

## Úloha: Měření drsnosti povrchů pomocí AFM

### Úkoly:

- 1.) Proved'te nastavení a kalibraci přístroje na skleněném vzorku (podložní sklíčko).
- 2.) Proved'te měření povrchu na třech různých vzorcích v kontaktním módu s alespoň 2 hodnotami nastavené síly.
- 3.) Proved'te měření na stejných vzorcích také v oscilačním módu.
- 4.) Vyhodnoťte drsnosti povrchů pomocí programu Gwyddion.
- 5.) Porovnejte výsledky drsnosti vzorků získané různými metodami.
- 6.) Výsledky diskutujte.

**Klíčová slova:** Povrchová struktura, AFM, drsnost, kontaktní mód, oscilační mód.

### Úvod:

Studium povrchů představuje důležitou součást základního i aplikovaného výzkumu. Povrch ovlivňuje jak objekt interaguje se svým okolím. Může se jednat o třecí nebo adhezivní vlastnosti, interakci s vodou nebo dalšími tekutinami v biologických aplikacích pak třeba o přilnavost buněk a tkání. Velikost studovaných struktur na povrchu může dosahovat i pouhých desítek nanometrů (v extrému i nanometrů), zároveň materiály jako například kovy nepropouští optické záření, což také omezuje možné metody k studiu povrchů. AFM je v této oblasti velmi výhodnou metodou, protože je experimentálně poměrně nenáročná a nabízí vynikající rozlišení. Metodou, která poskytuje také velmi dobré rozlišení je skenovací elektronová mikroskopie (SEM) a s AFM je do jisté míry komplementární. Neumožňuje zjišťovat například mechanické vlastnosti, ale je možné získat informace o chemickém složení povrchové vrstvy.

K zobrazování povrchů pomocí AFM se používají především dva módy. Prvním z nich je mód kontaktní. V kontaktním módu přístroj projíždí hrotem nad vzorkem (rastruje) a při tom nastavuje výšku hrotu tak, aby působící síla mezi hrotem a vzorkem byla konstantní. Protože tato síla je závislá na vzdálenosti hrotu a vzorku, vzniká tak výšková mapa vzorku. Druhým módem je mód oscilační. V něm je hrot přístrojem rozechvíván frekvencí blízkou vlastní oscilační frekvenci kantilevru. Silová interakce mezi hrotem a vzorkem pak mění parametry vyvolaného kmitání a přístroj opět mění výšku tak, aby udržoval vlastnosti oscilace na nastavené hodnotě.

V naší úloze budeme studovat kovové vzorky s různými nanesenými povrchovými vrstvami. V řadě experimentálních a vývojových aplikací je pomocí různých postupů nanášena povrchová (funkční) vrstva na podkladový materiál. Makroskopické vlastnosti jsou pak dány nosným materiálem, povrchové povrchovou vrstvou. Toho lze využít např. u křehkých nebo drahých materiálů s žádanými povrchovými vlastnostmi. AFM se využívá k hodnocení výsledného produktu. Může se hodnotit přítomnost nanášené vrstvy (např. nanočástice), přítomnost shluků, nečistot, homogenita povrchu atp.

V našem případě budeme hodnotit drsnost povrchu. Tu lze hodnotit jednak kvalitativně (popis přítomnosti rýh, výstupků, jejich tvaru atp., jejich pravidelnosti, orientace atp. Nebo kvantitativně, hustota, četnost změřené rozměry. Dále se k popisu využívá statistické zpracování změřených výšek povrchu vzorku. To je možné jednak provést na celém vzorku (histogram), ale zpravidla se používá zpracování na vybrané křivce. V souboru dat se vybere jedna přímka (případně křivka) a zpracuje se její výškový profil.

K popisu drsnosti na vybrané křivce se používá drsnost  $R_a$ :

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |z_i - \bar{z}_i|,$$

kde  $N$  je počet bodů,  $z_i$  je výška v daném bodě a  $\bar{z}_i$  je průměrná výška v daném souboru. Existují i další parametry drsnosti, např.  $R_q$ , definované jako odmocnina z průměru kvadrátů:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |z_i - \bar{z}_i|^2}.$$

Z definice je patrné, že tyto veličiny mohou trpět systematickou chybou. Pokud nebude vzorek orientovaný rovnoběžně s rovinou měření a celá křivka bude šikmo, drsnost povrchu bude falešně vyšší. Zároveň v případě, že nerovnosti na vzorku vykazují určitou orientaci (např. pravidelné dlouhé rýhy), může volba křivky zásadně ovlivnit určenou drsnost. Při výpočtu drsnosti se často používá posup, kdy před samotným zracováním výšek dochází k odečtu křivky určené jako pozadí. Volba určení pozadí opět může zásadně ovlivnit vypočtenou hodnotu.

Ke zpracování podrobněji v příloze.

**Potřebné vybavení:** AFM, Invertovaný mikroskop, CCD Kamera, vzorky.

**Návod:**

Určení mechanických vlastností modelu buněk pomocí AFM:

1. Připravte AFM

- Spustě na měřícím PC program SPM, a na PC k mikroskopu program QuickPHOTO
- Nainstalujte cantilever s hrotem do držáku (holderu)
  - Holder vložte od přípravku pro instalaci cantileveru pootočte o 90° tak, aby horní plocha držáku byla vodorovná a držák zaaretujte.
  - Vyjměte pinzetou cantilever a vložte do držáku a zaaretujte pomocí křížového šroubu
  - Postupujte opatrně dle návodu a pokynů vyučujících
  - Dbejte na to, aby vám cantilever nevypadl, ani jste se s ním něčeho nedotkli a eliminovali jeho poškození.
  - Před touto procedurou si proces odzkoušejte na poskytnutém poškozeném cantileveru

2. Vložte holder do měřící hlavy

- Připojte všechny kabely
- Dbejte na opatrnost, aby nedošlo k poškození hrotu

3. Proved'te kalibraci cantileveru

- Do měřícího prostoru vložte podložní sklíčko
- Vložte AFM měřící hlavu
- Nastavte laserový paprsek tak, aby směřoval na cantilever v oblasti hrotu
  - Postupujte dle manuálu
  - Sledujte paprsek na monitoru PC mikroskopu
- Nastavte detektor a zrcadlo optické dráhy tak, aby laser směřoval do středu detektoru.
  - Postupujte dle manuálu

## FBMI ČVUT

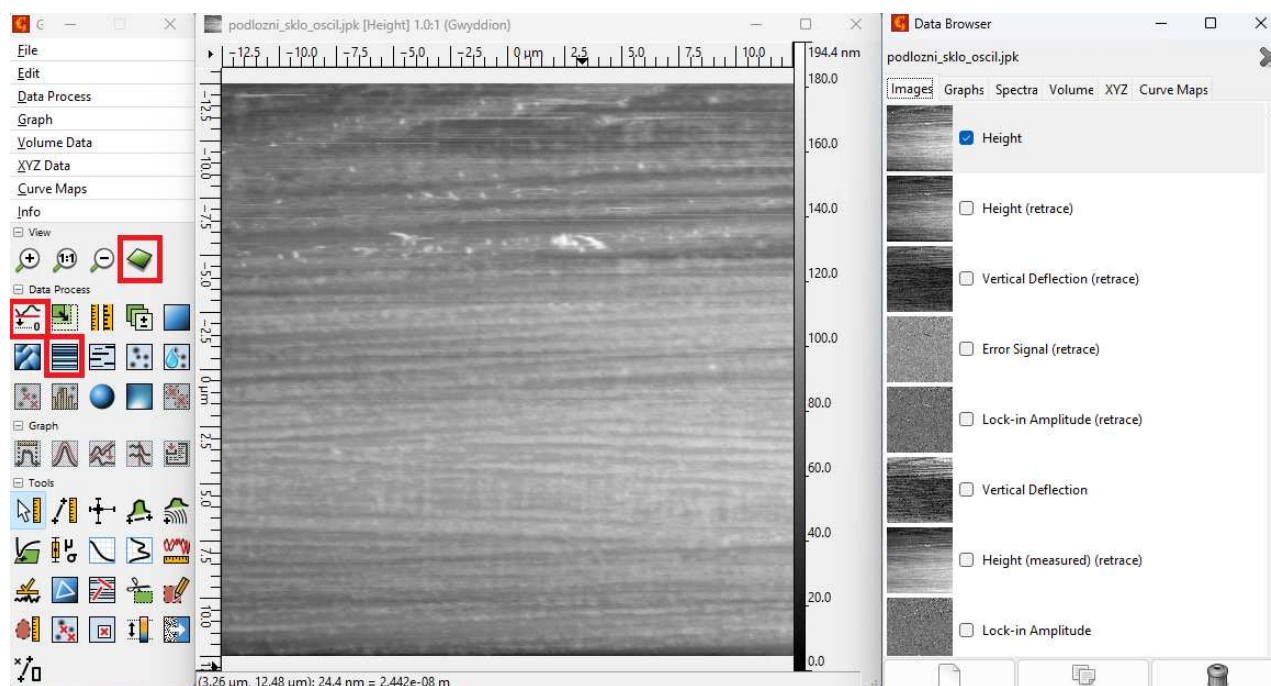
- Sledujte na monitoru měřícího PC
- Pomalu přiblížte hrot ke sklíčku
  - Dbejte na to, abyste nenarazili hrotem do sklíčka
  - K finálnímu přiblížení použijte automatické přiblížení
- Proveďte indent sklíčka
  - Nastavení: Setpoint - 0,5mV, z-length - 5um, constant speed – 1um/s
- Odjed'te do bezpečné vzdálenosti
- V SPM software spusťte calibration manager, zjistěte a nastavte parametry sensitivity a spring constant
  - Postupujte dle návodu
- 4. Vložte vzorek buď přímo do držáku nebo přichycený k podložnímu sklíčku.
- 5. U průhledných vzorků zaznamenejte snímek povrchu mikroskopem.
- 6. Sjed'te měřicí hlavou k povrchu. U průhledných vzorků pod kontrolou mikroskopu. U neprůhledných velmi pomalu pod vizuální kontrolu a včas zahajte automatický sestup.
- 7. Proveďte měření povrchu příslušným módem v alespoň dvou různých oblastech vzorku. V případě kontaktního módu proveďte měření stejné oblasti s různě nastavenou silou
- 8. Naměřená data uložte
- 9. Určete drsnosti naměřených povrchů v programu Gwyddion (viz příloha).
- 10. Před odchodem vypněte PC a zdroje světla
- 11. Vypracujte protokol
  - Zvolte vhodný způsob reprezentace naměřených dat (výšková mapa, gradientní mapa, 3d obraz), diskutujte jejich výhody a nevýhody.
  - Rozeberte charakter struktury povrchů na základě zobrazení (charakter, nerovnosti, případný vzor).
  - Určete drsnost měřených povrchů z výškových map vzorků v programu Gwyddion.
  - Výsledky (Souhrnné výsledky experimentu)
  - Diskuze a interpretace výsledků (Diskutujte jak se liší výsledky jednotlivých vzorků od sebe, případné ovlivnění výsledků apod.)
  - Závěr (Shrňte celý experiment)

## Příloha postup zpracování dat v programu Gwyddion

Gwyddion je open source software vyvinutý pro zpracování dat (mimo jiné) z AFM a lze jej získat na: [gwyddion.net](http://gwyddion.net). Jeho funkce si ukážeme na měření povrchu podložního skla pomocí oscilačního módu. U podložního skla se můžeme podívat na vzorek i optickým mikroskopem (mikroskop u přístroje je invertovaný a neprůhledné vzorky není možné pozorovat). Na snímku jsou vidět určitý opticky rozlišitelný vzor.



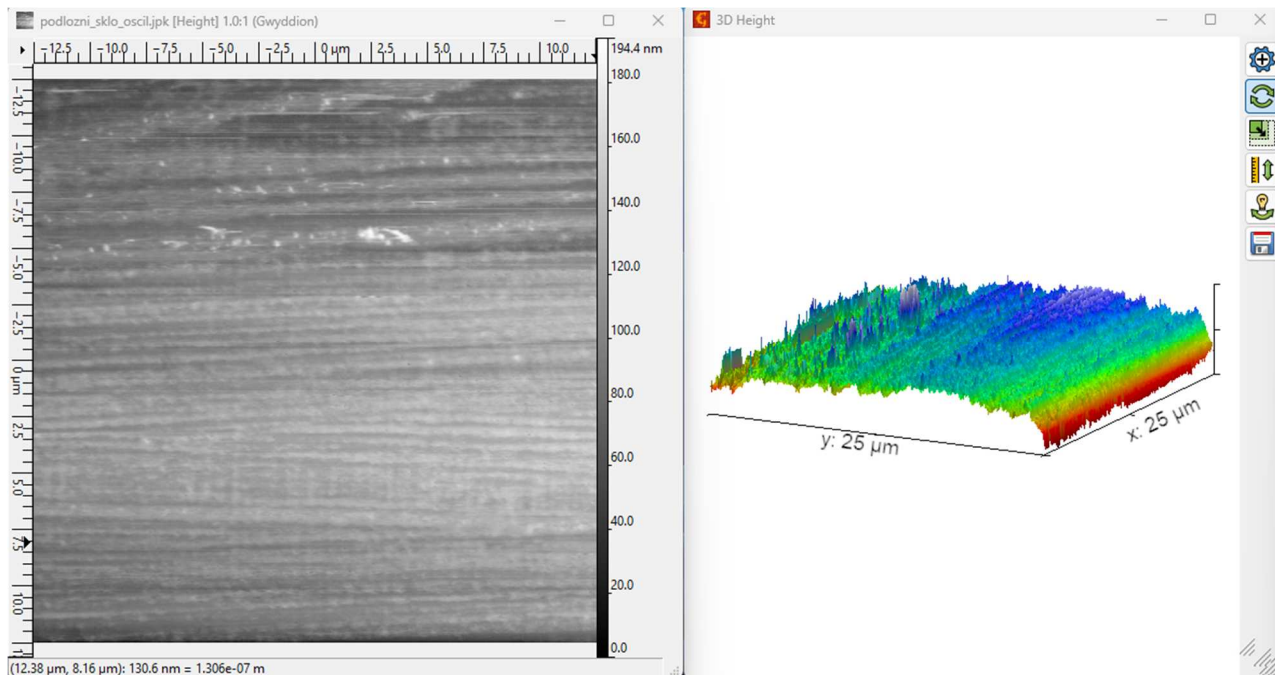
Po spuštění programu je potřeba otevřít soubor z daty (file > open) a automaticky se načtou výšková data.




## FBMI ČVUT

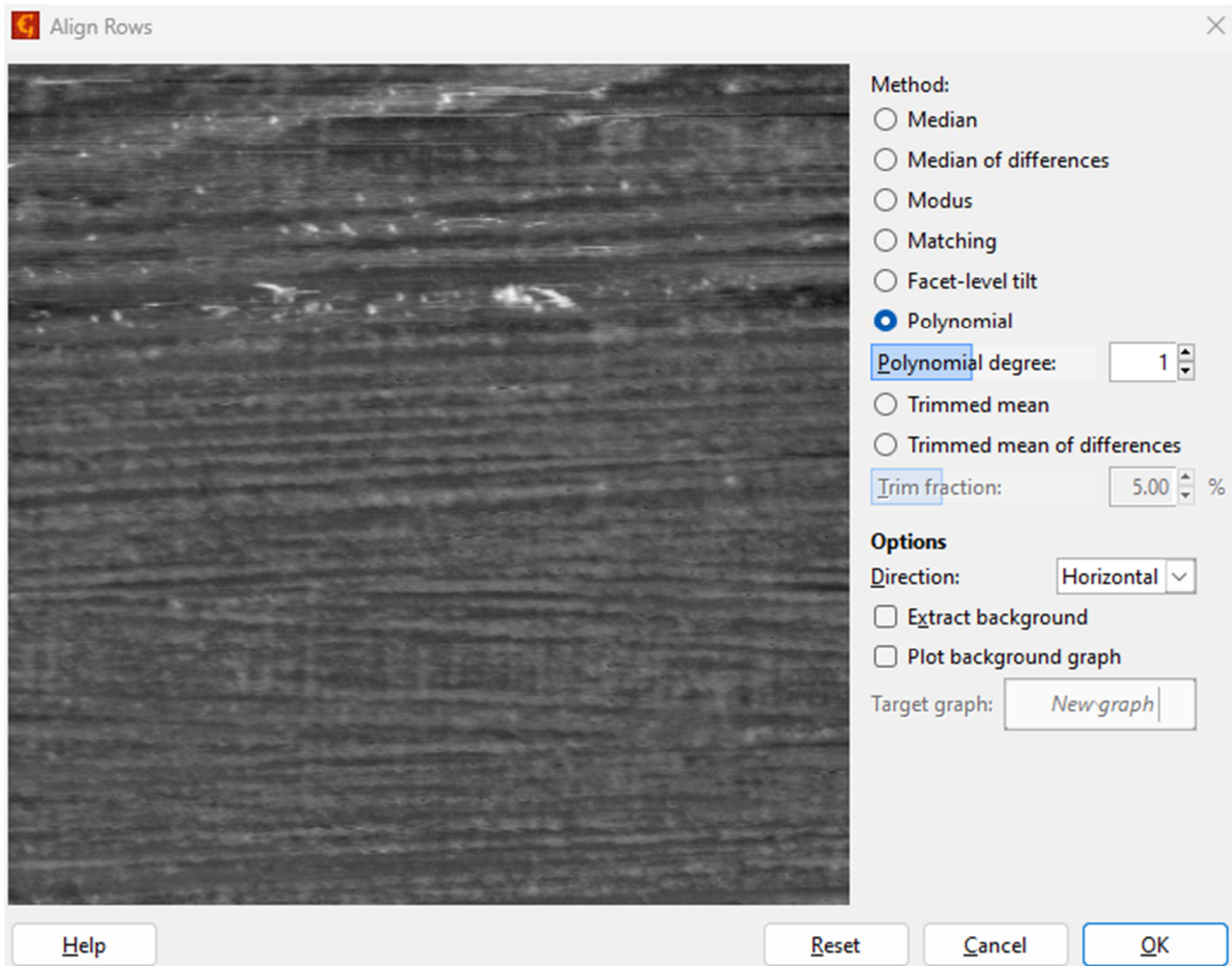
Po otevření souboru se uprostřed objeví mapa povrchu, vlevo se otevře seznam zaznamenaných stop, které ale v této úloze nebudeme využívat. Tlačítko umožňuje zobrazit 3D zobrazení povrchu (po stisku pravého tlačítka do snímku je možné změnit barvy a typ osvětlení a stínování).

Po zobrazení 3D modelu (a nastavení barevné škály a osvětlení) vydíme následující:

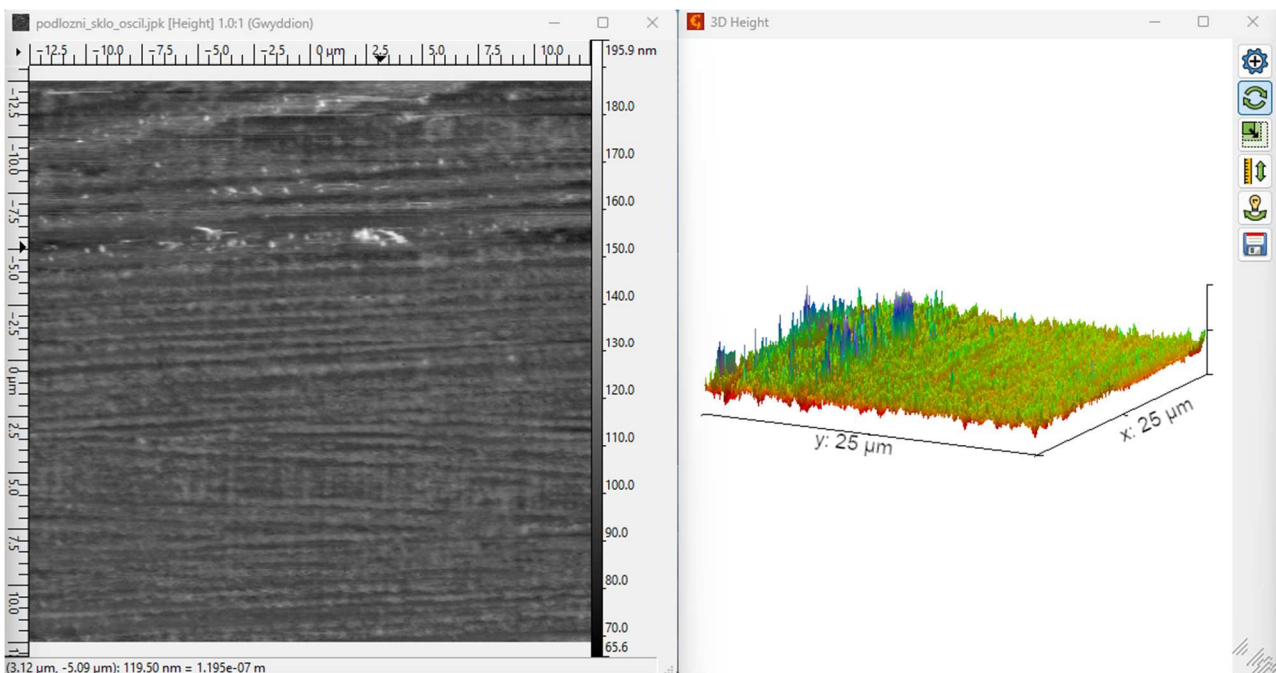


Je možné si všimnout, že na výškové mapě dole a na 3D zobrazení vpravo klesá povrch vzorku prudce dolů. Další rovnoběžné zvlnění probíhá dál v získaném snímku. Toto zvlnění je rovnoběžné se směrem reastrování mikroskopu a nejedná se o skutečné zvlnění, ale mění se offset v jednotlivých řádkách měření. Tuto chybu je potřeba kompenzovat (pokud by vlnění neběželo rovnoběžně se sběrem dat,

jedná se spíše o skutečnou nerovnost povrchu). Kompenzace tohoto jevu se provádí pomocí . Po stisknutí se otevře okno s nastavením metody. Je dobré vyzkoušet různé varianty a snímek představuje data po úpravě.





Po aplikaci filtru, který vyrovná offset jednotlivých linií vypadá přechodový snímek takto:




Je vidět, že vlnění povrchu se vyrovnalo. Rozdíl na povrchové mapě není tak markantní. Obecně platí, mapa povrchu není příliš citlivá na různé změny a lepší je využít 3D model.

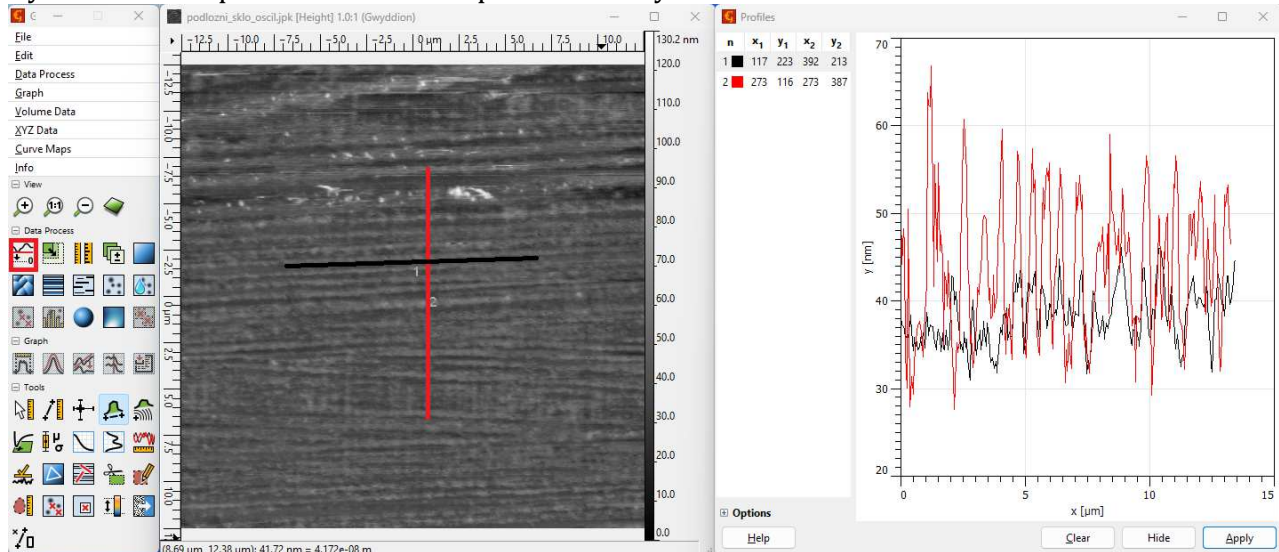


Může se stát že i po srovnání linií dochází stále k vlnění povrchu. Tato situaci vzniká pokud je měřená povrch skutečně zvlněný nebo není rovnoběžný s rovinou měření. Toto lze dále kompenzovat


nástroji  (level data by mean plane subtraction), které automaticky proloží a odečte rovinu nebo  (remove polynomial background), kdy dochází k odečtu polynomu zvoleného řádu.

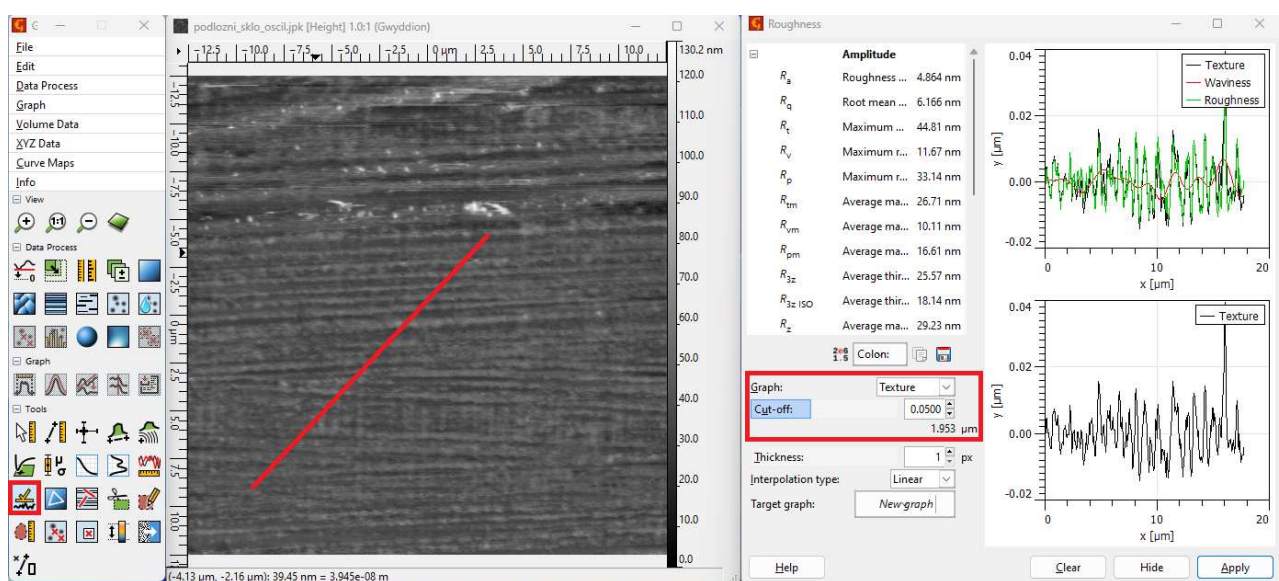
Ve chvíli kdy máme data srovnáme je ještě vhodné využít funkce , která posune nejnižší hodnotu do 0 (do teď byla hodnota měřená přístrojem), pro lepší orientaci.

Nyní se můžeme pomocí funkce  podívat na řezy naším snímkem.



Úsečku vybereme prostým označením ve snímku a v druhém okně se nám zobrazí její profil. Na obrázku je vidět, že červená úsečka vedená má mnohem členitější průběh než černá vedená ve směru nerovností (barvy jsou jen pro lepší přehlednost, jinak jsou úsečky označeny čísly). Toto samozřejmě ovlivní analýzu drsnosti. Vybraný snímek je možný exportovat zvolením volby „apply“.

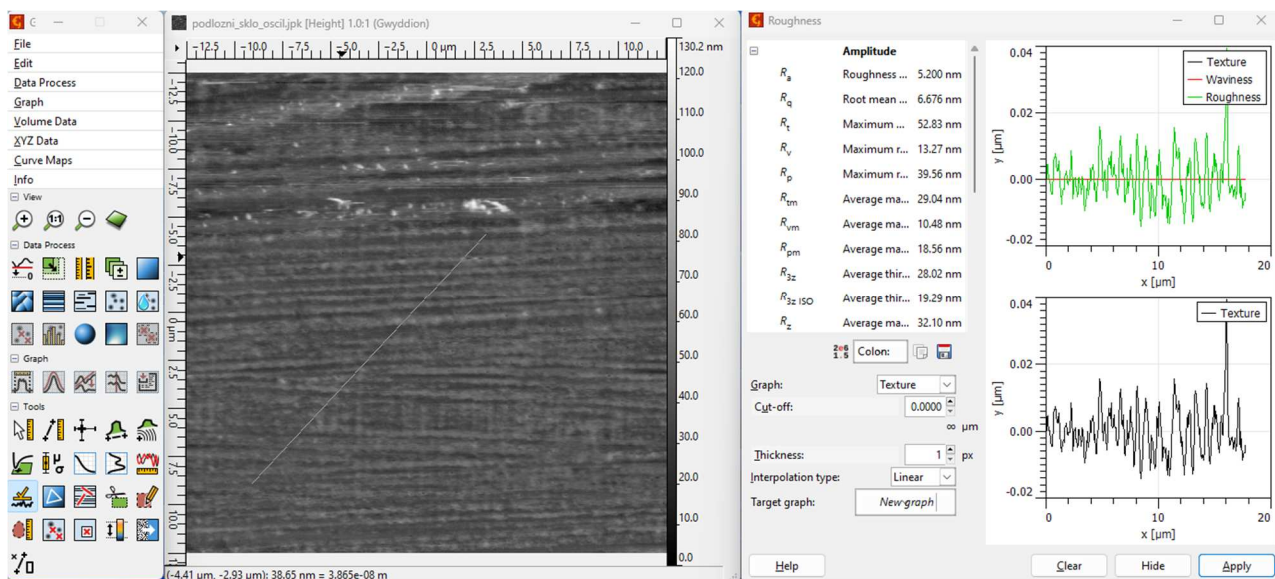
Pro analýzu drsnosti použijeme funkci .



Opět zobrazuje analyzuje vybranou křivku. V dialogu jsou zobrazeny vypočtené parametry drsnosti. V horním grafu je vidět povrch (černě), odečtené pozadí (červěně) a povrch po odečtu pozadí, z které je počítána drsnost (zeleně). V našem případě ale víme, že povrch je již kompenzovaný pro nerovnost

## FBMI ČVUT

a nechceme provádět odečet pozadí, protože se jedná o studovanou strukturu vzorku. V takovém případě je potřeba nastavit hodnotu cut-off na 0.



Na snímku je vidět, že nyní je odečítané pozadí nulové. Je samozřejmé že postup zpracování dat může zásadně ovlivnit získaný výsledek. Je proto třeba přemýšlet jaké úpravy provádět a vzorky zpracovávat konzistentně, aby bylo možné výsledky porovnávat.

Popsané funkce jsou minimum nutné ke zpracování protokolu. Gwyddion nabízí celou řadu statistických a dalších funkcí. Pro další informace lze navštívit stránku projektu a podívat se do dokumentace.