УДК 621.317

М. О. Катаєва, к.т.н., Д. М. Квашук, к.е.н.

Національний авіаційний університет, м. Київ

МЕТОДИ ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ВИМІРЮВАННЯ СКАНУЮЧИМ ЗОНДОВИМ МІКРОСКОПОМ В ЗАЛЕЖНОСТІ ВІД ГЕОМЕТРІЇ ЗОНДУ

У статті аналіз впливу різних типів геометрії зонду скануючого зондового мікроскопу на особливості вимірювання топографії поверхні нанооб'єкта. На основі проведених досліджень запропоновано методи відновлення зображень СЗМ, які побудовані на математичній та комп'ютерній обробці даних СЗМ, що враховує конкретну форму наконечника зонду та дозволяє покращити метрологічні характеристики вимірювальної інформації.

Доведено, що найефективнішим способом цифрової корекції відображення топографії поверхні є чисельна деконволюція з використанням зображення наконечника, отриманого експериментально шляхом сканування тестових структур з добре відомою топографією та подальшою комп'ютерною обробкою даних. Запропоновано метод часткового відновлення топографії, який характеризується гнучкість до поставлених метрологічних задач і спрямований на підвищення швидкодії обчислювальних операцій із забезпеченням необхідної точності вимірювальної інформації.

Ключові слова: нановимірювання, скануючий зондовий мікроскоп, топографія поверхні, метод вимірювання, форма зонду, режим сканування, деконволюція.

M. O. Kataieva, PhD, D. M. Kvashuk, PhD

METHODS OF INCREASING THE ACCURACY OF MEASUREMENT WITH A SCANNING PROBE MICROSCOPE DEPENDING ON THE GEOMETRY OF THE PROBE

The article analyzes the influence of different types of probe geometry of a scanning probe microscope (SPM) on the features of measuring the surface topography of a nano-object. Based on the analysis, it was determined that the main drawback inherent in all modes of scanning probe microscopy is the finite size of the measuring probe tip, which cannot reach certain areas of the measuring surface during scanning, which is caused by the geometric characteristics of the probe shape. This leads to a significant deterioration of the spatial resolution and significant distortions in the SPM images when scanning surfaces with large unevenness of the ratio between the typical vertical and horizontal dimensions.

Based on the conducted research, the methods of restoration of SPM images are proposed, which are built on mathematical and computer processing of SPM data, which takes into account the specific shape of the probe tip and allows improving the metrological characteristics of the measurement information. It is proved that the SPM image and the experimentally obtained shape of the tip are two-dimensional arrays of discrete values, for which the derivative is an incorrectly determined value.

It is recommended that instead of deriving discrete functions during the numerical deconvolution of SPM images, during scanning with a constant average height, use the requirement for the minimum distance of the tip to the surface. It has been proven that the most effective way of digital correction of the surface topography is numerical deconvolution using the tip image obtained experimentally by scanning test structures with a well-known topography and subsequent computer processing of the data. A method of partial restoration of the topography is proposed, which is characterized by flexibility to the set metrological tasks and is aimed at increasing the speed of computing operations while ensuring the necessary accuracy of measurement information.

Keywords: nanomeasurement, scanning probe microscope, surface topography, measurement method, probe shape, scanning mode, deconvolution.

DOI 10.32684/2412-5288-2022-2-21-14-19

Вступ

Скануючий зондовий мікроскоп (C3M) є одним з основних інструментів у дослідженні та маніпуляціях з речовиною в атомному масштабі. Він може профілювати зразки в реальному три вимірному просторі з вертикальною роздільною здатністю до 0,1 нм. В основі роботи СЗМ лежить силова взаємодія між зондом і поверхнею, для реєстрації якої використовуються спеціальні зондові датчики, що представляють собою пружну консоль (кантилевер) з вістрям зонда на кінці. Для дослідження можна використовувати широкий спектр матеріалів, включаючи напівпровідники, непровідні поверхні, ізолятори та біологічні зразки.

Для проведення метрологічних досліджень за допомогою СЗМ розроблено цілий ряд методів вимірювання та калібрувальних стандартів мікроскопа [1-8]. Але важливо усвідомлювати обмеження деяких методів метрології, коли вони використовуються в нанорозмірному режимі. Однією з важливих технічних проблем в скануючої зондової мікроскопії є необхідність прецизійного переміщення зонда і зразка з метою утворення робочого проміжку мікроскопа і вибору досліджуваного сектору поверхні нанооб'єкта.

Аналіз публікацій та досліджень

Незважаючи на можливість досягнення високого просторового дозволу, інформація про рельєф вимірюваного нанооб'єкта може неадекватно відображати реальні особливості поверхні, що є наслідком впливу інструменту дослідження на об'єкт і призводить до спостереження артефактів. Ці артефакти, як правило, легко враховуються на якісному рівні при інтерпретації СЗМрезультатів, однак специфіка ряду завдань може зажадати кількісних оцінок і методів відновлення реальної геометрії нанооб'єктів.

У процесі сканування можлива поява двох основних артефактів СЗМ: ефект «розширення профілю», обумовлений конволюцією зонда і вимірюваного нанооб'єкта, і ефект «заниження висот», обумовлений пружною деформацією досліджуваних нонооб'єктів.

Однак, як показали чисельні розрахунки, на поверхні зразка можна окремо спостерігати тільки атоми, рознесені не менше, ніж на ~ 0,4 нм. Тому досягнення атомного дозволу на щільно упакованих нереконструйованих поверхнях навіть за допомогою зонда з одним атомом на кінці теоретично неможливо. Однак для реконструйованих поверхонь, коли відстань між атомами верхнього шару може помітно перевищувати міжплощинна відстань в обсязі кристала, роздільне спостереження атомів цілком можливо. Зауважимо, що як раз дослідження поверхневих реконструкцій становить найбільший інтерес в сучасній фізиці поверхні і становить основну сферу додатків СЗМ, який, зокрема, і був винайдений Г. Біннінгом і Х. Рорером саме для вивчення реконструкції поверхні.

Метою роботи є аналіз варіантів впливу геометрії вістря зонду СЗМ на особливості типу сходів з метою підвищення якості отриманого вимірювального зображення. Розробка методу компенсації похибок, спричинених особливістю форми зонду та топографії вимірювального нанооб'єкта.

Основна частина

При відображенні різких особливостей зонда дуже важлива. Одним з геометрія недоліків, властивих всім режимам скануючої зондової мікроскопії, £ кінцевий розмір наконечника зонда. Це призводить до істотного погіршення просторової роздільної здатності та значних спотворень у зображеннях СЗМ під час сканування поверхонь з великими нерівностями співвідношення сторін, тобто співвідношення типовими розмірами між вертикалі та горизонталі (рельєфу або наконечника).

При виявленні порівняно великих вимірюваних об'єктів якість зображень визначається геометрією вістря. Критичними є наступні параметри: радіус заокруглення кінця голки r і відношення аспекту Ar = L/W(відношення висоти зонда до діаметру основи).

Існує декілька варіантів впливу форми зонда зображення на особливості типу сходів, а саме: якщо радіус зонда R приблизно дорівнює радіусу заокруглення г досліджуваних об'єктів – $R \approx r$.

На рис. 1 зображена геометрія досліджуваного об'єкта і конічного зонда в разі, коли $R \approx r$. Пунктирною лінією показана траєкторія руху зонда.



Рисунок 1 – Геометрія досліджуваного об'єкта і конічного зонда при $R \approx r$

Спостережуваний рельєф об'єктів, зображених на рис. 1, наведено на рис. 2.



Рисунок 2 – Спостережуваний рельєф об'єктів

В даному випадку рух зонда по поверхні об'єкта можна розглядати як рух кулі радіуса R по поверхні кулі радіуса r, Тобто зонд буде описувати дугу радіусом R + r. Елементарні геометричні розрахунки показують, що ширина поздовжнього розміру об'єкта в цьому випадку буде дорівнює

$$r_c = 2\sqrt{Rr},\tag{1}$$

а відносна висота об'єктів (Н) буде дорівнювати

$$H = r \left[1 - \sqrt{1 - \frac{r_c^2}{(R+r)^2}} \right].$$
 (2)

Якщо мінімальна відстань між об'єктами d - 2r менше ніж діаметр зонда 2r > d - 2r (рис. 4), то в процесі сканування в області між об'єктами, зонд буде проникати на максимальну глибину

$$\Delta H = r \left[1 - \sqrt{1 - \frac{(d/2)^2}{(R+r)^2}} \right],$$
 (3)

величини H і ΔH , показані на рис. 3, на якому зображений спостережуваний рельєф поверхні при заданих умовах, з урахуванням конволюції зонда і зразка.



Рисунок 3 – Топографія вимірювального нанооб'єкта

В даному випадку розширення об'єкта відбулося на величину ($r_c - d/2$). Крім того, кінцеві розміри зонда призводять до того, що він може не "пролізти" в вузькі впадини на поверхні зразка, занижуючи їх реальну глибину і ширину.

Якщо радіус зонда R набагато менше радіуса заокруглення r досліджуваних об'єктів – $R \ll r$.

На рис. З зображена геометрія досліджуваного об'єкта і конічного зонда в разі, коли R << rта спостережуваний рельєф цього об'єкту на рис. 4.



Рисунок 4 – Геометрія досліджуваного об'єкта і конічного зонда при R << r

Виходячи з даної геометрії легко показати, що в даному випадку ширина поздовжнього розміру об'єкта буде дорівнює

$$r_{c} = r(\cos^{2}\theta + \sqrt{\cos^{2}\theta + (1 + \sin\theta)\left(\frac{-1 + tg\theta}{\cos\theta}\right) + tg^{2}\theta}\right), (4)$$

де θ – половина кута розчину конуса. Відповідно, спостерігається рельєф поверхні в контактному режимі роботи приладу при заданих умовах зображений на рис. 4. В даному випадку розширення об'єкта відбулося на величину $2(r_c - r)$, а висота об'єкта залишилася колишньою – 2r.

Зонд з великим радіусом починає взаємодіяти з поверхневими особливостями типу сходинки задовго до того, як центральна вісь зонда досягає особливості. Це можна бачити на прикладі відображення сходинки, показаному на рис. 5. При цьому, якщо наконечник зонда має закруглену форму, профіль сходинки також матиме округлений, а не гострий край (рис. 5, а).

Якщо використовується зонд пірамідальної форми, буде здаватися, що сходинка має кут, рівний куту зонда (рис. 5, б, в). Таким чином, для відображення цих особливостей, відношення сторін зонда є критичним. Зонди з великим відношенням сторін будуть вносити найменші спотворення.

При відображенні глибоких особливостей, типу канавок, форма зонда стає ще більш важлива. Дно цих особливостей може бути відображено тільки при використанні довгих і тонких зондів.



Рисунок 5 – Вплив форми зонда зображення на особливості типу сходів

Зонди з малими відносинами сторін не будуть досягати дна вузьких канавок (рис. 6, а). Особливості, які можуть бути відображені тільки довгими і тонкими зондами наведені на рис. 6, б.



Рисунок 6 – Зонди з малим відношенням сторін

При відображенні малих опуклостей на плоскій поверхні (наприклад, квантових точок) загостреність використовуваного зонда впливає на ширину зображення. Як показано на рис. 7, зонд з великим радіусом вістря починає взаємодіяти з особливістю задовго до того, як центральна вісь зонда торкнеться зразка.



Рисунок 7 – Вплив різкості зонда на ширину зображення дрібних деталей на поверхні зразка

Зображення буде значно ширше, ніж реальна опуклість на поверхні зразка.

При цьому висота буде виміряна правильно, незалежно від геометрії зонда. Зонди для такого

типу зразків повинні бути гострими, хоча вони не обов'язково повинні бути довгими, як при відображенні глибоких або різких особливостей.

Якщо зонд розташовується під відмінним від 90° кутом до поверхні зразка, що виходить зображення буде спотвореним. При відображенні особливості, яка має рівні кути з кожного боку, одна сторона буде здаватися більш крутий, ніж інша (рис. 8).



Рисунок 8 – Артефакти на зображенні викликані кутом між зондом і зразком

На рис. 8 артефакти на зображенні викликані кутом між зондом і зразком у наступних випадках: а) зонд розташований нормально до поверхні зразка; б) зонд розташований під кутом до нормалі поверхні зразка.

Режими відновлення зображень СЗМ, засновані на комп'ютерній обробці даних СЗМ, що враховує конкретну форму наконечника, дозволяють лише частково вирішити цю проблему [17, 18].

Найефективнішим способом відновлення є чисельна деконволюція [18] з використанням зображення наконечника, отриманого експериментально шляхом сканування тестових структур з добре відомою топографією.

Отримане зображення СЗМ являє собою «згортку» наконечника та поверхні. Одновимірний випадок процесу «згортки» проілюстрований на рис. 9.

Якщо форма наконечника описується функцією P(x), а топографія поверхні описується функцією R(x), то зображення СЗМ I(x) задається наступним співвідношенням:

$$I(a) = R(x_k) - P(x_k - a),$$

за умови, що $\frac{dR}{dx} = \frac{dP}{dx}$ у точках контакту x_k .

де *а* – зміщення наконечника в координатах поверхні.

На рис. 9 наведені наступні позначення: а) поверхня зразка R(x) та початкове зображення I(x), б) частково відновлене зображення R'(x), з урахуванням форми наконечника P(x).



Рисунок 9 – Схематичне креслення процесу отримання та відновлення зображення.

Часткове відновлення початкової топографії поверхні здійснюється шляхом зворотного перетворення: зображення СЗМ, яке покроково сканується перевернутим наконечником. Тоді відновлене зображення топографії R'(x) має вигляд

$$R'(x) = I(x_{k1}) - P(x - x_{k1}),$$

при умові, що $\frac{dI}{dx} = \frac{dP}{dx}$ у точках контакту x_{k1} , де x_{k1} – абсциса точки дотику функції зображення СЗМ з функцією перевернутого наконечника (тобто із зворотними напрямками для осей У та Х).

Слід зазначити, що повне відновлення поверхні зразка було б можливим лише за умови дотримання двох таких умов: по-перше, під час сканування наконечник торкнувся всіх точок поверхні, і, по-друге, наконечник завжди торкався лише одна точка поверхні.

Якщо під час сканування наконечник не може досягти якоїсь ділянки поверхні (наприклад, якщо зразок має звисаючі частини топографії), то можна виконати лише часткове відновлення топографії. Варто зазначити, що чим більше точок поверхні торкнувся зонд під час достовірніше сканування, тим можна реконструювати поверхню.

Доведено, що на практиці зображення СЗМ експериментально отримана форма та двовимірними наконечника e масивами похідна є дискретних значень, для яких неправильно визначеною величиною.

Тому на практиці замість виведення дискретних функцій піл час чисельної деконволюції зображень C3M, під час сканування з постійною середньою висотою використовується вимога про мінімальність відстані наконечника зонда до поверхні

 $min \{I(x_{k1}) - P(x - x_{k1})\}.$ цьому випадку можна У прийняти мінімальну відстань між точкою наконечника і відповідною точкою поверхні лля ланого положення наконечника відносно поверхні топографічної висоти. Ця вимога у своєму фізичному розумінні еквівалентна вимогам рівності похідних; однак це дозволяє шукати точки контакту між вістрям та поверхнею іншим, більш відповідним методом, що істотно скорочує час реконструкції топографії.

Висновок

При виявленні порівняно великих вимірюваних об'єктів якість зображень визначається геометрією вістря. Критичними є наступні параметри: радіус заокруглення кінця голки r і відношення аспекту Ar = L/W (відношення висоти зонда до діаметру основи).

Доведено, що зображення СЗМ та експериментально отримана форма наконечника є двовимірними масивами дискретних значень, для яких похідна є неправильно визначеною величиною. Рекомендовано замість виведення дискретних функцій під час чисельної деконволюції зображень СЗМ, під час сканування з постійною середньою висотою користуватися вимогою про мінімальність відстані наконечника зонда до поверхні нанооб'єкта.

На основі проведеного аналізу визначено, шо піл час сканування наконечник не може досягти певних ділянки поверхні, що викликано геометричними характеристиками форми зонду. У зв'язку з цим, запропоновано метод часткового відновлення топографії, який здійснюється шляхом зворотного перетворення: зображення СЗМ, яке покроково сканується перевернутим наконечником.

Доведено, що недоліки сканера, такі як гістерезис (різниця у прямих та зворотних рухах), повзучість та нелінійність, можуть бути частково компенсовані апаратним забезпеченням та вибором оптимальних режимів сканування. У будьякому випадку зображення СЗМ містять залишкові спотворення, які важко видалити на апаратному рівні. Зокрема, оскільки рух сканера в напрямках X та Y впливає на відстань зонда - зразка (вісь Z), а зображення СЗМ представляють суперпозицію фактичної топографії та деякої поверхні другого (а іноді і вищого) порядку.

У цьому випадку можна прийняти мінімальну відстань між точкою наконечника і відповідною точкою поверхні для даного положення наконечника відносно поверхні топографічної висоти, що значно зменшить кількість небажаних артефактів у СЗМ-зображені та підвищить точність вимірювальної інформації.

Список використаних джерел (References)

1. The Scanning Probe Image Processor (SPIP) [Електронний ресурс]. URL: www.imagemet.com.

2. Nanosurf. Atomic force microscopy applications. URL: www.nanosurf.com/en/.

3. Equipment for real-time industrial applications. URL: http://www.digital-instruments.com/.

4. Said R. A. Microfabrication by localized electrochemical deposition: experimental investigation and theoretical modeling. *Nanotechnology*. 2004. Vol. 15, No. 7. P. 867. DOI: https://doi.org/10.1088/0957-4484/15/7/C01.

5. Nanosurf. Atomic force microscopy applications. URL: https://www.nanosurf.com/en/.

6. Equipment for real-time industrial applications. URL: http://www.digital-instruments.com/.

7. Garnaes J., Kofod N., Kühle A., Nielsen C., Dirscherl K., and Blunt L. Calibration of step heights and roughness measurements with atomic force microscopes. *Precision Eng.* 2003. No. 27. P. 91-98.

8. Butt H. J., Cappella B., Kappl M. Force Measurements With the Atomic Force Microscope: Technique, Interpretation and Applications. Surface *Science Reports*. 2015. No. 59. P. 1-152.

9. Johnson K. L. Contact Mechanics. Cambridge University Press, 2003.

10. Schwarz U. D. A Generalized Analytical Model for the Elastic Deformation of an Adhesive Contact Between a Sphere and a Flat Surface. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2018. No. 261. P. 99-106.

11. Bhushan B., Peng W. Contact Mechanics of Multilayered Rough Surfaces. *Applied Mechanics Reviews*. 2002. No. 55. P. 435-480.

12. Schwarz U. D., Hölscher H., Wiesendanger R.. Atomic Resolution in Scanning Force Microscopy: Concepts, Requirements, Contrast Mechanisms, and Image Interpretation. *Physical Review B*. 2020. No. 62. P. 13089-13097.

13. Chi L. Nanotechnology, volume Nanostructured surfaces. Wiley-VCH, 2010.

14. Pires D., Hedrick J. L., De Silva A., and etc. Nanoscale Three-Dimensional Patterning of Molecular Resists by Scanning Probes. *Science*. 2010. No. 328. P. 732-735.

15. Waldbaur A., Rapp H., Länge K., Rapp B. E. Let There be Chip – Towards Rapid Prototyping of Microfluidic Devices One-Step Manufacturing Processes. *Analytical Methods*. 2011. No. 3. P. 2681-2716.

16. Nanosurf. Atomic force microscopy applications. URL: https://www.nanosurf.com/en/.

17. Equipment for real-time industrial applications. URL: http://www.digital-instruments.com/.

Надійшла до редакції 12.12.2022

УДК 621

С. В. Кіфорук

Державний університет інтелектуальних технологій і зв'язку, м. Одеса

ВПЛИВ ТЕМПЕРАТУРИ НАВКОЛИШНЬОГО СЕРЕДОВИЩА НА МЕХАНІЧНУ НАПРУГУ ОПТИЧНОГО КАБЕЛЮ

Для забезпечення якості та надійності волоконно-оптичної лінії зв'язку на протязі запроектованого терміну служби в умовах експлуатації необхідно проводи постійний контроль технічного стану оптичного кабелю (ОК), в першу чергу, напруги у волокні. Механічні напруги в оптичному волокні за рахунок макро- та мікровигинів призводять до зміни коефіцієнта загасання сигналу.

В роботі проведено дослідження впливу температури навколишнього середовища на механічну напругу (σ_{0x}) діелектричного оптичного кабелю із силовими елементами із склопластику та арамідних ниток.