

Analiza topografije površine primjenom mikroskopa atomskih sila

Razumić, Fran

Undergraduate thesis / Završni rad

2020

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:925446>

Rights / Prava: [Attribution 4.0 International](#)/[Imenovanje 4.0 međunarodna](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-11-22**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Fran Razumić

Zagreb, 2020. godina

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentori:

Prof. dr. sc. Biserka Runje
Dr. sc. Amalija Horvatić Novak

Student:

Fran Razumić

Zagreb, 2020. godina

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem svojoj mentorici prof. dr. sc. Biserki Runje na ukazanom povjerenju, razumijevanju i korisnim savjetima pruženim za vrijeme izrade ovog rada.

Zahvaljujem svojoj komentorici dr. sc. Amaliji Horvatić Novak na konkretnim uputama, susretljivosti i vođenju prilikom izrade ovog rada.

Posebno zahvaljujem čitavoj svojoj obitelji i djevojci Valentini na razumijevanju, podršci i poticaju iskazanim tijekom cijelog studiranja.

Fran Razumić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

| | |
|--|--------|
| Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje | |
| Datum | Prilog |
| Klasa: | |
| Ur.broj: | |

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Fran Razumić** Mat. br.: 0035205940

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Analiza topografije površine primjenom mikroskopa atomskih sila**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Analysis of surface topography using an atomic force microscope**

Opis zadatka:

Mikroskop atomskih sila (AFM) pripada grupi mikroskopa s ticalima. AFM radi na principu raster skeniranja uzorka. Skeniranje se provodi oštrim vrhom ticala koje, ovisno o odabranom načinu rada, dotiče ili prolazi veoma blizu površine predmeta koji se ispituje. Ispitivanje površine AFM-om ne traži posebnu pripremu uzorka koji se ispituje, a rezultat ispitivanja strukture površine do razine atoma dan je 3D prikazom. Mikroskopi atomskih sila su pogodni za ispitivanje površine materijala, atoma i molekula, individualnih makromolekula te bioloških podvrsta.

U radu je potrebno:

- Navesti metode i uređaje koji se koriste za analizu topografije površine.
- Navesti metode rada mikroskopa atomskih sila te navesti primjere za svaku metodu rada.
- Primjenom mikroskopa atomskih sila provesti analizu topografije površine na danim uzorcima.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

28. studenog 2019.

Datum predaje rada:

1. rok: 21. veljače 2020.
2. rok (izvanredni): 1. srpnja 2020.
3. rok: 17. rujna 2020.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 24.2. – 28.2.2020.
2. rok (izvanredni): 3.7.2020.
3. rok: 21.9. - 25.9.2020.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Biserka Runje

Komentor:

Dr.sc. Amalija Horvatić Novak

Predsjednik Povjerenstva

Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

| | |
|---|----|
| SADRŽAJ | 5 |
| POPIS SLIKA | 7 |
| POPIS TABLICA..... | 9 |
| POPIS OZNAKA | 10 |
| SAŽETAK..... | 11 |
| SUMMARY | 12 |
| 1. UVOD..... | 13 |
| 2. UREĐAJI ZA ANALIZU TOPOGRAFIJE POVRŠINE | 14 |
| 2.1. Profilometar | 14 |
| 2.1.1. Kontaktni 2D profilometri | 14 |
| 2.1.2. Beskontaktni profilometri | 15 |
| 2.2. Skenirajući mikroskopi | 17 |
| 2.2.1. Skenirajući elektronski mikroskopi | 17 |
| 2.2.2. Mikroskopi sa skenirajućom sondom | 18 |
| 3. MIKROSKOP ATOMSKIH SILA..... | 20 |
| 3.1. Princip rada | 21 |
| 3.2. Komponente AFM-a | 23 |
| 3.2.1. Hardver | 23 |
| 3.2.2. Softver..... | 25 |
| 4. METODE RADA AFM-a..... | 26 |
| 4.1. Metode rada za prikaz topografije površine uzorka..... | 26 |
| 4.1.1. Kontaktni način | 27 |
| 4.1.2. Isprekidani način | 28 |
| 4.1.3. Beskontaktni način..... | 29 |
| 4.2. Metode rada za analizu netopografskih svojstava..... | 30 |
| 4.2.1. Spektroskopija sila | 31 |
| 4.2.2. Nanoindentacija | 32 |

| | |
|---|----|
| 4.2.3. Mikroskopija magnetskom silom..... | 34 |
| 4.2.4. Mikroskopija električnom silom | 35 |
| 4.2.5. Mikroskopija poprečnom silom | 36 |
| 5. ANALIZA TOPOGRAFIJE POVRŠINE..... | 38 |
| 5.1. Mountains SPIP..... | 40 |
| 5.2. Analizirani uzorci..... | 41 |
| 5.2.1. Etalon | 41 |
| 5.2.2. Uzorak 1 | 43 |
| 5.2.3. Uzorak 2 | 44 |
| 5.2.4. Uzorak 3..... | 45 |
| 6. ZAKLJUČAK..... | 46 |
| 7. LITERATURA | 47 |

POPIS SLIKA

| | |
|--|----|
| Slika 1. Princip mjerenja 2D profilometrom [5] | 14 |
| Slika 2. Pravilno i nepravilno korištenje kontaktnog profilometra | 15 |
| Slika 3. Standardni 3D beskontaktni profilometar [10] | 16 |
| Slika 4. Princip rada SEM mikroskopa [13] | 17 |
| Slika 5. Mikroskop atomskih sila na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu..... | 20 |
| Slika 6. Princip rada AFM-a [22]..... | 22 |
| Slika 7. Princip skeniranja površine uzorka na AFM-u | 23 |
| Slika 8. Polumjer ticala AFM-a [19]..... | 24 |
| Slika 9. Proporcionalno integralni derivatni regulator [19] | 24 |
| Slika 10. Kontaktni način rada [23] | 27 |
| Slika 11. Kontaktni način – princip rada [25] | 27 |
| Slika 12. Isprekidani način rada [23] | 28 |
| Slika 13. Isprekidani način – princip rada [25] | 29 |
| Slika 14. Beskontaktni način – princip rada [25] | 30 |
| Slika 15. Spektroskopija sila [23] | 31 |
| Slika 16. Nanoindentacija [23]..... | 32 |
| Slika 17. Mikroskopija magnetskom silom [23] | 34 |
| Slika 18. Mikroskopija električnom silom [23] | 35 |
| Slika 19. Mikroskopija poprečnom silom [23]..... | 36 |
| Slika 20. Mikroskopija poprečnom silom – princip rada [23] | 37 |
| Slika 21. Stvarna površina, oblik površine, valovitost površine, hrapavost površine [35] | 38 |
| Slika 22. Program Mountains SPIP..... | 40 |
| Slika 23. Etalon – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR..... | 42 |
| Slika 24. Etalon – 3D prikaz i 3D parametri topografije | 42 |
| Slika 25. Uzorak 1 – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR | 43 |
| Slika 26. Uzorak 1 – 3D prikazi i 3D parametri topografije | 43 |
| Slika 27. Uzorak 2 – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR | 44 |

| | |
|--|----|
| Slika 28. Uzorak 2 – 3D prikazi i 3D parametri topografije | 44 |
| Slika 29. Uzorak 3 – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR | 45 |
| Slika 30. Uzorak 3 – 3D prikazi i 3D parametri topografije | 45 |

POPIS TABLICA

| | |
|--|----|
| Tablica 1. Vrste SPM mikroskopa [15]..... | 19 |
| Tablica 2. Kontaktni način rada – osnovne značajke | 28 |
| Tablica 3. Isprekidani način rada – osnovne značajke | 29 |
| Tablica 4. Beskontaktni način – osnovne značajke | 30 |
| Tablica 5. Spektroskopija sila – osnovne značajke | 31 |
| Tablica 6. Nanoindentacija – osnovne značajke | 33 |
| Tablica 7. Mikroskopija magnetnom silom – osnovne značajke | 35 |
| Tablica 8. Mikroskopija električnom silom – osnovne značajke | 36 |
| Tablica 9. Mikroskopija poprečnom silom – osnovne značajke | 37 |

POPIS OZNAKA

| | | |
|------------|-----|--|
| <i>D</i> | m | refleksna udaljenost |
| <i>F</i> | N | sila između ticala i površine uzorka |
| <i>k</i> | N/m | konstanta sila ticala |
| <i>Sa</i> | nm | srednje aritmetičko odstupanje profila |
| <i>Sku</i> | | mjera oštine profila |
| <i>Sp</i> | nm | najveća visina profila unutar promatranog područja |
| <i>Sq</i> | nm | kvadratno odstupanje unutar vrha profila |
| <i>Ssk</i> | | asimetričnost |
| <i>Sv</i> | nm | najveća dubina profila unutar promatranog područja |
| <i>Sz</i> | nm | maksimalna visina između neravnina unutar promatranog područja |

SAŽETAK

Mikroskop atomskih sila (engl. *Atomic Force Microscope* – AFM) pripada grupi mikroskopa s ticalima. AFM radi na principu raster skeniranja uzoraka. Skeniranje se provodi oštrim vrhom ticala koje, ovisno o odabranom načinu rada, dotiče ili prolazi veoma blizu površine predmeta koji se ispituje. Ispitivanje površine AFM-om ne traži posebnu pripremu uzorka koji se ispituje, a rezultat ispitivanja strukture površine do razine atoma dan je 3D prikazom. Mikroskopi atomskih sila pogodni su za ispitivanje površine materijala, atoma i molekula, individualnih makromolekula te bioloških podvrsta.

U prvom dijelu rada navedene su metode i uređaji koji se koriste za analizu topografije površine. U drugom dijelu rada pobliže je opisan AFM, prikazane su metode rada AFM-a i navedeni primjeri za svaku od metoda. Na posljetku, primjenom mikroskopa atomskih sila, napravljena analiza topografije površine odabranih uzoraka i etalona. Pri izradi ovog rada, za analizu i obradu topografija površina korišten je program Mountains SPIP (probna verzija).

SUMMARY

The atomic force microscope (AFM) belongs to the group of microscopes with tentacles. AFM works on the principle of raster scanning of samples. Scanning is performed with a sharp tip of the probe which, depending on the selected mode, touches or passes very close to the surface of the object under test. Examination of the surface by AFM does not require special preparation of the sample, and the result of the examination of the surface structure up to the atomic level is given by 3D representation. Atomic force microscopes are suitable for examining the surface of materials, atoms and molecules, individual macromolecules and biological subspecies.

The first part of the dissertation the methods and devices used for surface topography analysis. The second part of the dissertation describes AFM in more detail, shows the methods of AFM operation and gives examples for each of the methods. Finally, using an atomic force microscope, an analysis of the surface topography of the selected samples and standards was made. During the preparation of this dissertation, the Mountains SPIP program (trial version) was used for the analysis and processing of surface topographies.

1. UVOD

Mikro- i nanosustavi sastavni su dio današnjice, a njihov rast i napredak u zadnjih 10-ak godina je eksponencijalan. Izum skenirajućeg tunelirajućeg mikroskopa (engl. *Scanning Tunneling Microscope* – STM) 1982. u IBM Zurich, a zatim mikroskopa atomskih sila (engl. *Atomic Force Microscope* – AFM) omogućio je povećanje do razine atoma [1]. S takvim povećanjima i rezultatima mjerenja omogućen je rast mikro- i nanotehnologije.

Nanotehnologija u prevlakama čini površinske materijale trajnijima, otpornima na vodu i mrlje, nudeći rješenja u tekstilnoj industriji za vrhunsku sportsku opremu. Mnogi se elektronički uređaji visokih performansi oslanjaju na nanotehnologiju, npr. Quantum Dot (QD) tehnologija za LED ekrane i pametne telefone (QD-ovi nude visoku rezoluciju i preciznu reprodukciju boja). Nanomaterijali nude nova rješenja za medicinsku primjenu i kozmetiku, stoga je sektor zdravlja i ljepote doživio najveći porast u istraživanjima usmjerenima na nanotehnologiju [2]. Ovaj trend je podstaknut neprestanom potragom kompanija za poboljšanjem postojećih proizvoda stvaranjem manjih komponenti i materijala s boljim performansama, a sve uz niže troškove.

Dijelovi u nanopodručju (pr. nanocijevčice, nanokompozitne strukture) nisu zasebne cjeline već samo pojedinačni dijelovi nekog složenog sklopa [3]. Razvojem nanotehnologije nužan i razvoj mjeriteljstva u nanopodručju, a tu upravo spadaju mikroskopi sa skenirajućim ticalom, od kojih je najznačajniji predstavnik upravo mikroskop atomskih sila.

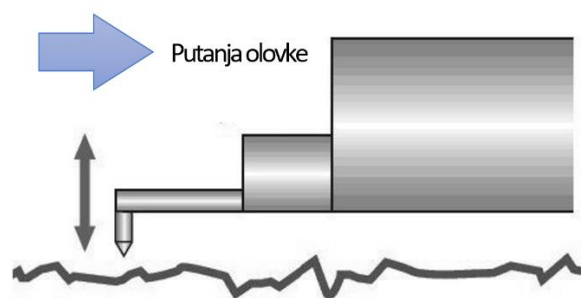
2. UREĐAJI ZA ANALIZU TOPOGRAFIJE POVRŠINE

2.1. Profilometar

Profilometar je mjerni instrument koji služi za mjerenje profila površine radi određivanja parametara hrapavosti. Iz topografije površine koja se dobije mjerenjem profila površine, određuje se korak, zakrivljenost, ravnost površine [4]. Suvremeni profilometri ne mjere samo statičku topografiju, već i dinamičke promjene koje se mijenjaju u stvarnom vremenu. Stvarno vrijeme podrazumijeva da sve operacije vezane u tom sustavu moraju izvršavati svoje zadatke u unaprijed definiranim jednakim vremenskim intervalima.

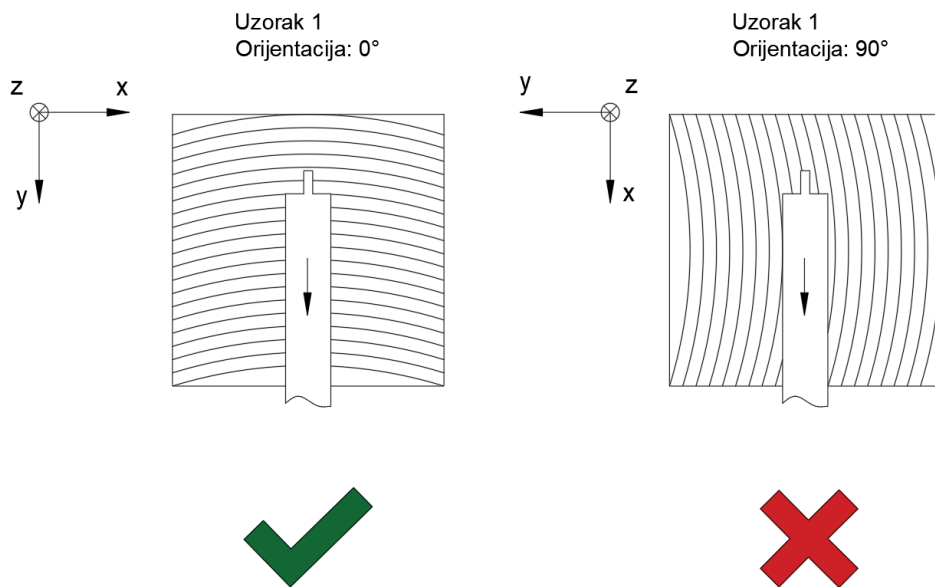
2.1.1. Kontaktni 2D profilometri

Kod kontaktnog 2D profilometra vrlo osjetljiva dijamantna olovka pomiče se okomito na dodir s uzorkom dok ne prođe cijeli put. Zatim se opet namješta olovka na početni dio uzorka. Slika 1. prikazuje princip rada mjerenja 2D profilometrom. U kontaktnom profilometru određuju se parametri (silu povlačenja, brzina skeniranja) ovisno o ispitivanom materijalu za dobivanje pouzdanih rezultata. Tipični profilometar može mjeriti male vertikalne visine profila u rasponu od 10 nm do 1 mm, s time da je radijus dijamantne olovke od 20 nm do 50 μm .



Slika 1. Princip mjerenja 2D profilometrom [5]

Slika 2. prikazuje ispravan i neispravan način korištenja 2D profilometra kontaktnom metodom. Ako prilikom mjerenja hrapavosti smjer mjerenja nije okomit na smjer obrade površine uzorka, 2D profilometar prikazat će niže vrijednosti parametra površinske hrapavosti. Budući da je olovka cijelo vrijeme u kontaktu s površinom, kontaktna metoda nije osjetljiva na refleksiju ili boju površine.



Slika 2. Pravilno i nepravilno korištenje kontaktnog profilometra

2.1.2. *Beskontaktni profilometri*

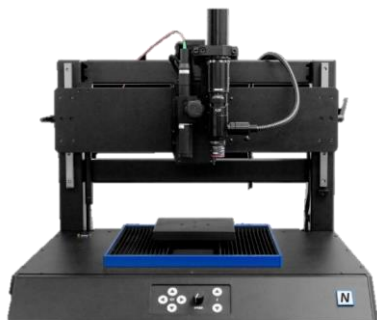
Beskontaktni profilometar koristi tehnologiju aksijalnog kromatskog svjetla [6]. U kromatskom optičkom sustavu položaj slike bilo koje točke ovisi o valnoj duljini upadne svjetlosti. Aksijalni kromatizam fizikalno je svojstvo lomljivih optičkih sustava, promatrano za sve vrste naočala. Rezultat je to spektralne disperzije (ovisnost indeksa loma o valnoj duljini) [7].

Budući da u procesu rada ne dodiruju površinu, ne mogu oštetiti površinu uzorka prilikom mjerenja ili nepažljivim rukovanjem operatera [4]. Profilometri raspolažu širokim rasponom mjerenja objekata i površina. Duljine predmeta mogu biti male (nekoliko μm) do velike (bez gornje granice koristi li se prijenosni profilometar). Velika prednost beskontaktnih profilometra je neovisnost oblika uzorka. Uzorak može biti kruti ili tekući, nepomični ili pokretni. Omogućuje mjerenje teže dostupnih mjesta kao što su unutrašnjost provrta i cijevi, vanjskih dijelova cilindara, konkavnih ili konveksnih oblika [8].

3D beskontaktni profilometar može izmjeriti bilo koju površinu uz minimalnu pripremu. Visine koje se mogu mjeriti beskontaktnim profilometrom idu od nanorazine do makrorazine, bez utjecaja djelomične refleksije, prozirnosti i zakrivljenosti [9].

Postoje različite vrste beskontaktnog profilometra:

- prenosivi profilometar
- kompaktni profilometar
- standardni profilometar (Slika 3.)
- visoko brzinski profilometar.



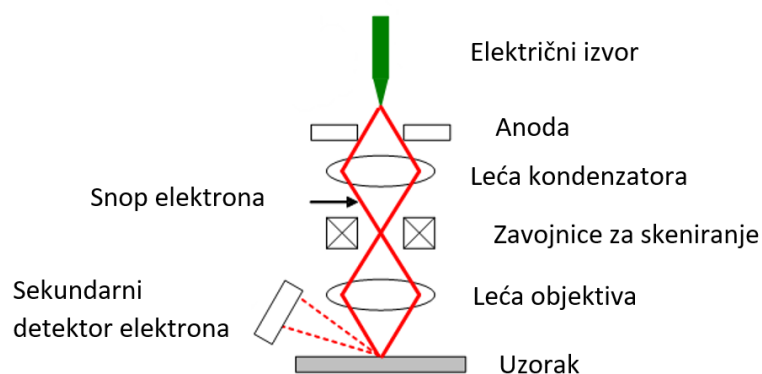
Slika 3. Standardni 3D beskontaktni profilometar [10]

2.2. Skenirajući mikroskopi

Osnovna podjela skenirajućih mikroskopa je na skenirajuće elektronske mikroskope (SEM) i mikroskope sa skenirajućom sondom (SPM).

2.2.1. Skenirajući elektronski mikroskopi

Skenirajući elektronski mikroskop (engl. *Scanning Electron Microscope* – SEM) je uređaj kojim se uz golemo povećanje pomoću uskog snopa elektrona dobiva uvid u mikrostrukturu promatranog uzorka [11]. SEM je moćan elektronski uređaj koji zrakom šalje elektrone do uzorka. Niz elektromagnetskih zavojnica povlači snop naprijed i nazad skenirajući ga polako i sustavno po površini uzorka. Umjesto da putuje kroz uzorak, snop elektrona učinkovito se odbija od njega. Konačna je slika uvijek stvarna. Vizualizira se na digitalnom sustavu za obradu slike dajući informaciju o sastavu, strukturi i ostalim svojstvima. Za potrebno snimanje uzorak treba držati u vakuumskoj komori jer elektroni ne mogu prijeći značajnu udaljenost u zraku pod atmosferskim tlakom [12]. Uvećavanje se uglavnom određuje prema vrijednosti struje kroz zavojnicu za skeniranje i leću objektivu. Slika se fokusira promjenom struje kroz zavojnicu objektivu.



Slika 4. Princip rada SEM mikroskopa [13]

Slika 4. prikazuje način konvergencije elektronskog snopa. Zbog svoje velike rezolucije u području povećanja od 1 nm do 20 nm, SEM se koristi u području kemije, fizike, metalurgije, mineralogije, geologije i biologije. Snimanjem skenirajućim elektronskim mikroskopom moguće je pratiti pojedine faze različitih procesa, kao na primjer proces razvijanja u fotografiji i proces katalize [11].

2.2.2. Mikroskopi sa skenirajućom sondom

Mikroskop sa skenirajućom sondom (engl. *Scanning Probe Microscopy* – SPM) je instrument koji se koristi za mjerenje topografije površine na nanorazini. SPM formira slike površina pomoću ticala koje dodiruje površinu uzorka. Skeniranje površine i prikupljeni podaci, obično dobivenih dvodimenzionalnih mreža, prikazuju se kao slika na računalu. Korištenjem ticala više nema ograničenja u pogledu valne duljine svjetla ili elektrona. Prvi SPM bio je skenirajući tunelirajući mikroskop (engl. *Scanning Tunneling Microscope* – STM) razvijen od Gerda Binniga i Heinricha Rohrera 1982. godine u IBM-u, laboratoriju za istraživanje u Zürichu [14].

Tablica 1. prikazuje vrste mikroskopa sa skenirajućom sondom, njihovim osnovnim karakteristikama i glavne načine djelovanja.

Tablica 1. Vrste SPM mikroskopa [15]

| MIKROSKOP | DJELOVANJE | OSNOVNE KARAKTERISTIKE |
|------------------|---|--|
| STM | provodne tunelirajuće struje | 3D topografija: veličina, oblik i periodičnost značajki, površinska hrapavost; elektronska struktura |
| AFM | međuatomske i međumolekularne sile | 3D topografija: veličina, oblik i periodičnost značajki, površinska hrapavost |
| MFM | magnetske sile | veličina i oblik magnetskih značajki; čvrstoća i polarnost magnetskih polja na različitim poljima |
| SThM | prijenos topline | razlike toplinske vodljivosti između površinskih značajki |
| EFM | elektrostatičke sile | gradijenti elektrostatičkog polja na površini uzorka |
| NSOM | refleksija, apsorpcija i fluorescencija svjetla | optička svojstva značajki površina |

3. MIKROSKOP ATOMSKIH SILA

Mikroskop atomskih sila (engl. *Atomic Force Microscope* – AFM) svestran je i moćan alat za analizu topografskih svojstava i međusobno ovisnih značajki površina u nanorezoluciji [16]. AFM spada u podskupinu mikroskopa sa skenirajućom sondom te radi na principu prelaska površine uzorka mjereći interakciju između oštrog šiljka pričvršćenog na savitljivu polugu i površine uzorka [17]. AFM „osjeti“ površinu uzorka vrhom igle i formira sliku visina ili topografiju površine uzorka. Koristi se u zraku, tekućini ili u vakuumu za stvaranje topografskih slika vrlo visoke rezolucije, površine do molekularne/atomske rezolucije [18].



Slika 5. Mikroskop atomskih sila na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu

Mjerenja na AFM-u nije potrebno provoditi u ekstremnim i posebnim uvjetima, već se mjerenje može izvesti u okolišnim uvjetima kako bi se pratile biološke reakcije čak i u stvarnom vremenu [19]. Veliku prednost ima u tome što se gotovo svaki uzorak može analizirati, neovisno o tvrdoći ispitivanog uzorka. Stoga uzorci mogu biti tvrdi poput površine keramičkog

materijala ili disperzije metalnih nanočestica, a mogu biti i vrlo mekani poput visoko fleksibilnih polimera ili ljudskih stanica. Velikim rasponom mogućnosti AFM od početka svog razvoja osim u tehničkom području primjenjuje se u kemijskom inženjerstvu, biologiji, astronomiji, medicini.

3.1. Princip rada

AFM mjeri otklon (pomak s obzirom na ravnotežni položaj) nosača ticala i pretvara ga u električni signal. Intenzitet tog signala je proporcionalan pomicanju nosača ticala [20]. Sila kojom ticalo djeluje na površinu prilikom kontakta prikazane su preko Hookeovog zakona [19].

$$F = -k \cdot D \quad (1)$$

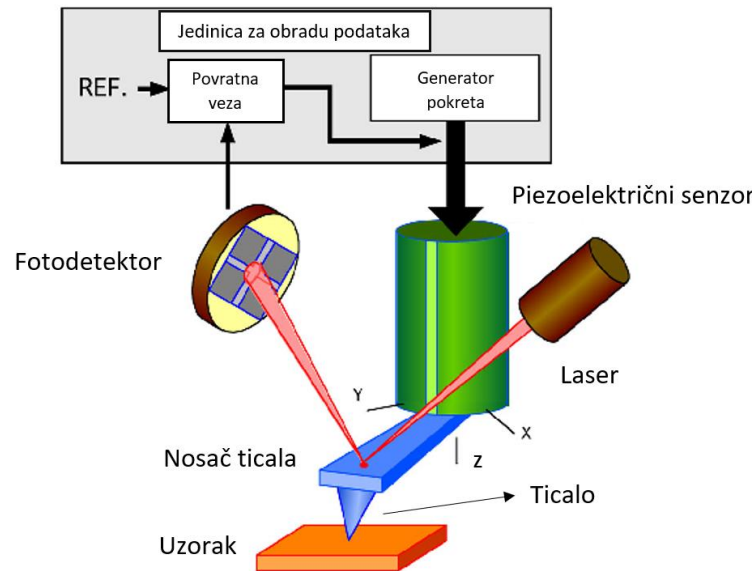
Gdje je:

F – sila između ticala i površine uzorka, N

k – konstanta sila ticala, N/m

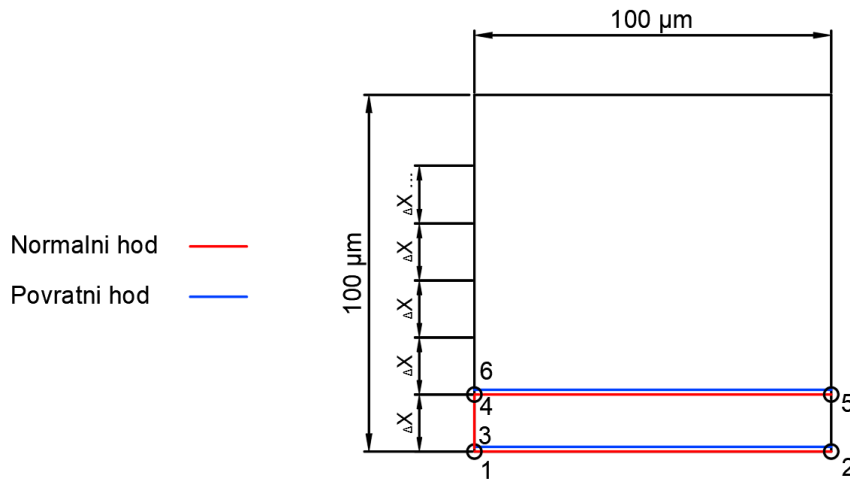
D – refleksna udaljenost, m

Za snimanje i pomicanje ticala koriste se piezoelektrični senzori. Piezoelektrični senzor pruža mogućnost osciliranja ticala u širokom rasponu frekvencija (od 100 Hz do 2 MHz) [21]. Kad se ticalo dovede u blizinu površine uzorka, sile između ticala i uzorka dovode do progiba nosača ticala. Sila između ticala i uzorka ne mjeri se izravno, već tako da se nadzire promjena svjetlosti ovisno u kojem od četiri kvadranta fotodetektora dođe svjetlost [19]. Slika 6. prikazuje princip rada AFM-a. Laser šalje snop svjetlosti na vrh nosača ticala, od čega se svjetlost odbija i dolazi do fotodetektora.



Slika 6. Princip rada AFM-a [22]

Ograničavajuća karakteristika AFM-a je ta da nije praktično mjeriti površine duže od $100\ \mu\text{m}$. Skeniranjem uzorka dužih od $100\ \mu\text{m}$, vrijeme skeniranja postaje osjetno duže, a veća je i mogućnost oštećenja ticala za vrijeme rada. Slika 7. prikazuje način snimanja topografije uzorka, gdje je hod ticala označen brojevima. Točka 1 je polazna točka mjerenja koja se namješta prema izboru. Od točke 1 do točke 2 AFM pravocrtno skenira jednu liniju uzorka. Od točke 2 do točke 3 po istoj liniji skenira natrag. U točki 3 radi posmak do točke 4 definiran u postavkama programa. Od točke 4 do zadnje točke nastavlja postupak po istom principu kao i u prethodnim točkama.



Slika 7. Princip skeniranja površine uzorka na AFM-u

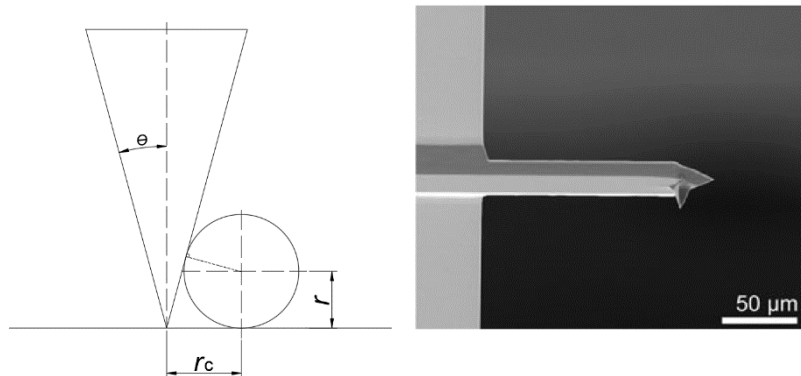
3.2. Komponente AFM-a

Dijelovi AFM-a mogu se podijeliti na hardverski dio i softverski dio.

3.2.1. Hardver

U hardverski dio AFM-a spadaju ticalo, nosač ticala, piezoelektrični senzor i kontrolna elektronika.

- Ticala za AFM obično su proizvedeni od silicija (Si) ili silicijevog nitrda (Si_3N_4) [19]. Silicijev nitrid se koristi kao materijal ticala koja imaju vrlo male konstante sile. Većina ticala proizvedena je od silicija. Slika 8. prikazuje polumjer vrha ticala koje mogu biti u rasponu od 5 nm do 10 nm.



Slika 8. Polumjer ticala AFM-a [19]

- Nosači ticala proizvedeni od silicija imaju manje zaostalih naprezanja od silicijevog nitrida, stoga ne trpe savijanje uzrokovano materijalom. Ticala i nosači ticala koji su proizvedeni od silicija često dolaze do loma kada dođu u kontakt s površinom.
- Piezoelektrični senzor je elektromehanički pretvarač koji pretvara električni potencijal u mehaničku radnju.
- Kontrolna elektronika obično ima oblik kutije koja se nalazi u blizini s postoljem mikroskopa i s računalom. Elektronika za kontrolu povratnih informacija uzima ulaz od senzora sile i uspoređuje signal sa zadanom vrijednosti. Signal pogreške tada šalje preko kontrolera za povratne informacije. Izlaz regulatora za povratne informacije tada pokreće Z-os piezoelektričnog senzora. Vrsta kontrole povratnih informacija koja se koristi u AFM-u naziva se proporcionalno integralni derivatni regulator (PID) [19].



Slika 9. Proporcionalno integralni derivatni regulator [19]

Elektronika AFM-a također digitalizira signale koji dolaze iz AFM-a kako bi ih računalo moglo prikazati i snimiti. Povratnim informacijama između signala koji izlaze i vraćaju se u AFM upravlja kontrolna elektronika prema parametrima postavljenim na računalu.

3.2.2. Softver

Softverski dio AFM-a podrazumijeva računalni program. Program na računalu služi za dobivanje i prikazivanje AFM slika. Radi lakšeg korištenja i preglednosti obično se koristi na dva ekrana. Funkcije koje program kontrolira uključuju postavljanje položaja X - i Y -osi radi pronalaženja odgovarajućeg dijela za skeniranje. Softver također omogućuje pristup ticalu za približavanje ticala na površinu, odabir načina skeniranja, postavljanje i kontrolu parametara skeniranja, prikaz slika tijekom skeniranja i sposobnost za mjerenje krivulja sile. Program podržava kontrolu zumiranja i fokusa optičkog mikroskopa. Vizualizacija podataka o AFM-u u stvarnom vremenu ključna je za učinkovit rad AFM-a. Računalni program omogućava operateru da namjesti željenu poziciju uzorka i olakšava optimizaciju parametara skeniranja kao što su brzina skeniranja i PID postavke [19].

4. METODE RADA AFM-a

Mikroskop atomskih sila moćan je alat, a svoju svestranost pokazuje širokim izborom mjerenja koja se mogu na njemu izvesti. U početku je jedini dostupan način bio kontaktni način rada i to za ograničen broj vrsti uzoraka koji bi se mogli mjeriti i vrste podataka koji bi se mogli dobiti [19]. Mnogi noviji načini rada koriste tehnike nevjerojatnih rezolucija koje su postignute skeniranjem ticala vrlo blizu površine, s ciljem mjerenja različitih svojstava površine uzorka, a sve u nanopodručju.

Metode rada AFM-a dijele se u dvije glavne skupine:

1. Za analizu topografije površine i
2. Za analizu netopografskih svojstava.

AFM trenutno ima velik broj mogućih metoda rada, a najčešće korištene opisane su u nastavku.

4.1. Metode rada za prikaz topografije površine uzorka

Osnova AFM-a je mjerenje topografije uzorka. Skupovi podataka generirani i prikazani na ovaj način nisu slike proizvedene optičkim mikroskopom, već 3D mapa nastala mjerenjem visine. Ti skupovi podataka se kasnije mogu transformirati u jasniju sliku svjetlosnim sjenčanjem, perspektivom itd. Za dobivanje oblika uzorka potrebna su visinska mjerenja u različitim načinima rada [19].

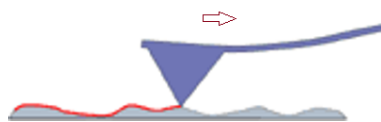
Načini rada za prikaz topografije površine uzorka su kontaktni način, isprekidani način i beskontaktni način. Rezultat mjerenja je slika koja prikazuje stanje topografije površine (u 2D ili 3D obliku) te 3D parametri topografije.

4.1.1. Kontaktni način



Slika 10. Kontaktni način rada [23]

Kontaktni način (engl. *Contact Mode*) jedan je od često korištenih načina snimanja kod AFM-a. Kontaktni način je ujedno i brži od ostalih načina rada jer vrh ticala uvijek dodiruje uzorak. Često se koristi prilikom snimanja tvrdih materijala [23]. Osnova načina rada je da sustav povratnih informacija mikroskopa djeluje tako da održava odstupanje ticala na određenoj vrijednosti koju određuje operater. Ta vrijednost se zove zadana vrijednost koju operater mora prilagoditi za optimizaciju snimanja [19]. Ako se izmjereni otklon razlikuje od zadane vrijednosti, pojačalo za povratnu informaciju koristi piezoelektrični senzor da bi podigao ili smanjio uzorak u odnosu na nosač ticala, kako bi vratio željenu vrijednost otklona [24].



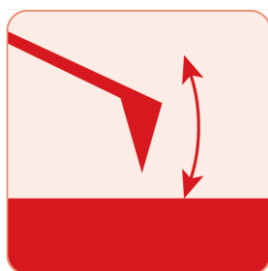
Slika 11. Kontaktni način – princip rada [25]

Slika 11. Prikazuje princip rada kontaktnog načina u kojem je ticalo cijelo vrijeme u kontaktu s površinom. Crvena krivulja prikazuje hod ticala po površini. Tablica 2. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

Tablica 2. Kontaktni način rada – osnovne značajke

| Kontaktни način | |
|-------------------|---|
| Cilj | Dobivanje informacija o topografiji površine uzorka. |
| Način rada | Prelazak ticala preko površine uzorka uz konstantni dodir s uzorkom. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka, 3D parametri topografije. |
| Primjena | Mjerenje tvrdih materijala. |

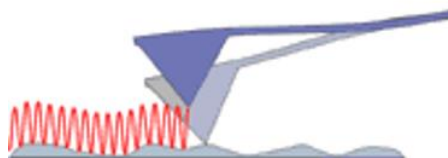
4.1.2. Isprekidani način



Slika 12. Isprekidani način rada [23]

Isprekidani način rada (engl. *AC Mode – Tapping*) omogućuje topografsko snimanje u visokoj rezoluciji uzoraka površina koje se lako oštećuju, lagano prijanjaju za podlogu ili ih je teško prikazati drugim AFM tehnikama. Tijekom rada amplituda oscilacija nosača ticala održava se konstantnom pomoću petlje za povratne informacije. Odabir optimalne frekvencije oscilacija je softverski omogućen, a sila na uzorku automatski se podešava i održava na najnižoj mogućoj razini. Oscilirajuće ticalo se pomiče prema površini dok ne počne lagano dodirivati površinu. Kad vrh prijeđe preko izbočina na površini, nosač ticala ima manje prostora za osciliranje, a amplituda oscilacija se smanjuje. Suprotno tome kada vrh pređe preko udubine, nosač ticala ima više prostora za osciliranje i povećava se amplituda (približavajući se maksimalnoj amplitudi). Amplituda oscilacije vrha mjeri se detektorom i ulazi u kontrolnu

elektroniku. Digitalna povratna petlja zatim prilagođava razdvajanje uzorka i vrha ticala kako bi se održala konstantna amplituda i sila na uzorku [24].



Slika 13. Isprekidani način – princip rada [25]

Slika 13. Prikazuje princip rada isprekidanog načina rada gdje crvena krivulja predstavlja frekvenciju osciliranja. Tablica 3. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

Tablica 3. Isprekidani način rada – osnovne značajke

| Isprekidani način | |
|-------------------|--|
| Cilj | Dobivanje informacija o topografiji površine uzorka. |
| Način rada | Prelazak ticala preko površine uzorka uz isprekidani dodir s uzorkom. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka, 3D parametri topografije. |
| Primjena | Mjerenje uzoraka čija se površina lako oštećuje, koji lagano prijanjaju za podlogu ili ih je teško prikazati drugim AFM tehnikama. |

4.1.3. *Beskontaktni način*

Beskontaktni način je snimanje površine s vrlo malom udaljenošću između vrha ticala i površine što rezultira lošom razlučivošću nego kod kontaktnog načina rada [26]. Visokofrekventni nosač ticala se obično koristi u rasponu od 300–400 kHz. Beskontaktna metoda vrlo je široko primijenjena tehnika i može se koristiti za njega snimanje gotovo bilo

kojeg uzorka u AFM-u. Jedan od ograničavajućih čimbenika za beskontaktni način rada u zraku je sloj onečišćenja prisutan na većini površina u normalnim uvjetima, pa se većinski beskontaktni način rada koristi u posebnim uvjetima snimanja [19].



Slika 14. Beskontaktni način – princip rada [25]

Slika 14. prikazuje princip rada beskontaktnog načina rada. Crvena krivulja prikazuje put vrha ticala koji niti u jednom trenutku nije u kontaktu s površinom. Tablica 4. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

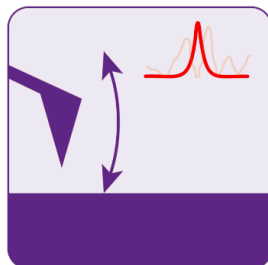
Tablica 4. Beskontaktni način – osnovne značajke

| Beskontaktni način | |
|--------------------|---|
| Cilj | Dobivanje informacija o topografiji površine uzorka. |
| Način rada | Prelazak ticala preko površine uzorka bez dodira s uzorkom. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka, 3D parametri topografije. |
| Primjena | Mjerenje mekih uzoraka gdje bi kontakt uzoraka s ticalom mogao oštetiti površinu uzorka, pr. biološki uzorci, tanki premazi |

4.2. Metode rada za analizu netopografskih svojstava

Unatoč tome što AFM ima najširu primjenu u prikazu i analizi topografskih svojstava, koriste se i drugi načini za dobivanje korisnih informacija o stanju uzorka.

4.2.1. Spektroskopija sila



Slika 15. Spektroskopija sila [23]

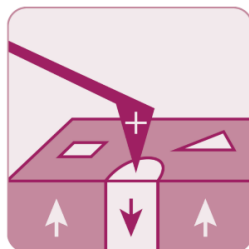
Spektroskopija sila (eng. *Force spectroscopy*) podrazumijeva fiksiranje X - i Y - osi ticala dok se pomicanjem osi Z ticalo „zabija“ u površinu uzorka. Mjeri se otklon nosača ticala kako se vrh ticala približava i udaljava od površine uzorka. Spektroskopija sila sastoji se od mjerenja sile. Velika korisnost ove tehnike je što AFM izravno mjeri silu između dodirujućih atoma ili molekula na kraju ticala i uzorka [27].

Spektroskopija sila može se izvesti u obliku mreže preko uzorka, što dovodi do mogućnosti lociranja određenih skupina na površini uzorka [28]. Specifična mjerenja poput mjerenja sile ili adhezije može utjecati na topografiju uzorka. Tablica 5. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

Tablica 5. Spektroskopija sila – osnovne značajke

| Spektroskopija sila | |
|---------------------|--|
| Cilj | Dobivanja informacija o iznosu sile prodiranja ticala u materijal. |
| Način rada | Vrh ticala se dovodi u kontakt s površinom i utiskuje u površinu uzorka. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka. Graf vrijednost sile ovisno o dubini prodiranja u materijal. |
| Primjena | Prirodne znanosti, ispitivanje pojedinačne stanice i bakterije. |

4.2.2. Nanoindentacija



Slika 16. Nanoindentacija [23]

Umjesto mjerenja podataka povlačenjem ticala po površini uzorka, nanoindentacija predstavlja postupak u kojem se vrh ticala dovodi u kontakt s uzorkom i pritišće u površinu uzorka. Nanoindentacijom se mjeri tvrdoća uzorka. Mjerenje tvrdoće mikroskopom atomskih sila jedan je od najčešće korištenih netopografskih načina rada mikroskopa. Iako postoji niz drugih tehnika kojima se može mjeriti tvrdoća materijala, mjerenja provedena AFM-om karakteriziraju neke jedinstvene prednosti. Primjenom nanoindentacije nailazi se na prednosti i nedostatke tog postupka.

Prednosti nanoindentacije su:

- visoka osjetljivost na opterećenje – osjetljivost na opterećenje može biti niska poput pN, iako čak i za mekane materijale potrebna osjetljivost vjerojatno neće biti veća od nN
- Visoka rezolucija pozicioniranja – mogu se odabrati mala područja uzorka ili izvesti eksperiment na vrlo malim uzorcima.

Nedostaci nanoindentacije su:

- Poželjno je približiti ticalo uzorku okomito, što je otežavajuća okolnost za AFM.
- Nelinearno pozicioniranje osi Z

Za nanoindentaciju tvrdih metala potrebno je koristiti vrlo kruta ticala, kao i nosač ticala. Obično se koristi nosač ticala izrađen od čelika s dijamantnim vrhom ticala [29]. Ako se

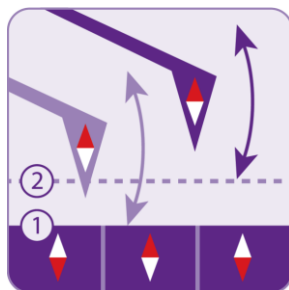
postupak nanoindentacije izvodi u obliku mreže preko površine uzorka, tada je moguće odrediti varijaciju tvrdoće [30]. Nanoindentacija široko se primjenjuje u prirodnim znanostima za ispitivanje mehaničkih svojstava mikro- i nanočestica metala i silicija [28].

Na temelju dubine prodiranja ticala u površinu uzorka moguće se odrediti parametre površine kao što su Youngov modul elastičnosti. Da bi takve podatke mogli dobiti iz AFM-a potrebno je znati točan oblik ticala i konstantu sile ticala [19]. Tablica 6. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

Tablica 6. Nanoindentacija – osnovne značajke

| Nanoindentacija | |
|-------------------|--|
| Cilj | Dobivanje informacija o tvrdoći uzorka |
| Način rada | Vrh ticala se dovodi u kontakt s površinom i utiskuje u površinu uzorka. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka. Vrijednost dubine prodiranja ticala u površinu uzorka. |
| Primjena | Prirodne znanosti, ispitivanje mikro- i nanočestica metala i silicija, ispitivanje kompozitnih polimera. |

4.2.3. Mikroskopija magnetskom silom



Slika 17. Mikroskopija magnetskom silom [23]

Mikroskopija magnetskom silom (engl. *Magnetic Force Microscopy* – MFM) relativno je jednostavan način rada, ali često zahtijeva nešto složenija tumačenja. Upravo zbog uvjeta da ticalo mora biti izuzetno blizu površine uzorka, jer magnetska polja u materijalu drastično opadaju s udaljenošću, potencijal korištenja mikroskopa atomskih sila u svrhu mjerenja magnetnih svojstava je ostvaren prilično rano.

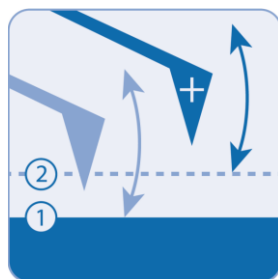
U ovom načinu rada, pomoću magnetskog ticala, izravno se mjeri raspodjela i prisutnost magnetskih polja. Magnetna ticala se sastoje od standardnih silicijskih ticala s tankim magnetskim premazom. Materijali koji osiguravaju magnetski premaz su obično kobalt, kobalt-nikal, kobalt-krom [31]. Korištenje takvih premaza može imati negativni utjecaj na ticalo u smislu da su ti materijali uobičajeno mekši od silicija i time povećavaju brzinu trošenja, i svaki premaz dodan na vrh ticala povećat će radijus i time se smanjuje rezolucija [19].

Magnetsko polje između ticala i uzorka stvara gradijent sile, što uzrokuje pomicanje rezonantne frekvencije oscilirajućeg nosača ticala. MFM je tehnika s dva prolaza. U prvom prolazu radi se topografija površine. Zatim se ponovno prolazi za prikupljanje informacija o magnetskim svojstvima. Rezultat prvog prolaza je slika kao prikaz topografije površine uzorka, a rezultat drugog prolaza je također slika, ali s vidljivom podjelom magnetskih polja po skeniranom dijelu površini uzorka. Tablica 7. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

Tablica 7. Mikroskopija magnetnom silom – osnovne značajke

| Mikroskopija magnetnom silom | |
|------------------------------|--|
| Cilj | Dobivanje informacija o magnetnim svojstvima uzorka. |
| Način rada | Dva prolaza: prvi prolaz za dobivanje informacije o topografiji površine, drugi prolaz za dobivanje informacija o magnetnim svojstvima uzorka. |
| Rezultat mjerenja | Slika s vidljivom podjelom magnetskih polja po skeniranom dijelu. |
| Primjena | Ispitivanje materijala koji se koriste za pohranu podataka (pr. kontrola tvrdih diskova) [32]. |

4.2.4. Mikroskopija električnom silom



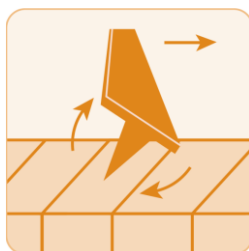
Slika 18. Mikroskopija električnom silom [23]

Mikroskopija električnom silom (engl. *Electric Force Microscopy* – EFM) radi na principu tako da ticalo oscilira na svojoj rezonantnoj frekvenciji iznad površine, dok se između ticala i uzorka primjenjuje istosmjerna struja (DC). Služi za snimanje elektrostatskih sila između materijala i ticala. Dobiva se informacija o lokalnim gradijentima električnih polja, potencijalu, vodljivosti materijala [23]. Tablica 8. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

Tablica 8. Mikroskopija električnom silom – osnovne značajke

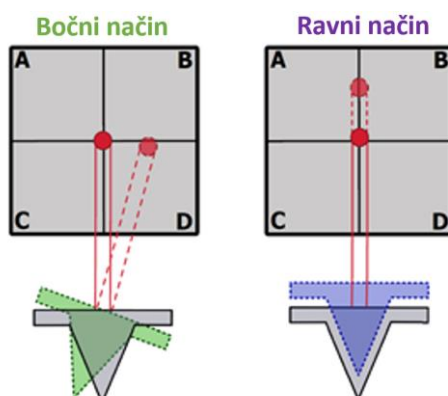
| Mikroskopija električnom silom | |
|--------------------------------|---|
| Cilj | Dobivanje informacija o lokalnim gradijentima električnih polja, potencijalu i vodljivosti materijala. |
| Način rada | Ticalo oscilira na svojoj rezonantnoj frekvenciji iznad površine, dok se između ticala i uzorka primjenjuje istosmjerna struja. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka, s jasno naznačenim kontrastom između različitih napona. |
| Primjena | Ispitivanje kapacitivnosti poluvodiča i baterijskih ćelija, vodljivih polimera i nanoelektronike [33]. |

4.2.5. Mikroskopija poprečnom silom



Slika 19. Mikroskopija poprečnom silom [23]

Mikroskopija poprečnom silom (engl. *Lateral Force Microscopy*) sličan je način kontaktnom načinu, međutim izvodi se „brzim skeniranjem“ u smjeru okomitim u odnosu na duljinu nosača ticala. Slika 20. prikazuje bočni otklon ticala na uzorku koji je okomitom na vlastitu duljinu. Taj otklon se naziva „kut skeniranja“. Bočni način rada u osnovi je kontaktni način rada, ali također nadzire koliko se konzola okreće kao posljedica trenja na vrh ticala tijekom skeniranja. Ovaj signal mjeri se istim kvadrantnim fotodetektorom koji mjeri otklon konzole, osim što su „lijeva“ i „desna“ polovina fotodetektora različita za mjerenje bočnog odstupanja (uvrtanja) konzole [23].



Slika 20. Mikroskopija poprečnom silom – princip rada [23]

Tablica 9. prikazuje osnovne značajke ovog načina rada.

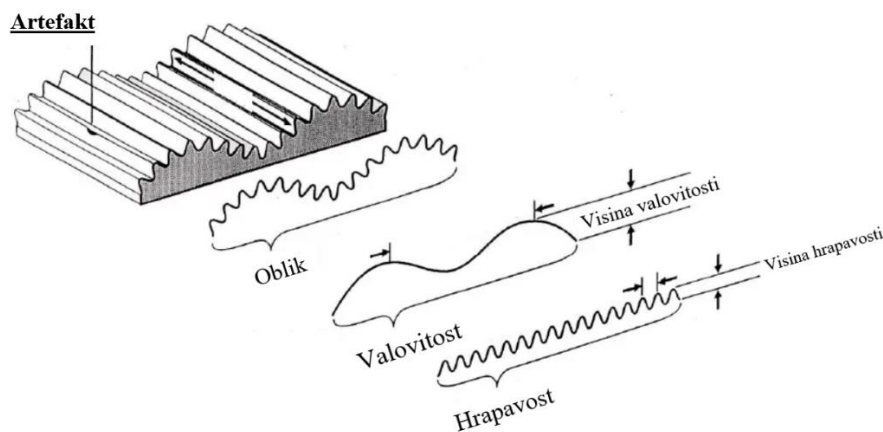
Tablica 9. Mikroskopija poprečnom silom – osnovne značajke

| Mikroskopija poprečnom silom | |
|------------------------------|--|
| Cilj | Otkrivanje materijalnih razlika u uzorku. |
| Način rada | Prelazak ticala preko površine uzorka uz konstantni dodir s uzorkom, ali s određenim kutom skeniranja. |
| Rezultat mjerenja | Slika kao prikaz topografije površine uzorka. Vrijednost otklona nosača ticala. |
| Primjena | Uzorci kod kojih je teško uočiti dvije komponente u smjesi. |

5. ANALIZA TOPOGRAFIJE POVRŠINE

Površinska hrapavost predstavlja skup mikrogeometrijskih nepravilnosti na površini predmeta, koje su mnogo puta manje od površine cijelog predmeta. Ove nepravilnosti nastaju tijekom obrade radnog predmeta ili mogu biti izazvane drugim utjecajima, npr. korozijom površine [34].

Parametri topografije u sebi sadrže oblik mjenenog uzorka, valovitost i hrapavost (Slika 21). Dakle, da bi se dobili parametri hrapavosti nužno je filtriranje podataka kako bi se maknuo utjecaj oblika i utjecaj valovitosti na rezultat.



Slika 21. Stvarna površina, oblik površine, valovitost površine, hrapavost površine [35]

Analiza topografije površine izražava se u 3D parametrima topografije. 3D parametri topografije mogu biti amplitudni, hibridni, funkcijski i raznovrsni. U radu na danim uzorcima izmjereni su amplitudni 3D parametri topografije.

Amplitudni parametri 3D površinske topografije:

Sq – kvadratno odstupanje unutar vrha profila, nm. Sq parametar matematički je prikazan formulom [36]:

$$Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A z^2(x, y) dx dy} \quad (2)$$

Ssk – asimetričnost (eng. *Skewness*) raspodjele visine na određenoj površini. Ako je Ssk jednak nuli, znači da razlika u visini ravnomjerno raspoređena [36]. Ssk parametar matematički je prikazan formulom:

$$Ssk = \frac{1}{Sq^3} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^3(x, y) dx dy \right] \quad (3)$$

Sku – mjera oštine profila (eng. *Kurtosis*) [36]. Sku parametar matematički je prikazan formulom:

$$Sku = \frac{1}{Sq^4} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^4(x, y) dx dy \right] \quad (4)$$

Sp – najveća visina profila unutar promatranog područja, nm.

Sv – najveća dubina profila unutar promatranog područja, nm.

Sz – maksimalna visina između neravnina unutar promatranog područja, nm. Sastoji se od zbroja najveće visine profila i najveće dubine profila.

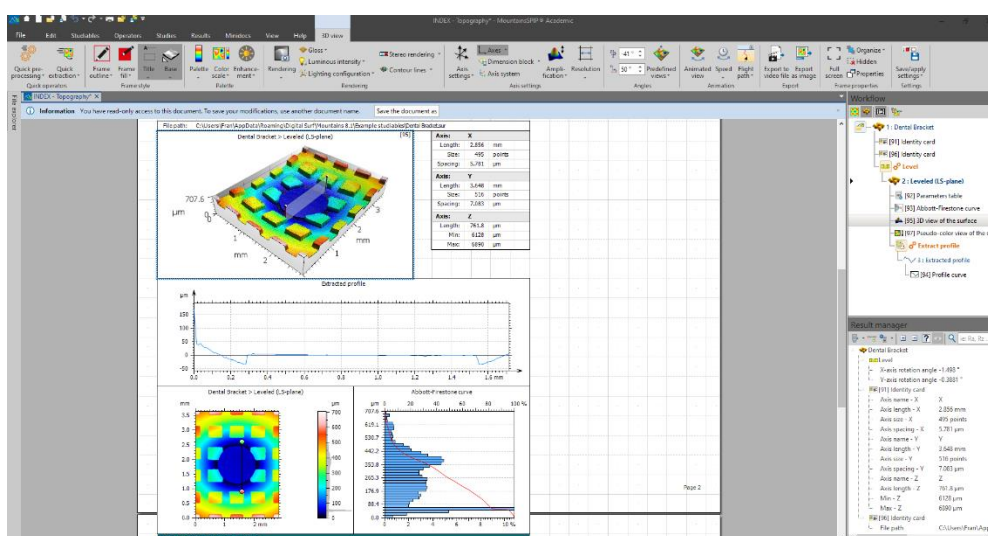
$$Sz = Sp + Sv \quad (5)$$

Sa – srednje aritmetičko odstupanje profila, nm. Predstavlja prosječnu vrijednost odstupanja profila od „srednje“ plohe, cilindra ili sfere [36]. Sa parametar matematički je prikazan formulom:

$$Sa = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A |z(x, y)| dx dy} \quad (6)$$

5.1. Mountains SPIP

Mountains SPIP napredni je softver za obradu i analizu mikroskopskih slika na mikro- i nanorazini. Program je prilagođen obradi podataka od više vrsta mikroskopa kao što su AFM, STM, SEM, TEM [37]. Slika 22. prikazuje sučelje programa Mountains SPIP.



Slika 22. Program Mountains SPIP

Neke od funkcija koje nudi program Mountains SPIP su [38]:

- Analiza čestica: lako otkrivanje i kvantificiranje značajke bilo kojeg oblika i veličine na gotovo bilo kojoj površini.
- Bočna kalibracija: najtočnija mjerenja ponavljanih struktura i procjena instrumenata na linearna izobličenja.
- Prosječno izravnavanje: alat za suzbijanje slučajnih šuma i poboljšanje ponovljenih struktura.
- Spektroskopija sile: vizualizacija, obrada i proučavanje krivulja sila kod spektroskopija sila.

5.2. Analizirani uzorci

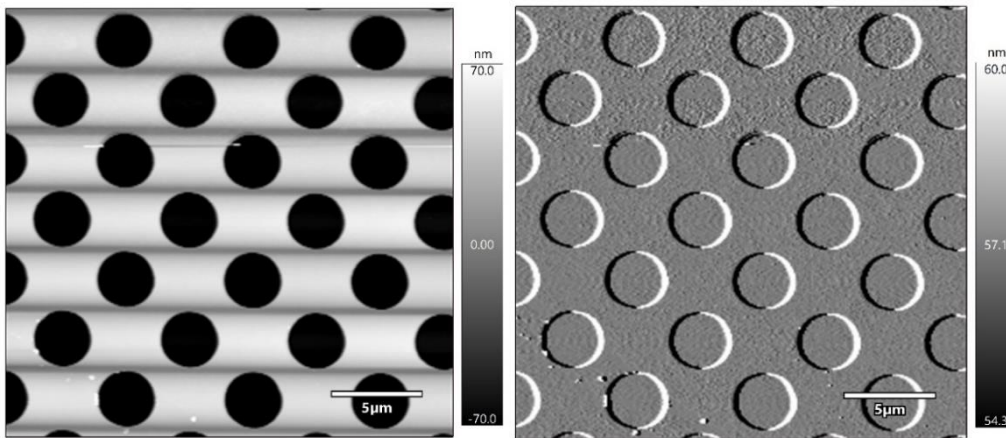
Svi uzorci prikazani u radu izmjereni su na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Rezultati mjerenja su nefiltrirani podaci što znači da je u dobivenim 3D parametrima topografije, osim hrapavosti, sadržana i valovitost primarnog profila. Dobivene slike kao rezultat mjerenja mikroskopa atomskih sila prikazana su u dva podatkovna kanala. Prva dva slova odnose se na podatkovni kanal: Ht – visina (engl. *Height*), Am – amplituda (engl. *Amplitude*). Treće slovo označava vrstu hoda. Oznaka R označava povratni hod (engl. *Retrace*), dok oznaka T označava normalni hod (engl. *Trace*).

Analiza topografije površine analizirana je na jednom etalonu i tri uzoraka.

5.2.1. Etalon

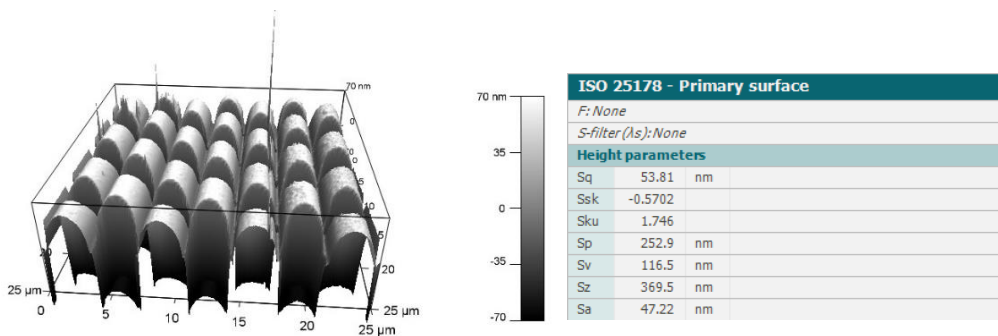
Prvi izmjereni uzorak je etalon. Ispitivanje etalona se vrši radi određivanja oblika ticala, ispitivanja bočne i vertikalne kalibracije, otkrivanje bočne nelinearnosti, histereze i puzanja [35]. Postoji više vrsta etalona, a svaki ima svoju namjenu u ispitivanju.

Etalon je pogodan za ispitivanje bočne kalibracije SPM skenera, otkrivanju bočne nelinearnosti, određivanju omjera vrha [39]. Slika 23. prikazuje topografiju površine etalona. Lijevi dio je prikaz topografije podatkovnim kanalom HtR, a desni dio je prikaz topografije podatkovnim kanalom AmR.



Slika 23. Etalon – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR

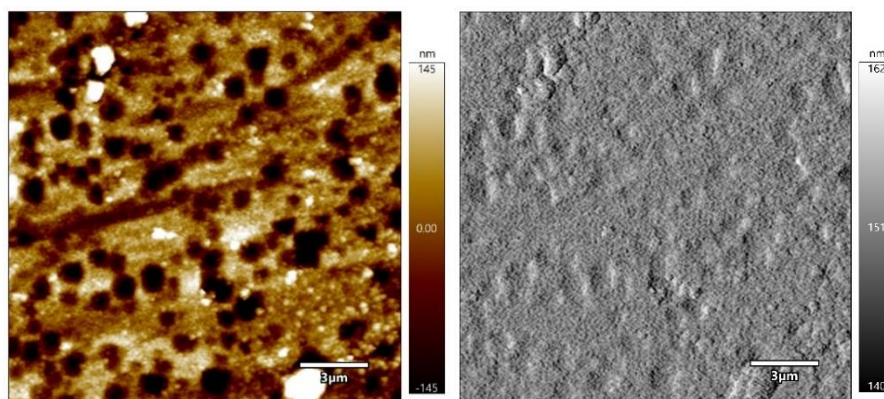
Slika 24. (lijevo) prikazuje 3D prikaz površine Etalona 2. Slika 24. (desno) prikazuje amplitudne parametre dobivene iz programa Mountains SPIP (probna verzija). Vidi se da srednje aritmetičko odstupanje S_a iznosi 47,22 nm, a najveća visina profila unutar promatranog područja S_z iznosi 369,5 nm.



Slika 24. Etalon – 3D prikaz i 3D parametri topografije

5.2.2. Uzorak 1

Slika 25. prikazuje topografiju površine Uzorka 1. Lijeva slika je prikaz topografije podatkovnim kanalom HtR, a desna slika prikaz topografije podatkovnim kanalom AmR.



Slika 25. Uzorak 1 – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR

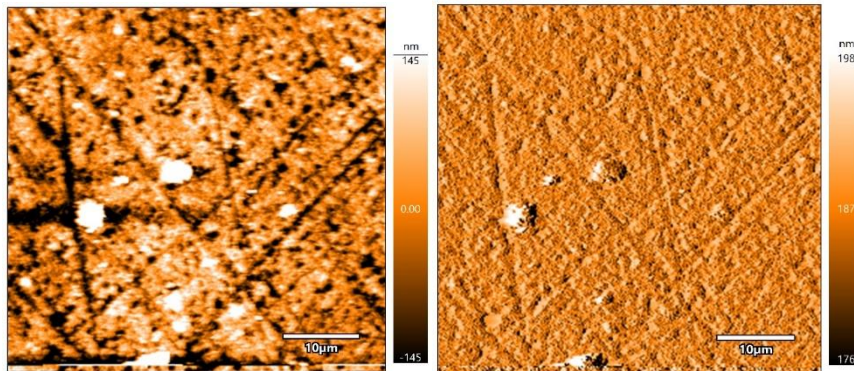
Slika 26. (lijevo) prikazuje 3D prikaz površine Uzorka 1. Slika 26. (desno) prikazuje amplitudne parametre dobivene iz programa Mountains SPIP. Vidi se da srednje aritmetičko odstupanje S_a iznosi 57,87 nm, a najveća visina profila unutar promatranog područja S_z iznosi 904,6 nm.



Slika 26. Uzorak 1 – 3D prikazi i 3D parametri topografije

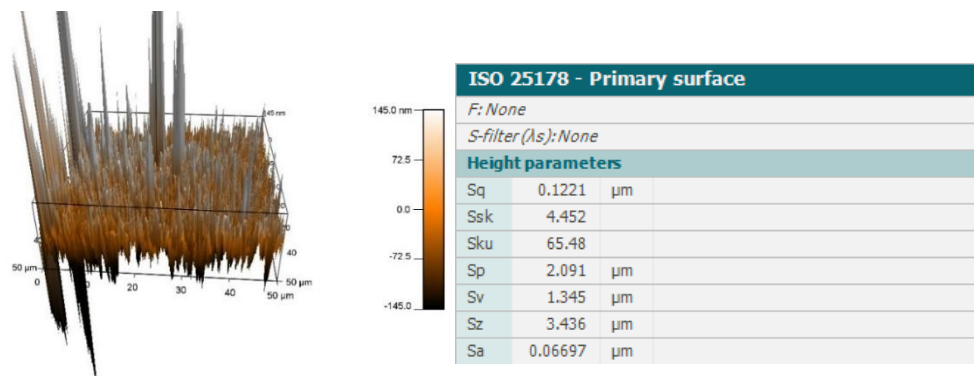
5.2.3. Uzorak 2

Slika 27. prikazuje topografiju površine Uzorka 2. Lijeva slika je prikaz topografije podatkovnim kanalom HtR, a desna slika prikaz topografije podatkovnim kanalom AmR.



Slika 27. Uzorak 2 – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR

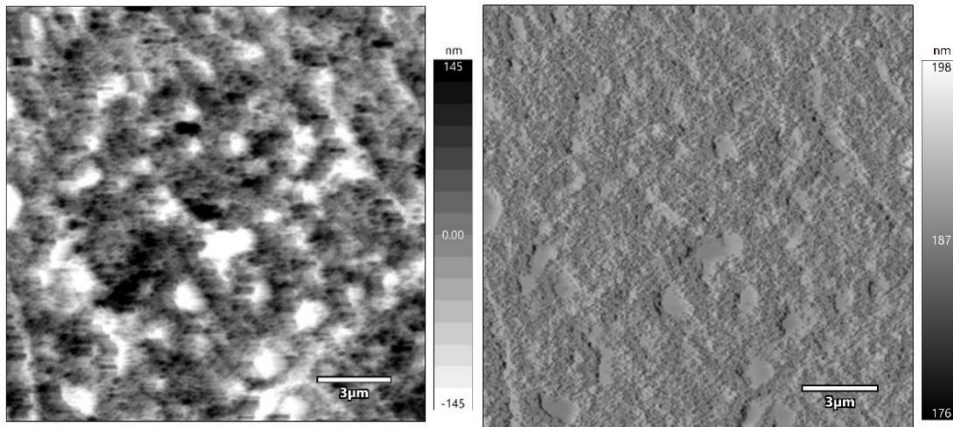
Slika 28. (lijevo) prikazuje 3D prikaz površine Uzorka 1. Slika 28. (desno) prikazuje amplitudne parametre dobivene iz programa Mountains SPIP. Vidi se da srednje aritmetičko odstupanje S_a iznosi $0,067 \mu\text{m}$, a najveća visina profila unutar promatranog područja S_z iznosi $3,436 \mu\text{m}$.



Slika 28. Uzorak 2 – 3D prikazi i 3D parametri topografije

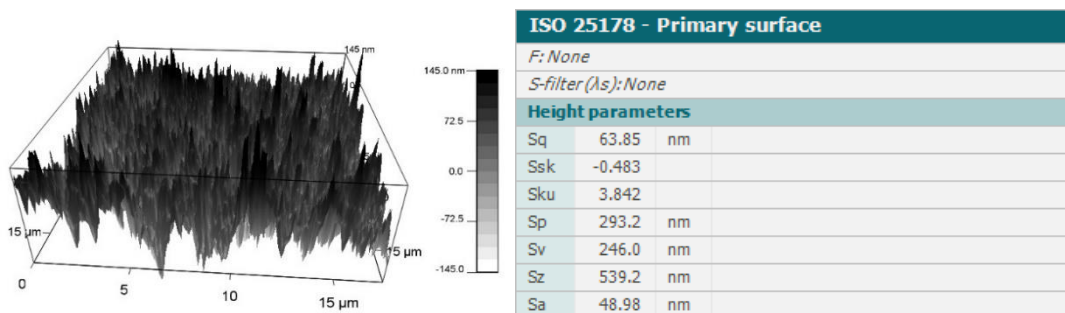
5.2.4. Uzorak 3

Slika 29. prikazuje topografiju površine Uzorka 3. Lijeva slika je prikaz topografije podatkovnim kanalom HtR, a desna slika prikaz topografije podatkovnim kanalom AmR.



Slika 29. Uzorak 3 – topografija površine. Lijevo: HtR, desno: AmR

Slika 30. (lijevo) prikazuje 3D prikaz površine Uzorka 3. Slika 30. (desno) prikazuje amplitudne parametre dobivene iz programa Mountains SPIP. Vidi se da srednje aritmetičko odstupanje S_a iznosi 48,98 nm, a najveća visina profila unutar promatranog područja S_z iznosi 539,2 nm.



Slika 30. Uzorak 3 – 3D prikazi i 3D parametri topografije

6. ZAKLJUČAK

Mjeriteljstvo je danas sastavni dio znanosti, inženjerstva, proizvodnog procesa pa i svakodnevnog života. Mjerenje do razine atoma omogućuje istraživanje i razvoj tehnoloških, bioloških, medicinskih, kemijskih i drugih znanstvenih grana. Ovim završnim radom prikazani su uređaji i metode koji se koriste za analizu topografije površina. Opisani su načini rada mikroskopa atomskih sila i navedeni primjeri za svaku metodu rada.

Kontaktni profilometri mogu mjeriti male vertikalne visine profila u rasponu od 10 nm do 1 mm. Budući da je kod kontaktnih profilometra olovka cijelo vrijeme u kontaktu s površinom, rezultat mjerenja ne ovisi o refleksiji ili boji površine. Beskontaktni profilometar u radu ne dodiruje površinu uzorka, stoga ne može oštetiti površinu prilikom mjerenja ili nepažljivim rukovanjem operatera. Velika prednost beskontaktnih profilometra je neovisnost oblika uzorka, koji može biti kruti ili tekući, nepomični ili pokretni. Za snimanje uzorka primjenom elektronskog mikroskopa (SEM) potrebna je posebna priprema u smislu vakuumske komore, stoga je njegova primjena kompliciranija nego kod mikroskopa sa skenirajućom sondom (SPM).

U skupinu SPM-a spada mikroskop atomskih sila (AFM). Velika prednost AFM-a je u tome što se gotovo svaki uzorak može analizirati, neovisno o tvrdoći ispitivanog uzorka. Zbog svoje jednostavnosti u korištenju i analizi podataka često se koristi u inženjerstvu i znanosti. Osnova AFM-a je mjerenje topografije uzorka, a rezultat mjerenja prikazuje se kao 3D mapa nastala mjerenjem visine.

Analiza topografije površine uzoraka primjenom mikroskopa atomskih sila ulazi u nanopodručje. Dobivenim 3D prikazima, kao rezultatima mjerenja mikroskopom atomskih sila, jasno se vidi oblik, struktura i nepravilnosti površine. Uz to, mogućnost prikaza 3D parametara topografije mnogo doprinosi tumačenju i analizi topografije površine.

7. LITERATURA

- [1] “Nanomaterials,” *trynano.org*, Feb. 02, 2016. <http://www.trynano.org/nanomaterials> (pristupljeno dana 9. kolovoza 2020.).
- [2] “This is nanotechnology – one of the fastest growing markets in the world | GAEU.” <https://gaeu.com/artiklar/this-is-nanotechnology-one-of-the-fastest-growing-markets-in-the-world/> (pristupljeno dana 8. kolovoza 2020.).
- [3] “Nanotechnology - Definition and Introduction,” *Nanowerk*. https://www.nanowerk.com/nanotechnology/introduction/introduction_to_nanotechnology_1.php (pristupljeno dana 8. kolovoza 2020.).
- [4] “Profilometer,” *Wikipedia*.: <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Profilometer&oldid=929149780>. (pristupljeno dana: 19. ožujka 2020.)
- [5] “Fig. 2. The principle of sensor contact profilometer,” *ResearchGate*. https://www.researchgate.net/figure/The-principle-of-sensor-contact-profilometer_fig2_232729770 (pristupljeno dana 19. ožujka 2020.).
- [6] “ESR Technology - 3D non-contact, white light optical profilometry.” <https://www.esrtechnology.com/index.php/news/news-archive/44-news/archived-news-articles/138-3d-non-contact-white-light-optical-profilometry> (pristupljeno dana 20. ožujka 2020.).
- [7] “Optische precisie op de nanometer,” *Sentech*. <https://www.sentech.nl/en/sensor-technology/optical-precision-to-the-nanometre/> (pristupljeno dana 20. ožujka 2020.).
- [8] “Profilometers for High-Precision Non-Contact 3D Metrology,” *Novacam*. <https://www.novacam.com/products/profilometers/> (pristupljeno dana 20. ožujka 2020.).
- [9] K. M. P. Editor, “Portable And Flexible Non-Contact Profilometer,” *Metrology and Quality News - Online Magazine*, <https://metrology.news/portable-and-flexible-non-contact-profilometer/> (pristupljeno dana 20. ožujka 2020.).
- [10] “Instruments -.” <https://nanovea.com/instruments/> (pristupljeno dana 9. rujna 2020.).
- [11] “Electron microscope,” *Wikipedia*. https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Electron_microscope&oldid=945506357. (pristupljeno dana: 20. ožujka 2020.)

-
- [12] “Electron microscope | instrument,” *Encyclopedia Britannica*. <https://www.britannica.com/technology/electron-microscope> (pristupljeno dana 23. ožujka 2020).
- [13] “Scanning Electron Microscope [SubsTech].” https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=scanning_electron_microscope (pristupljeno dana 20. ožujka 2020).
- [14] “SPM Microscopes - Learn about Scanning Probe Microscopy | Bruker,” *Bruker.com*. <https://www.bruker.com/products/surface-and-dimensional-analysis/atomic-force-microscopes/campaigns/spm-microscopes-intro-to-scanning-probe-microscopy.html> (pristupljeno dana 23. ožujka, 2020).
- [15] “B. Cujzek: Mogućnost primjene elipsometrijske metode u određivanju dubine brazde na referentnim etalonima hrapavosti LFSB.” http://repozitorij.fsb.hr/582/1/20_03_2009_diplomski_bc.pdf. (pristupljeno dana 24. ožujka 2020.)
- [16] E. E. Flater, G. E. Zacharakis-Jutz, B. G. Dumba, I. A. White, and C. A. Clifford, “Towards easy and reliable AFM tip shape determination using blind tip reconstruction,” *Ultramicroscopy*, vol. 146, pp. 130–143, doi: 10.1016/j.ultramic.2013.06.022. (pristupljeno dana: 24. ožujka 2020.)
- [17] “AFM sustav za mikroskopiju atomskih sila (Bruker) - Institut Ruđer Bošković.” <https://www.irb.hr/Istrazivanje/Kapitalna-oprema/AFM-sustav-za-mikroskopiju-atomskih-sila-Bruker> (pristupljeno dana 11. ožujka 2020).
- [18] “National Physical Laboratory: Atomic Force Microscopy - Guide.” <https://www.npl.co.uk/surface-technology/atomic-force-microscopy-guide>. (pristupljeno dana 3. aprila 2020.)
- [19] Peter Eaton, Paul West, *Atomic Force Microscopy*. Oxford University Press, 2010.
- [20] “Wayback Machine: Force-distance curves by atomic force microscopy,” <https://web.archive.org/web/20121203031934/http://www.see.ed.ac.uk/~vkoutsos/Force-distance%20curves%20by%20atomic%20force%20microscopy.pdf> (pristupljeno dana 28. ožujka 2020).
- [21] “Atomic Force Microscopy Working Principle — AFM Explained - Nanosurf.” <https://www.nanosurf.com/en/support/afm-operating-principle> (pristupljeno dana 27. ožujka 2020).

- [22] “File:Afm-schematic.png - FBSwiki.”
<https://www.cds.caltech.edu/~murray/amwiki/index.php?title=File:Afm-schematic.png>
(pristupljeno dana 27. ožujka 2020).
- [23] Asylum research, “Applications Guide.” 28. rujna 2018.
- [24] “AFM Scanning Modes.”
<http://www.chembio.uoguelph.ca/educmat/chm729/afm/details.htm> (pristupljeno dana 2. aprila 2020).
- [25] penha, “Atomic Force Microscopy,” *SlideServe*,
<https://www.slideserve.com/penha/atomic-force-microscopy> (pristupljeno dana 10. rujna 2020).
- [26] H. Hölscher, “AFM, Non-contact Mode,” in *Encyclopedia of Nanotechnology*, B. Bhushan, Ed. Dordrecht: Springer Netherlands, 2012, pp. 93–99.
- [27] H.-J. Butt, B. Cappella, and M. Kappl, “Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications,” *Surf. Sci. Rep.*, vol. 59, no. 1–6, pp. 1–152, doi: 10.1016/j.surfrep.2005.08.003.
- [28] P. J. Eaton, P. Graham, J. R. Smith, J. D. Smart, T. G. Nevell, and J. Tsibouklis, “Mapping the Surface Heterogeneity of a Polymer Blend: An Adhesion-Force-Distribution Study Using the Atomic Force Microscope,” *Langmuir*, vol. 16, no. 21, pp. 7887–7890, doi: 10.1021/la000159p.
- [29] M. R. Vanlandingham *et al.*, “Nanoscale Indentation of Polymer Systems Using the Atomic Force Microscope,” *J. Adhes.*, vol. 64, no. 1–4, pp. 31–59, doi: 10.1080/00218469708010531.
- [30] T. Ludwig, R. Kirmse, K. Poole, and U. S. Schwarz, “Probing cellular microenvironments and tissue remodeling by atomic force microscopy,” *Pflug. Arch. - Eur. J. Physiol.*, vol. 456, no. 1, pp. 29–49, Apr. 2008, doi: 10.1007/s00424-007-0398-9.
- [31] L. Abelmann *et al.*, “Comparing the resolution of magnetic force microscopes using the CAMST reference samples,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 190, no. 1–2, pp. 135–147, Dec. 1998, doi: 10.1016/S0304-8853(98)00281-9.
- [32] “Magnetic Force Microscopy (MFM) - Nanosurf.”
<https://www.nanosurf.com/en/support/afm-modes-overview/magnetic-force-microscopy-mfm>
(pristupljeno dana 9. rujna 2020).

-
- [33] “Atomic Force Microscopy - AFM Modes - Overview - Nanosurf.” <https://www.nanosurf.com/en/support/afm-modes-overview#contact> (pristupljeno dana 9. rujna 2020).
- [34] 14:00-17:00, “ISO 4287:1997,” *ISO*. <https://www.iso.org/cms/render/live/en/sites/isoorg/contents/data/standard/01/01/10132.html> (pristupljeno dana 24. kolovoza 2020).
- [35] “Surface Finish 101 - [PDF Document],” *vdocuments.site*. <https://vdocuments.site/surface-finish-101.html> (pristupljeno dana 24. kolovoza 2020).
- [36] “Surface Roughness Measurement—Evaluating Parameters | Olympus.” <https://www.olympus-ims.com/ru/metrology/surface-roughness-measurement-portal/evaluating-parameters/> (pristupljeno dana 24. kolovoza 2020).
- [37] “Microscope Image Analysis Software,” *Image Metrology*. <https://www.imagemet.com/> (pristupljeno dana 19. lipnja 2020).
- [38] “MountainsSPIP 8,” *Image Metrology*. <https://www.imagemet.com/products/mountainsspip-8/> (pristupljeno dana 2. kolovoza 2020).
- [39] “TECHNO_NT.” http://www.techno-nt.com/Calibration%20gratings_AFM%20gratings.html (pristupljeno dana 27. kolovoza 2020).