodi se u blizinu (0,3-1 nm) površine koja se ispituje (druga elektroda) da bi pri radnom naponu 10 mV-1 V struja tunelovanja varirala od 0,2 do 10 nA. STM može da radi u režimu konstantne struje ili konstantnog rastojanja između igle i uzorka. Relativno pomeranje vrha igle koji je pod naponom, i ispitivane površine, ostvareno preko piezoelektričnog pogona, daje topografsku sliku površine. Trodimenzionalne slike površine $[z(x,y)]$ se dobijaju višestrukim skeniranjem. Treba napomenuti da ukoliko su prisutni atomi različitih supstanci unutar uzorka, mogu se pojaviti različite vrednosti struje tunelovanja za date vrednosti prednapona. Prema tome, prikazani podaci $[z(x,y)]$ možda neće biti direktna prezentacija topografije površine uzorka.

Slika 1.1 prikazuje shemu Binnigovog i Rohreraovog dizajna uređaja za rad u ultra visokom vakuumu [10]; [33]. Metalni vrh je fiksiran na pravougaone piezosače P_x , P_y , i P_z napravljene od komercijalnih piezokeramičkih materijala. Uzorak se montira preko superprovodne magnetne levitacije ili uz pomoć dvostepenog sistema opruga za postizanje stabilnosti, uz širinu barijere od oko 0,02 nm. Struja tunelovanja J_T je funkcija širine barijere d , data kao $J_T \propto V_T \exp(-A\Phi^{1/2}d)$, gde je V_T napon, Φ je prosečna širina barijere (radna funkcija) i konstanta $A = 1,025eV^{-1/2}\text{\AA}^{-1}$. Za režim konstantne struje, kontrolna jedinica CU daje napon V_z na piezo element P_z tako da J_T ostane konstantna prilikom skeniranja površine. Pri konstantnoj širini barijere Φ , V_z (V_x , V_y) daje hrapavost površine $z(x,y)$ direktno. Za postizanje nanometarske rezolucije neophodno je da vrh igle koja se koristi za skeniranje bude što manjeg prečnika, što važi i za radijus zaobljenja na

vrhu. Većina eksperimenata se obavlja upotrebom prethodno pripremljene žice od volframa prečnika od 0,1 – 10 μm . U nekim slučajevima, moguća je *in situ* obrada igle u cilju smanjenja radijusa vrha.

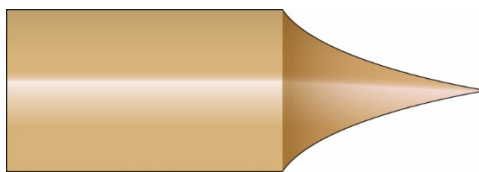


Slika 1.1 Princip rada STM izrađenog od strane *Binniga i Rohrera*

Sonde za STM

Sonda za STM ima integrisani konzolni sistem sa oštrim metalnim vrhom i malim odnosom između dužina vrha i tela igle, kako bi se smanjile vibracije i savijanja. Idealno, vrh treba da ima atomsku rezoluciju, ali u praksi većina načina pripreme igala proizvode grublji profil vrha. STM igle sa oštrim vrhovima su obično izrađene od volframove (W) žice, platine-iridijuma (Pt-Ir), ili zlata (Au), i naoštrene brušenjem, sečenjem pomoću makaza ili noža, jonskim glodanjem ili elektrohemijским poliranjem [34]; [35].

Dva najčešće korišćena materijala za igle su legura platina-iridijum (Pt-Ir) u odnosu 80:20 i volfram (W). Iridijum se koristi da bi se obezbedila krutost. Igle od volframove žice se dobijaju elektrohemijским procesom. Generalno, Pt-Ir igle pružaju bolju atomsku rezoluciju od volframovih igala, zbog manje reaktivnosti platine. Međutim, vrhovi igala od volframa su ravnomernije oblikovani i mogu bolje da prate površine uzoraka sa strmim nagibima. Prečnik volframove žice koji se koristi za igle obično je 250 μm sa radijusom vrha u rasponu od 20 do 100 nm i uglom konusa u rasponu od 10° do 60° (Slika 1.2).



Slika 1.2 Prikaz sonde za STM naoštrene elektrohemijским putem

Za snimanje grubih površina sa dubokim brazdama i velikim odnosom vrhova i udubljenja, koriste se sonde kontrolisane geometrije od Pt-Ir. Ove sonde su elektrohemijski obrađene i polirane do specifičnog oblika koji treba da bude konzistentan. Ugao konusa je približno 15° , a radijus vrha je manji od 50 nm. Za snimanje vrlo dubokih brazdi ($> 0,25 \mu\text{m}$) i nanometarskih osobina izabranih materijala koji se ispituju, koriste se sonde izrađene fokusiranim jonskim zrakom sa ekstremno ostrim vrhom (radijus < 5 nm).

1.2.2. AFM

Kao jedna od najvažnijih tehnika snimanja za nanotehnološka ispitivanja fizičkih i hemijskih osobina materijala koristi se mikroskopija atomskih sila (AFM). AFM su 1986. godine konstruisali Binnig, Quate i Gerber [36] kao logičan dodatak prethodno konstruisanom uređaju koji kao osnovni princip koristi tunelovanje elektrona (STM), ali je njegova upotrebnost ograničena na provodne materijale. Do danas je AFM razvijen kao multifunkcionalni alat za sagledavanje mnoštva informacija vezanih za mehaničke, električne, magnetske i hemijske osobine površina uzoraka na nanometarskoj skali [37]. U današnje vreme svedoci smo upotrebe AFM sistema osim u naučnim istraživanjima i u različitim oblastima inženjerstva i tehnike: kod uređaja za skladištenje podataka [38], MEMS/NEMS tehnologijama [39], nanolitografiji [40] itd.

Razvojem nanotehnologije i srodnih grana, istražuju se i proširuju mogućnosti AFM-a. Međutim, zbog velike nelinearnosti interakcija između vrha sonde AFM-a i površine uzoraka, nije definisan standardni način za tumačenje dobijenih rezultata. Zbog toga je neophodno ulagati napore za objašnjenje pitanja koja se odnose na zavisnost materijala od koje je napravljena sonda i njenog geometrijskog oblika, a s druge strane materijala ispitivanog uzorka. Uz navedeno, moraju se uzeti u obzir i najraznovrsniji uticaji od značaja za kvalitet dobijene informacione slike, kao što su artefakti u uzorku, spoljašnji

uticaji u obliku promenljivog pritiska i temperature, razne vrste vibracionih poremećaja itd. [41]; [42]; [43].

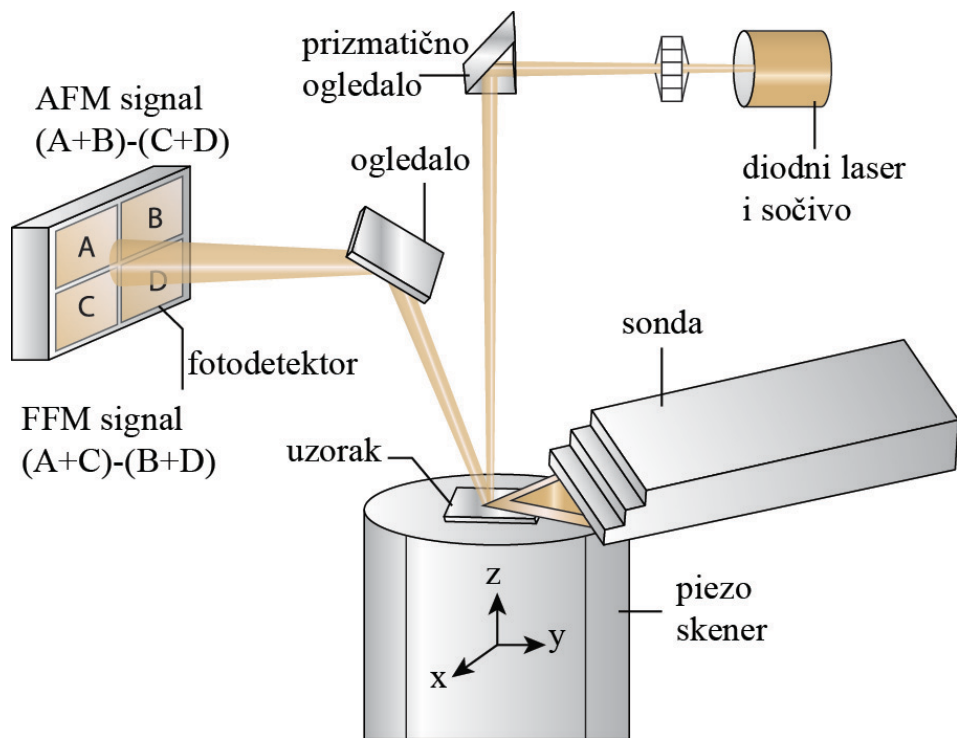
Kao i STM, AFM se oslanja na tehniku skeniranja kako bi se proizveli snimci visoke rezolucije površine uzorka. AFM meri sile manje od 1 nN prisutne između AFM sonde i površine uzorka. Ove slabe sile se detektuju merenjem kretanja vrlo fleksibilne sonde izuzetno male mase. Za razliku od STM-a koji eksplicitno zahteva da uzorak bude električno provodljiv, AFM je u mogućnosti da snima i provodnike i izolatore.

Kod AFM-a se detektuje sila između uzorka i vrha sonde. AFM se može koristiti u statičkom ili dinamičkom režimu. U statičkom režimu, koji se takođe naziva kontaktni režim [11], oštar vrh na kraju sonde se dovodi u kontakt sa površinom uzorka. Na početku atomi na vrhu imaju veoma slabu odbojnu silu zbog elektronskog orbitalnog preklapanja sa atomima na površini uzorka. Sila koja deluje na vrhu izaziva deformaciju sonde i meri se pomoću tunelskih, kapacitivnih ili optičkih detektora. Otklon se može meriti do 0,02 nm, tako da za tipičnu konstantu opruge od 10 N/m može biti detektovana sila manja od 0,2 nN. Kod dinamičkog načina rada, koji se naziva beskontaktnim režimom, vrh sonde se dovodi u neposrednu blizinu (nekoliko nm) do uzorka. Sonda u obliku konzole vibrira bilo u modu amplitudne modulacije [44] ili frekventne modulacije (FM) [44]; [45]; [46]; [47]. Van der Waalsove privlačne sile prisutne su na interfejsu tip-uzorak. Da bi se dobile topografske informacije, sila interakcije se ili direktno snima ili se koristi kao kontrolni parametar za povratnu spregu koja održava konstantnu vrednost sile. Uz pomoć AFM-a koji radi u kontaktnom režimu, dobijene su topografske slike sa vertikalnom rezolucijom manjom od 0,1 nm (čak i do 0,01 nm) i lateralnom rezolucijom od oko 0,2 nm [48]; [49]; [50]; [51]; [52]; [53]; [54]. Sa osetljivošću pomeraja od 0,01 nm merljive su sile od 10 nN do 1 pN. Ove sile su uporedive sa silama hemijskih veza, npr. 0,1 μ N za jonsku vezu i 10 pN za vodoničnu vezu [11].

Bočne sile koje deluju na vrh sonde tokom skeniranja u kontaktnom režimu, utiču na merenja hrapavosti površine uzorka [55]. Da bi se izbegli efekti trenja i drugih bočnih sila kod snimanja topografije u kontaktnom režimu, i da bi bila moguća snimanja topografija mekih površina, AFM poseduje još jedan režim navođenja (tapping) ili režim modulacije sile [56]; [57].

Ključna komponenta AFM-a je senzor za merenje sile na vrhu sonde koja se javlja usled interakcije sa uzorkom. Uz pomoć oštih vrhova sa ekstremno niskom konstantom opruge potrebna je visoka vertikalna i bočna rezolucija pri malim silama (0,1 nN ili manje), ali istovremeno je poželjna visoka rezonantna frekvencija (od 10 do 100 kHz) kako bi se smanjila osetljivost na spoljašnje vibracije. Da bi se obezbedili ovi uslovi potrebna je sonda sa izuzetno niskom vertikalnom konstantom opruge (obično 0,05 do 1 N/m), kao i male mase (1 ng). Najsavremenije AFM sonde su mikrofabrikovane od silicijuma ili silicijum nitrida uz pomoć fotolitografskih tehnika.

Shematski prikaz AFM je dat na Slici 1.3



Slika 1.3 Shematski prikaz AFM skenera

Uzorak maksimalne veličine 10 mm x 10 mm, postavlja se na piezo element koji se sastoji od odvojenih elektroda za precizno skeniranje uzorka u x-y ravni i pomeranje uzorka u vertikalnom (z) pravcu. Oštri vrh na slobodnom kraju fleksibilne sonde dovodi se u kontakt sa uzorkom. Karakteristike na površini uzorka prouzrokuju pomeranje sonde u vertikalnom i bočnim pravcima, dok se uzorak pomera ispod sonde. Laserski zrak iz diodnog lasera usmeren je prizmatičnim ogledalom na gornju površinu sonde blizu

njenog slobodnog kraja, i nagnut je pod malim uglom u odnosu na horizontalnu ravan. Reflektovani snop sa vrha sonde usmeren je kroz ogledalo na četvorodiodni fotodetektor. Diferencijalni signal od gornje i donje fotodiode obezbeđuje AFM signal koji je osetljiva mera vertikalne deformacije sonde. Topografske karakteristike uzorka utiču na pomeranje vrha u vertikalnom pravcu. Ovakvo pomeranje vrha menja pravac reflektovanog laserskog zraka, praveći razliku intenziteta između gornjih i donjih ćelija fotodetektora.

Sonde za AFM

Za AFM ispitivanja se koriste različite vrste sondi. Definisani su sledeći kriterijumi koje one treba da ispunjavaju:

1. niska konstanta opruge (krutost)
2. visoka rezonantna frekvencija
3. visok faktor kvaliteta sonde Q
4. visoka lateralna konstanta krutosti
5. mala dužina sonde
6. usaglašenost komponenti (npr ogledalo) za detekciju
7. oštrina vrha [58].

Da bi se registrovala merljiva deformacija pod uticajem malih sila, sonda mora da bude savitljiva pod uticajem tih sila malih vrednosti, (reda veličine nekoliko nN), odnosno podrazumeva se da vertikalna konstanta opruge bude u rasponu od 10^{-2} do 10^2 N/m za dobijanje atomske rezolucije u kontaktnom režimu. Brzina prenosa podataka ili brzina snimanja ograničena je mehaničkom rezonantnom frekvencijom sonde. Da bi se postigao veliki protok informacija, AFM sonda bi trebalo da ima rezonantnu frekvenciju veću od 10 kHz (poželjno je 30-100 kHz) kako bi konzola bila najmanje osetljiva na ostale delove sistema. Poželjna je visoka bočna konstanta krutosti da bi se smanjio efekat bočnih sila, jer sile trenja mogu uzrokovati znatno bočno savijanje sonde, a ono dalje rezultuje greškom u snimcima topografije. Naposletku je važno posebno napomenuti da se na kraju sonde mora formirati što oštriji vrh kako bi se obezbedila što bolja interakcija sa uzorkom na malom prostoru. Radijus vrha treba da bude mnogo manji od radijusa udubljenja na uzorku kako bi se one tačno izmerile.

Posebno mesto po kvalitetu imaju sonde sa ugljeničnim nanotubama. Zbog izuzetno malog prečnika koriste se za snimanje visokih rezolucija površina sa dubokim brazdama, i u kontaktnom i u beskontaktnom režimu. Najveća preciznost se postiže upotrebom jednoslojnih nanotuba čiji su prečnici od 0,7 do 3 nm, a dužine nekoliko mikrona. Veće strukture koje se nazivaju višeslojne ugljenične nanotube sastoje se od koncentrično raspoređenih jednoslojnih nanotuba i imaju prečnike od 3 do 50 nm. Proizvodnja sondi sa ugljeničnim vrhovima se obavlja manuelnim asembliranjem [59], hemijskim isparavanjem, (*Chemical Vapor Deposition* – CVD) i hibridnim procesom izrade [60].

2. UOČAVANJE PROBLEMA I CILJEVI ISTRAŽIVANJA

Savremeno ispitivanje u fizici čvrstog stanja zasniva se na razumevanju tri ključna pojma: sastav, struktura i svojstva materijala. Precizno merenje submikronskih osobina materijala je važno za rešavanje različitih naučnih i tehnoloških problema. Biolozi i organski hemičari žele da uporede realne snimke molekula sa proračunatim modelima [61]. Naučnici koji se bave materijalima bi želeli da odrede površinsku hrapavost i veličine zrna [62]. Poluprovodnička industrija je nanodimenziju identifikovala kao kritičnu na putu ka sledećoj generaciji elektronskih uređaja.

Među najperspektivnijim raspoloživim tehnikama za ostvarenje ovih ciljeva je mikroskopija skenirajućim sondama (SPM), odnosno njeni segmenti – skeniranje tunelovanjem elektrona (STM) i mikroskopija atomskim silama (AFM), koje uz pomoć mehaničke sonde vrše određivanje visine površine u svakoj tački uzorka. Ove tehnike rutinski postižu nanometarsku rezoluciju. Uz navedeno, konstruisan je i niz instrumenata kojima se vrši nadgledanje položaja vrhova sonde pomoću interferometrije i/ili kalibrisanih kapacitivnih merača [63], što podiže preciznost merenja.

Sa aspekta sonde, snimci dobijeni pomoću AFM-a su samo aproksimacije površina uzoraka, jer sonde nisu savršene. S obzirom da govorimo o predmetima nanometarskih dimenzija, one nemaju ni savršenu veličinu ni geometriju.

Snimci koje se dobijaju uz pomoć mikroskopije atomskim silama (AFM) potiču od fizičkih interakcija koje se potpuno razlikuju od onih koje se koriste za formiranje slike kod konvencionalne svetlosne i elektronske mikroskopije. Jedan od efekata koji neminovno prate ovaj proces i koji je direktna posledica fizičkih interakcija sonda/uzorak je i pojava artefakata. Artefakt na snimku je definisan kao svaka karakteristika koja se pojavljuje na slici a koja nije prisutna u originalnom materijalu. U realnosti, bilo koja komponenta AFM (sonda, piezoelektrična keramika, povratno elektronsko kolo, računarski sistem za generisanje i prikazivanje slika itd.) može biti izvor artefakata. Pored toga, tehnike pripreme uzorka i spoljašnji faktori (npr. elektromagnetni i mehanički šum) mogu biti izvor artefakata. Praktično je nemoguće odrediti i eliminisati artefakte prouzrokovane svim uzročnicima. Stoga je ovo istraživanje ograničeno na artefakte koji nastaju usled defekata sonde.

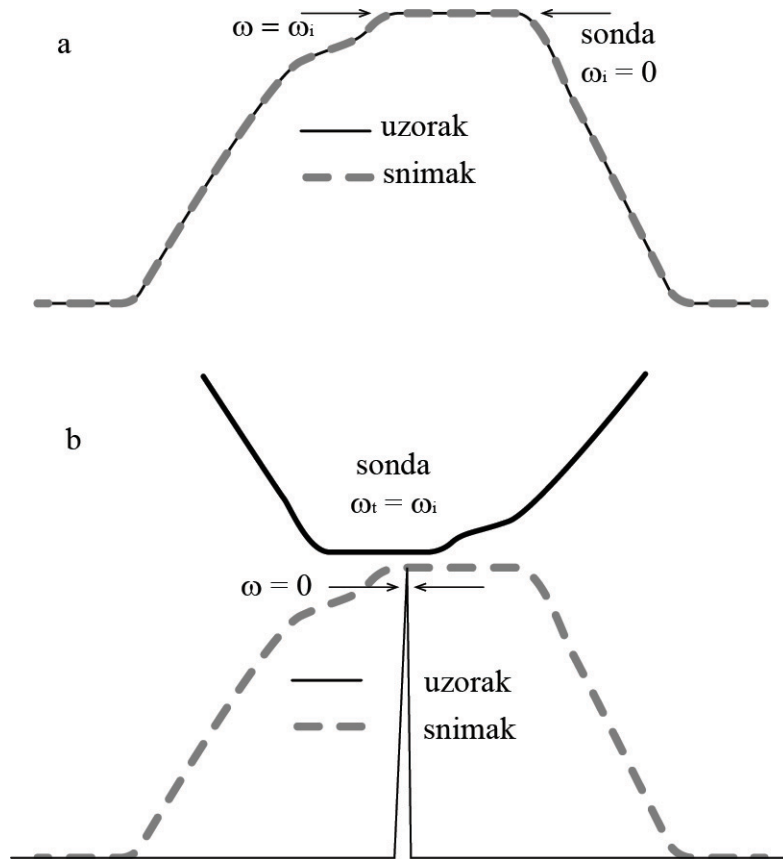
Neprepoznavanje ove pojave može da bude veliki problem kod tumačenja dobijenih snimaka, a takođe može da izazove i probleme prilikom samog procesa snimanja. Naime,

ponekad je usled postojanja različitih tipova artefakata nemoguće dobiti kvalitetan snimak, ili se dobijaju snimci lošeg kvaliteta i bez upotrebne vrednosti. Istraživač uvek postavlja pitanje: koji uzrok dovodi do ovih posledica. Kod svih modova AFM tehnike oblik vrha sonde je “konvolviran” (strogo govoreći, dilatiran) u kontaktu sa površinom uzorka, i stvara značajne poremećaje u merenjima. Na primer, ako se parabolička sonda čiji vrh ima prečnik od 20 nm koristi za snimanje elemenata (linije na uzorku) visokih 1 μm , vidljiva širina na dnu linije će biti 400 nm veća od stvarne, kao rezultat interakcije sonde i podloge. Ovo postaje ozbiljna greška ako su širine elemenata (linija) znatno manje od 1 μm .

Uzimajući u obzir prethodno izlaganje, jednostavno je zaključiti da se pored svih prednosti AFM tehnologije, pojavljuju ozbiljni problemi koji nastaju usled konačne veličine i oblika konusa vrha sonde, pre svega u slučajevima kada se AFM koristi za snimanje površina čiji su gradivni elementi približno jednaki ili manji od poluprečnika vrha sonde. Pored toga, pažljivo sakupljeni podaci ukazuju da izmerene veličine prikazane u vidu kontrasta na snimku, mogu biti posledica varijacije u hemijskoj reaktivnosti atoma gornje površine uzorka ili efekata koji se odnose na krutost i tvrdoću površinskog sloja [64]. Ozbiljan nedostatak AFM tehnike se ogleda u tome što mnoge artefakte koji mogu da se pojave na AFM snimcima teško mogu da prepoznaju i iskusni istraživači [65]; [66]. Štaviše, AFM sonde utiču i čak menjaju stanje površine ispitivanih uzoraka [67]; [68]; [69]. Artefakti se mogu javiti iz raznih drugih razloga, uključujući i neregularne oscilacije i histerezis piezo skenera, promenu termičkih gradijenata, vibracije i nedostatke ili neispravnost elektronike povratne sprege.

S druge strane, važno je shvatiti da rezolucija, koja je neophodan preduslov za preciznost, sama po sebi nije dovoljna za kvalitet snimka pa samim tim ni za ispravnost zaključaka kao posledice observacije i merenja elemenata na snimku. Slika visoke rezolucije može da sadrži geometrijske deformacije. One, između ostalog, mogu da budu prouzrokovane deformacijama vrhova sondi. Na primer, kada je vrh sonde tup, moguće je da se uzane šupljine na površini uzorka ne pojavljuju na snimcima, dok će uzdignuća i neravnine biti značajno proširene. Ova deformacija, pod nazivom dilatacija, je veća u slučaju izbrazdanih površina, i srazmerna je veličini i obliku vrha sonde. Kada se na površini uzorka nalazi visok uzdužni oblik, nije moguće reći da li je snimak takav zbog sonde, ili zbog realnog stanja uzorka. Dva scenarija koja ilustruju ovaj problem su prikazana na

Slici 2.1, jedan sa oštrom sondom i širokim uzorkom, a drugi sa tupom sondom i uzorkom nulte širine na vrhu. Dobijene slike su identične. Stoga, na osnovu same slike, nije moguće reći koja od dve širine uzorka je prava.



Slika 2.1 Dva scenarija koja proizvode istu sliku (profil prikazan isprekidanom linijom).

Na slici (a) prikazuje oštar vrh koji verno oslikava uzorak. Slika (b) prikazuje uzorak koji ima nultu širinu (vrh igle), a profil se prikazuje kao slika same sonde

Uopšteno govoreći, postoji širok spektar poremećaja koji krucijalno utiču i na kvalitet snimka i na zaključke koji se donose nakon postprocesuiranja i analize snimaka. Poznati problemi koji se susreću kod snimanja AFM tehnologijom su pre svega:

- artefakti koji se nalaze na sondi za skeniranje
- poremećaji u radu piezoskenera
- spoljašnje i/ili unutrašnje vibracije
- petlja povratnih informacija
- termalni uticaj okoline i/ili termalni uticaj kontakta skonda-uzorak

- šum elektronskih komponenti koje čine ceo sistem
- kvalitet i mogućnosti softvera za upravljanje instrumentacijom
- kvalitet i mogućnosti softvera za procesuiranje dobijenih snimaka

Na osnovu iskustva je dakle pokazano da pri snimanjima uz pomoć mikroskopije atomskim silama (AFM) dolazi do uticaja širokog spektra poremećaja, što pogoršava kvalitet slike i rezoluciju instrumenta. Pored toga, oni mogu uticati i na pojavu neželjenih ili ometajućih procesa na površini ispitivanih uzoraka. Prema tome, podaci dobijeni na AFM-u zahtevaju specijalnu obradu za uklanjanje artefakata, koji su posledica nepravilne kalibracije instrumenta, nepravilno odabranih načina rada i različitih spoljašnjih efekata.

Pitanja koja treba razmotriti su: poreklo artefakata, njihova klasifikacija, metrološki aspekti problema, i posebno efekat habanja vrhova sonde i način obrade digitalnog signala.

U skladu sa rešavanjem problema oblika vrha sonde kao predmetom ovog rada, neophodno je razviti metod za utvrđivanje geometrije sonde. U tom cilju jedan broj istraživača predlaže tehnike karakterizacije sonde. One se mogu grubo klasifikovati u 3 kategorije:

1. snimanje sonde uz pomoć mikroskopije koja nije SPM, na primer, skenirajuća ili transmisiona elektronska mikroskopija (SEM ili TEM) [70]; [65]
2. oblik sonde se izvodi iz snimka uzorka koji je poznat („karakterizatori sonde“) [71]; [72]; [73]; [74]; [75]; [76]; [77]
3. metode „na slepo“, u kojima se koristi „karakterizatori sonde“, za određivanje oblika sonde, ali se ne zahteva da on bude nezavisno poznat [78]; [79], [80].

Geometriju sonde je teško precizno odrediti uz pomoć metoda iz prve kategorije, jer ove metode generalno prikazuju 2D sliku onoga što je ustvari 3D objekat, a instrumentaciona nepreciznost može biti značajna u ovom dimenzionom opsegu, posebno imajući u vidu činjenicu da sonde zahtevaju čestu karakterizaciju usled trošenja ili oštećenja do kojih dolazi prilikom kontakta sa površinom. Metode u drugoj kategoriji zahtevaju merenje „karakterizatora“. To se ne može činiti u slučaju SPM-a, s obzirom da je potrebno poznavanje geometrije sonde. Umesto toga, „karakterizator“ se mora meriti primenom nezavisne metode poput SEM ili TEM sa gore navedenim teškoćama.

Treća kategorija je metod rekonstrukcije „na slepo“. Ovaj metod se zasniva na upotrebi osnovnih alata matematičke morfologije u određivanju spoljašnjih granica sonde. One predstavljaju složeni 3D oblik za koji se generalno pokazalo da približno verodostojno opisuje delove sonde koji dolaze u kontakt sa delovima “karakterizatora” [78]; [81]; [79].

Ukoliko je moguće primeniti rekonstrukciju „na slepo“ i ako se mogu prevazići praktični problemi u njenom sprovođenju, činjenica je da se njom zaobilaze problemi vezani za prve dve kategorije metoda procene sonde. Simulacije procesa su korisne u smislu mogućnosti podešavanja algoritama. S obzirom da nijedna simulacija ne može pokazati da instrumenti u realnim uslovima zaista slede pretpostavljeni model, potrebno je upoređivanje sa eksperimentalnim podacima.

S obzirom na kompleksnost problema, ovde će biti dat pregled mogućih deformacija snimaka u smislu njihovog porekla.

Prekoračenje preko ivice

Ovaj artefakt se javlja kada vrh AFM prelazi preko ivice uzorka. On nastaje zbog histerezisa piezoelektričnog skenera i inercije nosača konzole. Na ivicama površine mogu se videti artefakti u obliku uskih brda i dolina. U praksi se pokazalo da ovaj artefakt ne uništava informacije o stanju površine i visinama tačaka na uzorku. Može se zaključiti da prekoračenje ivica ne menja glavne karakteristike uzorka. Da bi se smanjile amplitudne vrednosti prekoračenja, trebalo bi razmotriti smanjenje brzine skeniranja.

Visina ivice

Ovaj artefakt izgleda slično prekoračenju, ali se ne eliminiše smanjenjem brzine skeniranja. Takav artefakat može se pojaviti u situacijama kada privlačne sile između sonde i uzorka značajno doprinose efektivnoj sili.

Termalno skretanje i piezoelektrično kretanje

Termalno skretanje i “puzanje” piezoelektričnog skenera mogu dovesti do ozbiljnih deformacija na snimcima topografije ispitivanih uzoraka ako nisu efikasno redukovani. Sonda ima sasvim malu masu, a samim tim i vrlo mali toplotni kapacitet, te stoga vrlo mala količina toplote koja potiče od spoljašnjeg osvetljenja ili dodirivanja uzorka može promeniti njenu temperaturu i relativnu poziciju. Termalno strujanje se može umanjiti dovođenjem u termičku ravnotežu ili korišćenjem većih brzina skeniranja. Nažalost, pri

većim brzinama skeniranja može doći do pojave šuma. Sa druge strane, “puzanje” se može smanjiti upotrebom senzora za pozicioniranje i upravljačke jedinice sa zatvorenom petljom [[82]; [83]; [84]]. Ukoliko se ne eliminišu termalno skretanje i “puzanje”, oni mogu u velikoj meri uticati na vidljive dimenzije u pravcu skeniranja, a samim tim se dobijaju snimci sa značajnim izobličenjima, posebno na početku skeniranja. Ovakva distorzija se lako može prepoznati kod uzoraka koji sadrže ravne terasne površine ili dobro definisane objekte sa poznatim dimenzijama.

Spoljašnji i unutrašnji šum

Spoljašnji šumovi su uglavnom izazvani faktorima kao što su akustična buka, mehaničke vibracije zgrada, strujanja vazduha, elektromagnetni šumovi i temperaturni talasi. Broj unutrašnjih izvora šuma je još veći. Zapravo, svaka komponenta sistema (vrh senzora, konzola, piezoelektrični sto za skeniranje, laserski i optički sistemi, elektronski pretpojačivači i pojačivači itd.) mogu doprineti ukupnom šumu, utičući na topografski signal i ograničavajući i rezoluciju i osetljivost mikroskopa [85]. U nekim slučajevima, dodatni šum može biti indukovano kontaminacijom vrhova sonde [86]. Zaprljane sonde takođe mogu doprineti da se na snimku pojave neverodostojno oblikovane strukture. Sve dok ova vrsta šumova nije previše intenzivna, moguće je snimiti površinsku strukturu ispitivanog uzorka. Da bi se izbegli takvi šumovi, vrh treba očistiti pre skeniranja ili zameniti novim i čistim, i održavati ga čistim tokom skeniranja. Treba naglasiti da je unutrašnji šum glavna ograničavajuća prepreka za osetljivost i rezoluciju AFM/STM. Kada se šum pojavljuje kao velika i periodična modulacija AFM snimka topografije, njegovo poreklo je prilično lako prepoznati i eliminisati. Električni i mehanički šumovi iz spoljašnje sredine mogu se eliminisati snimanjima u vreme kada su oni najmanji ili zanemarljivi (na primer noću, kada su vibracije u zgradi i fluktuacije električne energije najslabije). Neke vrste šumova mogu se ispraviti ili skoro eliminisati odgovarajućim filtriranjem [87]. Na primer, uobičajena praksa za eliminaciju šuma iz snimaka je upotreba 2D brze Furijeove transformacije (2D FFT), a zatim analiza frekvencije zbog periodičnih karakteristika uzorka [88]. Važno je napomenuti da se za bolju rezoluciju laserskom izvoru i celom instrumentu treba omogućiti zagrevanje oko 1h uz uključenu mernu glavu. Veoma uspešne tehnike za smanjenje šuma omogućavaju sistemi Crio-AFM/STM za rad u oblastima veoma niskih temperatura i visokom vakuumu [(89)]; [90]; [91].

Artefakti koji potiču od svetlosne interferencije

AFM zasnovan na odbijanju optičkog snopa može generisati artefakte zbog interferencije na fotiodiodi nastale od svetlosti reflektovane sa senzora slučajno zalutalog zraka sa površine uzorka. Ovaj artefakt se lako filtrira, jer oscilacije na snimcima obično imaju period uporediv sa talasnom dužinom laserskog svetla [92]. U praksi je primećeno da je ovaj tip artefakta značajno smanjen kod sistema sa nisko-koherentnim laserom. Druga predložena strategija je podešavanje jačine struje lasera na visokim frekvencijama [93].

Artefakti izazvani trenjem

Prilikom korišćenja kontaktnog AFM moda, sile trenja značajno doprinose ukupnoj sili interakcije sonda-uzorak. Ove sile imaju tendenciju da izazovu torziju nosača sonde, koju detektor deflekcije može da interpretira kao promenu visine.

Stoga, kada se dobiju topografski snimci uzorka, treba obratiti pažnju na pojavu artefakata vezanih za trenje [94]. Pokazano je da sila trenja zavisi ne samo od opterećenja, već i od vrste uzorka i materijala korišćene sonde (na primer Si ili Si_3N_4), brzine skeniranja, prisustva spoljašnje kontaminacije ili tečnosti itd. [95]; [96]; [97]; [98]. Shodno tome, ulažu se znatni naponi kako bi se izbegli artefakti koji izazvaju trenje i adheziju na topografskim snimcima, kao i da se izbegnu artefakti vezani za topografiju kod merenja trenja [16]. Logičan je zaključak da se artefakti vezani za trenje mogu kontrolisati smanjivanjem sile interakcije sonda-uzorak, a njena eliminacija se postiče korišćenjem "taping" i beskontaktnog režima rada.

Deformacija, oštećenja i promena uzorka

Uopšteno govoreći, kod ispitivanja uz pomoć AFM-a i sonda i uzorak se deformišu kada su u kontaktu [99]; [100]; [101]; [102]. Zbog toga površina vrha nije tačno poznata, jer u slučaju kada je vrh u kontaktu sa uzorkom, postoji mala, ali nepoznata elastična deformacija vrha i/ili uzorka.

Stepen deformacije je veliki problem za mekane materijale, kao što su polimeri ili uzorci biološkog porekla. Zahvaljujući visokoj elastičnosti bioloških ćelija i membrana, vrh sonde može duboko da prodre u uzorak, tako da je kontaktna površina prilično velika i povećava se sa povećanjem primenjene sile. Prema tome, u ovom slučaju se ne može lako postići nanometarska rezolucija. Pre svega, visinski profili su bitno izmenjeni, a izmerene

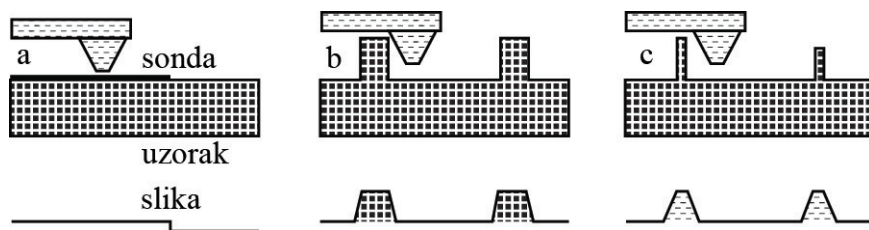
visine su znatno niže od očekivanih i realnih. Naposljetku, neki biološki i drugi osetljivi objekti mogu biti uništeni u toku skeniranja.

U slučaju mekih materijala, ograničenja AFM tehnologije mogu da izazovu promene na uzorku zbog dejstva mehaničkog kontakta materijala na površinu. U literaturi je pokazano da je ne samo atome [103] i velike molekule [104]; [105], već i biomaterijale moguće pomerati i menjati pomoću AFM sonde.

Još jedan izvor artefakata koji menjaju površinu uzorka je materijal koji se prenosi sa vrha sonde na površinu uzorka. Takvi događaji će se vrlo verovatno desiti ukoliko se koriste kontaminirane sonde za snimanje. Promena površine prilikom snimanja ili oštećenje uzorka, koje se mogu javiti posebno u kontaktnom režimu, lako se pokazuju promenama na topografskim snimcima kada se skeniranje ponavlja na istom mestu. Ova vrsta poremećaja obično se ispituje ponovljenim skeniranjem veće površine koja u sebi sadrži prethodno skeniranu oblast. Ukoliko je došlo do oštećenja, konačni snimak će sadržati jasno vidljive promene topografije u centralnom području.

Konvolucija sonda-uzorak

Obzirom da je radijus vrha sonde obično u opsegu od 10 nm, moraju se uzeti u obzir efekti konvolucije u cilju najbolje interpretacije AFM snimka. U mnoštvu različitih situacija, tri su reprezentativne i prikazane su shematski na Slici 2.2. U slučaju ravne površine uzorka sa dobro odvojenim pločama pomerenih po visini u koracima od samo jednog ili dva atomska sloja, skicirane na Slici 2.2a, oštrina sonde nije presudna za vizuelizaciju realnog stanja površine. U takvim situacijama samo jedan (najviši) vrh konusa sonde će biti u kontaktu sa uzorkom i pravilno će izmeriti površinsku topografiju. U situaciji skiciranoj na Slici 2.2b, dimenzije elemenata uzorka su uporedive sa onima na sondi. Ova situacija je najtipičnija i AFM snimci su u ovom slučaju izuzetno komplikovani za tačno tumačenje. Polomljene, višestruke, tupe ili kontaminirane sonde mogu proizvesti neobične rezultate. Poznato je da je mogućnost snimanja dubokih brazdi, stepenastih površina ili malih čestica kod AFM-a ograničena bočnim uglovima vrhova sonde. Očigledno je da vrh nije u stanju da obradi površine koje imaju veće uglove bočnih strana od onih na vrhu sonde. Ekstremni slučaj koji rezultira samopreslikavanjem vrha sonde prikazan je na Slici 2.2c.



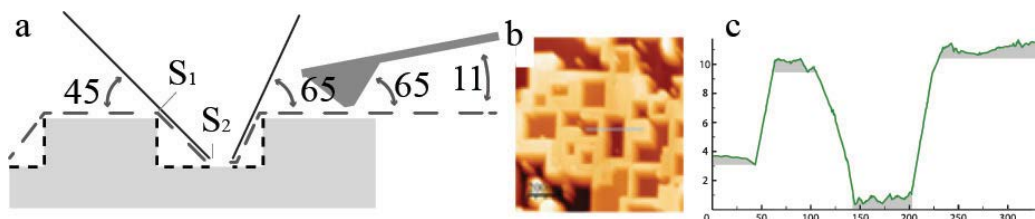
Slika 2.2 Tri uopštena slučaja konvolucije sonda-uzorak:

- (a) situacija koja ne zahteva oštar vrh sonde. (b) potreban je oštar vrh i potrebna je podatak o oblika vrhu sonde za interpretaciju topografije. (c) samopreslikavanje vrha sonde na oštrim uzdignućima uzorka

AFM snimci se dobijaju kao konvolucija uzorka i geometrije vrha sonde, uz mogućnost dodavanja nekih već pomenutih efekata. Ova konvolucija je jedan od glavnih izvora artefakata na AFM snimcima. Srećom, ona može do izvesne mere da bude korigovana računarskom manipulacijom topografskim podacima [106]; [107]; [108]. Nažalost, kada je odnos elemenata topografije uzorka veći od vrha sonde za snimanje, potpuna korekcija je nemoguća. Ovo je posebno napomenuto zato što se na uzorcima često pojavljuju područja koja nisu dostupna za prilazak sonde, kao što su na primer duboki useci. Vrh sonde za skeniranje nema mogućnost da dodirne svako mesto na dnu useka. Drugim rečima, ukoliko su uglovi nagiba površine uzorka veći od onih na vrhu sonde, snimak će prevashodno pokazati bočne strane vrha sonde nego stvarne površine uzorka. Jedna od mogućih situacija je prikazana na Slici 2.3, a na AFM snimku će usek biti prikazan kao proširen i trapezoidnog oblika, kao što je naznačeno isprekidanom linijom na Slici 2.3a, a ilustrovano topografskom slikom i linijom profila na Slici 2.3 b i c, respektivno.

Za prepoznavanje artefakata, važno je obratiti pažnju na takozvane prekidačke linije definisane skupom tačaka S1 (Sliku 2.3a) ili skupa tačaka S2. Na liniji definisanoj skupom S1, skeniranje uzorka se prebacuje u skeniranje vrha sonde (samo-skeniranje vrha), dok se kod S2, samo-skeniranje vrha sonde opet prebacuje u skeniranje uzorka. Prisustvo linija prekida daje utisak da neki objekti počnu da se pojavljuju na snimku pre nego što se završi snimanje prethodnih. Drugi utisak je da neki objekti delimično pokrivaju druge. Ovakav efekat prelaska se javlja svaki put kada kontaktna tačka između sonde i uzorka skoči sa jednog mesta na uzorku na drugo (često relativno daleko). U tom trenutku, prva tačka gubi kontakt sa vrhom sonde, i on se prenosi na sledeću tačku. Očigledno je da se u tim trenucima prekida kontakt i konvolucija između jednog para

kontaktnih tačkica vrha sonde i uzorka, ali se nastavlja kod drugih parova kontaktnih tačkica vrha sonde i uzorka.

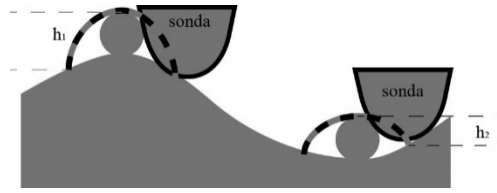


Slika 2.3 Greška izazvana konvoluciji sonda-uzorak: (a) skica objašnjava slike promjenjene artefaktima. Oznakama S_1 i S_2 su obeležene karakteristične prelazne tačke. Delove površine uzorka označene isprekidanom linijom, npr. između S_1 i S_2 , je vrh sonde preskočio prilikom skeniranja i ne daju tačne topografske podatke. Tokom skeniranja ove oblasti, dobija se snimak vrha sonde. (b) AFM snimak površine uzorka. (c) Presek profila duž linije pokazane na AFM snimku. Podebljani delovi profilne linije pokazuju ispravan deo snimka. Visina bočnih stranica udubljenja je samo oko 10 nm, a vrh sonde obično ima uglove nagiba pri vrhu mnogo veće od 45° .

Posmatranje definisanih prekinutih linija je dobar pokazatelj kada treba zameniti sondu novom i oštrom, uz sumiranje efekata koji proizilaze iz pojave artefakata.

Sledeći artefakt vezan za konvoluciju koji se često susreće, ali je mnogo lakši za prepoznavanje, jeste efekat višestrukog vrha, odnosno višestrukog istovremenog kontakta između vrha sonde i površine uzorka.

Uopšteno govoreći, možemo zaključiti da su efekti bočnih dimenzija malih čestica postavljenih na ravne podloge veći nego što je za očekivati, dok su visine čestica na snimcima tačno određene. Do ovoga dolazi stoga što se širina AFM sonde dodaje širini posmatrane strukture, pri čemu se visina ne menja. Kada podloga nije ravna bočne i vertikalne dimenzije objekata se menjaju. Ovakva situacija je shematski prikazana na Slici 2.4. Čestica u podnožju izgleda mnogo niža i ravnija od identične čestice na vrhu ($h_1 > h_2$).



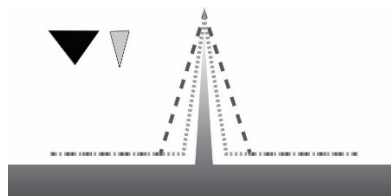
Slika 2.4 Razlika u visini čestica na topografiji uzorka u zavisnosti od radijusu vrha sonde. Čestica u dolini izgleda mnogo niža od identične čestice na uzvišenju ($h_1 > h_2$)

Geometrijski oblik sonde koja se koristi uvek će uticati na AFM snimke snimljene uz pomoć te sonde. Sasvim intuitivno, sve dok je vrh mnogo oštriji od neravnina površine koja se ispituje, dobijeni snimak profila će podsećati na stvarni oblik uzorka. U zavisnosti od bočnih dimenzija i visina elemenata na topografiji koje treba snimiti, oštrina vrha sonde i ugao njegove bočne strane dobija na značaju.

U principu, visina elemenata ne utiče na oblik dobijenog snimka i njihova reprodukcija je tačna, dok najveći uticaj na verodostojnost i kvalitet snimka imaju artefakti na bočnim stranama geometrija ispitivanog objekta, posebno ako su te strane strme.

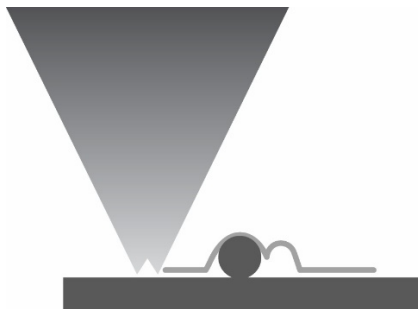
U teoriji i praksi AF mikroskopije istraživani su specifični artefakti u zavisnosti od načina rada i predlagana su objašnjenja [109]; [110]; [111]; [112]; [94] i metode za njihovu eliminaciju [72]; [113]; [114]; [115]; [116]; [108]; [79]; [117]; [118].

Na Slici 2.5 su prikazana dva oblika vrha sonde i uticaj njihove geometrije prilikom snimanja istog profila. Korišćenjem tankog ili oštrog vrha prilikom skeniranja funkcije površine očigledno se dobija realniji snimak. Pored oštine, takođe je važan i geometrijski oblik: konusni vrh će manje uticati na bočni oblik funkcije nego piramidalni. Vrlo mali elementi, kao što su nanotube, globularni proteini ili DNK, uvek će biti problematični zbog širenja slike.



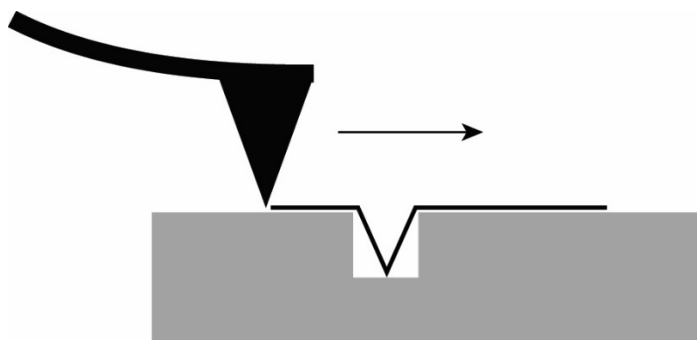
Slika 2.5 Prelazak tupe (a) i oštrog (b) sonde preko iglaste neravnine na uzorku. Tup vrh sonde prouzrokuje proširenje skeniranog objekta (a), dok oštar vrh vernije prati konturu (b).

Kada je veličina elemenata na površini uzorka znatno manja od vrha sonde, mogu se na snimku pojaviti ponavljajući abnormalni obrasci. Sferne nanočestice ili mali proteini mogu biti predstavljeni kao izduženi ili trougaoni oblici koji odražava geometriju vrha sonde. Ponekad se pojavljuje takozvana senka ili “dvostruka slika” usled prevelike brzine skeniranja, a kao rezultat prisustva više od jednog vrha na samom kraju sonde koji su bliski jedan drugom i uspostavljaju istovremeni kontakt sa uzorkom (Slika 2.6).



Slika 2.6 Dvostruki vrh izaziva senku ili dvostruku sliku duž pravca skeniranja

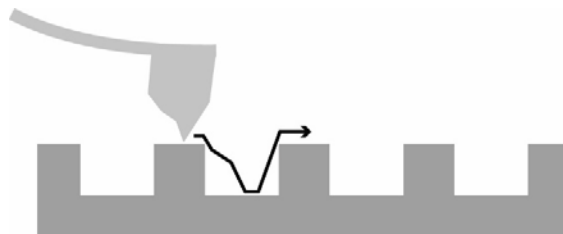
Kada vrh sonde treba da skenira oblik na uzorku koji se nalazi ispod površine (npr. udubljenje u uzorku), bočne dimenzije i dubina mogu izgledati premale u odnosu na realnu situaciju jer vrh ne može doći do dna. Geometrija sonde će dominirati nad geometrijom uzorka kao što se vidi iz linijskog profila prikazanog na Slici 2.7.



Slika 2.7 Zbog velike širine vrha sonde ili velikog ugla konusa pri vrhu, udubljenje neće biti verno reprodukovano

Ako je sonda oštećena, ili se na njenom vrhu nalaze strana tela koja predstavljaju kontaminaciju i čije poreklo može da bude od uzorka ili iz spoljašnje sredine, na snimcima se pojavljuju čudni oblici objekata koje je teško objasniti. Na primer, oštećen vrh koji prati geometriju uzorka (kao na Slici 2.8) će proizvesti asimetrični profil. U slučaju

kontaminacije vrha sonde, često se primećuje neočekivana promena kontrasta tokom skeniranja i zamućenje slike. Ponekad kontaminirajuća čestica na sondi može da se vuče preko uzorka tokom skeniranja, ostavljajući trag na snimku koji bi se pogrešno tumačio kao površinska karakteristika materijala.



Slika 2.8 Oštećen vrh sonde stvara artefakte tokom skeniranja podloge za kalibraciju i testiranje

U eksperimentalnoj praksi, karakterizacija AFM sonde se često zanemaruje čak i kada se vrše kvantitativna merenja, kao što su hrapavost ili eksperimenti koji uključuju trenje i adheziju. U takvim eksperimentima oblik vrha sonde igra važnu ulogu. Kao što znamo, konačne dimenzije vrha sonde su odgovorne za kvalitet topografskih snimaka uzoraka. Za prevazilaženje ovog problema, bar delimično, može se koristiti metode dekonvolucije koje su već opisane u literaturi [107]; [108]; [80]; [119]; [120].

REŠAVANJE PROBLEMA ARTEFAKATA

Problem artifakata i načini njihovog eliminisanja predmet je mnogih ispitivanja i diskusija u literaturi. Naglasak je uglavnom na artefaktima koji potiču od instrumentacije. U mnogim radovima se predlažu metode za uklanjanje artifakata skenera i rekonstrukcija realne površine na snimcima izobličenim konvolucijom između vrha i površine ispitivanih uzoraka. Neke od njih su ovde diskutovane.

Metode osmišljene za uklanjanje artifakata nastalih kao posledica karakteristika piezoelektričnog skenera uključuju hardverski i softverski pristup. Kod razmatranja hardverskih problema razlikuju se optičke, kapacitivne i tenzometrijske tehnike [121]; [122]; [81]; [63]. Optički deo uređaja je rešen tako da snop laserske svetlosti udara u sondu i reflektuje se prema detektoru koji je osetljiv na fazu ili na položaj snopa. Stvarni položaj piezoskenara određen je signalom detektora, a povratna petlja kontroliše napon na skeneru, i na taj način se smanjuje nelinearnost skenera [121]; [122]; [81]; [63].

Tehnički posmatrano, meri se razlika kapacitivnosti između fiksirane elektrode i elektrode montirane na skener. Iz promene kapacitivnosti, sistem procenjuje stvarnu poziciju skenera i prilagođava je preko povratne petlje. U tenzometrijskim metodama osetljiv element je tenzometrijski senzor čiji otpor zavisi od deformacije. Montira se na skener, a deformacija skenera se određuje kroz promenu otpora. Položaj skenera takođe kontroliše povratna petlja.

Softverski pristup uvodi koeficijente prilagođavanja u kontrolni program. Koeficijenti se određuju skeniranjem kalibracionog standardnog uzorka poznatih karakteristika. Podaci koji se dobiju prilikom skeniranja se porede sa karakteristikama standarda, a program generiše koeficijente prilagođavanja.

Mnogi radovi razmatraju rekonstrukciju stvarne površine na osnovu slike koja je izobličena konvolucijom između vrha sonde i površine uzorka. Pionirski rad na ovu temu je objavljen 1990. godine [123]. Rešenje problema pomoću Ležandrove transformacije predložio je Keller [72]. Pod pretpostavkom da elementi na površini uzorka imaju sferni ili parabolički oblik, problem se rešava *in situ* kalibracijom [124]; [125]; [126]. Ovde se pretpostavlja da se površine ne preklapaju u tački kontakta i da moraju u njoj da imaju tangentu. Kontura vrha se rekonstruiše izračunavanjem ugla nagiba tangente. Još jedna alternativa za rešavanje ovog problema se bazira na konceptima matematičke morfologije [61]; [127]; [128]; [129]; [78]. Ovaj pristup se primenjuje na bilo koji oblik vrha sonde, odnosno bilo koji vrh na uzorku koji se može predstaviti kao skup tačaka, a najsvеobuhvatnije ga je opisao Villarrubia [78]; [80]. Na osnovu matematičke morfologije, predložio je algoritme za rekonstrukciju stvarnih oblika površine. Algoritmi uključuju:

- (1) simulaciju snimka od datog uzorka i vrha sonde
- (2) rekonstrukciju uzorka površine vrha sonde i dobijenog snimka površine uzorka
- (3) rekonstrukciju oblika vrha sa snimka uzorka čija je površina *a priori* poznata
- (4) procenu vrhova iz snimaka uzorka čiji je površina *a priori* nepoznat

Villarrubia je predložio originalni način predstavljanja uzorka i vrha sonde koji su u interakciji. Teoretski, ova rekonstrukcija se zasniva na algebri skupova. Na početku se uzorak i vrh sonde predstavljaju kao skupovi A i B, a proces skeniranja je predstavljen

kao proširenje početnih skupova. Teorija skupova se ovde koristi za predstavljanje površine uzorka, vrha sonde i formiranje slike, odnosno za rekonstrukciju površine i oblika vrha. Površina uzorka i vrh sonde se smatraju funkcijama dve promenljive. Uzima se u obzir da vrh i uzorak međusobno interaguju samo preko svojih površina.

PITANJA METROLOGIJE

Već duži niz godina AFM se koristi kao moćan alat za topografsku površinsku karakterizaciju. Povezane karakteristike uključuju statističko usrednjavanje i lokalne trodimenzionalne osobine površine, metričke parametre (koji omogućavaju evaluaciju površinske hrapavosti) i fraktalne parametre.

Artefakti mogu uzrokovati greške u proračunima, a fizički procesi koji se dešavaju na površini uzoraka se mogu pogrešno tumačiti. Zbog toga se pojavljuje problem dizajniranja instrumenta koji može da smanji efekte artefakata, a moguće je u pojedinim slučajevima i da ih potpuno eliminiše. Sistematski pristup eliminaciji artefakata do ovog trenutka praktično ne postoji. Iz tog razloga se premošćavanje ovog problema rešava uzimajući u obzir metrološke aspekte AFM-a, i konkretne uzorke odnosno sonde koje se koriste za snimanje.

Izlazni podaci AFM-a razlikuju se od ulaznih informacija zbog grešaka u dizajnu nastalih kao posledice konstrukcije mikroskopa (instrumentni artefakti) i fizičkog porekla (artefakti režima). Greške se mogu podeliti u dve grupe: normalna (manja netačnost sa disperzijom mnogo manjom od mernog signala, koja je prisutna u bilo kom merenju) i abnormalne greške (neuobičajeno velika greška koja je prisutna samo pod određenim uslovima). S obzirom na veličinu ove druge i njen uticaj na tumačenje dobijenih snimaka, razvijaju se metode obrade rezultata merenja (računarski algoritmi pored upravljačkog i analitičkog softvera za mikroskop) koje će automatski otkriti abnormalne greške, odbaciti ih i zameniti ih prečišćenim podacima.

3. MATERI JALI

3.1. MATERIJALI UZORAKA

U ovom radu su obrađene dve klase materijala, i to u zavisnosti od njihove namene: materijale čija su svojstva i osobine istraživani, i materijale od kojih su načinjene sonde za snimanje.

Ispitivani uzorci su biološkog porekla, kao i materijali koji se u različitim oblicima i u zavisnosti od namene, direktno ili indirektno koriste u biomedicini.

Od bioloških materijala obrađeni su sledeći uzorci:

1. Uzorak mozga

Sniman je uzorak mozga pacova (*Rattus*). Hirurški odstranjeno tkivo je pripremljeno korišćenjem histoloških postupaka. Ukratko, tkivo je najpre tretirano etanolom, kako bi se izvršila dehidracija tkiva, nakon čega sledi reakcija sa toluenom, i na kraju potapanje u tečni parafin. Tokom ovog procesa parafin zamenjuje vodu u tkivu, pretvarajući meko vlažno tkivo u čvrst uzorak, koji je potom pomoću mikrotoma isečen na slojeve debljine 3 – 5 μm . Za razliku od pripreme uzorka za ispitivanje pod optičkim mikroskopima, za ispitivanje na AFM-u uzorci nisu bojani, već samo nanešeni na staklenu pločicu i fiksirani.

2. Uzorak rožnjače (cornea)

Sniman je uzorak rožnjače (cornea) zeca. Ovo tkivo je izuzetno tvrde konzistencije. Izgrađeno je od pet slojeva. Na površini je višeslojni pločasti epitel ispod kojeg je prednja membrana koja deli epitel od strome. Stroma predstavlja najveći deo rožnjače. Ona je građena od providnih pločastih ćelija. Iza strome se nalazi zadnja membrana. Unutrašnji sloj rožnjače je građen od tankih endotelnih ćelija. Rožnjača nema krvnih sudova i ishrana se vrši putem difuzije iz okolnog tkiva. Providnost rožnjače i njena pravilna zakrivljenost su osnove za dobar vid. U slučaju pojave zamućenja unutar rožnjače (leukom) dolazi do poremećaja vida. U ovom eksperimentu su pripremljeni uzorci strome i unutrašnjeg sloja rožnjače, na prethodno već opisan način histološke pripreme uzoraka.

3. Uzorak zuba

Snimani su uzorci neoštećenog zubnog dentina (*substantia eburnea*), i dentina koji je bio oštećen kariesom. Dentin ili zubna kost je čvrsto avaskularno tkivo koje izgrađuje najveći deo zuba i daje mu oblik. S obzirom da je u predelu krunice prekriven zubnom gleđi a u predelu korena cementom, te da ga je nemoguće videti *in situ* u usnoj duplji, priprema uzorka je podrazumevala sečenje na mikrotomu do odgovarajućeg sloja. Po sastavu je sličan kostima, ali ne sadrži kompletne ćelije i krvne sudove. Elastičan je i sadrži 28% organskih i 72% neorganskih materija. Sastoji se uglavnom od kristala hidroksiapatita i malih količina fluorapatita i karbonata, koji su ugrađeni u organski matriks sastavljenog od fosfoproteina, glikoproteina, mukopolisaharida i čvrste mreže kolagenih vlakana.

Karijes (*Caries dentium*) je hronično oboljenje tvrdih zubnih tkiva koje napreduje progresivno, centripetalno i dovodi do razaranja zuba. S obzirom na centripetalni karakter napredovanja, karijes dentina je nastavak karijesa gleđi.

4. Uzorak kose

Snimani su uzorci kose u različitim fazama rasta i izloženosti tretmanima kao što su pranje i farbanje, i to njihov spoljašnji ljuskasti sloj (*kutikula*).

Dlaka se sastoji iz tri sloja. Unutrašnjost dlake (*medula*) je izgrađena od takozvanih ćelija srži. Dalje ka spoljašnosti nalazi se *korteks* dlake. Ovaj sloj čini oko 80% dlake. Sastoji se uglavnom iz keratina (belančevine). Oko korteksa se nalazi ljuskasti sloj – *kutikula*. Ona se sastoji od izumrlih rožnatih ćelija kože koje se orijentišu ka vrhu dlake.

5. Uzorak kosti

Sniman je uzorak butne kosti (femora). S obzirom na karakter ispitivanog materijala i metode snimanja, uzorak je zahtevao histološku obradu i pripremu, pri kojoj je na već naveden način pripreme bioloških tkiva tanak sloj kosti nanesen na staklenu pločicu. Butna kost je najjača i najduža kost u telu tetrapoda. Građena je od koštanih ćelija međusobno povezanih nastavcima. Kiseonikom i hranljivim materijama se ishranjuje putem krvnih sudova.

6. Uzorak kože

Sniman je uzorak površinskog sloja (*epidermis*) kože dobijen prikupljanjem isključivo mrtvih ćelija koje se nalaze na samoj površini.

Od ostalih materijala obrađivani su sledeći uzorci:

7. Uzorak aluminijuma

Sniman je uzorak trećeg najrasprostranjenijeg elementa na površini Zemlje i najzastupljenijeg metala. Uzorak je pripremljen u obliku diska prečnika 7 mm i debljine 2 mm. Snimana površina je ultrazvučno i hemijski očišćena od nečistoća.

8. Uzorak čelika

Sniman je uzorak ugljeničnog čelika 1040 koji je bio izložen habanju i uticaju sredine tokom radnog veka. Priprema uzorka je podrazumevala sečenje na dimenziju pogodnu za posmatranje na AFM-u i čišćenje površine.

9. Uzorak magnetičnog materijala

Uzorak je napravljen od magnetnog medija za snimanje podataka (*floppy disk*). Osnovni materijal je plastika presvučena oksidom gvožđa. Cilj ispitivanja ovog materijala su bila njegova magnetna svojstva, a topografija je podrazumevana komponenta snimanja.

10. Uzorci adheziva u stomatologiji

Snimani su uzorci adhezivnih materijala koji se koriste u stomatologiji za pričvršćivanje ortodontskih aparata, i to:

- CONTEC 1c primer (Dentaurum), čija je osnovna komponenta BisEMA (ethoxylated bisphenol A dimethacrylate);
- Heliosit Orthodontic (Ivoclar Vivadent), čija je osnovna komponenta Bis-GMA (Bisphenol A glycidylmethacrylate);
- GC Fuji II LC (GC America Inc.), čija su osnovne komponente HEMA (2-hydroxyethyl methacrylate) i UDMA (urethane dimethacrylate).

11. Uzorak legure olova, mangana i telura (PbMnTe)

Snimani su uzorci kristalne strukture legure $Pb_{1-x}Mn_xTe$ koja je kao tanak film debljine $\approx 3\mu m$ apliciran na BaF_2 podlogu.

12. Uzorak kontaktnog sočiva

Snimani su uzorci gaspropusnih (RGP) kontaktnih sočiva sačinjenih od polimetilakrilata (PMA) i polimetilmetakrilata (PMMA), modifikovanih adiranim fulerenima, fullerolom i metforminom.

3.2. MATERIJALI SONDI

Najpopularniji materijali od kojih se proizvode sonde za AFM su monokristalni silicijum i Si_3N_4 . Silicijumske nitridne konzole nude prednost u odnosu na one izrađene od čistog silicijuma tako da mogu da se stanje, pa samim tim postanu fleksibilnije (imaju manju krutost). Međutim, Si_3N_4 nisu savršene za mašinsku obradu, zbog čega su ove sonde inferiorne u odnosu na proizvode od čistog silicijuma. Mikroskopija atomskim silama visoke rezolucije (AFM) u ispitivanju mekih uzoraka zahteva sondu sa niskom konstantom savijanja i oštrim vrhom. Razvijen je proces za izradu sondi od silicijum-nitrida sa ojačanim silicijumskim vrhovima. Ove sonde imaju tipičnu konstantu krutosti 0,06 N/m, radijus vrha od 9,2 nm i ugao konusa od 36° . Ovakve sonde su namenjene za snimanje u visokim rezolucijama i posebno su korisne za snimanja velikih vertikalnih površina [130].

U upotrebi su i sonde izrađene od volframa, nikla i drugih materijala. Sonde sa provodnim dijamantskim piramidalnim vrhom su pokazale najveći dinamički opseg a vrh im je zahvaljujući materijalu od kojeg je sačinjen veoma oštar [131]. Za beskontaktni režim rada moguće je postići pravu atomsku rezoluciju. Vertikalna rezolucija od 0,01 nm postignuta je korišćenjem sonde presvučene tankim filmom olovo cirkonat titanata, čiji je vrh piramida sa radijusom od oko 10 nm [132]. Nešto komplikovanija i zahtevnija za proizvodnju je sonda dobijena anodnim vezivanjem dijamantskog tankog filma za staklo, uz upotrebu aluminijumskog filma kao srednjeg sloja [133]. Potrebno je napomenuti da se i plemeniti metali kao što su zlato i platina takođe koriste u proizvodnji sondi, ali karakter materijala i složeni tehnološki procesi nisu u dovoljnoj meri opravdali kvalitet kvalitet snimaka u odnosu na cenu [134]; [135]. Materijali kroz svoje inherentne mehaničke osobine (npr. modul elastičnosti) i gustine definišu čvrstoću, rezonantnu frekvenciju i Q-faktor (deo vibracione energije koja se gubi prilikom celog procesa

oscilovanja) sonde. Pored toga, takođe treba uzeti u obzir i svojstva materijala kojim je sonda presvučena po površini.

Upotreba sonde izrađene od materijala sa niskom otpornošću, kao što su metali ili visoko dopiran silicijum, obezbeđuje da se na vrhu ne koncentrišu elektrostatički naponi. Prikupljanje elektrostatičkih naboja rezultuje izobličenjem slika.

Sonda sa vrhom na kraju je glavna komponenta senzora i najodgovornija je za kvalitet AFM snimaka. Istovremeno sa ulogom u skeniranju, odnosno prikupljanjem podataka sa površine uzorka, sonda je u korelaciji sa laserskim zrakom koji se reflektuje sa njene gornje površine ka sekvencionom (pozicijski osjetljivom) fotodiodom. Za bolju refleksiju, gornja strana sonde je često pokrivena aluminijumom ili zlatom.

3.2.1. Sonde primenjene za snimanje uzoraka i njihove osobine

Prilikom ispitivanja materijala u ovom istraživanju, primenjena su sva tri osnovna AFM moda: kontaktni, „tapping“ i beskontaktni. Osim snimaka topografije, kod pojedinih materijala su rađeni fazni i magnetni snimci. U skladu sa načinom snimanja i materijalima koji su ispitivani, izvršen je i izbor odgovarajućih sonde. U nastavku je dat pregled sonde koje su upotrebljene, i njihove osobine od značaja za istraživanje.

Kontaktni režim

Kontaktni AFM režim se uglavnom koristi za snimanje tvrdih površina kada se ne očekuje prisustvo bočnih sila sposobnih da modifikuju morfološke osobine uzorka. Komercijalne AFM sonde za ovaj režim napravljene su od Si_3N_4 i imaju trougaone završetke sa piramidalnim vrhovima čiji su uglovi pri vrhu od 60 - 70 stepeni. Najprikladnije sonde za kontaktni režim rada (uključujući i slike visoke rezolucije) su mekane, krutosti $\approx 0,1$ N/m, i dužinu vrha od 7 - 15 nm.

Serijske CSC17 i CSC37

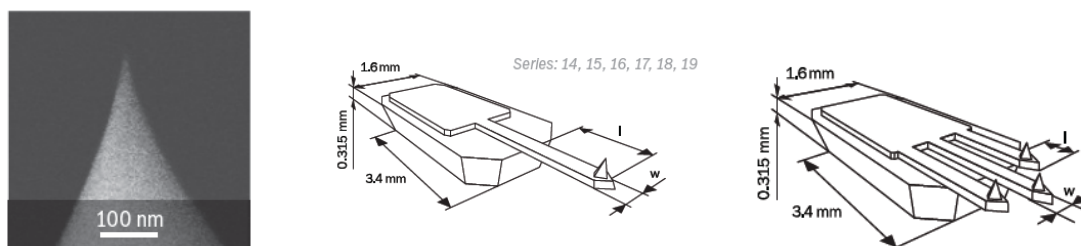
Iz ove serije korišćene su sonde sa oznakama:

- CSC17 / NO AL
- CSC17 / AL BS
- CSC17 / Cr-Au
- CSC37 / AL BS.

Fizičke karakteristike ove serije su:

- tipičan radijus vrha: 8nm
- ugao pri vrhu: 40°
- dužina vrha sonde: 12 – 18 μm
- materijal: silicijum

Gornje strane korišćenih sondi (BS) su bez obloge, sa oblogom od aluminijuma, ili sa oblogom od legure hroma i zlata, respektivno.



Slika 3.1 Serija CSC: SEM snimak vrha sonde (a) i shematski prikaz cele sonde (b) i (c)

Tabela 3.1 Parametri sonde serija CSC17 i CSC37

sonda	rezonantna frekvencija, kHz		konstanta sile, N/m		dužina $l \pm 5$, μm	širina $w \pm 3$ μm	debljina $t \pm 0,5$ μm
	tipična	opseg	tipična	opseg			
Serija CSC17	13	10-17	0,18	0,06-0,4	450	50	2,0
Serija CSC37							
A	40	30-55	0,8	0,3-2	250	35	2,0
B	20	15-30	0,3	0,1-0,6	350	35	2,0
C	30	20-40	0,4	0,1-1	300	35	2,0

Beskontaktni i „tapping“ režim

U beskontaktnom (nc-AFM) režimu, vrh sonde se pomera u neposrednoj blizini (red veličine 0,1 nm) iznad površine koja se ispituje, a slika se potom konstruiše u zavisnosti od izmerene sile interakcije između sonde i uzorka tokom skeniranja. Tokom merenja senzor osciluje, a interakcije merimo merenjem promene amplitude oscilacije pri konstantnoj frekvenciji (amplitudna modulacija), ili merenjem promene rezonantne frekvencije direktno preko povratne sprege.

„Tapping“ režim je tehnika amplitudne modulacije (AM), u kojoj se primenjuju vibracije velikih amplituda na sondu za skeniranje. Kada oscilujuća sonda dodirne uzorak, njene kratkotrajne interakcije sa minimalnim smicanjem su manje destruktivne od sila koje se javljaju između sonde i uzorka u kontaktnom režimu.

Serijski NSC14, NSC15 i NSC35

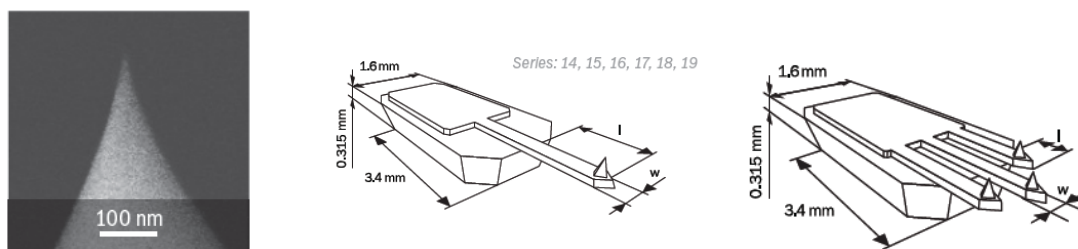
Iz ovih serija korišćene su sonde sa oznakama:

- NSC14 / NO AL BS
- NSC15 / AL BS
- NSC35 / Cr-Au BS

Fizičke karakteristike ove serije su:

- tipičan radijus vrha: 8nm
- ugao pri vrhu: 40°
- dužina vrha sonde: 12 – 18 μm
- materijal: silicijum

Gornje strane korišćenih sondi (BS) su bez obloge, sa oblogom od aluminijuma, ili sa oblogom od legure hroma i zlata, respektivno.



Slika 3.2 Serija NSC: SEM snimak vrha sonde (a) i shematski prikaz cele sonde (b) i (c)

Tabela 3.2 Parametri sonde serija NSC14, NSC15 i NSC35

sonda	rezonantna frekvencija, kHz		konstanta sile, N/m		dužina $l \pm 5$, μm	širina $w \pm 3$ μm	debljina $t \pm 0,5$ μm
	tipična	opseg	tipična	opseg			
Seriya NSC14	160	110- 220	5,0	1,8-13	125	25	2,1
Seriya NSC15	325	265- 410	40	20-80	125	30	4
Seriya NSC35							
A	205	130- 290	8,9	2,7-24	110	35	2,0
B	300	185- 430	16	4,8-44	90	35	2,0
C	150	95-205	5,4	1,7-14	130	35	2,0

Magnetni beskontaktni režim

Mikroskopija magnetnih sila (MFM) se koristi za snimanje gradijenta magnetnog polja i njegove distribucije po površini uzorka. MFM ima mogućnost snimanja magnetnog područja od svega nekoliko nanometara.

MFM koristi tehniku dva prolaza, a detektovanje magnetnih sila se vrši u drugom prolazu. Varijacije MFM uključuju Magneto-resistive Sensitivity Mapping (MSM) i High Frequency MFM (HF-MFM) kao i Magnetic Dissipation Microscopy (MDM).

Navedene tehnike zahtevaju upotrebu kantilevera sa magnetnom presvlakom (Co-Cr). Ista presvlaka je formirana i na poledini kantilevera zbog prevencije savijanja i povećanja refleksije laserskog snopa. Iako je kantilever namagnetisan prilikom proizvodnje,

poželjno je i dodatno, naknadno, namagnetisavanje pomoću magneta. Vrednost namagnetisanja kantilevera je obično između 50 i 100 nT.

Za čuvanje ovih kantilevera mora se koristiti specijalna posuda (odvlaživač) da bi vlažnost bila kontrolisana. Takođe, moraju se zaštititi od dejstva vazduha i kiselina.

Serije NSC18 i NSC36

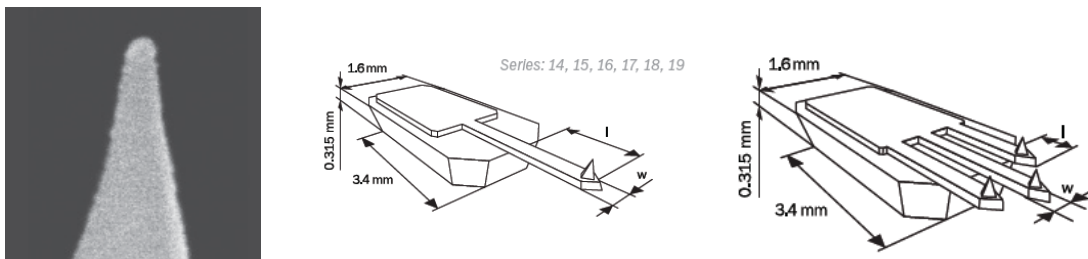
Iz ovih serija korišćene su sonde sa oznakama:

- NSC18 / Co-Cr / AL BS
- NSC36 / Co-Cr / AL BS

Fizičke karakteristike ove serije su:

- tipičan radijus vrha: 8nm
- ugao pri vrhu: 40°
- dužina vrha sonde: 12 – 18 μm
- materijal: silicijum

Gornje strane korišćenih sondi (BS) su presvučene oblogom od aluminijuma.



Slika 3.3 Serija NSC za magnetni mod: SEM snimak vrha sonde (a) i shematski prikaz cele sonde (b) i (c)

Tabela 3.3 Parametri sonde serija NSC18 i NSC36 za magnetni mod

sonda	rezonantna frekvencija, kHz		konstanta sile, N/m		dužina $l \pm 5$, μm	širina $w \pm 3$ μm	debljina $t \pm 0,5$ μm
	tipična	opseg	tipična	opseg			
Seriya NSC18	75	60-90	2,8	1,2-5,5	225	27,5	3,0
Seriya NSC36							
A	90	30-160	1,0	0,1-4,6	110	32,5	1,0
B	130	45-240	2,0	0,2-9,0	90	32,5	1,0
C	65	25-115	0,6	0,06-2,7	130	32,5	1,0

4. METODE I TEHNIKE

Da bi bilo moguće da se deluje u okvirima nanotehnologije, neophodna je tehnološka podrška, odnosno sofisticirana namenska oprema. U našem slučaju to je uređaj SPM 5200 proizveden 2007. godine od strane japanske kompanije JEOL. To je *Scanning Probe Microscope* koji ima dva osnovna moda – AFM (*Atomic Force Microscope*) i STM (*Scanning Tunneling Microscope*). U dosadašnjem radu smo se bavili ispitivanjima bioloških tkiva, veštačkih materijala za upotrebu u medicini, i širokim spektrom nanotehnoloških ili potencijalno nanotehnoloških materijala čija primena nije strogo ograničena na medicinsku upotrebu.

4.1. STM

4.1.1. Princip rada

Fenomen tunelovanja elektrona posmatra se u kontekstu *Schrödinger*-ove kvantno mehaničke interpretacije elektrona. Kao što je poznato u klasičnoj mehanici, kinetička energija ne može biti negativna, odnosno ukupna energija E ne može biti manja od potencijalne energije V ($E-V > 0$). Međutim, kvantnomehanička jednačina *Schrödingera*:

$$\frac{\hbar^2}{2m} \cdot \frac{d^2\psi}{dx^2} + (E - V)\psi = 0 \quad (4.1)$$

daje i mogućnost $E-V < 0$, tj. da kinetička energija ima negativnu vrednost.

Ako se rešenje jednačine (4.1) prikaže u obliku $y = Ae^{kx}$ tada vrednost k ravnopravno ima pozitivnu i negativnu vrednost, što daje rešenje jednačine u obliku:

$$\psi = A \exp \left[+ \sqrt{\frac{2m(V-E)}{\hbar^2}} \cdot x \right] + B \exp \left[- \sqrt{\frac{2m(V-E)}{\hbar^2}} \cdot x \right] \quad (4.2)$$

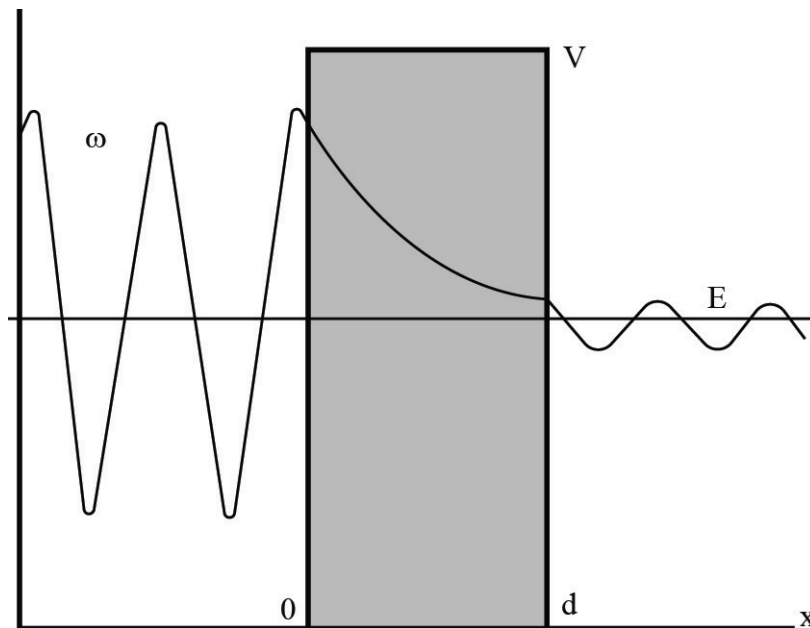
Kao što je pokazano na Slici 4.1., levo i desno od barijere pozitivna kinetička energija daje oscilatorne procese, dok je u domenu barijere proces eksponencijalan. Sa aspekta klasične fizike barijera je neprobojna, jer čestica nema dovoljno energije da prođe kroz region $0 < x < d$.

U kvantnoj mehanici, međutim, vrednost talasne funkcije ne pada odmah na nulu, tako da postoji verovatnoća da čestica prođe kroz barijeru, tj. da tuneluje. Gruba aproksimacija

izraza (4.2) za $x = d$, pri vrednosti $B = 1$, a prema *Bohr*-ovoj interpretaciji elektrona, daje za verovatnoću tunelovanja:

$$P_{(T>)} \approx \exp \left[-2d \sqrt{\frac{2m(V-E)}{\hbar^2}} \right] \quad (4.3)$$

Izraz (4.3) pokazuje da verovatnoća tunelovanja čestice naglo opada sa: (1) debljinom barijere, (2) masom čestice, i (3) sa smanjenom $V-E$ vrednosti energije, u smislu poređenja sa vredostima koje zahteva klasična fizika da čestica prođe kroz barijeru. Ako uzmemo da elektron sa energijom $E-V=1eV$ treba da prođe kroz barijeru od 0,2 nm tada dobijamo da je verovatnoća tunelovanja elektrona 0,13. Međutim, ako posmatramo tunelovanje protona tada je verovatnoća 10^{-38} , što znači da je tunelovanje elektrona, kao male čestice, mnogo verovatnije nego tunelovanje protona, koji je 1836 puta veće mase nego elektron.



Slika 4.1 Barijera tunelovanja sa potencijalom barijere i mogućom talasnom funkcijom za česticu.

Neki važniji događaji iz oblasti nauke o tunelovanju dati su u Tabeli 4.1.

Tabela 4.1 Važniji događaji vezani za otkriće fenomena tunelovanja elektrona

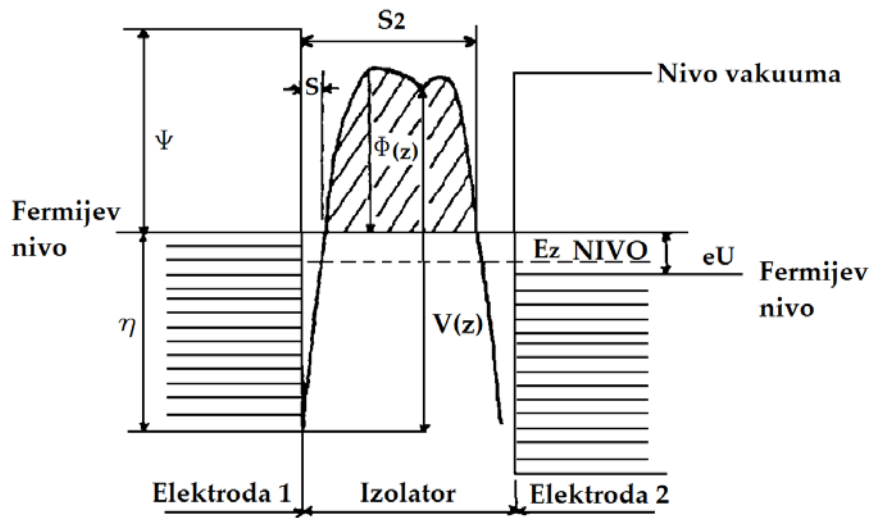
FENOMEN TUNELOVANJA	PRONALAZAČ	GODINA
Uočavanje emisionog polja iz metala	Lilienfeld	1922
Jonizacija atoma vodonika pomoću tunelovanja elektrona	Oppenheimer	1928
Objašnjenje emisionog polja	Fowler and Nordheim	1928
Teorija međutunelske povezanosti kod metala	Zener	1934
FEM mikroskop	Muller	1937
Uočavanje Zenerovog tunelskog prolaza	Chynoweth i McKay	1957
Tunelovanje elektrona u p-n spojevima	Esaki	1958
Proširenje Zenerove teorije na tunelske diode	Keldysh,	1958
	Price i Radcliffe,	1959
	Kane	1961
Perturbacioni postupak tunelovanja	Bardeen	1961
Tunelovanje Kuperovih čestica	Josephson	1962
Eksperimentalna potvrda Džosefsonovog efekta	Anderson,	1963
	Rowell,	1963
	Fiske	1964
Neelastična tunelska spektroskopija (IETS)	Jaklević i Lambe	1966
Tačkasto tunelovanje	Levinstein and Kunzlervon	1967
	Molnar i dr.	1967
Eksperimentalna opažanja Kulonove zaustavne sile tunelovanja elektrona	Zeller i Giaever	1969
Uočavanje tunelskog izobličenja	Lea i Gomer	1970
	Gadzuk i Plummer	1971
Spinsko polarizovano tunelovanje	Tedrow i Meservey	1971
Tunelovanje u vakuumu i topografiner	Young i dr.	1971
Skenirajući tunelski mikroskop (STM)	Binnig i Rohrer	1982
Teorija transverzalnog vremena tunelovanja	Buttiker i Landauer	1982
Teorija Kulonove zaustavne sile tunelovanja	Ben-Jacob i Gefen	1985
	Averin i Likharev	1986

4.1.2. Skenirajuća tunelska mikroskopija

Pre pronalaska STM bilo je poznato vakuumsko tunelovanje, koje su pronalazači STM iskoristili zajedno sa efikasnim tehnologijama skeniranja. Prva STM slika dobro poznate i definisane Si(111) površine, dobijena je sa atomskom rezolucijom, što je nagovestilo velike mogućnosti primene ove metode.

4.1.2.1 Naučno-tehnološke osnove

Naučne osnove tunelovanja elektrona razmotrićemo na primeru planarnog spoja metal-izolator-metal koji se može prikazati kao jednodimezionalni energetska potencijal (Slika 4.2). Pri tome se uvode dve pretpostavke: (1) izolator se nalazi u vakuumu i (2) obe elektrode se nalaze u termalnoj ravnoteži. Struja tunelovanja nastaje kao razlika $\Delta N = N_1 - N_2$, pri čemu je N_1 broj elektrona koji tuneluju od elektrode 1 prema elektrodi 2, a N_2 elektroni koji tuneluju od elektrode 2 prema elektrodi 1 nakon aktiviranja prednapona U na spoju.



Slika 4.2 Tunelska barijera opšteg tipa između dve metalne elektrode

Sledeće oznake u radu imaju značenje: v_z - brzina elektrona u pravcu z koordinate; $n(v_z)dv_z$ - broj elektrona po jedinici zapremine sa z - komponentom brzine između v_z i v_z+dv_z ; $D(E_z)$ -verovatnoća da elektron sa energijom $E_z = (m v_z^2)/2$ tuneluje kroz potencijalnu barijeru $V(z)$; $f(E)$ - Fermi-Dirac funkcija raspodele; $i_{E11} = m(v_x^2+v_y^2) / 2$. Sada možemo pisati za N_1 i N_2 :

$$N_1 = \frac{m}{2\pi^2\hbar^3} \int_0^{E_{max}} D(E_z) dE_z \int_0^\infty f(E) dE_{11} \quad (4.4)$$

i za

$$N_2 = \frac{m}{2\pi^2\hbar^3} \int_0^{E_{max}} D(E_z) dE_z \int_0^\infty f(E + eU) dE_{11} \quad (4.5)$$

odnosno, da je

$$\Delta N = \int_0^{E_{max}} D(E_z) \left\{ \frac{m}{2\pi^2 \hbar^3} \int_0^\infty [f(E) - f(E + eU)] dE_{II} \right\} \quad (4.6)$$

Verovatnoća tunelovanja elektrona kroz potencijalnu barijeru je:

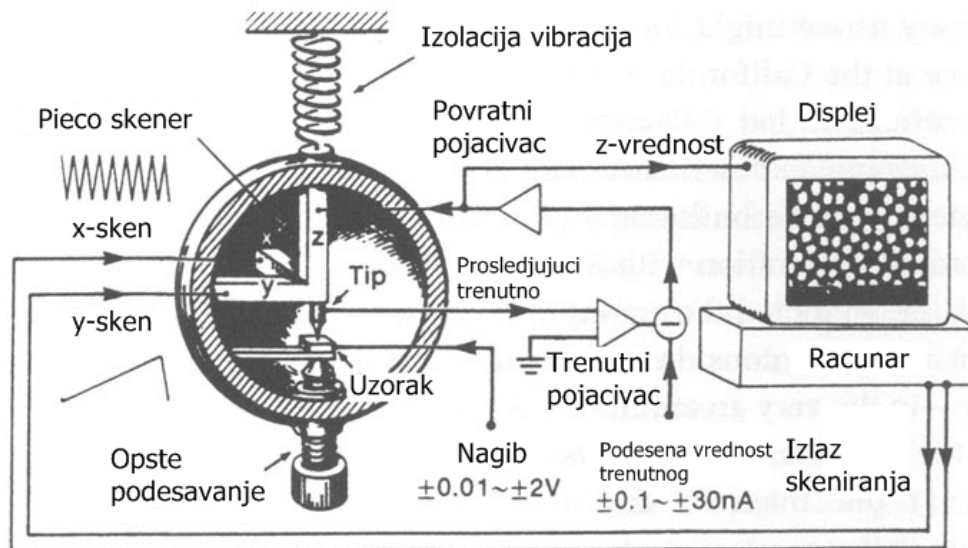
$$D(E) = \exp \left\{ - \frac{2 \cdot (2m)^{1/2}}{\hbar} \int_{S_1}^{S_2} [E_{F1} + \varphi(z) - E_z]^{1/2} dz \right\} \quad (4.7)$$

pri čemu je - E_{F1} - Fermijeva energija, a $\varphi(z)$ – prosečna vrednost potencijalne barijere iznad Fermijevog nivoa.

Za tačnija računanja, međutim, bilo bi potrebno uzeti u obzir da se tunelovanje elektrona ne dešava u apsolutnom vakuumu, da se proces dešava u sredini sa temperaturom T , i da fenomen međusobne interakcije metalnih elektroda ima uticaja na tunelovanje elektrona. Bez obzira na iznete aproksimacije izraz (4.7) ima svoje praktične vrednosti.

4.2.1 Aparatura

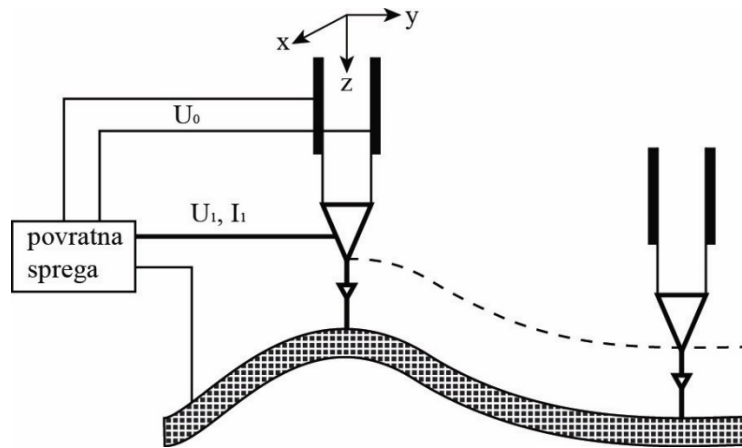
Uređaj STM se sastoji iz tri glavna dela: STM glave, kontrolne jedinice i računarskog sistema za obradu skeniranih podataka, vizualizaciju podataka i radnih parametara.



Slika 4.3 a Osnovne komponente STM i shematski prikaz međuzavisnosti

Osnovni princip rada STM dat je na Slici 4.3 a. Uzorak koji ispitujemo stavlja se na podlogu koja, kao i uzorak, mora biti poluprovodni ili provodni materijal (za neprovodne materijale upotrebljava se AFM - Atomic Force Microscopy, tehnika koja koristi sile elastičnosti materijala i specijalno napravljenog vrha).

STM može da radi na principu dva moda: konstantne struje ili konstantnog rastojanja. Na Slici 4.3 b dat je primer rada STM na bazi strujnog moda, kada šiljak prati površinu uzorka, pa se ta fina pomeranja prenose na kristalne strukture čija dilatacija, preko piezoelektričnih osobina kristala, proizvodi struje veoma malog intenziteta. One se pojačavaju i odvođe u aparaturu za memorisanje skenirajućih linija, koje se zatim softverski obrađuju i na ekranu daju obrađenu sliku.



Slika 4.3 b Shematski prikaz konstantnog strujnog moda za vreme rada STM aparature

Struja tunelovanja I može se napisati u formi prvog reda vremenski zavisne perturbacione jednačine:

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu, \nu} \{f(E)[1 - f(E_e + eU)] - -f(E_V + eU)[1 - f(E_\mu)]\} \cdot |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_V - E_\mu) \quad (4.8)$$

gde je: $f(E)$ - Fermijeva energija; U - prednapon; $M_{\mu\nu}$ - matrica tunelovanja elemenata neperturbovanih elektronskih stanja ψ_μ (vrha šiljka) i ψ_ν (površine uzorka); $E_\mu(E_\nu)$ - energija stanja ψ_μ (ψ_ν) kada nema tunelovanja.

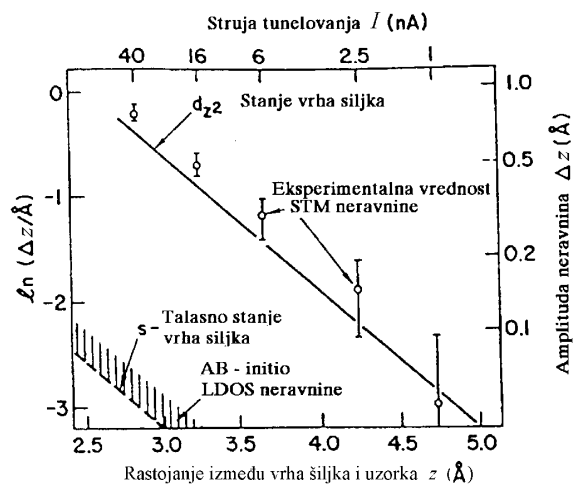
Slika 4.3 prikazuje teorijska i eksperimentalna rešenja za najbolju identifikaciju površine uzorka (visine neravnina) u zavisnosti od intenziteta struje tunelovanja i rastojanja između vrha sonde i podloge materijala.

4.2.2 Interakcija šiljak-podloga (uzorak)

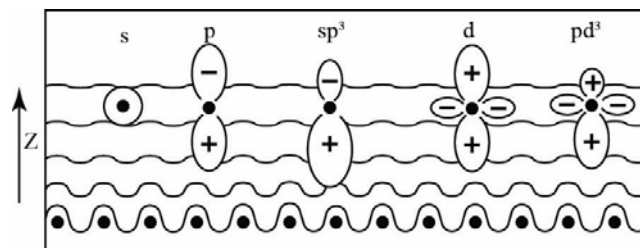
Danas su najviše u upotrebi sonde za STM od volframa (W), platine (Pt) i iridijuma (Ir). Stanje elektronske gustine na Fermijevom nivou za ova tri materijala je za s stanje 3,1%, 0,77%, 0,94%, odnosno za d stanje: 85%, 98% i 96%, respektivno. Kada su u pitanju p, sp^3 i pd^3 stanja onda je njihov odnos prema s i d stanjima sonde i podloge shematski dat na Slici 4.4.

Na Slici 4.4 shematski je prikazana interakcija sonde sa podlogom u zavisnosti od kvantnomehaničkog stanja atoma koji se nalaze na vrhu šiljka.

Preklapanje energija koje reprezentuju talasne funkcije vrha sonde sa atomskim stanjima podloge omogućava proces tunelovanja. Započinjanje tunelovanja zavisi od pozicije vrha sonde i stanja uzorka.

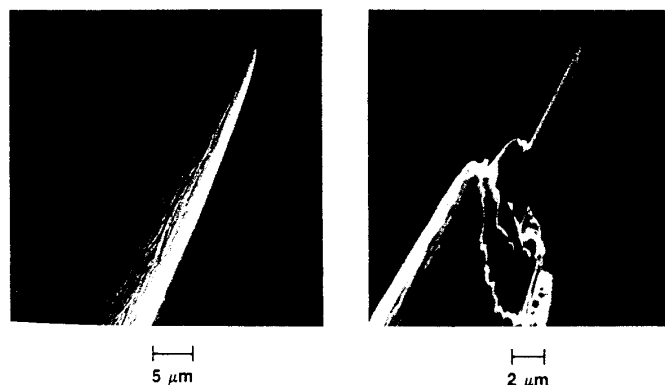


Slika 4.4 Zavisnost identifikacije veličine neravnina na površini uzorka, struje tunelovanja i rastojanja između vrha sonde i uzorka.



Slika 4.5 Mikroskopski aspekti dobijanja STM slika podloge pomoću različitih kvantnomehaničkih stanja sonde.

Postoji nekoliko metoda za dobijanje i obradu vrha sonde među kojima se tri najviše upotrebljavaju: mehaničko sečenje pod uglom, elektrohemijsko nagrizanje i fokusirani jonizovani mlaz (Slika 4.6). Na Slici 4.7 date su tri faze dobijanja vrha sonde pomoću fokusiranog jonizujućeg mlaza. Ovom metodom dobijaju se konusni oblici sa radijusom od svega 4 nm na vrhu sonde i uglom konusa od 10° .



Slika 4.6 Vrhovi sonde od volframa dobijeni pomoću elektrohemijskog nagrizanja (levo) i pod dejstvom jonizovanog mlaza.

Osnovna težnja je da vrh bude što oštrije da se po mogućnosti na njegovom vrhu nalazi samo jedan atom. Kako današnje tehnologije to ne omogućavaju sa potpunom sigurnošću, traga se za strukturama kod kojih je poznata konfiguracija vrha sonde. Jedan od ozbiljnih kandidata za dobar vrh sonde su nanotube. Na njihovom vrhu se nalazi tačno definisana struktura u formi pentagona (pet ugljenikovih atoma). Sa ovakvim materijalom poluprečnik vrha sonde bi bio oko 0,25 nm, što je za oko 15 puta manje nego kod postojećih rešenja.

4.3 Međuatomske, međumolekularne sile i *Atomic Force Microscopy* (AFM)

Dok kod STM vrh sonde ne dodiruje površinu nego se rastojanje između sonde i uzorka ostvaruje na bazi kontrole struje tunelovanja elektrona, kod AFM-a osnova je interakcija vrha i površine uzorka. Kako sila interakcije na zavisi od električne provodnosti uzorka to se mogu ispitivati i neprovodni materijali. Osnovne sile su *van der Waalove* interakcije

koje je 1873. godine otkrio *Johannes Diderik van der Waals* (1837.-1923.) radeći na izradi doktorske disertacije na temu realnih gasova.

Proces merenja međuatomskih i međumolekularnih sila je mehano-elektromagnetni (fizikohemijski). Kako je apsorpcija infracrvenog (IC) zračenja principijelno isti proces kao kod prenosa energije sa jednog mehaničkog oscilatora na drugi (rezonanca) to je mehatronika na nanonivou sasvim prirodan fenomen. Osnovni preduslov je da svi učesnici u energetskom procesu osciluju istom frekvencijom, ili da je frekvencija jednog jednaka celom umnošku frekvencija drugog oscilatora. Nakon ulaska u rezonancu, u sistemu koji je primio energiju povećava se amplituda oscilovanja dok se frekvencija ne menja.

Apsorpcija elektromagnetnog zračenja predstavlja kvantni proces koji se dešava kod većine molekula u IC spektru sa energijama od 8-50 KJ/mol i odgovara razlikama između vibracionih energetskih nivoa. Veza između mehaničkih i elektromagnetnih fenomena interakcije dva atoma ili dva molekula data je preko izraza:

$$v^* = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad (4.9)$$

gde je v^* talasni broj (cm^{-1}), c -brzina svetlosti, k – konstanta sile veze, i μ - redukovana masa: $(m_1+m_2)/(m_1 \times m_2)$.

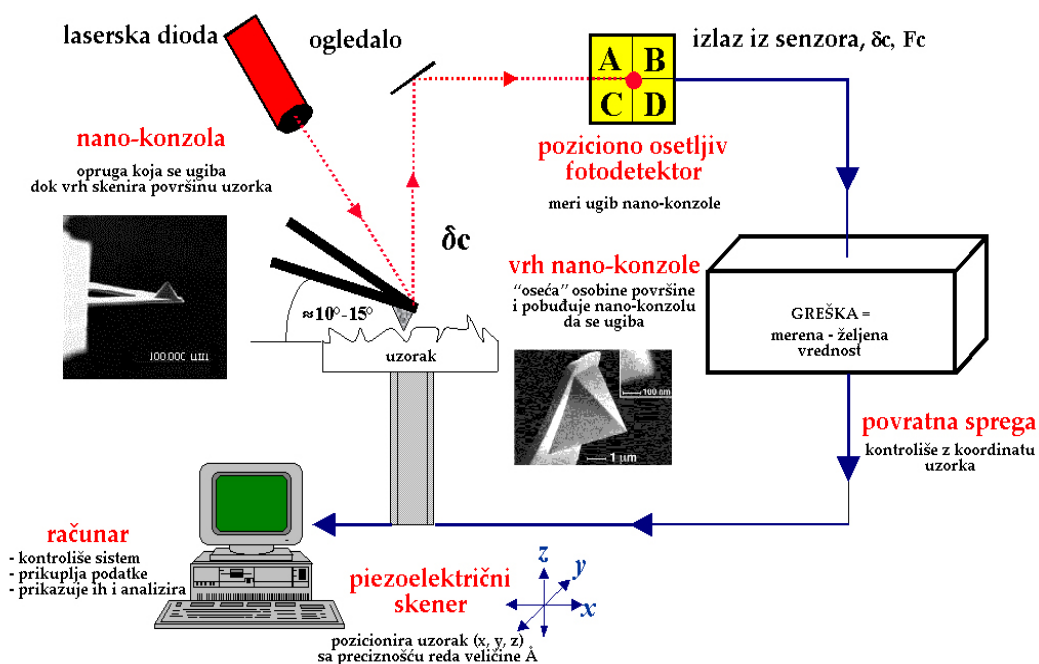
Na Slici 4.7 je dat shematski prikaz principa rada mikroskopa zasnovanog na međuatomskim i međumolekularnim silama. Uzorak koji se ispituje nalazi se na postolju koje pokreće piezoelektrični izvršni element, pomoću kojeg se ostvaruje kretanje uzorka u tri dimenzije: dve dimenzije ostvaruju ravansko skenirajuće kretanje – liniju po liniju, dok je treće, visinsko kretanje, diktirano informacijom koju generiše sonda koja se nalazi u stalnoj interakciji sa uzorkom i pod uticajem je privlačno-odbojnih sila koje potiču od njihove interakcije. Poznajući osobine kantilevera iz dobijene interakcije se dobijaju karakteristike ispitivanog materijala.

Privlačno-odbojne sile zavise od konture površine uzorka i usled promene visine konture one savijaju sondu. Upravljački sistem (PC računar) održava ugib sonde konstantnim, ali se usled zatalasanosti površine uzorka on stalno povećava ili smanjuje što se registruje laserskim zrakom koji se od vrha sonde odbija u fotodetektor pozicije, čija je svaka tačka opremljena senzorom-diodom koja lasersku odbijenu svetlost pretvara u električni signal.

Položaj odbijenog zraka, odnosno pozicija diode koja pretvara svetlosni signal u električni, omogućava stalno praćenje vertikalne pozicije – ugiba sonde.

Informacija o ugibu se prenosi u korekcionni element koji grešku, nastalu odstupanjem trenutne vrednosti ugiba od ravnotežne, zabeleženu na početku snimanja, koriguje tako što pomera uzorak, pomoću piezoelektričnog izvršnog elementa, u vertikalnom pravcu kako bi se ugib sonde stalno održavao na konstantnoj vrednosti. Sva pomeranja piezoelektričnog organa uzrokovana su promenama na konturi površine uzorka tako da zapis vertikalnog pomeranja uzorka (piezoelektričnog izvršnog elementa) zapravo predstavlja zapis izgleda konture površine uzorka. Podaci za svaku liniju – presek uzorka beleže se u računaru i na kraju se sve linije spajaju, čime se dobija 3D rekonstrukcija topografskog izgleda površine uzorka.

Atomic Force Microscopy (AFM) : Osnovne komponente i njihova funkcija



Slika 4.7 Shematski prikaz rada uređaja za merenje međuatomskih i međumolekularnih sila (AFM).

4.3.1 Fazno snimanje

Fazno snimanje je proširen tapping mod zasnovano na merenju kašnjenja faze sonde. Ova dodatna informacija se dobija od oscilatornog kretanja sonde i oslikava lokalnu viskoelastičnost, adheziju i frikcione osobine uzorka. Fazno snimanje se takođe koristi da bi se povećala varijacija topografije uzorka, jer nema uticaja na veličinu opsega ili frekvencije.

Fazno snimanje se obično koristi u kombinaciji sa “tvrđim” tapping modom koji zahteva materijal osetljiv na kontrast. Kako bi se dobili maksimalni podaci o topografiji, neophodno je uskladiti krutost sonde i površine ispitivanog uzorka.

4.3.2 Modulacija sile

Modulacija sile se koristi za ispitivanje polimernih smesa, otkrivanje prelaza između različitih komponenti u kompozitnim materijalima, određivanje homogenosti površina, identifikaciju kontaminiranosti, mapiranje mehaničkih svojstava biomaterijala itd.

Tehnika je zasnovana na merenju relativne krutosti ili elastičnosti različitih materijala u heterogenim uzorcima.

U ovom režimu, sonda pokušava da ostvari male oscilacije u vertikalnom pravcu sa frekvencijom mnogo većom od rasterskih frekvencija i mnogo manjom od sopstvene rezonantne frekvencije, ostajući u kontaktu sa površinom. Amplituda oscilovanja sonde varira u zavisnosti od trenja i elastičnosti uzorka.

Za dobijanje slika sa visokim kontrastom, sonda treba da se poklapa sa uzorkom u pogledu krutosti.

4.3.3 Mikroskopija bočnih i hemijskih sila

Lateral Force Microscopy (LFM) ili mikroskopija bočnih sila je proširen kontaktni režim, pri čemu je dodatni parametar detektovanja torzija (uvijanje) sonde koja se menja zavisno od sile trenja.

Mikroskopija hemijskih sila (CFM) je proširen LFM u kome se koristi hemijski osetljiva sonda za određivanje specifičnih interakcija sonda-uzorak. Rezultujuća slika daje informacije relevantne za hemijsku kompoziju površine.

4.3.4 Analiza krive sile

Svaka čestica blizu površine je pod uticajem privlačnih ili odbojnih sila. Ove međumolekularne sile mogu biti detektovane privlačenjem čestica na sondu.

Analiza krive sile se obično primenjuje za snimanje otklona sonde kada ona prijanja na površinu, a zatim se snima sila kao funkcija rastojanja između sonde i površine uzorka. Rezultat je kriva sile koja sadrži informacije o interakcijama dugačkih i kratkih rastojanja, kao što su elektrostatičke i magnetne interakcije. Slika intenziteta sile automatski skuplja podatke o sili na snimanoj površini.

Analiza krive sile je često komplementarna sa ostalim režimima skeniranja i daje dodatne informacije o interakciji sonda-uzorak. Velika adhezijska sila je znak kontaminacije.

Konvencionalne sonde mogu biti zamenjene koloidnim česticama od stakla, silikona, polistirena, različitih metala itd. Aplikacija uključuje i istraživanja različitih fenomena kao što su površinski napon u tečnostima, polarizaciju, hidrofobnost i hemijske sile.

4.3.5 Elektrohemijski SPM

Elektrohemijski (EC) SPM se koristi za ispitivanje elektronskih osobina i strukture elektroda i promena izazvanih hemijskim i elektrohemijskim procesima, fazne formacije i korozije. Uklanjanje organskih molekula i biomolekula u elektrolitima je takođe jedna od primena. EC-SPM se može primeniti *in situ* kao i *ex situ*.

In situ postavljanje omogućava merenje strukture površine elektroda. Ovo zahteva sondu sa hemijski inertnim prevlakama kao što je Cr-Au. Prevlake takođe povećavaju reflektivnost laserskog snopa. Kada se eksperiment sprovodi u fluidu, limit rezonantne frekvencije je 80 kHz za tapping mod prilikom korišćenja konvencionalne fluidne ćelije.

4.3.6 Mikroskopija magnetnih sila

Mikroskopija magnetnih sila (MFM) se koristi za snimanje gradijenta magnetnog polja i njegove distribucije po površini uzorka. MFM ima mogućnost snimanja magnetnog područja od svega nekoliko nanometara.

MFM koristi tehniku dva prolaza, a detektovanje magnetnih sila se vrši u drugom prolazu. Varijacije MFM uključuju *Magneto-resistive Sensitivity Mapping* (MSM) i *High Frequency MFM* (HF-MFM) kao i *Magnetic Dissipation Microscopy* (MDM).

Navedene tehnike zahtevaju upotrebu sonde sa magnetnom prevlakom (Co-Cr). Ista prevlaka je formirana i na poleđini sonde, zbog prevencije savijanja i povećanja refleksije laserskog snopa. Iako je sonda namagnetisana prilikom proizvodnje, poželjno je i dodatno, naknadno, namagnetisavanje pomoću magneta. Vrednost namagnetisanja sonde je obično između 50 i 100 nT.

Konstanta elastičnosti i rezonantna frekvencija sonde obezbeđuju stabilnost u tapping režimu i visoku osetljivost na slabe magnetne sile u drugom prolazu.

Za čuvanje ovih sonde mora se koristiti specijalna posuda (odvlaživač) da bi vlažnost bila kontrolisana. Takođe, moraju se zaštititi od dejstva vazduha i kiselina.

4.3.7 Slike visoke rezolucije

Od samog početka, AFM je bio obećavajuća tehnika za nedestruktivna ispitivanja sa molekularnom i submolekularnom rezolucijom. Međutim, nije jednostavno dobiti takvu rezoluciju. Za ostvarenje ovog cilja bilo je potrebno smanjiti na minimum veličinu sonde i registrovati što manju silu interakcije sonda-uzorak. Veličina sonde je odgovorna za geometrijske dilatacije, dok sila interakcije, ako nije „prirodna”, može dovesti do povećane deformacije površine i/ili destrukcije. Sa pronalaskom HI-RES (visoko rezolutnih) sonde, snimanje krhkih površina na molekularnom nivou je postalo ostvarljivo.

Takođe, HI-RES sonda omogućava visoku rezoluciju kod izrazito uskih površina kao što su pore ili oštre ivice kao ispitivanje hrapavosti sub-nanometarskih površina (deseti do stoti deo nanometra).

Dosadašnja iskustva ukazuju da postoje izrazite prednosti korišćenja ovih sonde kod tapping režima. Oštre sonde i male sile interakcije omogućavaju skeniranje “*light tapping*” (oštrina vrha sonde uzrokuje povećanje pritiska na kontaktnoj površini).

Prednosti ovih sonde su: (1) mala rezonantna amplituda (počinje od 0,2 V i dostiže 1,2 V), (2) odnos početne tačke je oko 0,9 (90% od amplitude slobodnih oscilacija), (3) brzina skeniranja počinje ispod 1 Hz, (4) veličina skenirane površine počinje od 50nm x 50nm i (5) preporučena hrapavost RMS površina je ispod 20 nm.

Korišćenje jakih sila (velika amplituda) rezultuju ireverzibilnom revolucijom sonde. Takođe je važna prevencija uništenja uzorka tokom procedure ispitivanja. Skeniranje hrapavijih površina (RMS hrapavost > 20 nm) može uključivati i posebne vrste sonde.

Korišćenje mekih HIRES sonde je prednost, kada se ispituju tvrde površine (kao što je silikon), jer ovo sprečava oštećenja. Kada se snimaju meke površine ove osobine pomažu da se izbegnu oštećivanja uzorka oštrim vrhom sonde.

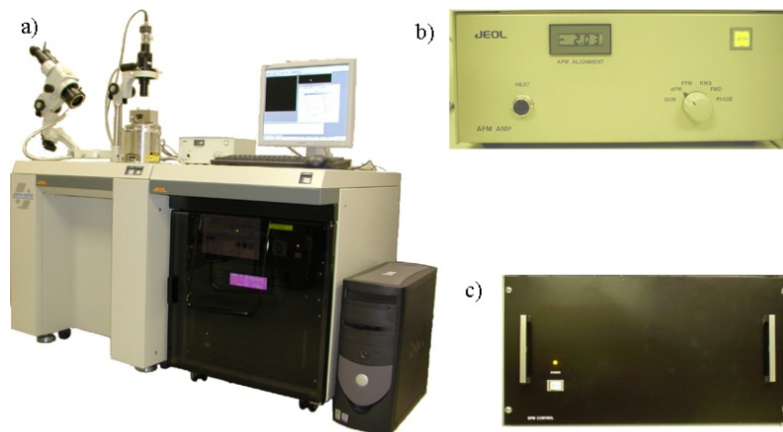
4.4 Nanotehnoški uređaj JSPM-5200

Integrirani nanosistemi za potrebe istraživanja i razvoja nanotehnologija i nanosistema su kompleksni uređaji kod kojih je moguće realizovati više radnih režima: STM, AFM, MFM, ECSPM i dr. Jedan od takvih uređaja je JSPM-5200.

4.4.1 Opis uređaja i komponenti

JSPM-5200 je integrirani nanotehnoški uređaj sa mnogostrukim mogućnostima tehnikama snimanja i merenja. U ovom poglavlju upoznaćemo se sa osnovnim komponentama i načinom na koji sistem funkcioniše.

JSPM-5200 (Slika 4.8) sastoji se od AFM baze (a), anti-vibracionog stola, AFM pojačivača (b), SPM kontrolera (c), računara, i opcionih komponenti kao što su mikroskopski sistem sa CCD kamerom, vakuum sistem i dr.

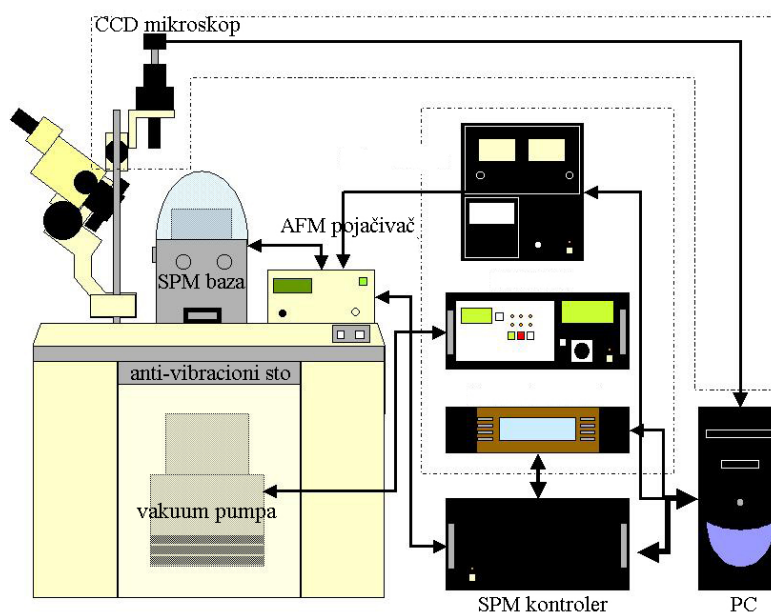


Slika 4.8 a. JSPM-5200 b. AFM pojačivač c. SPM kontroler

Shematski prikaz sistema dat je na Slici 4.9.

Prikazani su sledeći delovi sistema:

- SPM baza: merni deo mikroskopa koji se sastoji od AFM glave, stola i skenera.
- Anti-vibracioni sto: ima funkciju da onemogući prenos vibracija na uzorak.
- AFM pojačivač: spoj između SPM baze i SPM kontrolera. Sadrži signal-monitor AFM i on-off prekidač za lasersku diodu.
- uključeni su i: nosač sonde i nosač uzorka.

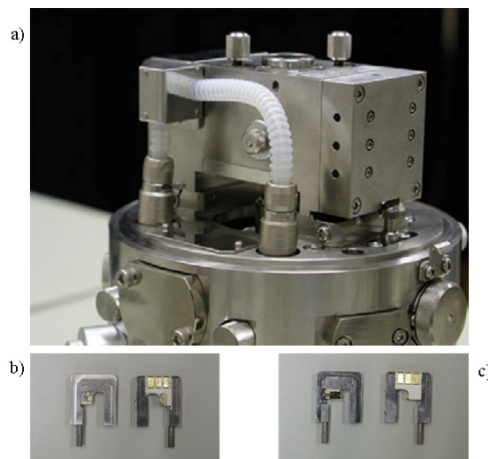


Slika 4.9 Shematski prikaz JSPM-5200 sa međusobno povezanim komponentama

4.4.2 Struktura AFM glave

AFM glava sadrži: lasersku diodu, sondu, ogledalo i fotodiode. Ove komponente su poznate kao “optički sistem sa sondom”. Glava takođe sadrži predpojačivač za signale laserskih dioda (AFM) i struje tunelovanja (STM).

Postoje dve vrste standardnih nosača sonde za JSPM-5200 AFM glavu. Na Slici 4.10. je prikazana glava uređaja, kao i nosač sonde za AFM i nosač sonde za STM skeniranje.

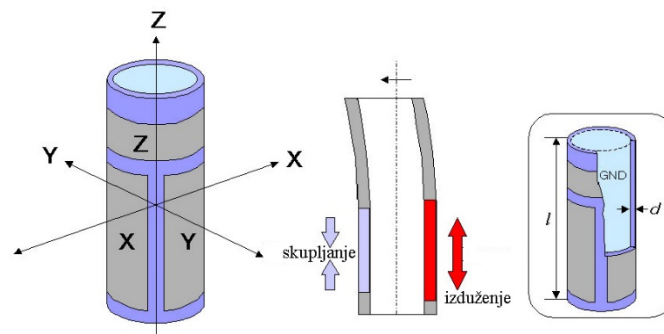


Slika 4.10 SPM glava (a), sa nosačem sonde za AFM (b) i nosačem sonde za STM skeniranje (c)

4.4.3 Struktura skenera

Skener je piezo element cilindrične geometrije, prikazan na Slici 4.11. Sadrži šest elektroda od kojih jedna vrši ulogu uzemljenja i nalazi se unutar skenera, a ostalih pet se nalazi spolja i kontrolišu pomeranje po osama (X1, X2, Y1, Y2, Z).

Piezo-električni kristali imaju odliku da se izdužuju kada se izlože pozitivnom naponu i da se skraćuju kada su izloženi negativnom naponu. Polaritet napona između elektroda X1 i X2 je suprotan. Skener je fiksiran na donjem delu, a kao rezultat se javlja istežanje s jedne strane (X1) i skraćenje sa druge (X2). Tako se vrh pomera horizontalno. Širina skeniranja određuje se prema dužini tube skenera i primenjenog napona. Stoga je potrebno više vremena za skeniranje velikih površina. U tom smislu, opciono su dostupni skeneri raznih dužina. Z elektroda se koristi za kontrolu udaljenosti između sonde i uzorka, tj. za merenje visine.



Slika 4.11 Shematski prikaz piezo skenera

4.4.4 Metode izbora sonde za AFM snimanja

Kod izbora sonde koja će se koristiti za AFM skeniranje, treba voditi računa o materijalu koji se koristi u smislu modula elastičnosti, karakteristika provodnosti materijala i obliku prema karakteru skeniranja koje se izvodi.

U slučaju kontaktnog AFM režima, važan faktor za dobijanje atomske i molekularne rezolucija je zakrivljenost vrha sonde. Sonde od ugljeničnih nanotuba su po tim karakteristikama izvanredne. Izbor modula elastičnosti zavisi od objekta opservacije. Niske vrednosti ovog modula ($<0,1$ N/m) omogućavaju skeniranje organizama i živih tkiva.

Sonde sa jednim pravougaonim vrhom visoke osetljivosti koriste se za merenje sile trenja, dok se za dobijanje slika električnih komponenti ispitivanog materijala koriste provodne sonde. One su načinjene od silicijuma i presvučene su slojem metala, ili se dobijaju dopiranjem silicijuma.

Sonde za AC režim treba da imaju rezonantnu frekvenciju oko 150 kHz. Ona zavisi od površinske tvrdoće ispitivanog materijala. Sonde sa niskom rezonantnom frekvencijom i malim modulom elastičnosti se koriste za meke površine kao što su organizmi i živa tkiva. Takođe, sonde sa niskim rezonantnim frekvencijama se koriste i za materijale koji apsorbuju vlagu (hidrofolične površine).

U slučaju skeniranja materijala sa magnetnim osobinama potrebno je koristiti sonde obložene magnetičnim supstancama. Njihove rezonantne frekvencije se kreću u rasponu od 50 kHz – 100 kHz.

Za dobijanje snimaka potencijala površine skeniranog materijala potrebno je koristiti provodne sonde. Njihova rezonantna frekvencija ima vrednosti od 50 kHz – 100 kHz.

Kod skeniranja u beskontaktnom režimu, rezonantna frekvencija sonde treba da iznosi više od 80 kHz. Sa povećavanjem rezonantne frekvencije raste i Q faktor, pa se povećava i osetljivost snimanja.

U Tabeli 4.2 dat je pregled tipova sondi i njihove osobine od značaja za snimanje određenih vrsta materijala.

4.4.5 Priprema uzoraka

SPM je uređaj koji ne zahteva komplikovane i skupe metode za pripremu uzoraka koji se skeniraju. Ipak, s obzirom da je to uređaj kojim se dobijaju podaci sa površine skeniranog subjekta potrebno je izvršiti izvesnu pripremu i praćenje stanja površine uzorka, naročito ako je on izložen željenim i/ili neželjenim promenama. Kada se na površini sakupe nečistoće može da dođe do gubitka provodnosti i u skladu s tim gubitak osobina koje omogućavaju normalan proces skeniranja. Primeri ovakvih artefakata su formirani oksidni filmovi, ugljen hidroksid, apsorpcija vlage itd. Ove promene će se zasigurno odraziti na kvalitet snimka, a merenja mogu postati naporna.

U pojedinim slučajevima je moguće površinu uzorka prebrisati polirajućom tkaninom, oprati sa 18.2 MΩ vodom (bez minerala) ili pod pritiskom oduvati čestice pomoću inertnog gasa, da bi se odstranile nečistoće. Međutim, ove metode ponekad ne daju željene rezultate pa je potrebno primeniti fizičke ili hemijske metode za adekvatnu pripremu uzorka.

Što se tiče postavljanja uzorka na nosač postoji nekoliko problema koje treba rešiti. Oni se pre svega odnose na karakter i oblik ispitivanog materijala. U nekim slučajevima je za fiksiranje uzorka na podlogu dovoljno upotrebiti obostrano lepljivu traku, ali se za ovu svrhu mogu koristiti i razne vrste pasti i gelova, naročito ako je potrebno obezbediti električnu provodljivost, na primer kod STM skeniranja.

Tabela 4.2. Tipovi sonde proizvođača μ -masch i njihove karakteristike vezane za izbor

	Naziv	Oblik vrha	Oblik sonde Materijal	Konstanta opruge (N/m)	Rezonantna frekvencija (kHz)
1	μ - masch NSC35/ALBS	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 10nm	Pravougaoni Silicijum	(a) 7.5 (b) 14.0 (c) 4.5	210 315 150
2	μ - masch NSC36/ALBS	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 10nm	Pravougaoni Silicijum	(a) 0.95 (b) 1.75 (c) 0.60	105 155 75
3	μ - masch NSC37/ALBS	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 10nm	Pravougaoni Silicijum	(a) 0.65 (b) 0.30 (c) 0.35	41 21 28
4	μ - masch NSC38/ALBS	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 10nm	Pravougaoni Silicijum	(a) 0.08 (b) 0.03 (c) 0.05	20 10 14
5	μ - masch NSC21/ALBS	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 10nm	Trouglasti Silicijum	(a) 1.0 (b) 17.5	25 210
6	μ - masch NSC21/ALBS	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 10nm	Trouglasti Silicijum	(a) 0.12 (b) 2.00	12 105
7	μ - masch NSC35/Ti-Pt	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 40nm	Pravougaoni Silicijum	(a) 7.5 (b) 14.0 (c) 4.5	210 315 150
8	μ - masch NSC36/Ti-Pt	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 40nm	Pravougaoni Silicijum (provodljiv)	(a) 0.95 (b) 1.75 (c) 0.60	105 155 75
9	μ - masch NSC18/Co-Cr	Konus Ugao konusa < 30° Poluprečnik < 40nm	Pravougaoni Silicijum (magnetizam)	(a) 3.50	75

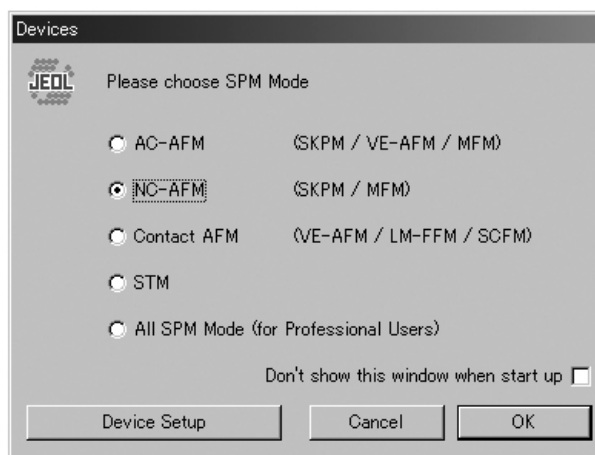
Za praškaste uzorke se koriste različite tehnike fiksiranja. Ponekad je moguće posmatranje cele čestice, pa se tada ona nekom metodom fiksiranja pričvrsti za podlogu. Međutim, prečnik čestica može da varira, pa je na podlozi potrebno obezbediti njihovu pravilnu distribuciju kako ne bi došlo do stvaranja nepotrebnih slojeva.

Praškaste uzorke je moguće i tabletirati u presama; na taj način se stvaraju tablete željenog prečnika i debljine, sa ravnom površinom koja je prilagođena za skeniranje u visokim rezolucijama.

Kod skeniranja tkiva živih organizama potrebna je prethodna priprema koja pre svega podrazumeva sečenje na odgovarajuće dimenzije i koje se izvodi mikrotomom, a zatim i fiksiranje isečenog uzorka, najčešće na staklenu pločicu za mikroskopska posmatranja pripremljenih preparata. Za posmatranje granulastih ili vlaknastih bioloških uzoraka kao što su bacili ili polimeri koriste se podloge koje imaju idealno ravnu (u atomskom smislu) površinu, kao što je liskun.

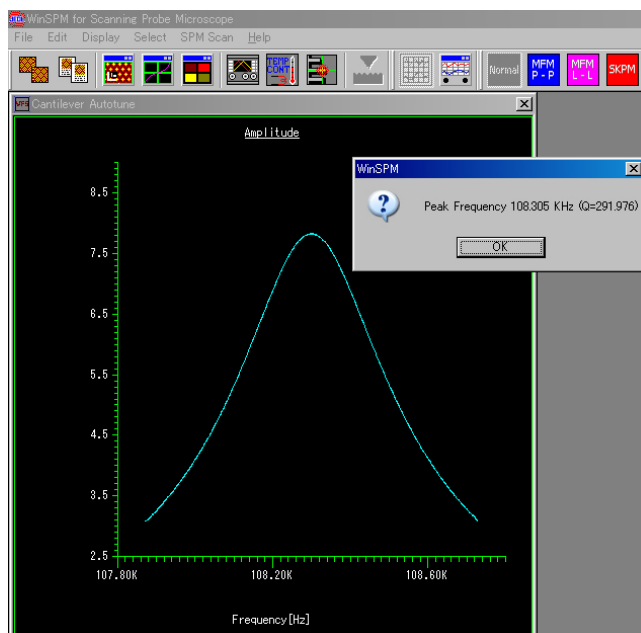
4.4.6 Primer AFM observacije upotrebom NC (*Non Contact*) režima, i upotreba programa WinSPM (*Scanning*)

Na početku rada, pri startovanju programa WinSPM otvara se početni meni u kome je potrebno izabrati stavku NC-AFM.



Slika 4.12 Početni meni programa WinSPM

U daljem radu je potrebno odrediti rezonantnu frekvenciju sonde i krivu Q faktora. Frekvencija se meri tri puta, pri čemu se opseg smanjuje posle svake iteracije kako bi se dobila veća tačnost. Rezultat merenja se dobija u prozoru prikazanom na Slici 4.13. Klik na OK dugme označava da je podešavanje završeno.



Slika 4.13 Određivanje rezonantne frekvencije sonde – rezultat merenja

4.4.6.1 Parametri *Control Panel*

Na Slici 4.14. su prikazani izgledi dva prozora (Control1 i Control2) u kojima se podešavaju parametri skeniranja. Pojedinačna podešavanja u ova dva dijalog prozora su:

- (1) Određivanje režima akvizicije podataka. Ovde se vrši izbor snimanja (topografija ili faza), kao i smer (napred (FW) ili nazad (BW))
- (2) *Scan Size* – određivanje veličine površine za skeniranje
- (3) *Clock* – određivanje brzine skeniranja. Skeniranje je brže ukoliko je numerička vrednost brzine manja. Brzina skeniranja se podešava u zavisnosti od površine i hrapavosti uzorka koji se skenira. Grublje i veće uzorke je potrebno skenirati sporije, da bi se na vreme očitale promene u topografiji površine.
- (4) (A) *Retract On/Off* – prekidač za uključivanje/isključivanje napona na Z piezo elementu.

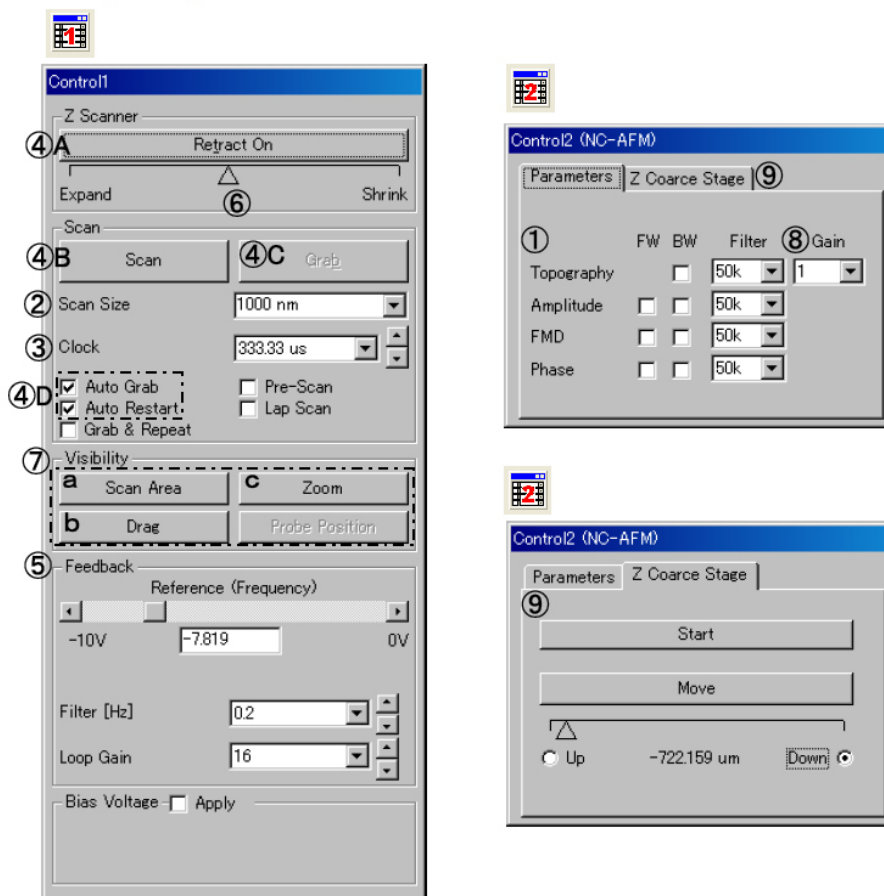
(B) *Scan/Abort* – komanda za početak i završetak skeniranja.

(C) *Grab/Cancel Grab* – automatsko snimanje slike skenirane površine kada se proces završi.

(D) *Auto Grab* – automatsko snimanje slike na disk, a ukoliko je opcija uključena, i komanda *Auto Restart* za automatsko započinjanje novog skeniranja iste površine.

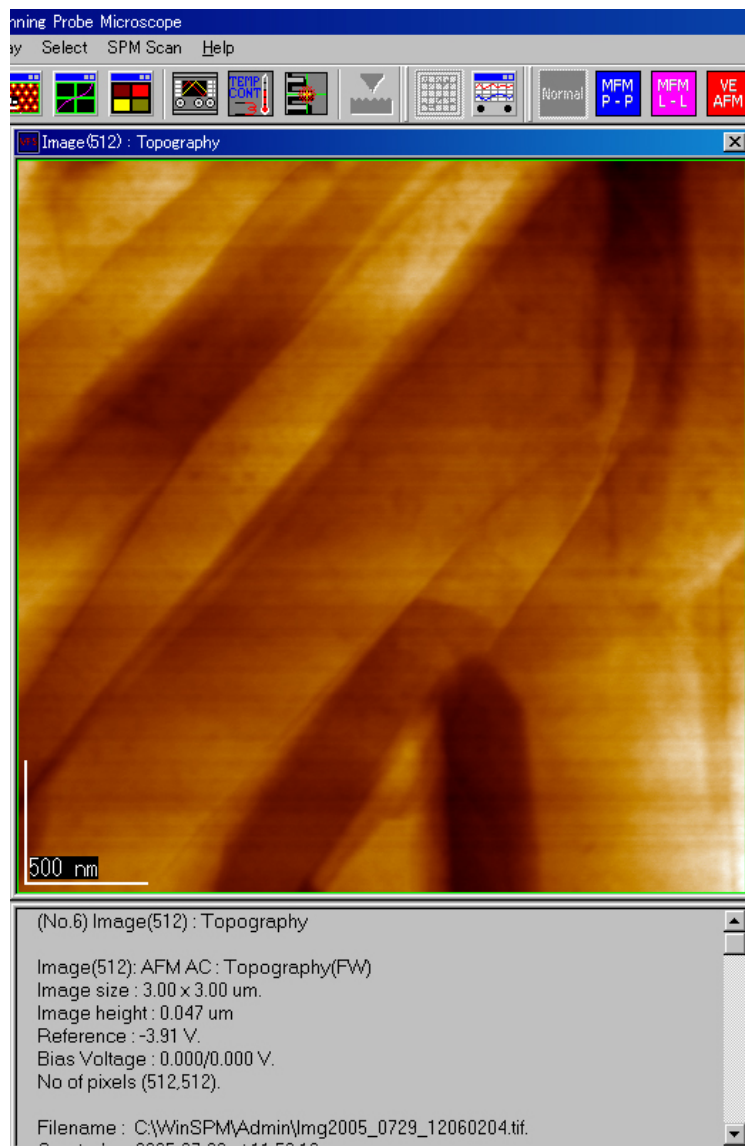
- (5) *Feedback* – podešavanje frekvencije, filtera i *Loop Gain*. Referenca je parametar koji utiče na udaljenost između ispitivanog uzorka i sonde, a opseg može da bude od 10 do 0 V. Privlačne sile između sonde i uzorka se povećavaju ako referentna vrednost ide prema 0 V. Filter je parametar (niskopropusni filter) za podešavanje odgovora Z piezo elementa. Povećavanjem numeričke vrednosti povećava se brzina reagovanja na napajanje strujom. Ako je povećanje preveliko, mogu se pojaviti mehaničke oscilacije piezo elementa. Ukoliko dođe do toga, vrednost treba odmah spustiti jer može doći do oštećenja piezo elementa.

Takođe, ako je ova vrednost suviše niska tada će odgovor biti suviše spor i sonda će se sudariti sa visokim delovima uzorka. Dakle, kako bi se dobio najbolji snimak, ova vrednost treba biti postavljena na samo malo ispod mesta gde počinje oscilacija.



Slika 4.14 Podešavanje parametara skeniranja

- (6) Indikator pozicije Z piezo elementa – pokazuje ekspanziju ili kontrakciju Z piezo elementa. Kada se indikator nalazi na maksimumu (desna ivica) i piezo je na maksimumu kontrakcije, a kada je indikator u minimumu (krajnje levo) i piezo je potpuno ispružen.
- (7) *Scan Area* – ova komanda otvara prozor sa površinom koja se skenira. Moguće je manuelno pomerati oblast koja se skenira, ili numerički odrediti položaj skenirane površine.
- (8) *Gain* – za većinu uzoraka odnos bi trebao biti postavljen na 1. Za visoke rezolucije i vrlo ravne uzorke *gain* može biti i veći, a 16 je maksimalna vrednost.
- (9) *Z Coarse Stage* – podešavanje visine Z. Moguća su dva smera, u zavisnosti od toga u kom smeru želimo da pomerimo uzorak.

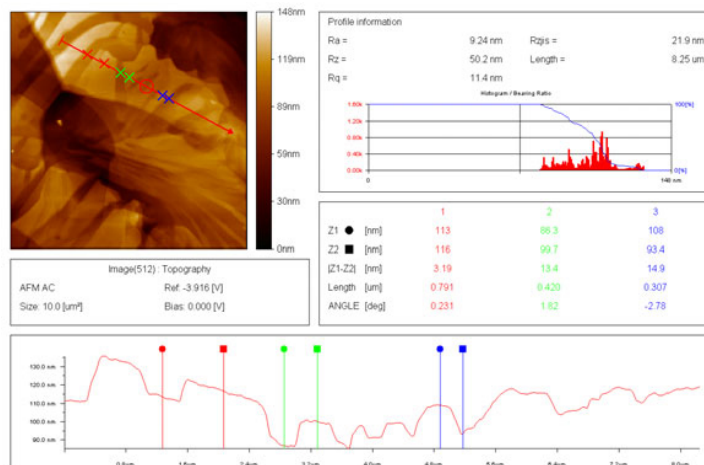


Slika 4.15 Rezultat skeniranja površine $3 \times 3 \mu\text{m}$ u NC modu, sa odgovarajućim parametrima skeniranja.

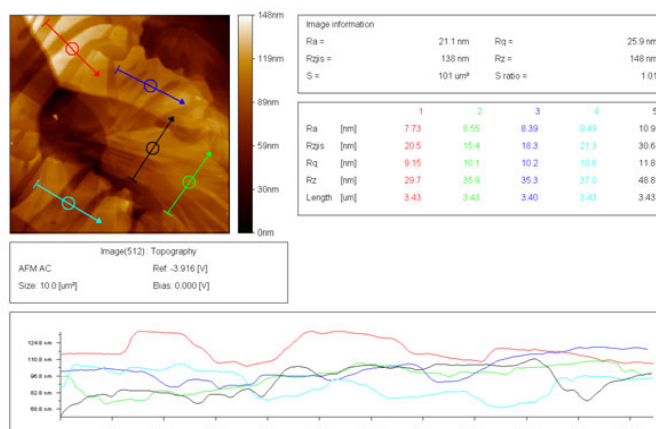
4.4.7 Analiza slike upotrebom programa WinSPM (*Processing*)

Ovaj programski paket omogućava korisniku obavljanje različitih funkcija za obradu kako bi se poboljšao kvalitet slike dobijene programom za skeniranje. Te funkcije uključuju: eliminaciju pozadine, nivelisanje slike, prilagođavanje osvetljenosti i kontrasta, primenu raznih filtera itd.

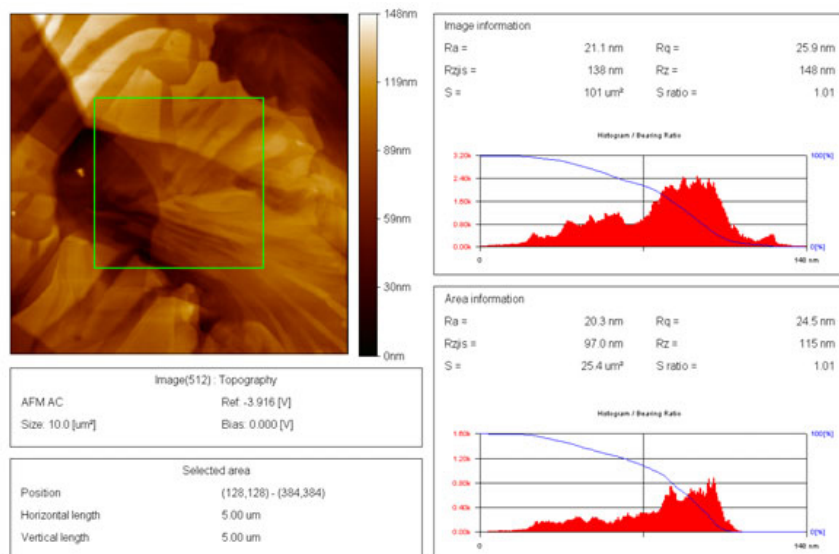
Analiza profila na slici skenirane površine može da se radi na više načina: *Single*, *Multi*, *Extra* i *Multiple Images*.



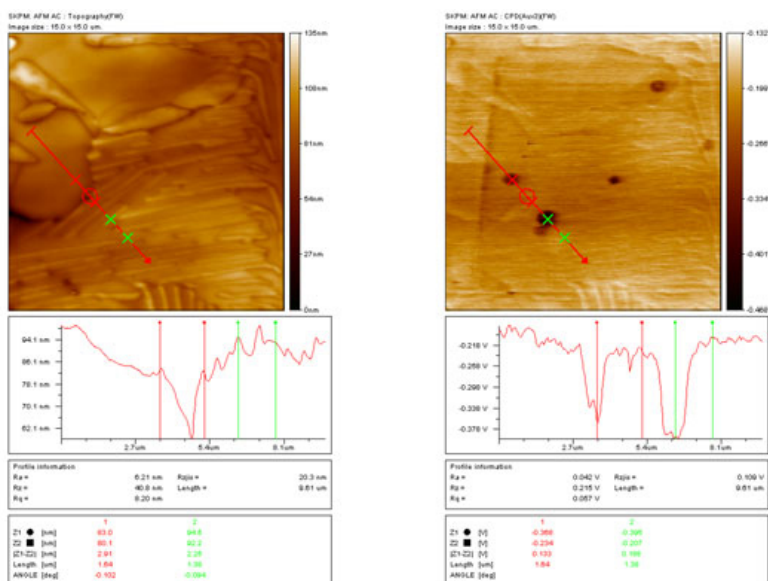
Slika 4.16 *Single*. Jedna proizvoljna linija može biti postavljena u bilo kom smeru unutar slike, a mere se udaljenosti između dve tačke i visinska razlika između do tri para markera.



Slika 4.17 *Multi*. Do pet proizvoljnih linija može biti postavljeno u bilo kom smeru unutar slike.

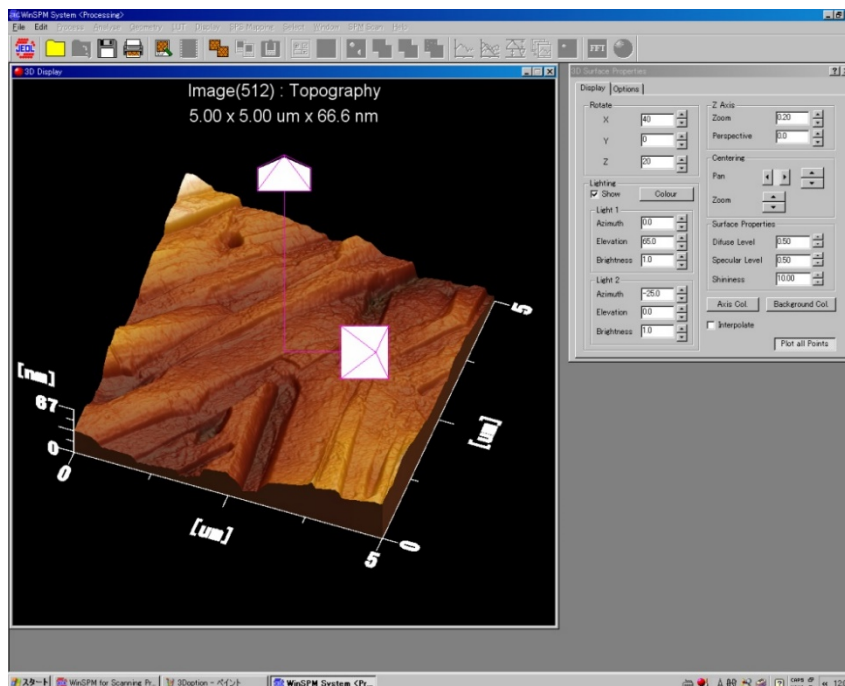


Slika 4.18 Unutar postavljene pravougaone oblasti meri se hrapavost skenirane površine.



Slika 4.19 *Multiple Images*. Mogu biti postavljene do tri slike a profil se analizira na istoj liniji.

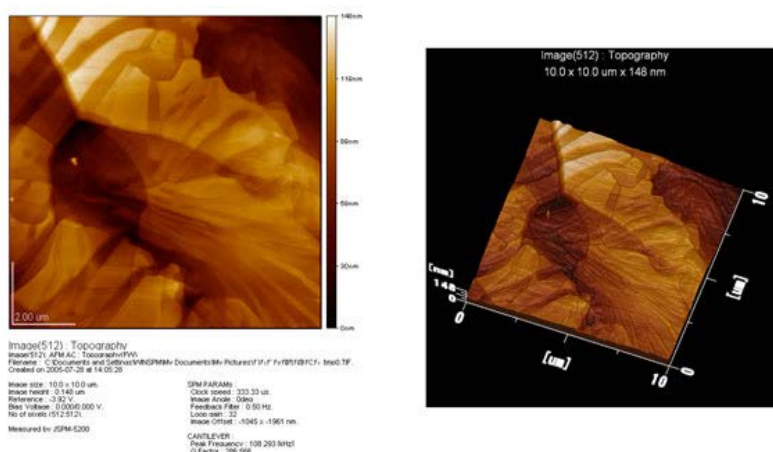
Ovaj program omogućava i generisanje trodimenzionalnih slika skenirane površine (ptičja perspektiva). Parametri koji se mogu podešavati su *Position* (smer prikaza), *Zoom* (visina po Z osi) i *Centering* (centriranje površine u odnosu na ekran).



Slika 4.20 3D prikaz skenirane površine sa prozorom za podešavanje parametara.

4.4.8 Kreiranje izveštaja

Ova funkcija se koristi za prikazivanje snimaka, vrednosti merenja, profila i 3D slika u obliku izveštaja za štampanje. Podrazumevana veličina je stranica A4 u vertikalnom položaju. Mogu biti prikazani i podaci o merenju za izabranu 2D sliku.



Slika 4.21 Report pripremljen za štampu, sadrži 2D sliku, podatke o snimanju i 3D prikaz iste površine.

4.5 Villarrubia metod eliminacije artefakata sonde

Jedan od načina pristupanja problemu artefakata koji potiču od geometrije sonde jeste da se za SPM snimke neravnina širine w_i , koje se nalaze na uzorku, može reći da su verodostojni samo ukoliko je $w \leq w_i$, gde je w prava širina neravnine. Bez poznavanja oblika vrha sonde nema određenijeg načina. Neravnine na stvarnoj površini mogu biti izuzetno oštre, ali sa svim vidljivim detaljima na snimku koji je zapravo snimak vrha sonde. Sa metrološke tačke gledišta, bilo bi značajno poboljšanje ukoliko bi bilo moguće merenje na samoj površini uzorka, i u tom slučaju bi se moglo zapisati $w_1 \leq w \leq w_i$, gde je w_1 širina oblasti na površini uzorka.

Poznati su pokušaji da se modeluju interakcije vrha sonde sa uzorkom i pronadu metode za rekonstrukciju stvarne površine iz dobijenih snimaka, ako je poznat oblik vrha [72]; [61]. Takođe, postoje metode za rekonstrukciju oblika vrha sonde sa snimka ako je poznata površina uzorka, što usmerava na kalibracione uzorke uz čiju pomoć se može odrediti geometrija vrha sonde pre snimanja nepoznatih uzoraka. Problem rekonstrukcije površine se u ovom slučaju prebacuje u proizvodnju precizne referentne površine.

U ovom radu je iskorišćen pristup određivanja geometrije vrhova kod kojeg nije neophodno da se poznaje geometrija. Granica vrha sonde se izračunava sa slike pomoću morfoloških ograničenja koja su inherentna u procesu snimanja. Sličnost gornje granice sa stvarnim vrhom povećava se s obzirom da referentna površina sadrži oštre neravnine.

Argumenti na kojima se zasniva ovakav pristup u velikoj meri se oslanjaju na matematičku morfologiju. Zbog toga je prvo neophodno da se odaberu i objasne teoreme na kojima se pristup zasniva.

4.5.1 Matematička morfologija i SPM snimanje

4.5.1.1 Korisne teoreme iz matematičke morfologije

Najpre će biti određene oznake, definicije i teoreme matematičke morfologije koje su od suštinskog značaja za narednu diskusiju. Ovi elementi su korišćeni iz literature [136]; [137]; [138].

Morfologija je grana teorije skupova. Kao takva, označava objekte kao skupove. Na primer, mikroskopski snimak uzorka se opisuje funkcijom, $s(x,y)$ da bi se predstavila njegova površina, a u morfologiji se opisuje kao skup S , sastavljen od svih tačaka sadržanih na površini uzorka. S obzirom da niža (donja) površina uzorka nije od značaja, upotrebljiva je tzv. *umbra* površine. Umbra je skup svih tačaka na ili ispod površine. Tako, umbra od $s(x,y)$ je $S = \{(x, y, z) | z \leq .s(x, y)\}$. U skladu s tim, $s(x,y)$ se naziva vrh S , označen sa $T[S]$.

Translacija skupa A za vektor b , označava se pomoću $A + b$ i definiše se kao skup dobijen dodavanjem vektora b svakom elementu skupa A . To jest, $A + b = \{a + b | a \in A\}$. Primetimo da je vrh $A + b$ element $a(x - b_x, y - b_y) + b_z$, gde indeksi označavaju komponente vektora b . Operacija od značaja u ovom radu biće refleksija (odraz) izvornog skupa A . Ona je definisan sa $-A = \{-a | a \in A\}$. Ako je A umbra onda $-A$ nije, ali je objekat čija je donja površina $-a(-x, -y)$. Refleksija je ukupna refleksija po x, y i z .

Dilatacija skupa A skupom B je označena kao $A \oplus B$ i definiše se na sledeći način:

$$A \oplus B = \bigcup_{b \in B} (A + b) \quad D1$$

Iz *grayscale* morfologije proizilazi teorema o vrhovima A i B kao vrh $A \oplus B$:

$$T[A \oplus B](x, y) = \max_{(x', y')} [a(x - x', y - y') + b(x', y')] \quad S1$$

Iz ovih formula se shvata da maksimalna operacija proširuje sve koordinate unutar površine, (x', y') , a a i b su funkcije koje opisuju vrhove A i B , respektivno.

Neke osobine dilatacije koje mogu biti izvedene iz D1 su:

$$A \oplus B = B \oplus A \quad S2$$

$$A \oplus (B \oplus C) = (A \oplus B) \oplus C \quad S3$$

$$(A + x) \oplus B = A \oplus (B + x) = (A \oplus B) + x \quad S4$$

$$B \supseteq C \Rightarrow A \oplus B \supseteq A \oplus C \quad S5$$

Za geometrijsku interpretaciju dilatacije, zamislićemo da su A i element strukturiranja B čvrsti objekti. Ako je jedna od tačaka sadržanih u B izvor, vrši se prevođenje slike tako da se ovaj izvor zasniva na svakoj od tačaka u A . Prostor obeležen od strane B tokom ovog procesa je $A \oplus B$. Ako B ne sadrži izvor, rezultat ove operacije je isti oblik, ali je transliran, kao što se može videti primenom Svojstva 4. Dilatacija uzrokuje da A poraste

u pravcima kontrolisanim elementom strukturiranja. Izbočine na A postaju šire ali tuplje (manje zakrivljene), a useci ili pukotine manje od B nestaju.

Erozija A prema B je označena kao $A \ominus B$ i definiše se na sledeći način:

$$A \ominus B = \bigcap_{b \in B} (A - b) \quad D2$$

Morfologija *grayscale*,

$$T[A \ominus B](x, y) = \min_{(x', y')} [a(x - x', y - y') - b(x', y')] \quad S6$$

Neke osobine erozije su:

$$(A + x) \ominus B = (A \ominus B) + x \text{ i } A \ominus (B + x) = (A \ominus B) - x \quad S7$$

$$B \supseteq C \Rightarrow A \ominus B \subseteq A \ominus C \quad S8$$

Interesantno je razmišljati o eroziji kao obrnutoj dilataciji. Dok dilatacija prouzrokuje rast A , erozija, kako to i samo njeno ime podrazumeva, izaziva njegovo smanjivanje. Dok dilatacija proširuje izbočine i uklanja useke i/ili pukotine, erozija smanjuje izbočine i skoro u potpunosti uklanja one manje od B , a uvećava useke i/ili pukotine.

Dilatacija i erozija su mnogostruka mapiranja i stoga nisu strogo inverzne. Neke informacije o veličinama manjim od strukturnog elementa se gube (na primer kada dilatacija uklanja pukotinu). U posebnim slučajevima $(A \oplus B) \ominus B$ može biti jednako A , ali sve što se sa sigurnošću može garantovati je da će sadržati A .

Izdvajanje A od B se obeležava sa $A \circ B$ i definiše se kao:

$$A \circ B = (A \ominus B) \oplus B \quad D3$$

Neke osobine izdvajanja su:

$$A \circ B = \bigcup \{B + y \mid B + y \subseteq A\} \quad S9$$

$$(A \oplus B) \circ B = A \oplus B \quad S10$$

$$A \circ B \subseteq A \quad S11$$

Spajanje A sa B se obeležava se $A \bullet B$ i definiše se kao:

$$A \bullet B = (A \oplus B) \ominus B \quad D4$$

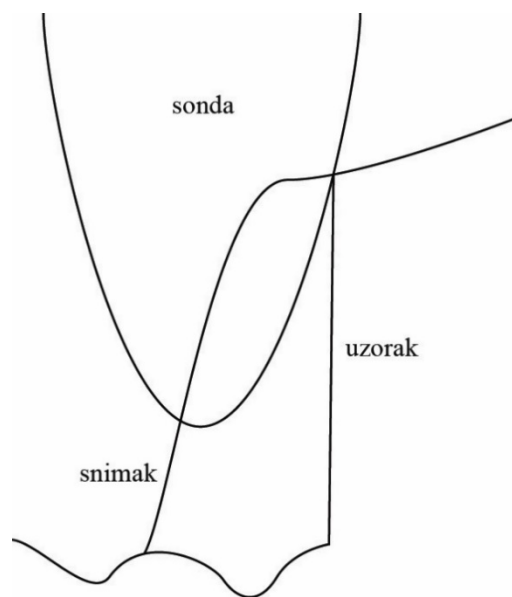
Neke osobine su:

$$(A \ominus B) \bullet B = A \ominus B \quad S12$$

$$A \bullet B = \supseteq A \quad S13$$

4.5.2 Morfološki opis procesa snimanja

Slika 4.22 prikazuje tipičnu geometriju sonde/uzorka tokom SPM snimanja. Snimanje se vrši prilikom kretanja vrha sonde preko površine uzorka. Na svakoj poziciji na površini uzorka kontroliše se visina vrha sonde, a izmerena veličina preko povratne sprege podešava dok ne dostigne unapred zadatu vrednost. Položaj vrha sonde određuje visinu tačke na tom mestu na uzorku. Izmerena vrednost od koje zavisi povratna informacija zavisi od režima skeniranja. Za STM to je struja tunelovanja. Kod kontaktnog AFM režima to je sila koja se očitava na sondi. Aproksimacija koju je neophodno usvojiti je da je u oba navedena režima postupak skeniranja ekvivalentan spuštanju vrha sonde sve dok on ne dodirne ili skoro dodirne površinu. Ni za STM ni za AFM ova aproksimacija nije tačna. Kod STM-a, na primer, postoji tunelski gep od 0,5 - 1 nm i mogućnost da on može da varira u opsegu od 0,1 nm tokom skeniranja. Složenost interakcije uzorka i sonde može dovesti do deformacije reda veličine 0,1 nm u slučaju tipičnih AFM sila.



Slika 4.22 Geometrija AFM skeniranja: pozicija vrha sonde definiše snimak

Ako su s , i i t funkcije koje opisuju gornje površine uzorka i slike i donju površinu vrha sonde kao funkcije ravanske koordinate x , tada je:

$$i(x) = \max[s(x') - t(x' - x)] \quad (1)$$

Uzimajući u obzir prethodno navedene definicije i označavanje, ovo može da se zapiše kao:

$$I = S \oplus (-T) \quad (2)$$

gde su I , S i $-T$ umbre koje opisuju sliku, uzorak i refleksiju vrha preko izvora. Reflektovani vrh se često pojavljuje u ovim jednačinama, pa je korisno pojednostavljenje dodeljivanjem sopstvenog simbola:

$$P = (-T) \quad (3)$$

Važno je napomenuti da za ispravne rezultate ove refleksije moraju biti određene u sve tri koordinantne ravni, kako bi se dobila odgovarajuća geometrija sonde. Sam vrh sonde će se nalaziti u koordinantnom početku, odnosno:

$$p(0, 0) = 0 \quad (4)$$

Ovim izborom, ako je kontaktna tačka koja je formirala datu tačku slike bila vrh sonde, tada je $i = s$ u toj tački. Na osnovu Svojstva 4 drugi izbori koordinatnog sistema dovode do toga da se slika translira u odnosu na skeniranu površinu. Takođe, s obzirom da P sadrži izvor ($\{0\} \subseteq P$) i pošto primenom Definicije 1, $S \oplus \{0\} = S$, na osnovu Svojstva 5 proizilazi:

$$I \supseteq S \quad (5)$$

To jest, uzorak je podskup snimka, ili ekvivalentno, vrh snimka je formiran kao gornja granica vrha uzorka.

4.5.3 Procena geometrije vrhova sonde

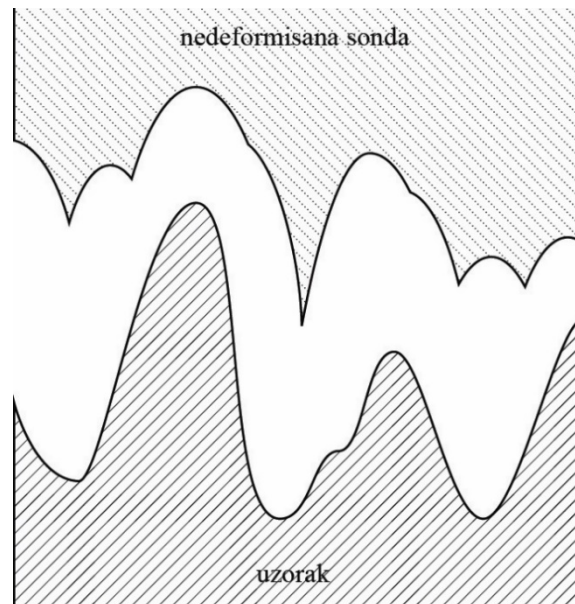
4.5.3.1 Vrh bez distorzije

Ako druga tačka koja nije vrh sonde stupi u kontakt sa uzorkom, onda je na odgovarajućoj tački slike $i \neq s$, a oblik vrha sonde je napravio izobličenje. Postoji jednostavan izraz za najveći vrh koji bi proizveo dati snimak bez izobličenja. S obzirom da je moguće imati barem grubu procenu radijusa na vrhu (npr. iz specifikacije proizvođača), ovaj najveći neizobličeni vrh, koji ćemo nazvati P_{nd} (odnosno T_{nd} za nereflektovani oblik), koristan je u određivanju da li će interakcije sonde biti od značaja. P_{nd} se određuje sledećim izrazom:

$$P_{nd} = I \ominus I \quad (6)$$

Dokaz: Želimo da pokažemo da, ako je P neizobličen, onda je $P \subseteq P_{nd}$. Zamenom I u S u (2) i upotreba Svojstva 2 daje $P \oplus I = I$. Sada izdvajamo I sa obe strane, zamenjujemo P_{na} sa $I \ominus I$ na desnoj strani i primenjujemo Svojstvo 13 na levu stranu izraza. Rezultat je $P \subseteq P_{nd}$, kako je zahtevano.

Slika 4.23 ilustruje upotrebu jednačine (6). Zbog jednostavnosti prikazani su samo preseći snimka i vrha sonde. Donja kriva je snimak, a gornja je njegova odgovarajuća $T_{nd} = -P_{nd}$. Refleksija pretvara zahtev $P \subseteq P_{nd}$ u zahtev da se stvarni vrh sonde nalazi iznad površine T_{nd} prikazan na slici kada je postavljen preko nje, a vrhovi se podudaraju.



Slika 4.23 Primer profila površine (donja kriva) i sonde (gornja kriva). Svaki vrh sonde prouzrukuje određeno izobličenje snimka površine

4.5.3.2 Gornja granica na vrhu geometrije sonde

Imajući u vidu izraze za odnos između snimka, površine i vrha u morfološkom smislu, postojeće morfološke mogućnosti postaju snažan alat za dobijanje rezultata koji su relevantni kod SPM snimanja. Jedan takav rezultat je:

$$I \circ P = I \quad (7)$$

Ovo proizilazi direktno iz jednačine (2) i Svojstva 10.

Razmatranje ćemo nastaviti koristeći jednačinu (7) za vezivanje oblika vrhova. Potrebno je uklanjanje translacionih stepena slobode tako da sonde mogu biti postavljene na standardnoj lokaciji za upoređivanje. To znači usvajanje standardnog koordinatnog sistema u kojem će reflektovani vrh P biti opisan. Možemo izabrati ovaj koordinatni sistem tako da najveća vrednost visine z reflektovanog vrha bude $P = 0$. Za jednostavne sonde sa jednim vrhom ovo predstavlja jednoznačni vrh same sonde. Za sonde sa višestrukim vrhovima iste visine, koordinatni početak se postavlja na jedan od njih. Prema tome, originalni vrh sonde postaje jedna unapred poznata tačka u inače nepoznatoj geometriji vrha sonde.

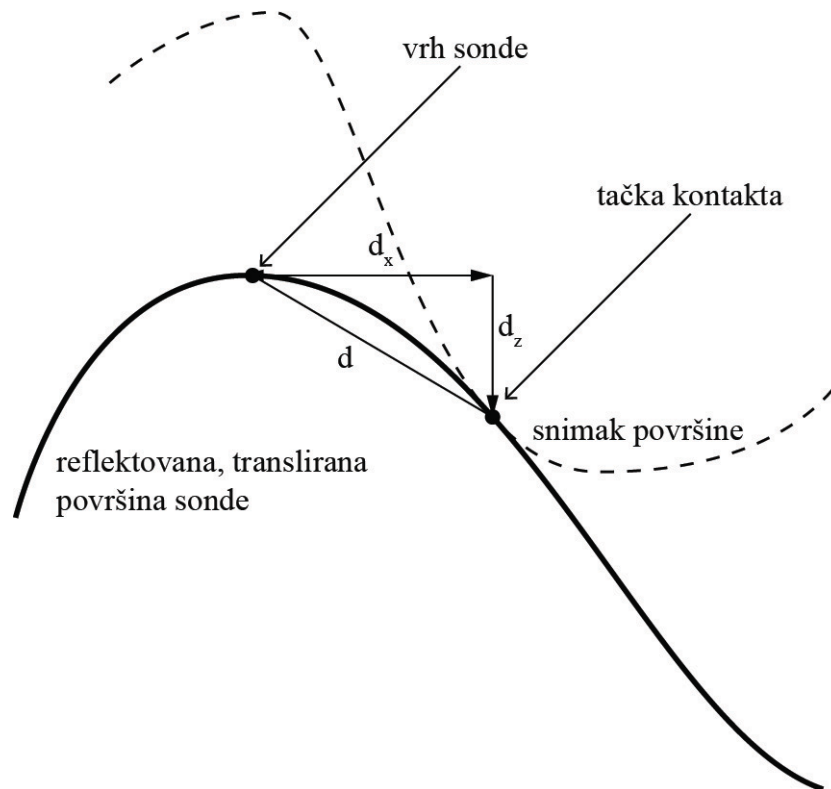
Kombinovanje jednačine (7) sa Svojstvom 9 daje:

$$I = \cup\{P + y | P + y \subseteq I\} \quad (8)$$

Prethodna jednačina opisuje sledeće: svaka tačka na snimku I je sadržana u jednoj ili više translacija u skupu reflektovanog vrha P , a translacije su ograničene uslovom da se ni jedan deo translirane sonde ne može nalaziti iznad površine I . Posebno, svaka tačka na površini I mora dodirnuti površinu u jednoj ili više tačaka transliranu površinu P .

Razmotrićemo geometriju jedne od ovih dodirnih površina kao što je prikazano na Slici 4.24. Ovde pretpostavljamo da translirani vrh sonde dodiruje sliku u x i da je pomerena od vrha za veličinu d . Ovo odstupanje se razlikuje u zavisnosti od dodirnih tačkaka na slici, tako da je d u opštem slučaju funkcija od X . Izraz za translirani vrh je $P - d + x$, pa je uslov da se translirani vrh nalazi u potpunosti na ili ispod površine I :

$$\forall x \in I, \exists d \in P | P \subseteq I + d - x \quad (9)$$



Slika 4.24 Geometrija refleksije sonde koja skenira površinu na donjoj strani slike. Vrh mora biti u stanju da dodirne svaku tačku uzorka bez prodiranja kroz njegovu površinu

Dalja strategija je sledeća:

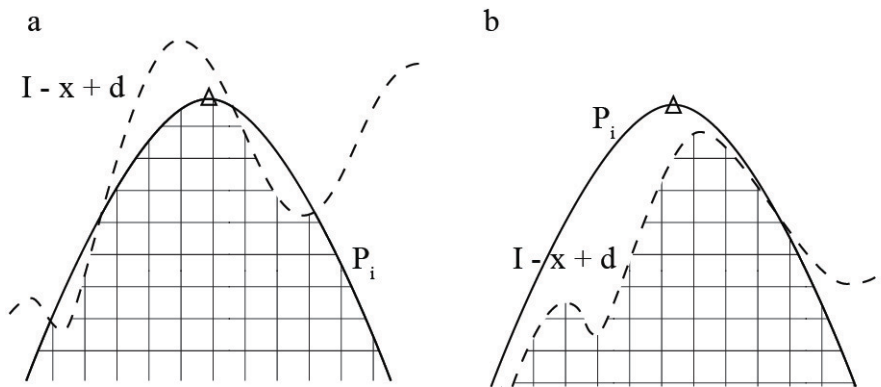
- (1) Određuje se početna gornja granica P_0
- (2) Tačke na P_0 su d_0 , i zamenjuju se tačkama d na desnoj strani jednačine (9). Sada je $d_0 = d$ (ako je tako, proizilazi da je d_0 tačka zajednička za P_0 i P), ili je z komponenta od d_0 veća od d . U svakom slučaju, odnos izražen u jednačini (9) ostaje tačan nakon zamene.
- (3) Tako modifikovana jednačina (9) se koristi da bi se dobila još jedna (manja) gornja granica P_1 .
- (4) Proces se ponavlja počevši od P_1 , i tako dalje do P_i .

Za naše sadašnje potrebe dovoljno je izabrati za P_0 prav kružni cilindar sa radijusom većim u odnosu na predviđenu veličinu vrha sonde, ali manjim u odnosu na veličinu slike.

U i -toj interakciji imaćemo poznatu gornju granicu:

$$P \subseteq P_i \tag{10}$$

P_i se koristi za izračunavanje d_i , koje zamenjuje d u jednačini (9). Jednačina (9) je tačna za neke (najmanje jednu) vrednosti d_i , i za svaku vrednost x . Postoje dve vrste ograničenja koja moraju biti ispravno kombinovana. Kada ne znamo koja je d_i stvarna tačka dodira, najviše što možemo reći jeste da je P podskup skupa oblika određenih jednačinom (9) za sve moguće vrednosti d_i . Slika 4.25a. prikazuje jedan od elemenata ovog skupa, ilustrujući kako se ograničavaju mogući oblici vrhova sonde. Ovde je (nepoznat) oblik vrha zamenjen (poznatom) gornjom granicom P_i . S obzirom da je P_i veća od pravog oblika vrha, površine P_i i I mogu da se preklapaju, kao što je prikazano na Slici 4.25. Ako je prikazana vrednost d_i bila zapravo tačka dodira, jednačine (9) i (10) zahtevaju da procena vrha bude revidirana prema dole do označenog nivoa, koji je $(I - x + d_i) \cap P_i$. Unija će sadržati mnoge izraze ovog oblika, po jedan za svaku moguću vrednost d_i .



Slika 4.25 Situacija u kojoj određena tačka vrha sonde poznatog oblika (puna linija) dodiruje površinu (isprekidana linija) u tački x . Dotaknuta tačka je obeležena kvadratom, a vrh sonde trouglom. Ako se vrh sonde i površina uzorka preklapaju, presek može ili (a) uključiti ili (b) isključiti vrh sonde

Međutim, postoje neke vrednosti $d_i \in P_i$ koje nisu moguće kao dodirne tačke. One ne smeju biti uključene u navedenu uniju. Ovo je ilustrovano na Slici 4.25b. U ovom slučaju nije moguće revidirati veličinu vrha na označeni nivo, jer bi to značilo da je $p(0, 0) \neq 0$, u suprotnosti sa jednačinom (4). Zaključak je da ovaj izbor d_i , nije moguća dodirna tačka. Da bi se ovo dodatno ograničenje uzelo u obzir, definisaćemo podskup $P_i(x)$, koja isključuje nedozvoljene vrednosti d :

$$P_x = \{d | d \in P_i \wedge 0 \in I - x + d \} \quad D5$$

Ovde je dodat uslov da vrh sonde bude sadržan unutar translirane slike. Posle uvođenja ove definicije možemo izraziti skup kao:

$$\forall x \in I, P \subseteq \bigcup_{d \in P'_i(x)} (I - x + d) \cap P_i \quad (11)$$

Desna strana jednačine (11) je $[(I - x) \oplus P'_x] \cap P_i$, na osnovu Svojstva 1. Izraz na desnoj strani definiše skup čija površina oblikuje graničnu površinu na originalnom obliku sonde. Za svaku vrednost x postoji jedna takva granična površina. Pošto je jednačina (11) tačna za svako x , ona mora biti tačna za presek.

$$P \subseteq \bigcap_{x \in I} [(I - x) \oplus P'_i(x)] \cap P_i \quad (12)$$

Prema gore navedenom planu definišemo jednačinu iteracije:

$$P_{i+1} = \bigcap_{x \in I} [(I - x) \oplus P'_i(x)] \cap P_i \quad (13)$$

Definisali smo rekonstruisani oblik vrha kao granicu do koje niz P_i konvergira:

$$P_R = \lim_{i \rightarrow \infty} P_i \quad (14)$$

Dokaz da je ova granica dobro definisana se zasniva na dve činjenice. Pošto je P_i jedan od elemenata preseka i nalazi se sa desne strane jednačine (13), $P_i + I \subseteq P_i$, ispostavlja se da P_i formira monotono opadajući niz. Dalje, iz jednačine (12) vidi se da je iterativni proces ograničen odozdo od strane P . Granične monotone sekvence su konvergentne, pa se zaključuje da je P dobro definisano i:

$$P_R \supseteq P \quad (15)$$

Za implementaciju u algoritmima korisnije je upotrebiti jednačinu (13), koja za slučaj površina glasi:

$$p_{i+1}(x) = \min_{x' \in D_I} \{ \max_{d \in D_p} \{ \min [i(x + x' - d) + p_i(d) - i(x'), p(x)] \} \} \quad (16)$$

4.5.4 Izbor početne gornje granice

U praksi, snimak je zabeležen kao matrica veličine $m \times n$. Shodno tome, pogodno je da se i P_0 predstavi kao niz vrednosti visina.

Otvoreno je pitanje o tome koja veličina polja će se koristiti za P_0 . Moguće je, ali se ispostavlja da nije korisno, izabrati za P_0 oblast iste veličine kao što je i veličina slike. U pogledu snimka, ne možemo da znamo da li je on dobijen od vrha koji se nalazio sasvim

blizu površine uzorka, tako da predstavlja neiskrivljenu sliku površine S , ili vrhom čija je refleksija $P = I$ sa uzorka koji ima izuzetno uzak šiljak.

P_R je u suštini rezultat postupka “fitovanja”, u kojem se sonde testiraju na donjoj strani slike i odbacuju ako ne zadovolje pretpostavljene zahteve. Ako je P iste veličine kao I , hipotetički vrh treba samo da se uklapa u sliku na jednoj lokaciji. Ako je $P (m/10) \times (n/10)$ onda svaki izbor P mora biti testiran na najmanje 100 nezavisnih lokacija na slici. Broj stepeni slobode je jednak broju elemenata u površi koja je izabrana na vrhu sonde. Ako je kod ovog “fitovanja” dozvoljeni broj stepeni slobode uporediv sa brojem tačaka sa kojih se očitavaju podaci, dolazi do nedovoljno ograničenog problema, čije rešenje nema statistički značaj.

Da bi rezultat bio statistički značajan, domen P_0 treba da bude mali u poređenju sa onim na snimku. Sa druge strane, očigledno je poželjno odabrati domen dovoljno velik da ne isključuje delove vrha koji zapravo dolaze u kontakt sa površinom tokom snimanja. Pošto oblik vrha nije *a priori* precizno poznat, poželjno je odabrati veličinu nekoliko puta veću od procenjene kako bi ostavili prostor za grešku. U praksi, domen nad kojim je čak i tup vrh u interakciji sa površinom, toliko je mali u poređenju sa slikom da je lako zadovoljiti oba ova kriterijuma. Ako rezultujuća P_R ukazuje da je izbor veći nego što je potrebno, računanje se može ponoviti.

Nakon što je izabrana veličina domena P_0 , preostalo je odrediti početne vrednosti. S obzirom da smo izabrali koordinatni sistem tako da je za vrh sonde $z = 0$, postavljanje svih elemenata niza na 0 osigurava da P_0 bude gornja granica.

Bolji izbor može se napraviti ako se primeti da neke vrednosti x u jednačini (13) dovode do strožijih ograničenja od nekih drugih vrednosti. Konkretno, zapazimo da P_i (Definicija 5) sadrži samo $d = 0$, kada je x jednak najvišoj tački na slici, s obzirom da svaka druga vrednost d postavlja vrh sonde na viši nivo od $I - x + d$. Isto važi i za lokalne maksimume unutar I , pod uslovom da nema više tačaka sa otiskom sonde na slici. Ovo zapažanje u suštini govori da se na slici mogu lako identifikovati tačke gde d mora biti nula. Neka je M skup tih tačaka, koje predstavljaju izolovane lokalne maksimume. Jednačina (13) samo za ove tačke daje procenu početnih vrednosti:

$$P_0 = \bigcap_{x \in M} (I - x) \quad (17)$$

4.5.5 Upotreba P_R za oporavak snimka površine

S obzirom na snimak i poznatu geometriju vrhova, postoji jasna morfološka jednačina za izraz koji opisuje najbolju moguću rekonstrukciju površine.

Razmotrićemo skup S_r , definisan kao:

$$S_r = I \ominus P \quad (18)$$

Ovaj skup S_r je aproksimacija stvarnog uzorka. S obzirom da je $I = S \oplus P$ (jednačina (2)), imamo $I \ominus P = (S \oplus P) \ominus P$. Leva strana jednačine je S_r . Desna je, po Definiciji 3: $S \bullet P$. Zatim, prema Svojstvu 13:

$$S_r \supseteq S \quad (19)$$

Dalje je:

$$S_r \oplus P = I \quad (20)$$

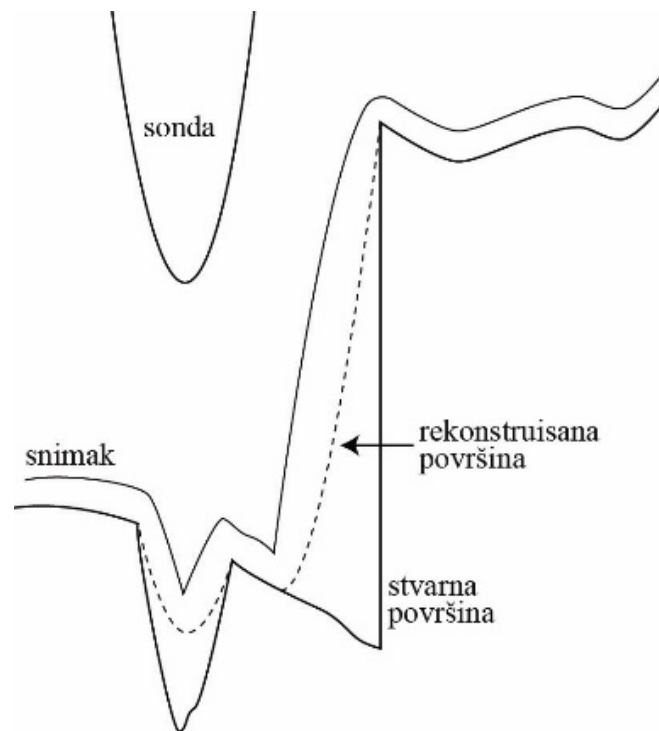
Značaj ova dva rezultata je sledeći: jednačina (19) kaže da je S_r aproksimacija stvarnog uzorka u smislu da je to njegova gornja granica. Jednačina (20) govori da je to najbolja aproksimacija koju ćemo dobiti (tj. najmanja gornja granica).

Sa poznatim vrhom sonde i oporavljenim snimkom površine, možemo detaljnije pogledati proces dobijanja snimka. Pošto vrh sonde bude postavljen sukcesivno na svakoj poziciji snimka, očekivan je čest slučaj da će vrh biti u kontaktu sa površinom S_r u jednoj tački. Šta nam to govori o odnosu između stvarne i oporavljene površine u tom trenutku? Mora postojati bar jedna tačka u kojoj se dodiruju vrh sonde i stvarna površina uzorka. Jedini kandidat za ovu tačku je ona u kojoj T dodiruje S_r . Nijedna druga tačka na S ne može biti dovoljno visoka da dostigne T , jer su sve tačke na S ograničene iznad S_r . Dakle, procesom eliminacije možemo doći do:

$$s_r(x) = s(x) \quad (21)$$

Slika 4.26 ilustruje značenje ovih rezultata. Prikazani su poprečni presek površine, sonda koja se koristi za snimanje, i odgovarajući snimak površine izračunat pomoću jednačine (2). Takođe je prikazan rekonstruisan snimak površine, izračunat iz jednačine (18). Na samom dnu uzorka prikazana je malo udubljenje koje je nedostupno za vrh sonde. S obzirom da ove tačke nikad nisu dodirnete sondom, nije ih moguće povratiti. Umesto

toga, rekonstruisana površina u ovom regionu je gornja granica u obliku vrha sonde, koja predstavlja najdublju moguću penetraciju vrha.

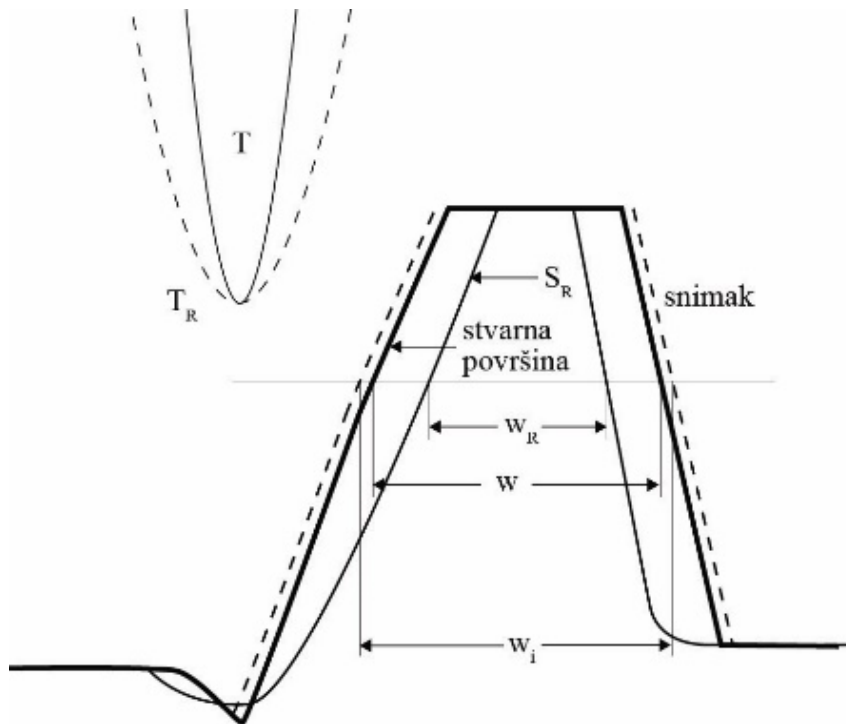


Slika 4.26 Stvarna površina uzorka, vrh sonde i odgovarajući snimak. Rekonstrukcija površine je prikazana kao tačkasta linija i razlikuje se od stvarne površine uzorka

Postavlja se pitanje šta učiniti ako ne znamo P , a potrebna je gornja granica P_R ? Definišimo S , kao skup dobijen rekonstrukcijom površine pomoću gornje granice umesto stvarnog oblika:

$$S_R = I \ominus P_R \quad (22)$$

Svojstvo 8 kaže da je erozija opadajuća funkcija elementa strukturiranja. To jest, što je veći pretpostavljeni oblik vrha, manja je oporavljena površina. Korisnost ovog modela je ilustrovana na Slici 4.27., na kojoj se vidi merenje širine strukture bez obzira na njeno poreklo.



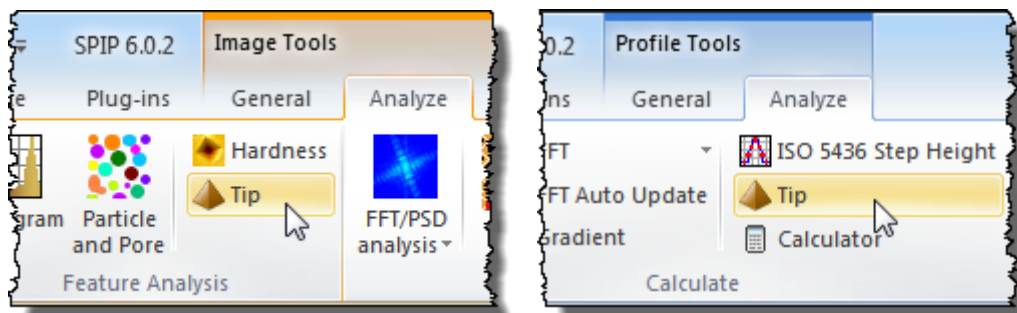
Slika 4.27 Rekonstrukcija površine korišćenjem aproksimativnog vrha sonde koji je tuplji od pravog vrha. Pravi vrh (T) i aproksimacija (T_R) su prikazani gornje levo. Označena je snimak, realna površina i rekonstruisana površina (S_R). Rekonstruisana površina je prikazana kao puna linija u slučaju da T_R dodirne S_R u samo jednoj tački, a u suprotnom je prikazana kao isprekidana tačkasta linija

Vrh korišćene sonde (označen sa T) daje profil predstavljen isprekidanom linijom T_R . Oblik T nije poznat, tako da proizvodimo površinu S_R erozijom pomoću $P_R = -T_R$. Ovo stvara indikovanu površinu. Oporavljena površina je prikazana punom linijom gde god je je to moguće po jednačini (21). Proces snimanja pomera bočne zidove useka ka spolja, što na snimku rezultuje širinom većom od prave ($w_i \geq w$). Proces oporavka podrazumeva ponovno pokretanje zidova. Erozija vrhom većim od stvarnog pomera ih više nego što je realno stanje uzorka. Širina merena od oporavljene površine je stoga manja od prave širine ($w_R \leq w$). Na ovaj način se snimak i oporavljena površina mogu koristiti za povezivanje realne širine iznad i ispod.

4.6 Karakterizacija sonde

Karakterizacija sonde je izvršena u programskom paketu SPIP koji poseduje odgovarajući modul i za karakterizaciju vrha sonde koja je korišćena za skeniranje realnog uzorka. Osnovne metode koje se koriste se oslanjaju na metode slepe rekonstrukcije koju su opisali *J. S. Villarrubia* i *P. M. Villiams* i saradnici.

Karakterizacija vrhova može da se izvede na topografskim slikama i profilima. Koristi se komanda *Tip* koja se nalazi u panelu *Analyze*. Kada je u pitanju analiza sa profilnog snimka, komanda za ovaj alat se nalazi u grupi *Calculation*, i panelu *Analyze*:



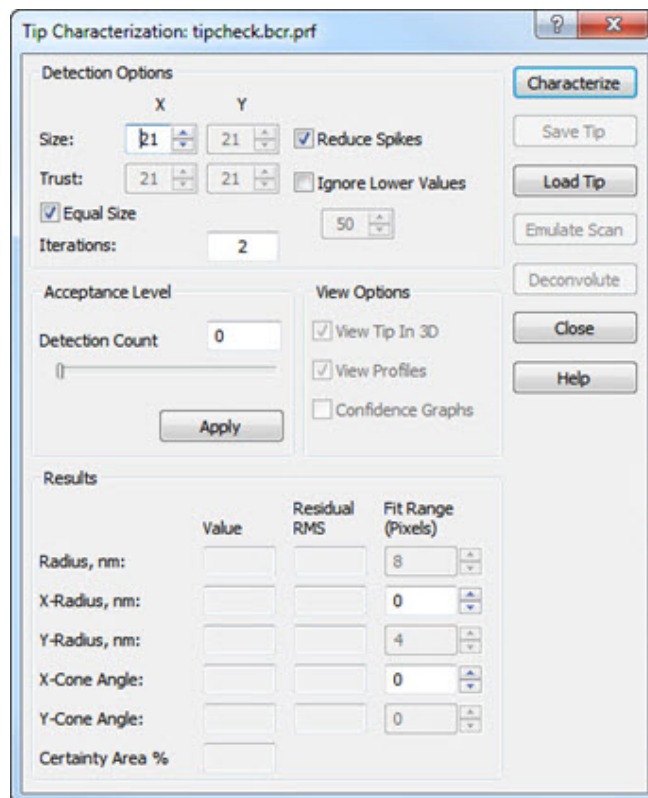
Slika 4.28 Ekranski prikaz menija softvera SPIP, i komanda *Analyze Tip*

Postoje četiri vrste funkcionalne obrade: *Tip Deconvolute*, *Tip Characterize*, *Tip Load* i *Tip Characterization*.

Moguće je kombinovati korelaciono usrednjavanje na strukture koje se ponovljaju i na taj način se minimizuju uticaji spoljašnjeg šuma.

Dijalog *Tip Characterization*

U dijalogu *Tip Characterization* mogu se podesiti različiti parametri detekcije koji utiču na rezultat. Važno je primetiti da, ukoliko možemo da pretpostavimo da nema drugih uticaja na izobličenje slike osim artefakata sonde; program može da izračuna najgori mogući slučaj. Ovo samo predstavlja mogućnost da se uz pomoć jednog pronađenog vrha sonde skenira cela površina, ali u stvarnosti to ne mora da bude istinito.



Slika 4.29 Ekranski prikaz dijaloga *Tip Characterization*

Elementi dijaloga *Tip Characterization*

Detection Options

Size

Parametar *Size* definiše broj piksela na vrhu koji treba proceniti, a moguće su neujednačene opcije za dimenziju po x koordinati u opsegu od 3 do 255, dok se vrednosti za y koordinatu postavljaju između 1 i 255. Imajući ovo u vidu, omogućeno je da se vrh sonde uvek može postaviti u sredinu.

Veličine x i y ne mogu da budu veće od polovine odgovarajuće dužine na površini snimka. Postavljanjem veličine za y na 1 piksel moguće je izračunati x -profil vrha, ali ne i najviši vrh na snimku. Ovo je korisno za jednodimenzionalnu strukturu, pri čemu se informacije o vrhu sonde mogu dobiti samo po jednoj osi.

Iterations

Broj iteracije određuje koliko puta će rekurzivni algoritam proći kroz snimak. Pri prvom prolazu se ocenjuju samo pravi maksimumi. Na osnovu ovoga možemo da kreiramo tzv.

mapu izvesnosti (*Certainty Map*) tako što emuliramo skeniranje sonde. Dobija se slika koja govori koji deo realnog snimka je skeniran od strane vrha i može joj se sa sigurnošću verovati. U drugoj iteraciji se svi lokalni maksimumi, u oblastima koje su sa sigurnošću proverene, koriste za dalje procenjivanje sonde i kreira se nova mapa sigurnosti. Treća i svaka sledeća iteracija je slična drugoj, s tim što su svaki sledeći put uključeni svi pouzdani pikseli. Vreme izračunavanja je linearno povezano sa brojem iteracija i zbog njegove uštede u većini slučajeva nije potrebno koristiti više od 3 iteracije.

Trust

Trust pixel area definiše koliko je piksela pouzdano u drugoj i svakoj sledećoj iteraciji.

Prilikom procene velike površine vrha sonde neizvesnost graničnih tačaka biće znatno niža od središnjih piksela, pa se može smanjiti površina izvesnosti, jer će biti teško da se vrh dovede do nižih nivoa površine. To znači da će biti manje mesta na osnovu kojih se mogu izvući informacije o obliku vrhova. Ako ovo iz nekog razloga predstavlja problem, uvek se može redefinisati oblast i smanjiti broj izvesnih piksela tako da bude manji od početne površine, što znači da ćemo ignorisati spoljne delove vrhova prilikom izračunavanja zone izvesnosti.

U praksi, i u većini slučajeva, trebalo bi zadržati područje izvesnosti u istoj dimenziji kao što je i veličina vrha.

Reduce Spikes

U zavisnosti od kvaliteta snimka, rezultat karakterizacije vrhova može biti pod uticajem šuma. Stoga je u ovim slučajevima važno imati dobar način da se smanji nivo šuma. Kada je opcija *Reduce Spikes* uključena, vrh se prethodno izračunava korišćenjem samo prve iteraciju prethodno opisane. Iz x i y profila vrha se procenjuju nagibi na samom vrhu. Ako su kosine na samom vrhu veće od nagiba neposredno ispod, smatra se artefaktom šuma. U tom slučaju se visina vrhova spušta tako da nagibi na vrhu ne prelaze one neposredno ispod. Iskorišćavanjem saznanja o smanjenom šumu možemo sada otkriti sve delove slike gde imamo vrhove oštrije od vrha sonde, a zatim smanjiti ove vrednosti tako da oni u sledećim iteracijama ne prouzrokuju precenjenu oštrinu vrha sonde.

Mora se imati na umu da će snimak dobijen posle ove intervencije biti promenjen, ali ova tehnika je najbolji način za otkrivanje i eliminaciju vrhova nastalih kao posledica šuma.

Ignore Lower Values

Uključujući ovu opciju moguće je ignorisati vrhove u donjim delovima snimka. Ovo će skratiti vreme obrade i ograničiti neželjeni uticaj na male vrhove šuma. Posebno je korisno prilikom ispitivanja namenski napravljenih uzoraka u kojima se vitalne informacije nalaze u gornjem delu strukture.

Acceptance Level

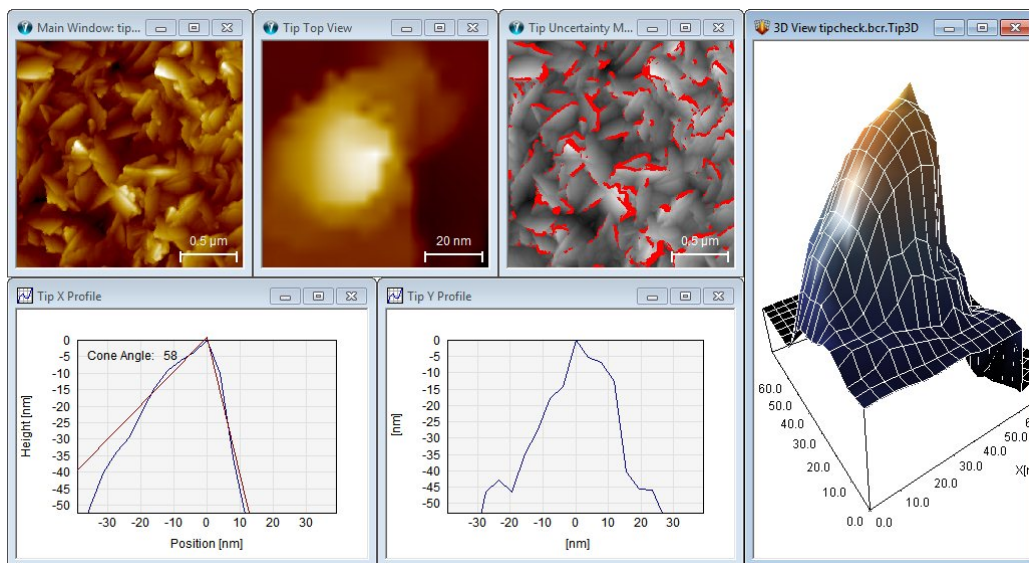
Ako na snimku postoji šum, naročito u vidu šiljaka, može doći do precenjivanja oštine vrha sonde. U takvim slučajevima dobra je ideja da se poveća broj detekcije sonde, odnosno broj njenog pojavljivanja na snimku. Ovo, naravno, ne može biti istinito, ali je dobar način za ignorisanje delova slike koji imaju najviše šiljaka. Nakon što je sonda okarakterisana može se interaktivno podešavati broj detekcija pomoću trake za pomeranje i u realnom vremenu posmatrati kako se menja proračunati vrh. Mora se imati na umu da će prihvatljivi nivo uticati na mapu izvesnosti i na taj način promeniti procenu vrha nakon prve iteracije u algoritmu procene.

Characterize

Kada se da komanda *Characterize* pokreće se karakterizacija vrha sonde na osnovu originalnog snimka napravljenog na uređaju.

Na Slici 4.30 je prikazan ekran nakon karakterizacije sonde sa proračunatim vrhom prikazanim u 2D i 3D varijanti. Pored toga prikazan je i prozor *Certainty Map* kao rezultat emulacije sonde kojom je skeniranje izvršeno procenjen prema snimku površine skeniranog uzorka. Crvene oznake ukazuju na površine na kojima sonda dodiruje površinu delovima koji nisu sam vrh.

Takođe, prikazani su i x i y profil sa procenjenim radijusom vrha kao i uglovi konusa.



Slika 4.30 Ekranski prikaz originalnog snimka, rekonstruisanog snimka, vrha sonde i preseka vrha sonde u dve ravni

Save Tip i Load Tip

Nakon što se proceni sonda, moguće je snimiti podatke u fajl, i ponovo ga učitati i koristiti ga za dekonvoluciju drugih slika.

Ako je rezolucija (fizička razdaljina između piksela) ovako snimljene sonde drugačija od snimka nad kojim treba da se uradi analiza, vrh će biti ponovo uzorkovan kako bi se dobila ista rezolucija.

Emulate Scan

Pomoću komande *Emulate Scan* moguće je izvršiti simulaciju skeniranja originalnog snimka sondom prikazanom u prozoru *Tip Top View*. Ovaj proces se naziva “dilacija”. Dobijena slika se naziva mapom izvesnosti jer su područja koja nisu dodirnuti vrhom sonde detektovana i označena crvenom bojom.

Velika prednost ovog postupka je što je moguće koristiti ovu funkciju na simuliranim sondama i površinama i saznati kako različite sonde mogu uticati na dobijene snimke i kvantitativne rezultate.

Deconvolute

Deconvolution je važan za ispravna merenja dimenzija i može obezbediti preciznije rezultate u analizi veličine čestica i merenje hrapavosti.

Davanjem komande *Deconvolute* se izračunava nova slika zasnovana na izvornom snimku i stvarnom vrhu sonde prikazanom u prozoru *Tip Top View*. Ova tehnika je poznata i kao *erozija*. Proces ima značaj samo kada površinska struktura ima oštrije ivice od vrha sonde.

Results

Određene kvantitativne rezultate je moguće izvući iz procesa karakterizacije sonde, i automatski napraviti izveštaj kao Word ili HTML fajl.

Tip Radius

Tip Radius je određen sferom koja odgovara proračunatom vrhu. Mali radijusi karakterišu kvalitet sonde. Radijus se izračunava iz sfere koja odgovara površini od NxN piksela u centru, gde je N određeno u polju *Fit Range*. Izračunavanje ovog parametra a time i opcije može da se isključi podešavanjem vrednosti *Fit Range* na nulu.

Tip X- i Y-Radius

Tip X- i Y-Radius određuje sfera koja se uklapa u proračunati vrh. Prilagođeni deo kruga se podrazumevano prikazuje u prozoru profila, ali se može isključiti tasterom *Show Fitted Curve*. Alternativno, kao što je već napomenuto, možete se izbeći ovo izračunavanje i njegov grafički prikaz tako što se opcija *Fit Range* postavi na nulu.

Tip X- i Y-Cone Angles

Tip X- i Y-Cone Angles su određeni linearnim izračunavanjem i iscrtavanjem u dve ravni proračunatog vrha. Mali uglovi konusa karakterišu kvalitet sonde. Dve linije se postavljaju iz tačke koja se nalazi u N/2 sa svake strane vrha, gde je N naznačeno u polju za unos *Fit Range*. Podešeni ugao konusa je podrazumevano prikazan u prozoru profila, ali se može isključiti tasterom *Show Fitted Curve*. Alternativno se takođe može izbeći izračunavanje i prikaz ugla konusa podešavanjem opcije *Fit Range* na nulu.

Certainty Area

Certainty Area je procenat površine koja se može ispitati vrhom sonde. Ako je ovaj broj nizak, može se razmisliti o zameni sonde drugom oštrijom.

Profiles

Ova opcija prikazuje x i y profile sonde. Ako je uključena, takođe će biti prikazani radijusi profila na osnovu kruga koji odgovara središnjim tačkama N. Delovi konusa se mogu vizuelno prikazati uključivanjem opcije *Show Fitted Curve*. Isto tako, biće prikazani uglovi konusa (*Tip Cone Angles*), koji se izračunavaju na osnovu linearnih odgovora sa svake strane proračunatog vrha gde je područje procene dato odgovarajućim vrednostima unetim u polje *Fit Range*.

Čuvanje numeričkih vrednosti

U zavisnosti od opcija definisanih u dijalogu *Preferences*, numerički rezultati mogu biti upisani u datoteke sa ekstenzijom .tip ili dodate u bazu podataka *ImageMet Explorer*.

Izračunavanje hrapavosti kao parametra poboljšanja kvaliteta snimaka

U svim ispitivanjima su kao parametri promene i poboljšanja kvaliteta snimaka računati parametri hrapavosti površine i to:

- prosečna hrapavost S_a
- maksimalna razlika vrh-vrh S_z
- maksimalna vrednost udubljenja S_v
- maksimalna visina vrha S_p

Prosečna hrapavost S_a je definisana standardom DIN 4768 ASME B46.1 za 2D, i standardom ISO 25178-2 ASME B46.1 za 3D.

Dimenzija S_z predstavlja maksimalnu razliku između najvišeg i najnižeg vrha pronađenih na snimku. Definisana je standardom ASME B46.1 za 2D, i standardom ISO 25178-2 ASME B46.1 za 3D.

Dimenzija S_v predstavlja vrednost najniže tačke u udubljenju na snimku. Definisana je standardom ASME B46.1 za 2D, i standardom ISO 25178-2 ASME B46.1 za 3D.

Dimenzija S_p predstavlja vrednost visine najviše tačke na snimku. Definisana je standardom ASME B46.1 za 2D, i standardom ISO 25178-2 ASME B46.1 za 3D

.

5. REZULTATI I DISKUSIJA

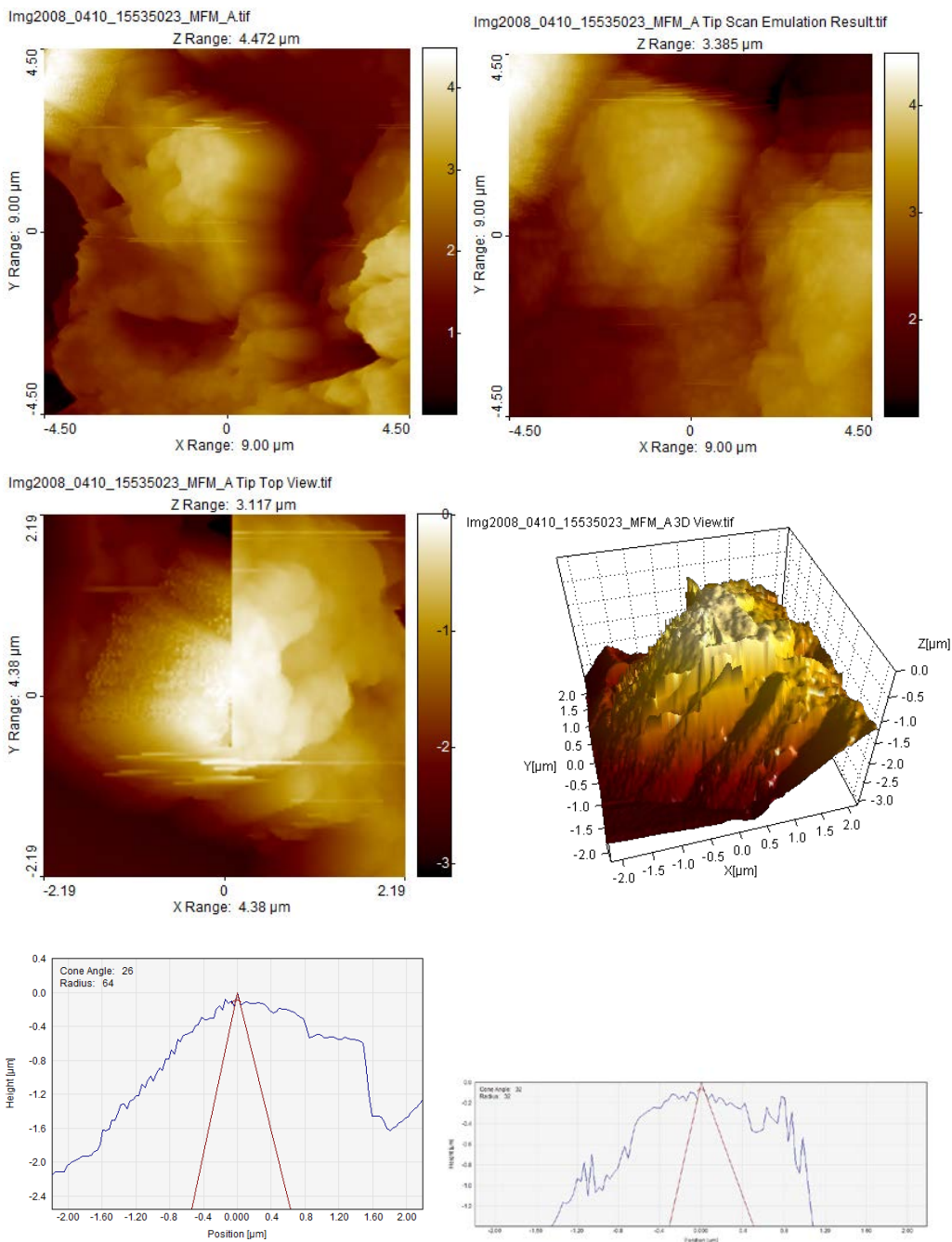
5.1 REZULTATI

Na svim slikama koje slede, prikazani su sledeći podaci:

- (a) originalni snimak dobijen skeniranjem
- (b) obrađena slika sa delimično ili u potpunosti uklonjenim uticajem artefakata sonde
- (c) vrh sonde kojom je uzorak sniman u 2D projekciji
- (d) vrh sonde kojom je uzorak snima u 3D projekciji
- (e) presek vrha sonde i radijus zakrivljenja u xz ravni
- (f) presek vrha sonde i radijus zakrivljenja u yz ravni

U tabelama koje slede iza svakog seta snimaka, dati su numerički podaci od značaja za procenu kvaliteta snimka i elemenata uzorka, i to za originalni snimak dobijen tokom snimanja na uređaju i emulirani snimak nakon primene algoritama za eliminaciju artefakata. Oni obuhvataju sledeće:

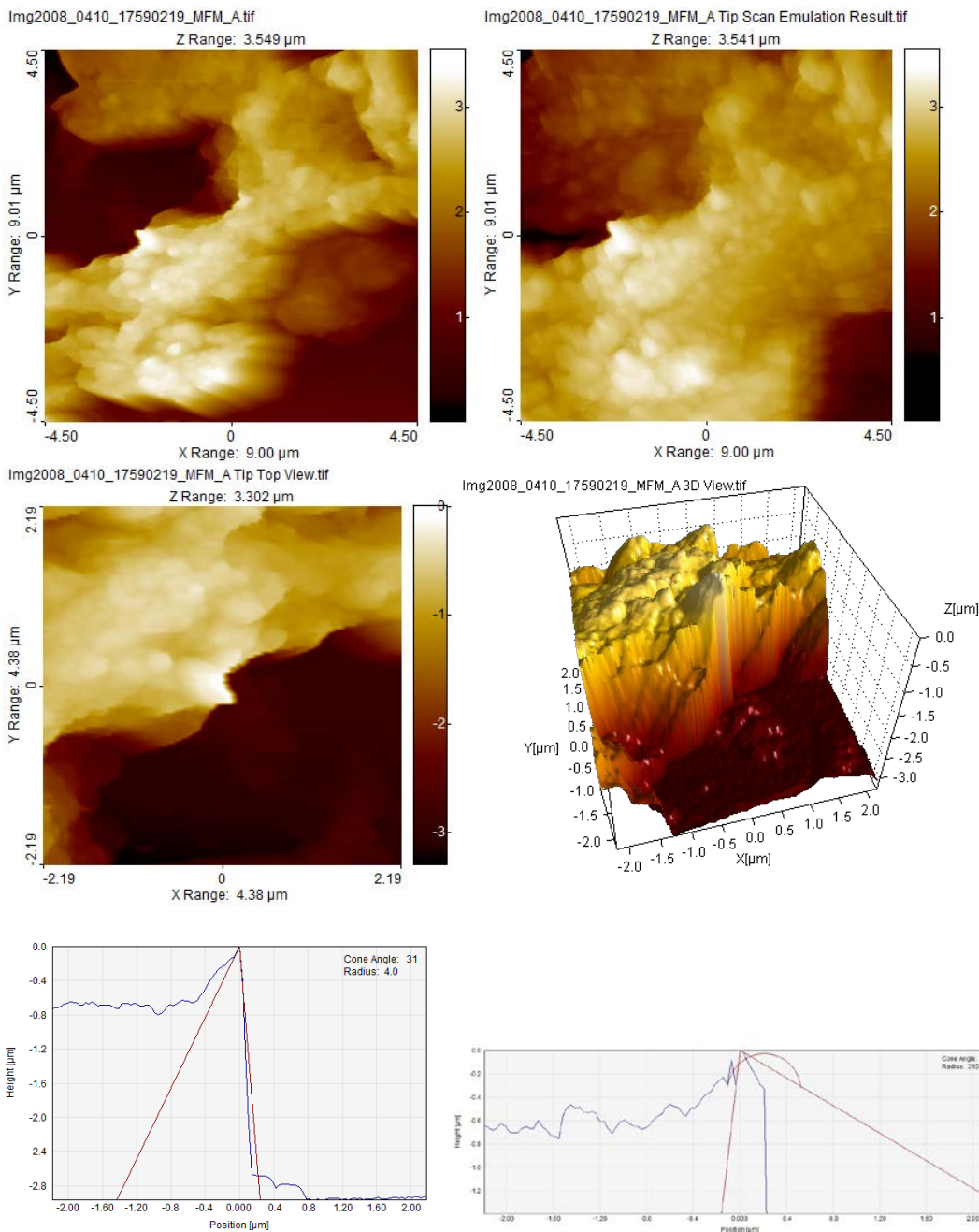
- S_z – maksimalna razlika između dva vrha na snimku
- S_v – maksimalna dubina na snimku
- S_p – visina najvišeg vrha na snimku
- S_a – prosečna hrapavost na celoj površini snimka



Slika 5.1 AFM snimak mozga pacova (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.1 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

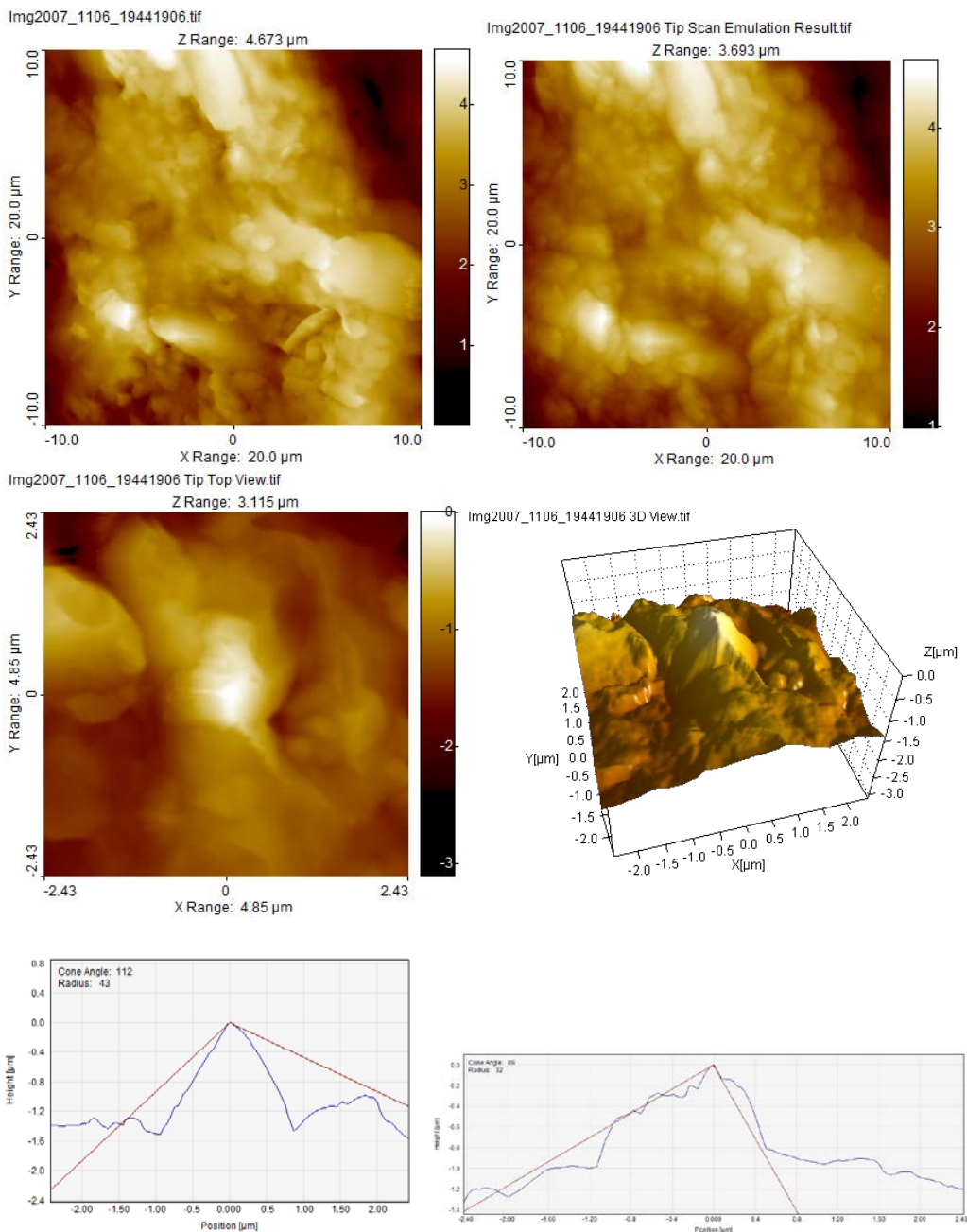
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	4472	Sz [nm]	3385,1
	Sv [nm]	2018,2	Sv [nm]	1607,5
	Sp [nm]	2453,8	Sp [nm]	1777,6
hrapavost	Sa [nm]	689,58	Sa [nm]	550,84



Slika 5.2 AFM snimak mozga pacova (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.2 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

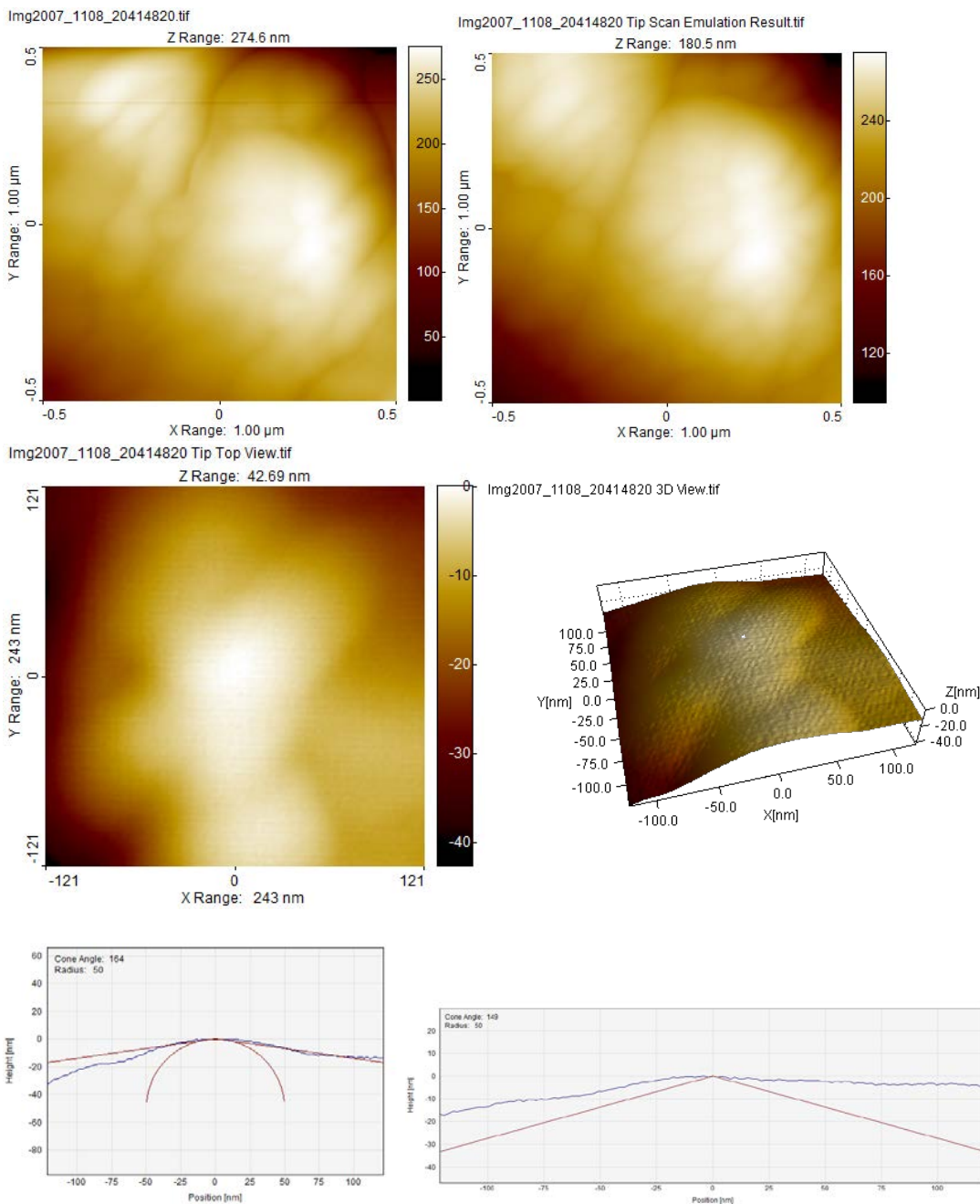
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	3548,7	Sz [nm]	3540,5
	Sv [nm]	1844,9	Sv [nm]	2288,9
	Sp [nm]	1703,8	Sp [nm]	1251,6
hrapavost	Sa [nm]	692,63	Sa [nm]	436,36



Slika 5.3 AFM snimak rožnjače kunića (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.3 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

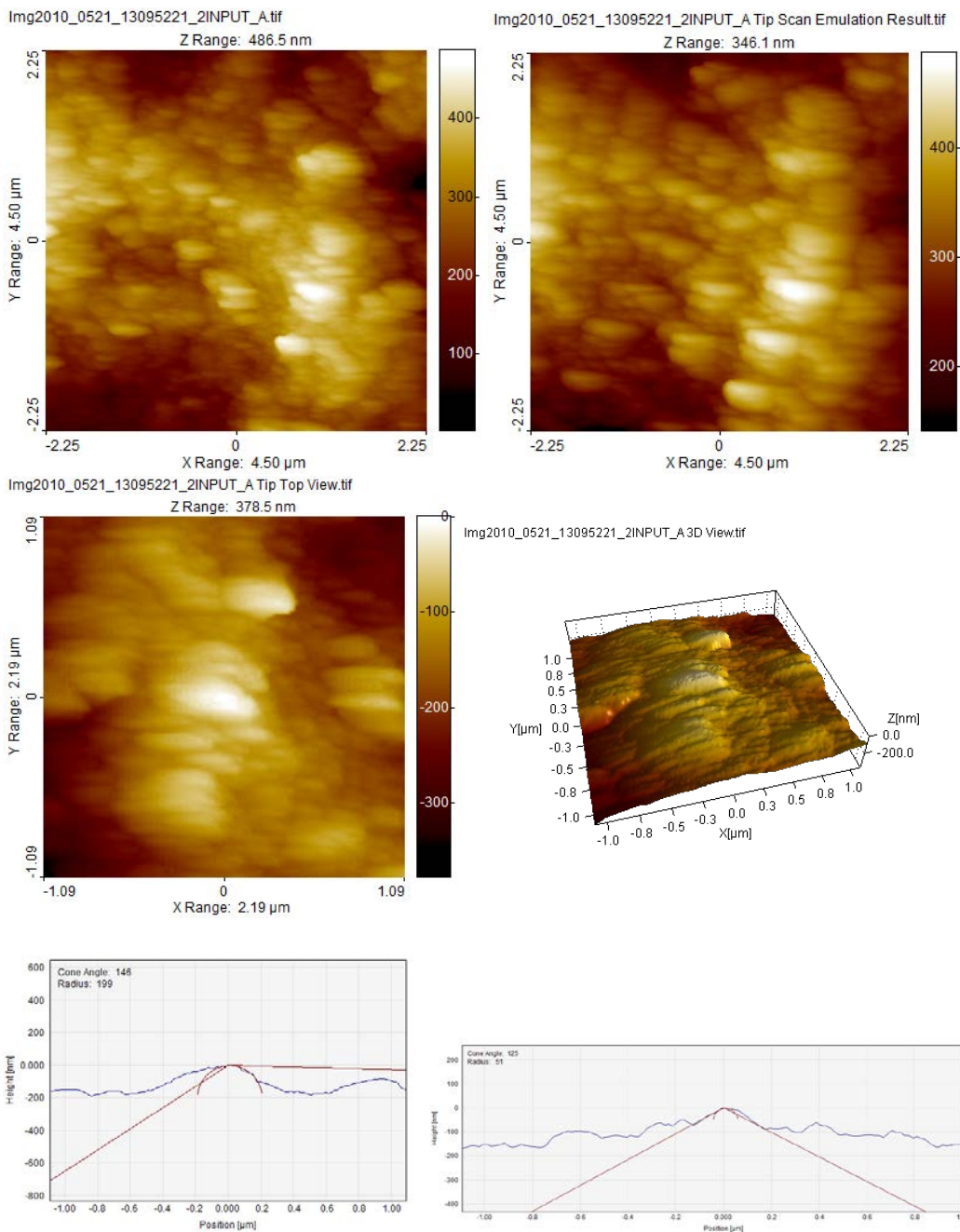
	original	emulacija		
Z	Sz [nm]	4673,1	Sz [nm]	3692,6
	Sv [nm]	2979,8	Sv [nm]	2166,9
	Sp [nm]	1693,3	Sp [nm]	1525,8
hrapavost	Sa [nm]	606,67	Sa [nm]	500,05



Slika 5.4 AFM snimak rožnjače kunića (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.4 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

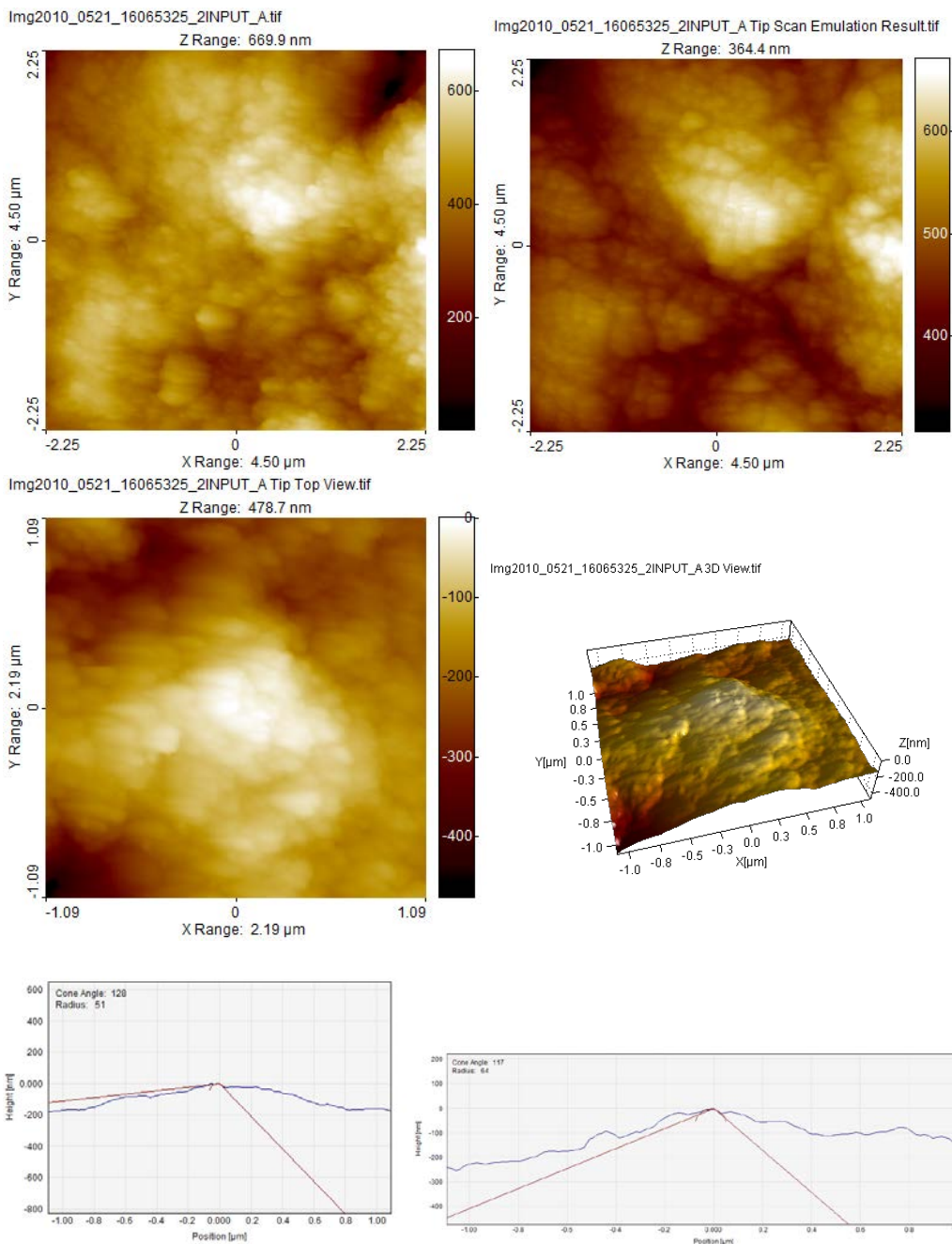
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	276,43	Sz [nm]	204,95
	Sv [nm]	209,97	Sv [nm]	157,54
	Sp [nm]	66,453	Sp [nm]	47,411
hrapavost	Sa [nm]	32,715	Sa [nm]	23,97



Slika 5.5 AFM snimak ekstrakovanog zuba (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.5 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

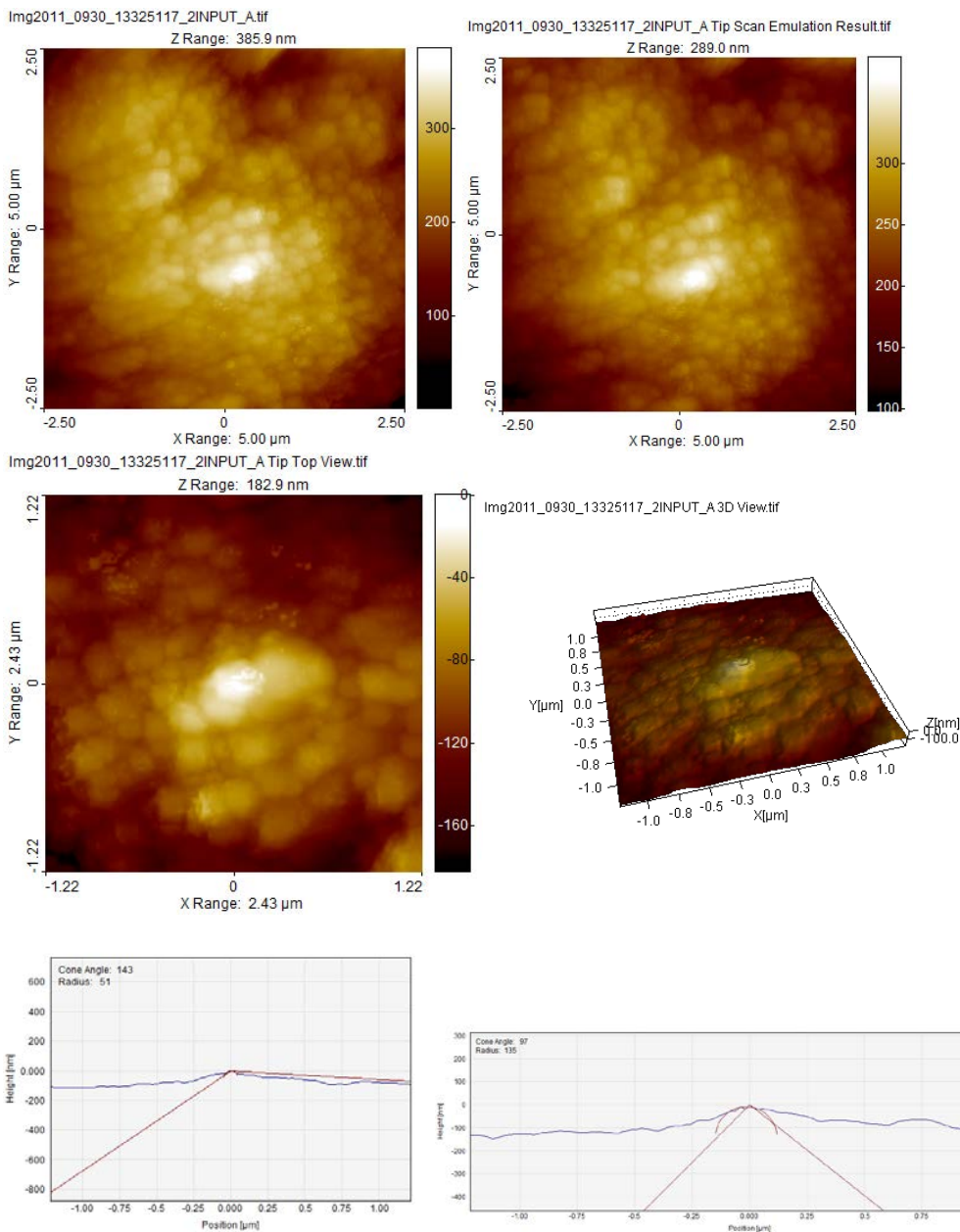
	original	emulacija
Z	Sz [nm]	487,5
	Sv [nm]	268,35
	Sp [nm]	219,15
hrapavost	Sa [nm]	60,261



Slika 5.6 AFM snimak ekstrakovanog zuba (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.6 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

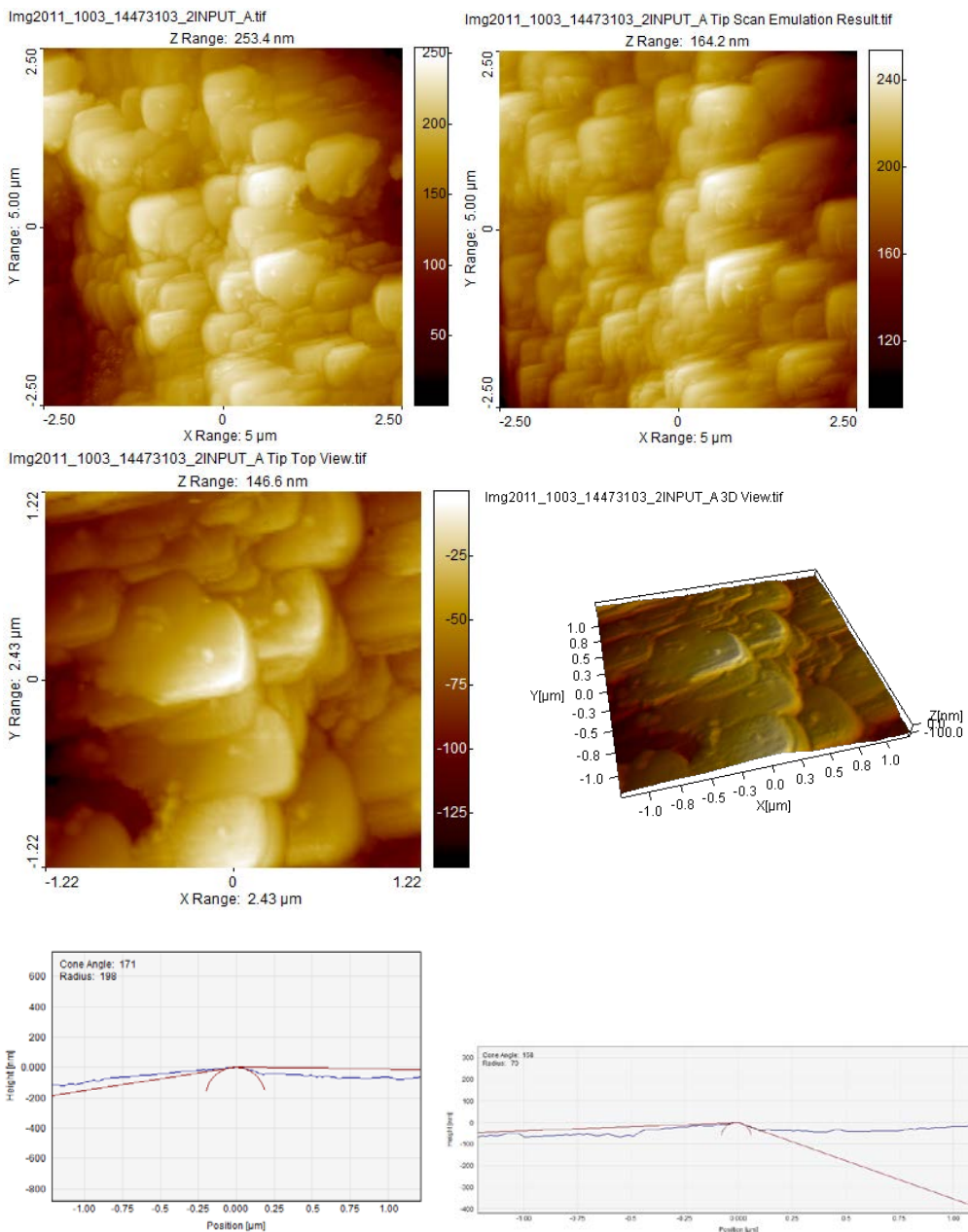
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	671,57	Sz [nm]	313,52
	Sv [nm]	428,44	Sv [nm]	164,2
	Sp [nm]	243,13	Sp [nm]	149,32
hrapavost	Sa [nm]	67,838	Sa [nm]	41,259



Slika 5.7 AFM snimak ekstrakovanog zuba izloženog dejstvu nagrizajuće tečnosti (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.7 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

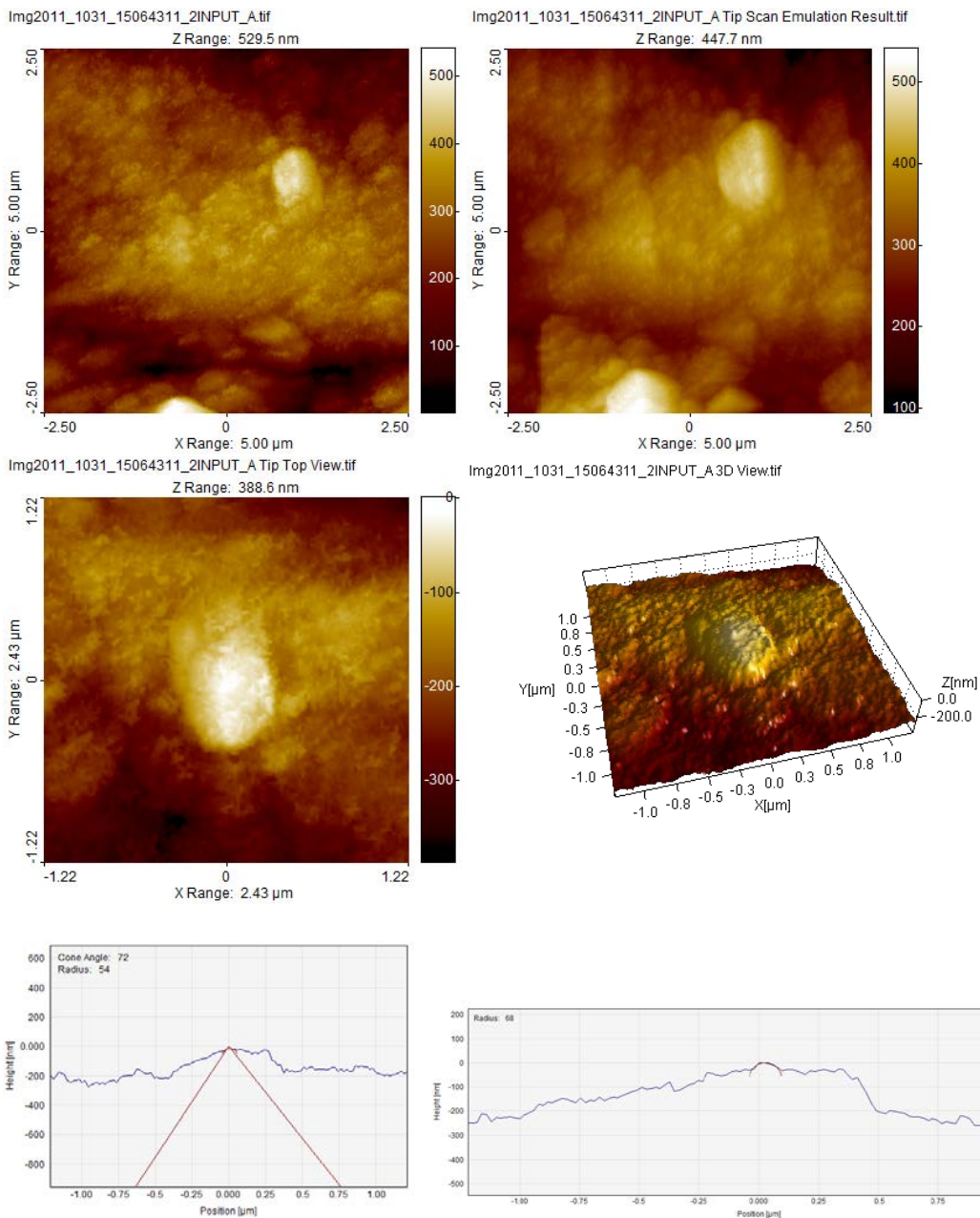
	original	emulacija	
Z	Sz [nm]	381,97	
	Sv [nm]	216,62	
	Sp [nm]	165,35	
hrapavost	Sa [nm]	40,644	
		Sa [nm]	35,199



Slika 5.8 AFM snimak ekstrakovanog zuba izloženog dejstvu nagrizajuće tečnosti (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.8 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

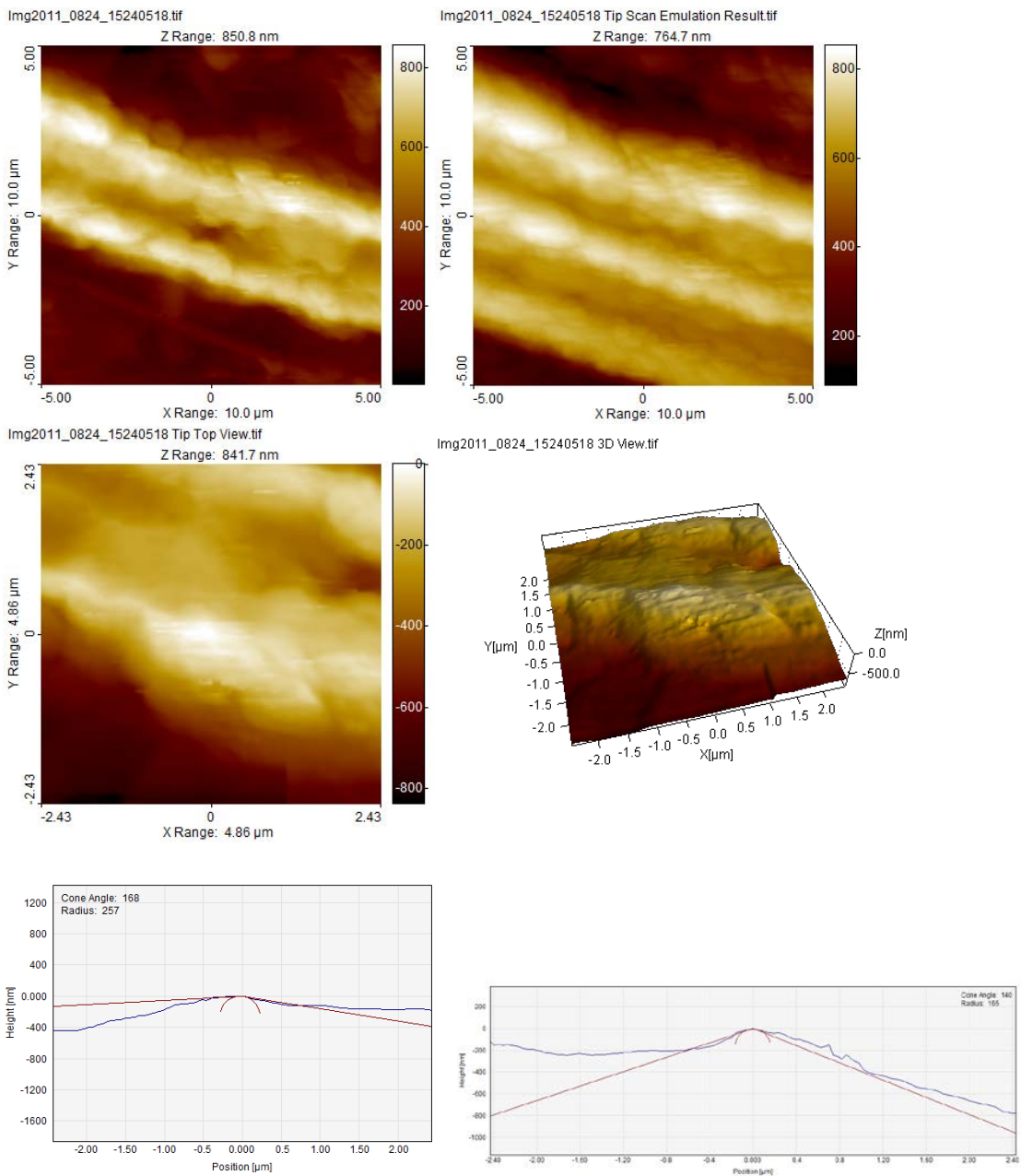
	original	emulacija
Z	Sz [nm]	252,4
	Sv [nm]	161,65
	Sp [nm]	90,759
hrapavost	Sa [nm]	34,081



Slika 5.9 AFM snimak ekstrakovanog zuba izloženog dejstvu nagrizajuće tečnosti (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.9 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

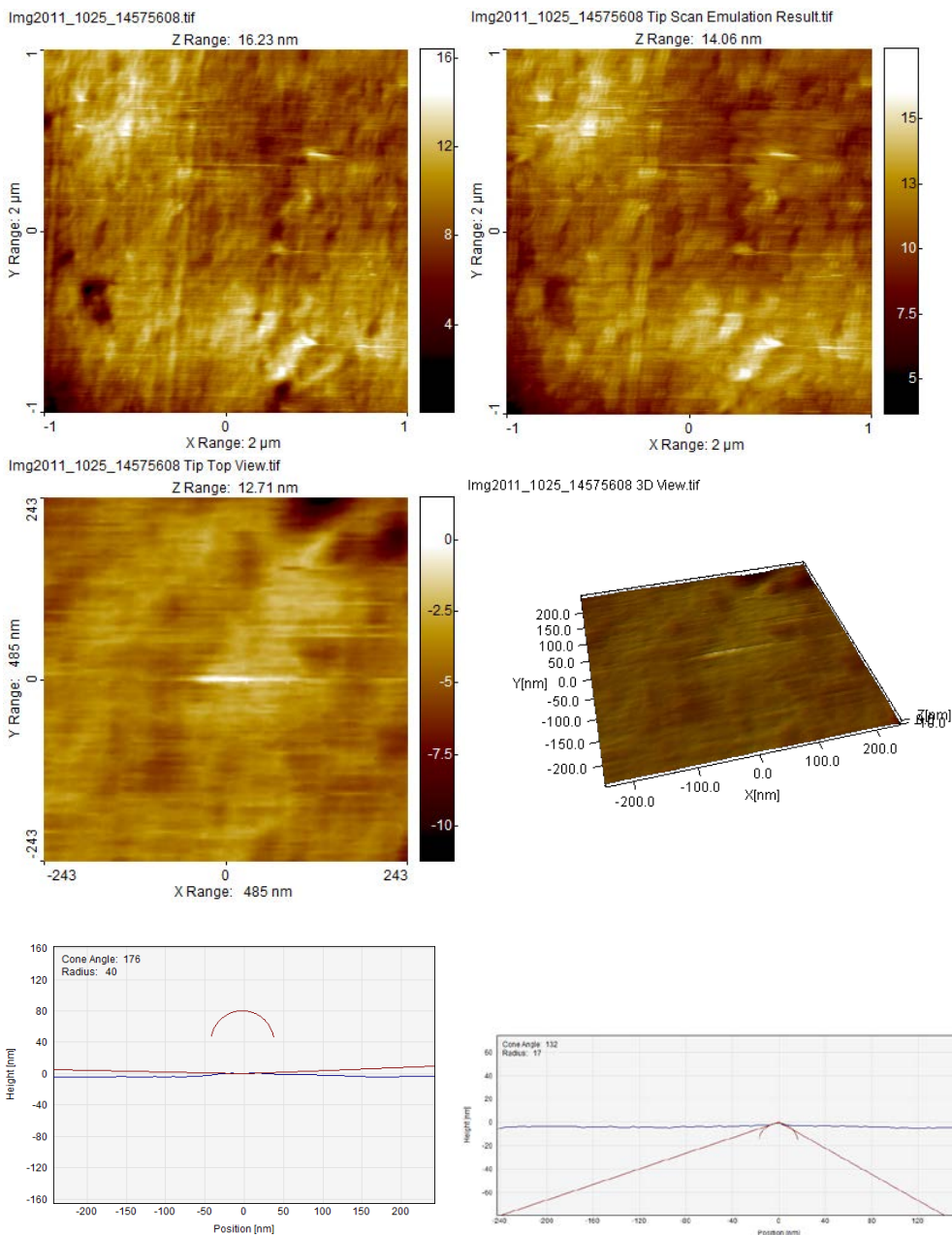
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	529,04	Sz [nm]	373,27
	Sv [nm]	234,19	Sv [nm]	171,02
	Sp [nm]	294,85	Sp [nm]	202,25
	hrapavost	Sa [nm]	66,145	Sa [nm]



Slika 5.10 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodontiji (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.10 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

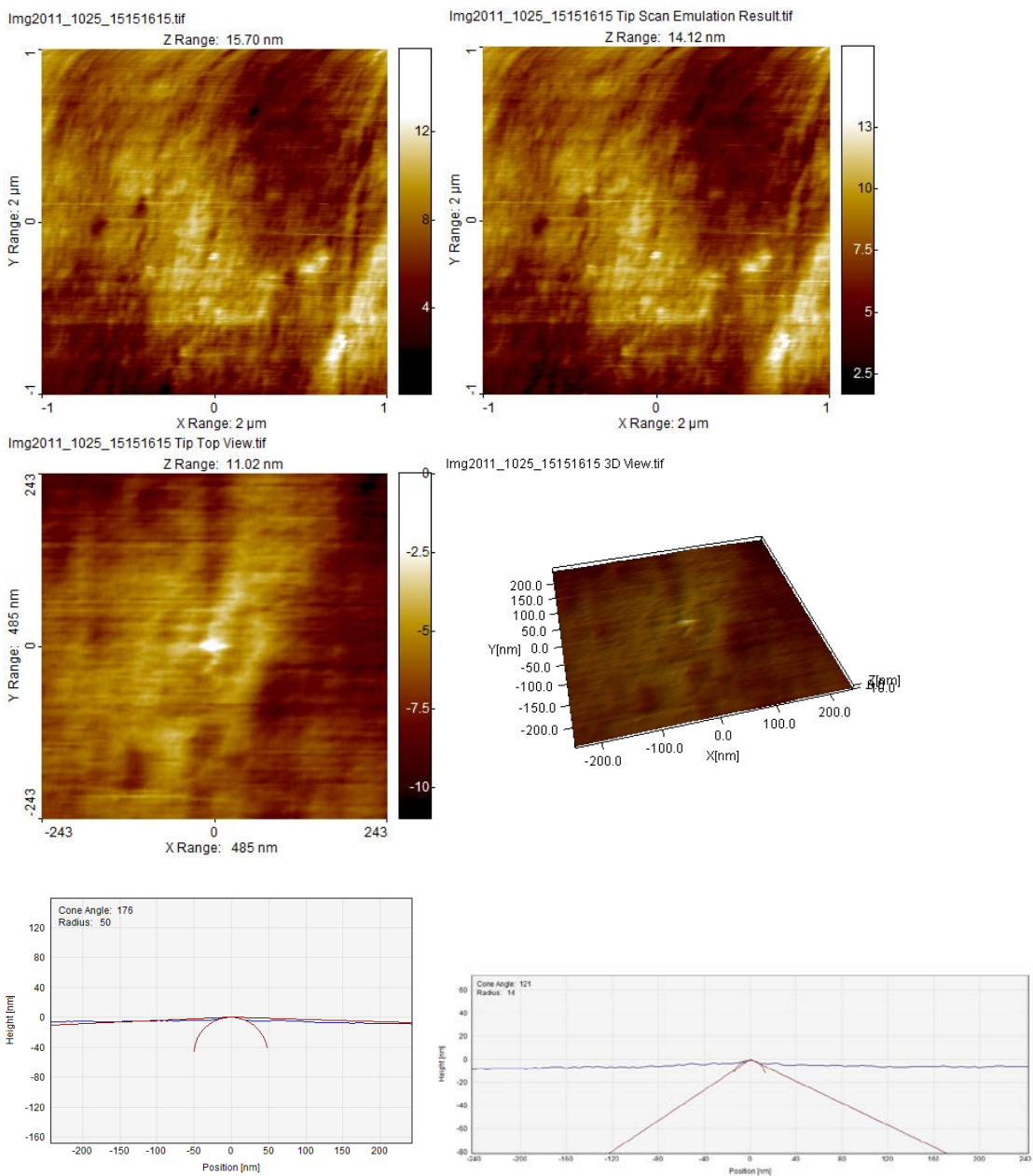
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	854,09	Sz [nm]	829,15
	Sv [nm]	405,27	Sv [nm]	482,37
	Sp [nm]	448,82	Sp [nm]	346,78
hrapavost	Sa [nm]	201,07	Sa [nm]	134,81



Slika 5.11 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodontiji (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.11 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

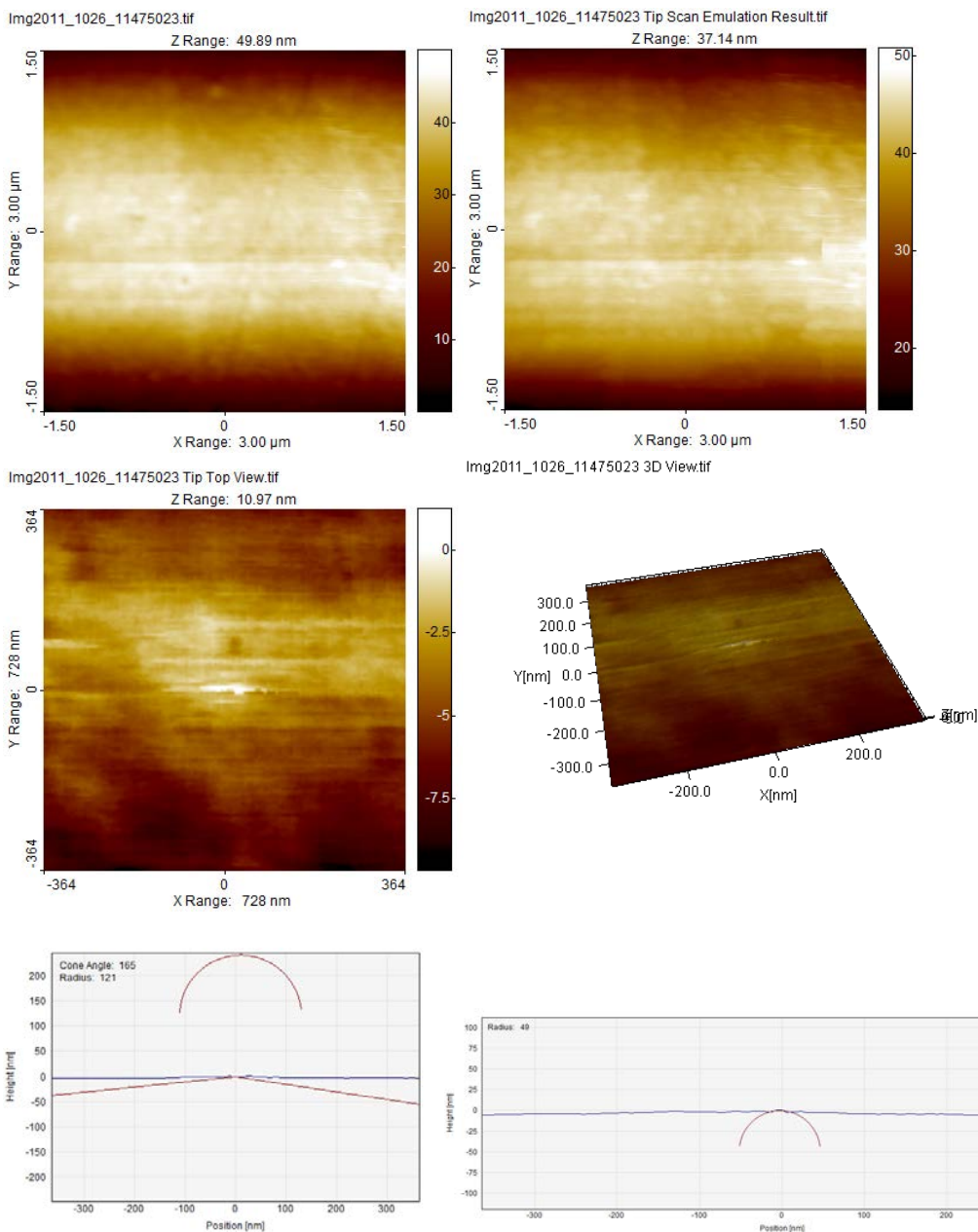
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	16,258	Sz [nm]	14,127
	Sv [nm]	9,2281	Sv [nm]	7,5754
	Sp [nm]	7,0302	Sp [nm]	6,5516
	hrapavost	Sa [nm]	1,257	Sa [nm]



Slika 5.12 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodonciji (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.12 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

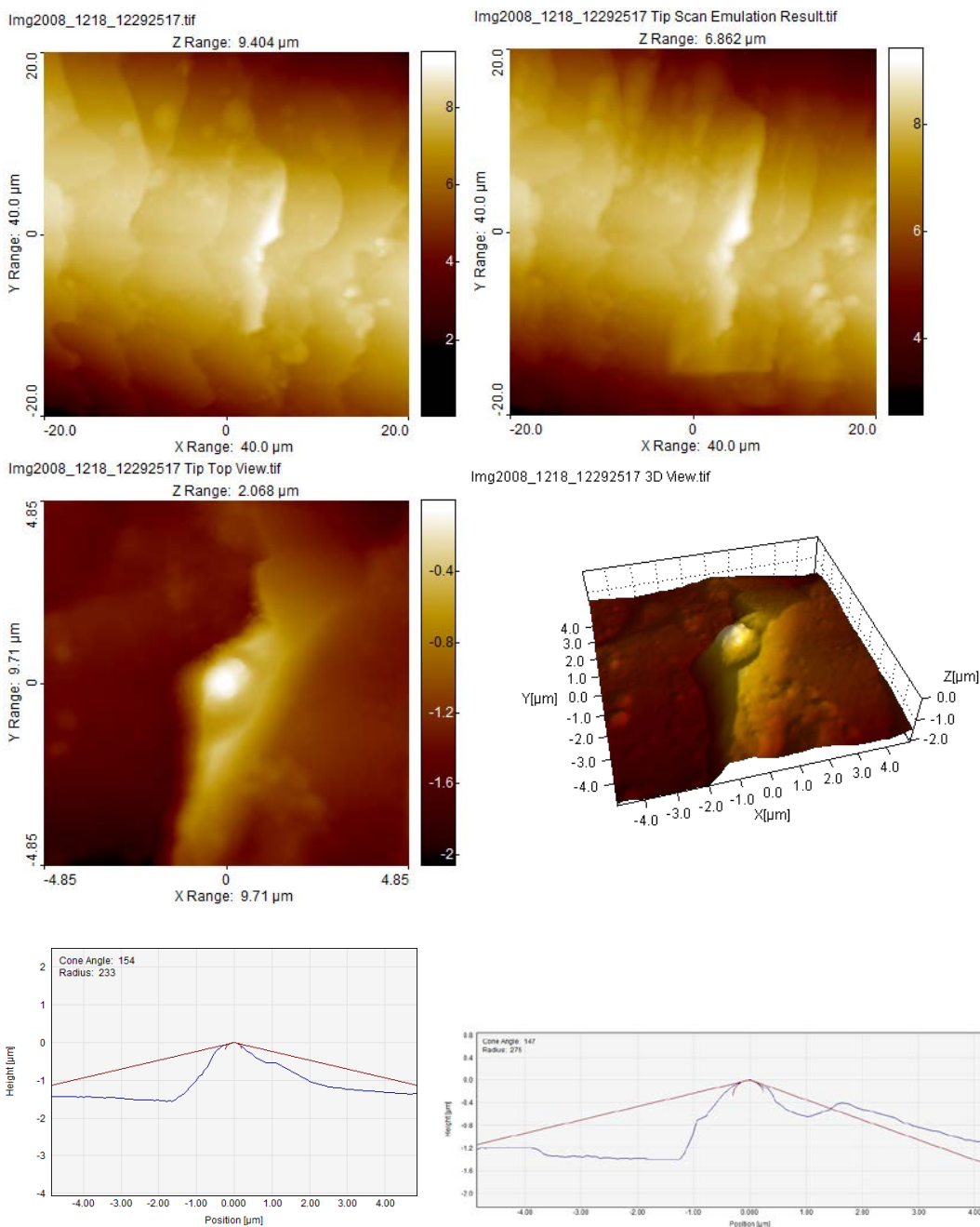
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	15,6	Sz [nm]	13,894
	Sv [nm]	7,0734	Sv [nm]	5,6046
	Sp [nm]	8,5265	Sp [nm]	8,2896
hrapavost	Sa [nm]	1,5154	Sa [nm]	1,5077



Slika 5.13 AFM snimak adhezivnog materijala za upotrebu u ortodonciji (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.13 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

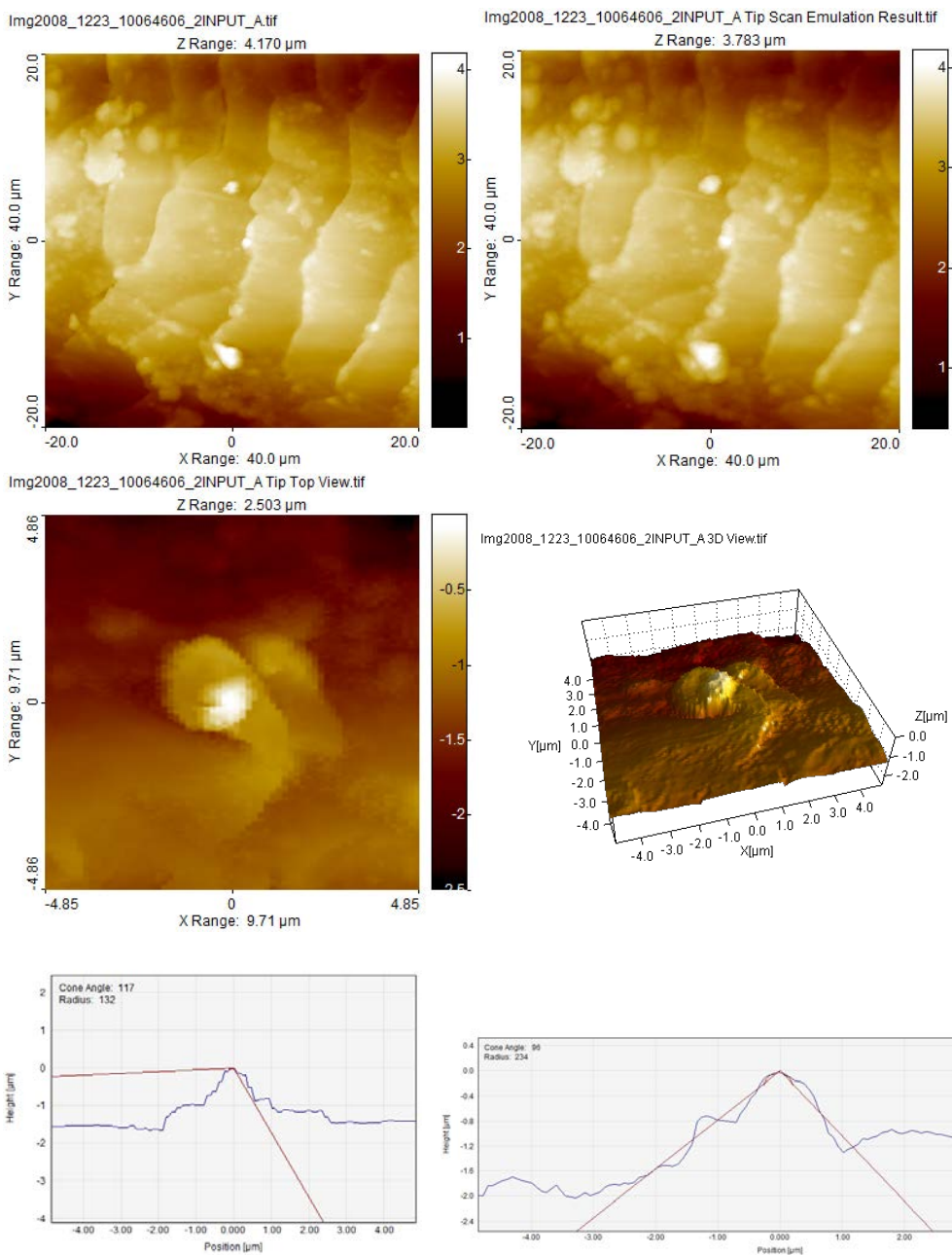
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	48,962	Sz [nm]	37,942
	Sv [nm]	30,504	Sv [nm]	24,131
	Sp [nm]	18,459	Sp [nm]	13,811
hrapavost	Sa [nm]	10,384	Sa [nm]	7,0654



Slika 5.14 AFM snimak vlasi kose (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.14 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

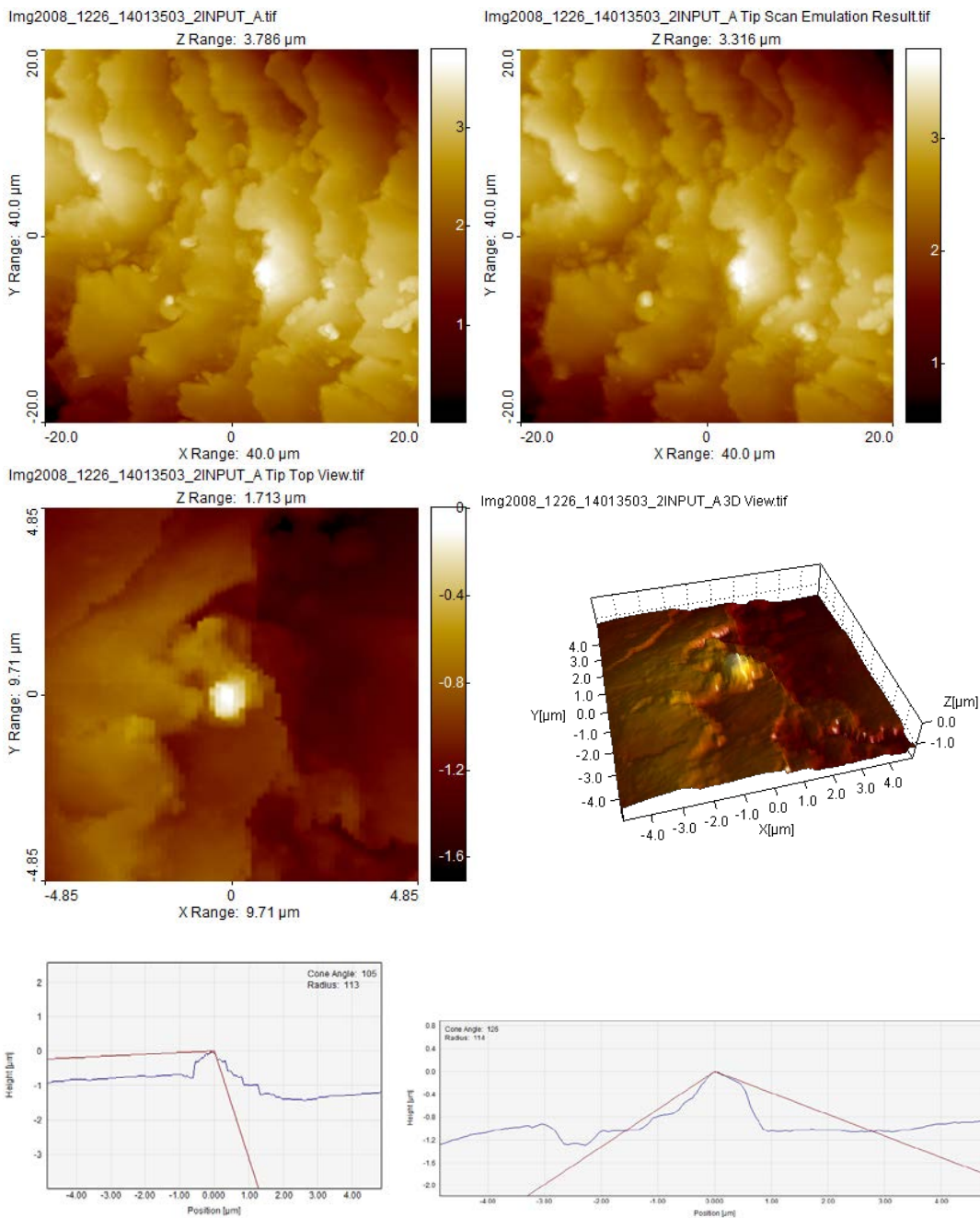
	original	emulacija
Z	Sz [nm]	9291,8
	Sv [nm]	6389,3
	Sp [nm]	2902,5
hrapavost	Sa [nm]	1240,4



Slika 5.15 AFM snimak vlasi kose (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.15 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

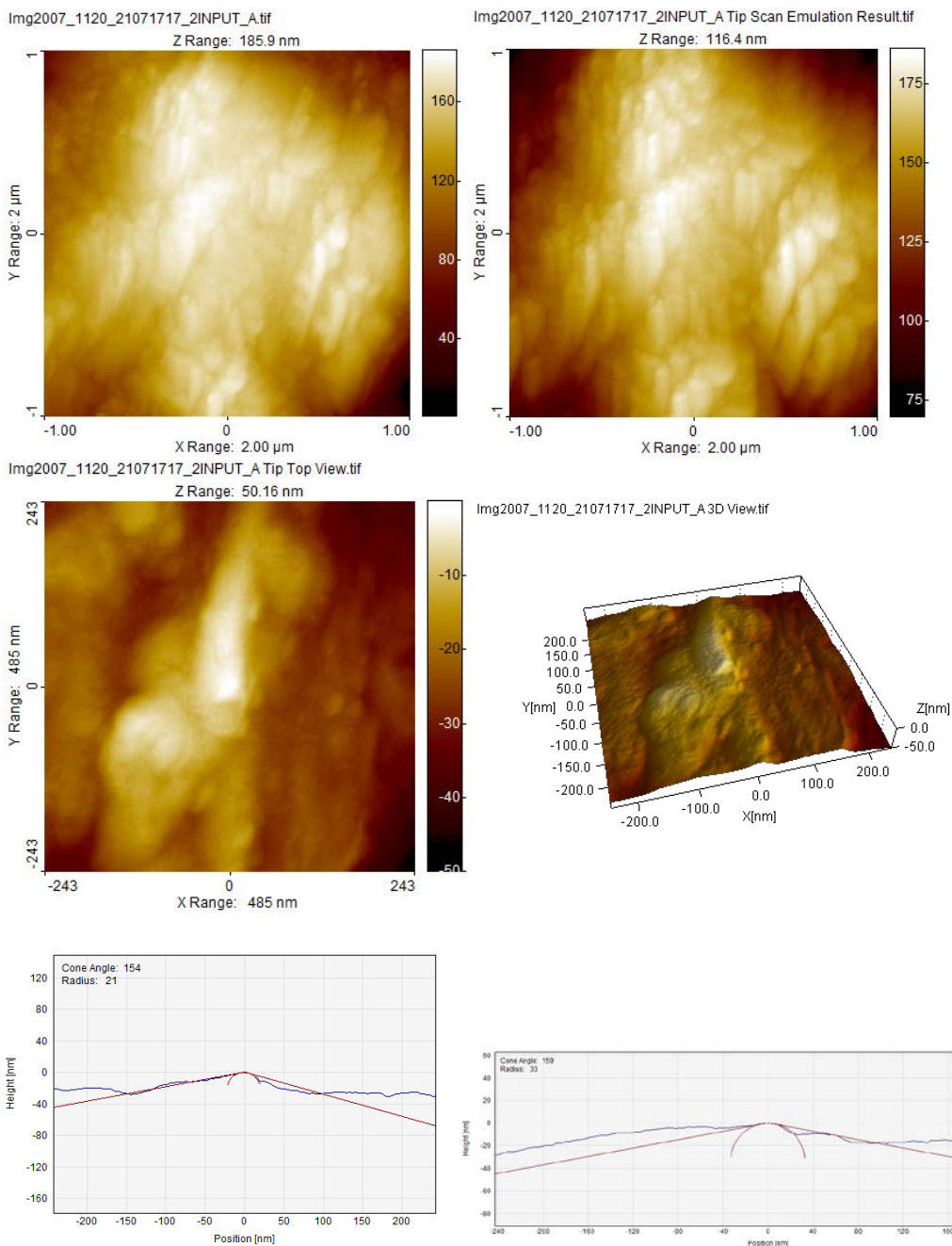
	original	emulacija	
Z	Sz [nm]	4151,8	
	Sv [nm]	2763,3	
	Sp [nm]	1388,5	
hrapavost	Sa [nm]	529,18	
		Sa [nm]	515,51



Slika 5.16 AFM snimak vlasi kose (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.16 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

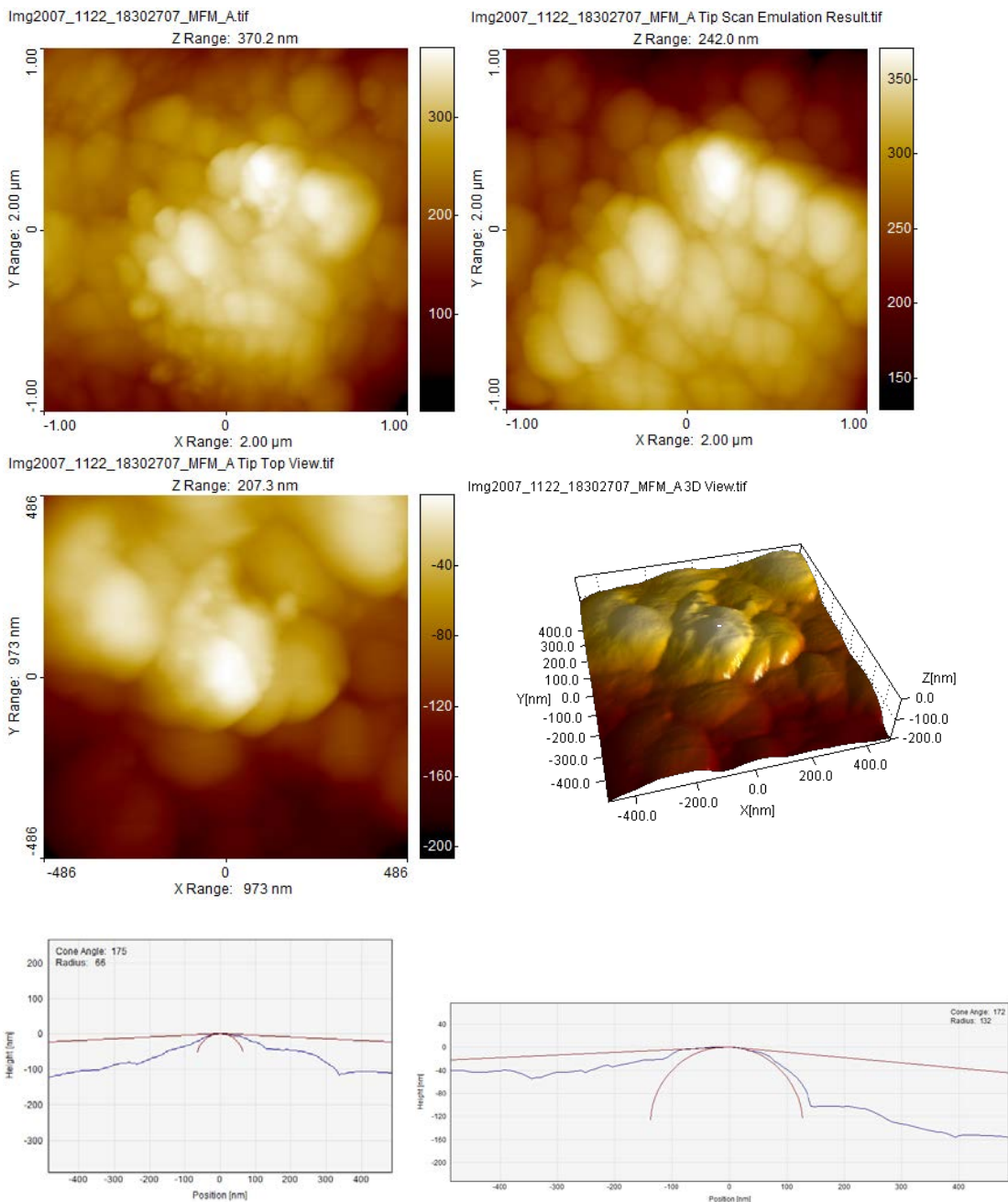
	original	emulacija	
Z	Sz [nm]	3776,2	
	Sv [nm]	2348,7	
	Sp [nm]	1427,4	
hrapavost	Sa [nm]	410	
		Sa [nm]	401,13



Slika 5.17 AFM snimak butne kosti (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.17 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

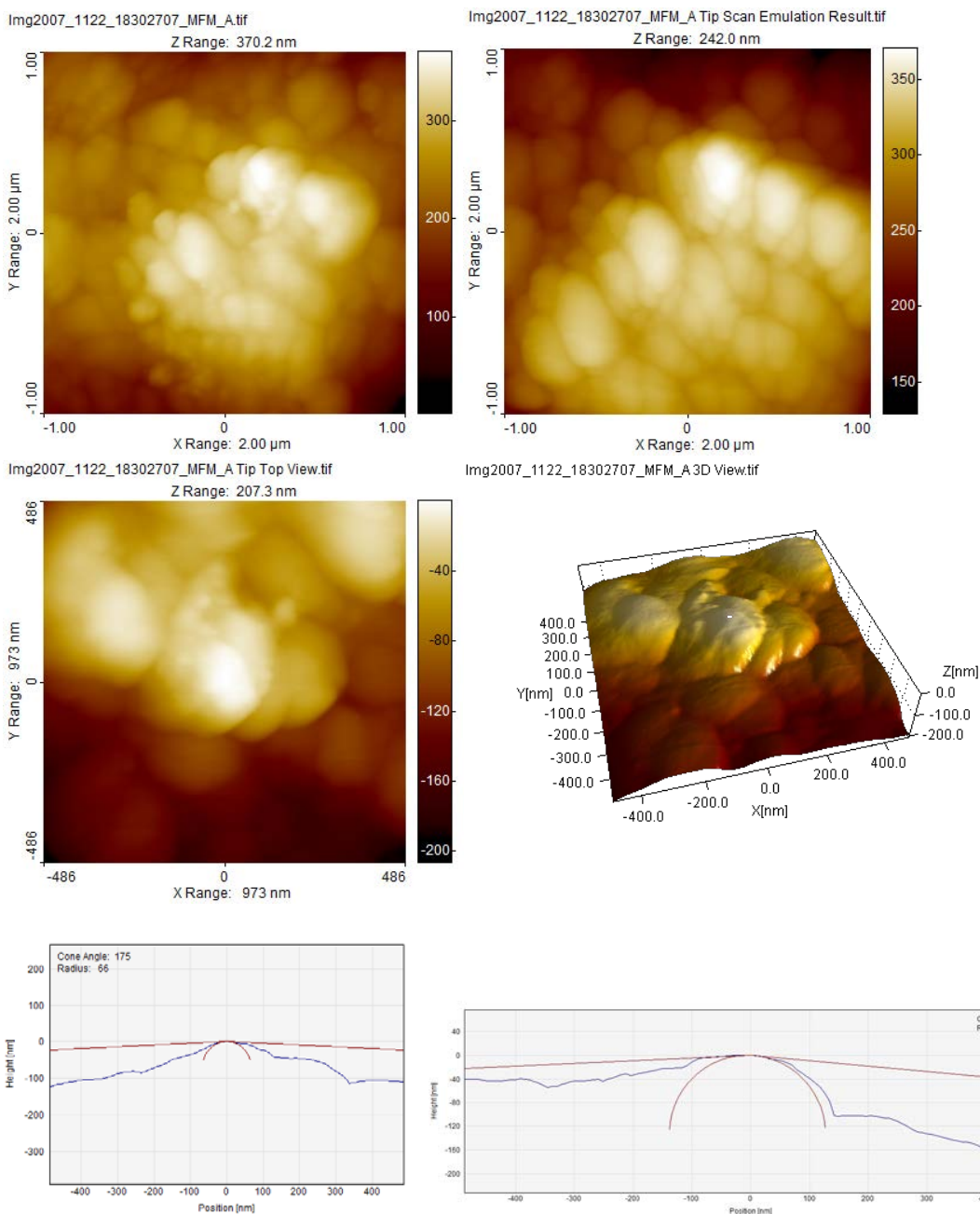
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	182,25	Sz [nm]	126,6
	Sv [nm]	133,14	Sv [nm]	86,571
	Sp [nm]	49,116	Sp [nm]	40,028
hrapavost	Sa [nm]	24,683	Sa [nm]	16,966



Slika 5.18 AFM snimak butne kosti (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvedeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.18 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

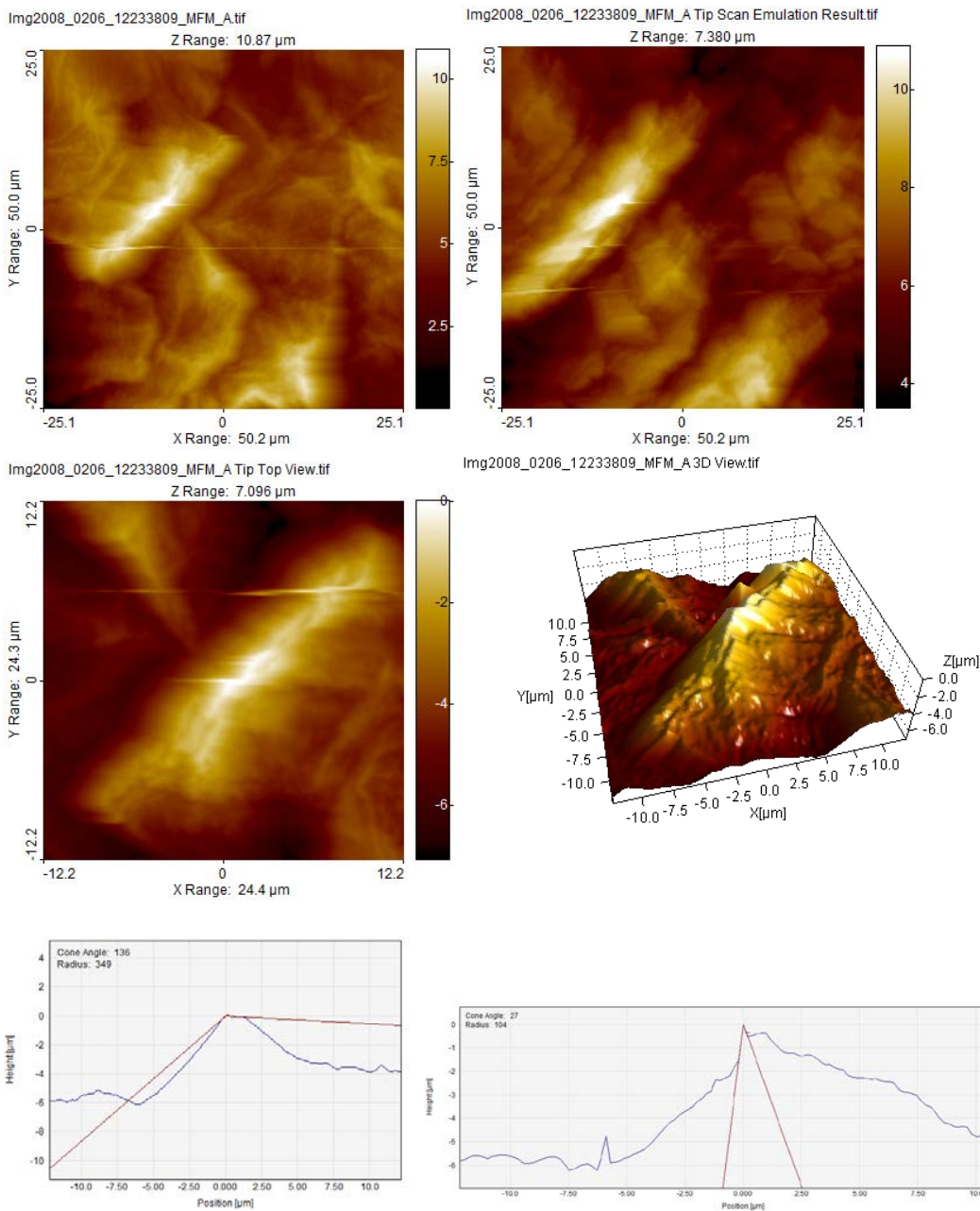
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	364,52	Sz [nm]	256,14
	Sv [nm]	232,31	Sv [nm]	147,92
	Sp [nm]	132,21	Sp [nm]	108,21
hrapavost	Sa [nm]	46,543	Sa [nm]	31,079



Slika 5.19 AFM snimak butne kosti (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.19 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

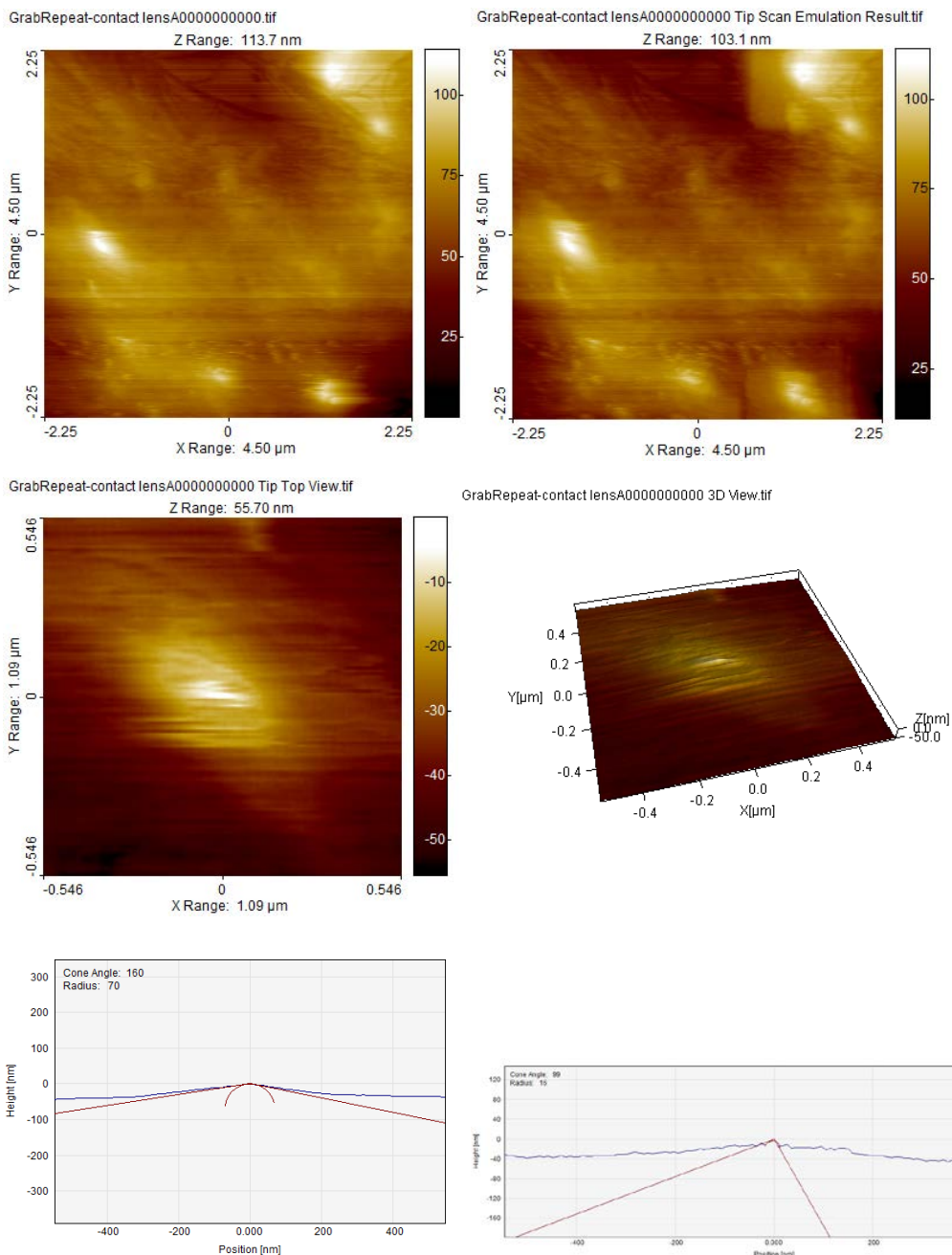
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	649,37	Sz [nm]	384,98
	Sv [nm]	388,46	Sv [nm]	249,56
	Sp [nm]	260,91	Sp [nm]	135,42
hrapavost	Sa [nm]	100,15	Sa [nm]	49,29



Slika 5.20 AFM snimak površinskog sloja kože (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.20 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

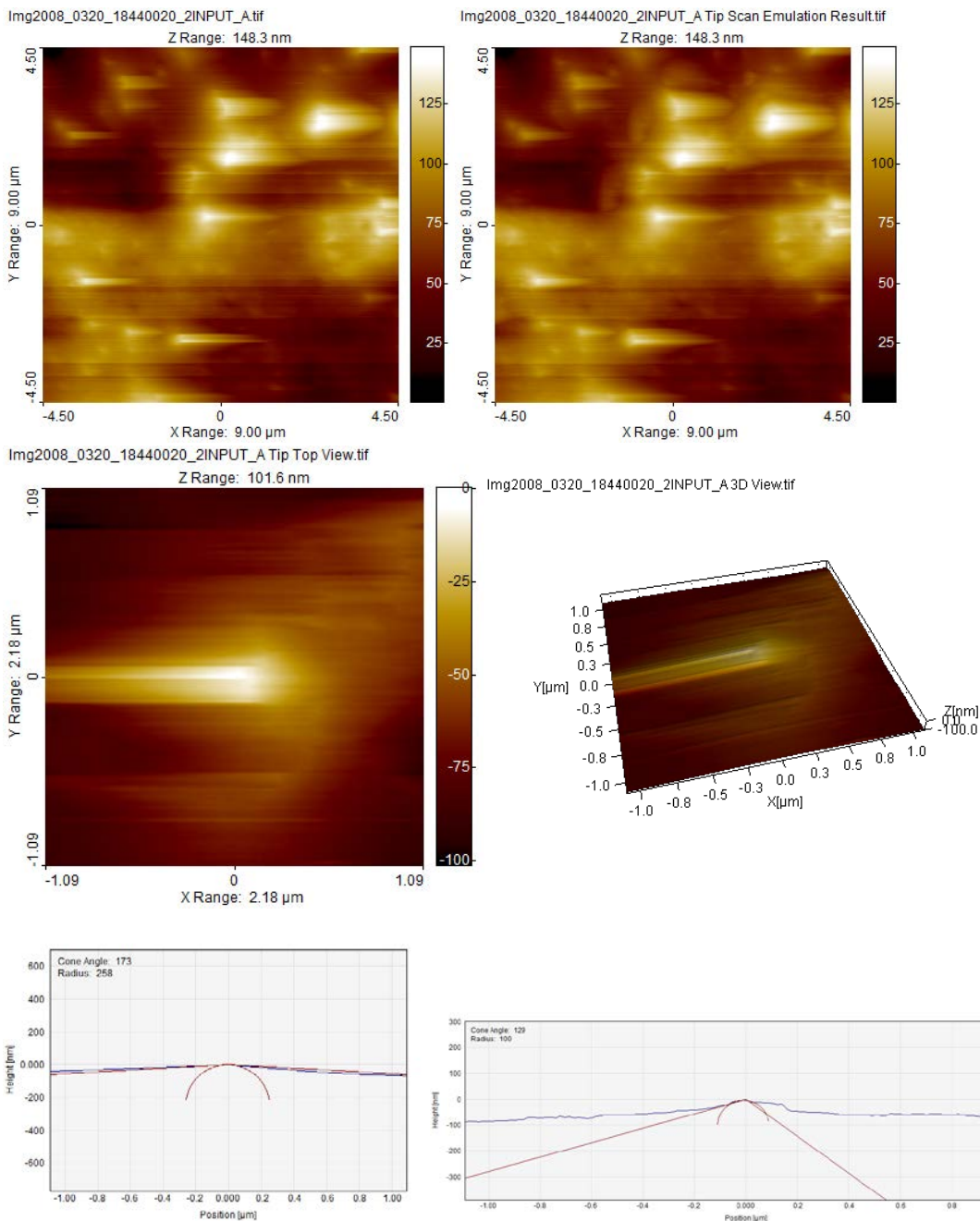
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	10886	Sz [nm]	8150,5
	Sv [nm]	5629	Sv [nm]	3815,7
	Sp [nm]	5256,8	Sp [nm]	4334,7
hrapavost	Sa [nm]	1072,1	Sa [nm]	961,91



Slika 5.21 AFM snimak RGP kontaktnog sočiva (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.21 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

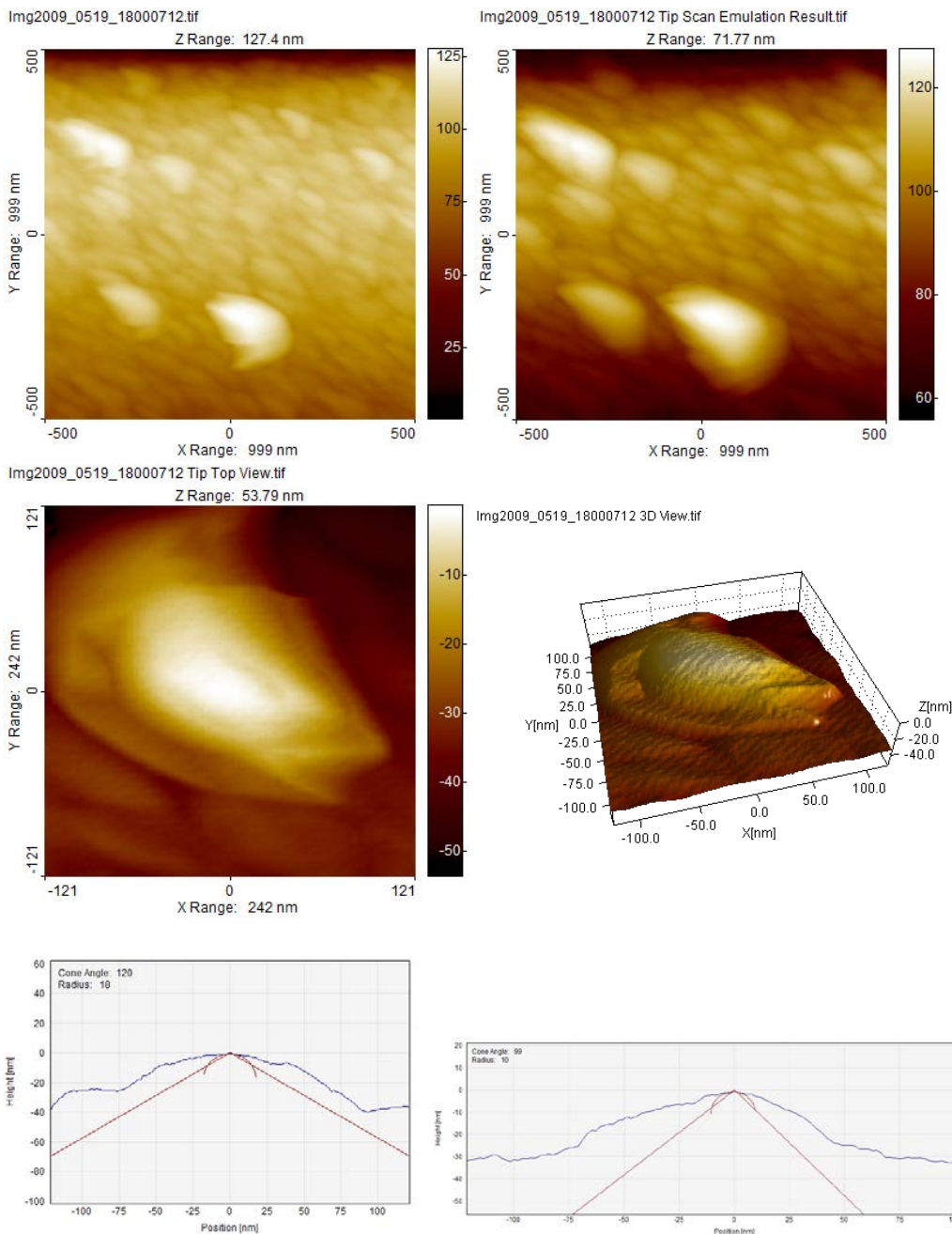
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	112,31	Sz [nm]	106,04
	Sv [nm]	62,176	Sv [nm]	56,323
	Sp [nm]	50,129	Sp [nm]	49,713
hrapavost	Sa [nm]	9,8019	Sa [nm]	9,3998



Slika 5.22 AFM snimak RGP kontaktnog sočiva (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.22 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

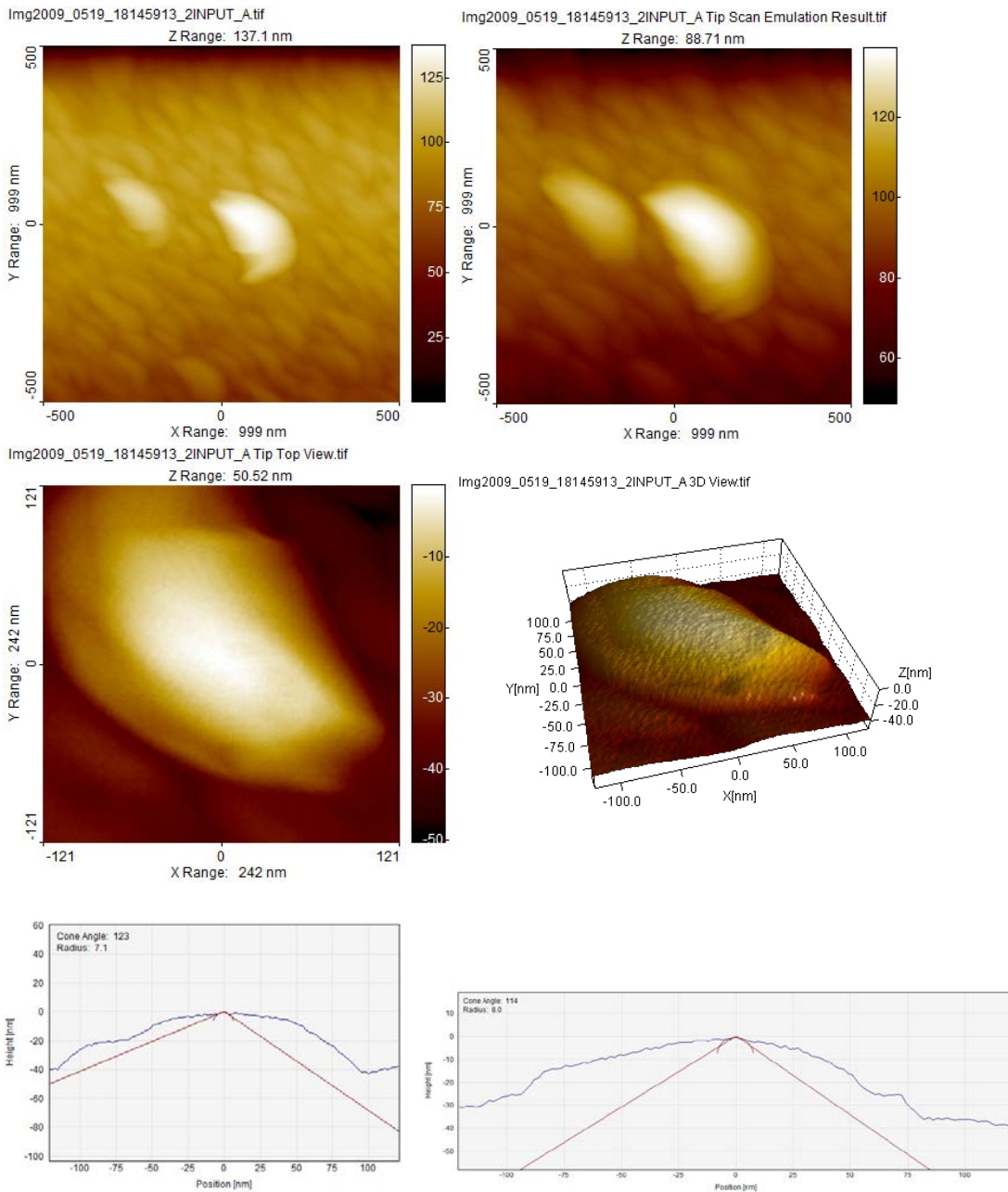
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	149,51	Sz [nm]	150,05
	Sv [nm]	72,946	Sv [nm]	74,7
	Sp [nm]	76,561	Sp [nm]	75,35
hrapavost	Sa [nm]	20,937	Sa [nm]	20,668



Slika 5.23 AFM snimak aluminijuma (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvedeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.23 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

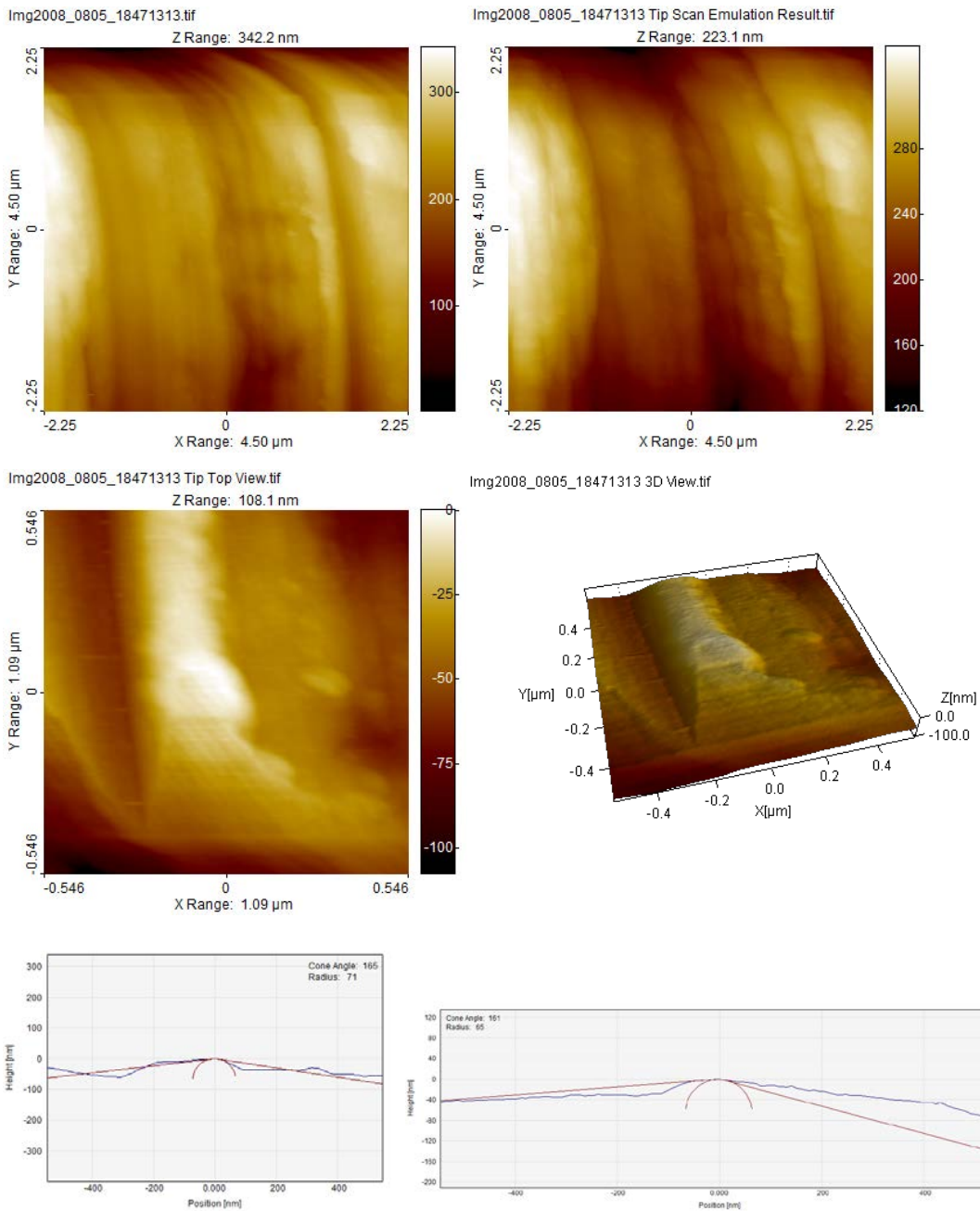
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	127,39	Sz [nm]	71,77
	Sv [nm]	90,766	Sv [nm]	38,851
	Sp [nm]	36,62	Sp [nm]	32,919
hrapavost	Sa [nm]	14,568	Sa [nm]	12,671



Slika 5.24 AFM snimak aluminijuma (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.24 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

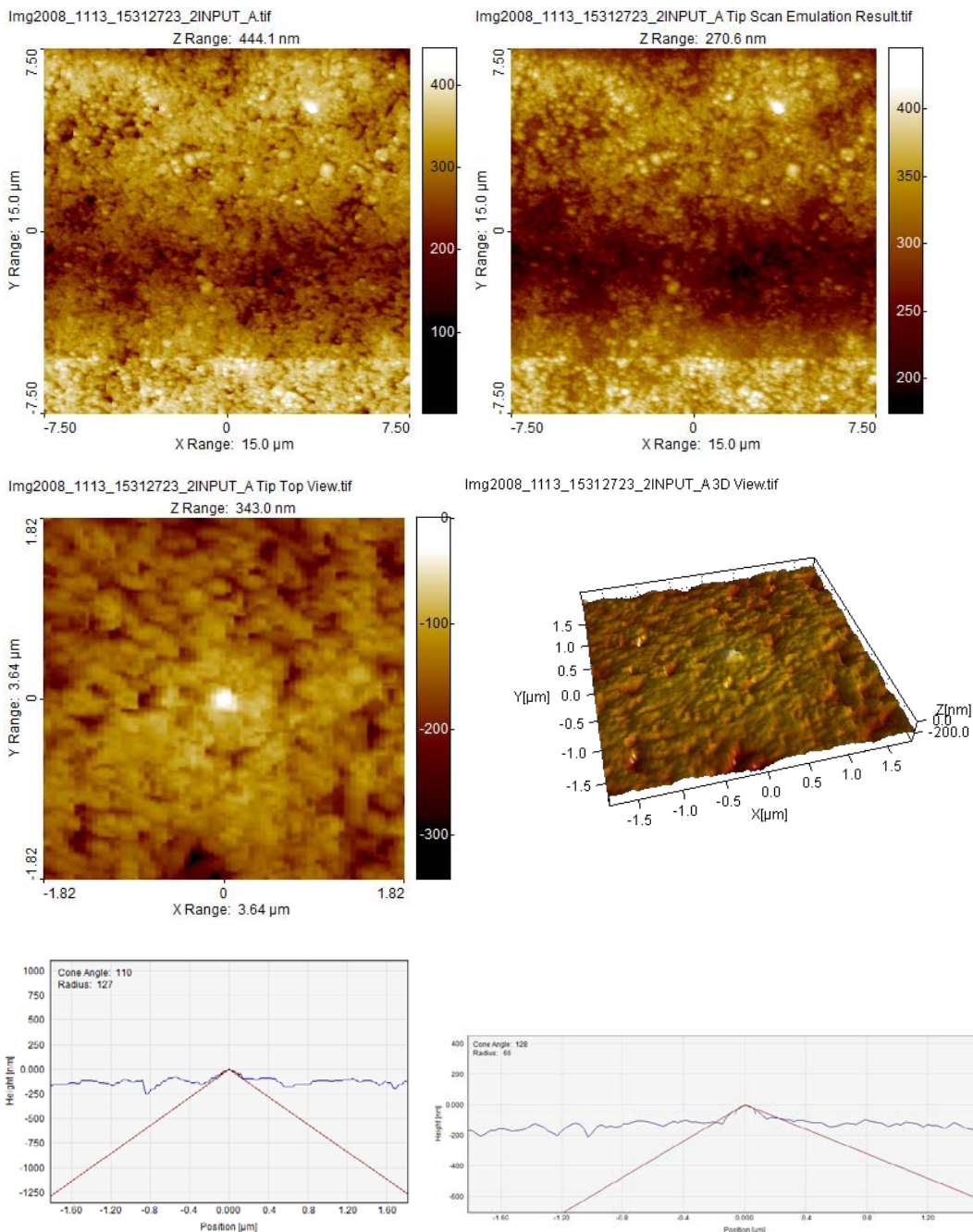
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	137,09	Sz [nm]	88,706
	Sv [nm]	85,389	Sv [nm]	41,733
	Sp [nm]	51,697	Sp [nm]	46,973
hrapavost	Sa [nm]	13,744	Sa [nm]	12,496



Slika 5.25 AFM snimak ugljeničnog čelika 1040 (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.25 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

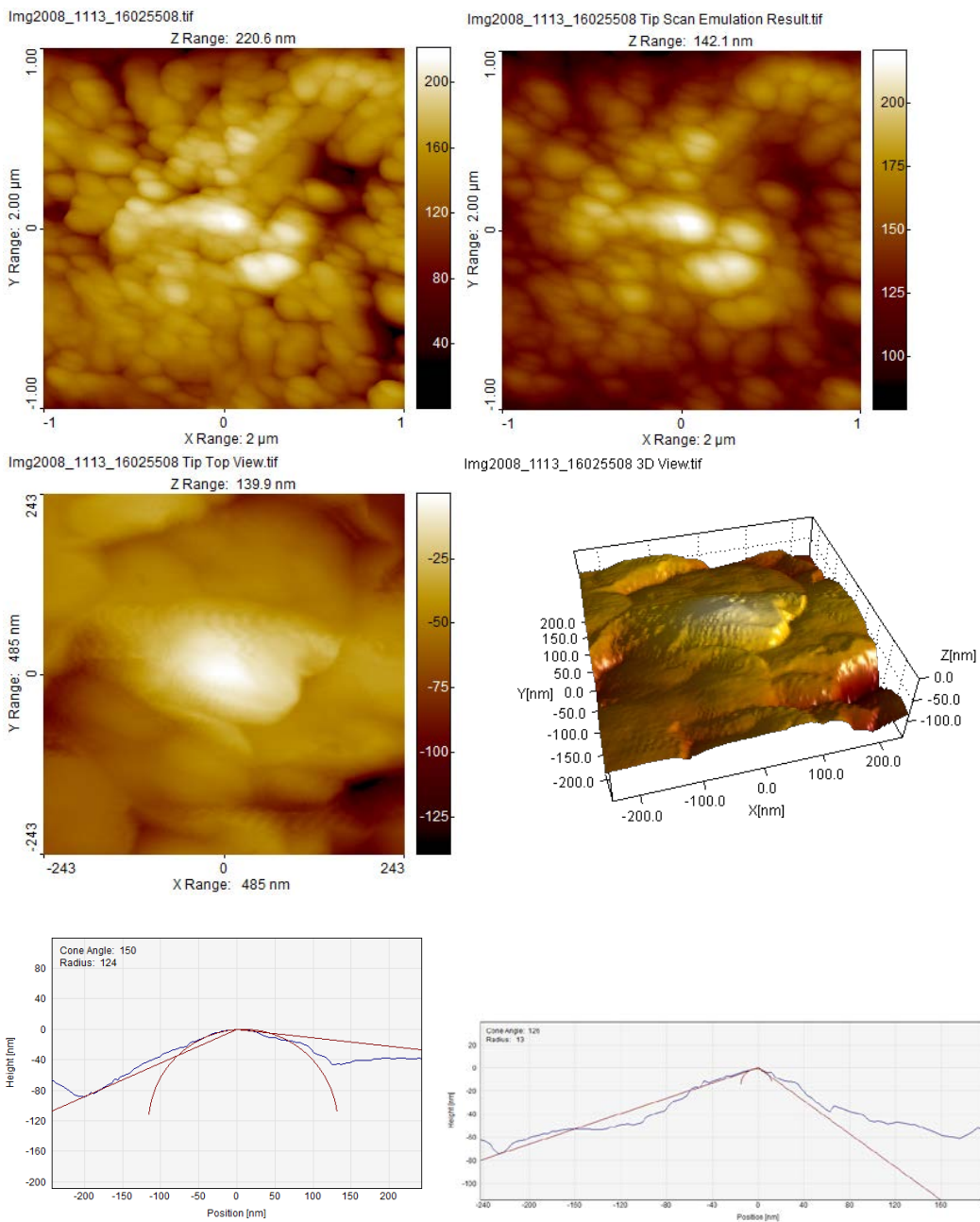
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	342,22	Sz [nm]	223,12
	Sv [nm]	222,21	Sv [nm]	123,97
	Sp [nm]	120,01	Sp [nm]	99,149
hrapavost	Sa [nm]	38,467	Sa [nm]	32,87



Slika 5.26 AFM snimak magnetnog medija (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.26 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

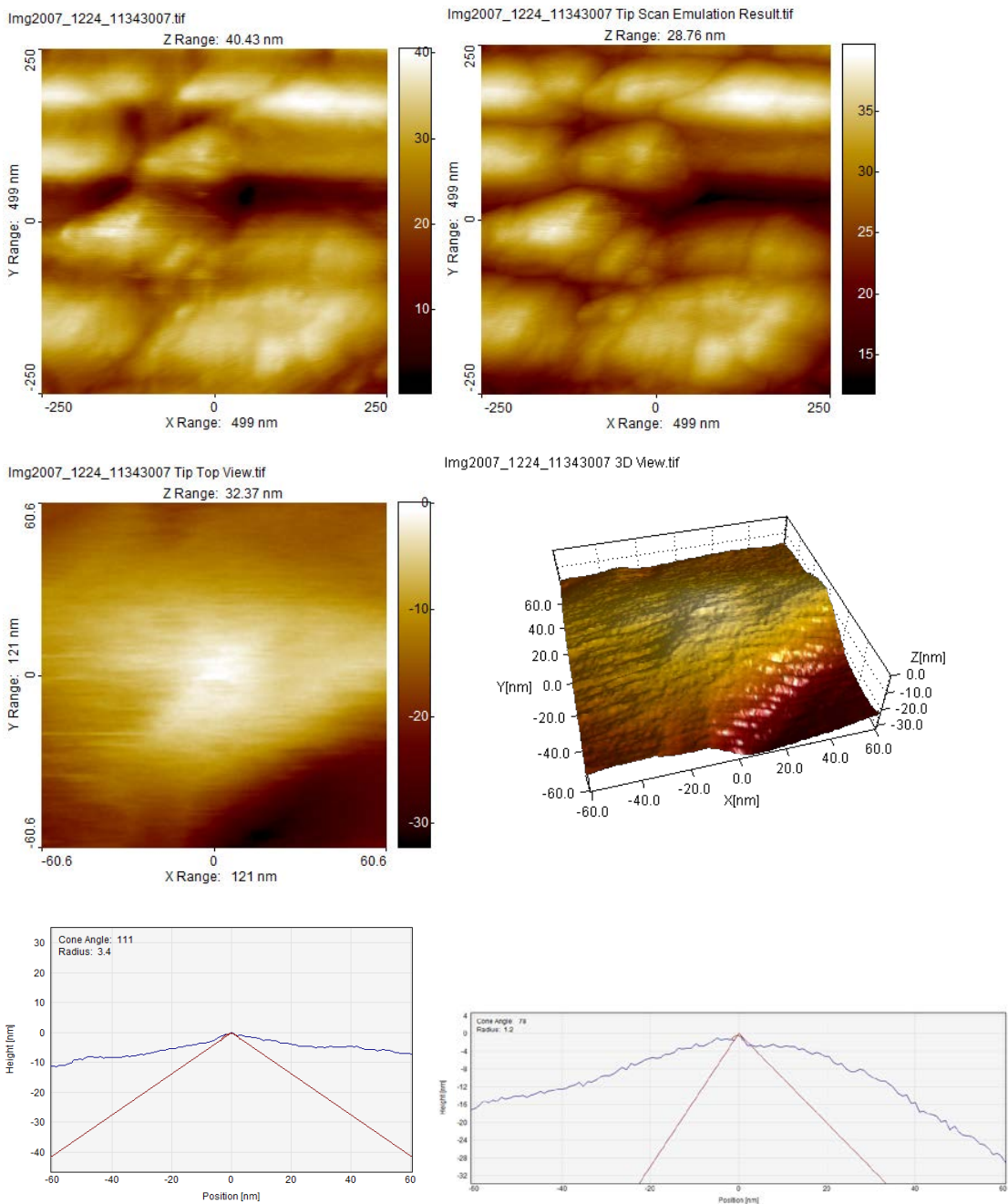
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	445,05	Sz [nm]	271,99
	Sv [nm]	294,3	Sv [nm]	128,6
	Sp [nm]	150,75	Sp [nm]	143,39
hrapavost	Sa [nm]	42,351	Sa [nm]	37,697



Slika 5.27 AFM snimak magnetnog medija (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseki vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.27 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

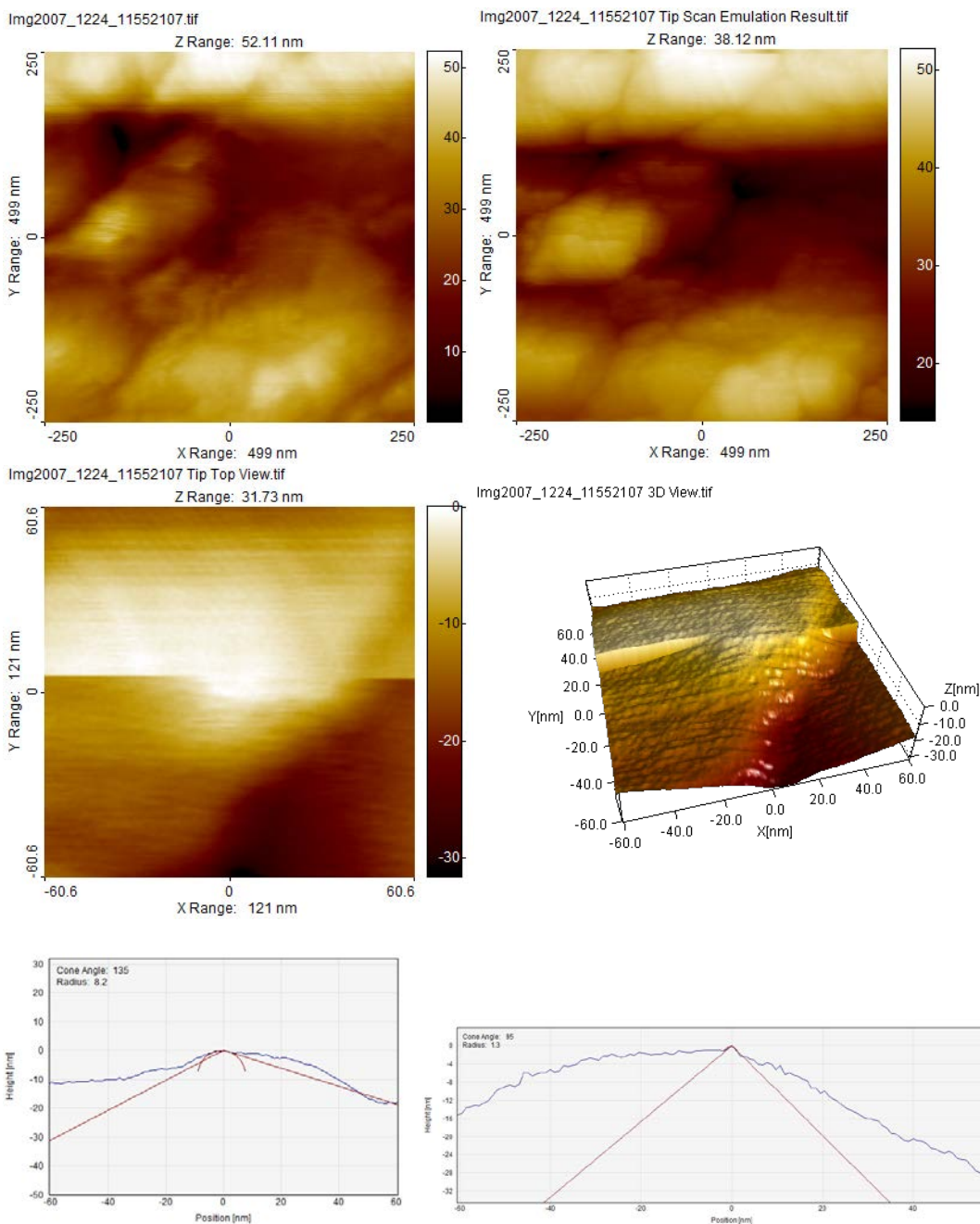
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	218,94	Sz [nm]	141,99
	Sv [nm]	135,7	Sv [nm]	67,485
	Sp [nm]	83,245	Sp [nm]	74,5
hrapavost	Sa [nm]	21,07	Sa [nm]	17,079



Slika 5.28 AFM snimak PbMnTe (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.28 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

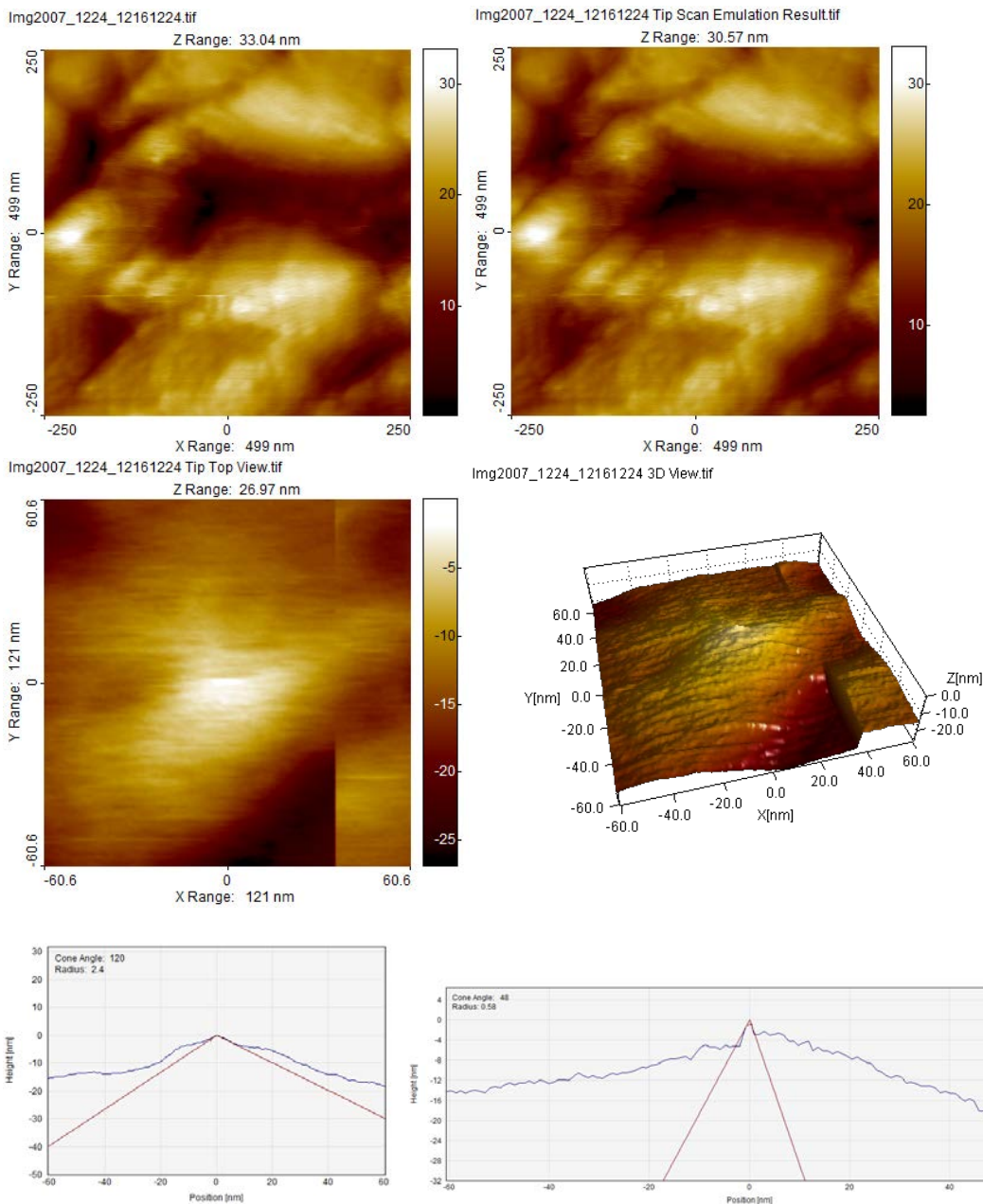
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	40,394	Sz [nm]	28,38
	Sv [nm]	25,74	Sv [nm]	16,21
	Sp [nm]	14,654	Sp [nm]	12,17
hrapavost	Sa [nm]	5,1814	Sa [nm]	3,9995



Slika 5.29 AFM snimak PbMnTe (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.29 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

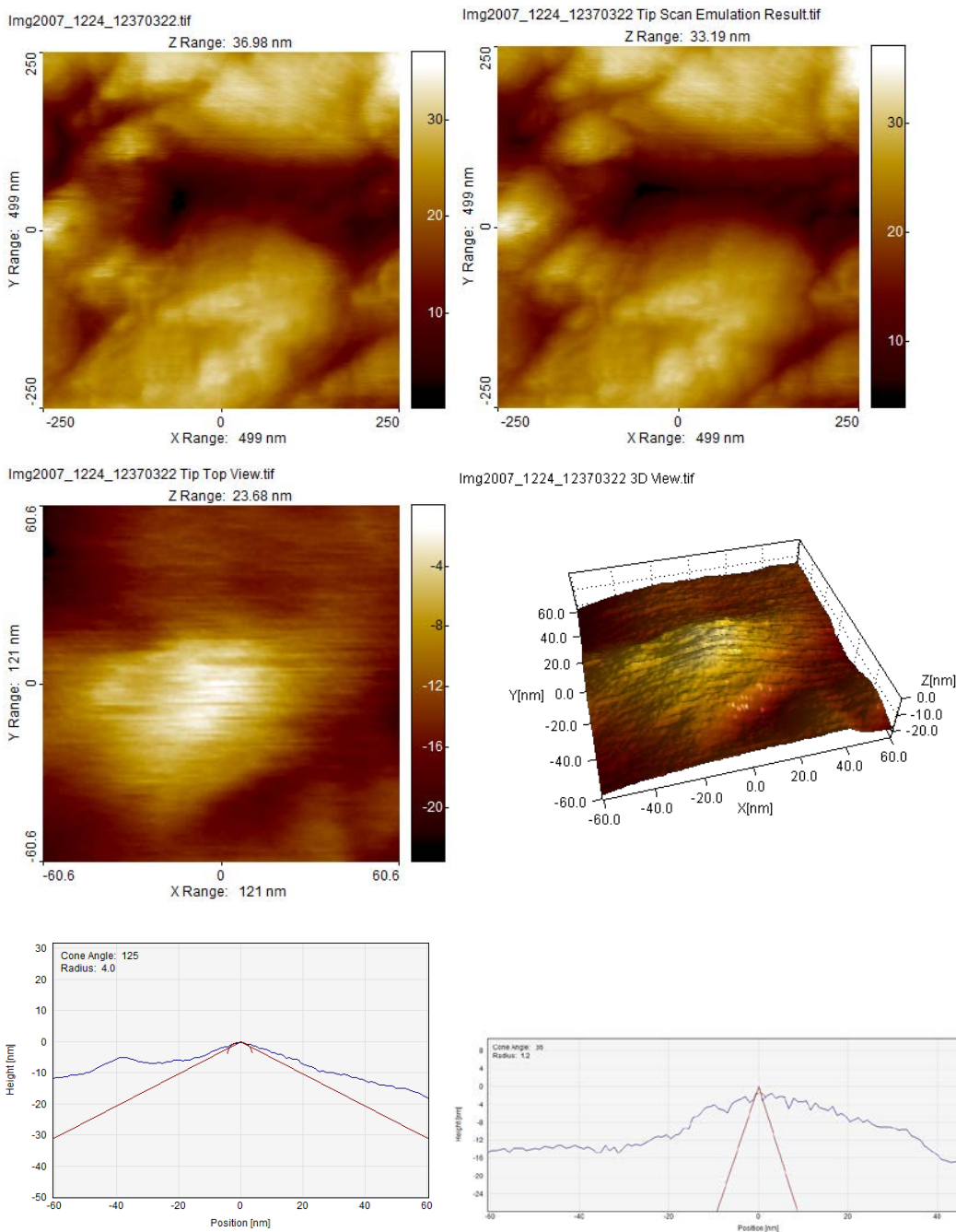
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	52,351	Sz [nm]	37,172
	Sv [nm]	28,439	Sv [nm]	21,065
	Sp [nm]	23,912	Sp [nm]	16,108
hrapavost	Sa [nm]	8,3832	Sa [nm]	7,7143



Slika 5.30 AFM snimak PbMnTe (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.30 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

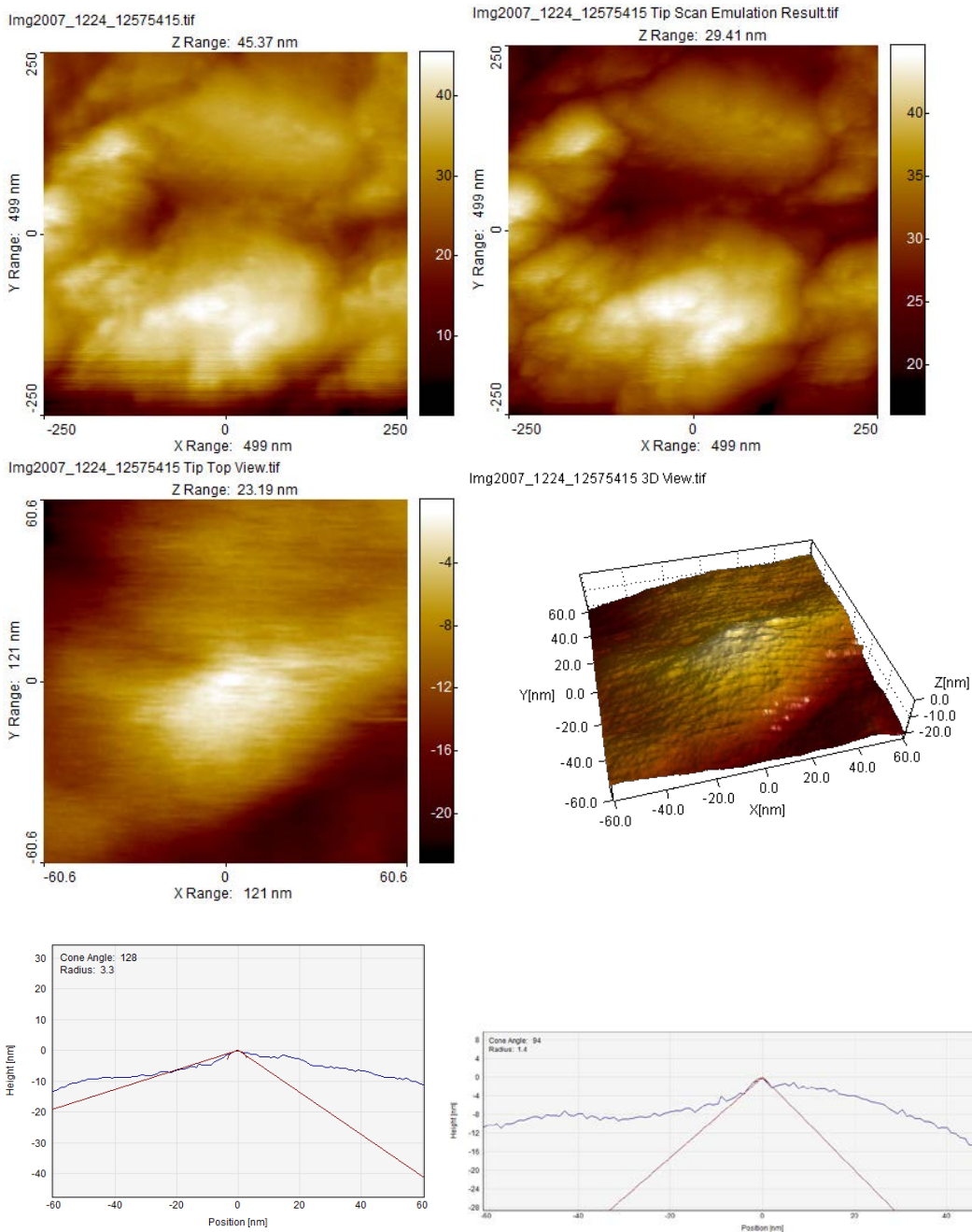
	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	32,961	Sz [nm]	30,229
	Sv [nm]	16,337	Sv [nm]	14,51
	Sp [nm]	16,624	Sp [nm]	15,719
hrapavost	Sa [nm]	4,8611	Sa [nm]	4,3988



Slika 5.31 AFM snimak PbMnTe (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.31 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

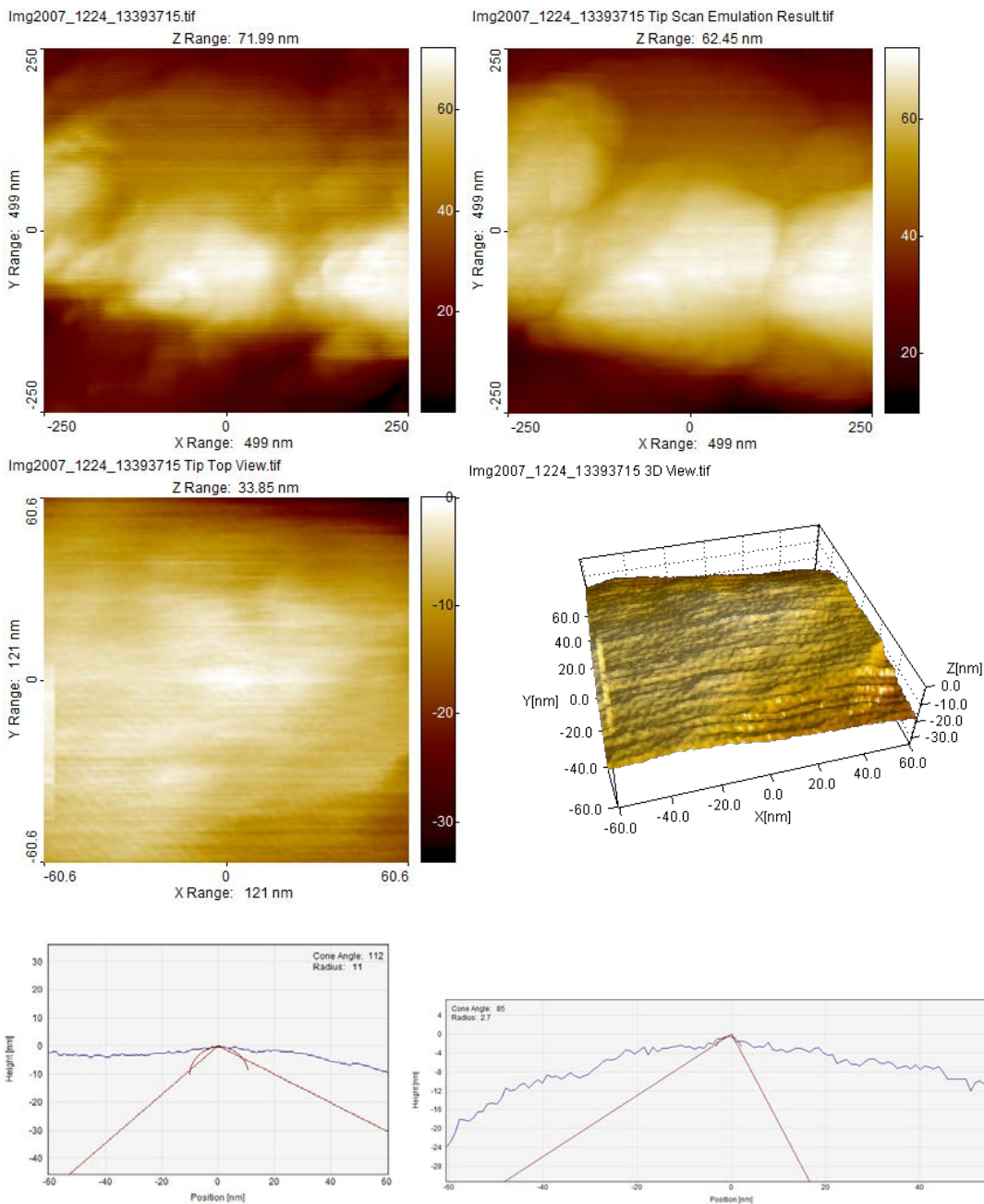
	original	emulacija
Z	Sz [nm]	37,214
	Sv [nm]	19,636
	Sp [nm]	17,578
hrapavost	Sa [nm]	5,8857



Slika 5.32 AFM snimak PbMnTe (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

Tabela 5.32 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	44,866	Sz [nm]	30,341
	Sv [nm]	28,552	Sv [nm]	17,672
	Sp [nm]	16,314	Sp [nm]	12,669
hrapavost	Sa [nm]	5,5541	Sa [nm]	3,9236



Slika 5.33 AFM snimak PbMnTe (a), prečišćen snimak dobijen posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata sonde (b), 2D i 3D snimci realne sonde kojom je snimanje izvršeno (c) i (d), i preseci vrha sonde u ravnima xz i yz (e) i (f)

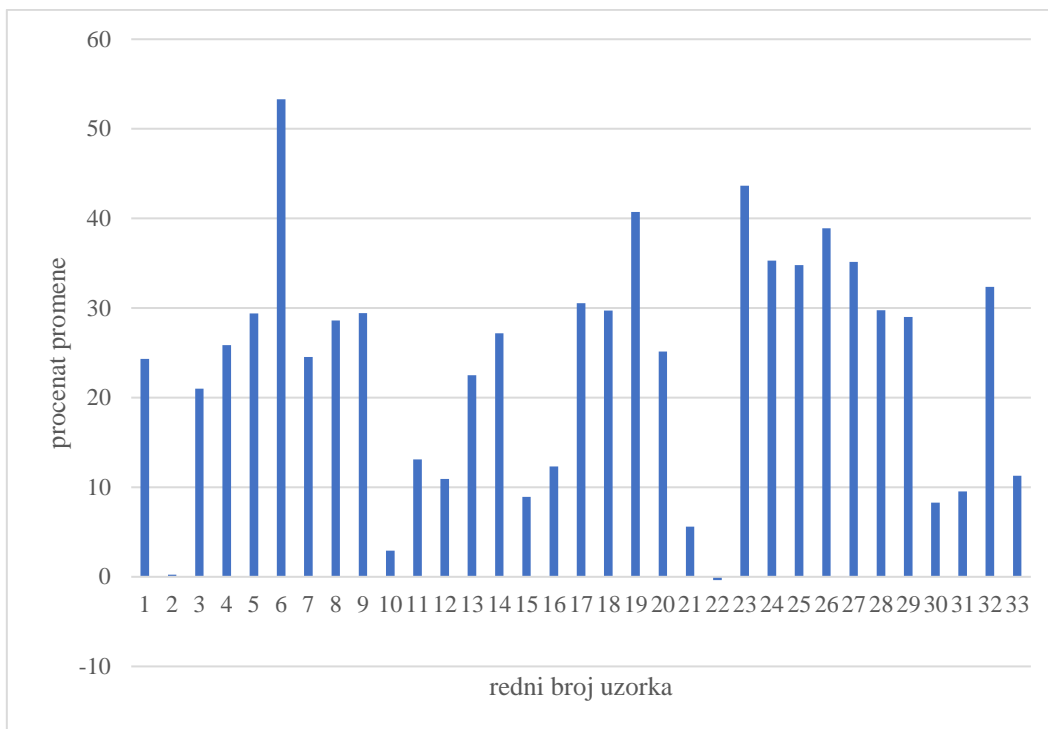
Tabela 5.33 Numerički podaci o snimljenoj površini uzorka i emulaciji posle primene algoritama

	original		emulacija	
Z	Sz [nm]	71,456	Sz [nm]	63,395
	Sv [nm]	39,376	Sv [nm]	40,146
	Sp [nm]	32,079	Sp [nm]	23,249
hrapavost	Sa [nm]	14,492	Sa [nm]	12,783

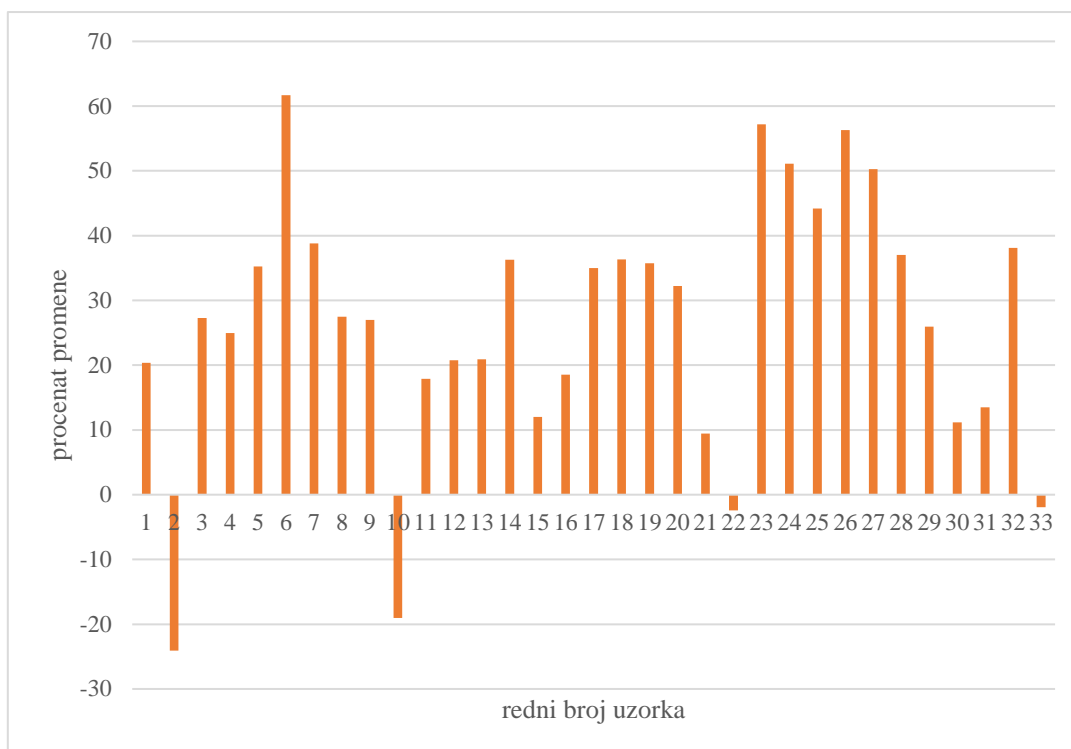
Tabela 5.34 Prikaz svih parametara za upoređivanje podataka sa originalnih snimaka i posle primene algoritama za eliminaciju uticaja artefakata

	S_z	S_v	S_p	S_a
1	24,30456	20,34982	27,55726	20,11949
2	0,231071	-24,0663	26,54067	36,99955
3	20,98179	27,28035	9,891927	17,57463
4	25,85826	24,97023	28,65484	26,73086
5	29,40103	35,26365	22,22222	26,79013
6	53,31537	61,67491	38,5843	39,18011
7	24,54643	38,79143	5,87844	13,39681
8	28,61727	27,49768	30,61735	51,41574
9	29,4439	26,97382	31,4058	23,39557
10	2,920067	-19,0244	22,73517	32,9537
11	13,10739	17,90943	6,807772	7,708831
12	10,9359	20,76512	2,778397	0,508117
13	22,50725	20,89234	25,18013	31,95878
14	27,19172	36,26845	7,211025	12,20574
15	8,926249	12,01824	2,772776	2,583242
16	12,31661	18,54217	2,066695	2,163415
17	30,53498	34,97747	18,50314	31,26443

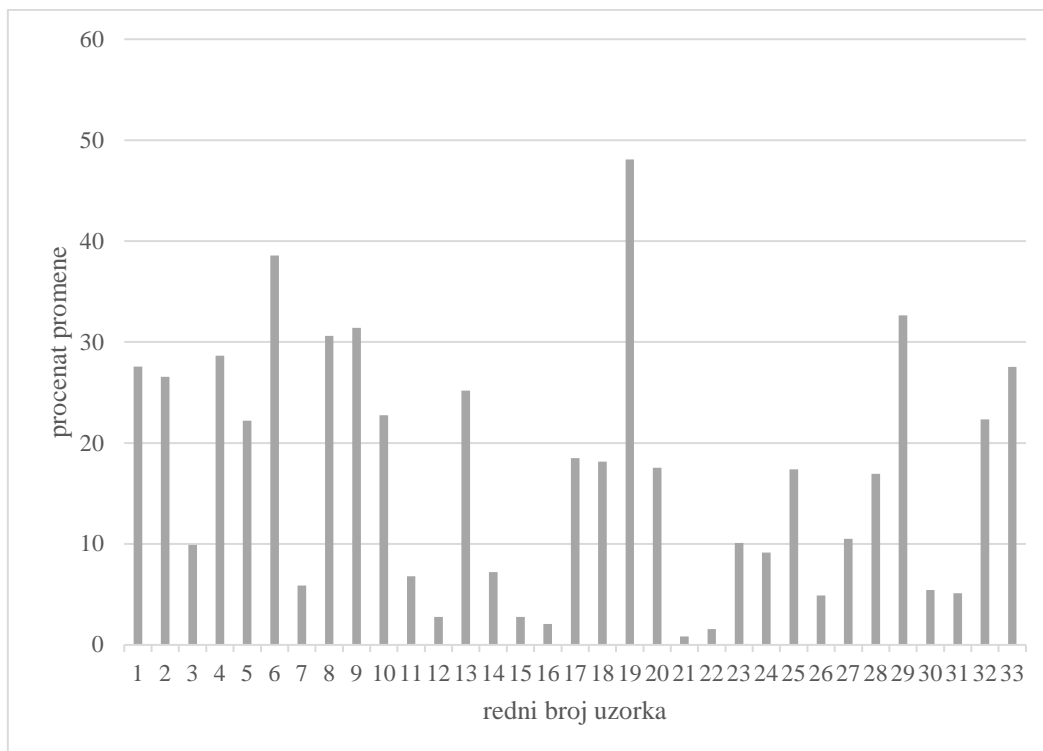
18	29,73225	36,32646	18,15294	33,22519
19	40,71485	35,75658	48,09704	50,78382
20	25,12861	32,21354	17,54109	10,27796
21	5,582762	9,4136	0,829859	4,102266
22	-0,36118	-2,40452	1,581745	1,284807
23	43,6612	57,19653	10,1065	13,02169
24	35,2936	51,12602	9,137861	9,080326
25	34,80217	44,21043	17,38272	14,55013
26	38,88552	56,30309	4,882255	10,98911
27	35,14662	50,26898	10,50514	18,94162
28	29,74204	37,02409	16,951	22,81044
29	28,99467	25,92918	32,63633	7,979053
30	8,288583	11,1832	5,443936	9,510193
31	9,536733	13,50581	5,10297	11,6044
32	32,37418	38,10591	22,34277	29,35669
33	11,28107	-1,95551	27,5258	11,79271



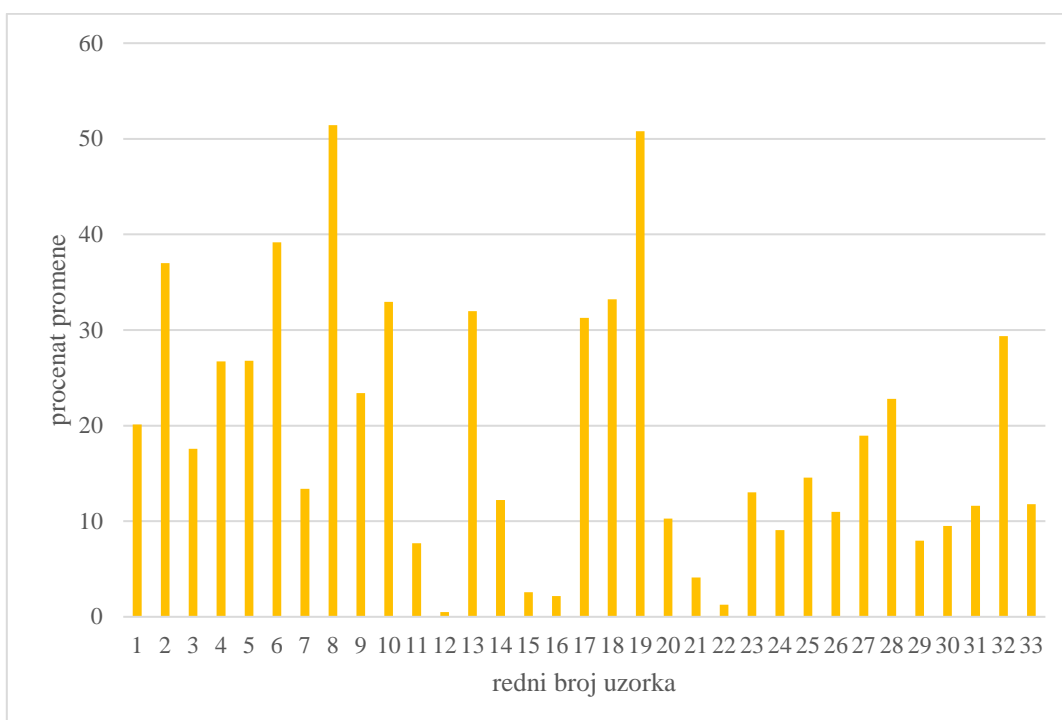
Slika 5.34 Grafički prikaz promene parametra S_z – visinske razlike između najvišeg i najnižeg vrha



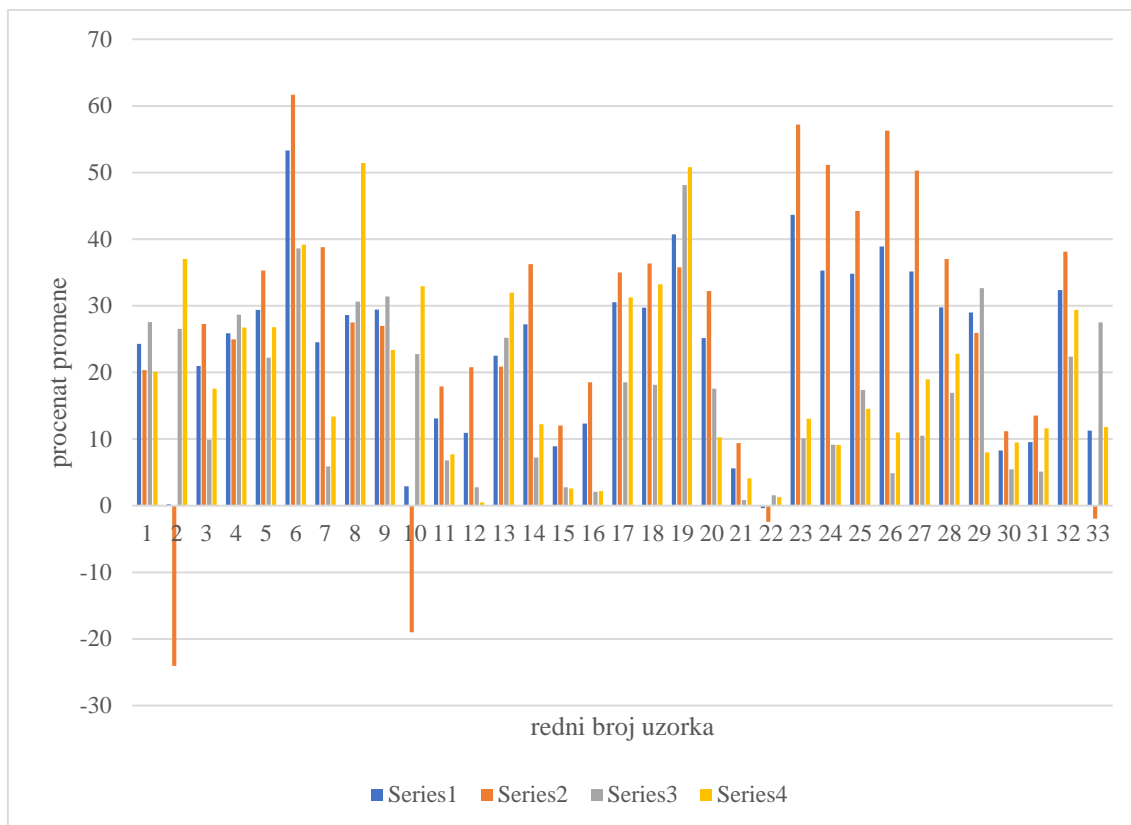
Slika 5.35 Grafički prikaz promene parametra S_v – maksimalne vrednosti udubljenja



Slika 5.36 Grafički prikaz promene parametra S_p – maksimalne visine vrha



Slika 5.37 Grafički prikaz promene parametra S_a – prosečne hrapavosti na celom snimku



Slika 5.38 Zbirni grafički prikaz promena svih parametara uzetih u razmatranje za ocenu uspešnosti primene algoritama za eliminaciju artefakata

5.2 DISKUSIJA

U istraživanjima koja su prethodila ovom radu izvršena su snimanja uzoraka različitog sastava i fizičkih osobina. Obzirom na to, korišćene su različite sonde prilagođene karakteru ispitivanja i osobinama od interesa.

Iz tabele 5.34 i na grafikonu prikazanom na Slici 5.38 očigledno je da je upotreba matematičkih algoritama za eliminaciju artefakata sonde dala izvanredne rezultate. Procentualno izraženo poboljšanje slike u smislu izdvajanja regija od značaja za procenu kvaliteta se kreće u sledećim granicama:

- 53,31537% maksimalnog poboljšanja za S_z
- 61,67491% maksimalnog poboljšanja za S_v
- 48,09704% maksimalnog poboljšanja za S_p
- 51,41574% maksimalnog poboljšanja za S_a

Prosečno poboljšanje cele grupe od 33 ispitivana uzorka izraženo u procentima iznosi:

- 23,45283% za parametar S_z
- 26,52387% za parametar S_v
- 16,89781% za parametar S_p
- 19,28059% za parametar S_a

Iz grupe se posebno izdvajaju uzorci pod rednim brojevima 6, 19, 23, 25, 26, 28 s jedne strane, i 2, 10 i 22 sa druge strane, i oni će biti detaljnije analizirani.

Snimak uzorka pod rednim brojem 6 (ekstrakovani zub) je dimenzija 4,5x4,5 μm . Dobijen je upotrebom sonde sa oznakom CSC37 / AL BS. Ova sonda se koristi za ispitivanje tvrdih uzoraka u kontaktnom režimu. Tipičan radijus vrha specificiran od strane proizvođača je 8 nm a ugao konusa je 40°. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 51 nm a ugao konusa 128° u xz ravni, odnosno 64 nm i 117° u yz ravni. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 243,13 nm i prosečne hrapavosti od 67,83 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 149,32 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 41,259 nm za prosečnu hrapavost. Iz ovih vrednosti je očigledno da je algoritam omogućio finiju procenu površine uzorka, odnosno da se kroz nekoliko iteracija došlo do oblika vrha sonde koji je osetljiviji na prelaze između tačaka na površini uzorka. Pokazana promena je 38,58429% za visinu i 39,1801% za hrapavost površine. Emulacija vrha sonde pokazuje veliko neslaganje sa teoretskim dimenzijama, ali je geometrija bez višestrukih kontakata sa uzorkom omogućila popravku originalne slike.

Snimak uzorka pod rednim brojem 19 (butna kost) je dimenzija 2x2 μm . Dobijen je upotrebom sonde sa oznakom NSC36/Co-Cr/AL BS. Ova sonda se koristi i za ispitivanje magnetnih osobina uzorka u beskontaktnom režimu, te je iz tog razloga presvučena magnetičnim materijalom (Co-Cr). Zbog karakteristične namene ovih sonde i velikog broja očekivanih oscilacija, zbog prevencije savijanja i povećanja refleksije laserskog snopa gornja strana sonde je presvučena tankim slojem aluminijuma. Tipične dimenzije sonde specificirane od strane proizvođača su iste kao i u prethodnom slučaju. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 66 nm a ugao konusa 175° u xz ravni, odnosno 132 nm i 172° u yz ravni. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 260,91 nm i prosečne hrapavosti od 100,15 nm. Posle primene algoritama za

eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 135,42 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 49,29 nm za prosečnu hrapavost. Iz ovih vrednosti je očigledno da je algoritam omogućio finiju procenu površine uzorka, odnosno da se kroz nekoliko iteracija došlo do oblika vrha sonde koji je osetljiviji na prelaze između tačaka na površini uzorka. Pokazana promena je 48,09704% za visinu i 50,78382% za hrapavost površine. Izvanredan rezultat u procesu emulacije je dobijen zahvaljujući ogromnoj ali izuzetno ravnoj površini vrha sonde, koja je za sve vreme snimanja imala samo jednu dodirnu tačku sa snimanim uzorkom.

Snimak uzorka pod rednim brojem 23 (aluminijum) je dimenzija 1x1 μm . Dobijen je upotrebom sonde sa oznakom CSC17 / NO AL. Ova sonda se koristi za ispitivanje tvrdih uzoraka u kontaktnom režimu. Tipičan radijus vrha specificiran od strane proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 18 nm a ugao konusa 120° u xz ravni, odnosno 10 nm i 99° u yz ravni. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 36,62 nm i prosečne hrapavosti od 14,568 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 32,919 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 12,671 nm za prosečnu hrapavost. Prilikom snimanja ovog uzorka uočen je vrlo loš kvalitet snimaka koji su bili neupotrebljivi za analizu. S obzirom na kvalitet obrade uzorka (poliran abrazivnom pastom), razlozi lošeg kvaliteta snimaka nisu mogli da potiču od uzorka (fino obrađena površina koja ne zahteva malu brzinu relativnog kretanja sonda – uzorak zbog velikih visinskih razlika razlika vrh – vrh i vrh – udubljenje), i sve je ukazivalo da je problem u samoj sondi. Nakon više pokušaja sa raličitim sondama iz serija NSC i CSC, dobijen je kvalitetan snimak. Bilo je neophodno pronaći sondu čije su geometrijske karakteristike sasvim blizu proizvođačkoj specifikaciji, jer je u svim ostalim slučajevima bilo nemoguće snimiti topografiju uzorka čiji je najviši vrh tek 4 puta veći od radijusa vrha sonde. Nadalje, zahvaljujući precizno izrađenom vrhu sonde bilo je moguće izvršiti finu emulaciju, pa je dobijeno poboljšanje od 10,10649% za visinu i 13,02169% za hrapavost površine. Ovako procentualno mala promena se objašnjava činjenicom da je kvalitet originalnog snimka bio na zavidnom nivou.

Snimak uzorka pod rednim brojem 25 (ugljenični čelik) je dimenzija 4,5x4,5 μm . Dobijen je upotrebom sonde sa oznakom CSC37 / AL BS. Ova sonda se koristi za ispitivanje tvrdih uzoraka u kontaktnom režimu. Tipičan radijus vrha specificiran od strane

proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 71 nm a ugao konusa 165° u xz ravni, odnosno 65 nm i 161° u yz ravni. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 120,01 nm i prosečne hrapavosti od 38,467 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 99,149 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 32,87 nm za prosečnu hrapavost. Na topografskoj strukturi uzorka je golim okom vidljiv uticaj izloženosti uslovima okolne sredine u kojoj se materijal nalazio. Obzirom da je uzorak ispitivan u originalnom stanju, bilo je potrebno primeniti malu brzinu relativnog kretanja sonda – uzorak. Emulacija je pokazala da je vrh sonde prevelik, odnosno tek duplo manji od dimenzije najviše tačke na topografiji. Tome treba dodati da visinska razlika između najviše i najniže tačke na snimku iznosi približno $0,35\mu\text{m}$ što predstavlja veliki skok. Emulacijom je dobijeno poboljšanje od 17,38271% za visinu i 14,55013% za hrapavost površine.

Snimak uzorka pod rednim brojem 26 (floppy disk) je dimenzija $15 \times 15 \mu\text{m}$. Cilj ispitivanja su bile magnetske osobine materijala sa izraženim magnetičnim osobinama. Snimanje je izvršeno sondom za „tapping“ režim snimanja magnetičnih uzoraka čija je oznaka NSC35 / Cr-Au BS. Tipičan radijus vrha specificiran od strane proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od čak 127 nm a ugao konusa 110° u xz ravni, odnosno 66 nm i 128° u yz ravni. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 150,75 nm i prosečne hrapavosti od 42,351 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 143,39 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 37,697 nm za prosečnu hrapavost. Zanimljivost ovog uzorka je prvenstveno u njegovim magnetičnim svojstvima, odnosno nameni koja podrazumeva ravnomernu raspodelu granula na površini. Iz tog razloga snimak pokazuje vrlo malu hrapavost, i vrlo gusto zbijene granule. Iz istog razloga emulacija vrha sonde izvršena na površini $3,64 \times 3,64 \mu\text{m}$ pokazuje mala odstupanja u visini, što dalje dovodi do istovremenog stupanja u interakciju više tačaka vrha sonde sa površinom uzorka. Ovim je pokazano da je emulacija u navedenoj konstelaciji vrlo zahtevan proces, a dobijeni rezultati predstavljaju malo poboljšanje snimka: 4,88225% za visinu i 10,98911% za hrapavost površine.

Snimak uzorka pod rednim brojem 28 (PbMnTe) je dimenzija $0,5 \times 0,5 \mu\text{m}$. Snimana je topografija u kontaktnom režimu snimanja sondom CSC17 / AL BS. Tipičan radijus vrha

specificiran od strane proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 3,4 nm a ugao konusa 111° u xz ravni, odnosno $1,2$ nm i 78° u yz ravni. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 14,654 nm i prosečne hrapavosti od 5,1814 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 12,17 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 3,9995 nm za prosečnu hrapavost. Tehnologija proizvodnje sonde kojom je vršeno snimanje ovog uzorka ne dozvoljava mogućnost pojave dimenzija koje su emulacijom dobijene. Međutim, srećna okolnost je da je na vrhu sonde postojao artefakt koji se vidi na Slikama 5.28 (c) i (d), aproksimativne veličine $3,4 \times 1,2$ nm i to kao najviša tačka vrha sonde, a koji je omogućio u suštini vrlo preciznu sliku topografije površine. Otuda potiče i mala razlika u dimenzijama originalnog i emuliranog snimka: 16,951% za visinu i 22,81043% za hrapavost površine.

Diskusija sledeća tri snimka će pokazati da emulacija neće u svakoj situaciji da poboljša rezultate snimanja, odnosno da postoje situacije u kojima ona jednostavno nije moguća.

Snimak uzorka pod rednim brojem 2 (mozak pacova) je dimenzija 9×9 μm . Snimana je topografija u „taping“ režimu snimanja sondom NSC15 / AL BS. Izbor sonde je pratio preporuku o tvrdoći snimanog materijala (u pitanju je, za uslove AFM ispitivanja, vrlo mekan materijal). Tipičan radijus vrha specificiran od strane proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 4 nm a ugao konusa 31° u xz ravni, odnosno 315 nm i 66° u yz ravni. Očigledno postoji vrlo velika deformacija vrha sonde u oba preseka, dobijena najverovatnije kao rezultat fizičkog oštećenja ili pohabanosti. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 1703,8 nm i prosečne hrapavosti od 692,63 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 1251,6 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 436,36 nm za prosečnu hrapavost. Procentualno, ova promena iznosi 26,54067% za visinu i 36,9995% za hrapavost površine. Ove vrednosti su moguće kada su u pitanju oblasti na topografiji koje predstavljaju izbočine. Međutim, problem nastaje sa udubljenjima. Maksimalna dubina originalnog snimka iznosi 1844,9 nm, a nakon emulacije 2288,9 nm, što znači da se desila negativna promena od -24,06634%. Slike 5.2 (c), (d) i (f) direktno pokazuju da je vrh sonde ekstremno oštećen, pa rezultati dobijeni na ovaj način ne mogu da se uzmu u obzir pri analizi materijala na osnovu dobijenih snimaka.

Snimak uzorka pod rednim brojem 10 (adhezivni materijal u ortodonciji) je dimenzija $10 \times 10 \mu\text{m}$. Snimana je topografija u kontaktnom režimu snimanja sondom CSC37 / AL BS. Izbor sonde je pratio preporuku o tvrdoći snimanog materijala (u pitanju je izuzetno tvrd materijal). Tipičan radijus vrha specificiran od strane proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 257 nm a ugao konusa 168° u xz ravni, odnosno 165 nm i 140° u yz ravni. Kao i u prethodnom slučaju, i ovde očigledno postoji vrlo velika deformacija vrha sonde u oba preseka, dobijena najverovatnije kao rezultat fizičkog oštećenja ili pohabanosti. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 448,82 nm i prosečne hrapavosti od 201,07 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 346,78 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 134,81 nm za prosečnu hrapavost. Procentualno, ova promena iznosi 22,73517% za visinu i 32,95369% za hrapavost površine. Ove vrednosti su moguće kada su u pitanju oblasti na topografiji koje predstavljaju izbočine. Međutim, opet problem nastaje sa udubljenjima. Maksimalna dubina originalnog snimka iznosi 405,27 nm, a nakon emulacije 482,37 nm, što znači da se desila negativna promena od -19,02435%. Slike 5.10 (c), (d), (e) i (f) direktno pokazuju da je vrh sonde ekstremno oštećen, pa rezultati dobijeni na ovaj način ne mogu da se uzmu u obzir pri analizi materijala na osnovu dobijenih snimaka.

Snimak uzorka pod rednim brojem 22 (RGP kontakno sočivo) je dimenzija $9 \times 9 \mu\text{m}$. Snimana je topografija u „tapping“ režimu snimanja sondom NSC15 / AL BS. Izbor sonde je pratio preporuku o tvrdoći snimanog materijala (polimerni materijal srednje tvrdoće kada su u pitanju AFM zahtevi, ali sa ostacima mekog biološkog materijala iz oka). Tipičan radijus vrha specificiran od strane proizvođača je kao i u prethodnim slučajevima. Realni vrh sonde kojom je izvršeno snimanje ima radijus od 258 nm a ugao konusa 173° u xz ravni, odnosno 100 nm i 129° u yz ravni. Kao i u prethodnom slučaju, i ovde očigledno postoji vrlo velika deformacija vrha sonde u oba preseka. U tim uslovima dobijene su vrednosti najviše tačke na snimku od 76,561 nm i prosečne hrapavosti od 20,937 nm. Posle primene algoritama za eliminaciju artefakata sonde, ove vrednosti se smanjuju na 75,35 nm za tačku sa maksimalnom visinom, i 20,668 nm za prosečnu hrapavost. Procentualno, ova promena iznosi 1,58174% za visinu i 1,28480% za hrapavost površine. Primećuje se da su promene minimalne, i moguće su kada su u pitanju oblasti na topografiji koje predstavljaju izbočine. Međutim, opet problem nastaje sa

udubljenjima. Maksimalna dubina originalnog snimka iznosi 72,946 nm, a nakon emulacije 74,7 nm, što znači da se desila negativna promena od -2,40451%. Na Slikama 5.22 (c) i (d) se direktno vidi da se za vrh sonde prilikom kontakta sa površinom zalepio mekan biološki materijal sa unutrašnje strane sočiva, i da je on vučen preko cele skenirane površine sve vreme skeniranja. Rezultati dobijeni na ovaj način u potpunosti ne mogu da se uzmu u obzir pri analizi materijala.

6. ZAKLJUČAK

Prilikom istraživanja uzoraka predstavljenih u ovom radu: bioloških tkiva i materijala koji se neposredno ili posredno upotrebljavaju u medicini, došlo je do poznatog problema – pojave artefakata različitog porekla, koji utiču na kvalitet snimaka, pa samim tim i na ispravnost na osnovu njih donetih zaključaka. U razmatranje su uzeti artefakti koji potiču od nepravilnosti vrhova sonde za skeniranje. Ove nepravilnosti mogu da budu posledica nesavršenosti proizvodnog procesa u izradi sonde, pohabanost vrha sonde, neželjena interakcija između vrha sonde i uzorka, kontaminacija sonde spoljašnjim faktorima, itd. Dugotrajno bavljenje ovim problemom u cilju poboljšanja kvaliteta već dobijenih snimaka dalo je rezultate u vidu matematičkih algoritama pomoću kojih se vrši simulacija procesa snimanja.

Za SPM ispitivanja se koriste sonde različitih karakteristika. Izbor zavisi najpre od tehnike kojom se vrši snimanje (STM ili AFM), potom od fizičkih karakteristika ispitivanog uzorka, i naposljetku od ciljeva istraživanja (sastav, struktura ili svojstva materijala). Iz perspektive sonde, snimci dobijeni pomoću SPM-a su samo aproksimacije površina uzorka, jer sonde nisu savršene. S obzirom da govorimo o predmetima nanometarskih dimenzija, one nemaju ni savršenu veličinu ni geometriju.

Da bi se umanjio uticaj poremećaja artefakata sonde za skeniranje, neophodno je odrediti metod za rekonstrukciju korišćenih sonde, i snimaka dobijenih pomoću njih. U ovom radu korišćen je metod „na slepo“, koji se zasniva na upotrebi osnovnih alata matematičke morfologije u određivanju spoljašnjih granica sonde. [78]; [81]; [79]. Takozvana „rekonstrukcija na slepo“ vrha sonde za skeniranje mikroskopijom atomskim silama ne podrazumeva unapred poznavanje podataka o sondi. Oni se dobijaju sa originalnog snimka, uz pomoć teorije skupova i matematičke morfologije.

Uzimajući u obzir realne geometrijske karakteristike sonde, primenom matematičkih algoritama dobijena je emulirana grafička interpretacija originalnih snimaka. U procesu snimanja se dobija datoteka koja, između ostalog, sadrži i vrednosti sve tri koordinate svake tačke na snimku. Obradom poznatim statističkim metodama se izračunavaju parametri od značaja za verodostojnost realne površine uzorka. Kao rezultat se dobija preciznija slika realnog stanja površine uzorka u trenutku snimanja.

Smisao metode je da se pomoću nje dobijaju upotrebljivi snimci, koji bi bez naknadnog procesuiranja bili odbačeni, jer su poremećaji koji su se pojavili u toku procesa snimanja

bili izraženi u meri koja ih čini neupotrebljivim za analizu realnog stanja ispitivanog materijala.

Ispitivanje je obuhvatilo 33 uzorka materijala različitog porekla. Od ovog broja, na 29 snimaka je pokazana uspešnost metode primenjene na korišćenim sondama i na biološkim i tehnološkim materijalima koji se koriste u biomedicini. Primena algoritama za eliminaciju artefakata na preostala 4 uzorka nije dala poboljšanje snimaka, ali je doprinela izuzetno važnom zaključku. Vreme utrošeno na pokušaje da se dobije kvalitetan snimak upotrebljiv u cilju karakterizacije materijala je moguće drastično skratiti, ukoliko se u procesu emulacije pravovremeno uvidi da je sonda neupotrebljiva usled fizičkog defekta, ili da je došlo do izvesne kontaminacije koja utiče na kvalitet i čitljivost snimka u bar dva ponovljena skeniranja.

U pogledu sonde za skeniranje, korišćeni su svi tipovi komercijalnih sonde u uobičajenoj SPM praksi: sonde za kontaktne, „tapping“, beskontaktni i magnetni mod, ali samo jednog proizvođača komercijalnih sonde. Dalja istraživanja u ovom segmentu pojave i uticaja artefakata podrazumevaju uključivanje i komercijalnih sonde drugih proizvođača i njihovu karakterizaciju. Ovo se nameće kao pitanje stoga što pomenuti artefakti imaju različite efekte u zavisnosti od tehnološkog procesa pomoću kojeg su načinjene.

Iskazani rezultati utiču i na cenu istraživanja, i to kroz nekoliko segmenata. Ko prvo, tu su utrošeni istraživač sati za dobijanje kvalitetnog snimka. Drugo, korišćenje snimaka koji pre postprocesuiranja nemaju nikakvu ili imaju mali upotrebnu vrednost. Treće, ušteda u materijalnim sredstvima pravilnom i pravovremenom odlukom o tipu i vrsti sonde koja je najbolja za materijal u čije se istraživanje ulazi, posmatrano sa aspekta mogućnosti izbegavanja artefakata, tamo gde je to moguće unapred predvideti.

Tokom istraživanja isprobani su različiti algoritmi za eliminaciju artefakata koji potiču od sonde. Takođe su isprobavani i različiti softverski alati u cilju pronalaženja najkvalitetnijeg. Pri tome se pod ovim pojmom podrazumeva istinitost, mogućnost manipulacije podacima, preglednost, čitljivost, komocija u radu i implementacija različitih pomoćnih algoritama za procesuiranje i postprocesuiranje snimaka dobijenih na SPM-u, kao što su različite vrste filtera, matematičkih i statističkih manipulacija, i odgovarajući izlazni fajlovi koje je moguće brzo i direktno učitavati u druge softverske pakete u cilju na primer statističke obrade.

Prikazani rezultati su očigledan dokaz upotrebne vrednosti mikroskopije atomskim silama kao tehnike za snimanja bioloških materijala u nanodimenzionalnom svetu, a primenjeni algoritmi povećavaju upotrebnu vrednost snimaka u smislu boljeg zaključivanja na osnovu preciznijih numeričkih podataka uzetih sa procesuiranih snimaka. S obzirom na ovaj zaključak, smisljeno je nastaviti istraživanja, obuhvatajući širi spektar bioloških i sintetizovanih materijala koji se primenjuju u medicini i stomatologiji.

7. LITERATURA

- [1] R. P. Feynman, "There's plenty of room at the bottom: An invitation to enter a new field of physics," *Eng. Sci.*, vol. 23, pp. 22–35, 1960.
- [2] M. A. El-Sayed, "Some interesting properties of metals confined in time and nanometer space of different shapes," *Acc. Chem. Res.*, vol. 34, no. 4, pp. 257–264, 2001.
- [3] S. Link and M. A. El-Sayed, "Spectral Properties and Relaxation Dynamics of Surface Plasmon Electronic Oscillations in Gold and Silver Nanodots and Nanorods," *J. Phys. Chem. B*, vol. 103, no. 40, pp. 8410–8426, 1999.
- [4] Z. L. Wang, J. M. Petroski, T. C. Green, and M. A. El-Sayed, "Shape Transformation and Surface Melting of Cubic and Tetrahedral Platinum Nanocrystals," *J. Phys. Chem. B*, vol. 102, no. 32, pp. 6145–6151, 1998.
- [5] P. Alivisatos, "The use of nanocrystals in biological detection," *Nat. Biotechnol.*, vol. 22, no. 1, pp. 47–52, 2004.
- [6] C. Xu and Z. L. Wang, "Compact hybrid cell based on a convoluted nanowire structure for harvesting solar and mechanical energy," *Adv. Mater.*, vol. 23, no. 7, pp. 873–877, 2011.
- [7] Y.-G. Guo, J.-S. Hu, and L.-J. Wan, "Nanostructured Materials for Electrochemical Energy Conversion and Storage Devices," *Adv. Mater.*, vol. 20, no. 15, pp. 2878–2887, 2008.
- [8] N. Taniguchi and Others, "On the basic concept of nanotechnology," *Proc. Intl. Conf. Prod. Eng. Tokyo, Part II, Japan Soc. Precis. Eng.*, pp. 18–23, 1974.
- [9] K. E. Drexler, *Nanosystems: Molecular machinery, manufacturing and computation*, vol. 5, no. 11. 1992.
- [10] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy," *Physical Review Letters*, vol. 49, no. 1. pp. 57–61, 1982.
- [11] G. Binnig and C. F. Quate, "Atomic Force Microscope," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, no. 9, pp. 930–933, 1986.
- [12] G. Meyer and N. M. Amer, "Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 57, no. 20, pp. 2089–2091, 1990.
- [13] B. Bhushan, *Handbook of micro/nano tribology*. 1995.
- [14] C. H. Ahn *et al.*, *Springer Handbook of Nanotechnology*. 2004.
- [15] B. Bhushan, "Handbook of Nanotechnology," in *Handbook of Nanotechnology*, 2010, p. 278.
- [16] B. Bhushan, J. N. Israelachvili, and U. Landman, "Nanotribology: friction, wear and lubrication at the atomic scale," *Nature*, vol. 374, no. 6523, pp. 607–616, 1995.
- [17] B. Bhushan and S. Sundararajan, *Micro/nanoscale friction and wear mechanisms of thin films using atomic force and friction force microscopy*, vol. 46, no. 11. 1998.

- [18] B. Bhushan, *Introduction to Tribology, Second Edition*. 2013.
- [19] N. a. Burnham, “Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials using an atomic force microscope,” *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 7, no. 4, p. 2906, 1989.
- [20] B. Bhushan and V. N. Koinkar, “Nanoindentation hardness measurements using atomic force microscopy,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 64, no. 13, pp. 1653–1655, 1994.
- [21] D. DeVecchio and B. Bhushan, “Localized surface elasticity measurements using an atomic force microscope,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 68, no. 12, pp. 4498–4505, 1997.
- [22] S. Kondo, S. Heike, M. Lutwyche, and Y. Wada, “Surface modification mechanism of materials with scanning tunneling microscope,” *J. Appl. Phys.*, vol. 78, no. 1, pp. 155–160, 1995.
- [23] U. Weber, R. Houbertz, and U. Hartmann, “Modification of thin gold films with the scanning tunneling microscope,” *Surf. Sci.*, vol. 471, no. 1–3, 2001.
- [24] J. Zhao *et al.*, “Three-Dimensional Nanoprinting via Scanning Probe Lithography-Delivered Layer-by-Layer Deposition,” *ACS Nano*, vol. 10, no. 6, pp. 5656–5662, 2016.
- [25] A. J. M. Giesbers, U. Zeitler, S. Neubeck, F. Freitag, K. S. Novoselov, and J. C. Maan, “Nanolithography and manipulation of graphene using an atomic force microscope,” *Solid State Commun.*, vol. 147, no. 9–10, pp. 366–369, 2008.
- [26] T. Fukuma, K. Kobayashi, K. Matsushige, and H. Yamada, “True atomic resolution in liquid by frequency-modulation atomic force microscopy,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 87, no. 3, 2005.
- [27] F. J. Giessibl, C. Gerber, and G. Binnig, “A Low-Temperature Atomic Force Scanning Tunneling Microscope for Ultrahigh-Vacuum,” *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 9, no. 2, pp. 984–988, 1991.
- [28] C. Basire and D. A. Ivanov, “Evolution of the lamellar structure during crystallization of a semicrystalline-amorphous polymer blend: Time-resolved hot-stage SPM study,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 85, no. 26, pp. 5587–5590, 2000.
- [29] I. Giaever, “Energy gap in superconductors measured by electron tunneling,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 5, no. 4, pp. 147–148, 1960.
- [30] P. K. Hansma and J. Tersoff, “Scanning tunneling microscopy,” *J. Appl. Phys.*, vol. 61, pp. R1–R23, 1987.
- [31] J. Frommer, “Scanning Tunneling Microscopy and Atomic Force Microscopy in Organic Chemistry,” *Angewandte Chemie International Edition in English*, vol. 31, no. 10, pp. 1298–1328, 1992.
- [32] J. a Strosio and D. M. Eigler, “Atomic and molecular manipulation with the scanning tunneling microscope,” *Science*, vol. 254, pp. 1319–1326, 1991.
- [33] G. Binnig and H. Rohrer, “Scanning tunneling microscopy,” *Surf. Sci.*, vol. 126,

- no. 1–3, pp. 236–244, 1983.
- [34] Y. C. Kim and D. N. Seidman, “An electrochemical etching procedure for fabricating scanning tunneling microscopy and atom-probe field-ion microscopy tips,” *Met. Mater. Int.*, vol. 9, no. 4, pp. 399–404, 2003.
- [35] Z. Q. Yu, C. M. Wang, Y. Du, S. Thevuthasan, and I. Lyubinetzky, “Reproducible tip fabrication and cleaning for UHV STM,” *Ultramicroscopy*, vol. 108, no. 9, pp. 873–877, 2008.
- [36] G. Binnig, C. Quate, and C. Gerber, “Atomic Force Microscope,” *Physical Review Letters*, vol. 56, no. 9, pp. 930–933, 1986.
- [37] D. J. Müller and Y. F. Dufrêne, “Atomic force microscopy as a multifunctional molecular toolbox in nanobiotechnology,” *Nat. Nanotechnol.*, vol. 3, no. 5, pp. 261–269, 2008.
- [38] G. Binnig *et al.*, “Ultrahigh-density atomic force microscopy data storage with erase capability,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 74, no. 9, p. 1329, 1999.
- [39] I. Chasiotis and W. G. Knauss, “A new microtensile tester for the study of MEMS materials with the aid of atomic force microscopy,” *Exp. Mech.*, vol. 42, no. 1, pp. 51–57, 2002.
- [40] F. Yang, E. Wornyo, K. Gall, and W. P. King, “Nanoscale indent formation in shape memory polymers using a heated probe tip,” *Nanotechnology*, vol. 18, no. 28, p. 285302, 2007.
- [41] O. Sahin, S. Magonov, C. Su, C. F. Quate, and O. Solgaard, “An atomic force microscope tip designed to measure time-varying nanomechanical forces,” *Nat. Nanotechnol.*, vol. 2, no. 8, pp. 507–514, 2007.
- [42] O. Sahin and N. Erina, “High-resolution and large dynamic range nanomechanical mapping in tapping-mode atomic force microscopy,” *Nanotechnology*, vol. 19, no. 44, p. 445717, 2008.
- [43] R. Hillenbrand, M. Stark, and R. Guckenberger, “Higher-harmonics generation in tapping-mode atomic-force microscopy: Insights into the tip–sample interaction,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 76, no. 23, pp. 3478–3480, 2000.
- [44] Y. Martin, C. C. Williams, and H. K. Wickramasinghe, “Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale,” *J. Appl. Phys.*, vol. 61, no. 10, pp. 4723–4729, 1987.
- [45] D. Sarid and V. Elings, “Review of Scanning Force Microscopy,” *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 9, no. 2, pp. 431–437, 1991.
- [46] F. J. Giessibl, “Atomic Resolution of the Silicon (111)-(7 \times 7) Surface by Atomic Force Microscopy,” *Science (80-.)*, vol. 267, no. 5194, pp. 68–71, 1995.
- [47] B. Anczykowski, D. Krüger, K. L. Babcock, and H. Fuchs, “Basic properties of dynamic force spectroscopy with the scanning force microscope in experiment and simulation,” *Ultramicroscopy*, vol. 66, no. 3–4, pp. 251–259, 1996.

- [48] G. Binnig, C. Gerber, E. Stoll, T. R. Albrecht, and C. F. Quate, "Atomic resolution with atomic force microscope," *Europhys. Lett.*, vol. 3, no. 12, pp. 1281–1286, 1987.
- [49] O. Marti, B. Drake, and P. K. Hansma, "Atomic force microscopy of liquid-covered surfaces: Atomic resolution images," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 51, no. 7, pp. 484–486, 1987.
- [50] T. R. Albrecht and C. F. Quate, "Atomic resolution imaging of a nonconductor by atomic force microscopy," *J. Appl. Phys.*, vol. 62, no. 7, pp. 2599–2602, 1987.
- [51] S. Alexander *et al.*, "An atomic-resolution atomic-force microscope implemented using an optical lever," *J. Appl. Phys.*, vol. 65, no. 1, pp. 164–167, 1989.
- [52] G. Meyer and N. M. Amer, "Optical-beam-deflection atomic force microscopy: The NaCl (001) surface," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 56, no. 21, pp. 2100–2101, 1990.
- [53] A. L. Weisenhorn *et al.*, "Molecular-Resolution Images of Langmuir-Blodgett Films and DNA by Atomic Force Microscopy," *Langmuir*, vol. 7, no. 1, pp. 8–12, 1991.
- [54] J. A. Ruan and B. Bhushan, "Atomic-scale and microscale friction studies of graphite and diamond using friction force microscopy," *J. Appl. Phys.*, vol. 76, no. 9, pp. 5022–5035, 1994.
- [55] A. J. Den Boef, "The influence of lateral forces in scanning force microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 62, no. 1, pp. 88–92, 1991.
- [56] P. Maivald *et al.*, "Using force modulation to image surface elasticities with the atomic force microscope," *Nanotechnology*, vol. 2, no. 2, pp. 103–106, 1991.
- [57] M. Radmacher, R. W. Tillamnn, M. Fritz, and H. E. Gaub, "From molecules to cells: imaging soft samples with the atomic force microscope.," *Science*, vol. 257, no. 5078, pp. 1900–5, 1992.
- [58] T. R. Albrecht, S. Akamine, T. E. Carver, and C. F. Quate, "Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope," *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 8, no. 4, pp. 3386–3396, 1990.
- [59] H. Dai, J. H. Hafner, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, and R. E. Smalley, "Nanotubes as nanoprobe in scanning probe microscopy," *Nature*, vol. 384, no. 6605, pp. 147–150, 1996.
- [60] J. H. Hafner, C. L. Cheung, A. T. Woolley, and C. M. Lieber, "Structural and functional imaging with carbon nanotube AFM probes," *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, vol. 77, no. 1, pp. 73–110, 2001.
- [61] D. J. Keller and F. S. Franke, "Envelope reconstruction of probe microscope images," *Surf. Sci.*, vol. 294, no. 3, pp. 409–419, 1993.
- [62] C. C. Wong, H. I. Smith, and C. V. Thompson, "Surface-energy-driven secondary grain growth in thin Au films," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 48, no. 5, pp. 335–337, 1986.
- [63] J. Schneir, T. H. McWaid, J. Alexander, and B. P. Wilfley, "Design of an atomic

- force microscope with interferometric position control,” *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct.*, vol. 12, no. 6, p. 3561, 1994.
- [64] R. Erlandsson, L. Olsson, and P. Mårtensson, “Inequivalent atoms and imaging mechanisms in ac-mode atomic-force microscopy of Si(111)7×7,” *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, vol. 54, no. 12, pp. R8309–R8312, 1996.
- [65] U. D. SCHWARZ, H. HAEFKE, P. REIMANN, and H. -J GÜNTHERODT, “Tip artefacts in scanning force microscopy,” *J. Microsc.*, vol. 173, no. 3, pp. 183–197, 1994.
- [66] S. B. Velegol, S. Pardi, X. Li, D. Velegol, and B. E. Logan, “AFM imaging artifacts due to bacterial cell height and AFM tip geometry,” *Langmuir*, vol. 19, no. 3, pp. 851–857, 2003.
- [67] I. Schmitz, M. Schreiner, G. Friedbacher, and M. Grasserbauer, “Tapping-Mode AFM in Comparison to Contact-Mode AFM as a Tool for in Situ Investigations of Surface Reactions with Reference to Glass Corrosion,” *Anal. Chem.*, vol. 69, no. 6, pp. 1012–1018, 1997.
- [68] F. Ohnesorge, “Intricate stepline artifact can mimic true atomic resolution in atomic force microscopy,” *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, vol. 61, no. 8, pp. R5121–R5124, 2000.
- [69] P. Eaton and P. West, *Atomic Force Microscopy*. 2010.
- [70] B. Hacker, A. Hillebrand, T. Hartmann, and R. Guckenberger, “Preparation and characterization of tips for scanning tunneling microscopy of biological specimens,” *Ultramicroscopy*, vol. 42–44, no. PART 2, pp. 1514–1518, 1992.
- [71] G. Reiss, J. Vancea, H. Wittmann, J. Zweck, and H. Hoffmann, “Scanning tunneling microscopy on rough surfaces: Tip-shape-limited resolution,” *J. Appl. Phys.*, vol. 67, no. 3, pp. 1156–1159, 1990.
- [72] D. Keller, “Reconstruction of STM and AFM images distorted by finite-size tips,” *Surf. Sci.*, vol. 253, no. 1–3, pp. 353–364, 1991.
- [73] D. A. Grigg, P. E. Russell, J. E. Griffith, M. J. Vasile, and E. A. Fitzgerald, “Probe characterization for scanning probe metrology,” *Ultramicroscopy*, vol. 42–44, no. PART 2, pp. 1616–1620, 1992.
- [74] L. Montelius and J. O. Tegenfeldt, “Direct observation of the tip shape in scanning probe microscopy,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 21, pp. 2628–2630, 1993.
- [75] A. W. Marczewski and K. Higashitani, “Modeling and analysis of experimental atomic force microscope images of hard colloidal particles,” *Comput. Chem.*, vol. 21, no. 3, pp. 129–142, 1997.
- [76] K. I. Schiffmann, M. Fryda, G. Goerigk, R. Lauer, and P. Hinze, “Statistical methods for the correction of tip convolution effects in STM imaging of nanometer size particles in metal-C: H films,” *Ultramicroscopy*, vol. 66, no. 3–4, pp. 183–192, 1996.
- [77] M. Van Cleef, S. A. Holt, G. S. Watson, and S. Myhra, “Polystyrene spheres on

- mica substrates: AFM calibration, tip parameters and scan artefacts,” *J. Microsc.*, vol. 181, no. 1, pp. 2–9, 1996.
- [78] J. S. Villarrubia, “Morphological estimation of tip geometry for scanned probe microscopy,” *Surf. Sci.*, vol. 321, no. 3, pp. 287–300, 1994.
- [79] J. S. Villarrubia, “Scanned probe microscope tip characterization without calibrated tip characterizers,” *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct.*, vol. 14, no. 2, p. 1518, 1996.
- [80] J. S. Villarrubia, “Algorithms for scanned probe microscope image simulation, surface reconstruction, and tip estimation,” *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, vol. 102, no. 4, p. 425, 1997.
- [81] S. Dongmo, J. S. Villarrubia, S. N. Jones, T. B. Renegar, M. T. Postek, and J. F. Song, “Tip characterization for scanning probe microscope width metrology,” *AIP Conf. Proc.*, vol. 449, p. 843, 1998.
- [82] R. Changhai and S. Lining, “Hysteresis and creep compensation for piezoelectric actuator in open-loop operation,” *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 122, no. 1 SPEC. ISS., pp. 124–130, 2005.
- [83] G. Schitter and A. Stemmer, “Eliminating mechanical perturbations in scanning probe microscopy,” *Nanotechnology*, vol. 13, no. 5, pp. 663–665, 2002.
- [84] H. G. Xu, T. Ono, and M. Esashi, “Precise motion control of a nanopositioning PZT microstage using integrated capacitive displacement sensors,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 16, no. 12, pp. 2747–2754, 2006.
- [85] P. Grütter, Y. Liu, P. LeBlanc, and U. Dürig, “Magnetic dissipation force microscopy,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 71, no. 2, pp. 279–281, 1997.
- [86] H. Y. Nie and N. S. McIntyre, “Unstable amplitude and noisy image induced by tip contamination in dynamic force mode atomic force microscopy,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 78, no. 2, 2007.
- [87] J. E. Castle, P. A. Zhdan, and P. Singjai, “Enhanced morphological reconstruction of SPM images,” *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 31, no. 24, pp. 3437–3445, 1998.
- [88] F. Kiendl and G. Güntherodt, “Computational methods to produce enhanced images out of given SNOM raw data,” *Ultramicroscopy*, vol. 102, no. 4, pp. 299–310, 2005.
- [89] Radenovic, E. Bystrenov, L. Libiouille, M. Taborelli, J. a. Derose, and G. Dietler, “A low-temperature ultrahigh vacuum atomic force microscope for biological applications,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 74, no. 2, pp. 1022–1026, 2003.
- [90] K. Sagisaka, M. Kitahara, and D. Fujita, “Precise scanning tunneling microscopy images of Si(100) surface dimers at 4.2 K,” *Japanese J. Appl. Phys. Part 2-Letters*, vol. 42, no. 2A, pp. L126–L128, 2003.
- [91] K. Saitoh, K. Hayashi, Y. Shibayama, and K. Shirahama, “Development of a low temperature scanning probe microscope,” in *Journal of Low Temperature Physics*, 2008, vol. 150, no. 3–4, pp. 561–566.

- [92] G. Haugstad, *Atomic Force Microscopy: Understanding Basic Modes and Advanced Applications*. 2012.
- [93] R. Kassies, K. O. Van Der Werf, M. L. Bennink, and C. Otto, "Removing interference and optical feedback artifacts in atomic force microscopy measurements by application of high frequency laser current modulation," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 75, no. 3, pp. 689–693, 2004.
- [94] J. I. Paredes, A. Martinez-Alonso, and J. M. Tascon, "Adhesion artefacts in atomic force microscopy imaging," *J. Microsc.*, vol. 200, no. 2, pp. 109–113, 2000.
- [95] Z. H. Tao and B. Bhushan, "Surface modification of AFM Si₃N₄ probes for adhesion/friction reduction and imaging improvement," *J. Tribol. Asme*, vol. 128, no. 4, pp. 865–875, 2006.
- [96] R. W. Carpick and M. Salmeron, "Scratching the surface: Fundamental investigations of tribology with atomic force microscopy," *Chem. Rev.*, vol. 97, no. 4, pp. 1163–1194, 1997.
- [97] R. W. Stark, G. Schitter, and A. Stemmer, "Velocity dependent friction laws in contact mode atomic force microscopy," in *Ultramicroscopy*, 2004, vol. 100, no. 3–4, pp. 309–317.
- [98] G. Shang, X. Qiu, C. Wang, and C. Bai, "Analysis of lateral force contribution to the topography in contact mode AFM," *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 66, no. 7, pp. S333–S335, 1998.
- [99] J. Vesenka, M. Guthold, C. L. Tang, D. Keller, E. Delaine, and C. Bustamante, "Substrate preparation for reliable imaging of DNA molecules with the scanning force microscope," *Ultramicroscopy*, vol. 42–44, no. PART 2, pp. 1243–1249, 1992.
- [100] R. E. Mahaffy, C. K. Shih, F. C. MacKintosh, and J. Käs, "Scanning probe-based frequency-dependent microrheology of polymer gels and biological cells," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 85, no. 4, pp. 880–883, 2000.
- [101] R. Garcia and R. Perez, "Dynamic atomic force microscopy methods," *Surf Sci Rep*, vol. 47, no. 6–8, pp. 197–301, 2002.
- [102] R. P. Richter and A. R. Brisson, "Following the formation of supported lipid bilayers on Mica: A study combining AFM, QCM-D, and ellipsometry," *Biophys. J.*, vol. 88, no. 5, pp. 3422–3433, 2005.
- [103] Y. Sugawara, Y. Sano, N. Suehira, and S. Morita, "Atom manipulation and image artifact on Si(1 1 1)7x7 surface using a low temperature noncontact atomic force microscope," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 188, no. 3–4, pp. 285–291, 2002.
- [104] M. Kageshima, H. Ogiso, and H. Tokumoto, "Lateral forces during manipulation of a single C₆₀ molecule on the Si(001)-2 x 1 surface," *Surf. Sci.*, vol. 517, no. 1–3, pp. L557–L562, 2002.
- [105] L. Roschier, R. Tarkiainen, M. Ahlskog, M. Paalanen, and P. Hakonen, "Manufacture of single electron transistors using AFM manipulation on multiwalled carbon nanotubes," in *Microelectronic Engineering*, 2002, vol. 61–

62, pp. 687–691.

- [106] F. O. Goodman and N. Garcia, “Roles of the attractive and repulsive forces in atomic-force microscopy,” *Phys. Rev. B*, vol. 43, no. 6, pp. 4728–4731, 1991.
- [107] G. M. Fuchs, T. Prohaska, G. Friedbacher, H. Hutter, and M. Grasserbauer, “Maximum entropy deconvolution of AFM and STM images,” *Fresenius. J. Anal. Chem.*, vol. 351, no. 2–3, pp. 143–147, 1995.
- [108] P. Markiewicz and M. C. Goh, “Atomic force microscope tip deconvolution using calibration arrays,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 66, no. 5, pp. 3186–3190, 1995.
- [109] B. P. Dinte, G. S. Watson, J. F. Dobson, and S. Myhra, “Artefacts in non-contact mode force microscopy: The role of adsorbed moisture,” *Ultramicroscopy*, vol. 63, no. 2, pp. 115–124, 1996.
- [110] J. Yang, J. Mou, J.-Y. Yuan, and Z. Shao, “The Effect of Deformation on the Lateral Resolution of Atomic Force Microscopy,” *J. Microsc.*, vol. 182, no. 2, pp. 106–113, 1996.
- [111] S. J. T. Van Noort, K. O. Van Der Werf, B. G. De Grooth, N. F. Van Hulst, and J. Greve, “Height anomalies in tapping mode atomic force microscopy in air caused by adhesion,” *Ultramicroscopy*, vol. 69, no. 2, pp. 117–127, 1997.
- [112] A. K??hle, A. H. S??rensen, J. B. Zandbergen, and J. Bohr, “Contrast artifacts in tapping tip atomic force microscopy,” *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 66, no. SUPPL. 1, 1998.
- [113] L. Hellemans, K. Waeyaert, F. Hennau, L. Stockman, I. Heyvaert, and C. Van Haesendonck, “Can atomic force microscopy tips be inspected by atomic force microscopy?,” *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct.*, vol. 9, no. 2, p. 1309, 1991.
- [114] D. J. Keller and C. Chih-Chung, “Imaging steep, high structures by scanning force microscopy with electron beam deposited tips,” *Surf. Sci.*, vol. 268, no. 1–3, pp. 333–339, 1992.
- [115] D. Keller, D. Deputy, A. Alduino, and K. Luo, “Sharp, vertical-walled tips for SFM imaging of steep or soft samples,” *Ultramicroscopy*, vol. 42–44, no. PART 2, pp. 1481–1489, 1992.
- [116] W. L. Wang and D. J. Whitehouse, “Application of neural networks to the reconstruction of scanning probe microscope images distorted by finite-size tips,” *Nanotechnology*, vol. 6, no. 2, pp. 45–51, 1995.
- [117] S. Sheng, D. M. Czajkowsky, and Z. Shao, “AFM tips: How sharp are they?,” *J. Microsc.*, vol. 196, no. 1, pp. 1–5, 1999.
- [118] D. J. Taatjes, A. S. Quinn, M. R. Lewis, and E. G. Bovill, “Quality assessment of atomic force microscopy probes by scanning electron microscopy: Correlation of tip structure with rendered images,” *Microsc. Res. Tech.*, vol. 44, no. 5, pp. 312–326, 1999.
- [119] L. Udpa, V. M. Ayres, and S. A. Kumar, “Deconvolution of atomic force

- microscopy data for cellular and molecular imaging,” *IEEE Signal Process. Mag.*, vol. 23, no. 3, pp. 73–83, 2006.
- [120] M. Xu, D. Fujita, and K. Onishi, “Reconstruction of atomic force microscopy image by using nanofabricated tip characterizer toward the actual sample surface topography,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 80, no. 4, 2009.
- [121] T. G. Lenihan, A. P. Malshe, W. D. Brown, and L. W. Schaper, “Artifacts in SPM measurements of thin films and coatings,” *Thin Solid Films*, vol. 270, no. 1–2, pp. 356–361, 1995.
- [122] H. Edwards, R. McGlothlin, and E. UE., “Vertical metrology using scanning-probe microscopes: Imaging distortions and measurement repeatability,” *J. Appl. Phys.*, vol. 83, no. 8, pp. 3952–3971, 1998.
- [123] G. Reiss, F. Schneider, J. Vancea, and H. Hoffmann, “Scanning tunneling microscopy on rough surfaces: Deconvolution of constant current images,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 57, no. 9, pp. 867–869, 1990.
- [124] J. Vesenka, R. Miller, and E. Henderson, “Three-dimensional probe reconstruction for atomic force microscopy,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 65, no. 7, pp. 2249–2251, 1994.
- [125] S. XU and M. F. ARNSDORF, “Calibration of the scanning (atomic) force microscope with gold particles,” *J. Microsc.*, vol. 173, no. 3, pp. 199–210, 1994.
- [126] C. Odin, J. P. Aimé, Z. El Kaakour, and T. Bouhacina, “Tip’s finite size effects on atomic force microscopy in the contact mode: simple geometrical considerations for rapid estimation of apex radius and tip angle based on the study of polystyrene latex balls,” *Surf. Sci.*, vol. 317, no. 3, pp. 321–340, 1994.
- [127] N. Bonnet, S. Dongmo, P. Vautrot, and M. C. N. Troyon, “A Mathematical Morphology Approach to Image-Formation and Image-Restoration in Scanning Tunneling and Atomic-Force Microscopies,” *Microsc. Microanal. Microstruct.*, vol. 5, pp. 477–487, 1994.
- [128] P. Markiewicz and M. C. Goh, “Atomic Force Microscopy Probe Tip Visualization and Improvement of Images Using a Simple Deconvolution Procedure,” *Langmuir*, vol. 10, no. 1, pp. 5–7, 1994.
- [129] D. L. Wilson, K. S. Kump, S. J. Eppell, and R. E. Marchant, “Morphological Restoration of Atomic-Force Microscopy Images,” *Langmuir*, vol. 11, no. 1, pp. 265–272, 1995.
- [130] R. J. Grow, S. C. Minne, S. R. Manalis, and C. F. Quate, “Silicon nitride cantilevers with oxidation-sharpened silicon tips for atomic force microscopy,” *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 11, no. 4, pp. 317–321, 2002.
- [131] T. Hantschel, S. Slesazek, P. Niedermann, P. Eyben, and W. Vandervorst, “Integrating diamond pyramids into metal cantilevers and using them as electrical AFM probes,” *Microelectron. Eng.*, vol. 57–58, pp. 749–754, 2001.
- [132] Y. Miyahara *et al.*, “Lead zirconate titanate cantilever for noncontact atomic force microscopy,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 140, no. 3–4, pp. 428–431, 1999.

- [133] K. Unno, T. Shibata, and E. Makino, "Micromachining of diamond probes for atomic force microscopy applications," *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 88, no. 3, pp. 247–255, 2001.
- [134] A. H. Sørensen, U. Hvid, M. W. Mortensen, and K. A. Mørch, "Preparation of platinum/iridium scanning probe microscopy tips," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 70, no. 7, pp. 3059–3067, 1999.
- [135] J. L. Hazel and V. V. Tsukruk, "Spring constants of composite ceramic/gold cantilevers for scanning probe microscopy," *Thin Solid Films*, vol. 339, no. 1–2, pp. 249–257, 1999.
- [136] R. M. Haralick, S. R. Sternberg, and X. Zhuang, "Image Analysis Using Mathematical Morphology," *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, vol. 9, no. 4, pp. 532–550, 1987.
- [137] S. R. Sternberg, "GRAYSCALE MORPHOLOGY.," *Comput. vision, Graph. image Process.*, vol. 35, no. 3, pp. 333–355, 1986.
- [138] J. Serra, *Image Analysis and Mathematical Morphology*. 1982.

BIOGRAFSKI PODACI AUTORA

Ljubiša S. Petrov je rođen u Vranju 22. 04. 1968. godine. Završio je 14. beogradsku gimnaziju sa odličnim uspehom. Diplomirao je na Mašinskom fakultetu Univerziteta u Beogradskog na Katedri za automatsko upravljanje – modul za Biomedicinsko inženjerstvo. Master rad je radio na temu: “Kontemplativan i praktičan pristup primeni nanoskening prob mikroskopije u biomedicinskom inženjerstvu” sa ocenom 10 (deset), čime stiče zvanje Master inženjer mašinstva. Prosečna ocena tokom akademskih studija je iznosila 8,01 (osam i 1/100).

Školske 2011/2012. godine Ljubiša Petrov upisuje doktorske studije na Mašinskom fakultetu Univerziteta u Beogradu, na Modulu za biomedicinsko inženjerstvo. Od januara 2011. godine Ljubiša Petrov je zaposlen u Inovacionom centru Mašinskog fakulteta Univerziteta u Beogradu kao istraživač pripravnik, da bi odlukom br. 2206/2 Istraživačko-stručnog veća Mašinskog fakulteta sa sednice održane 13.11.2014. godine dobio je istraživačko zvanje istraživač saradnik. Autor i koautor je više naučnih radova iz oblasti nanotehnologija, biomedicinskog inženjerstva i organizacije rada, prezentovanih na domaćim i međunarodnim konferencijama i publikovanih u naučnim časopisima. Osim naučno-istraživačke delatnosti radio je i u privredi kao rukovodilac proizvodnje i rukovodilac projekta usmerenog na istraživanje, razvoj sertifikaciju i proizvodnju savremenih uređaja za dijagnostiku biofizičkih stanja kože.

Radno iskustvo

- 1997.-2004. Saradnik – Centar za molekularne mašine, Mašinski fakultet Univerziteta u Beogradu.
- 2004.-2005. Rukovodilac proizvodnje – Preduzeće za proizvodnju i servis medicinskih aparata i uređaja “Medical System”, Zemun.
- 2005.-2008. Saradnik - Centar za molekularne mašine, Mašinski fakultet Univerziteta u Beogradu.
- 2008.-2012. Menadžer projekta - Teleskin d.o.o., Beograd
- 2011.- Istraživač – Inovacioni centar Mašinskog fakulteta Univerziteta u Beogradu

U periodu od 2011. godine do danas, kao saradnik u nastavi, učestvovao je u izvođenju više predmeta na Osnovnim i Master akademskim studijama na Mašinskom fakultetu Univerziteta u Beogradu, ranije na modulu za Biomedicinsko inženjerstvo pri Katedri za Automatsko upravljanje, a sada na Katedri za biomedicinsko inženjerstvo:

- Osnove biomedicinskog inženjerstva
- Osnove kliničkog inženjerstva
- Uvod u nanotehnologije
- Nanotehnologije
- Kliničko inženjerstvo
- Nanomedicinsko inženjerstvo
- Informacione tehnologije u medicini

Učestvuje u radu u NanoLab-a, laboratorije Modula za biomedicinsko inženjerstvo, gde je obučen za rad na Scanning Probe Microscopy – SPM, UV/Vis, NIR i FTIR spektrometrima, kao i uređaju za depoziciju materijala hemijskim naporivanjem (Chemical vapour deposition, CVD).

Učešće na projektima finansiranim od strane Ministarstva za prosvetu, nauku i tehnološki razvoj:

Projekat III 41006 – „Razvoj novih metoda i tehnika za ranu dijagnostiku kancera grlića materice, debelog creva, usne duplje i melanoma na bazi digitalne slike i ekscitaciono emisionih spektara u vidljivom i infracrvenom domenu“, Ministarstvo za nauku i tehnološki razvoj.

Govori, čita i piše engleski i ruski jezik.

Oženjen je, otac dvoje dece.

Прилог 1.

Изјава о ауторству

Потписани-а Љубиша Петров

број индекса Д10/11

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

„Карактеризација материјала СПМ техником и њено унапређење применом анализе утицаја дефеката сонди“

- резултат сопственог истраживачког рада,
- да предложена дисертација у целини ни у деловима није била предложена за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

У Београду, 06.11.2018.

Потпис докторанда


Прилог 2.

Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора Љубиша Петров

Број индекса Д10/11

Студијски програм докторске студије

Наслов рада „Карактеризација материјала СГМ техником и њено унапређење
применом анализе утицаја дефеката сонди“

Ментор проф др Лидија Матија

Потписани/а ЉУБИША ПЕТРОВ

Изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла за објављивање на порталу **Дигиталног репозиторијума Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског звања доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

У Београду, 06.11.2018.

Потпис докторанда


Прилог 3.

Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

„Карактеризација материјала СГМ техником и њено унапређење применом анализе утицаја дефеката сонди“

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство
2. Ауторство - некомерцијално
3. Ауторство – некомерцијално – без прераде
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима
5. Ауторство – без прераде
6. Ауторство – делити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

У Београду, 06.11.2018.

Потпис докторанда

