

Procjena mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja na području mikroskopije atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu

Razumić, Andrej

Doctoral thesis / Disertacija

2024

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:235:432266>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom](#).

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-31**

Repository / Repozitorij:

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





Sveučilište u Zagrebu

FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Andrej Razumić

**PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI
REZULTATA MJERENJA NA PODRUČJU
MIKROSKOPIJE ATOMSKIH SILA U
DIMENZIJSKOM NANOMJERITELJSTVU**

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2024.



Sveučilište u Zagrebu

FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Andrej Razumić

**PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI
REZULTATA MJERENJA NA PODRUČJU
MIKROSKOPIJE ATOMSKIH SILA U
DIMENZIJSKOM NANOMJERITELJSTVU**

DOKTORSKI RAD

Mentorica:
prof. dr. sc. Biserka Runje

Zagreb, 2024.



University of Zagreb

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
AND NAVAL ARCHITECTURE

Andrej Razumić

**ESTIMATION OF MEASUREMENT
UNCERTAINTY IN THE FIELD OF
ATOMIC FORCE MICROSCOPY IN
DIMENSIONAL NANOMETROLOGY**

DOCTORAL DISSERTATION

Supervisor:
prof. Biserka Runje, PhD

Zagreb, 2024

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU

UDK: 53.086

Ključne riječi: mikroskop atomskih sila, dimenzijsko nanomjeriteljstvo, mjerna nesigurnost, Monte Carlo simulacije, Bayesova metoda

Znanstveno područje: tehničke znanosti

Znanstveno polje: strojarstvo

Institucija na kojoj je rad izrađen: Fakultet strojarstva i brodogradnje

Mentorica rada: prof. dr. sc. Biserka Runje

Broj stranica: 127

Broj slika: 44

Broj tablica: 36

Datum obrane: 12. siječnja 2024.

Povjerenstvo: prof. dr. sc. Željko Alar, predsjednik
prof. dr. sc. Zdravko Schauperl
izv. prof. dr. sc. Branko Štrbac

Institucija na kojoj je rad pohranjen: Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAHVALA

Prvenstveno zahvaljujem mentorici prof. dr. sc. Biserki Runje na ukazanom povjerenju, razumijevanju, nesebičnoj pomoći i pruženoj podršci prilikom izrade rada.

Zahvaljujem Povjerenstvu koje čine prof. dr. sc. Željko Alar, prof. dr. sc. Zdravko Schauperl i izv. prof. dr. sc. Branko Štrbac na izdvojenom vremenu i konstruktivnim savjetima tijekom izrade rada.

Zahvaljujem dr. sc. Suzani Šegoti, dr. sc. Ivi Šrut Rakić i Zoranu Bobiću, mag. ing. mech. na provedbi usporedbenih mjerenja.

Zahvaljujem dr. sc. Alenu Bošnjakoviću na pomoći oko Pythona.

Zahvaljujem Dubravki Božić, mag. math. na pomoći oko Bayesove metode.

Zahvaljujem dragim kolegama doc. dr. sc. Marinu Kurteli, doc. dr. sc. Amaliji Horvatić Novak i dr. sc. Antoniju Mikuliću na iskustvenim savjetima i razgovorima pri izradi rada.

Posebno zahvaljujem svojim roditeljima Marijani i Josipu te braći Blažu i Franu na podršci i razumijevanju za cijelo vrijeme studiranja.

SAŽETAK

Mjerna nesigurnost ključan je pokazatelj kvalitete rezultata mjerenja. Iskazivanju vrijednosti mjerne nesigurnosti prethodi procjena utjecaja svih parametara na proces mjerenja te postavljanje matematičkog modela koji opisuje mjerenu veličinu. U kontekstu mikroskopije atomskih sila, gdje postoji mnogo utjecajnih parametara i gdje su funkcijski odnosi izlazne veličine i ulaznih veličina nelinearni, mjerna nesigurnost rezultata mjerenja do sada nije procijenjena. Mikroskop atomskih sila radi na principu rasterskog skeniranja površine uzoraka, a primjenjuje se u mnogim granama znanosti. Rezultat mjerenja dobiven primjenom mikroskopa atomskih sila je slika topografije površine izmjerenog uzorka u 2D i 3D formatu, uz pridružene površinske parametre topografije.

S ciljem procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja dobivenih primjenom industrijskog mikroskopa atomskih sila, u radu je primijenjeno više pristupa procjenjivanju mjerne nesigurnosti. Provedena su teorijska i eksperimentalna istraživanja utjecajnih veličina na rezultate mjerenja dobivenih primjenom mikroskopa atomskih sila. U teorijskom dijelu opisan je način rada i komponente AFM mjernog sustava. Opisani su rezultati mjerenja dobiveni mikroskopom atomskih sila, a utjecajne veličine na rezultat mjerenja usustavljene su i podijeljene u nekoliko skupina. Objašnjen je pojam mjerne nesigurnosti te je dan pregled metoda koje se koriste za procjenu mjerne nesigurnosti.

Eksperimentalna ispitivanja provedena su na AFM referentnim etalonima i mjernom uzorku. S ciljem utvrđivanja utjecajnih veličina ulaznih parametara skeniranja te s ciljem dobivanja jednadžbi modela koja povezuje izlazne i ulazne veličine proveden je faktorski plan pokusa. Provedena su istraživanja utjecaja ticala na rezultat mjerenja, analizirana je ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerenja, provedeno je istraživanje utjecaja filtriranja na rezultat mjerenja.

U radu su postavljeni matematički model za procjenu mjerne nesigurnosti dubine brazde i površinskih parametara topografije S_a i S_z . Provedena je procjena mjerne nesigurnosti metodom Monte Carlo simulacija i Bayesovom metodom. S ciljem prikazivanja potpunog mjernog rezultata za izlazne veličinu određen je 95-postotni interval pokrivanja. Provedena su međulaboratorijska usporedbena mjerenja između četiriju laboratorija. Na osnovi faktora slaganja En uspoređeni su rezultati mjerenja.

EXTENDED SUMMARY

Measurement uncertainty is a crucial indicator of the quality of measurement results. Before expressing the value of measurement uncertainty, a comprehensive assessment of the impact of all parameters on the measurement process is conducted, followed by the establishment of a mathematical model describing the measured quantity. In the context of atomic force microscopy, where numerous influential parameters exist and functional relationships between the output and input quantities are nonlinear, the measurement uncertainty of the results has not been estimated. Atomic force microscopy operates on the principle of scanning the surface of samples and is employed in various scientific disciplines. The measurement result obtained through atomic force microscopy provides a topographic image of the measured sample surface in both 2D and 3D formats, along with associated surface topography parameters.

Chapter 1: Introduction

The first chapter encompasses an elaborate account of motivation for the research, objectives and hypotheses, as well as an in-depth exposition of the research methods and plan. Additionally, it outlines the anticipated scientific contributions stemming from this study. A comprehensive literature review is provided, underscoring the significance of measurement uncertainty on measurement outcomes. Currently, the measurement uncertainty of industrial, commercial atomic force microscope results has not been evaluated. Additionally, there are no existing guidelines or instructions in the field of atomic force microscopy that analyze the impact of input parameters on the quality of measurement outcomes.

Chapter 2: Atomic force microscope in dimensional nanometrology

This chapter comprehensively explores the AFM measurement system, detailing its operational modes (contact, non-contact, tapping) and the intricate forces between the probe and sample at the atomic level. Post-measurement image processing involves leveling and sophisticated filters to extract precise surface roughness parameters and address artifacts. The chapter presents essential surface parameters, facilitating comprehensive analysis of sample topography. Emphasis is placed on artifact impact and strategies for identification and mitigation, ensuring accurate AFM measurements. Overall, the AFM technique emerges as a potent tool for nanoscale surface analysis with broad scientific applications.

Chapter 3: *Measurement uncertainty*

This chapter elucidates the concept of measurement uncertainty and highlights the significance of its application. Three methods for estimating measurement uncertainty are described: the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) method, Monte Carlo simulation method and Bayesian method. The GUM method requires knowledge of uncertainty components, which can be categorized into two groups: Type A and Type B uncertainties. The process of calculating measurement uncertainty using the GUM method is detailed. The Monte Carlo simulation method is a numerical technique based on generating numerous random values and analyzing the resulting data to obtain information about the best estimate of the output variable. This method allows the consideration of various sources of uncertainty and the generation of many sample measurements, making it a more accurate and comprehensive approach to estimating measurement uncertainty compared to the GUM method. In the Bayesian method, the parameter distribution is treated as a random variable with its own distribution, referred to as the prior distribution. When new measurements are taken while having prior knowledge of input data, the Bayesian formula can be used to determine the posterior distribution of the new set of measurement results. This approach allows for an iterative updating of measurement uncertainty as new data becomes available.

Chapter 4: *Experimental research*

The fourth chapter is dedicated to the description of the conducted experimental investigations. The experimental investigations were focused on exploring the influential parameters present throughout the entire measurement process. Experimental research was conducted on AFM reference standards. A well-designed experiment plan was executed to determine the influential input parameters during scanning. The study explored the influence of the probe on measurement outcomes. The repeatability and reproducibility of the measurement results were thoroughly analyzed. Additionally, the impact of filtering on measurement outcomes was investigated. Moreover, inter-laboratory comparative measurements were carried out between four laboratories. The calculated agreement factor, E_n , was used to compare the measurement results with known reference values. These comprehensive experimental efforts contribute to a better understanding of measurement accuracy and reliability in AFM, ensuring the quality and trustworthiness of the obtained results.

Chapter 5: *Measurement uncertainty evaluation*

This chapter provides an evaluation of the measurement uncertainty of the reference standard's step height h and areal topography parameters S_a and S_z . A mathematical model dependent on input parameters was formulated and probability density functions were provided for each input variable. The measurement uncertainty was assessed using both the Monte Carlo simulation and Bayesian methods. To represent the comprehensive measurement results, a 95 percent coverage interval was determined for the output variable. These advanced analytical techniques contribute to a thorough understanding of measurement accuracy and provide a comprehensive portrayal of the obtained results.

Chapter 6: *Conclusion*

The last chapter of the doctoral thesis encompasses a comprehensive summary of the conducted research, where ultimate conclusions are derived and propositions for future investigations are proposed.

KLJUČNE RIJEČI

mikroskop atomskih sila, dimenzijsko nanomjeriteljstvo, mjerna nesigurnost, Monte Carlo simulacije, Bayesova metoda

KEYWORDS

atomic force microscope, dimensional nanometrology, measurement uncertainty, Monte Carlo simulations, Bayesian method

SADRŽAJ

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU	4
ZAHVALA.....	5
SAŽETAK.....	6
EXTENDED SUMMARY	7
KLJUČNE RIJEČI	10
SADRŽAJ	11
POPIS SLIKA	14
POPIS TABLICA.....	16
POPIS OZNAKA	18
POPIS KRATICA	22
1. UVOD.....	23
1.1. Motivacija	23
1.2. Cilj i hipoteza istraživanja.....	25
1.3. Metode i plan istraživanja	25
1.4. Znanstveni doprinosi.....	27
2. MIKROSKOPIJA ATOMSKIH SILA U DIMENZIJSKOM NANOMJERITELJSTVU .	28
2.1. Primjena AFM-a u dimenzijskom nanomjeriteljstvu.....	28
2.2. Komponente AFM-a	31
2.2.1. Piezoelektrični pretvarač	31
2.2.2. Pretvarač sile.....	32
2.2.3. Kontrola povratne veze.....	32
2.2.4. Postolje	32
2.2.5. Ticalo	33
2.2.6. Softver	34
2.2.7. AFM korišten u okviru ovog rada	34
2.3. Princip rada AFM-a	36
2.3.1. Sile između ticala i uzorka.....	38

2.3.2.	Metode rada za prikaz topografskih svojstava uzoraka	42
2.3.3.	Metode rada za prikaz netopografskih svojstava uzoraka	45
2.4.	Analiza AFM slike	47
2.4.1.	Obrada AFM slike	47
2.4.2.	Analiza topografije površine	49
2.5.	Artefakti	51
3.	MJERNA NESIGURNOST	56
3.1.	GUM metoda.....	57
3.2.	Metoda Monte Carlo simulacija.....	59
3.3.	Bayesova metoda	61
3.4.	Utjecajne veličine kod mjerenja AFM-om.....	64
4.	EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA	65
4.1.	Predmeti mjerenja	65
4.1.1.	Etalon 1	65
4.1.2.	Etalon 2.....	66
4.1.3.	Etaloni 3 i 4.....	67
4.1.4.	Mjerni uzorak	68
4.2.	Faktorski plan pokusa	69
4.2.1.	Analiza dubine brazde h umjerenog AFM etalona	70
4.2.2.	Analiza površinskog parametra topografije S_a	72
4.2.3.	Analiza površinskog parametra topografije S_z	74
4.3.	Utjecaj istrošenosti ticala	77
4.4.	Ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerenja.....	79
4.5.	Utjecaj filtriranja na rezultat mjerenja	87
4.5.1.	Utjecaj matričnih filtara na površinske parametre topografije	87
4.5.2.	Utjecaj mjeriteljskog filtra na površinske parametre topografije	90
5.	PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI	93
5.1.	Procjena mjerne nesigurnosti dubine brazde	93
5.2.	Procjena mjerne nesigurnosti parametra S_a	97
5.3.	Procjena mjerne nesigurnosti parametra S_z	102

5.4. Međulaboratorijska usporedbena mjerenja	105
5.5. Smjernice za provedbu mjerenja kod primjene industrijskog AFM-a.....	112
6. ZAKLJUČAK.....	114
LITERATURA.....	117
ŽIVOTOPIS	126
BIOGRAPHY.....	127

POPIS SLIKA

Slika 2.1. Primjena AFM-a	31
Slika 2.2. Prikaz ticala AFM-a	33
Slika 2.3. Postav AFM-a [69].....	35
Slika 2.4. Princip rada AFM-a [70].....	37
Slika 2.5. Raster skeniranje površine uzorka [72].....	38
Slika 2.6. Prikaz iznosa sile u odnosu na udaljenost ticala od površine uzorka [74].....	39
Slika 2.7. Kontaktni način rada [76]	43
Slika 2.8. Isprekidani način rada [76]	44
Slika 2.9. Beskontaktni način rada [76]	44
Slika 2.10. Obrada AFM slike: niveliranje	48
Slika 2.11. Komponente profila [93].....	50
Slika 2.12. Prikaz mjerenja tupim ticalom [98]	52
Slika 2.13. Prikaz mjerenja dvostrukim i višestrukim vrhom ticala [98].....	53
Slika 2.14. Problem nelinearnosti AFM skenera [68].....	54
Slika 2.15. Utjecaj vibracija na rezultat mjerenje [68].....	54
Slika 2.16. Artefakt kao posljedica niveliranja [68].....	55
Slika 3.1. Implementacija GUM metode: zakon prijenosa nesigurnosti [99]	59
Slika 3.2. Ilustrativni prikaz provedbe metode Monte Carlo simulacija [100]	60
Slika 3.3. Utjecajni parametri u AFM mjernom sustavu.....	64
Slika 4.1. Prikaz značajki na AFM etalonu [101]	65
Slika 4.2. Poprečni presjek etalona [101].....	66
Slika 4.3. Etalon 1 u 2D (lijevo) i 3D (desno) formatu	66
Slika 4.4. Etalon 2 u 2D (lijevo) i 3D (desno) formatu	67
Slika 4.5. Etalon 3 u 2D (lijevo) i 3D (desno) formatu	67
Slika 4.6. Etalon 4 u 2D (lijevo) i 3D (desno) formatu	68
Slika 4.7. Mjerni uzorak u 2D (lijevo) i 3D (desno) formatu.....	68
Slika 4.8. Trodimenzijski prikaz izlazne veličine h	72
Slika 4.9. Trodimenzijski prikaz izlazne veličine Sa	74
Slika 4.10. Trodimenzijski prikaz izlazne veličine Sz	76
Slika 4.11. Utjecaj istrošenosti ticala: rezultati t -testa	78
Slika 4.12. Intervali pouzdanosti svake aritmetičke sredine parametara	89

Slika 4.13. Usporedba istog područja skeniranja	91
Slika 5.1. Funkcija gustoće vjerojatnosti za dubinu brazde h	94
Slika 5.2. Bayesova metoda: dubina brazde h	96
Slika 5.3. Funkcija gustoće za površinski parametar topografije S_a	100
Slika 5.4. Bayesova metoda: parametar S_a	101
Slika 5.5. Funkcija gustoće za površinski parametar topografije S_z	103
Slika 5.6. Bayesova metoda: parametar S_z	104
Slika 5.7. Usporedba vrijednosti	105
Slika 5.8. Mjerenje dubine brazde.....	106
Slika 5.9. Dubina brazde: usporedbena mjerenja	107
Slika 5.10. Usporedbena mjerenja: parametar S_a	109
Slika 5.11. Analiza varijanci: korak brazdi umjerenog etalona	110
Slika 5.12. Usporedbena mjerenja: parametar S_z	111

POPIS TABLICA

Tablica 2.1. Usporedba metoda rada za prikaz topografskih svojstava uzoraka.....	45
Tablica 4.1. Ulazne varijable u plan pokusa	69
Tablica 4.2. Plan pokusa: rezultati mjerenja	69
Tablica 4.3. Analiza varijance za izrađeni model za izlaznu veličinu h	70
Tablica 4.4. Veličine koje opisuju kvalitetu razvijenog modela za izlaznu veličinu h	71
Tablica 4.5. Analiza varijance izrađenog modela za parametar S_a	72
Tablica 4.6. Veličine koje opisuju kvalitetu razvijenog modela za parametar S_a	73
Tablica 4.7. Analiza varijance izrađenog modela za parametar S_z	75
Tablica 4.8. Veličine koje opisuju kvalitetu razvijenog modela za parametar S_a	75
Tablica 4.9. Utjecaj istrošenosti ticala: rezultati 30 ponovljenih mjerenja	77
Tablica 4.10. Osnovni izrazi za izračun ponovljivosti i obnovljivosti [104]	79
Tablica 4.11. Etalon 3 – dvije mjerne serije.....	80
Tablica 4.12. Etalon 4 – dvije mjerne serije.....	81
Tablica 4.13. Etalon 4 – pet mjernih mjesta (S_a , S_z)	82
Tablica 4.14. Etalon 4 – pet mjernih mjesta (S_q)	82
Tablica 4.15. Etalon 4 – pet mjernih mjesta (S_a , S_z)	82
Tablica 4.16. Etalon 4 – pet mjernih mjesta (S_q)	83
Tablica 4.17. Umjereni etalon – pet mjernih mjesta; korišteno ticalo	84
Tablica 4.18. Umjereni etalon – pet mjernih mjesta; novo ticalo	85
Tablica 4.19. Mjerni uzorak – mjerenja na četiri različita mjesta.....	86
Tablica 4.20. Usporedba površinskih parametara topografije.....	87
Tablica 4.21. P -vrijednosti amplitudnih parametara topografije	88
Tablica 4.22. Usporedba parametara hrapavosti s različitom graničnom vrijednosti filtra	90
Tablica 5.1. Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti za dubinu brazde h	93
Tablica 5.2. Rezultati za simetrični interval pokrivanja (95 %)... ..	96
Tablica 5.3. Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti za parametar S_a	99
Tablica 5.4. Rezultati za simetrični interval pokrivanja za parametar S_a	101
Tablica 5.5. Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti za parametar S_z	102
Tablica 5.6. Rezultati za simetrični interval pokrivanja za parametar S_a	104
Tablica 5.7. Ulazni parametri mjerenja	106
Tablica 5.8. Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde h	107

Tablica 5.9. Rezultati usporedbenih mjerenja za parametar S_a	108
Tablica 5.10. Korak brazdi na etalonu	109
Tablica 5.11. Rezultati usporedbenih mjerenja za linijske parametre R_a i R_z	110
Tablica 5.12. Rezultati usporedbenih mjerenja za parametar S_z nakon filtriranja.....	110
Tablica 5.13. Rezultati usporedbenih mjerenja na neumjerenom referentnom etalonu.....	111

POPIS OZNAKA

Latinične oznake

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis
A	μm^2	površina skeniranja
C		interval pokrivanja
c		normalizirana konstanta
C_1	J m^6	konstanta interakcije
c_i		koeficijent osjetljivosti
d	m	udaljenost vrha ticala i uzorka
D	nm	opservacijski model
En		faktor slaganja
$f(x_i)$		raspodjela ulazne veličine
F_C	N	Coulombova sila
F_{vdW}	N	van der Waalsova sila
$f_X(\xi)$		marginalna funkcija gustoće
$f_{X Y}(\xi \eta)$		promatrani statistički model
$f_Y(\eta)$		apriorna raspodjela
$f_{Y X}(\eta \xi)$		posteriorna funkcija
H	J	Hamakerova konstanta
h	nm	dubina brazde
H_0		nulta hipoteza
H_1		alternativna hipoteza
h_x	nm	izmjerene vrijednost dubine brazde referentnog etalona
k		faktor pokrivanja
\mathcal{L}		funkcija vjerodostojnosti
l	nm	duljina skeniranja
M		broj provedenih Monte Carlo simulacija
n		broj laboratorija koji sudjeluje u istraživanju
$P(A)$		vjerojatnost ostvarivanja događaja A

$P(A B)$		uvjetna vjerojatnost
q_{ticalo}	C	elektrostatički naboj ticala
q_{uzorak}	C	elektrostatički naboj uzorka
r	nm	mjerna vrijednost ponovljivosti
R	nm	mjerna vrijednost obnovljivosti
r_1	m	udaljenost između centara dvaju atoma
R^2		koeficijent determinacije
Ra	nm	srednje aritmetičko odstupanje profila
R_{adj}^2		prilagođeni koeficijent determinacije
R_{pre}^2		predviđeni koeficijent determinacije
R_{ticalo}	m	sferni radijus ticala
Rz	nm	najveća visina profila
s	nm	procijenjeno standardno odstupanje
Sa	nm	srednje aritmetičko odstupanje
Sa_x	nm	izmjerene vrijednosti parametra Sa
s_d	nm	rasipanje aritmetičkih sredina mjernih nizova
s_i	nm	eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje
Sk_u		mjera oštine profila
s_L	nm	međulaboratorijsko standardno odstupanje
Sp	nm	najveća visina profila unutar promatranog područja
Sq	nm	kvadratno odstupanje unutar vrha profila
s_r	nm	skupno eksperimentalno standardno odstupanje
s_R	nm	međulaboratorijsko standardno odstupanje
Ssk		asimetričnost
Sv	nm	najveća dubina profila unutar promatranog područja
Sz	nm	najveća visina neravnina na promatranom području
Sz_x	nm	izmjerene vrijednosti parametra Sz
t	s	vrijeme skeniranja
T	K	temperatura
U	nm	proširena mjerna nesigurnost

u	nm	standardna mjerna nesigurnost
u_1	nm	procijenjena standardna mjerna nesigurnost
$u_c(y)$	nm	sastavljena standardna nesigurnost
u_i	nm	standardna nesigurnost rezultata pojedinog laboratorija
U_{LJ}	J	Lennard-Jonesov potencijal
u_{ref}	nm	standardna mjerna nesigurnost referentne vrijednosti
U_{vdW}	J	potencijal interakcije van der Waalsove sile
v	s ⁻¹	vrijeme skeniranja
V_{ticalo}	m ³	obujam vrha ticala
V_{uzorak}	m ³	obujam uzorka
W		matrica piksela
\bar{x}	nm	aritmetička sredina
$\bar{\bar{x}}$	nm	aritmetička sredina od N rezultata mjerenja
\bar{x}_1	nm	aritmetička sredina izmjerenih dubine brazde
X_i	nm	ulazna veličina
x_i	nm	procjena ulazne veličine
\bar{x}_i	nm	aritmetička sredina i -tog mjernog niza
\bar{x}_{ref}	nm	referentna vrijednost
Y	nm	mjerena veličina
y	nm	procjena mjerene veličine
z	nm	izmjerena z -vrijednost
z'		modificirana z -vrijednost

Grčke oznake

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis
μ_i	nm	očekivana vrijednost pojedinog parametra topografije
α	K ⁻¹	koeficijent temperaturnog širenja referentnog etalona
ε	J	energija veze
ε_0	C ² N ⁻¹ m ⁻²	dielektrična permitivnost vakuumu ($8,854 \times 10^{-12}$)
ε_r		relativna dielektrična permitivnost sredstva

η		varijabla koja opisuje moguće vrijednosti izlazne veličine Y
$\hat{\eta}$		očekivana vrijednost parametra
Θ		ulazne veličine
λ_c	mm	granična vrijednost filtra
ν_{eff}		stvarni broj stupnjeva slobode $u_c(y)$
ν_i		broj stupnjeva slobode $u(x_i)$
ξ		promatrani podaci
ρ_{ticalo}	m^{-3}	broj atoma u jedinici volumena na materijalu ticala
ρ_{uzorak}	m^{-3}	broj atoma u jedinici volumena na materijalu uzorka
σ	m	udaljenost pri kojoj je U_{LJ} jednak nuli

POPIS KRATICA

Kratika	Opis
AFM	<i>atomic force microscope</i> – mikroskop atomskih sila
ANOVA	<i>analysis of variance</i> – analiza varijance
DNK	deoksiribonukleinska kiselina
EFM	<i>electric force microscopy</i> – mikroskopija električnom silom
FSB	Fakultet strojarstva i brodogradnje
FTN	Fakultet tehničkih nauka
GUM	<i>Guide to the expression of uncertainty in measurement</i> – Vodič za procjenu mjerne nesigurnosti
IRB	Institut Ruđer Bošković
IZF	Institut za fiziku
LFM	<i>lateral force microscopy</i> – mikroskopija poprečnom silom
LPU	<i>law of propagation of uncertainty</i> – zakon o prijenosu nesigurnosti
MCS	Monte Carlo simulacija
MFM	<i>magnetic force microscopy</i> – mikroskopija magnetskom silom
NIST	<i>National Institute of Standards and Technology</i> – Nacionalni institut za standarde i tehnologiju
PZT	olovo-cirkonat-titanat
SEM	<i>scanning electron microscope</i> – skenirajući elektronski mikroskop

1. UVOD

U mnogim područjima znanosti i tehnologija postoji potreba za provođenjem mjerenja u nanorazini ili čak na razini atoma. Mikroskopija atomskih sila (engl. *atomic force microscopy*) tehnika je kojom se provode analiza i mjerenja na površini odabranog uzorka uz rezoluciju jednaku ili manju od 1 nm [1]. Riječ je o metodi koja je razvijena 1985. godine na IBM institutu u Zürichu [2], a radi na principu rasterskog skeniranja uzorka ticalom oštrog vrha. Jedna od glavnih prednosti mikroskopa atomskih sila (engl. *atomic force microscope* – AFM) je što omogućuje mjerenje i analizu površine bez razaranja strukture na površini uzorka [3]. Mikroskopija atomskih sila pogodna je za mjerenje uzoraka različitih tvrdoća: od mekih poput visoko fleksibilnih polimera ili ljudskih stanica [4] do tvrdih poput keramike i metala [5]. Osnova rada mikroskopa atomskih sila jest mjerenje topografije uzorka kontaktnim, isprekidanim ili beskontaktnim načinom rada [6]. Rezultat mjerenja je slika koja prikazuje stanje topografije površine (u 2D ili 3D prikazu) te površinski parametri topografije, odnosno hrapavosti [7]. Iz navedenog vidi se značaj mikroskopije atomskih sila u području dimenzijskog mjeriteljstva. Međutim, istraživanje industrijskog, komercijalnog AFM-a u području dimenzijskog nanomjeriteljstva relativno je neistraženo područje [8]. Budući da je mikroskop atomskih sila složen mjerni sustav, a na cjelokupan proces i rezultat mjerenja utječu mnogi utjecajni parametri, mjerna nesigurnost rezultata mjerenja do sada nije procijenjena [9]. Stoga jedan od primarnih problema u mjerenju mikroskopom atomskih sila jest kako procijeniti mjernu nesigurnost rezultata mjerenja.

1.1. Motivacija

Poznato je da je ključni pokazatelj kvalitete rezultata mjerenja mjerna nesigurnost. Istraživanja na području mikroskopije atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu provode se s ciljem rješavanja jednog od značajnih znanstvenih pitanja: kako procijeniti mjernu nesigurnost rezultata mjerenja.

Mikroskop atomskih sila primjenjuje se u mnogim granama znanosti: od prirodnih znanosti poput kemije, biologije, fizike pa do tehničkih znanosti (nanotehnologija, inženjerstvo površine, površinska zaštita, znanost o materijalima, tribologija, oblikovanje deformiranjem) i medicine [4]. Velika primjena mikroskopa atomskih sila nalazi se u nanoindustriji. Kombinacija vrlo visoke kvalitete mjerenja te prikaz rezultata mjerenja u trodimenzijskom obliku svrstava mikroskop atomskih sila u jedan od najznačajnijih alata u nanotehnologiji.

Nužan uvjet korištenja metode mjerenja mikroskopom atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu u navedenim granama znanosti jest procijenjena mjerna nesigurnost rezultata mjerenja. Budući da je pitanje mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja na području mikroskopije atomskih sila novo i neistraženo područje, trenutno ne postoje norme, upute ili rezultati istraživanja koji bi egzaktno propisali postupak procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja dobivenih primjenom mikroskopa atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu.

Mikroskop atomskih sila pripada skupini mikroskopa s ticalom, a mjerenja se provode prolaskom ticala po površini uzorka. S obzirom na to da je mikroskop atomskih sila složen mjerni sustav s mnogim utjecajnim parametrima, primjena metode procjene mjerne nesigurnosti propisane Vodičem za procjenu mjerne nesigurnosti (engl. *Guide to the expression of uncertainty of measurement* – GUM [10]), nije izvediva. Unatoč tome što GUM metoda pokriva brojne aspekte mjerne nesigurnosti u svim granama mjeriteljstva, u slučajevima gdje su funkcijski odnosi vrlo složeni ili nelinearni, a ulazne veličine i same ovise o drugim veličinama, zahtijevaju se druge analitičke ili numeričke metode jer funkcijski odnosi postaju toliko složeni da se ne mogu eksplicitno iskazati [11]. Na području mjeriteljstva postoje prihvaćeni pristupi u izvođenju procjene mjerne nesigurnosti kao što su pristup modeliranja i empirijski pristup koji su pokriveni Vodičem za procjenu mjerne nesigurnosti (GUM) i normama koje se bave analizom točnosti i preciznosti rezultata mjerenja [12].

Slike nastale mjerenjem mikroskopom atomskih sila uobičajeno zahtijevaju daljnju obradu u programu dostupnom za obradu i analizu slike. Daljnja obrada slike sastoji se od funkcija niveliranja i filtriranja [13], a provodi se s ciljem pojašnjenja podataka koji se već nalaze u datoteci [14]. Primjenom mikroskopa atomskih sila u području za analizu topografije uz sliku kao rezultat mjerenja dostupni su i površinski parametri topografije. Parametri topografije u sebi sadrže informacije o valovitosti i hrapavosti površine uzorka [15]. Kako bi se dobila informacija o površinskim parametrima topografije, potrebno je filtrirati dobivenu sliku mjeriteljskim filtrom [16]. Filtriranju rezultata mjerenja mjeriteljskim filtrom prethodi postavljanje granične vrijednosti filtra (engl. *cut-off*) – vrijednosti koja numerički određuje graničnu frekvenciju ispod ili iznad koje su komponente izdvojene ili eliminirane [17]. Trenutno ne postoji norma kojom je propisana vrijednost graničnog filtra za korištenje mjeriteljskog filtra u svrhu dobivanja podataka o površinskim parametrima hrapavosti na području nanomjeriteljstva.

Može se zaključiti da postoji potreba za daljnjim istraživanjem metoda procjenjivanja mjerne nesigurnosti mikroskopa atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu te njihovom primjenom na komercijalni, industrijski AFM.

1.2. Cilj i hipoteza istraživanja

Cilj istraživanja

Cilj istraživanja jest razviti metodu procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja dobivenih primjenom mikroskopa atomskih sila na području dimenzijskog nanomjeriteljstva.

Hipoteza istraživanja

Optimiranjem vrijednosti ulaznih parametara AFM-a, korištenjem referentnih predmeta, primjenom odabranih filtara u procesu obrade slike te kombiniranjem različitih metoda za procjenu mjerne nesigurnosti moguće je postaviti matematički model mjerene veličine te procijeniti mjernu nesigurnost rezultata mjerenja dobivenog mikroskopom atomskih sila na nanorazini.

1.3. Metode i plan istraživanja

Istraživanja u okviru ovog doktorskog rada provode se s ciljem procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja na području mikroskopije atomskih sila. Kako bi se potvrdila postavljena znanstvena hipoteza, u radu je primijenjeno više pristupa u procjenjivanju mjerne nesigurnosti.

Budući da postoji velik broj parametara koji utječu na rad i rezultat mjerenja mikroskopa atomskih sila, potrebno je istražiti kako i koliko pojedini parametar utječe u procesu mjerenja. Prvi je korak identificirati i klasificirati utjecajne parametre. Kako bi se dobili zaključci o značajnosti pojedinih utjecajnih parametara, proveden je faktorski plan pokusa. S obzirom na to da se skeniranje mikroskopom atomskih sila provodi prelaskom ticala preko površine uzorka, stanje i vrsta ticala uzimaju jednu od značajnih uloga među utjecajnim parametrima na proces i rezultat mjerenja AFM-om. Osim izgledom, ticala se razlikuju i po materijalu od kojeg su napravljena, ovisno o svrsi skeniranja. Mjerenjem uzoraka različitom vrstom ticala dolazi se do informacije o utjecaju pojedine vrste ticala na rezultat mjerenja. Budući da se svakim mjerenjem vrh ticala troši, osim vrste i oblika ticala, na rezultat utječe i istrošenost ticala.

Kako bi se mikroskopom atomskih sila dobilo točno, ponovljivo i kvantitativno mjerenje, AFM je potrebno podesiti. Za to su korišteni umjereni referentni etaloni. Površine referentnih

etalona napravljene su od silicija s urezanim pravilnim uzorcima (kalibracijska rešetka) preko kojih se provodi provjera pojedine osi ili dijela AFM-a. Osnovna provjera je podešavanja z-osi. Mikroskop atomskih sila na Fakultetu strojarstva i brodogradnje je industrijski, komercijalni AFM kod kojeg nije osigurana sljedivost do SI jedinice. U istraživanju su korišteni referentni etaloni kojima je mjerena visina kalibracijske rešetke te površinski parametri topografije.

Obrada slike nakon mjerenja mikroskopom atomskih sila u pravilu se podrazumijeva. S ciljem uklanjanja šuma sa slike, micanja pozadine, ugladivanja slike, poravnavanja, izoštravanja slike itd. koriste se razni filtri. Kako bi se dobili podaci o površinskim parametrima hrapavosti iz površinskih parametara topografije, koristi se mjeriteljski filtar. S obzirom na to da ne postoji norma kojom je propisano, za učinkovito uklanjanje valovitosti iz analize površinskih parametara te uzimanja u obzir samo hrapavost površine, ispitano je i istraženo koju vrijednost graničnog filtra koristiti. Utjecaj filtra na rezultat mjerenja najbolje se vidi preko površinskih amplitudnih parametara topografije.

Za izračun mjerne nesigurnosti koriste se različite metode. Opće prihvaćen model kojim se u praksi računa mjerna nesigurnosti je GUM metoda propisana normom JCGM 100:2008 [10]. Primjena GUM-a u slučajevima kada su funkcijski odnosi složeni i nelinearni nije dovoljna, stoga je korištena metoda Monte Carlo simulacija [18]. Koraci propisani normom JCGM 101:2008 su definiranje mjerne veličine i ulaznih veličina, modeliranje, procjena funkcije gustoće vjerojatnosti za ulazne veličine, postavljanje i pokretanje Monte Carlo simulacije te naposljetku sažimanje i izražavanje rezultata. Osim metode Monte Carlo simulacija korišten je i Bayesov pristup procjeni mjerne nesigurnosti [19]. Izračun se odvija u dva koraka. Prvo se apriorna zajednička neinformativna funkcija gustoće vjerojatnosti dodjeljuje nepoznatom očekivanju i varijanci. Koristeći Bayesov teorem, ta se zajednička funkcija gustoća vjerojatnosti ažurira na temelju podataka dobivenih nizom indikacija kako bi se dobila zajednička izlazna (posteriorna) funkcija gustoća vjerojatnosti s dva nepoznata parametra. Željena izlazna funkcija gustoće vjerojatnosti za prosječnu vrijednost računa se kao marginalna funkcija gustoće vjerojatnosti integracijom po svim mogućim vrijednostima nepoznate varijance.

U okviru doktorskog rada eksperimentalna istraživanja provedena su na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, Institutu *Ruđer Bošković* u Zagrebu, Institutu za Fiziku u Zagrebu te Fakultetu tehničkih nauka Univerziteta u Novom Sadu. Dio istraživanja

proveden je softverskim paketom za analizu i obradu slike *Mountains SPIP 9.1*, statističkim paketima *Minitab 19* i *Design Expert* te programskim jezikom *Python*.

1.4. Znanstveni doprinosi

Opisanim istraživanjem, s ciljem procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja na području mikroskopije atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu, ostvareni su sljedeći znanstveni doprinosi:

1. Definirani su kriteriji u cilju optimiranja elemenata AFM mjernog sustava u postupku dimenzijskih mjerenja na nanorazini.
2. Razvijeni su matematički modeli za procjenu mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja koji se mogu široko primijeniti i prilagoditi različitim mjerenjima na području mikroskopije atomskih sila.

2. MIKROSKOPIJA ATOMSKIH SILA U DIMENZIJSKOM NANOMJERITELJSTVU

Mikroskopija atomskih sila tehnika je kojom se provode dimenzijska mjerenja na površini odabranog uzorka u nanonorazini. Mjerenja se mikroskopom atomskih sila (AFM) provode na principu rasterskog skeniranja površine uzorka ticalom oštrog vrha. AFM spada u skupinu mikroskopa sa skenirajućim ticalom jer ticalo kojim se provode mjerenja fizički prelazi po površini ili vrlo blizu površine mjerenog uzorka. Time se dobiva informacija o visinama vrhova i dolova mjerenog uzorka, tj. trodimenzijski zapis površine uzorka. Mogućnost mjerenja u x -, y - i z -osi ujedno je i glavna prednost AFM-a u odnosu na ostale mikroskope, kao što su svjetlosni i skenirajući elektronski mikroskop (engl. *Scanning Electron Microscope* – SEM) koji mjerenja provode samo u horizontalnim osima ili mehanički profilometar kojim se mjerenja provode u vertikalnoj osi.

2.1. Primjena AFM-a u dimenzijskom nanomjeriteljstvu

S obzirom na to da se radi o nerazornoj metodi mjerenja, a moguće je mjeriti širok spektar različitih materijala, AFM svoju primjenu nalazi u mnogim granama znanosti. Prva primjena mikroskopa atomskih sila bila je u znanosti o materijalima, odnosno u analizi površine različitih materijala, što je i dalje najzastupljenije područje mjerenja. Osim što se mjerenjem AFM-om dolazi do informacija o stanju površine mjerenog uzorka s rezolucijom u nanopodručju, mjerenje električnih, magnetskih ili mehaničkih svojstava odabranog uzorka proširuje raspon mogućih primjena [20]. Osim u znanosti o materijalima, mikroskop atomskih sila koristi se u tribologiji [21], analizi topografiji površine, analizi nanočestica [22] itd.

Površinska hrapavost vrlo je važan parametar za mnoge površine materijala. Hrapavost površine može utjecati na optička i elektronska svojstva, adheziju i druga svojstva radnog komada [23]. Budući da ni SEM ni ostali mikroskopi ne mogu jednoznačno izmjeriti parametre hrapavosti, AFM se istaknuo kao prvi izbor za kvantificiranje hrapavosti na nanorazini. Stoga se mikroskop atomskih sila primjenjuje u određivanju hrapavosti metala i metalnih oksida, poluvodiča [24], polimera [25], kompozitnih materijala [26], keramike [27] pa čak i bioloških materijala [28].

Mjerenje tvrdoće najčešće je netopografsko mjerenje AFM-om [29]. Unatoč tome što postoji mnogo drugih tehnika kojima se provodi mjerenje tvrdoće, mjerenje tvrdoće na AFM-u ima određene prednosti: npr. visoka osjetljivost na silu, pa samim time i visoka osjetljivost

na razlike u tvrdoći uzorka, ili visoka bočna razlučivost [30]. Mjerenje tvrdoće mikroskopom atomskih sila primjenjuje se u prirodnim znanostima i znanostima o materijalima za ispitivanje mehaničkih svojstava nanočestica [31], metala [32], silicija [33], polimera [34] i drugih materijala [35].

Kombinacija vrlo visoke rezolucije mjerenja, rezultata mjerenja u trodimenzijskom obliku te mjerenja određenih mehaničkih svojstava odabranog uzorka svrstava AFM u jedan od najznačajnijih alata u nanotehnologiji i nanoznanosti [36]. Za mnoge sustave dimenzija manjih od 10 nm AFM je jedina mogućnost za provođenje dimenzijskih, elektro-, magnetskih i mehaničkih mjerenja s traženom točnošću. Osim mjerenja, AFM se može koristiti i za izgradnju nanostrukture [37].

Široka primjena mikroskopa atomskih sila nalazi se u mjerenju i analizi nanočestica. Nanočesticom se smatra svaka čestica čiji je srednji promjer manji od 100 nm [38]. Primjenom AFM-a moguće je mjeriti nanočestice različitih materijala: metalne nanočestice [39], čestice metalnog oksida [40], mnoge vrste kompozitnih čestica [41], čestice sintetičkog polimera [42], nanočestice biopolimera [43], nanoštapiće [44], kvantne točke [45] i ostalo [46]. Analizom nanočestica na mjerenom uzorku moguće je dobiti informacije o veličini promjera nanočestice, njezinoj visini, broju nanočestica na određenom području i dr. Velika primjena mjerenja nanočestica je u nanomedicini jer su nanočestice približno jednake veličine kao i virusi ili čak pojedini proteini [47]. Također, mjerenje hrapavosti površine medicinskih implantata provodi se mikroskopom atomskih sila [48].

Primjena mikroskopa atomskih sila u biološkim znanostima jedna je od najznačajnijih primjena AFM-a. Tehnika mjerenja mikroskopom atomskih sila ima brojne prednosti za primjenu u biologiji i srodnim znanostima. Prva po redu prednost je mjerenje u uvjetima sličnim fiziološkim. Gotovo svi biološki procesi odvijaju se u tekućini i često jako ovise o prisutnosti određenih soli i temperaturi otopine. Stoga sposobnost AFM-a za mjerenje uzoraka pri uvjetima koji nisu standardni od velike je važnosti za biološke pokuse. U području bioloških znanosti mikroskopom atomskih sila moguće je mjeriti, tj. stvoriti sliku mnogo različitih stvari, a neke od njih su biomolekule [25], deoksiribonukleinske kiseline (DNK) [49], bjelančevine [50], bakterije [51] i dr.

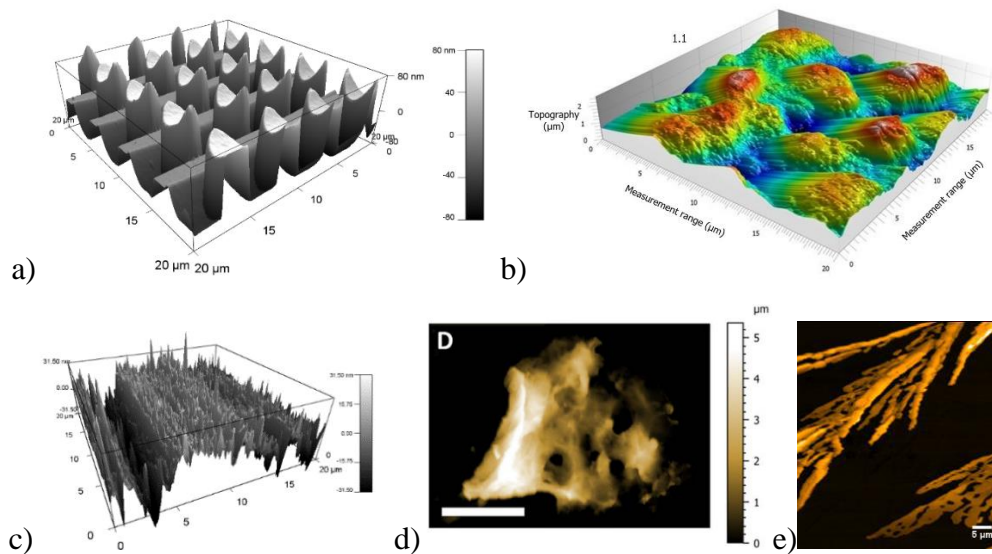
Primjena AFM-a nalazi se i u medicini, stomatologiji i farmaciji. Mikroskopom atomskih sila moguće je pratiti povećanje ili promjenu oblika stanica pod djelovanjem lijekova [52]. Nadalje, većina farmaceutskih primjena AFM-a je u poboljšanju isporuke lijeka optimizacijom

pomoćnih tvari kao što su: oblici čestica, veličine, udubljenja ili pore, brzine otapanja i drugo [53]. U vidu kontrole kvalitete prate se površinski parametri hrapavosti proizvedenih granula, praškova, čestica i ostalog [54].

Mjerenje topografije površine uzorka mikroskopom atomskih sila primjenjuje se i u geologiji. Tekstura i otapanje minerala važni su za geološke procese, čak i u astrofizici. Oblik čestica pronađenih u tlima pomaže u identifikaciji mješavine minerala. Nadalje, za točnu procjenu sustava podzemnog toka u pogledu odlaganja radioaktivnog otpada, AFM se koristi za vizualizaciju i karakterizaciju geometrije pora u stijinama [55]. Korištenje AFM-a omogućuje trodimenzijsko promatranje unutarnje strukture stijene s visokom rezolucijom za procjenu propusnosti [56].

Mjerenje topografije površine AFM-om svoju primjenu nalazi u površinskoj zaštiti materijala od korozije [57]. Ispitivanje svojstava premaza različitim postupkom nanošenja, sušenja ili sastava može se provesti mikroskopom atomskih sila [58].

U forenzičkim ispitivanjima nije isključena upotreba mikroskopa atomskih sila. Osim DNK analize, predmet mjerenja koji se ističe u forenzici je ljudska kosa. Ljudska kosa je zanimljiv objekt za forenziku zbog karakteristične visine koraka kutikule, kuta nagiba i promjera kutikule [59]. Forenzički problem koji se može otkloniti AFM-om je određivanje izloženosti radioaktivnom zračenju uobičajenih materijala. Izloženost radioaktivnom materijalu ostavlja trajan zapis koji se može koristiti u forenzičke svrhe [60]. Slika 2.1. prikazuje primjere primjene mikroskopa atomskih sila u različitim granama znanosti i industrije.



Slika 2.1. Primjena AFM-a

a) mjerenje referentnog predmeta, b) izgled površine uzorka na koji je nanesen premaz koji u sebi sadrži više od 94 % cinka; c) površina poliranog nehrđajućeg austenitnog čelika, d) uzorak pomorske karte iz 17. stoljeća [61], e) mjerenje fotosintetiziranih polimernih nanostrukture [62]

2.2. Komponente AFM-a

Glavne komponente AFM-a su postolje, kontrolna elektronika i računalo. Postolje AFM-a sadrži skener, držač uzorka i senzor sile. Postolje je pozicionirano na poseban, antivibracijski materijal kojim se smanjuju okolne vibracije čime se osigurava visoka rezolucija skeniranja. Skener je mehanizam koji služi za pomicanje ticala u odnosu na uzorak. U postolje AFM-a integriran je optički mikroskop kako bi se mogli vidjeti uzorak i ticalo, a s ciljem odabira područja skeniranja. Kontrolna elektronika zaseban je dio, najčešće u obliku kutije, koji je povezan je s mikroskopom i računalom. Kontrolna elektronika generira signal koji služi za pomicanje skenera i ostalih pomičnih dijelova postolja AFM-a. Također, kontrolna elektronika prepoznaje signal s ticala i pretvara ga u oblik iz kojeg se u računalu stvara slika kao rezultat mjerenja. Prema ulaznim parametrima postavljenim u računalnom programu AFM-a, kontrolna elektronika kontrolira povratnu vezu između ulaznih i izlaznih signala postolja AFM-a.

2.2.1. Piezoelektrični pretvarač

Piezoelektrični pretvarač je elektromehanički pretvarač koji konvertira električni potencijal u mehanički pomak. Kada se na piezoelektrični pretvarač dovede struja određenog napona, dolazi do njegove ekspanzije. Ovisno o materijalu, obliku piezoelektričnog pretvarača

te jakosti dovedene struje, ovisi i intenzitet promjene oblika. Dovođenjem električnog potencijala na gornju i donju stranu pretvarača dolazi do promjene oblika, ali uz zadržavanje stalnog obujma. Uobičajeno za svaki jedan volt struje koji se dovede do piezoelektričnog uređaja, koeficijent ekspanzije iznosi oko 0,1 nm. Time se omogućava kontrola vrlo malih pokreta.

2.2.2. *Pretvarač sile*

Pretvarač sile služi za mjerenje sila između vrha ticala i površine uzorka. Dolaskom ticala u kontakt s površinom uzorka, napon struje s piezoelektričnog pretvarača se povećava. S obzirom na to da je vrh ticala vrlo oštar i da su zbog toga iznosi sila koje se javljaju vrlo mali, potrebno je imati mogućnost mjerenja vrlo male sile. Ovisno o konstrukciji, pretvarač sile ima mogućnost mjerenja sile iznosa i od 10 pN (10^{-12} N).

2.2.3. *Kontrola povratne veze*

Na pitanje zašto je mikroskop atomskih sila osjetljiviji od ostalih uređaja (npr. profilometra) koji mjerenja također provode na principu prelaska ticalom preko površine uzorka, odgovor je u povratnoj vezi kojom je osigurana konstantna sila između vrha ticala i površine uzorka. Kontrolna elektronika od pretvarača sile dobiva signal te preko piezoelektričnog pretvarača održava konstantnu udaljenost između uzorka i ticala. Sukladno tome, ako pretvarač sile evidentira povišeni iznos sile, kontrola povratne veze s piezoelektričnim pretvaračem pomiče ticalo u smjeru od površine uzorka. Analogno tome, kada pretvarač sile zabilježi pad sile, ticalo se kreće prema površini mjerenog uzorka.

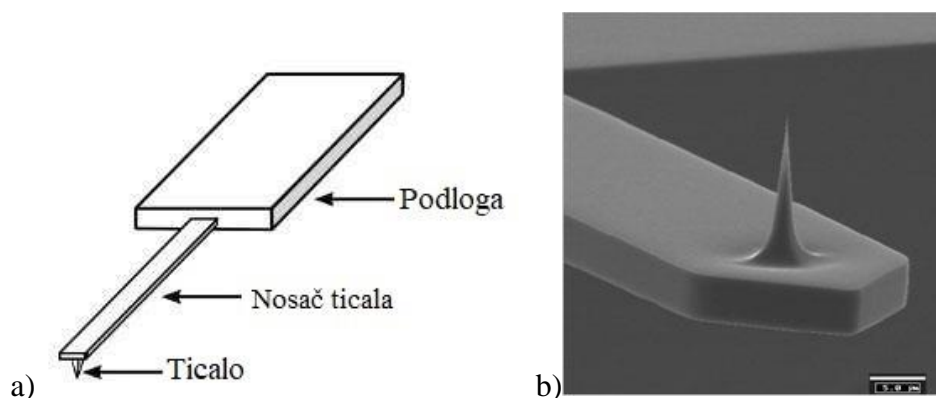
2.2.4. *Postolje*

Postolje AFM-a sadrži držače uzorka i ticala te sustav za grubo namještanje ticala i uzorka. Za jednostavnije namještanje uzorka u horizontalnoj, x - y -ravnini, na postolju se nalaze vijci za pozicioniranje uzorka. Kako bi se uzorak što lakše pozicionirano u odnosu na ticalo te za prikaz ticala i uzorka u realnom vremenu, primjenjuje se optički mikroskop. Za cijeli sustav AFM-a, ali posebno za postolje važno je da bude kruto. Jer, ako sustav nije dovoljno krut, prilikom mjerenja dolazi do pojave šuma, što može uzrokovati pojavu artefakata na slikama izmjerenog uzorka.

2.2.5. Ticalo

Ticalo je potrošni dio AFM mjernog sustava kojeg je potrebno mijenjati nakon provedenog određenog broja mjerenja. Ovisno o vrsti mjerenja te silama koje mogu djelovati na pojedino ticalo, postoji širok spektar dostupnih ticala. Ticala koja se koriste za provedbu mjerenja mikroskopom atomskih sila uglavnom su proizvedena od silicija (Si) ili silicijevog nitrida (Si_3N_4) [63]. Razlog primjene tih dvaju materijala je u tome što silicij i silicijev nitrid imaju visok iznos granice razvlačenja i modula elastičnosti [64]. Osim ticala na bazi silicija, kompletna ticala ili samo vrh ticala mogu biti izrađena od dijamanta [65]. Ticala od dijamanta koriste se u slučajevima kada vrh ticala može biti izložen vrlo visokim opterećenjima. Također, ticala mogu biti izrađena od volframa (W), nikla (Ni) [68], olovo-cirkonat-titanata (PZT) [66] i drugih materijala. Prilikom mjerenja u kojima se javljaju velike sile potrebna su kruta ticala otporna na deformacije. Suprotno tome, pri mjerenju mekih uzoraka i onih koji se lako deformiraju, potrebna su manje kruta ticala, odnosno ticala koja imaju nižu konstantnu silu ticala. Time se postiže povećana osjetljivost pri malim silama, ali i izbjegava deformiranje ili oštećenje mjenjenog uzorka.

Slika 2.2.a) prikazuje shematski prikaz konstrukcije ticala kojim se provode mjerenja na mikroskopu atomskih sila. Nosač ticala koji na sebi nosi ticalo nalazi se u nastavku podloge. Podloge za sva ticala su istih dimenzija s ciljem jednostavnije upotrebe neovisno o proizvođaču ticala ili AFM mjernog uređaja. Slika 2.2.b) je prikaz ticala dobiven skeniranjem SEM mikroskopom. Polumjer vrha ticala u principu je manji od 15 nm, a visina vrha je u iznosu od 3 μm do 20 μm . Konstrukcija nosača ticala također može varirati. Uobičajena duljina nosača ticala je od 50 μm do 500 μm , širina od 20 μm do 50 μm , a debljina od 0,4 μm do 8 μm [67].



Slika 2.2. Prikaz ticala AFM-a

a) shematski prikaz [68], b) slika ticala dobivena SEM mikroskopom [67]

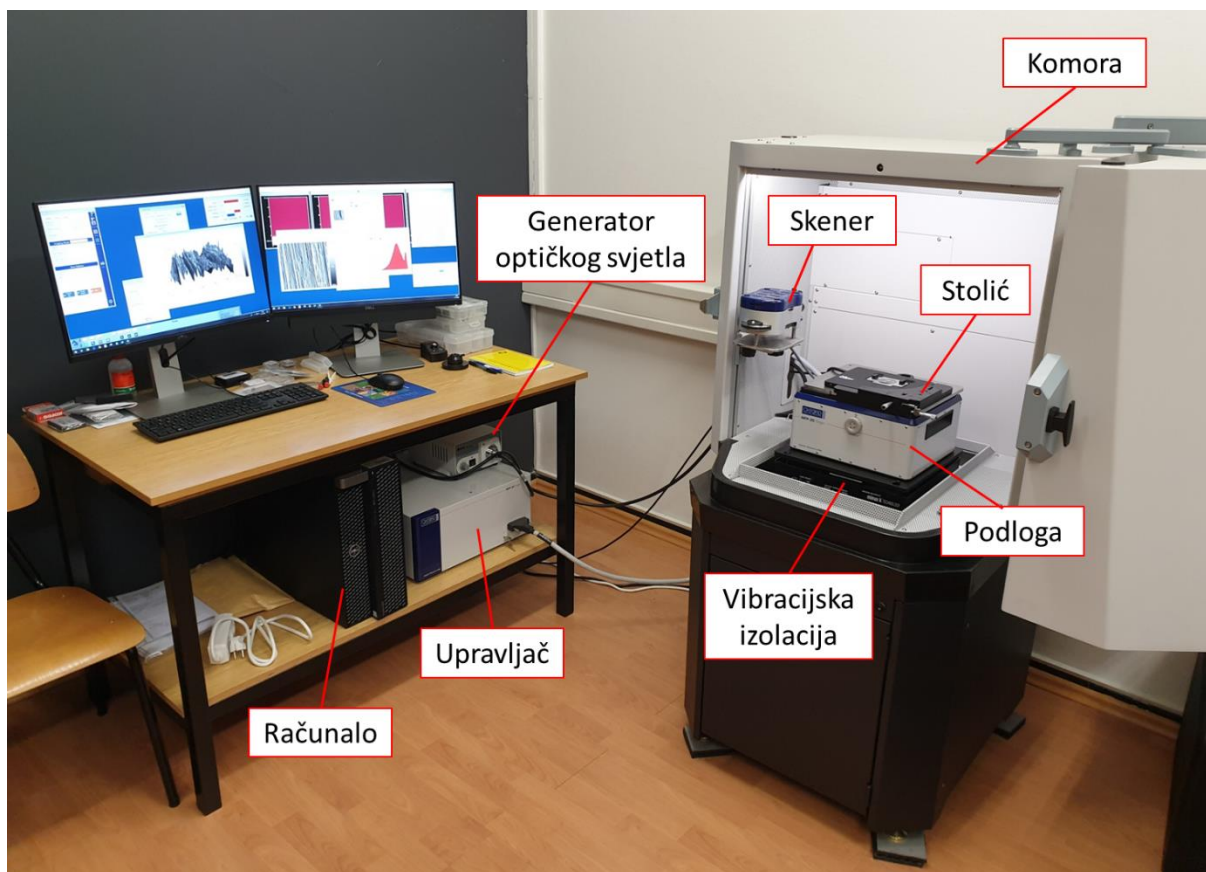
2.2.6. *Softver*

Pod softverskim dijelom AFM-a podrazumijeva se računalo i pripadajući programi za upravljanje mikroskopom i analizu slike. Koristeći računalni program, korisnik upravlja ulaznim parametrima mjerenja koji se dalje prenose na upravljačku elektroniku. U programu se odabire način mjerenja, brzina skeniranja, rezolucija, veličina skeniranog područja; omogućeno je pomicanje postolja u x - i y -osi, primicanje ticala prema površini uzorka itd. Također, omogućen je prikaz mjerenja u realnom vremenu. Time se olakšava korisniku da zna mjeri li željeni dio, a i omogućena je optimizacija ulaznih parametara kao što su brzina skeniranja, rezolucija skeniranja, frekvencija ticala i drugi.

Osim softvera za upravljanje mikroskopom, koriste se softveri za obradu rezultata mjerenja dobivenih AFM-om. U okviru doktorskog rada korišten je jedan takav program – *Mountains SPIP 9.1*.

2.2.7. *AFM korišten u okviru ovog rada*

Mikroskop na kojem je proveden najveći broj ispitivanja nalazi se na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. To je komercijalni mikroskop modela *Oxford MFP-3D Origin*. Slika 2.3. prikazuje mikroskop atomskih sila s označenim vidljivim komponentama neophodnima za provedbu mjerenja. Svaka od tih komponenti opisana je u nastavku.



Slika 2.3. Postav AFM-a [69]

Komora je prostor u kojem se nalazi skenirajući uređaj, a napravljen je od posebnih antivibracijskih materijala obloženih čelikom. Također, s ciljem smanjenja buke i okolnih vibracija ispod nožica komore nalaze se izolacijskih jastučići.

Skener sadrži ticalo, sustav optičkog mikroskopa te cjelokupnu elektroniku kojom upravlja senzor i aktuator vertikalnog pomaka ticala. U skeneru se očitava vertikalni pomak ticala ovisno o položaju uzorka u horizontalnoj ravnini.

Stolić je baza na koju se postavlja uzorak te se on za vrijeme mjerenja pomiče u horizontalnoj ravnini ispod ticala. U stoliću su sadržani piezoelektrični aktuatori i senzori položaja visoke razlučivosti.

Podloga je kućište na kojem se nalazi stolić i na koji se stavlja skener za vrijeme provedbe mjerenja mikroskopom. Podloga sadrži optički mikroskop s kamerama potrebnim za vizualni pregled uzorka i ticala.

Vibracijska izolacija koristi se s ciljem izoliranja vanjskih neželjenih vibracija za vrijeme mjerenja. Nalazi se ispod podloge.

Stolić za skener nalazi se unutar komore, a služi kao postolje na koje se odlaže skener za vrijeme dok se mikroskopom ne provode mjerenja.

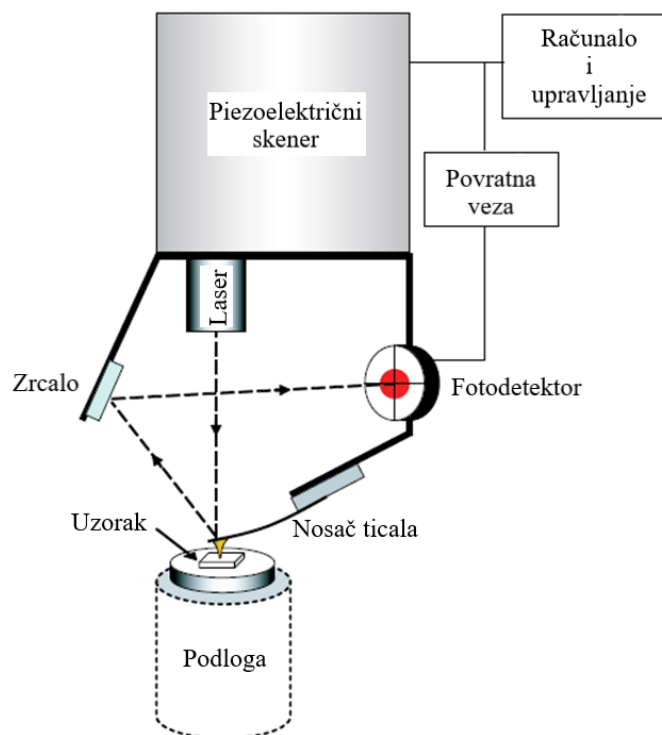
Upravljač napaja mikroskop, a sadrži elektroniku koja služi za upravljanje pomaka stolića i ticala prilikom provedbe mjerenja. Uz to, upravljač prikuplja podatke slikovnih zapisa nastalih prilikom mjerenja s mikroskopa.

Generator optičkog svjetla osigurava pristup svjetla na površinu uzorka za optički prikaz. Sastoji se od prigušenog izvora svjetlosti s vodičem od optičkih vlakana.

Računalo služi za upravljanje mikroskopom.

2.3. Princip rada AFM-a

Princip rada mikroskopa atomskih sila sastoji se od tri sustava koji rade zajedno: sustav upravljanja silama, sustav za detekciju i sustav za pozicioniranje. Cijelim sustavom upravljaju upravljačka elektronika i sustavi povratnih veza, a oni se realiziraju pomoću računala. Princip rada mikroskopa atomskih sila prikazuje slika 2.4.



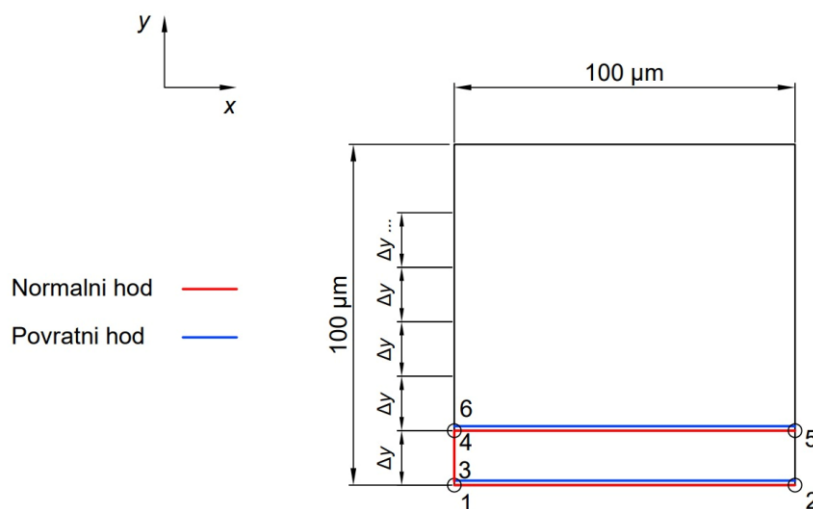
Slika 2.4. Princip rada AFM-a [70]

Sustav upravljanja sila dio je mikroskopa atomskih sila koji je u direktnoj interakciji s površinom mjerenog uzorka. Mjerenje se provodi tako da vrh ticala prelazi po površini ili vrlo blizu površine uzorka. Ticalo se nalazi na nosaču ticala koje radi kao opruga i pritišće ticalo prema površini uzorka kako bi se reproducirala površina uzorka. Sile koje djeluju između vrha ticala i površine uzorka rezultiraju otklonom nosača ticala. Ovisno o silama koje se javljaju, može doći do uvijanja i/ili savijanja nosača ticala prilikom mjerenja uzorka.

Sustav detekcije. Na kraj nosača ticala fokusirana je laserska zraka koja se reflektira do četverokvadrantnog fotodetektora. Kako se ticalo s nosačem ticala pomiče gore-dolje te uz savijanje i uvijanje nosača ticala, laserska zraka pada na drugačije mjesto u fotodetektoru. Tako se mjeri vertikalna pozicija ticala. Udaljenost između nosača ticala i fotodetektora je i po tisuću puta veća od duljine nosača ticala, stoga i male varijacije u položaju nosača ticala rezultiraju velikim pomacima laserske zrake u fotodetektoru. Na taj se način lako detektira pomak vrha manji od 1 nm [71]. Jedno od glavnih svojstava detekcijskog sustava je njegova sposobnost da odvojeno i istovremeno bilježi otklon nosača ticala u tri dimenzije. Stoga AFM ima potencijal za mjerenje tri komponente vektora sile koji opisuje interakciju vrha ticala s površinom uzorka.

Sustav pozicioniranja. Pozicioniranje i fini pomak ticala u odnosu na površinu uzorka provodi se putem piezoelektričnih skenera. Za grube pomake koriste se koračni motori. Piezoelektrični pretvarači mijenjaju svoje dimenzije kao odgovor na primijenjeni napon.

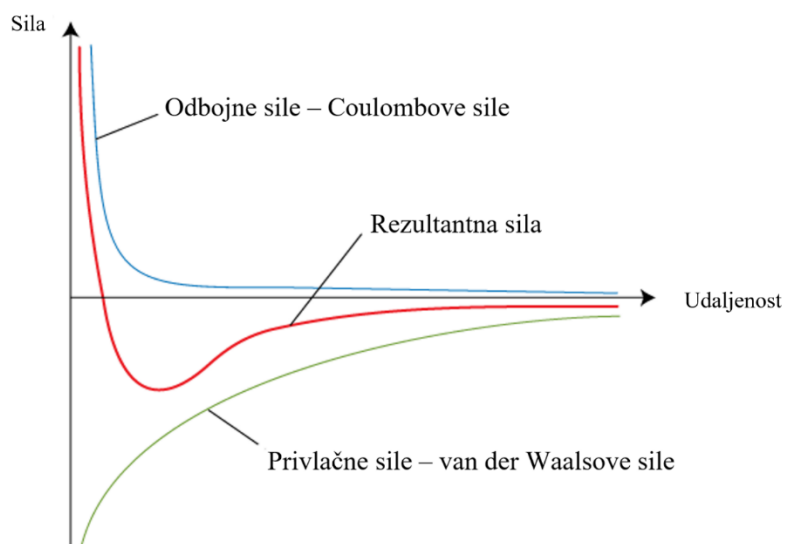
Ticalo pokreće piezoelektrični skener i horizontalno skenira površinu na pravilan, rasterski način preko kvadratnog područja, slika 2.5. Horizontalno skeniranje (duž x -osi) smjer je brzog skeniranja, a okomito skeniranje (duž y -osi) je smjer sporog skeniranja. Skicu gibanja skenera tijekom prikupljanja podataka također prikazuje slika 2.5., a može se podijeliti u dva glavna koraka. Prvo se skener pomiče preko prve linije skeniranja (od točke 1 do točke 2) i natrag (od točke 2 do točke 3). Podaci se prikupljaju prema broju podatkovnih točaka podijeljenih po retku skeniranja. Bočna rezolucija rezultata mjerenja računa se tako da se veličina skeniranja podijeli s brojem podatkovnih točaka po liniji skeniranja, a to može biti ograničavajući faktor u bočnoj rezoluciji. Točka 4 prikazuje početku točku skeniranja nove linije. Koraci u okomitom smjeru povezani su s brojem podatkovnih točaka koji služe za stvaranje slike. Podaci iz kojih se stvara slika prikupljaju se samo ih horizontalnog smjera kako bi se smanjila mogućnost pojave greške iz skenera. Ta ponavljanja vodoravnih linija skeniranja i okomitih koraka osnovi su koraci mjerenja i stvaranja slike.



Slika 2.5. Rastersko skeniranje površine uzorka [72]

2.3.1. Sile između ticala i uzorka

Kada se ticalo približi uzorku, pojavljuju se određene odbojne i privlačne sile između uzorka i ticala. Sile koje najviše pridonose rezultantnoj sili su Coulombeve i van der Waalsove sile [73]. Slika 2.6. prikazuje odnose sila ovisno o udaljenosti ticala od površine uzorka.



Slika 2.6. Prikaz iznosa sile u odnosu na udaljenost ticala od površine uzorka [74]

Ukupna sila između vrha ticala i uzorka sastoji se od nekoliko dugodometnih i kratkodometnih doprinosa sile. Približavanjem vrha ticala površini uzorka pojavljuju se privlače i odbojne sile. Jedna dalekodometna privlačna sila je van der Waalsova sila. Van der Waalsova sila u užem smislu, ovdje konkretno Londonova sila, je sila koja se javlja između neutralnih atoma ili molekula bez stalnog dipolnog momenta. Podrijetlo van der Waalsove sile je kvantno-mehaničke prirode. Postoji nekoliko razina aproksimacije ove sile, a na najtočnijoj razini to je kvantno-elektrodinamički fenomen koji se naziva Casimir-Polderova sila [75].

Za slučaj dvaju atoma plemenitog plina na udaljenosti r_1 dipolna interakcija između njih može se analitički aproksimirati [76]. Tto rezultira potencijalom interakcija, jednađba (2.1):

$$U_{\text{vdW}} = -\frac{C_1}{r_1^6} \quad (2.1)$$

Gdje su:

U_{vdW}	J	potencijal interakcije van der Waalsove sile
C_1	J m^6	konstanta interakcije
r_1	m	udaljenost između centara dvaju atoma.

Van der Waalsova interakcija u ovoj aproksimaciji je neusmjerena (izotropna), što znači da za dvije skupine atoma ukupna energija interakcije je zbroj svih potencijala parova. Ukupna interakcija može se dobiti integriranjem. Energija van der Waalsove interakcije između elementa infinitezimalnog volumena vrha dV_{ticalo} i elementa infinitezimalnog volumena uzorka dV_{uzorak} piše se kao:

$$dU_{\text{vdW}} = - \frac{C \rho_{\text{ticalo}} \rho_{\text{uzorak}}}{|r_{\text{ticalo}} - r_{\text{uzorak}}|^6} dV_{\text{ticalo}} dV_{\text{uzorak}} \quad (2.2)$$

Gdje su:

ρ_{ticalo}	m^{-3}	broj atoma u jedinici volumena na materijalu ticala
ρ_{uzorak}	m^{-3}	broj atoma u jedinici volumena na materijalu uzorka.

Aproksimacijom vrha ticala sfernim radijusom R_{ticalo} , a uzorka polubeskonačnim krutim tijelom rezultira energijom van der Waalsove interakcije [76], jednačba (2.3).

$$U_{\text{vdW}} = - \frac{H R_{\text{ticalo}}}{6 d} \quad (2.3)$$

Gdje su:

R_{ticalo}	m	sferni radijus ticala
d	m	udaljenost vrha ticala i uzorka
H	J	Hamakerova konstanta.

Hamakerova konstanta predstavlja snagu van der Waalsove interakcije [76]. Definirana je prema sljedećoj jednačbi [77]:

$$H = \pi^2 C \rho_{\text{ticalo}} \rho_{\text{uzorak}} \quad (2.4)$$

Tipične vrijednosti za Hamakerovu konstantu su u rasponu od nekoliko eV, odnosno u rasponu $(0,4 - 4) \times 10^{-19}$ J [78]. Konačno, van der Waalsova sila između vrha i uzorka računa se kao:

$$F_{\text{vdW}} = - \frac{\partial U_{\text{vdW}}}{\partial d} = - \frac{H R_{\text{ticalo}}}{6 d^2} \quad (2.5)$$

Za udaljenosti vrha ticala i uzorka veće od 1 nm van der Waalsova sila je najvećeg iznosa. Osim van der Waalsove sile javljaju se sile kratkog dometa, a proizlaze iz preklapanja valnih funkcija elektrona najudaljenije ljuske (kemijska veza). Te sile kratkog dometa imaju domet manji od 1 nm i mogu biti privlačne ili odbojne. Ako preklapanje valnih funkcija elektrona vanjske ljuske smanjuje ukupnu energiju, te sile kemijske veze su privlačne.

Odbojne sile koje se javljaju približavanjem vrha ticala površini uzorka su Coulombove sile [79]. Coulombove sile su jake i odbijajuće elektrostatičke sile kratkog dometa koje se

ponašaju po Coulombovom zakonu. One proizlaze iz elektrostatičkog odbijanja vrha ticala i uzorka. Dva slična električna naboja, oba pozitivna ili oba negativna, odbijaju se međusobno po ravnoj liniji između svojih središta. Dva različita naboja, jedan pozitivan, jedan negativan, privlače se međusobno po ravnoj liniji spajajući njihova središta. Veličina elektrostatičke sile F_C izravno je proporcionalna umnošku dvaju elektrostatičkih naboja q_1 i q_2 te obrnuto proporcionalna kvadratu udaljenosti između njihovih središta, jednadžba (2.6)

$$F_C = \frac{q_{\text{ticalo}} q_{\text{uzorak}}}{4 \pi \varepsilon_0 \varepsilon_r r_1^2} \quad (2.6)$$

Pri čemu su:

q_{ticalo}	C	elektrostatički naboj ticala
q_{uzorak}	C	elektrostatički naboj uzorka
ε_0	$\text{C}^2 \text{N}^{-1} \text{m}^{-2}$	dielektrična permitivnost vakuuma ($8,854 \times 10^{-12}$)
ε_r		relativna dielektrična permitivnost sredstva.

Kako se vrh ticala približava uzorku, van der Waalove sile uzrokuju privlačenje. Približavanjem vrha ticala uzorku ta se privlačnost povećava. Međutim, pri malim razdvojenostima odbojne Coulombove sile postaju dominantne. Odbojna sila uzrokuje savijanje nosača ticala dok se približava površini. Kombinacija ovih dviju interakcija rezultira krivuljom koja povezuje silu i udaljenost (Slika 2.6).

Postoje i druge interakcije osim Coulombovih i van der Waalovih sila. Ako su uzorak i vrh ticala premazani tankim slojem tekućine, uglavnom vode, približavanjem vrha ticala površini uzorka mogu se pojaviti kapilarne sile između vrha ticala i površine uzorka [80].

S ciljem jednostavnog analitičkog oblika prikaza različitih sila koje se pojavljuju prilikom interakcije ticalo-uzorak koristi se Lennard-Jonesov potencijal [81]. Ovaj potencijal opisuje interakciju između dva neutralna atoma, a sastoji se od izraza (2.7) koji opisuje privlačni dio interakcije (van der Waalova interakcija) i dijela koji opisuje odbojne interakcije ($1/r^{12}$).

$$U_{LJ} = 4\varepsilon \left[\left(\frac{\sigma}{r_1} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r_1} \right)^6 \right] \quad (2.7)$$

U_{LJ}	J	Lennard-Jonesov potencijal
ε	J	energija veze

σ	m	udaljenost pri kojoj je U_{LJ} jednak nuli
r_1	m	udaljenost između centara dvaju atoma.

Mikroskopom atomskih sila moguće je mjeriti u raznim načinima rada, ovisno o tome što se od mjerenja očekuje ili ovisno o površini uzorka koju je potrebno analizirati. Općenito, metode rada mikroskopa atomskih sila mogu se podijeliti u dvije glavne skupine:

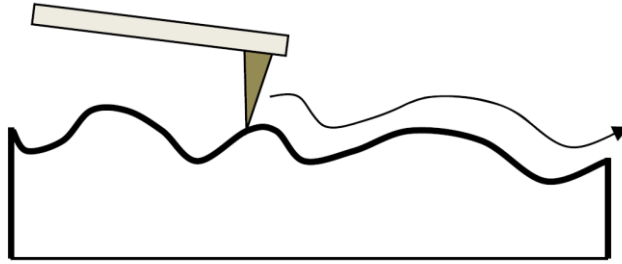
1. Metode za analizu topografije površine
2. Metode za analizu netopografskih svojstava.

2.3.2. *Metode rada za prikaz topografskih svojstava uzoraka*

Metode rada za analizu topografije površine koriste se s ciljem dobivanja informacija o topografiji površine uzorka. Primjerice, osjetljive površine zahtijevaju male sile između vrha ticala i površine uzorka, dok tvrdi materijali podnose i veća opterećenja na površinu bez pojave oštećenja površine uzorka. U nastavku je dan pregled najčešće korištenih metoda rada.

Kontaktni način rada

Prilikom mjerenja uzorka kontaktnim načinom rada ticalo je za cijelo vrijeme mjerenja u kontaktu s površinom uzorka (slika 2.7.). Kontakti način rada je jednostavniji od ostalih načina rada, a ujedno je prvi razvijeni način rada. Postoje dvije varijante mjerenja u kontaktnom načinu rada: konstantnom silom i konstantnom visinom. Mjerenjem konstantnom silom, sila između vrha ticala i površine uzorka istovremeno se mjeri i održava konstantnom preko povratne veze koja kontrolira okomiti položaj uzorka u odnosu na vrh ticala. Tako skener trenutačno reagira na promjene u topografiji površine mjerenog uzorka održavajući otklon nosača ticala konstantnim. Prati se promjena po z -osi i ta se informacija kao funkcija položaja koristi za stvaranje topografske slike površine uzorka. U načinu rada konstantne visine, mehanizmi povratne veze su isključeni, stoga je sila promjenjiva. Prilikom mjerenja, visina po z -osi ostaje konstantna, a otklon nosača ticala se prati kako bi se stvorila topografska slika površine uzorka. Ovaj način rada može se koristiti samo na uzorcima koji su relativno glatki, ali slika kao rezultat mjerenja može biti s većom rezolucijom od načina rada s konstantnom silom.

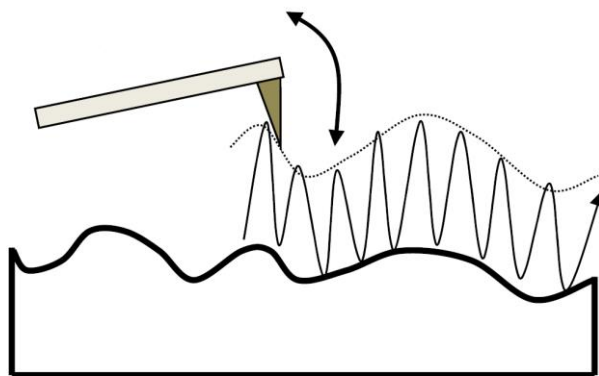


Slika 2.7. Kontaktni način rada [76]

Kontaktni način rada koristi se pri mjerenju tvrdih i relativno ravnih površina. Međutim, kada ticalo prelazi strme rubove na uzorku, može doći do oštećenja ticala ili uzorka zbog moguće pojave bočnih sila ili pojave adhezivnih sila ili sila trenja između ticala i uzorka. Osim toga, prilikom mjerenja kontaktnim načinom rada relativno su velike sile između ticala i uzorka, što može dovesti do oštećenja uzorka ili puknuća ticala.

Isprekidani način rada

Kako bi se prevladala ograničenja kontaktnog načina rada, razvijen je isprekidani način rada (engl. *tapping mode*) [82]. U isprekidanom načinu rada nosač ticala oscilira na vrijednosti svoje rezonantne frekvencije ili nešto nižoj (slika 2.8). Amplituda osciliranja obično se kreće u rasponu od 20 nm do 100 nm. Kada se oscilacije događaju blizu površine uzorka, ticalo opetovano dodiruje i odvaja se od površine uzorka, a ograničavajući amplitudu oscilacija. Skenirajući površinu uzorka, amplituda oscilacija nosača ticala mijenja se kako nailazi na različitu topografiju uzorka. Korištenjem mehanizma povratne veze za promjenu visine po z -osi te održavanje konstantne amplitude osciliranja, slika topografije površine dobiva se na sličan način kao kod kontaktnog načina rada.

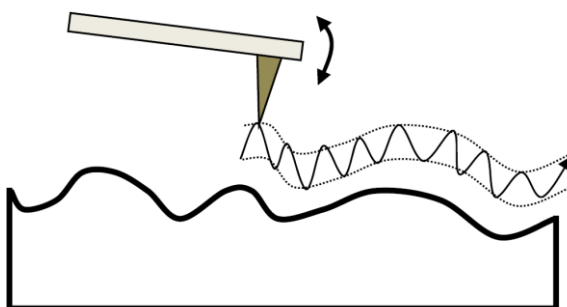


Slika 2.8. Isprekidani način rada [76]

U isprekidanom načinu rada bočne sile su znatno manje nego kod mjerenja kontaktnim načinom rada. Budući da se iznos sile na vrhu ticala mijenja kako se mijenja razmak između vrha ticala i površine, rezonantna frekvencija nosača ticala ovisi o tom razmaku. Oscilacija je prigušena kada je vrh ticala bliže površini. Iz tog razloga se promjene amplitude oscilacija mogu koristiti za mjerenje udaljenosti između vrha ticala i površine uzorka. Povratna veza prilagođava visinu ticala kako bi se održala zadana vrijednost amplitude.

Beskontaktni način rada

U beskontaktnom načinu rada nosač ticala oscilira kao i u isprekidanom načinu rada, ali s puno manjom amplitudom. Kako se ticalo približava površini uzorka, dolazi do djelovanja dalekometnih sila (van der Waalsove i elektrostatske sile) između atoma s uzorka i ticala, a koje smanjuju rezonantnu frekvenciju. Smanjenje rezonantne frekvencije uzrokuje smanjenje amplitude osciliranja. To uzrokuje vidljivu promjenu u frekvenciji oscilacija nosača ticala. Budući da ticalo ne dolazi u kontakt s površinom (slika 2.9.), područje interakcije između vrha i površine je minimizirano, što omogućuje potencijalno veću rezoluciju površine [83].



Slika 2.9. Beskontaktni način rada [76]

Prilikom provođenja mjerenja beskontaktnim načinom rada u zraku, sva područja površine, osim najhidrofobnijih, imaju značajan vodeni sloj koji može biti deblji od raspona privlačnih van der Waalsovih sila [84]. Beskontaktni način rada koristi se za mjerenje mekih uzoraka, kod kojih bi dodir ticala mogao oštetiti površinu uzorka.

U tablici 2.1. dana je usporedba opisanih metoda koje služe za dobivanje informacija o topografiji površine mjerenog uzorka.

Tablica 2.1. Usporedba metoda rada za prikaz topografskih svojstava uzoraka

Način rada	Prednosti	Nedostaci
Kontaktni	Visoka brzina skeniranja	Bočne sile mogu iskriviti značajke na slici Moguća pojava oštećenja ticala ili uzorka zbog bočnih sila ili sile trenja
Isprekidani	Bočnih sila gotovo da nema Niže sile skeniranja → manje oštećenja za meke uzorke ili ticalo	Sporiji u odnosu na kontaktni način rada
Beskontaktni	Normalne i bočne sile u minimizirane Pogodno za mjerenje mekih uzoraka Mjerenjem u vakuumu moguće postići atomsku rezoluciju	Prilikom mjerenja na zraku apsorbirani sloj tekućine može biti predebeo za učinkovita mjerenja Sporija brzina skeniranja u odnosu na kontaktni i isprekidani način rada

2.3.3. Metode rada za prikaz netopografskih svojstava uzoraka

Unatoč tome što je prikaz topografije površine mjerenog uzorka osnova rada mikroskopa atomskih sila, AFM se koristi i za dobivanje ostalih korisnih informacija o mjerenom uzorku.

Spektroskopija sila

Spektroskopija sila (engl. *force spectroscopy*) podrazumijeva mjerenje iznosa sile prodiranja ticala u materijal uzorka. Mjerenje se provodi na principu da se ticalo pomicanjem po z -osi utiskuje u površinu mjerenog uzorka, a dok su x - i y -osi ticala fiksne. Velika prednost spektroskopije sila jest izravno mjerenje sile atoma i molekula koje su u dodiru između ticala i

uzorka [85]. Rezultat mjerenja je slika topografije površine mjerenog uzorka, ali i grafički prikaz iznosa sile ovisno o dubini prodiranja ticala u materijal.

Nanoindentacija

Nanoindentacija služi za mjerenje tvrdoće uzorka. Mjerenje tvrdoće spada u jedan od najčešće korištenih netopografskih metoda rada AFM-a. Unatoč tome što postoji mnogo ostalih tehnika i metoda koje služe za mjerenje tvrdoće materijala, mjerenje tvrdoće na AFM-u ima pojedine prednosti. Npr. visoka osjetljivost na opterećenje – sile koje se javljaju pri mjerenju tvrdoće mogu biti niske i do razine pN; visoka rezolucija pozicioniranja te mjerenje vrlo malih uzoraka [86]. Rezultat mjerenja, osim slike topografije površine uzorka, je iznos dubine prodiranja ticala u površinu uzorka. Na temelju toga mogu se odrediti pojedini parametri površine, kao što je Youngov modul elastičnosti. Za dobivanje tih informacija iz AFM-a nužno je znati točan oblik ticala te konstantu silu ticala.

Mikroskopija magnetskom silom

Mikroskopija magnetskom silom (engl. *Magnetic Force Microscopy* – MFM) koristi se u cilju dobivanja informacija o magnetnim svojstvima mjerenog uzorka. Za razliku od ostalih načina rada, mikroskopija magnetnom silom radi u dva prolaza [87]. Prvi prolaz služi za dobivanje informacija o topografiji površine, a drugi prolaz za dobivanje informacija o magnetnim svojstvima uzorka. Rezultat mjerenja ovog načina rada jest slika kao prikaz topografije površine (prvi prolaz), ali i slika s vidljivom podjelom magnetskih polja po skeniranom dijelu uzorka (drugi prolaz).

Mikroskopija električnom silom

Mikroskopija električnom silom (engl. *Electric Force Microscopy* – EFM) koristi se s ciljem dobivanja informacija o lokalnim gradijentima električnih polja, potencijalu te vodljivosti materijala [88]. Ticalo se približi uzorku i oscilira na svojoj rezonantnoj frekvenciji. Za to vrijeme se između ticala i uzorka primjenjuje istosmjerna struja. Rezultat mjerenja je slika topografije površine mjerenog uzorka, ali s vidljivo označenim kontrastom između različitih napona. Ovaj se način rada koristi za ispitivanje vodljivosti polimera i nanoelektronike te za provođenje ispitivanja kapacitivnosti poluvodiča i baterijskih ćelija.

Mikroskopija poprečnom silom

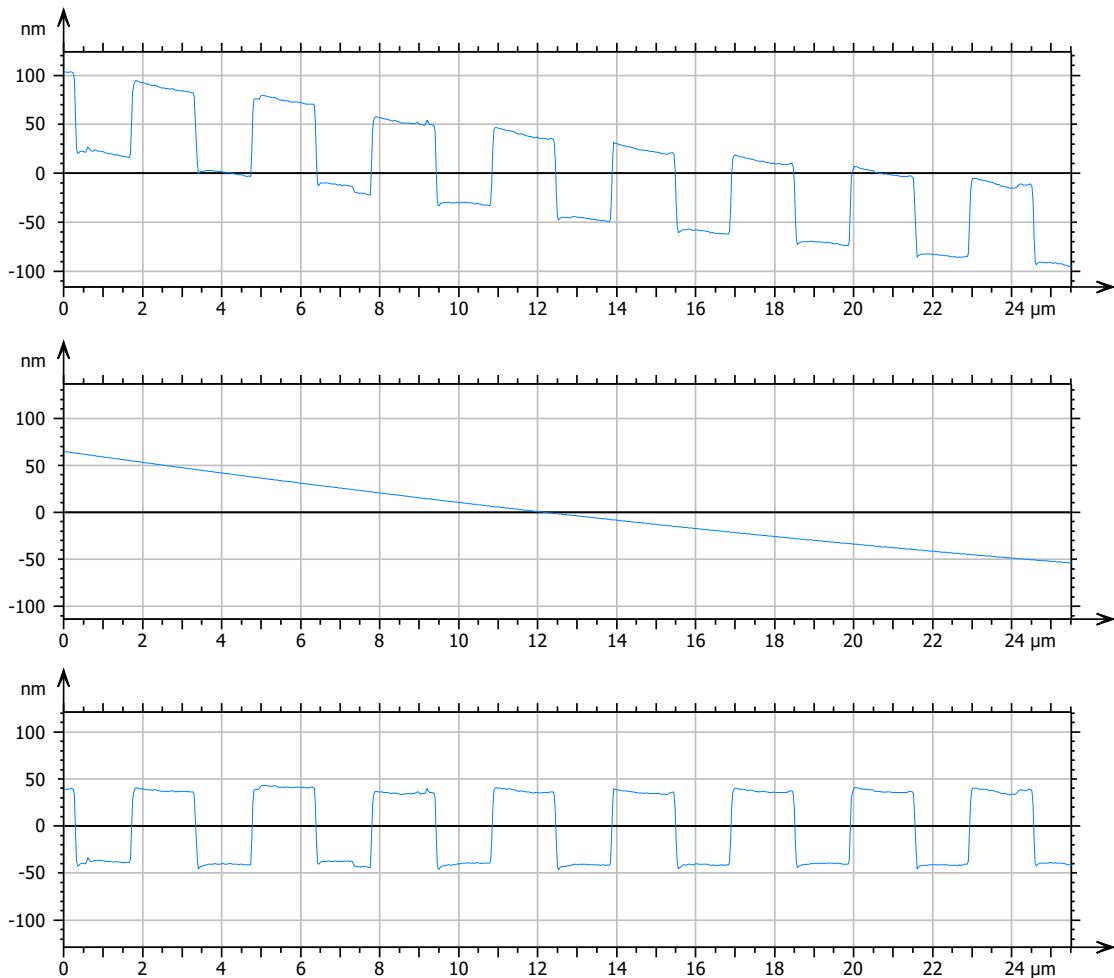
Mikroskopija poprečnom silom (engl. *Lateral Force Microscopy* – LFM) u principu je kontaktni način rada, ali se izvodi pod određenim kutom skeniranja, tj. u smjeru okomitom na duljinu nosača ticala. Koristi se s ciljem detekcije materijalnih razlika u mjenom uzorku, a pogotovo kod uzoraka kod kojih nije jednostavno uočiti dvije komponente u smjesi [89]. Rezultat mjerenja je slika topografije površine uz vrijednost otklona nosača ticala.

2.4. Analiza AFM slike

Podatke dobivene mjerenjem mikroskopom atomskih sila potrebno je obraditi, prikazati i analizirati kako bi se iz njih dobilo najviše korisnih informacija. Podaci dobiveni AFM-om pohranjeni su u obliku matrice u kojoj se nalaze podaci izmjerenih visina u funkciji o xy -položaju na mjerenoj površini. Podaci se kao rezultat mjerenja prikazuju u obliku slike u 2D i 3D prikazu.

2.4.1. Obrada AFM slike

Obrada slike koristi se kako bi se poboljšao prikaz slike, odnosno kako bi se olakšalo promatranje i analiza izmjerenih značajki površine. Prvi i najvažniji korak koji se koristi u obradi podataka je niveliranje (engl. *levelling*). Prilikom mjerenja podloga na koju se fiksira uzorak ili sam uzorak može stajati pod nekim kutom u odnosu na horizontalnu ravninu. S obzirom na to da se AFM-om mjere visine ovisno o položaju u horizontalnoj ravnini, sama promjena visine podloge tada izravno utječe na vrijednosti izmjerenih visina na uzorku. 2.10.a) prikazuje poprečni presjek nefiltriranog uzorka. 2.10.b) označava odstupanje od oblika koje se uklonilo niveliranjem. I konačno, slika 2.10.c) prikazuje poprečni presjek uzorka koji je filtriran opcijom niveliranja. Preskakanje niveliranja može dovesti do krivog zaključka o stanju površine, a samim time i do pogrešnih zaključaka.



Slika 2.10. Obrada AFM slike: niveliranje

Sljedeći korak u obradi slike je filtriranje. Primjena filtara za obradu slike ima dvije osnovne svrhe: poboljšanja kontrasta određenih značajki te uklanjanje artefakata i ostalih određenih značajki profila (visokofrekventni šum, pikseli sa šumom, linije šuma itd.). Oni se često uklanjaju jednostavnim matričnim filtrima. Ti se filtri sastoje od zbroja umnožaka obližnjih vrijednosti piksela s elementima matrice težine.

Matrični filtri koriste se za:

- uklanjanje šuma sa slika
- izoštravanje slike (visokopropusni filtri)
- izgladivanje slike (niskopropusni filtri).

Algoritam koji prikazuje jednačba (2.8) opisuje 3×3 konvoluciju piksela slike. Izmjerena vrijednost piksela slike u matrici slike $z(x, y)$ zamijenjena je modificiranom vrijednošću $z'(x, y)$.

$$z'(x, y) = \frac{\sum_{i=x-1}^{x+1} \sum_{j=y-1}^{y+1} W_{(i-x+2, j-y+2)} z(i, j)}{\sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 |W(i, j)|} \quad (2.8)$$

Gdje su:

W	matrica
z	izmjerena vrijednost piksela
z'	modificirana vrijednost piksela.

Ovisno o svojstvima matrice W , mogu se realizirati visokopropusni, niskopropusni i druge vrste filtara.

Drugi često korišteni filtar je medijan filtar. Medijan filtar uklanja šum na slikama [90]. Prednost ovog filtra je što ne dovodi do izraženog zamućivanja oštih rubova na slici, kao što to čine ostali filtri koji se temelje na srednjim vrijednostima piksela. Na primjeru matrice 3×3 filtriranje medijan filtrom provodi se kako slijedi: piksel koji se nalazi u sredini matrice zamjenjuje se medijanom preostalih 8 piksela. Isti postupak se primjenjuje na sve piksele na slici. Glavna prednost medijan filtra je što grube greške ne utječu na rezultat.

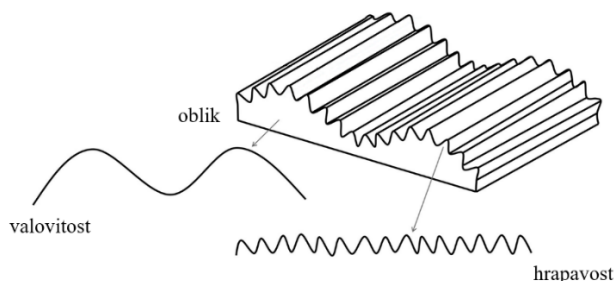
Sljedeći često primjenjivan filtar je Fourierov filtar. Fourierov filtar ne koristi se za poboljšanje slika. Naglasak u Fourierovom filtriranju je na poboljšanju periodičkog dijela slike [91]. Korisna primjena kod AFM slike je identifikacija dugotrajnog periodičkog valovitog signala na slici koji može biti skriven u šumu u izvornoj slici. Druga primjena je kvantitativna usporedba dviju različitih periodičnosti koje su prisutne na jednoj slici.

Uz isporuku rezultata mjerenja dobivenih mikroskopom atomskih sila važno je napomenuti koji su filtri i ostali algoritmi primijenjeni na izvorne, sirove podatke.

2.4.2. Analiza topografije površine

Slika kao rezultat mjerenja dobiven mikroskopom atomskih sila vrlo je prikladna za daljnju analizu. Vrlo je rijedak slučaj da samo prikazana izmjerena slika je dovoljna za puni opis mjerenog uzorka. Postoji čitav niz postupaka analize slike koji su često vrlo specifični za problem koji se proučava. Često se provode daljnje analize kako bi se dobile kvantitativne informacije o uzorku.

Analiza topografije površine iz slike dobivene korištenjem mikroskopa atomskih sila najčešći je kvantitativni opis stanja izmjerene površine. Topografija površine trodimenzionalni je izgled površine koji daje kvantitativni uvid u stanje površine [92]. Topografija površine uključuje komponente odstupanja od oblika, valovitosti i hrapavosti (slika 2.11.).



Slika 2.11. Komponente profila [93]

Stanje izmjerene površine kvantitativno se opisuje parametrima topografije. Parametri topografije mogu se podijeliti u dvije osnovne skupine: linijski (2D) i površinski (3D) parametri topografije. Za razliku od linijskih parametara topografije koji se dobivaju mjerenjem površine uzorka prolaskom ticala po jednoj liniji, površinski parametri topografije dobivaju se analizom površine [94]. Linijski parametri označeni su slovima P , W ili R [95]. Za razliku od linijskih parametara, površinski parametri računaju se na određenoj površini te nose oznake S ili V [15].

Površinski parametri topografije brojčano prikazuju stanje površine izmjerenog uzorka. U literaturi ti se parametri često nazivaju i 3D parametri topografije, odnosno hrapavosti. S ciljem jednoznačnog opisa stanja površine, postoji velik broj površinskih parametara topografije. Ti se parametri mogu razvrstati u nekoliko skupina: amplitudni, hibridni, funkcijski i raznovrsni. Da bi se dobio pravi uvid u stanje površine, potrebno je pratiti što veći broj površinskih parametara topografije.

Prema normi ISO 25178-2:2021, Geometrijske specifikacije proizvoda – Tekstura površine: Područje – Dio 2: Pojmovi, definicije i parametri teksture površine [15], amplitudni površinski parametri topografije su kako slijedi:

- Sq – srednje kvadratno je odstupanje unutar analiziranog područja. Računa se sukladno jednadžbi (2.9).

$$Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A z^2(x, y) dx dy} \quad (2.9)$$

- *Ssk* (Skewness) – asimetričnost raspodjele visine na promatranom području. Ako je ovaj parametar jednak nuli, razlika u visini je ravnomjerno (normalno) raspoređena. Ako je *Ssk* veći od nule, odstupanja su ispod granice srednje vrijednosti. Ako je manji od nule, odstupanja su iznad granice srednje vrijednosti.

$$Ssk = \frac{1}{Sq^3} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^3(x, y) dx dy \right] \quad (2.10)$$

- *Sku* (Kurtosis) – mjera oštine profila. *Sku* je parametar koji se odnosi na geometriju vrhova i dolova i prikladan je za analiziranje stupnja kontakta dva objekta. Matematički se zapisuje prema jednadžbi (2.11).

$$Sku = \frac{1}{Sq^4} \left[\frac{1}{A} \iint_A z^4(x, y) dx dy \right] \quad (2.11)$$

- *Sp* – parametar koji označava najveću vrijednost visina vrha na promatranom području.
- *Sv* – parametar koji označava najveću vrijednost dubine dola na promatranom području.
- *Sz* – najveća visina neravnina na promatranom području, a računa se kao:

$$Sz = Sp + Sv \quad (2.12)$$

- *Sa* – najčešće je korišten parametar i predstavlja aritmetičku sredinu apsolutnih odstupanja neravnina profila od srednje linije. Ovaj parametar opisuje se matematičkom formulom:

$$Sa = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A |z(x, y)| dx dy} \quad (2.13)$$

2.5. Artefakti

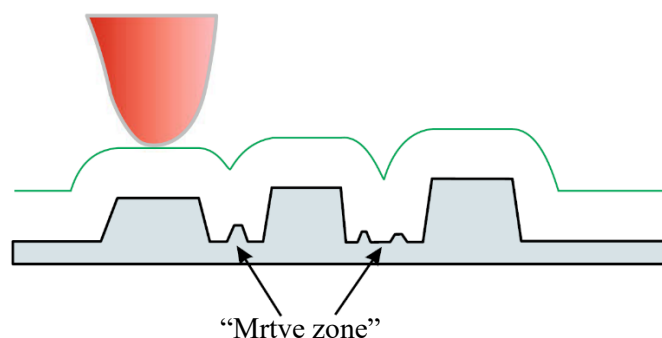
Svaki mjerni sustav sklon je pojavi artefakata ili nekoj drugoj grešci u obradi. Artefakt je definiran kao bilo koja značajka koja se pojavljuje na slici, a koja nije prisutna na mjerenom uzorku [96]. Otkrivanje artefakata ovisi o znanju i iskustvu mjeritelja. Stoga, s ciljem uklanjanja artefakata ili smanjenja utjecaja artefakata AFM slike na svojstva topografije površine, koriste se različiti filtri. Nije svaki artefakt moguće ukloniti ili smanjiti. Ovisno o kojoj se vrsti artefakta radi te o količini artefakta na samoj slici, ovisi uspješnost micanja artefakata sa slike. Pojavu artefakata na slici kao rezultatu mjerenja dobivenog primjenom mikroskopa atomskih sila može

uzrokovati bilo koji dio AFM mjernog sustava, uključujući tupo, slomljeno ili kontaminirano ticalo, skener, obrada slike, vibracije iz okoline, itd.

Najčešći artefakti nastaju kao posljedica ticala korištenih za skeniranje uzoraka [97]. Tupo ticalo nastaje kao posljedica mjerenja – prelaska ticala po površini uzorka. Mjerenje tupim ticalom uzrokuje pojavu:

- značajki koje izgledaju preveliko
- značajki, posebno rupe, koje izgledaju premalo
- predmeta čudnog oblika
- ponavljajućih uzoraka itd.

Slika 2.12 prikazuje kako izgleda mjerenje tupim ticalom. Prilikom mjerenja tupim ticalom može doći do pojave „mrtvih zona“ – značajki koje postoje na površini uzorka, ali zbog tupog ticala nisu izmjerene i prikazane na AFM slici.

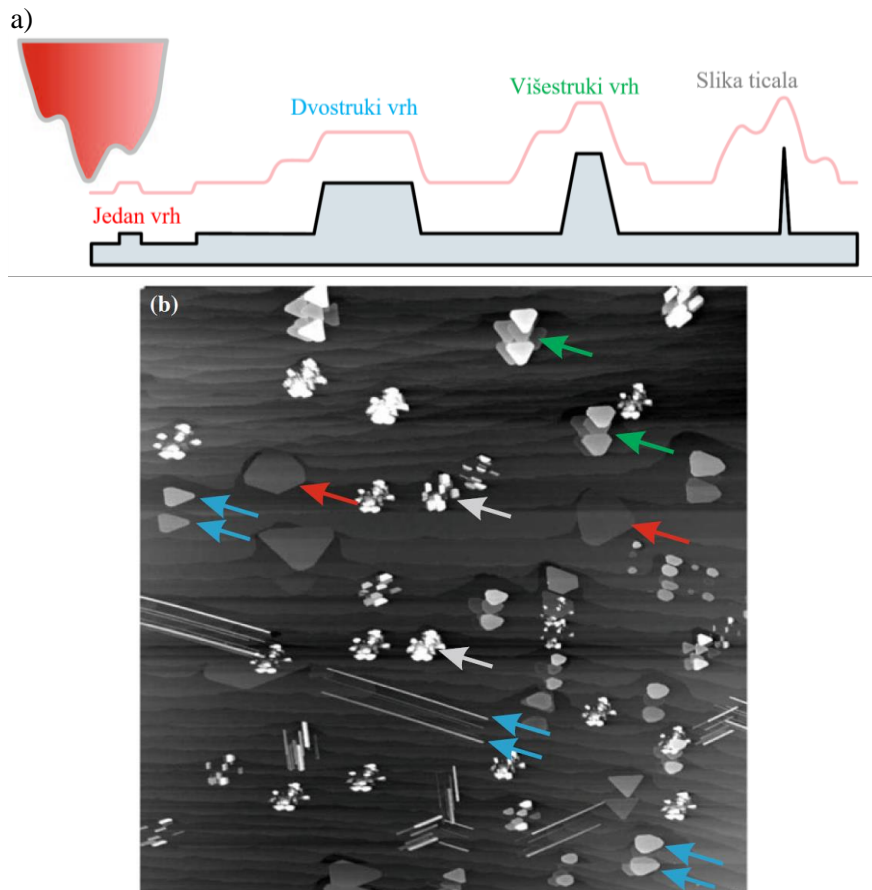


Slika 2.12. Prikaz mjerenja tupim ticalom [98]

Pojava kontaminacije ticala prilično je česta, pogotovo kod mjerenja mekih uzoraka. Lom vrha ticala može se pojaviti kada se uzorak dodirne ticalom bez povratne veze, uglavnom slučajno. Kada je ticalo slomljeno ili kontaminirano, rezultat su slike koje sadrže značajke neočekivanih oblika. Također, bilo koji ponavljajući obrazac na slikama, a koji se ne očekuje na mjenom uzorku, posljedica je slomljenog ili kontaminiranog ticala.

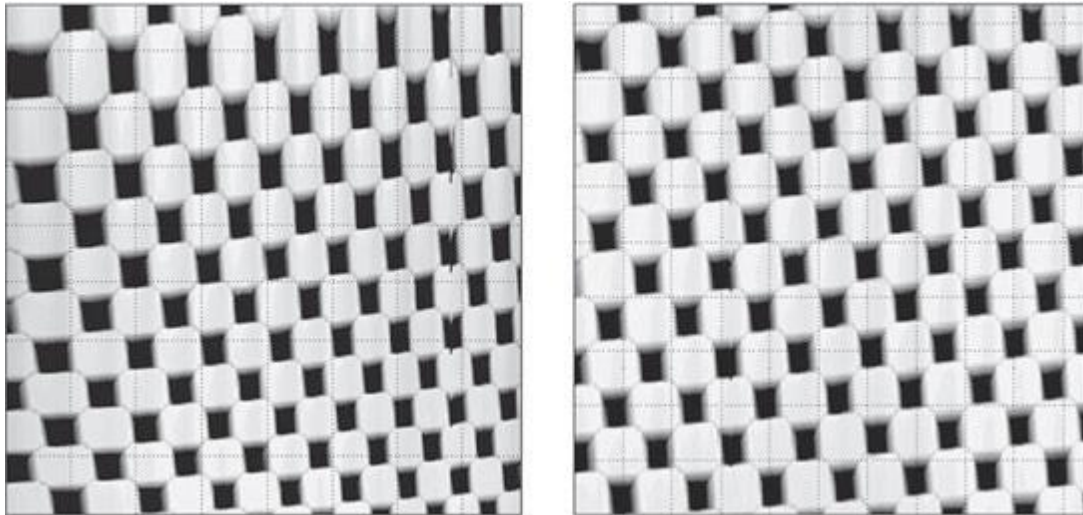
Slika 2.13.a) prikazuje kako mjerenje dvostrukim ili višestrukim vrhom utječe na sliku kao rezultat mjerenja. Svjetlocrvena linija prikazuje trag vrha ticala iznad površine mjenog uzorka. Vidi se da što su strukture i značajke koje se mjere više, to je jača tendencija stvaranja dvostrukih ili višestrukih značajki. Slika 2.13.b) prikazuje kakve značajke na AFM slici ostavlja duplo i višestruko ticalo. Za značajke koje su vrlo malo ili neznatno izbočene (crvena strelica), nema stvaranja artefakata. Plavim strelicama su označene pojave duplih značajki koje nastaju

kod mjerenja viših značajki. Još više strukture prikazane su s više mikrovrhova (zelene strelice). Uske i visoke strukture rezultiraju slikom strukture vrha, umjesto značajke površine (siva strelica).



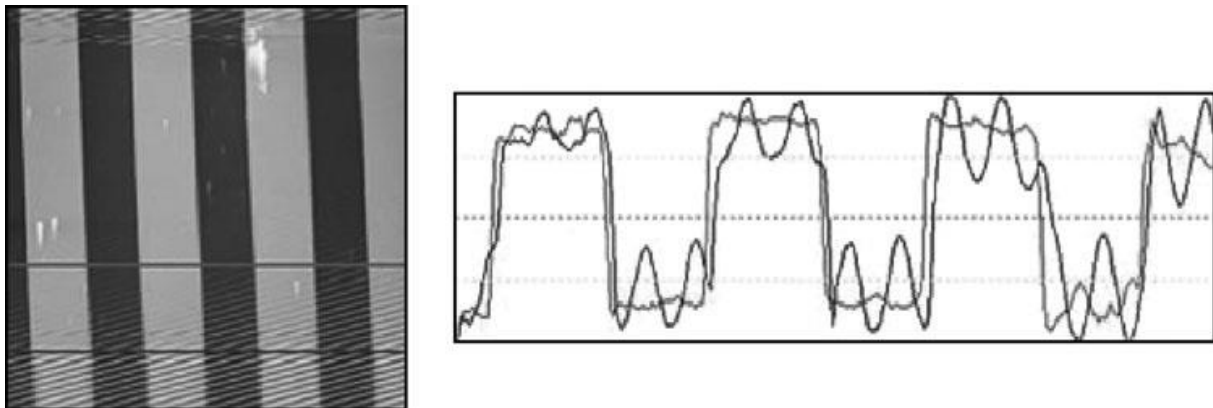
Slika 2.13. Mjerenje dvostrukim i višestrukim vrhom ticala [98]
 a) prikaz putanje dvostrukog i višestrukog vrha ticala,
 b) prikaz različitih značajki kao rezultat duplog i višestrukog ticala

Kada značajke na slici na jednoj strani izgledaju veće nego na drugoj, riječ je artefaktu nastalog kao posljedica nelinearnosti skenera. Skener AFM-a je potrebno podesiti u x - y -ravnini, kao i u z -osi. Uobičajeno, z -os podešava se referentnim etalonima s kalibracijskom rešetkom u visini od 100 nm do 200 nm, stoga mjerenja vrlo malih značajki (5 nm – 10 nm) mogu davati neprecizne rezultate. U tom slučaju, preporuka je podesiti AFM skener referentnim etalonima koji u sebi sadrže značajke visine od 5 nm do 10 nm. Slika 2.14 lijevo pokazuje skenirani referentni predmet na kojem se primjećuje nejednak odnos u veličini značajki na referentnom predmetu, tj. postoji problem linearnosti u ravnini x - y . Slika 2.14. desno prikazuje rezultat mjerenja referentnog predmeta kada je problem linearnosti riješen.



Slika 2.14. Problem nelinearnosti AFM skenera [68]

Okruženje u kojem je smješten AFM mjerni sustav vrlo je bitno. Okolišne vibracije mogu uzrokovati drugačije osciliranje ticala te dovesti do pojave artefakata na slici. U tom slučaju, artefakti se pojavljuju kao oscilacije na slici. Slika 2.15. prikazuje utjecaj vibracija na rezultat mjerenja. Na lijevoj slici vidi se AFM slika referentnog predmeta, a desna slika prikazuje poprečni presjek po odabranoj liniji.



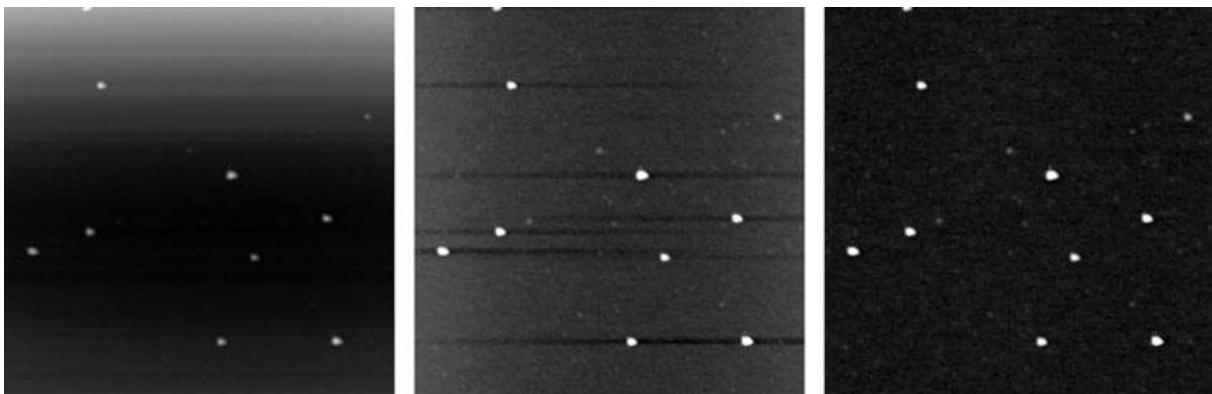
Slika 2.15. Utjecaj vibracija na rezultat mjerenje [68]
Lijevo: AFM sken. Desno: poprečni presjek

Okolišne vibracije mogu se podijeliti na one koje dolaze s poda te na akustične vibracije. Vibracije s poda može uzrokovati neki drugi stroj u istoj zgradi, prolazak vlaka ili hod čovjeka u blizini AFM-a. Akustične (zvučne) vibracije također mogu uzrokovati artefakte. Npr. prolazak zrakoplova iznad laboratorija, rad ostalih uređaja u neposrednoj blizini AFM-a ili čak i ljudski govor. Stoga je bitno mikroskop atomskih sila izolirati od utjecaja vibracija.

Artefakti mogu nastati kao posljedica kontaminacije samog uzorka. Otisci prstiju ili mastan uzorak uzrokuju određene pruge preko slike, ali mogu se eliminirati dobrom pripremom

i čišćenjem mjenenog uzorka. Osim kontaminacije uzorka, pomicanje uzorka tijekom mjerenja može uzrokovati pojavu artefakata, stoga je potrebno uzorak fiksirati. Također, ulazni parametri skeniranja (npr. brzina skeniranja) te određene laserske smetnje mogu utjecati na pojavu artefakata.

Analiza i obrada slike dobivenih AFM-om u pravilu se podrazumijeva. Pojavu artefakata može uzrokovati i upotreba određenog filtra za obradu slike. Npr. niveliranje, operacija koja je neophodna ako uzorak nije postavljen horizontalno, može postaviti horizontalne linije na sliku, a koje ne pripadaju samom uzorku. Također, korištenjem raznih filtara za obradu slika utječe se na izgled slike kao rezultata mjerenja. Prilikom interpretacije rezultata potrebno je navesti koji su filtri (ako jesu) korišteni u analizi slike kako ne bi došlo do zavaravajućih rezultata i pogrešnih zaključaka. Slika 2.16. prikazuje kako pogrešno korišten filter za obradu slike može prikazati značajke koje na originalnom uzorku ne postoje. Slika 2.16. lijevo je originalna snimka. Na srednjoj slici primijenjen je filter niveliranja *line-by-line*. Rezultat toga je prikaz vodoravnih linija koje se ne nalaze na mjenenom uzorku. Slika 2.16. desno prikazuje ispravno filtriran rezultat mjerenja.



Slika 2.16. Artefakt kao posljedica niveliranja [68]

3. MJERNA NESIGURNOST

Poznato je da je ključni pokazatelj kvalitete rezultata mjerenja mjerna nesigurnost. Sukladno Vodiču za procjenu mjerne nesigurnosti (engl. *Guide to the expression of uncertainty of measurement* – GUM) mjerna nesigurnost definirana je kao parametar pridružen rezultatu mjerenja koji opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se razumno moglo pripisati mjerenoj veličini uz određenu vjerojatnost [10].

Svrha mjerenja jest određivanje vrijednosti mjerene veličine. Ispravno razumijevanje podataka dobivenih provedbom mjerenja ključno je za primjenu tih podataka. Kada se podaci prikupljeni provedbom mjerenja koriste za donošenje odluka, često se pretpostavlja da su podaci točni, čak i do te mjere da se gotovo nikada ne prilaže informacija o mjerenoj nesigurnosti izmjerenog rezultata. Općenito, mjerni je rezultat samo aproksimacija ili procjena vrijednosti mjerene veličine. Stoga, mjerni je rezultat potpun samo kada je praćen iskazom nesigurnosti te procjene [10].

Iskazivanju mjerne nesigurnosti prethodi postavljanje matematičkog modela koji najbolje opisuje mjerenu veličinu. Matematički model predstavlja odnos izlazne i ulaznih veličina, a sastoji se od mnogo funkcijski povezanih sastavnica. Prema GUM-u, za procjenu mjerne nesigurnosti potrebno je poznavati sve parametre koji utječu na proces mjerenja. Također, potrebno je procijeniti sastavnice svakog pojedinog parametra koji utječe na rezultat mjerenja.

Za procjenu mjerne nesigurnosti primjenjuju se različite metode. Općeprihvaćen model na području mjeriteljstva kojim se u praksi provode izračuni mjerne nesigurnosti je GUM metoda. S obzirom na to da kod mikroskopije atomskih sila postoji velik broj utjecajnih parametara, a funkcijski odnosi su složeni i nelinearni, procjena mjerne nesigurnosti prema Vodiču za procjenu mjerne nesigurnosti nije dovoljna. Stoga se koristi metoda Monte Carlo simulacija (MCS). Uz metodu Monte Carlo simulacija za izračun mjerne nesigurnosti može se koristiti Bayesova metoda. Bayesova metoda za procjenu mjerne nesigurnosti koristi se kod veličina koje nisu normalno distribuirane, koja imaju neka ograničenja ili iskrivljenu raspodjelu gustoće funkcije, kod podataka kod kojih je potrebno uzeti u obzir početne, priorne pretpostavke.

3.1. GUM metoda

Postupak procjene mjerne nesigurnosti prema GUM-u koristi se kod dobro definiranih fizičkih veličina koje se mogu opisati jedinstvenom vrijednošću [10]. Općenito, mjerna se nesigurnost sastoji od više sastavnica. GUM metoda sastoji se od definiranja i procjene svih sastavnica. Sastavnice nesigurnosti mogu se razvrstati u dva razreda: sastavnice A- i sastavnice B-vrste. Sastavnice A-vrste računaju se statističkom analizom niza opažanja, odnosno na temelju ponovljenih mjerenja. Sastavnice B-vrste temelje se na poznavanju apriornih raspodjela određene ulazne veličine, obično iskustveno ili na osnovi drugih podataka. Zbog nesavršenosti mjerenja dolazi do pojave sustavnih i slučajnih pogrešaka. Prema GUM-u podrazumijeva se korekcija rezultata mjerenja za vrijednost sustavne pogreške.

Postupak u određivanju i izražavanju nesigurnosti mjernog rezultata prema GUM metodi provodi se kako slijedi.

1. Postaviti matematički model koji prikazuje odnos mjerene veličine Y i ulaznih veličina X_i :

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N). \quad (3.1)$$

Procjena izlazne veličine Y , koja se označuje s y , dobiva se iz jednadžbe (3.1) upotrebom procjena ulaznih veličina x_1, x_2, \dots, x_N , jednadžba (3.2).

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N). \quad (3.2)$$

2. Odrediti najbolje procjene ulazne veličine x_i . Odrediti standardne nesigurnosti $u(x_i)$ svake procjene ulazne veličine x_i . To može biti na temelju niza opažanja (A-vrsta) ili na temelju apriornih raspodjela (B-vrsta).
3. Iz standardnih nesigurnosti odrediti sastavljenu standardnu nesigurnost $u_c(y)$ procjene mjernog rezultata y . Sastavljena standardna nesigurnost pozitivan je drugi korijen sastavljene varijance dane izrazom (3.3) za nekorelirane ulazne veličine, odnosno (3.4) za korelirane ulazne veličine.

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i)} \quad (3.3)$$

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)} \quad (3.4)$$

4. Izračunati koeficijente osjetljivosti. Koeficijent osjetljivosti predstavlja razinu osjetljivosti izlazne veličine u odnosu na promjenu određene ulazne veličine. Koeficijenti osjetljivosti računaju se prema jednadžbi (3.5).

$$c_i = \left. \frac{\partial f}{\partial X_i} \right|_{X_1=x_1, \dots, X_N=x_N} \quad (3.5)$$

5. Iz Welch-Satterthwaiteove formule, jednadžba (3.6), izračunati stvarni broj stupnjeva slobode v_{eff} sastavljene standardne nesigurnosti $u_c(y)$.

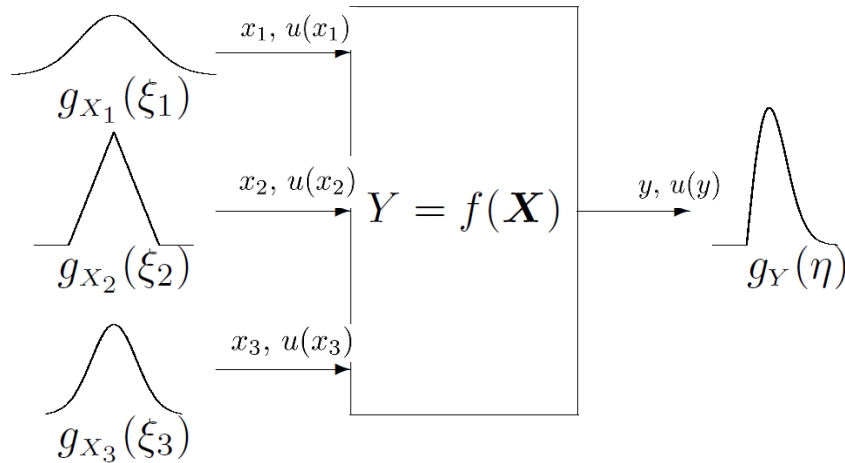
$$v_{\text{eff}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (3.6)$$

Za izračun stvarnog broja stupnjeva slobode potrebno je za svaku sastavnicu standardne nesigurnosti znati broj stupnjeva slobode v_i . Broj stupnjeva slobode određuje se ovisno o vrsti nesigurnosti. Ako je $v_{\text{eff}} \geq 30$, može se pretpostaviti da se izlazna veličina ponaša po normalnoj raspodjeli $\frac{Y-y}{u(y)} \sim N(0; 1)$. Ako je $v_{\text{eff}} < 30$, pretpostavlja se da se izlazna veličina ponaša po Studentovoj raspodjeli $\frac{Y-y}{u(y)} \sim t_{v_{\text{eff}}}$.

6. Prikazati proširenu nesigurnost U čija je svrha dobiti interval od $y - U$ do $y + U$. Proširena nesigurnost računa se kao umnožak faktora pokrivanja k i sastavljene standardne nesigurnosti $u_c(y)$, jednadžba (3.7).

$$U = k u_c(y) \quad (3.7)$$

Postupak u određivanju mjerne nesigurnosti GUM metodi temelji se na zakonu o prijenosu nesigurnosti (engl. *law of propagation of uncertainty* – LPU), što ilustrativno prikazuje slika 3.1. U prikazanom slučaju mjerna funkcija $f(X)$ ovisi o trima ulaznim varijablama X_1 , X_2 , X_3 , čije su najbolje procjene vrijednosti x_1 , x_2 i x_3 sa standardnim nesigurnostima $u(x_1)$, $u(x_2)$, $u(x_3)$. Varijable X_1 i X_3 opisane su normalnim raspodjelama, a varijablu X_2 opisuje trokutasta raspodjela. Izlazna veličina Y i njena najbolja procjena y opisane su nesimetričnom raspodjelom, sa standardnom nesigurnosti $u(y)$.



Slika 3.1. Implementacija GUM metode: zakon prijenosa nesigurnosti [99]

Primjena GUM metode podrazumijeva linearnost mjerne funkcije (jednadžba (3.1)), primjenu centralnog graničnog teorema te odgovarajuć izračun stupnjeva slobode [10].

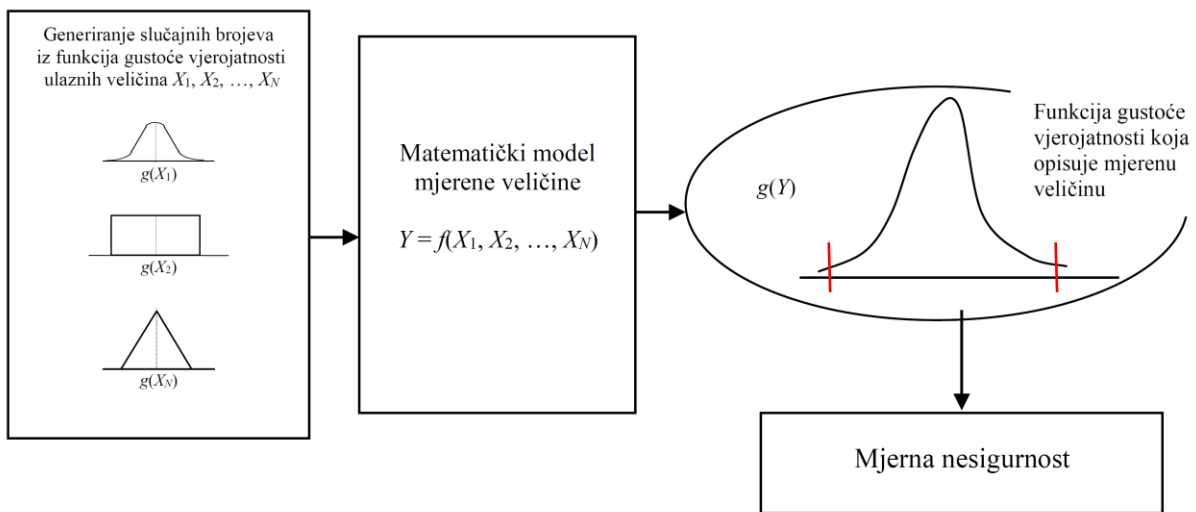
3.2. Metoda Monte Carlo simulacija

Metoda Monte Carlo simulacija (MCS) predstavljena je normom JCGM 101:2008 – Dopuna 1. Vodiču za procjenu mjerne nesigurnosti – Prijenos razdioba uporabom metode Monte Carlo [18]. Monte Carlo metoda koristi širenje raspodjele ulaznih izvora nesigurnosti korištenjem modela za osiguravanje raspodjele izlaza. Metoda Monte Carlo simulacija numerička je metoda koja se temelji na generiranju mnogih nasumičnih vrijednosti te analizi dobivenih podataka, a s ciljem dobivanja informacija o najboljoj procjeni izlazne veličine. Metoda Monte Carlo simulacija posebno je korisna kada osnovne raspodjele vjerojatnosti sustava nisu dobro poznate ili se ne mogu lako analitički odrediti. U nastavku su navedeni osnovni koraci prilikom korištenja Monte Carlo simulacija u procjeni mjerne nesigurnosti.

- Identifikacija relevantnih izvora mjerne nesigurnosti. Prvi je korak utvrditi relevantne izvore nesigurnosti koji mogu utjecati na rezultat mjerenja.
- Modeliranje izvora nesigurnosti. Za svaki izvor nesigurnosti potrebno je koristiti određenu raspodjelu vjerojatnosti ili skup podataka iz prethodnih mjerenja. Metoda MCS nije ograničena odabirom apriornih raspodjela; one mogu biti i asimetrične.

- Generiranje slučajnih brojeva iz funkcija gustoće vjerojatnosti ulaznih veličina. Koristeći izvore nesigurnosti i njihove raspodjele, generira se veliki broj M slučajnih rezultata mjerenja.
- Procjena izlazne veličine. Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine dobiva se generiranjem slučajnih brojeva iz funkcija gustoće vjerojatnosti ulaznih veličina.
- Procjena mjerne nesigurnosti. Na temelju izlazne funkcije gustoće vjerojatnosti odrediti interval mjerne nesigurnosti zadane vrijednosti.

Cijeli postupak provedbe metode Monte Carlo simulacija u procjeni mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja prikazan je slikom 3.2. Budući da metoda Monte Carlo simulacija omogućuje uzimanje u obzir različitih izvora nesigurnosti i generiranje velikog broja mjerenja uzoraka, ova se metoda može smatrati točnijom i sveobuhvatnijom procjenom mjerne nesigurnosti od GUM metode.



Slika 3.2. Ilustrativni prikaz provedbe metode Monte Carlo simulacija [100]

3.3. Bayesova metoda

Bayesova metoda u procjeni mjerne nesigurnosti temelji se na Bayesovom teoremu. Za rezultate mjerenja pretpostavlja se da pripadaju nekoj raspodjeli s funkcijom gustoće kojoj se pripisuje jedan ili više parametara. Kod Bayesove metode parametar raspodjele promatra se kao slučajna varijabla koja sama za sebe ima neku raspodjelu. Raspodjela kojoj podliježe parametar naziva se apriorna raspodjela. Rezultati mjerenja i parametar ne moraju nužno biti iz iste raspodjele. Procjena parametara provodi se na osnovi posteriorne raspodjele koja se dobiva kao krajnji rezultat Bayesove formule. Ako se uz poznavanje ulaznih podataka provodi i novo mjerenje, koristeći Bayesovu formulu može se odrediti posteriorna raspodjela novog skupa rezultata mjerenja.

Bayesov teorem, kojim se računa uvjetna vjerojatnost $P(A|B)$, u najjednostavnijem obliku dan je u jednadžbi (3.8).

$$P(A|B) = \frac{P(B|A) \cdot P(A)}{P(B)} \quad (3.8)$$

Pri čemu su:

- $P(A|B)$ uvjetna vjerojatnost – vjerojatnost da se ostvario događaj A uz uvjet da se prije ostvario događaj B
- $P(B|A)$ uvjetna vjerojatnost – vjerojatnost da se ostvario događaj B uz uvjet da se prije ostvario događaj A
- $P(A)$ vjerojatnost ostvarivanja događaja A
- $P(B)$ vjerojatnost ostvarivanja događaja B.

Bayesova metoda sastoji se od provedbe koraka opisanih u nastavku [101].

- Definiranje apriorne raspodjele $f_Y(\eta)$. To se temelji na prethodnom znanju o parametru η ili pretpostavkama o mjernoj nesigurnosti.
- Uspostavljanje promatranog statističkog modela $f_{X|Y}(\xi|\eta)$. Grčkim slovom ξ označeni su prikupljeni podaci (rezultati mjerenja), a model $f_{X|Y}(\xi|\eta)$ prikazuje vjerovanje vezano za ξ , ali ako je ispunjen uvjet $Y = \eta$.
- Formiranje posteriorne raspodjele $f_{Y|X}(\eta|\xi)$. Nakon prikupljanja podataka i analize istih, dolazi se do novih vjerovanja o izlaznoj veličini, stoga se dolazi do formiranja posteriorne raspodjele.

Zapis Bayesovog teorema koristeći funkcije gustoća pojedinih raspodjela, a s pretpostavkom da su raspodjele kontinuirane, prikazan je u nastavku, jednačba (3.9).

$$f_{Y|X}(\eta|\xi) = \frac{f_{X|Y}(\xi|\eta)f_Y(\eta)}{f_X(\xi)} = \frac{f_{X|Y}(\xi|\eta)f_Y(\eta)}{\int f_{X|Y}(\xi|\eta)f_Y(\eta)d\eta} \quad (3.9)$$

Gdje su:

- $f_Y(\eta)$ apriorna raspodjela
- $f_X(\xi)$ marginalna funkcija gustoće
- $f_{Y|X}(\eta|\xi)$ posteriorna funkcija
- $f_{X|Y}(\xi|\eta)$ vjerojatnost – promatrani statistički model.

Uvjetna vjerojatnost $f_{X|Y}(\xi|\eta)$ za n opažanja X_1 do X_n dana je izrazom (3.10).

$$f_{X_1, \dots, X_n|Y}(\xi_1, \dots, \xi_n|\eta) = \prod_{i=1}^n f_{X_i|Y}(\xi_i|\eta) = \mathcal{L}_X(\eta) \quad (3.10)$$

Uvrštavanjem (3.10) u (3.9) dobiva se izraz (3.11).

$$f_{Y|X}(\eta|\xi) = \frac{f_{X|Y}(\xi|\eta)f_Y(\eta)}{\int f_Y(\eta)f_{X|Y}(\xi|\eta)d\eta} = \frac{\mathcal{L}_X(\eta)f_Y(\eta)}{c} \propto \mathcal{L}_X(\eta)f_Y(\eta) \quad (3.11)$$

gdje je c konstanta koja je neovisna o slučajnoj varijabli η . Konstanta c dana je izrazom (3.12).

$$c = \int \mathcal{L}_X(\eta)f_Y(\eta)d\eta \quad (3.12)$$

Prema jednačbama od (3.9) do (3.12), posteriorna raspodjela može se izraziti kao proporcionalna funkciji vjerodostojnosti i priornoj raspodjeli, jednačba (3.16).

$$f_{Y|X}(\eta|\xi) \propto \mathcal{L}_X(\eta)f_Y(\eta) \quad (3.13)$$

Očekivana vrijednost, odnosno procjena mjerene veličine koja se dobiva iz posteriorne raspodjele prikazana je jednačbom (3.14).

$$\hat{\eta} = \int_{-\infty}^{\infty} \eta f_{Y|X}(\eta|\xi) d\eta = \frac{\int \eta \mathcal{L}_X(\eta) f_Y(\eta) d\eta}{\int \eta \mathcal{L}_X(\eta) f_Y(\eta) d\eta} \quad (3.14)$$

Standardna nesigurnost u rezultata mjerenja računa se kao drugi korijen iz izračunate varijance, prema jednadžbi (3.15)

$$u(\hat{\eta}) = \left(\int (\eta - \hat{\eta})^2 f_{Y|X}(\eta|x) d\eta \right)^{1/2} \quad (3.15)$$

Potrebno je odrediti raspon vrijednosti koji obuhvaća interval pokrivanja. S pretpostavkom dvostrane raspodjele, granice intervala glase kako prikazuje jednadžba (3.16).

$$\int_{-\infty}^a f_{Y|X}(\eta|\xi) = \int_b^{\infty} f_{Y|X}(\eta|\xi) = \frac{\alpha}{2} \quad (3.16)$$

Vjerojatnost intervala pokrivanja C prikazan je izrazom (3.17).

$$P(\eta \in C = (a, b)|\xi) = \int_a^b f_{Y|X}(\eta|\xi) d\eta = 1 - \alpha \quad (3.17)$$

Ulazne veličine X mjernog modela mogu se prikazati izrazom (3.18).

$$X = (D, \theta) \quad (3.18)$$

Gdje su:

- D veličina indikacije (A-vrsta)
- θ ostale ulazne veličine (B-vrsta).

U Bayesovoj analizi mjerni je model dan izrazom (3.19). To je opservacijski model – model u kojem su rezultati mjerenja (veličina indikacije) ovisni o izlaznoj veličini i drugim ulaznim veličinama.

$$D = \phi(Y, \theta) \quad (3.19)$$

Iz Bayesovog teorema (3.8) i opservacijskog modela (3.19) računa se posteriorna raspodjela za veličine Y i θ , jednadžba

$$f_{Y, \theta|D}(\eta, \theta|d) \propto \mathcal{L}_D(\phi(\eta, \theta)|d) f_{Y, \theta}(\eta, \theta) \quad (3.20)$$

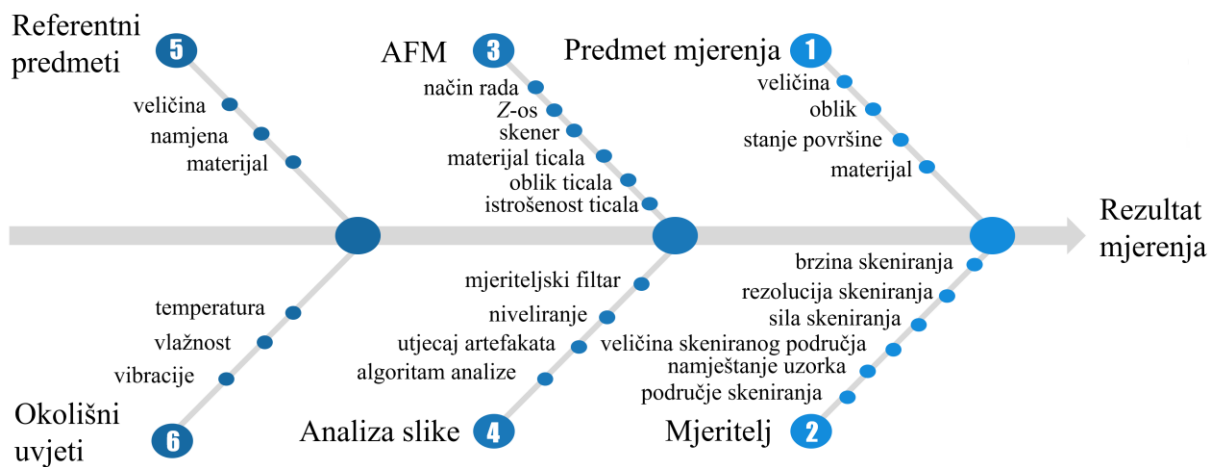
Gdje su:

- $f_{Y, \theta|D}(\eta, \theta)$ priorna raspodjela veličina Y i θ

$L_D(\phi(\eta, \theta)|d)$ funkcija vjerodostojnosti za veličinu indikacije.

3.4. Utjecajne veličine kod mjerenja AFM-om

S gledišta procjene mjerne nesigurnosti jedan od glavnih problema kod mikroskopije atomskih sila jest veliki broj utjecajnih parametara. Prema GUM-u potrebno je poznavati sve parametre koji utječu na rezultat mjerenja te doprinos svakog utjecajnog parametra mjernoj nesigurnosti. Budući da se radi o iznimno složenom mjernom sustavu s različitim primjenama u industriji i znanosti, a koje podrazumijevaju analizu rezultata i mjerenje uzoraka različitih materijala i primjene, procijeniti mjernu nesigurnost kod mikroskopije atomskih sila sukladno GUM-u veoma je kompleksno. S obzirom na to da postoji velik broj parametara koji utječe na rad i rezultat mjerenja mikroskopa atomskih sila, potrebno je istražiti kako i koliko pojedini parametar utječe na sam proces. Prvi je korak identifikacija i klasifikacija utjecajnih parametara na rezultat mjerenja. Na Ishikawa-dijagramu (slika 3.3.) utjecajni parametri razvrstani su u šest glavnih skupina: predmet mjerenja, mjeritelj, sam AFM, analiza slike, referentni predmeti te okolišni uvjeti.



Slika 3.3. Utjecajni parametri u AFM mjernom sustavu

Važno je napomenuti da se pojedini parametri mogu svrstati u više od jedne skupine, odnosno da se skupine koje uključuju određene utjecajne parametre isprepliću.

4. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

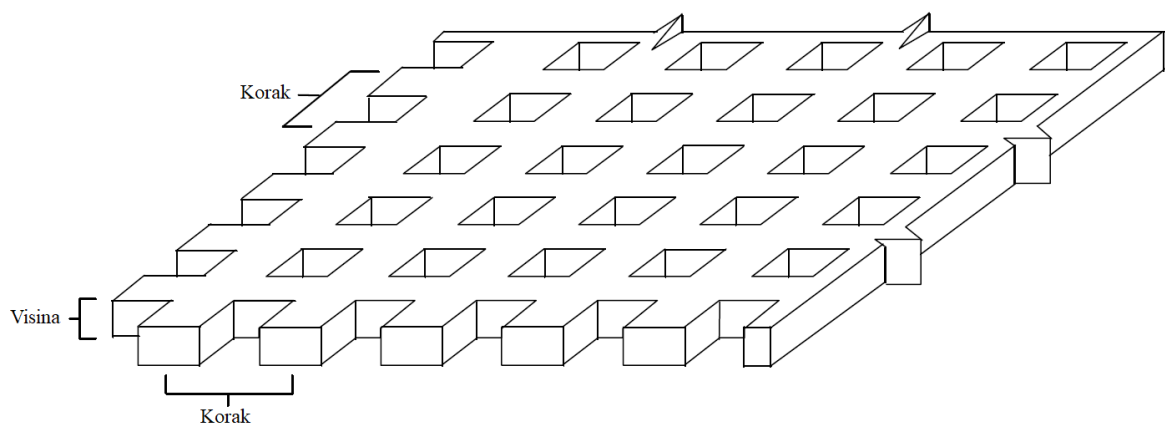
Eksperimentalna ispitivanja provedena su s ciljem istraživanja utjecajnih parametara na rezultat mjerenja. Prije same provedbe mjerenja postavljaju se ulazni parametri skeniranja, a to su: brzina skeniranja, rezolucija skeniranja i veličina skeniranja. Za svaki od tih parametara moguće je koristiti različite vrijednosti. Parametri poput sile skeniranja i amplitude skeniranja postavljaju se na optimalnu vrijednost, ovisno o materijalu uzorka te vrsti i istrošenosti ticala.

4.1. Predmeti mjerenja

Mjerenja u okviru ovog doktorskog rada provedena su na četirima etalonima i na mjernom uzorku.

4.1.1. Etalon 1

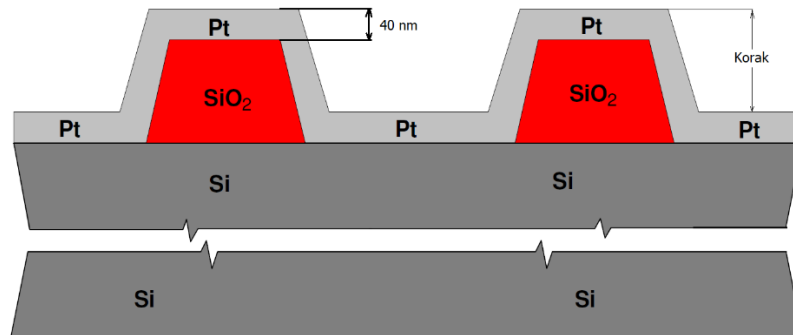
Etalon 1, umjereni referentni etalon korišten za provedbu mjerenja je Surface Topography Standard (STS) razvijen od strane američke tvrtke VLSI Standards [102] iz Milpitas. Spomenuti etalon koristi se za podešavanje AFM uređaja. STS etalon (slika 4.1.) na sebi sadrži značajke definirane u sva tri prostorna smjera, a omogućuje standardizaciju mjerenja, kalibraciju i praćenje linearnosti AFM mjernog instrumenta, kao i dobivanje informacije o stanju i istrošenosti vrha ticala.



Slika 4.1. Prikaz značajki na AFM etalonu [102]

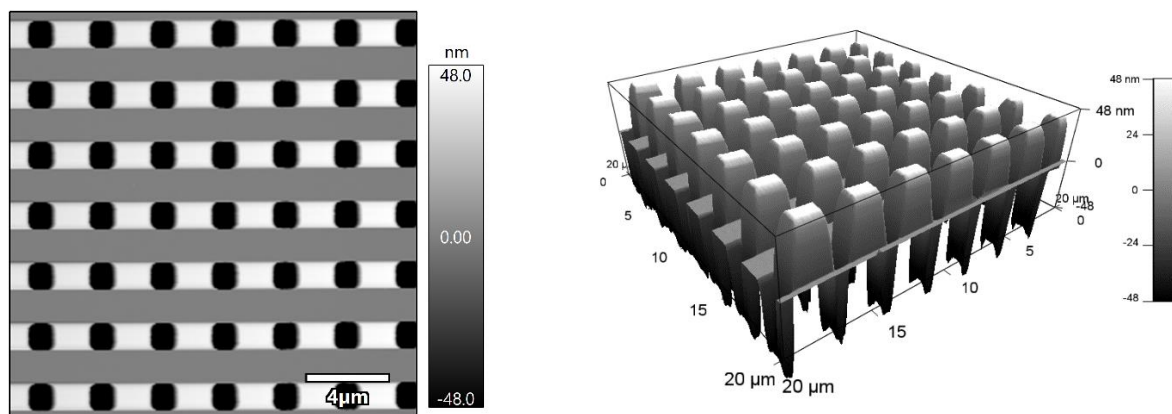
Etalon se sastoji od silikonske matrice dimenzija $12\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ s precizno izrađenim značajkama od silicijevog dioksida. Na etalonu se nalaze tri grupe značajki, međusobno udaljene za $100\text{ }\mu\text{m}$. Svaki rešetkasti obrazac na kojem se nalaze definirane značajke sastoji se od niza izmjeničnih pruga i razmaka, s ujednačenim korakom u oba horizontalna smjera, x - i y -

smjera. Tri su nazivne duljine koraka u x - i y -smjeru: $3\ \mu\text{m}$, $10\ \mu\text{m}$ i $20\ \mu\text{m}$. Nazivna visina značajki na etalonu u z -osi je $100\ \text{nm}$. Cijela matrica, uključujući i značajke na kalibracijskom području, obložena je ujednačenim slojem platine u nazivnom iznosu od $40\ \text{nm}$, slika 4.2.



Slika 4.2. Poprečni presjek etalona [102]

S obzirom na to da se radi o umjerenom AFM etalonu, uz etalon dolazi i certifikat o umjeravanju samog etalona. U certifikatu o umjeravanju etalona STS3-1000P [103] piše da visina značajki rešetke iznosi $(97,6 \pm 1,4)\ \text{nm}$ uz vjerojatnost $P = 95\ \%$. Za vrijeme provođenja mjerenja bili su postojani sljedeći okolišni uvjeti: temperatura $(20 \pm 1)\ ^\circ\text{C}$ i vlažnost $(42 \pm 2)\ \%$. Vrijednosti u Certifikatu propisuje Nacionalni institut za standarde i tehnologiju (engl. *National Institute of Standards and Technology* – NIST). Izgled Etalona 1 izmjenog na mikroskopom atomskih sila na Fakultetu strojarstva i brodogradnje prikazan je slikom 4.3.

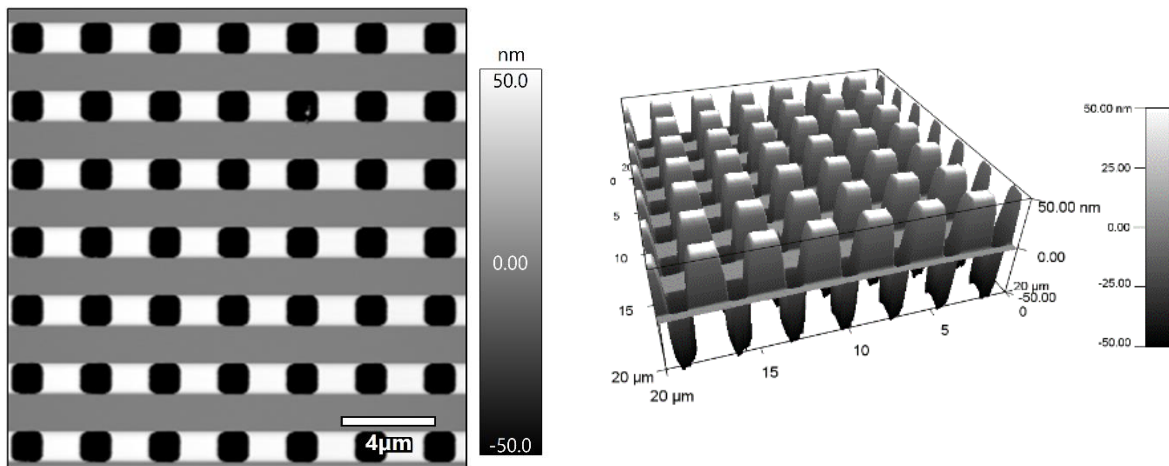


Slika 4.3. Etalon 1 u 2D (lijevo) i 3D (desno) prikazu

4.1.2. Etalon 2

Drugi po redu etalon proizvod je istog proizvođača kao i Etalon 1. Sastoji se od kalibracijske rešetke nazivne visine $100\ \text{nm}$. Budući da etalon nije umjeren, nema ni certifikat

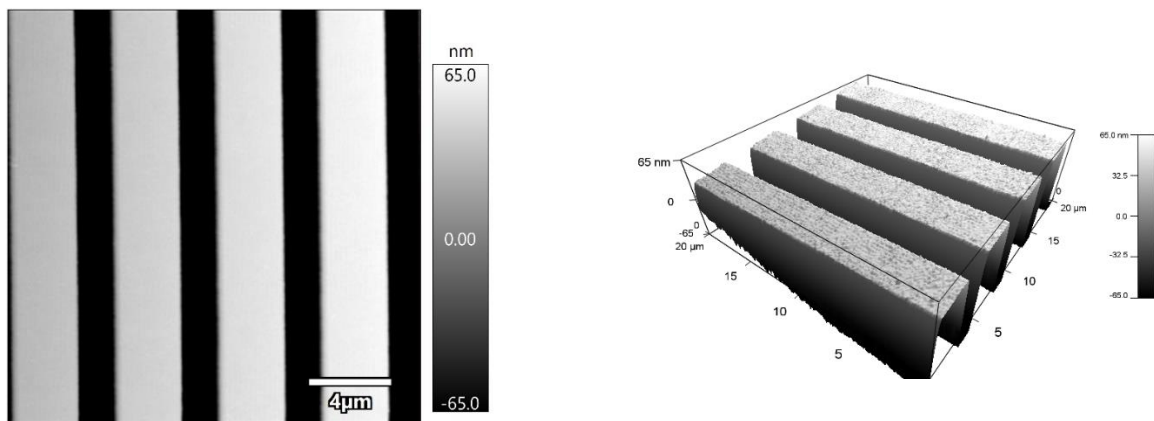
u kojem je propisana točna visina rešetki s pripadajućim iznosom proširene mjerne nesigurnosti visine. Etalon 2 prikazuje slika 4.4.



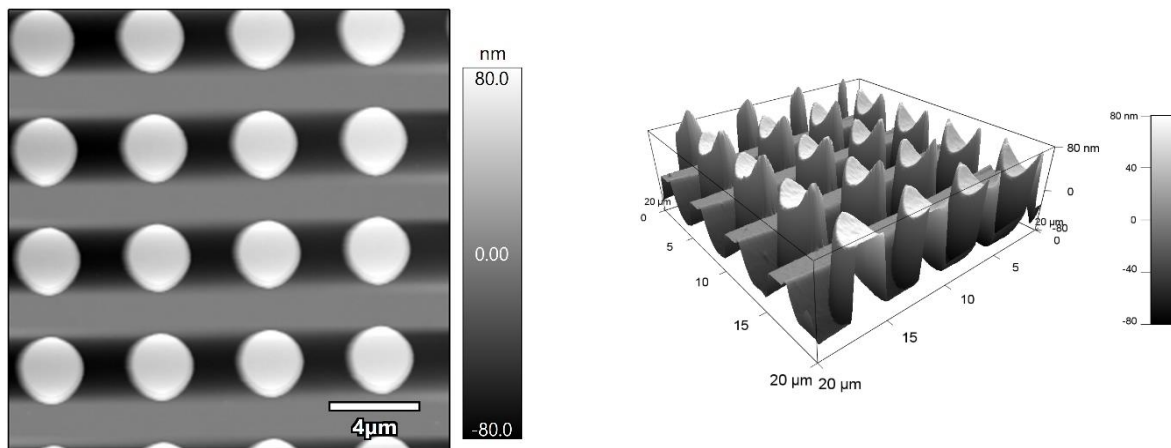
Slika 4.4. Etalon 2 u 2D (lijevo) i 3D (desno) prikazu

4.1.3. Etaloni 3 i 4

Etaloni 3 i 4 dobiveni su uz sami AFM uređaj. Etalon 3 (slika 4.5.) sastoji se od linijskih rešetki s izdignutim i udubljenim žljebovima. Etalon 4 (slika 4.6.) na sebi ima uzdignute stupove.



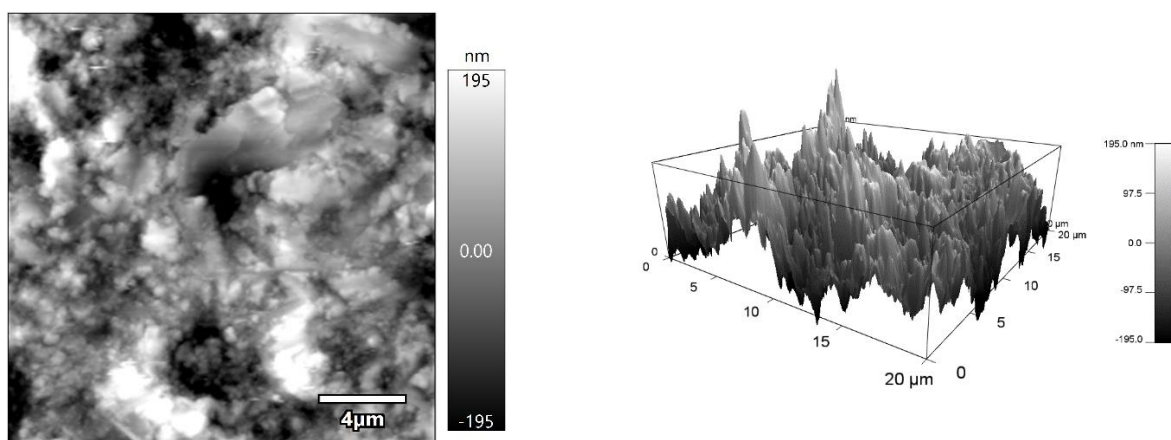
Slika 4.5. Etalon 3 u 2D (lijevo) i 3D (desno) prikazu



Slika 4.6. Etalon 4 u 2D (lijevo) i 3D (desno) prikazu

4.1.4. Mjerni uzorak

Uzorak od nehrđajućeg čelika poslužio je za provedbu određenih mjerenja. Mjerni uzorak prikazan je slikom 4.7.



Slika 4.7. Mjerni uzorak u 2D (lijevo) i 3D (desno) prikazu

4.2. Faktorski plan pokusa

U okviru ovog rada proveden je faktorski plan pokusa. Planom pokusa pokazuje se značajnost ulaznih parametara skeniranja kod mjerenja mikroskopom atomskih sila. Faktorski plan pokusa podrazumijeva izvedbu pokusa za sve razine odabranih ulaznih varijabli. U tablici 4.1 dane su ulazne varijable za plan pokusa. U ovom planu pokusa svaka varijabla ima dvije razine, stoga se provodi dvofaktorski plan pokusa. S obzirom na utjecajne veličine (slika 3.3.) te na sam način provedbe mjerenja, preliminarna istraživanja uključivala su ulazne parametre mjerenja koji se softverski odabiru prije provedbe mjerenja te način rada mikroskopa. Plan pokusa izrađen je i analiziran programom *Design Expert 13*.

Tablica 4.1. Ulazne varijable u plan pokusa

Oznaka varijable	Ulazna varijabla	Vrsta varijable	Mjerna jedinica	Niža vrijednost	Viša vrijednost
A	Način rada	Nazivna	–	Isprekidani	Kontaktni
B	Veličina skeniranog područja	Omjerna	$\mu\text{m} \times \mu\text{m}$	10×10	20×20
C	Rezolucija	Omjerna	–	256	512
D	Brzina skeniranja	Omjerna	$\mu\text{m s}^{-1}$	12,5	50

Kao izlaz praćena je dubina brazde h pravilne rešetke na uzorku te površinski parametri topografije S_a i S_z , parametri topografije koji se najčešće koriste za analizu topografije površine. Rezultate mjerenja provedenim dvofaktorskim planom pokusa dani su u tablici 4.2.

Tablica 4.2. Plan pokusa: rezultati mjerenja

Broj pokusa	Faktor A	Faktor B	Faktor C	Faktor D	Rezultat 1	Rezultat 2	Rezultat 3
	Način rada	Veličina skeniranog područja	Rezolucija skeniranja	Brzina skeniranja	h	S_a	S_z
	–	$\mu\text{m} \times \mu\text{m}$	–	$\mu\text{m s}^{-1}$	nm	nm	nm
1	isprekidani	5	256	25	92,50	23,334	140,921
2	kontakti	5	512	80	91,64	18,563	130,291
3	isprekidani	5	256	25	96,26	16,008	140,469
4	isprekidani	20	512	80	95,51	12,723	282,136
5	isprekidani	20	256	25	98,36	19,926	163,253
6	kontakti	20	512	80	85,10	17,763	157,326
7	kontakti	20	256	25	93,17	17,116	271,889
8	isprekidani	5	512	80	82,04	21,707	139,992
9	kontakti	5	256	25	102,8	20,086	124,676
10	kontakti	20	256	80	103,9	15,399	142,415

11	isprekidani	5	512	25	103,2	14,674	147,618
12	kontaktni	20	512	80	103,7	16,076	145,662
13	kontaktni	5	256	25	103,4	19,96	131,286
14	isprekidani	20	256	80	102,7	8,771	257,3
15	kontaktni	5	512	25	103,6	20,197	125,462
16	isprekidani	20	512	80	103,0	9,041	359,989

4.2.1. Analiza dubine brazde h umjerenog AFM etalona

Analizirana je visina h pravilne rešetke na etalonu, tablica 4.3. F -vrijednost modela u iznosu od 17,6565 i P -vrijednost u iznosu od 0,000205 ukazuju na to da je izabrani model prikladan za određivanje značajnih ulaznih varijabli na dubinu brazde h umjerenog AFM etalona. P -vrijednosti članova modela manjih od 0,05 ukazuju na značajnost pojedinog člana u modelu. U ovom modelu značajni su faktori A, B, D te njihove interakcije AD i BD.

Tablica 4.3. Analiza varijance za izrađeni model za izlaznu veličinu h

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Broj stupnjeva slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F -vrijednost	P -vrijednost	Značajnost
Model	640,7401	5	128,148	17,6565	0,000205	značajan
Članovi modela						
A – način rada	278,6003	1	278,6003	38,38613	0,00016	značajan
B – veličina skeniranog područja	69,89005	1	69,89005	9,6296	0,012658	značajan
D – brzina skeniranja	27,29538	1	27,29538	3,760816	0,084406	značajan
AD	51,41629	1	51,41629	7,084246	0,025977	značajan
BD	49,31872	1	49,31872	6,795238	0,028421	značajan
Ostatak	65,32052	9	7,257836			
Ukupno	706,0606	14				

Tablica 4.4. prikazuje veličine koje opisuju kvalitetu izrađenog matematičkog modela za varijablu h . Vrijednost prilagođenog koeficijenta determinacije R_{adj}^2 iznosi 0,8561. To znači da su ulazni parametri dobro izabrani, tj. 85,61 % modela može se opisati odabranim ulaznim parametrima i njihovim interakcijama. Koeficijent determinacije R_{pre}^2 iznosi 0,6864. To znači da je 68,64 % podataka dobivenih ispitivanjima moguće objasniti predviđajućim modelom, što je zadovoljavajuće. Razlika predviđenog koeficijenta determinacije R_{pre}^2 (0,6864) i prilagođenog koeficijenta determinacije R_{adj}^2 (0,8561) manja je od 0,2. To znači da su predviđeni i prilagođeni koeficijenti determinacije u razumnom slaganju. Vrijednost

koeficijenta determinacije R^2 iznosi 0,9075. Adekvatna preciznost prikazuje odnos veličina signala u odnosu na šum. Minimalna tražena vrijednost adekvatne preciznosti iznosi 4. U ovom slučaju vrijednost adekvatne preciznosti u iznosu od 10,8403, što je veće od minimalne tražene vrijednosti.

Tablica 4.4. Veličine koje opisuju kvalitetu razvijenog modela za izlaznu veličinu h

Procjena standardne devijacije	2,69
Aritmetička sredina	97,15
Koeficijent varijacije, %	2,77
Koeficijent determinacije R^2	0,9075
Prilagođeni koeficijent determinacije R_{adj}^2	0,8561
Predviđeni koeficijent determinacije R_{pre}^2	0,6864
Adekvatna preciznost	12,9829

Izraz (4.4) prikazuje jednadžbu modela izlazne veličine h s kodiranim ulaznim veličinama.

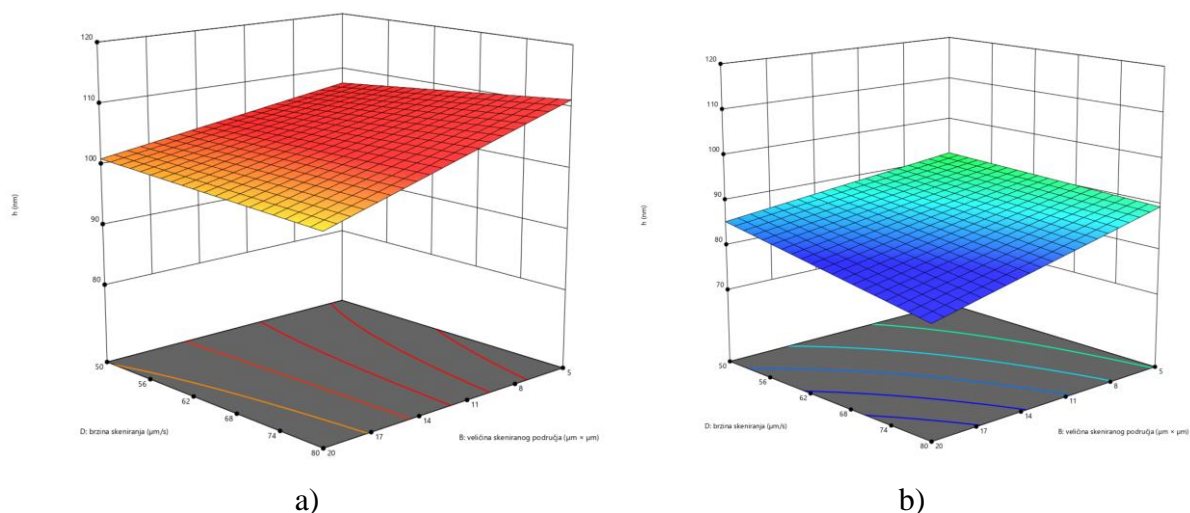
$$h = 95,33 - 9,35 A - 4,68 B - 1,10 D - 1,50 AD - 1,47 B \quad (4.1)$$

Jednadžba modela izlazne veličine h koji uključuje stvarne vrijednosti ulaznih veličina prikazuje jednadžba (4.5) za kontakti način rada te jednadžba (4.6) za isprekidani način rada.

$$h = 100,07844 + 0,226511 B + 0,190891 D - 0,013094 BD \quad (4.2)$$

$$h = 94,40778 + 0,226511 B - 0,009656 D - 0,013094 BD \quad (4.3)$$

Na slici 4.8. je prikazana izlazna veličina h u trodimenzijskom prikazu ovisno o brzini skeniranja i veličini skeniranog područja. 4.8.a) označava kontakti način rada, a slika 4.8.b) isprekidani način rada.



a) b)
Slika 4.8. Trodimenzijski prikaz izlazne veličine h ovisno o brzini skeniranja i veličini skeniranog područja za (a) kontakti način rada i (b) isprekidani način rada

Budući da kod provedbe ovog plana pokusa, pri visokim brzinama skeniranja, slika kao rezultat mjerenja postaje vrlo izobličena ne predstavljajući mjereni etalon u njegovom stanju, sva daljnja mjerenja provedena su na nižoj vrijednosti brzine skeniranja, odnosno na $25 \mu\text{m s}^{-1}$.

4.2.2. Analiza površinskog parametra topografije S_a

Planom pokusa analiziran je parametar S_a . U tablici 4.5. dana je analiza varijance izrađenog modela za parametar S_a . F -vrijednost modela u iznosu od 13,89 i P -vrijednost u iznosu od 0,0003 ukazuju na to da je izabrani model prikladan za određivanje značajnih ulaznih varijabli na površinski parametar topografije S_a . P -vrijednosti članova modela manjih od 0,05 ukazuju na značajnost pojedinog člana u modelu. U ovom modelu značajni su faktori A, B, D te njihova interakcija AD.

Tablica 4.5. Analiza varijance izrađenog modela za parametar S_a

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Broj stupnjeva slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F -vrijednost	P -vrijednost	Značajnost
Model	218,29	4	54,57	13,89	0,0003	značajan
Članovi modela						
A – način rada	22,51	1	22,51	5,73	0,0357	značajan

B – veličina skeniranog područja	88,90	1	88,90	22,62	0,0006	značajan
D – brzina skeniranja	47,44	1	47,44	12,07	0,0052	značajan
AD	59,44	1	59,44	15,13	0,0025	značajan
Ostatak	43,23	11	3,93			
Ukupno	261,52	15				

Tablica 4.6. prikazuje veličine koje opisuju kvalitetu izrađenog modela za parametar Sa . Vrijednost prilagođenog koeficijenta determinacije R_{adj}^2 iznosi 0,7746. To znači da su ulazni parametri dobro izabrani, tj. 77,46 % modela može se opisati odabranim ulaznim parametrima i njihovim interakcijama. Koeficijent determinacije R_{pre}^2 iznosi 0,6503. To znači da je 65,03 % podataka dobivenih ispitivanjima moguće objasniti predviđajućim modelom, što je zadovoljavajuće. Razlika predviđenog koeficijenta determinacije R_{pre}^2 (0,6503) i prilagođenog koeficijenta determinacije R_{adj}^2 (0,7746) manja je od 0,2. To znači da su predviđeni i prilagođeni koeficijenti determinacije u razumnom slaganju. Vrijednost koeficijenta determinacije R^2 iznosi 0,8347. Adekvatne preciznosti iznosi 10,8403, što je veće od minimalne tražene vrijednosti.

Tablica 4.6. Veličine koje opisuju kvalitetu razvijenog modela za parametar Sa

Procjena standardne devijacije	1,98
Aritmetička sredina	16,96
Koeficijent varijacije / %	11,69
Koeficijent determinacije R^2	0,8347
Prilagođeni koeficijent determinacije R_{adj}^2	0,7746
Predviđeni koeficijent determinacije R_{pre}^2	0,6503
Adekvatna preciznost	10,8403

Izraz (4.4) prikazuje jednadžbu modela izlazne veličine Sa s kodiranim ulaznim veličinama.

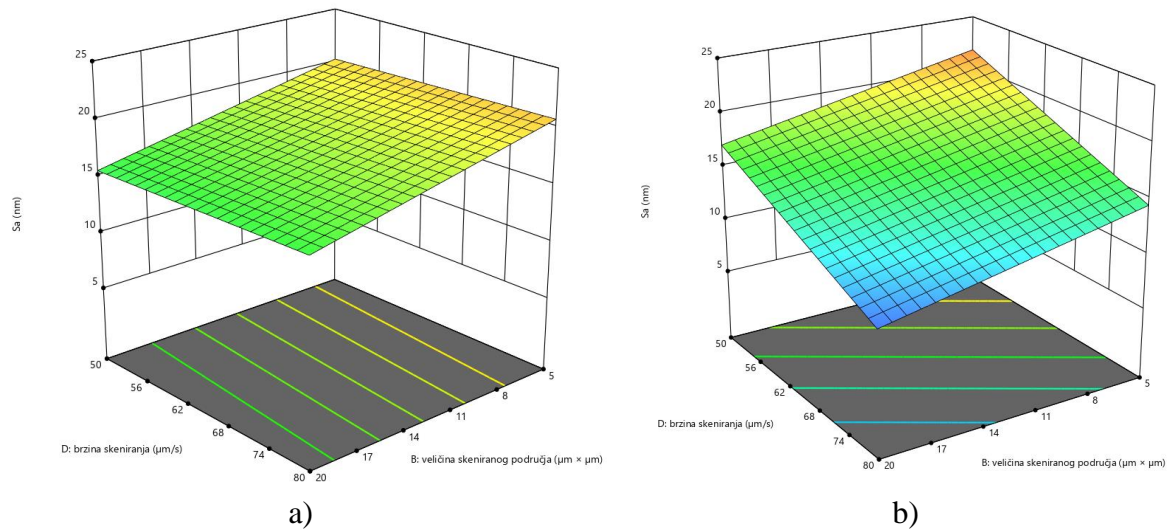
$$Sa = 19,96 - 1,19 A - 2,36 B - 1,72 D - 1,93 AD \quad (4.4)$$

Jednadžba modela izlazne veličine Sa koji uključuje stvarne vrijednosti ulaznih veličina prikazuje jednadžba (4.5) za kontaktni način rada te jednadžba (4.6) za isprekidani način rada.

$$Sa = 21,18304 - 0,314283 B + 0,013700 D \quad (4.5)$$

$$Sa = 35,51604 - 0,314283 B - 0,243300 D \quad (4.6)$$

Slika 4.9. prikazuje izlaznu veličinu S_a u trodimenzijskom prikazu ovisno o brzini skeniranja i veličini skeniranog područja. 4.9.a) označava kontaktni način rada, a slika 4.9.b) isprekidani način rada.



a) b)
Slika 4.9. Trodimenzijski prikaz izlazne veličine S_a ovisno o brzini skeniranja i veličini skeniranog područja za (a) kontaktni način rada i (b) isprekidani način rada

4.2.3. Analiza površinskog parametra topografije S_z

Planom pokusa analizirana je izlazna veličina jest parametar S_z . U tablici 4.7. dana je analiza varijance izrađenog modela za parametar S_z . F -vrijednost modela u iznosu od 14,65 ukazuje na to da je model značajan. Postoji vjerojatnost od 0,1 % da se ta F -vrijednost dobila zbog šuma. P -vrijednosti članova modela manjih od 0,05 ukazuju na značajnost pojedinog člana u modelu. U ovom modelu značajni su faktori A, B, D te međudjelovanje AB, AC, BD, ABC.

Tablica 4.7. Analiza varijance izrađenog modela za parametar S_z

Izvor varijacije	Suma kvadrata odstupanja	Broj stupnjeva slobode	Srednji kvadrat odstupanja	F-vrijednost	P-vrijednost	Značajnost
Model	72875,73	8	9109,47	14,65	0,0010	značajan
Članovi modela						
A – način rada	10134,00	1	10134,00	16,30	0,0050	značajan
B – veličina skeniranog područja	30559,85	1	30559,85	49,15	0,0002	značajan
C – rezolucija skeniranja	844,88	1	844,88	1,36	0,2819	značajan
D – brzina skeniranja	6874,52	1	6874,52	11,06	0,0127	značajan
AB	5187,64	1	5187,64	8,34	0,0234	značajan
AC	7196,00	1	7196,00	11,57	0,0114	značajan
BD	5417,88	1	5417,88	8,71	0,0213	značajan
ABC	6660,97	1	6660,97	10,71	0,0136	značajan
Ostatak	4352,22	7	621,75			
Ukupno	77227,95	15				

Tablica 4.8. prikazuje veličine koje opisuju kvalitetu izrađenog modela za parametar S_z . Vrijednost prilagođenog koeficijenta determinacije R_{adj}^2 iznosi 0,8792. To znači da su ulazni parametri dobro izabrani, tj. 87,92 % modela može se opisati odabranim ulaznim parametrima i njihovim interakcijama. Koeficijent determinacije R_{pre}^2 iznosi 0,7056. To znači da je 70,56 % podataka dobivenih ispitivanjima moguće objasniti predviđajućim modelom, što je zadovoljavajuće. Razlika predviđenog koeficijenta determinacije R_{pre}^2 (0,7056) i prilagođenog koeficijenta determinacije R_{adj}^2 (0,8792) manja je od 0,2. To znači da su predviđeni i prilagođeni koeficijenti determinacije u razumnom slaganju. Vrijednost koeficijenta determinacije R^2 iznosi 0,8347. Adekvatne preciznosti iznosi 13,2520, što je veće od minimalne tražene vrijednosti.

Tablica 4.8. Veličine koje opisuju kvalitetu razvijenog modela za parametar S_a

Procjena standardne devijacije	24,94
Aritmetička sredina	178,79
Koeficijent varijacije / %	13,95
Koeficijent determinacije R^2	0,9436
Prilagođeni koeficijent determinacije R_{adj}^2	0,8792
Predviđeni koeficijent determinacije R_{pre}^2	0,7056
Adekvatna preciznost	13,2520

Izraz (4.7) prikazuje jednadžbu modela izlazne veličine S_z s kodiranim ulaznim veličinama.

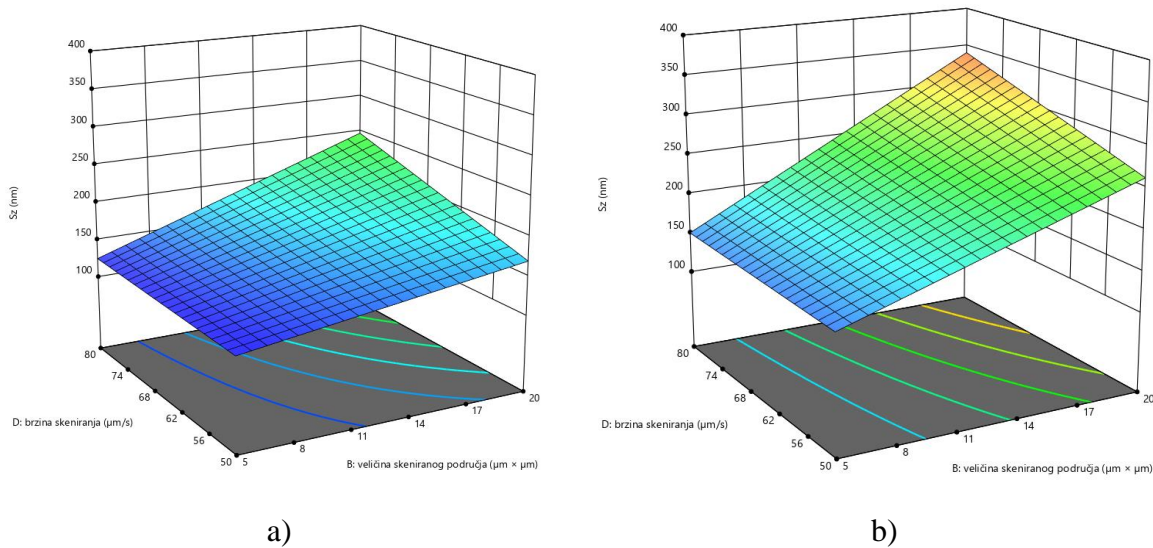
$$S_z = 178,79 + 25,17 A + 43,70 B + 7,27 C + 20,73 D + 18,01 AB + 21,21 AC + 18,40 BD + 20,40 ABC \quad (4.7)$$

Jednadžba modela izlazne veličine S_z koji uključuje stvarne vrijednosti ulaznih veličina prikazuje jednadžba (4.8) za kontaktni način rada te jednadžba (4.9) za isprekidani način rada.

$$S_z = 93,67880 + 0,955744 B + 0,156762 C - 0,662739 D - 0,021254 BC + 0,163569 BD \quad (4.8)$$

$$S_z = 160,78463 - 10,56552 B - 0,043320 C - 0,662739 D + 0,021254 BC + 0,163569 BD \quad (4.9)$$

Slika 4.10. prikazuje izlaznu veličinu S_z u trodimenzijskom prikazu ovisno o brzini skeniranja i veličini skeniranog područja. 4.10.a) označava kontaktni način rada, a slika 4.10.b) isprekidani način rada.



Slika 4.10. Trodimenzijski prikaz izlazne veličine S_z ovisno o brzini skeniranja i veličini skeniranog područja za (a) kontaktni način rada i (b) isprekidani način rada

4.3. Utjecaj istrošenosti ticala

Poznato je da je ticalo jedan od ključnih faktora o kojem ovisi rezultat mjerenja dobiven primjenom mikroskopa atomskih sila. Kako bi se ispitao utjecaj ticala na rezultat mjerenja, provedeno je mjerenje Etalona 3. Etalon 3 mjereno je 30 puta na istom mjernom mjestu prvo korištenim (dalje u tekstu: starim) ticalom. Potom je novim, još ne korištenim ticalom, na istom mjernom mjestu provedeno novih 30 mjerenja. Kao rezultat praćeni su površinski parametri topografije S_a i S_z . Prva tri rezultata dobivena novim ticalom značajno odstupaju od ostalog seta podataka, stoga su izbačena iz analize. Rezultati mjerenja dobivene mjerenjem starim te novim ticalom dani su u tablici 4.9.

Tablica 4.9. Utjecaj istrošenosti ticala: rezultati 30 ponovljenih mjerenja

Parametar topografije	S_a/nm		S_z/nm	
	Staro	Novo	Staro	Novo
Ticalo				
1	50,92	44,52	172,26	162,44
2	51,03	44,62	173,73	163,96
3	51,02	44,40	174,59	165,25
4	51,01	44,28	175,35	164,14
5	50,96	43,99	174,50	164,82
6	50,96	44,52	172,68	164,75
7	50,92	44,63	171,92	164,15
8	50,91	44,46	174,38	163,78
9	50,84	43,95	175,59	163,73
10	50,82	44,45	175,89	162,62
11	50,77	44,27	175,73	163,11
12	50,74	44,10	173,85	164,24
13	50,66	43,92	175,06	163,49
14	50,62	44,26	176,38	164,52
15	50,55	44,12	175,91	164,63
16	50,52	44,62	175,00	164,04
17	50,45	44,54	175,31	165,11
18	50,42	44,69	176,51	163,88
19	50,35	44,14	176,37	163,47
20	50,32	44,59	175,24	164,04
21	50,25	44,52	174,76	163,20
22	50,22	44,43	175,93	162,75
23	50,13	44,40	175,34	163,71
24	50,11	44,25	174,24	165,16
25	50,04	44,22	173,92	164,08
26	50,01	44,12	175,82	163,99
27	49,95	44,11	176,87	163,96
28	49,91	44,04	175,28	164,32

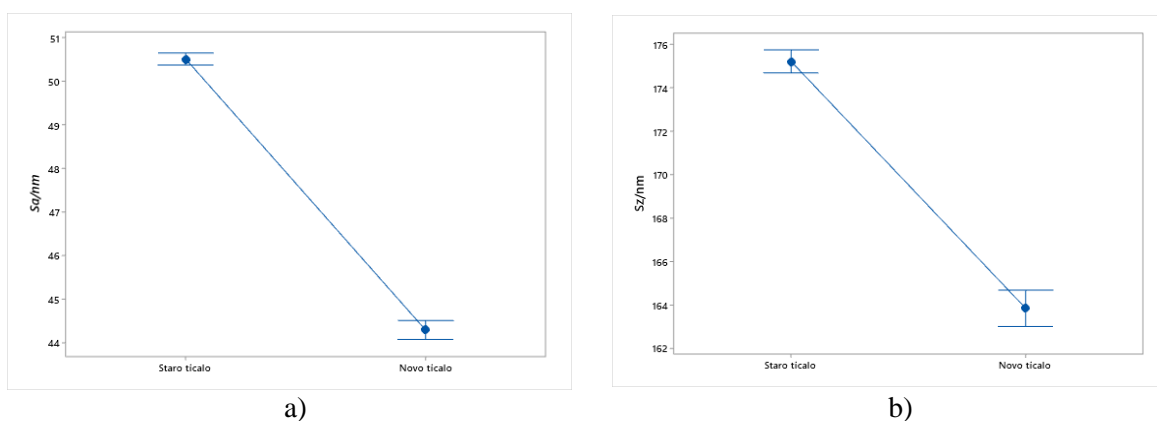
29	49,86	43,98	177,71	163,54
30	49,82	43,96	180,41	163,07
\bar{x}	50,50	44,30	175,22	163,93
s	0,40	0,24	1,63	0,73
$ \Delta\bar{x} $	6,20		11,29	
<i>T-vrijednost</i>	72,98		34,62	
<i>P-vrijednost</i>	0,000		0,000	

Izračunate su osnovne statističke veličine koje opisuju dobivene rezultate. Proveden je t -test s ciljem utvrđivanja statistički značajne razlike između rezultata dobivenih korištenjem starog i rezultata dobivenih korištenjem novog ticala. Prvi korak je postavljanje hipoteza. Nulta hipoteza je hipoteza o nepostojanju razlike. Nulta i alternativna hipoteza prikazane su u nastavku. Razina značajnosti testa iznosi 5 %.

H_0 : Ne postoji statistički značajna razlika između starog i novog ticala.

H_1 : Postoji statistički značajna razlika između starog i novog ticala.

Rezultati provedenih statističkih testova dani su u tablici 4.9 i slici 4.11. P -vrijednost u iznosu od 0,000 za parametar S_a te P -vrijednost u iznosu od 0,000 za parametar S_z manja je od razine značajnosti testa (5 %). To znači da postoji dovoljno dokaza da se odbaci nulta hipoteza. Drugim riječima postoji statistički značajna razlika na rezultat mjerenja dobiven primjenom mikroskopa atomskih sila korištenjem starog ili novog ticala.



a) b)
Slika 4.11. Utjecaj istrošenosti ticala: rezultati t -testa
za a) parametar S_a i b) parametar S_z

Ovisno o kvaliteti mjernog uzorka, načinu rada, veličini područja skeniranja i ostalim parametrima ovisi i broj skeniranja koliko se može provesti jednim ticalom. Broj skeniranja jednim ticalom može varirati od par desetaka puta pa sve do nekoliko stotina puta, ovisno o navedenim faktorima.

4.4. Ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerenja

Sukladno normi ISO 5725-2:2019, Točnost mjernih rezultata – Dio 2: Osnovna metoda za određivanje ponovljivosti i obnovljivosti standardne mjerne metode [12], ponovljivost je definirana kao usko slaganje između rezultata uzastopnih mjerenja iste mjerene veličine izvedenih u istim mjernim uvjetima koji uključuju: isti mjerni postupak, istog mjeritelja, isto mjerilo upotrebljavano u istim uvjetima, isto mjerno mjesto te ponavljanje u kratkom vremenu. Obnovljivost je rasipanje rezultata dobivenog od većeg broja mjeritelja kod ponovljenih mjerenja iste karakteristike na istim ili sličnim predmetima uz korištenje istih ili različitih mjernih instrumenata i mjernih postupaka.

Izračun ponovljivosti i obnovljivosti rezultata mjerenja proveden je sukladno normi ISO 5725-2:2019 – Točnost (istinitost i preciznost) metoda mjerenja i rezultata – Dio 2: Osnovna metoda za određivanje ponovljivosti i obnovljivosti standardne metode mjerenja. [12]. Izrazi za izračun ponovljivosti i obnovljivosti prikazuje dani su u tablici 4.10. U skladu s normom ISO 5725-2:2019 ponovljivost i obnovljivost procjenjuju se na temelju usporednih mjerenja između laboratorija. U ovom dijelu rada teorija usporedbenih mjerenja primijenjena je na mjerenja unutar jednog laboratorija. Pojam laboratorij zamijenjen je pojmom mjerna serija te se odnosi na promjenu mjernih uvjeta (npr. promjena mjerne točke na etalonu ili na predmetu mjerenja).

Tablica 4.10. Osnovni izrazi za izračun ponovljivosti i obnovljivosti [12]

Naziv	Izraz
aritmetička sredina i-tog mjernog niza (n_i rezultata mjerenja)	$\bar{x}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}$
aritmetička sredina od N rezultata mjerenja	$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}$
eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje pojedinačnih opažanja (mjerenja) unutar i-tog mjernog niza	$s_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{n_i - 1}}$
skupno eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje pojedinačnih opažanja (mjerenja) unutar mjernih nizova	$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (n_i - 1) s_i^2}{\sum_{i=1}^m n_i - 1}}$
eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje pojedinačnih opažanja (mjerenja)	$s = s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m s_i^2}{m}}$
međulaboratorijsko eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje	$s_L = \sqrt{\frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{n}}}$

rasipanje aritmetičkih sredina mjernih nizova oko aritmetičke sredine svih opažanja (mjerenja)	$s_d = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m n_i (x_i - \bar{x})^2}{m - 1}}$
međulaboratorijsko eksperimentalno (procijenjeno) standardno odstupanje	$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_L^2}$
mjerna vrijednost ponovljivosti	$r = t\sqrt{2} s_r$
mjerna vrijednost obnovljivosti	$R = t\sqrt{2} s_R$

Analiza ponovljivosti i obnovljivosti površinskih parametara topografije provedena je na etalonima u dvije mjerne serije od kojih je svaka sadržavala 15 ponovljenih mjerenja. Unutar jedne mjerne serije mjerenja su provedena u uvjetima ponovljivosti (isti mjeritelj, isti mjerni instrument, isti mjerni uvjeti, ponovljena mjerenja u kratkom razdoblju). Između mjerenja provedenih u prvoj i drugoj seriji mjerenja (mjerenja su provedena u dva dana) nisu u potpunosti ispunjeni uvjeti ponovljivosti, ali su bili ispunjeni uvjeti obnovljivosti. Ulazni parametri skeniranja su kako slijedi: veličina skeniranog područja $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$, rezolucija 256 te brzina skeniranja $12,5 \mu\text{m s}^{-1}$. Rezultat mjerenja su najčešće korišteni površinski parametri topografija S_a , S_z i S_q , a koji su mjereni i analizirani na primarnoj površini, odnosno bez primjena filtera za obradu slike. Rezultati mjerenja i analiza ponovljivosti i obnovljivosti dani su u tablicama 4.11 i 4.12. Izmjerene vrijednosti ponovljivosti r i obnovljivosti R su vrijednosti unutar kojih se može očekivati da postoji razlika između dva pojedinačna rezultata mjerenja, dobivena u uvjetima ponovljivosti i obnovljivosti s vjerojatnošću P .

Tablica 4.11. Etalon 3 – dvije mjerne serije

Etalon 3	S_a/nm		S_z/nm		S_q/nm	
	Mjerna serija		Mjerna serija		Mjerna serija	
	1	2	1	2	1	2
\bar{x}	50,849	50,157	174,521	175,914	54,646	54,385
s_i	0,151	0,224	1,395	1,590	0,468	0,202
$\bar{\bar{x}}$	50,503		175,218		54,515	
s_r	0,191		1,495		0,360	
s_d	0,346		0,697		0,130	
s_L	0,342		0,580		0,091	
s_R	0,392		1,604		0,372	
r	0,528		4,133		0,995	
R	1,083		4,433		1,027	

Tablica 4.12. Etalon 4 – dvije mjerne serije

Etalon 4	<i>Sa/nm</i>		<i>Sz/nm</i>		<i>Sq/nm</i>	
	Mjerna serija		Mjerna serija		Mjerna serija	
	1	2	1	2	1	2
\bar{x}	28,867	28,282	205,535	203,207	40,607	40,000
s_i	0,166	0,173	1,271	1,678	0,165	0,180
$\bar{\bar{x}}$	28,574		204,371		40,304	
s_r	0,169		1,489		0,173	
s_d	0,293		1,164		0,304	
s_L	0,289		1,099		0,300	
s_R	0,335		1,850		0,346	
r	0,468		4,114		0,477	
R	0,927		5,113		0,958	

Apsolutna razlika dva pojedinačna mjerna rezultata parametara Sa , Sz i Sq , u uvjetima ponovljivosti i obnovljivosti bit će u najviše 5 % slučajeva veća od r i R . Na primjer: apsolutna razlika dva pojedinačna mjerna rezultata parametara Sa i Sq u uvjetima obnovljivosti neće u više od 5 % slučajeva biti veći od 1 nm. Apsolutna razlika dva pojedinačna rezultata mjerenja parametara Sz u uvjetima obnovljivosti neće u više od 5 % slučajeva biti veća od 6 nm. Rezultati su pokazali da se ponavljanjem mjerenja nakon duljeg perioda ne ulazi u uvjete obnovljivosti, odnosno da razdoblje između mjerenja ne utječe značajno na parametre površinske topografije Sa , Sz i Sq .

Analiza rezultata ponovljivosti i obnovljivosti površinskih parametara topografije Sa , Sz i Sq provedena je na etalonima u setu od pet mjernih serija od kojih je svaka sadržavala tri ponovljena mjerenja. Analiza rezultata dana je u tablicama 4.13. – 4.16. Analiza je provedena kako bi se utvrdio utjecaj kvalitete površine (ujednačenosti) na obnovljivost parametara površinske topografije.

Tablica 4.13. Etalon 3 – pet mjernih mjesta (S_a , S_z)

Etalon 3	S_a/nm					S_z/nm				
	Mjerna serija					Mjerna serija				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
\bar{x}	51,24	51,59	52,38	51,5	50,99	198,3	159,9	170,1	189,1	173,2
s_i	0,03	0,08	0,06	0,03	0,06	1,00	0,79	0,25	1,12	1,17
$\bar{\bar{x}}$	51,54					178,20				
s_r	0,053					0,931				
s_d	0,526					15,371				
s_L	0,525					8,858				
s_R	0,528					8,907				
r	0,148					2,572				
R	1,460					24,616				

Tablica 4.14. Etalon 3 – pet mjernih mjesta (S_q)

Etalon 3	S_q/nm				
	Mjerna serija				
	1	2	3	4	5
\bar{x}	54,29	54,66	55,12	54,64	54,27
s_i	0,03	0,07	0,08	0,06	0,07
$\bar{\bar{x}}$	54,59				
s_r	0,065				
s_d	0,347				
s_L	0,345				
s_R	0,351				
r	0,180				
R	0,971				

Tablica 4.15. Etalon 4 – pet mjernih mjesta (S_a , S_z)

Etalon 4	S_a/nm					S_z/nm				
	Mjerna serija					Mjerna serija				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
\bar{x}	28,69	29,34	29,7	28,69	28,61	198,3	205,4	209,3	203,6	203,8
s_i	0,02	0,06	0,03	0,04	0,02	0,20	0,26	0,26	0,29	0,12
$\bar{\bar{x}}$	29,007					204,105				
s_r	0,038					0,233				
s_d	0,49					3,962				
s_L	0,282					2,283				
s_R	0,284					2,295				
r	0,106					0,644				
R	0,786					6,343				

Tablica 4.16. Etalon 4 – pet mjernih mjesta (Sq)

Etalon 4	Sq/nm				
	Mjerna serija				
	1	2	3	4	5
\bar{x}	40,07	39,56	39,53	39,46	40,37
s_i	0,04	0,02	0,01	0,03	0,03
$\bar{\bar{x}}$	39,8				
s_r	0,029				
s_d	0,401				
s_L	0,231				
s_R	0,233				
r	0,081				
R	0,644				

Rezultati su pokazali da promjena područja skeniranja na etalonima ne utječe značajno na površinske parametre topografije Sa i Sq . Apsolutna razlika dva pojedinačna rezultata parametara Sa i Sq u uvjetima obnovljivosti u više od 5 % slučajeva neće biti veća od 1 nm. Promjenom područja skeniranja na etalonu 2 uvedeni su uvjeti obnovljivosti, odnosno promjena mjerne točke značajno utječe na površinski parametar topografije Sz . Apsolutna razlika dva pojedinačna rezultata mjerenja parametra Sz u uvjetima obnovljivosti bit će u najviše 5 % slučajeva veća od 25 nm.

Prema normi ISO 21748:2017 – Upute za uporabu procjena ponovljivosti, obnovljivosti i istinitosti u određivanju mjerne nesigurnosti [104], jedna od ulaznih vrijednosti u matematički model za procjenu mjerne nesigurnosti je ponovljivost rezultata mjerenja.

Ponovljivost i obnovljivost rezultata analizirana je na umjerenom referentnom AFM etalonu. Na istom etalonu analiziran je utjecaj istrošenosti ticala. Rezultati mjerenja provedeni na umjerenom referentnom etalonu na pet mjernih mjesta s već korištenim ticalom dani su u tablici 4.17. Praćeni su iznosi dubina brazdi, linijski parametri Ra i Rz te amplitudni površinski parametri Sq , Sa , Sp , Sv i Sz . Linijski parametri Ra i Rz izračunati su na linijama na kojima je prevedena analiza dubina brazdi. Aritmetička sredina dubina brazdi svih provedenih mjerenja iznosi 98,77 nm sa standardnom devijacijom u iznosu od 1,34 nm. Procijenjeno standardno odstupanje parametra Sa iznosi 1,89 nm, a parametra Sz 58,68 nm. Procijenjeno standardno odstupanje linijskih parametara je 0,85 nm za parametar Ra te 3,39 nm za parametar Sz .

Tablica 4.17. Umjereni etalon – pet mjernih mjesta; korišteno ticalo

Mjerno mjesto	Mjerenje broj	\bar{x}_h nm	s_h nm	Ra nm	Rz nm	Sq nm	Sa nm	Sp nm	Sv nm	Sz nm
Mjesto 1	1	98,31	0,86	22,69	72,16	28,82	18,40	115,61	77,07	192,68
	2	97,21	1,00	22,96	72,99	28,65	18,06	131,18	75,73	206,91
	3	99,19	0,40	23,21	74,67	29,73	18,67	137,64	79,61	217,25
	\bar{x}	98,23	0,75	22,95	73,27	29,07	18,38	128,14	77,47	205,62
	s	0,99	0,31	0,26	1,28	0,58	0,30	11,32	1,97	12,34
Mjesto 2	1	101,44	2,28	22,12	70,80	26,05	15,50	47,95	75,85	123,80
	2	98,62	0,66	21,27	68,62	25,21	14,87	49,51	72,67	122,19
	3	98,36	0,42	21,28	67,69	25,20	14,97	48,20	72,30	120,50
	\bar{x}	99,47	1,12	21,56	69,04	25,49	15,11	48,55	73,61	122,16
	s	1,71	1,01	0,49	1,60	0,49	0,34	0,84	1,95	1,65
Mjesto 3	1	100,86	0,42	21,82	71,91	24,99	14,32	123,19	78,67	201,86
	2	99,08	0,40	21,98	70,48	24,56	14,03	122,63	82,15	204,78
	3	98,96	0,16	22,13	69,22	23,96	13,57	121,54	81,02	202,57
	\bar{x}	99,63	0,32	21,98	70,54	24,50	13,97	122,46	80,61	203,07
	s	1,06	0,15	0,16	1,35	0,52	0,38	0,84	1,77	1,52
Mjesto 4	1	100,37	1,43	22,19	68,26	25,52	15,00	64,24	75,52	139,76
	2	99,06	0,49	21,95	67,80	25,04	14,60	64,34	74,96	139,30
	3	98,17	0,76	20,51	66,42	24,90	14,54	65,56	74,50	140,06
	\bar{x}	99,20	0,90	21,55	67,49	25,15	14,71	64,71	74,99	139,71
	s	1,11	0,48	0,91	0,96	0,33	0,25	0,74	0,51	0,38
Mjesto 5	1	97,56	1,38	21,25	65,44	24,29	13,70	207,75	79,62	287,37
	2	96,57	1,16	20,26	63,05	24,05	13,58	180,45	77,29	257,74
	3	97,76	1,02	20,91	64,10	23,90	13,54	184,46	77,58	262,04
	\bar{x}	97,30	1,19	20,81	64,20	24,08	13,61	190,89	78,16	269,05
	s	0,64	0,18	0,50	1,20	0,20	0,08	14,74	1,27	16,01
\bar{x} od svih rezultata		98,77	0,86	21,77	68,91	25,66	15,16	110,95	76,97	187,92
s od svih rezultata		1,34	0,55	0,85	3,32	1,87	1,77	52,94	2,88	54,87
$s_{\bar{x}}$		0,98	0,35	0,79	3,39	1,98	1,89	56,68	2,75	58,68

Rezultati mjerenja umjerenog referentnog etalona na pet mjernih mjesta s novim, prije nekorištenim ticalom dani su u tablici 4.18. Kod provedbe mjerenja potpuno novim ticalom, rezultati mjerenja prve serije značajno odstupaju od preostalog seta podataka, stoga je isključena iz daljnje analize.

Tablica 4.18. Umjereni etalon – pet mjernih mjesta; novo ticalo

Mjerno mjesto	Mjerenje broj	\bar{x}_h nm	s_h nm	Ra nm	Rz nm	Sq nm	Sa nm	Sp nm	Sv nm	Sz nm
Mjesto 1	1	101,88	0,70	23,20	75,80	31,21	20,41	50,04	80,67	130,70
	2	102,42	0,48	23,17	75,55	31,17	20,39	52,58	80,02	132,60
	3	100,04	1,26	23,69	74,30	30,36	19,65	52,61	78,46	131,07
	\bar{x}	101,45	0,81	23,35	75,22	30,91	20,15	51,74	79,71	131,46
	s	1,25	0,40	0,29	0,80	0,48	0,43	1,48	1,14	1,01
Mjesto 2	1	102,98	0,26	24,43	75,74	30,57	19,66	54,10	78,07	132,17
	2	100,76	0,93	23,64	75,40	30,30	19,42	49,28	78,39	127,68
	3	101,85	1,02	24,10	74,34	29,99	19,22	48,51	78,33	126,83
	\bar{x}	101,86	0,74	24,06	75,16	30,29	19,43	50,63	78,26	128,89
	s	1,11	0,42	0,40	0,73	0,29	0,22	3,03	0,17	2,87
Mjesto 3	1	100,97	1,22	23,37	73,23	27,47	16,62	143,59	112,57	256,17
	2	96,62	0,76	22,33	70,26	27,43	16,89	143,10	80,75	223,84
	3	97,06	0,87	22,12	68,43	27,45	16,93	144,89	78,81	223,69
	\bar{x}	98,22	0,95	22,61	70,64	27,45	16,81	143,86	90,71	234,57
	s	2,39	0,24	0,67	2,42	0,02	0,17	0,92	18,96	18,71
Mjesto 4	1	97,90	0,68	21,15	68,61	28,76	17,93	272,66	80,13	352,78
	2	96,91	1,29	22,06	68,12	28,14	17,42	270,22	79,51	349,73
	3	96,50	0,86	21,85	67,27	28,00	17,30	271,34	81,02	352,36
	\bar{x}	97,10	0,94	21,69	68,00	28,30	17,55	271,41	80,22	351,62
	s	0,72	0,32	0,48	0,68	0,40	0,34	1,22	0,76	1,65
\bar{x} od svih rezultata		99,66	0,86	22,93	72,25	29,24	18,49	129,41	82,23	211,64
s od svih rezultata		2,49	0,31	1,01	3,42	1,50	1,44	94,32	9,61	95,78
$s_{\bar{x}}$		0,10	1,02	3,56	1,63	1,56	104,26	5,72	105,51	58,68

Na uzorku su provedena mjerenja na četiri mjerna mjesta, s tri ponovljena mjerenja. Analizirani su amplitudni površinski parametri topografije. Rezultati su dani u tablici 4.19. S obzirom na samu površinu uzorka, odstupanja rezultata po različitim mjernim mjestima su velika. Vrijednosti parametara ovise o samom položaju mjernog mjesta na uzorku.

Tablica 4.19. Mjerni uzorak – mjerenja na četiri različita mjesta

Mjerno mjesto	Parametar topografije		Sq	Ssk	Sku	Sp	Sv	Sz	Sa
	Mjerna jedinica		nm	–	–	nm	nm	nm	nm
Mjesto 1	Mjerenje broj	1	84,28	0,277	4,304	408,23	341,09	749,32	63,25
		2	83,74	0,232	4,351	409,15	339,94	749,08	62,64
		3	83,76	0,181	4,387	408,53	341,34	749,86	62,63
	\bar{x}	83,93	0,23	4,35	408,63	340,79	749,42	62,84	
	s	0,30	0,05	0,04	0,47	0,75	0,40	0,35	
Mjesto 2	Mjerenje broj	1	172,33	–0,886	6,375	513,09	895,42	1408,51	123,77
		2	173,61	–0,832	6,095	515,13	874,85	1389,98	124,66
		3	173,82	–0,826	6,080	512,05	868,07	1380,12	124,59
	\bar{x}	173,25	–0,85	6,18	513,43	879,45	1392,87	124,34	
	s	0,81	0,03	0,17	1,57	14,25	14,41	0,49	
Mjesto 3	Mjerenje broj	1	143,93	–0,460	4,164	483,80	689,77	1173,58	109,95
		2	147,01	–0,474	4,119	490,77	682,14	1172,91	112,64
		3	146,86	–0,482	4,126	470,45	665,61	1136,05	112,41
	\bar{x}	145,93	–0,47	4,14	481,67	679,17	1160,85	111,67	
	s	1,74	0,01	0,02	10,33	12,35	21,48	1,49	
Mjesto 4	Mjerenje broj	1	113,26	–0,423	3,117	303,10	450,73	753,82	90,88
		2	113,24	–0,409	3,152	310,39	448,30	758,69	90,70
		3	113,11	–0,411	3,166	307,90	451,63	759,53	90,52
	\bar{x}	113,20	–0,41	3,14	307,13	450,22	757,35	90,70	
	s	0,08	0,01	0,03	3,71	1,72	3,08	0,18	
	$s_{\bar{x}}$	39,19	0,441	1,22	89,08	234,1	307,97	27,1	

4.5. Utjecaj filtriranja na rezultat mjerenja

Upotreba filtara za obradu slike omogućuje isticanje ili eliminaciju određenih značajki slike, uklanjanje šuma ili pripremu slike za daljnju analizu. U nastavku je analiziran utjecaj matričnih filtara te mjeriteljskog filtra na površinske parametre topografije.

4.5.1. Utjecaj matričnih filtara na površinske parametre topografije

U cilju analize utjecaja medijan filtra te filtra aritmetičke sredine na mjerenja provedeno je mjerenje uzorka tri puta na istom mjernom mjestu. Kao rezultat mjerenja praćeni su amplitudni parametri topografije, tablica 4.20.

Tablica 4.20. Usporedba površinskih parametara topografije prije i nakon korištenja dostupnih filtara za obradu slika

Filtar	Parametar topografije	Sq	Ssk	Sku	Sp	Sv	Sz	Sa	
	Mjerna jedinica	nm	–	–	nm	nm	nm	nm	
Bez filtra	Mjerenje broj	1	84,28	0,277	4,304	408,23	341,09	749,32	63,25
		2	83,74	0,232	4,351	409,15	339,94	749,08	62,64
		3	83,76	0,181	4,387	408,53	341,34	749,86	62,63
		\bar{x}	83,93	0,23	4,35	408,63	340,79	749,42	62,84
		s	0,30	0,05	0,04	0,47	0,75	0,40	0,35
Medijan	Mjerenje broj	1	82,98	0,292	4,327	397,30	330,01	727,31	62,21
		2	82,61	0,240	4,363	392,85	326,99	719,84	61,73
		3	82,41	0,192	4,397	389,15	329,77	718,92	61,56
		\bar{x}	82,67	0,24	4,36	393,10	328,93	722,02	61,83
		s	0,29	0,05	0,04	4,08	1,68	4,60	0,33
Aritmetička sredina	Mjerenje broj	1	82,88	0,286	4,32	394,79	319,50	714,29	62,12
		2	82,55	0,235	4,35	391,43	321,81	713,23	61,69
		3	82,35	0,188	4,4	392,87	322,43	715,3	61,52
		\bar{x}	82,59	0,24	4,36	393,03	321,25	714,28	61,78
		s	0,27	0,05	0,04	1,69	1,54	1,03	0,31

Utjecaj filtriranja na površinske parametre topografije analiziran je statističkim testom analize varijanci (ANOVA). Odabrana je razina rizika α u iznosu od 0,05 te su postavljene nulta i alternativna hipoteza, jednadžbe (4.10) i (4.11).

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 \quad (4.10)$$

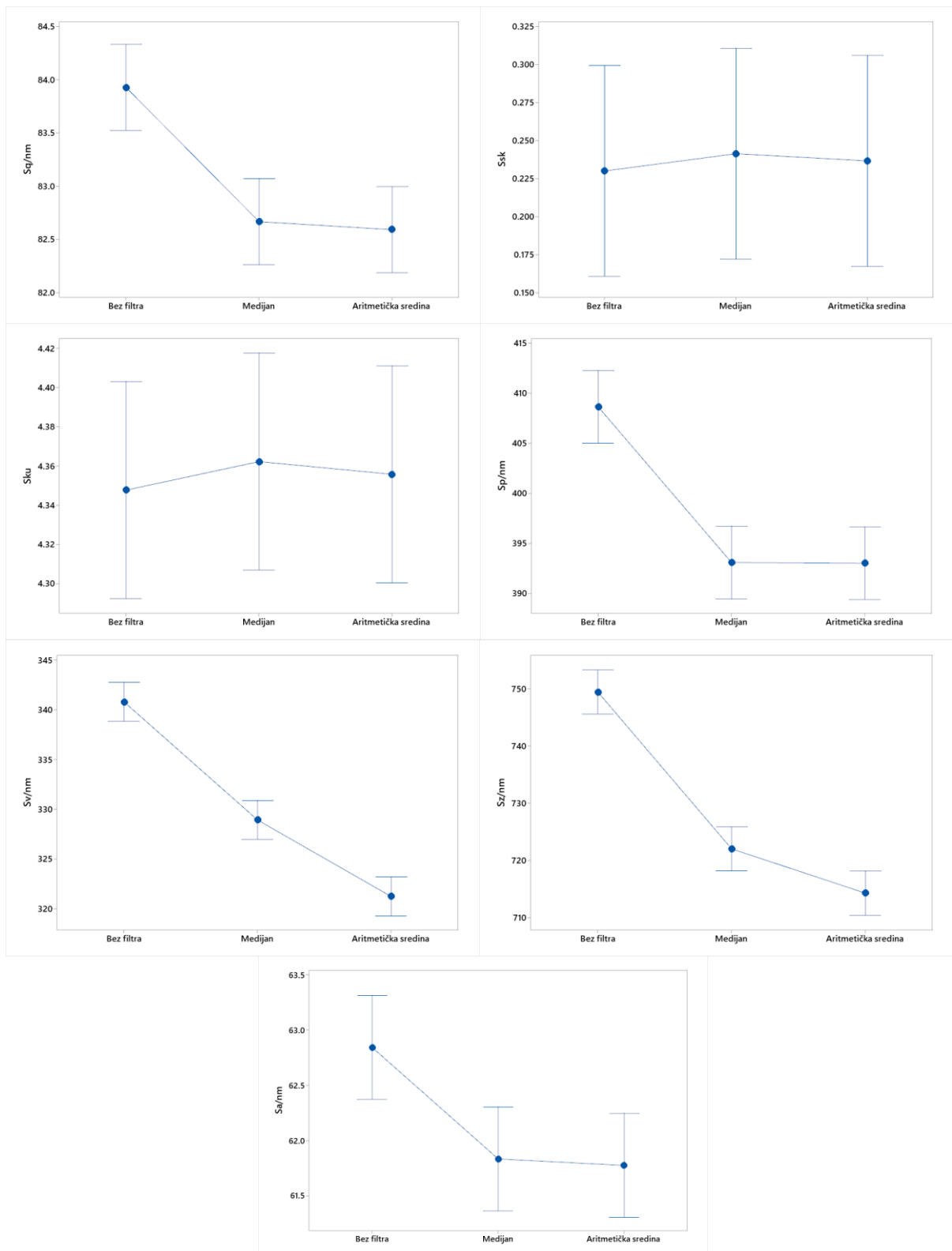
$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3 \quad (4.11)$$

gdje su μ_i očekivane vrijednosti pojedinog parametra topografije, a $i = 1, 2$ i 3 određeni filter. Provedenom analizom dolazi se do informacija o P -vrijednosti svakog amplitudnog parametra topografije površine (tablica 4.21).

Tablica 4.21. P -vrijednosti amplitudnih parametara topografije

Parametar topografije	Mjerna jedinica	P -vrijednost
Sq	nm	0,002
Ssk	–	0,960
Sku	–	0,903
Sp	nm	0,000
Sv	nm	0,000
Sz	nm	0,000
Sa	nm	0,013

Vidi se da P -vrijednost svakog parametra, osim Ssk i Sku , iznosi manje od $\alpha = 0,05$, stoga se zaključuje da postoji dovoljno dokaza da se odbaci nulta hipoteza H_0 . Drugim riječima, postoji statistički značajna razlika između aritmetičkih sredina pojedinog parametra topografije bez i s korištenjem različitih filtera. Odnosno, korištenje filtera statistički značajno utječe na površinske parametre topografije. Unatoč tome što kod parametara Ssk i Sku ne postoji statistički značajna razlika, svejedno se može zaključiti da korištenje filtera značajno utječe na parametre topografije. To pokazuju ostali amplitudni parametri, uključujući parametre Sa i Sz koji se u praksi najčešće koriste. Uz to, Ssk i Sku zapravo pokazuju omjere i jedini su amplitudni parametri koji nemaju mjernu jedinicu. Aritmetičke sredine pojedinog parametra topografije s označenim intervalom pouzdanosti prikazane su u slici 4.12.



Slika 4.12. Intervali pouzdanosti svake aritmetičke sredine parametara u odnosu na korišteni filter: a) S_q , b) S_{sk} , c) S_{ku} , d) S_p , e) S_v , f) S_z , g) S_a

Korištenjem matricnih filtara (medijan i aritmetička sredina) vrijednosti površinskih parametara topografije statistički se značajno razlikuju od rezultata mjerenja bez provedenih filtara. Stoga, radi usporedbe rezultata mjerenja te s ciljem izbjegavanja pogrešnih zaključaka,

u analizi slike, osim ulaznih parametara skeniranja, nužno je opisati i eventualno korištene filtre i opcije za obradu slike.

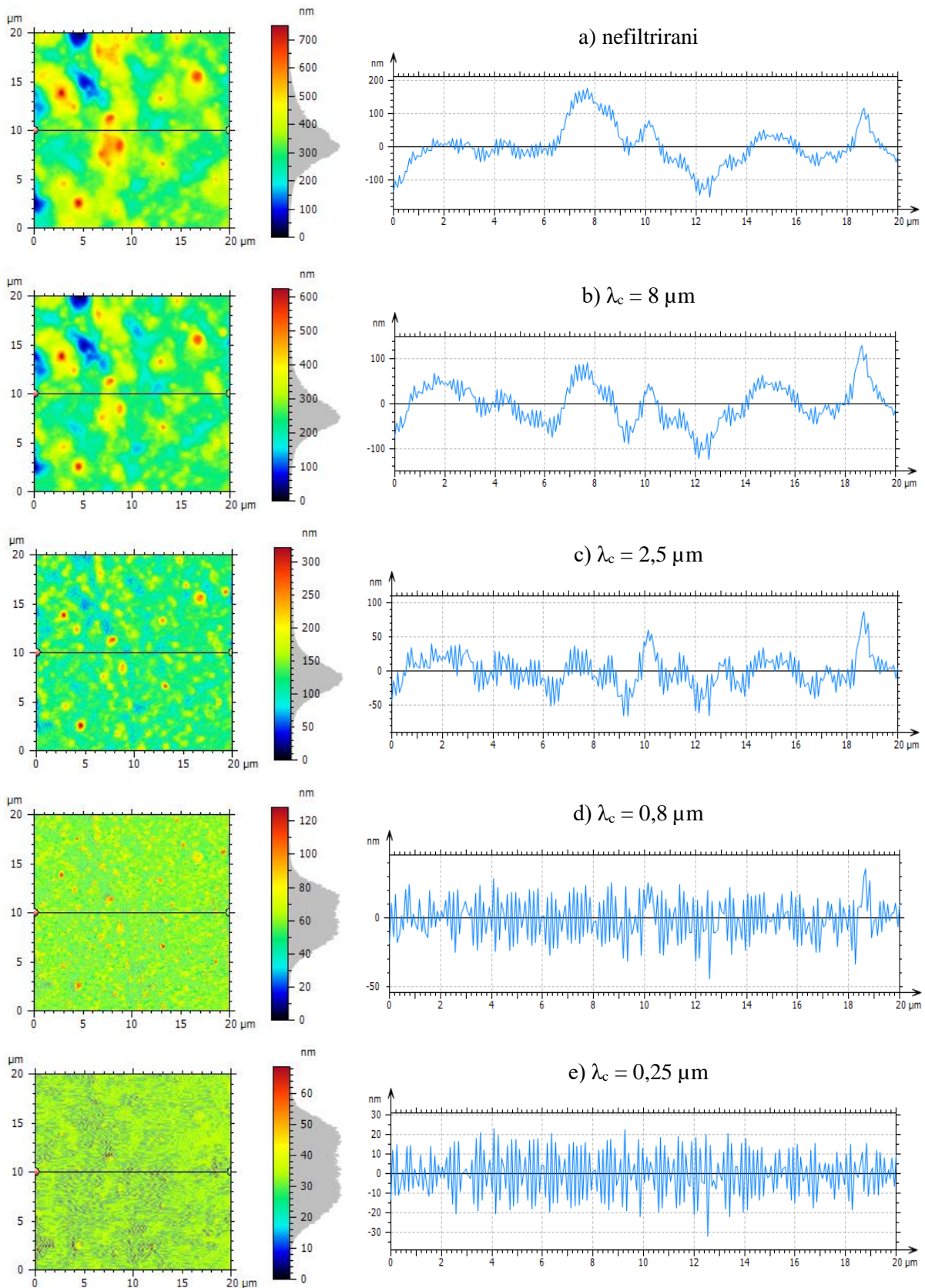
4.5.2. Utjecaj mjeriteljskog filtra na površinske parametre topografije

Osim uklanjanja ili naglašavanja pojedinih značajki primarnog profila, filtriranjem se može izdvojiti komponenta hrapavosti od komponenata oblika i valovitosti, u svrhu analize parametara hrapavosti. Za dobivanje informacija o površinskim parametrima hrapavosti, koji u sebi ne sadrže komponente oblika i valovitosti, nužno je provesti filtriranje mjeriteljskim, Gausovim filtrom. Filtriranju Gausovim filtrom prethodi postavljanje granične vrijednosti filtra (engl. *cut-off*), oznaka λ_c – frekvencije ispod ili iznad koje su komponente izdvojene ili eliminirane. Do sada, na području površinskih parametara topografije, ne postoji propisana granična vrijednost filtra koju je potrebno uzeti prilikom filtriranja Gausovim filtrom. Utjecaj granične vrijednosti filtra na parametre hrapavosti ispitan je na uzorku, a rezultate prikazuje tablica 4.22. i slika 4.13. Što je niža granična vrijednost filtra, pojedine značajke su izraženije i veća je razina detalja na slici. Primjenom ovog filtra smanjuju se niskofrekventne razlike u visini, što spomenute značajke čini jasnijima.

Tablica 4.22. Usporedba parametara hrapavosti s različitom graničnom vrijednosti filtra

Parametar topografije		Sq	Ssk	Sku	Sp	Sv	Sz	Sa	
Mjerna jedinica		nm	–	–	nm	nm	nm	nm	
Granična vrijednost filtra / μm	a)	–	84,28	0,277	4,304	408,23	341,09	749,32	63,25
	b)	8	61,74	0,350	4,917	365,29	258,42	623,71	45,95
	c)	2,5	26,54	0,827	6,173	195,35	127,31	322,66	19,85
	d)	0,8	13,79	–0,012	2,515	65,40	62,88	128,28	11,50
	e)	0,25	10,44	–0,040	2,080	32,78	35,77	68,55	8,88

Slika 4.13. prikazuje utjecaj korištenja različite granične vrijednosti filtra λ_c na stanje površine mjenog uzorka. Slika 4.13. lijevo prikazuje AFM sken. Slika 4.13. desno pokazuje poprečni presjek površine po odabranoj dužini.



Slika 4.13. Usporedba istog područja skeniranja nefiltriranog (a) i filtriranog Gausovim filtrom s različitim graničnim vrijednosti filtra: b) 8 c) 2,5 d) 0,8 e) 0,25. Lijevo: AFM sken. Desno: poprečni presjek po odabranoj dužini

Za dobivanje informacija o površinskim parametrima hrapavosti, koji u sebi ne sadrže komponente oblika i valovitosti, nužno je filtriranje mjeriteljskim, Gausovim filtrom. Prilikom filtriranja mjeriteljskim filtrom potrebno je odabrati graničnu vrijednost filtra. Trenutno ne postoji norma kojom je propisana vrijednost graničnog filtra za korištenje mjeriteljskog filtra u svrhu dobivanja podataka o površinskim parametrima hrapavosti na području nanomjeriteljstva. S obzirom na to da uvjeti skeniranja ni granična vrijednost mjeriteljskog filtra nisu propisani, uz rezultat mjerenja potrebno je navesti ulazne parametre skeniranja, koji uključuju brzinu skeniranja, rezoluciju skeniranja i veličinu skena, te navesti je li korišten Gaussov filter. Ako se koristi Gaussov filter, potrebno je navesti korištenu graničnu vrijednost filtra.

5. PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI

Postavljeni su matematički modeli za procjenu mjerne nesigurnosti kod mjerenja dubine brazde te površinskih parametara topografije S_a i S_z . Mjerna nesigurnost dubine brazde te parametara S_a i S_z procijenjena je metodom Monte Carlo simulacija sukladno normi JCGM 101:2008 – Dopuna 1. Vodiču za procjenu mjerne nesigurnosti – Prijenos razdioba uporabom metode Monte Carlo [18]. Monte Carlo simulacije provedene su programskim jezikom *Python*.

5.1. Procjena mjerne nesigurnosti dubine brazde

Analizom utjecajnih parametara u postupku mjerenja mikroskopom atomskih sila na dubinu brazde postavljen je matematički model. Matematički model dan je u jednadžbi (5.1).

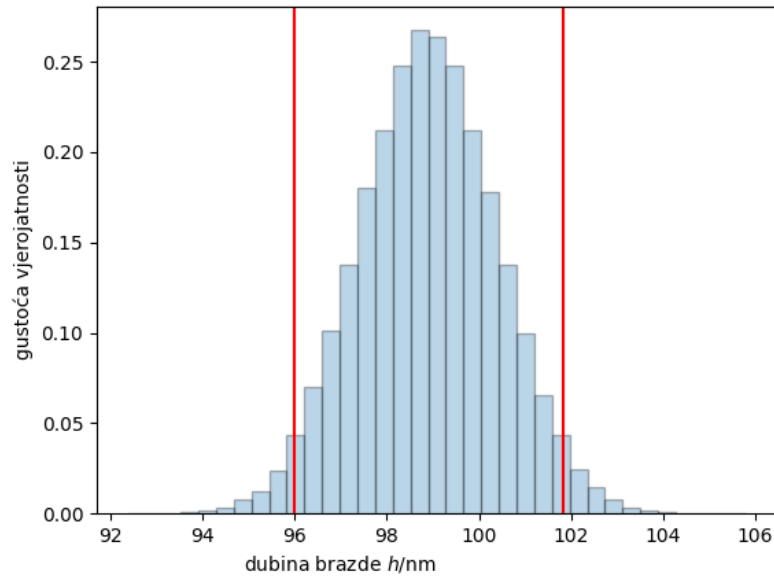
$$h = h_x + v \cdot t \cdot l + d \cdot \alpha \cdot \Delta T + \delta r + \delta R + \delta tic \quad (5.1)$$

Ulazne veličine x_i definirane su funkcijama gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$ kako je prikazano u tablici 5.1. Aritmetička sredina i standardna devijacija sastavnice h_x izračunata je iz 20 ponovljenih mjerenja. Koeficijent temperaturnog širenja silicija iznosi $2,57 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ s proširenom nesigurnosti u iznosu od $0,038 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $k = 2$, $P = 95\%$. Ponovljivost i obnovljivost rezultata izračunati su sukladno normi ISO 5725-2:2019, Točnost mjernih rezultata – Dio 2: Osnovna metoda za određivanje ponovljivosti i obnovljivosti standardne mjerne metode [12]. Utjecaj ticala na rezultat iznosi 0,86 nm.

Tablica 5.1. Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti za dubinu brazde h

Ulazna veličina x_i		Funkcija gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$		
izmjerena vrijednost	h_x	nm	normalna raspodjela	$(98,9; 0,9; M)$
brzina skeniranja	v	s^{-1}	pravokutna raspodjela	$(-0,005; 0,005; M)$
vrijeme skeniranja	t	s	pravokutna raspodjela	$(-0,5; 0,5; M)$
duljina skeniranja	l	nm	pravokutna raspodjela	$(-0,005; 0,005; M)$
nazivna dubina brazde	d	nm	konstanta	100
koeficijent temperaturnog širenja referentnog etalona	α	K^{-1}	normalna raspodjela	$(2,57 \times 10^{-6}; 0,019 \times 10^{-6}; M)$
razlika temperatura	ΔT	K	pravokutna raspodjela	$(-2; 2; M)$
ponovljivost	δr	nm	normalna raspodjela	$(0; 0,104; M)$
obnovljivost	δR	nm	normalna raspodjela	$(0; 0,823; M)$
ticalo	δtic	nm	normalna raspodjela	$(0; 0,86; M)$

Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine dobivena je uz $M = 100\,000$ simulacija. Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine h prikazana je slikom 5.1.



Slika 5.1. Funkcija gustoće vjerojatnosti za dubinu brazde h

Procijenjeno standardno odstupanje izlazne veličine h iznosi 1,5 nm. Izlazna veličina h nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 96,0 \text{ nm}; Y_{0,975} = 101,8 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95 \text{ \%}.$$

S obzirom na simetričnost intervala, proširena mjerna nesigurnost uz $P = 95 \text{ \%}$ iznosi $U = 2,9 \text{ nm}$.

Kod primjene Bayesove metode matematički model mjerene veličine (5.1) potrebno je transformirati u opservacijski model. Opservacijski model dan je izrazom (5.2).

$$h_x = h - (v \cdot t \cdot l + d \cdot \alpha \cdot \Delta T + \delta r + \delta R + \delta tic) \quad (5.2)$$

Gdje su:

$D \equiv h_x = \phi(Y, \Theta)$	veličina indikacije
$Y \equiv h$	izlazna veličina
$\Theta \equiv (v, t, l, h_{\text{nom}}, \alpha, \Delta T, \delta r, \delta R, \delta tic)$	druge ulazne veličine.

Vrijednosti indikacije predstavljaju rezultate 20 ponovljenih mjerenja s očekivanom vrijednosti D i standardnom nesigurnosti S . Priorne raspodjele ulaznih veličina kreirane su na osnovi informacija iz tablice 5.1. U provedbi Bayesove metode za izlaznu veličinu korištena je manje informativna priorna raspodjela (vrijednost dubine brazde iz Certifikata o umjeravanju). Model za izračun mjerne nesigurnosti Bayesovom metodom dan je u izrazu (5.3).

$$f_{Y,\theta,S^2|D}(\eta, \theta, s^2 | d_1, \dots, d_n) \propto \mathcal{L}_D(d, s^2 | d_1, \dots, d_n) f_{Y,\theta,S^2}(\eta, \theta, s^2) \quad (5.3)$$

gdje su:

$f_{Y,\theta,S^2 D}(\eta, \theta, s^2 d_1, \dots, d_n)$	posteriorna raspodjela
$\mathcal{L}_D(d, s^2 d_1, \dots, d_n)$	funkcija vjerodostojnosti
$f_{Y,\theta,S^2}(\eta, \theta, s^2)$	priorna raspodjela parametara.

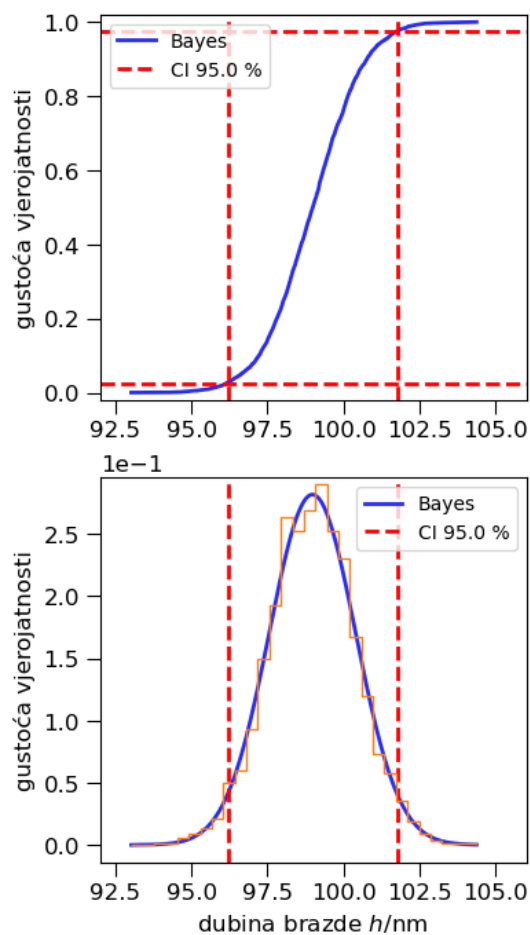
Funkcija vjerodostojnosti računa se sukladno izrazu (5.8).

$$\begin{aligned} \mathcal{L}_D(d, s^2 | d_1, \dots, d_n) &= \prod_{i=1}^n \frac{1}{s\sqrt{2\pi}} \exp \left\{ \frac{-(d_i - d)^2}{2s^2} \right\} \\ &= \prod_{i=1}^n \frac{1}{s\sqrt{2\pi}} \exp \left\{ \frac{-(d_i - \phi(Y, \theta))^2}{2s^2} \right\} \end{aligned} \quad (5.4)$$

Marginalna posteriorna funkcija prikazana je u jednadžbi (5.5).

$$f_{Y|D}(\eta | d_1, \dots, d_n) \propto \iint \mathcal{L}_D(d, s^2 | d_1, \dots, d_n) f_{Y,\theta,S^2}(\eta, \theta, s^2) d(\theta, s^2) \quad (5.5)$$

Slika 5.2. prikazuje izlaznu veličinu dobivenu Bayesovom metodom: kumulativnu funkciju raspodjele te funkciju gustoće vjerojatnosti.



Slika 5.2. Bayesova metoda: dubina brazde h

Procijenjeno standardno odstupanje izlazne veličine h iznosi 1,5 nm. Izlazna veličina h nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 96,5 \text{ nm}; Y_{0,975} = 100,2 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95 \text{ \%}.$$

Usporedba rezultata dobivenih metodom Monte Carlo simulacija i Bayesovom metodom dana je u tablici 5.2.

Tablica 5.2. Rezultati za simetrični interval pokrivanja (95 %)

	h	$u(h)$	Interval pokrivanja (95 %)
Metoda	nm	nm	nm
MCS	98,9	1,45	[96,0; 101,8]
Bayes	98,3	1,41	[96,1; 101,7]

5.2. Procjena mjerne nesigurnosti parametra Sa

Površinski parametar topografije Sa , koji prikazuje srednje aritmetičko odstupanje, računa se prema jednadžbi (2.13).

Jednadžba (5.6) prikazuje raspis funkcije $z(x,y)$ u Taylorov red oko točke (x_0, y_0) .

$$z(x, y) = z(x_0, y_0) + \frac{\partial z}{\partial x(x_0, y_0)}(x - x_0) + \frac{\partial z}{\partial y(x_0, y_0)}(y - y_0) \quad (5.6)$$

$$+ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial^2 z}{\partial x^2(x_0, y_0)}(x - x_0)^2 + \frac{2\partial^2 z}{\partial x \partial y(x_0, y_0)}(x - x_0)(y - y_0) \right.$$

$$\left. + \frac{\partial^2 z}{\partial y^2(x_0, y_0)}(y - y_0)^2 \right)$$

Iz jednadžbi (2.13) i (5.6) slijedi izraz (5.7).

$$Sa = \left[\frac{1}{A} \iint_A \left| z(x_0, y_0) + \frac{\partial z}{\partial x(x_0, y_0)}(x - x_0) + \frac{\partial z}{\partial y(x_0, y_0)}(y - y_0) \right. \right. \quad (5.7)$$

$$\left. + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial^2 z}{\partial x^2(x_0, y_0)}(x - x_0)^2 + \frac{2\partial^2 z}{\partial x \partial y(x_0, y_0)}(x - x_0)(y - y_0) \right. \right.$$

$$\left. \left. + \frac{\partial^2 z}{\partial y^2(x_0, y_0)}(y - y_0)^2 \right) \right]^{1/2} dx dy$$

Primjena svojstva apsolutnih vrijednosti prikazana su u jednadžbi (5.8).

$$Sa = \left[\frac{1}{A} \iint_A \left(|z(x_0, y_0)| + \left| \frac{\partial z}{\partial x(x_0, y_0)}(x - x_0) \right| + \left| \frac{\partial z}{\partial y(x_0, y_0)}(y - y_0) \right| \right. \quad (5.8)$$

$$\left. + \frac{1}{2} \left(\left| \frac{\partial^2 z}{\partial x^2(x_0, y_0)}(x - x_0)^2 \right| + \left| \frac{2\partial^2 z}{\partial x \partial y(x_0, y_0)}(x - x_0)(y - y_0) \right| \right. \right.$$

$$\left. \left. + \left| \frac{\partial^2 z}{\partial y^2(x_0, y_0)}(y - y_0)^2 \right| \right) \right]^{1/2} dx dy$$

Razdvajanjem intervala dolazi se do izraza u kojem je parametar Sa raspisan u Taylorov red, jednadžba (5.9).

$$\begin{aligned}
Sa = & \left[\frac{1}{A} \left(\iint_A |z(x_0, y_0)| dx dy + \iint_A \left| \frac{\partial z}{\partial x(x_0, y_0)} (x - x_0) \right| dx dy \right. \right. \\
& + \iint_A \left| \frac{\partial z}{\partial y(x_0, y_0)} (y - y_0) \right| dx dy \\
& + \frac{1}{2} \left(\iint_A \left| \frac{\partial^2 z}{\partial x^2(x_0, y_0)} (x - x_0)^2 \right| dx dy \right. \\
& + \iint_A \left| \frac{2\partial^2 z}{\partial x \partial y(x_0, y_0)} (x - x_0)(y - y_0) \right| dx dy \\
& \left. \left. + \iint_A \left| \frac{\partial^2 z}{\partial y^2(x_0, y_0)} (y - y_0)^2 \right| dx dy \right) \right]^{1/2}
\end{aligned} \tag{5.9}$$

Matematički model mjerene veličine Sa dan je u jednadžbi (5.10).

$$\begin{aligned}
Sa = & \left[\frac{1}{A} \left(\iint_A |z(x_0, y_0)| dx dy + \iint_A \left| \frac{\partial z}{\partial x(x_0, y_0)} (x - x_0) \right| dx dy \right. \right. \\
& + \iint_A \left| \frac{\partial z}{\partial y(x_0, y_0)} (y - y_0) \right| dx dy \\
& + \frac{1}{2} \left(\iint_A \left| \frac{\partial^2 z}{\partial x^2(x_0, y_0)} (x - x_0)^2 \right| dx dy \right. \\
& + \iint_A \left| \frac{2\partial^2 z}{\partial x \partial y(x_0, y_0)} (x - x_0)(y - y_0) \right| dx dy \\
& \left. \left. + \iint_A \left| \frac{\partial^2 z}{\partial y^2(x_0, y_0)} (y - y_0)^2 \right| dx dy \right) \right]^{1/2} \\
& + Sa_x + v \cdot t \cdot l + d \cdot \alpha \cdot \Delta T + \delta r + \delta R + \delta tic
\end{aligned} \tag{5.10}$$

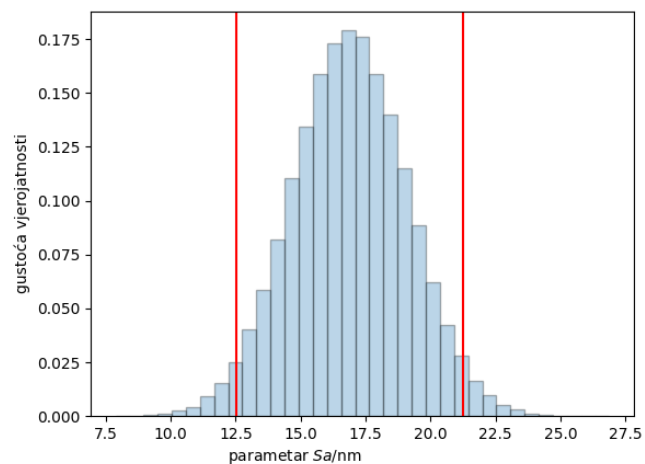
Ulazne veličine x_i definirane su funkcijama gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$ kako je prikazano u tablici 5.3. Aritmetička sredina i standardna devijacija sastavnice h_x izračunata je iz 20 ponovljenih mjerenja. Veličina skeniranog područja predstavljena je pravokutnom raspodjelom s očekivanjem 20 μm i intervalom od 0,5 μm . Izmjerena z -vrijednost prikazana je normalnom

raspodjelom sa standardnom devijacijom od 2 nm. Pozicije na x - i y -osi označene su pravokutnom raspodjelom s očekivanjem od 0 nm i intervalom 39 nm. Koeficijent temperaturnog širenja silicija iznosi $2,57 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ s proširenom nesigurnosti u iznosu od $0,038 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Ponovljivost i obnovljivost rezultata izračunati su sukladno normi ISO 5725-2:2019, Točnost mjernih rezultata – Dio 2: Osnovna metoda za određivanje ponovljivosti i obnovljivosti standardne mjerne metode [12]. Utjecaj ticala na rezultat iznosi 1,07 nm.

Tablica 5.3. Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti za parametar Sa

Ulazna veličina x_i		Funkcija gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$		
izmjerena vrijednost	Sa_x	nm	normalna raspodjela	$(16,88; 1,77; M)$
veličina skeniranog područja	A	μm^2	pravokutna raspodjela	$(19,5; 20,5; M)$
izmjerena z -vrijednost	z	nm	normalna raspodjela	$(0; 2; M)$
pozicija na x -osi	x	nm	pravokutna raspodjela	$(-39; 39; M)$
pozicija na y -osi	y	nm	pravokutna raspodjela	$(-39; 39; M)$
brzina skeniranja	v	s^{-1}	pravokutna raspodjela	$(-0,005; 0,005; M)$
vrijeme skeniranja	t	s	pravokutna raspodjela	$(-0,5; 0,5; M)$
duljina skeniranja	l	nm	pravokutna raspodjela	$(-0,005; 0,005; M)$
nazivna dubina brazde	d	nm	konstanta	100
koeficijent temperaturnog širenja referentnog etalona	α	K^{-1}	normalna raspodjela	$(2,57 \times 10^{-6}; 0,019 \times 10^{-6}; M)$
razlika temperatura	ΔT	K	pravokutna raspodjela	$(-2; 2; M)$
ponovljivost	δr	nm	normalna raspodjela	$(0; 0,104; M)$
obnovljivost	δR	nm	normalna raspodjela	$(0; 0,823; M)$
ticalo	δtic	nm	normalna raspodjela	$(0; 1,07; M)$

Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine dobivena je uz $M = 100\ 000$ simulacija. Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine h prikazana je slikom 5.3.



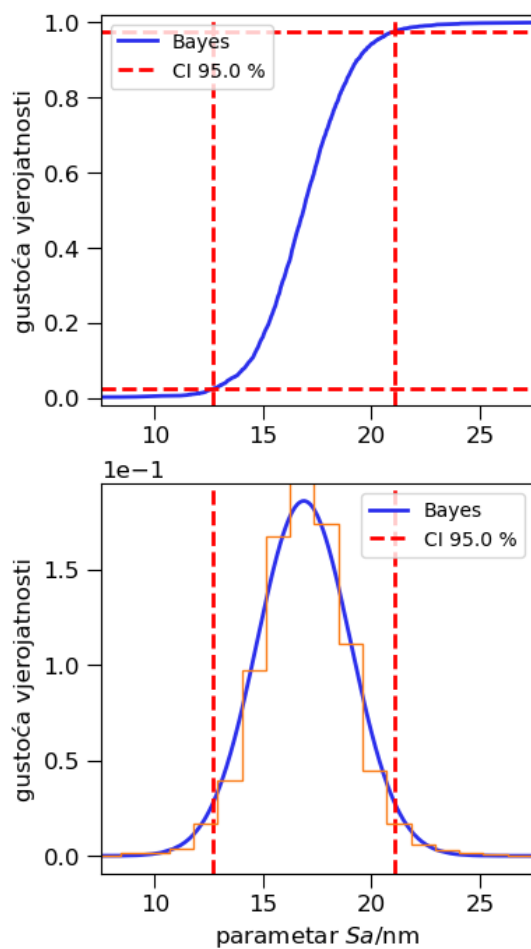
Slika 5.3. Funkcija gustoće za površinski parametar topografije Sa

Procijenjeno standardno odstupanje izlazne veličine h iznosi 2,22 nm. Izlazna veličina Sa nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 12,53 \text{ nm}; Y_{0,975} = 21,24 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95 \text{ \%}.$$

S obzirom na simetričnost intervala, proširena mjerna nesigurnost uz $P = 95 \text{ \%}$ iznosi $U = 4,36 \text{ nm}$.

Procjena mjerne nesigurnosti parametra Sa provedena je i Bayesovom metodom. Izlazna veličina dobivena Bayesovom metodom dana je u slici 5.4.



Slika 5.4. Bayesova metoda: parametar Sa

Izlazna veličina Sa nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 14,23 \text{ nm}; Y_{0,975} = 19,58 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95 \text{ \%}.$$

Usporedba rezultata dobivenih metodom Monte Carlo simulacija i Bayesovom metodom dana je u tablici 5.4.

Tablica 5.4. Rezultati za simetrični interval pokrivanja za parametar Sa

	Sa	$u(Sa)$	Interval pokrivanja (95 %)
Metoda	nm	nm	nm
MCS	16,88	2,18	[12,53; 21,24]
Bayes	16,90	2,15	[12,67; 21,09]

5.3. Procjena mjerne nesigurnosti parametra S_z

Površinski parametar topografije S_z predstavlja razliku između najvišeg vrha i najdubljeg dola. Analizom utjecajnih parametra u postupku mjerenja mikroskopom atomskih sila na parametar S_z postavljen je matematički model. Matematički model dan je u jednadžbi (5.11).

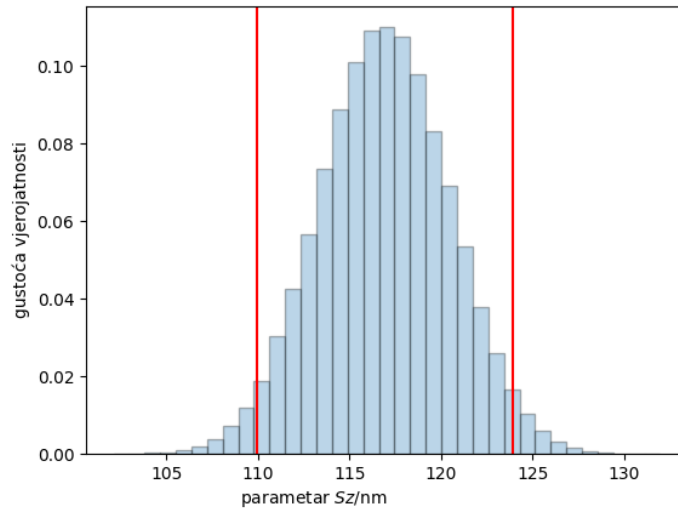
$$S_z = S_{z_x} + v \cdot t \cdot l + d \cdot \alpha \cdot \Delta T + \delta r + \delta R + \delta tic \quad (5.11)$$

Ulazne veličine x_i definirane su funkcijama gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$ kako je prikazano u tablici 5.5. Aritmetička sredina i standardna devijacija sastavnice S_{z_x} izračunata je iz 20 ponovljenih mjerenja. Veličina skeniranog područja iznosi $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$. Izmjerena z -vrijednost prikazana je normalnom raspodjelom sa standardnom devijacijom od 2 nm. Pozicije na x - i y -osi označene su pravokutnom raspodjelom s očekivanjem od 0 nm i intervalom 39 nm. Koeficijent temperaturnog širenja silicija iznosi $2,57 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ s proširenom nesigurnosti u iznosu od $0,038 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Ponovljivost i obnovljivost rezultata izračunati su sukladno normi ISO 5725-2:2019, Točnost mjernih rezultata – Dio 2: Osnovna metoda za određivanje ponovljivosti i obnovljivosti standardne mjerne metode [12]. Utjecaj ticala na rezultat iznosi 1,814 nm.

Tablica 5.5. Ulazne veličine i funkcije gustoće vjerojatnosti za parametar S_z

Ulazna veličina x_i		Funkcija gustoće vjerojatnosti $g(x_i)$		
izmjerena vrijednost	S_{z_x}	nm	normalna raspodjela	(116,9; 2,88; M)
brzina skeniranja	v	s^{-1}	pravokutna raspodjela	(-0,005; 0,005; M)
vrijeme skeniranja	t	s	pravokutna raspodjela	(-0,5; 0,5; M)
duljina skeniranja	l	nm	pravokutna raspodjela	(-0,005; 0,005; M)
nazivna dubina brazde	d	nm	konstanta	100
koeficijent temperaturnog širenja referentnog etalona	α	K^{-1}	normalna raspodjela	($2,57 \times 10^{-6}$; $0,019 \times 10^{-6}$; M)
razlika temperatura	ΔT	K	pravokutna raspodjela	(-2; 2; M)
ponovljivost	δr	nm	normalna raspodjela	(0; 0,152; M)
obnovljivost	δR	nm	normalna raspodjela	(0; 1,053; M)
ticalo	δtic	nm	normalna raspodjela	(0; 1,814; M)

Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine dobivena je uz $M = 100\,000$ simulacija. Funkcija gustoće vjerojatnosti izlazne veličine S_z prikazana je slikom 5.5.



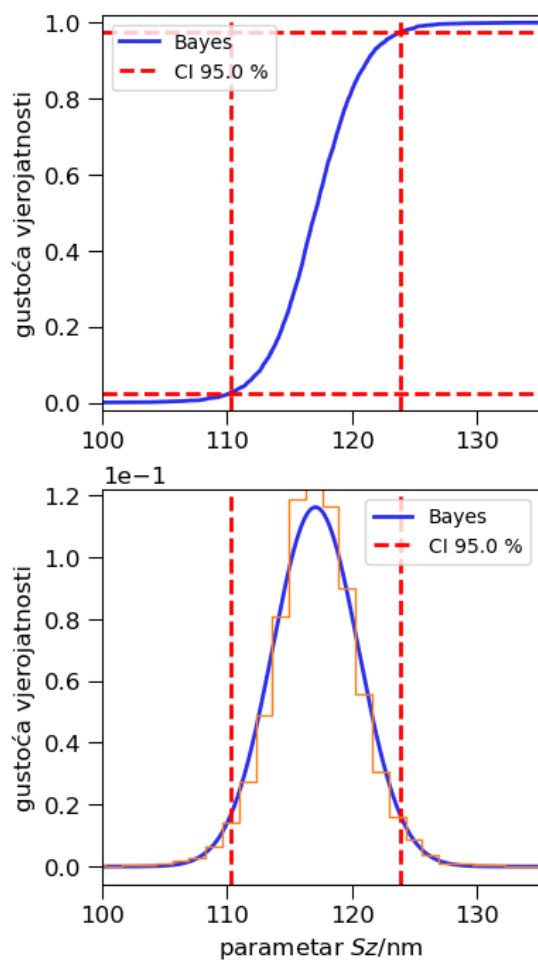
Slika 5.5. Funkcija gustoće za površinski parametar topografije S_z

Procijenjeno standardno odstupanje izlazne veličine h iznosi 3,6 nm. Izlazna veličina S_z nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 109,9 \text{ nm}; Y_{0,975} = 123,9 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95 \text{ \%}.$$

S obzirom na simetričnost intervala, proširena mjerna nesigurnost uz $P = 95 \text{ \%}$ iznosi $U = 7,0 \text{ nm}$.

Procjena mjerne nesigurnosti parametra S_z provedena je i Bayesovom metodom. Izlazna veličina dobivena Bayesovom metodom dana je u slici 5.6.



Slika 5.6. Bayesova metoda: parametar S_z

Izlazna veličina S_z nalazi se unutar intervala:

$$(Y_{0,025} = 112,0 \text{ nm}; Y_{0,975} = 121,1 \text{ nm}) \text{ uz } P = 95 \text{ \%}.$$

Usporedba rezultata dobivenih metodom Monte Carlo simulacija i Bayesovom metodom dana je u tablici 5.6.

Tablica 5.6. Rezultati za simetrični interval pokrivanja za parametar S_z

	S_z	$u(S_z)$	Interval pokrivanja (95 %)
Metoda	nm	nm	nm
MCS	116,9	3,5	[109,9; 123,9]
Bayes	116,6	3,4	[110,3; 123,8]

5.4. Međulaboratorijska usporedbena mjerenja

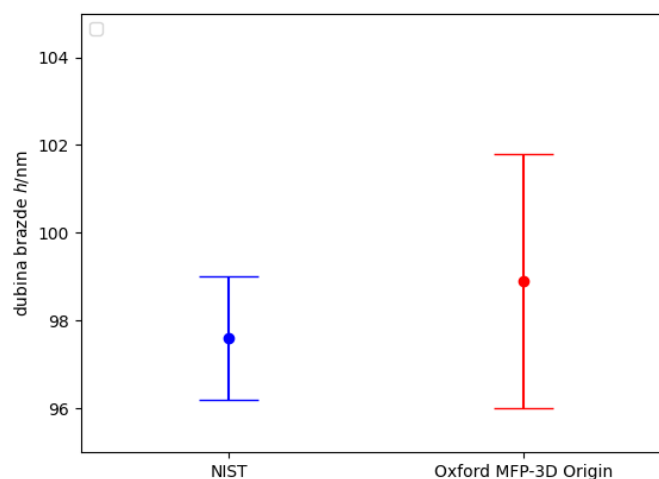
Provedena je usporedba rezultata mjerenih na mikroskopu atomskih sila *Oxford MFP-3D Origin* koji se nalazi na Fakultetu strojarstva i brodogradnje s vrijednostima iz Certifikata o umjeravanju [103], čije rezultate propisuje Nacionalni institut za standarde i tehnologiju (engl. *National Institute of Standards and Technology* – NIST). Usporedba rezultata provodi se računajući faktor slaganja En , jednačba (5.12).

$$En = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_{\text{ref}}|}{2 \cdot \sqrt{u_1^2 + u_{\text{ref}}^2}} \leq 1 \quad (5.12)$$

Gdje su:

\bar{x}_1	nm	aritmetička sredina izmjerenih dubine brazde
\bar{x}_{ref}	nm	referentna vrijednost sukladna [103]
u_1	nm	procijenjena standardna mjerna nesigurnost
u_{ref}	nm	standardna mjerna nesigurnost sukladna [103]

Dobivena vrijednost faktora slaganja En iznosi 0,40. Budući da je vrijednost faktora slaganja manja od 1, može se zaključiti da su rezultati kompatibilni. Rezultati su grafički prikazani slikom 5.7.



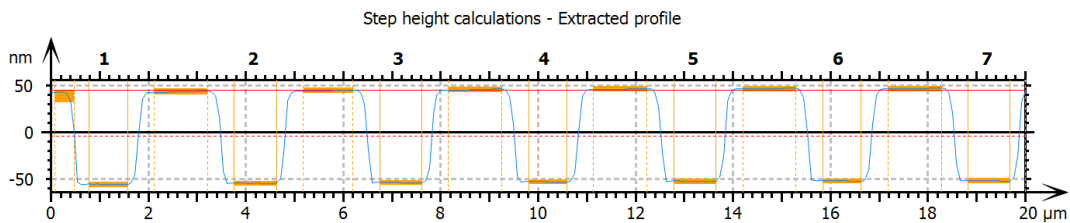
Slika 5.7. Usporedba vrijednosti

U međulaboratorijskim usporedbenim mjerenjima sudjelovala su četiri laboratorija: Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu (FSB), Institut *Ruđer Bošković* u Zagrebu (IRB), Institut za fiziku u Zagrebu (IFZ) te Fakultet tehničkih nauka u Novom Sadu (FTN). Mjerenja su provedena na umjerenom referentnom etalonu. Ulazni parametri skeniranja dani su u tablici 5.7.

Tablica 5.7. Ulazni parametri mjerenja

Način rada	Kontaktni
Veličina skeniranog područja	20 $\mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$
Rezolucija	256
Brzina skeniranja	12,5 $\mu\text{m s}^{-1}$

Kod referentnog etalona provodilo se mjerenje dubine brazde. Provedeno je 20 mjerenja dubine brazde od strane svakog laboratorija. Mjerenje dubine brazde provodilo se po liniji koja označava poprečni presjek kroz dubinu brazde, slika 5.8.



Slika 5.8. Mjerenje dubine brazde

Rezultati mjerenja dani su u tablici 5.8. Faktor slaganja En izračunat je prema izrazu (5.13), gdje se izmjerene vrijednosti pojedinog laboratorija uspoređuju s referentnom vrijednosti.

$$En = \frac{|\bar{x}_i - \bar{x}_{\text{ref}}|}{2 \cdot \sqrt{u_i^2 + u_{\text{ref}}^2}} \leq 1 \quad (5.13)$$

Gdje su:

\bar{x}_i	nm	aritmetička sredina dubine brazde dobivena od strane pojedinog laboratorija
\bar{x}_{ref}	nm	referentna dubina brazde
u_i	nm	standardna mjerna nesigurnost rezultata mjerenja pojedinog laboratorija

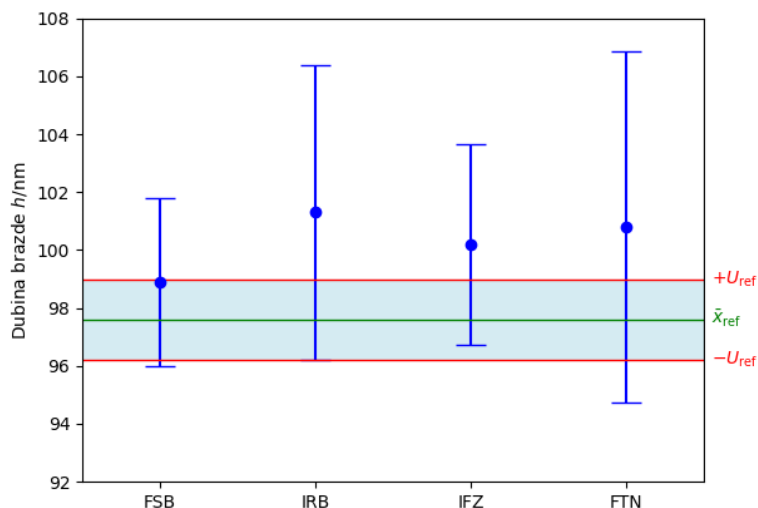
u_{ref} nm standardna mjerna nesigurnost referentne vrijednosti.

Izračunate vrijednosti faktora slaganja En dane su u tablici 5.8. Vidi se da su vrijednosti faktora slaganja za svaki laboratorij manje od 1, stoga se može zaključiti da su rezultati kompatibilni.

Tablica 5.8. Rezultati usporedbenih mjerenja za dubinu brazde h

	FSB	IRB	IZF	FTN
\bar{x}/nm	98,9	101,3	100,2	100,8
s/nm	0,9	2,3	1,3	2,6
u/nm	1,45	2,55	1,75	2,80
En	0,40	0,70	0,69	0,55

Rezultati usporedbenih mjerenja s pripadajućim mjernim nesigurnostima grafički su prikazani slikom 5.9. Na slici je zelenom linijom označena referentna vrijednost dubine brazde. Crvene linije označavaju vrijednosti mjerne nesigurnost referentne vrijednosti.



Slika 5.9. Dubina brazde: usporedbena mjerenja

Međulaboratorijskim mjerenjima uspoređene su vrijednosti parametra Sa , tablica 5.9. Prema jednadžbi (5.14) izračunati su faktori slaganja svakog laboratorija s referentnom

vrijednosti. S obzirom na to da referentna vrijednost parametra topografije Sa nije otprije poznata, vrijednosti \bar{x}_{ref} i u_{ref} izračunate su sukladno jednadžbama (5.15) i (5.16), gdje je n broj laboratorija koji sudjeluje u istraživanju.

$$En = \frac{|\bar{x}_i - \bar{x}_{\text{ref}}|}{2 \cdot \sqrt{\left(1 - \frac{2}{n}\right) \cdot u_i^2 + u_{\text{ref}}^2}} \leq 1 \quad (5.14)$$

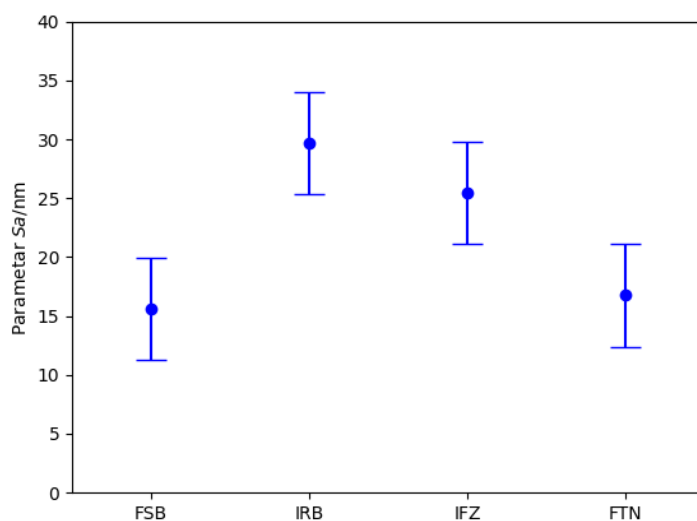
$$\bar{x}_{\text{ref}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (5.15)$$

$$u_{\text{ref}} = \frac{1}{n} \sqrt{\sum_{i=1}^n u^2(x_i)} \quad (5.16)$$

Izračunate su vrijednosti $\bar{x}_{\text{ref}} = 21,87$ nm i $u_{\text{ref}} = 1,09$ nm. Vrijednosti faktora slaganja En za pojedini laboratorij dane su u tablici 5.9. Ni za jedan laboratorij ne vrijedi $En \leq 1$. Unatoč tome što su dubine brazdi kod svih laboratorija u razumnom slaganju, vidi se da parametri Sa nisu kompatibilni (slika 5.10.).

Tablica 5.9. Rezultati usporedbenih mjerenja za parametar Sa

	FSB	IRB	IZF	FTN
Sa/nm	15,60	29,68	25,45	16,76
En	3,32	4,14	1,89	2,71



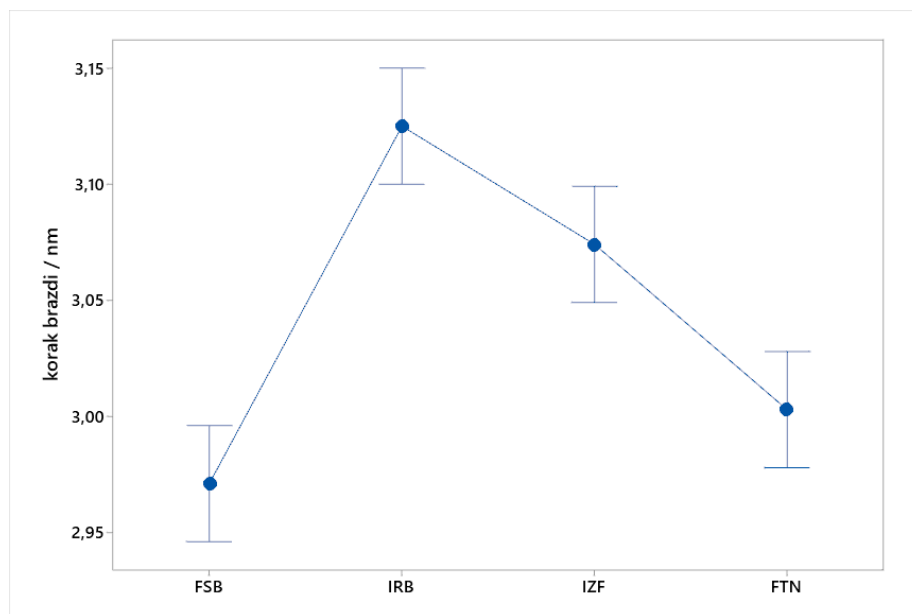
Slika 5.10. Usporedbena mjerenja: parametar Sa

Budući da su vrijednosti dubina brazdi kompatibilne, odgovor na dobivenu situaciju potrebno je potražiti u vrijednostima u horizontalnim osima, x - i y -osima. Na istim linijama koje prikazuju poprečni presjek izmjenjenog etalona, a koje su poslužile za dobivanje informacija o iznosu dubine brazde, izračunat je korak pojedinih brazdi. Korak brazdi definiran je Certifikatom o umjeravanju [103] i iznosi $(3,00 \pm 0,02) \mu\text{m}$. Izmjereni koraci brazdi dani su u tablici 5.10.

Tablica 5.10. Korak brazdi na etalonu

	FSB	IRB	IZF	FTN
$\bar{x}/\mu\text{m}$	2,98	3,12	3,08	3,02
$s/\mu\text{m}$	0,04	0,03	0,04	0,05

Iz podataka (tablica 5.10.) provedena je analiza varijanci. Dobivena P -vrijednost u iznosu od 0,000 ukazuje na to da razlika vrijednosti osnih razmaka brazdi etalona izmjerenih u različitim laboratorijima je statistički značajna, slika 5.11. To objašnjava razlike u vrijednostima parametra Sa kod različitih laboratorijima unatoč kompatibilnim vrijednostima izmjerenih dubina brazdi.



Slika 5.11. Analiza varijanci: korak brazdi umjerenog etalona

Na linijama koje označavaju poprečni presjek etalona, iz kojih su dobivene vrijednosti dubina i koraka brazdi, mogu se izračunati linijski parametri hrapavosti Ra i Rz , tablica 5.11.

Tablica 5.11. Rezultati usporedbenih mjerenja za linijske parametre Ra i Rz

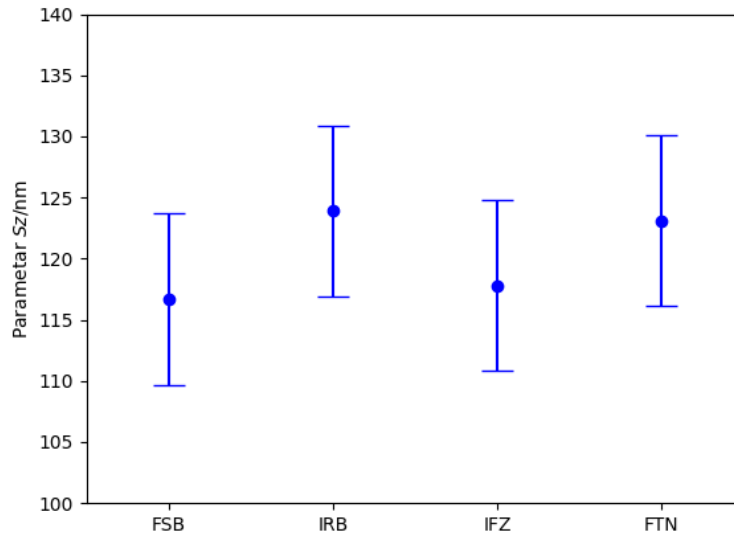
	FSB	IRB	IZF	FTN
Ra/nm	21,77	25,67	23,75	23,89
Rz/nm	69,69	82,61	75,40	73,63

Međulaboratorijskim mjerenjima na umjerenom referentnom etalonu uspoređene su vrijednosti parametra Sz . Vrijednosti parametara Sz nakon provedene obrade slike dostupnim filtrima i alatima za obradu slike dani su u tablici 5.12. Sukladno jednadžbama (5.15) i (5.16) izračunati su $\bar{x}_{ref} = 119,9$ nm i $u_{ref} = 1,75$ nm. Vrijednosti faktora slaganja En za svaki laboratorij dane su u tablici 5.12. Budući da su vrijednosti faktora slaganja En za svaki laboratorij manji od jedan, može se zaključiti da su rezultati kompatibilni.

Tablica 5.12. Rezultati usporedbenih mjerenja za parametar Sz nakon filtriranja

	FSB	IRB	IZF	FTN
Sz/nm	116,9	122,8	117,8	122,1
En	0,98	0,95	0,69	0,73

Slika 5.12. prikazuje rezultate usporedbenih mjerenja u kojima je kao izlazna veličina praćen parametar topografije S_z .



Slika 5.12. Usporedbena mjerenja: parametar S_z

Međulaboratorijska usporedbena mjerenja provedena su na neumjerenom referentnom etalonu. Rezultati mjerenja su dani u tablici 5.13.

Tablica 5.13. Rezultati usporedbenih mjerenja na neumjerenom referentnom etalonu

		FSB	IRB	IFZ	FTN
dubina brazde	\bar{x}/nm	100,9	104,6	103,7	101,1
	s/nm	1,1	1,6	2,4	1,2
parametar	S_a/nm	21,30	35,01	24,67	12,55
parametar	S_z/nm	123,5	162,3	116,3	263,8

Međulaboratorijska usporedbena mjerenja provedena su na uzorku. S obzirom na neujednačenost samog mjernog uzorka (tablica 4.19), uzorak nije primjeren za usporedbu.

5.5. Smjernice za provedbu mjerenja kod primjene industrijskog AFM-a

U nastavku se nalaze smjernice za provedbu AFM mjerenja s ciljem optimiranja elemenata AFM mjernog sustava u postupku dimenzijskih mjerenja na nanorazini.

1. Odabir načina rada. Potrebno je odabrati odgovarajući način rada na mikroskopu atomskih sila ovisno o vrsti uzorka i željenim rezultatima mjerenja. U području topografije površine odabire se kontaktni, beskontaktni ili isprekidani način rada.
2. Kalibracija sustava. Provjera AFM mjernog sustava u tri osi koristeći umjereni referentni AFM etalon. Napraviti provjeru prije svakog važnijeg skeniranja ili uslijed promjene određenih karakteristika:
 - a) Promjena okoline. Ako se radni uvjeti značajno mijenjaju – promjena lokacije AFM uređaja, promjena temperature ili vlažnosti okoline.
 - b) Značajne promjene u komponentama AFM mjernog sustava. U slučaju zamjene, nadogradnje ili popravaka važnih komponenti AFM mjernog sustava potrebno je provesti podešavanje uređaja.
 - c) Rezultati prethodnih podešavanja. Ako su prethodna podešavanja pokazivala veća odstupanja ili probleme u točnosti/preciznosti mjerenja, potrebno je češće provoditi podešavanja.
3. Odabir ulaznih parametara skeniranja.
 - a) Veličina skeniranog područja. Odabire se optimalna veličina područja skeniranja u ovisnosti o dimenzijama uzorka i željenim detaljima. Prema dosadašnjim istraživanjima optimalna veličina skeniranog područja iznosi $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$. To je dovoljno velika površina koja se skenira da se mogu uočiti pojedine značajke, a nije prevelika kako se ne bi ticalo mnogo trošilo ni kako ne bi vrijeme skeniranja bilo predugo. Mogu se postaviti i manje veličine, međutim tada treba uzeti u obzir koje su to značajke od interesa. Npr. korak brazdi na umjerenom etalonu je $3\ \mu\text{m}$, stoga veličina skeniranog područja ispod navedene gotovo da i nema smisla. Moguće su i veće veličine skeniranog područja, sve do $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$. Tada ticalo prelazi ogroman put i skeniranje jako dugo traje. Kada se radi o industrijskim uzorcima, nikako se ne preporučuje koristiti $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$. U tom području ticalo može izaći izvan raspona z-osi (okvirno $2\ \mu\text{m}$). U tom slučaju mjerenje je prekida i dobiva se nepotpuni sken. Pri toj veličini skeniranog područja vrlo lako ticalo

može na sebe navući neke čestice prašine ili se oštetiti pa velik dio slike kao rezultata mjerenja može biti prekriven artefaktima.

- b) Rezolucija. Odabrati prikladnu rezoluciju za željene detalje na uzorku. Korištenje skeniranja s višom rezolucijom može biti potrebno za prikazivanje manjih detalja. Rezolucija od 256 zapisa u jednoj liniji i 256 linija u skenu na veličini skeniranog područja od $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ je optimalna. Za veću rezoluciju može se odabrati i rezolucija u iznosu od 512.
 - c) Brzina skeniranja. Prilagoditi brzinu skeniranja u skladu s vrstom, izgledom i stanju uzorka. Pri odabranoj $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ veličini skeniranog područja optimalna brzina skeniranja iznosi $12,5\ \mu\text{m s}^{-1}$. Prebrzo skeniranje može dovesti do krivog izgleda značajki uzorka, a samim time do krivih informacija o parametrima topografije i krivih zaključaka donesenih temelju tih parametara ili izgleda mjerene površine.
4. Vizualni pregled dobivenog skena. Nakon skeniranja potrebno je pogledati dobiveni sken i provjeriti je li kvaliteta skena na zadovoljavajućoj razini. Potrebno je identificirati područje od interesa. Potrebno je pažljivo pogledati sken i vidjeti je li došlo do pojave artefakata. U tom slučaju potrebno je u programima za obradu slike minimalizirati utjecaj artefakata ili ponoviti mjerenje
 5. Obrada slike. Primijeniti filtre s ciljem niveliranja skena, uklanjanja artefakata, uklanjanja šumova ili poboljšanja oštrote slike. Izbor filtera bira se ovisno o vrsti skena, dobivenoj slici, jasnoći skena, vidljivosti značajki od interesa i sl. Korištenje pojedinih filtera za obradu slike obavezno je naznačiti jer korištenje istih dovodi do drugačijih rezultata: drugačijeg izgleda značajki od interesa te drugom iznosu površinskih parametara topografije. U slučaju korištenja Gaussovog mjeriteljskog filtra obavezno navesti korištenu graničnu vrijednost filtra.
 6. Dobivanje informacija. Iz obrađenog skena potrebno je izvući relevantne podatke, uključujući dimenzije značajke, parametre topografije, morfologiju i ostalo.
 7. Zaključak. Na temelju dobivenih rezultata mjerenja potrebno je istaknuti dobivene rezultate i interpretirati ih u kontekstu provedenog istraživanja.

6. ZAKLJUČAK

U radu su provedena istraživanja s ciljem procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja na području mikroskopije atomskih sila, u dimenzijskom nanomjeriteljstvu. Unatoč širokoj primjeni mikroskopa atomskih sila u mnogim granama znanosti, mjerna nesigurnost rezultata mjerenja dobivenih primjenom industrijskog AFM mjernog uređaja nije bila istražena ni procijenjena.

S obzirom na velik broj utjecajnih parametara te funkcijski odnos ulaznih i izlaznih veličina, procjena mjerne nesigurnosti provedena je primjenom metode Monte Carlo simulacija i Bayesove metode. U cilju procjene mjernih nesigurnosti definiran je matematički model mjerenih veličina. Provedena su teorijska i eksperimentalna istraživanja. Istraživanja su provedena na AFM referentnim etalonima i mjernom uzorku. Mjerenja su provedena u četirima laboratorijima i rezultati su međusobno uspoređeni. Rezultati provedenih istraživanja su kako slijedi:

- Razvijeni su matematički modeli koji najbolje opisuju mjerenu veličinu. Matematički modeli definirani su za dubinu brazde h te površinske parametre topografije S_a i S_z . Za svaki ulazni parametar dane su funkcije gustoće vjerojatnosti.
- Mjerna nesigurnost rezultata mjerenja procijenjena je metodom Monte Carlo simulacija i Bayesovom metodom. Određen je 95-postotni interval pokrivanja izlazne veličine.
- Provedena je identifikacija i klasifikacija utjecajnih parametara na proces i rezultat mjerenja. Usustavljanje utjecajnih parametara je shematski prikazano Ishikawa-dijagramom, a utjecajni parametri svrstani su u šest glavnih skupina: predmet mjerenja, mjeritelj, AFM mjerni uređaj, analiza slike, referentni predmeti i okolišni uvjeti.
- U okviru eksperimentalnih istraživanja provedena su preliminarna istraživanja pomoću faktorskog plana pokusa. Planom pokusa pokazano je da na dubinu brazde i parametre topografije S_a i S_z značajno utječu način rada, veličina skeniranog područja i brzina skeniranja.
- Analiziran je utjecaj istrošenosti ticala na rezultat mjerenja. Utvrđeno je da na istrošenost ticala značajno utječe kvaliteta mjernog uzorka, način rada, veličina

područja skeniranja, brzina skeniranja i ostali parametri. O kvaliteti mjernog uzorka ovisi broj skeniranja koji se može provesti jednim ticalom. Pokazano je da istrošenost ticala značajno utječe na rezultat mjerenja.

- Da bi se utvrdila sastavnica nesigurnosti ponovljivosti i obnovljivosti rezultata mjerenja, provedena su mjerenja sukladno normi ISO 5725-2:2019. Utvrđeno je da razdoblje između mjerenja značajno ne utječe na ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerenja površinskih parametara topografije.
- Analiziran je utjecaj filtriranja na rezultate mjerenja. Pokazano je da filtriranje matričnim filtrom i mjeriteljskim, Gausovim značajno utječe na parametre topografije. Stoga je nužno uz priložene rezultate mjerenja opisati i eventualno korištene filtre i opcije za obradu slike.
- Provedena su međulaboratorijska usporedbena mjerenja. Mjerenja su provela četiri laboratorija. Iznosi faktora slaganja En pokazali su da su rezultati kompatibilni za dubinu brazde h i površinski parametar Sz . Za parametar Sa vrijednosti faktora slaganja En su veći od jedan, što znači da rezultati nisu kompatibilni. Utvrđeno je da se rezultati mjerenja osnog razmaka brazdi, izmjereni u laboratorijima, statistički značajno razlikuju, što dovodi do značajne razlike vrijednosti parametra Sa .
- Dane su smjernice za provedbu mjerenja kod primjene komercijalnog, industrijskog mikroskopa atomskih sila u cilju osiguravanja točnih, ponovljivih i obnovljivih rezultata mjerenja.

Opisanim istraživanjem, s ciljem procjene mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja na području mikroskopije atomskih sila u dimenzijskom nanomjeriteljstvu, ostvareni su sljedeći znanstveni doprinosi:

1. Definirani su kriteriji u cilju optimiranja elemenata AFM mjernog sustava u postupku dimenzijskih mjerenja na nanorazini.
2. Razvijeni su matematički modeli za procjenu mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja koji se mogu široko primijeniti i prilagoditi različitim mjerenjima na području mikroskopije atomskih sila.

Prijedlozi za daljnja istraživanja su:

1. Razviti etalon za mjerenje površinskih parametara hrapavosti na području mikroskopije atomskih sila.
2. Definirati jasne kriterije za odabir granične vrijednosti filtra u cilju jednoznačne primjene mjeriteljskog filtra.
3. Istražiti funkcijski odnos između linijskih i površinskih parametara.

LITERATURA

- [1] 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, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.ultramic.2013.06.022.
- [2] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber, ‘Atomic Force Microscope’, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, no. 9, pp. 930–933, Mar. 1986, doi: 10.1103/PhysRevLett.56.930.
- [3] D. Domene-López, J. C. García-Quesada, and I. Martín-Gullón, ‘A correlation between the Wolf-Wilburn scale and atomic force microscopy for anti-scratch resistance determination’, *Progress in Organic Coatings*, vol. 125, pp. 325–330, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.porgcoat.2018.08.012.
- [4] J. Wang and S. Nie, ‘Application of atomic force microscopy in microscopic analysis of polysaccharide’, *Trends in Food Science & Technology*, vol. 87, pp. 35–46, May 2019, doi: 10.1016/j.tifs.2018.02.005.
- [5] Q. D. Nguyen and K.-H. Chung, ‘Effect of tip shape on nanomechanical properties measurements using AFM’, *Ultramicroscopy*, vol. 202, pp. 1–9, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.ultramic.2019.03.012.
- [6] F. S. Russell-Pavier, L. Picco, J. C. C. Day, N. R. Shatil, A. Yacoot, and O. D. Payton, ‘“Hi-Fi AFM”: high-speed contact mode atomic force microscopy with optical pickups’, *Meas. Sci. Technol.*, vol. 29, no. 10, p. 105902, Oct. 2018, doi: 10.1088/1361-6501/aad771.
- [7] K. Pürckhauer, S. Maier, A. Merkel, D. Kirpal, and F. J. Giessibl, ‘Combined atomic force microscope and scanning tunneling microscope with high optical access achieving atomic resolution in ambient conditions’, *Review of Scientific Instruments*, vol. 91, no. 8, p. 083701, Aug. 2020, doi: 10.1063/5.0013921.
- [8] A. Rao *et al.*, ‘Characterization of nanoparticles using Atomic Force Microscopy’, *J. Phys.: Conf. Ser.*, vol. 61, pp. 971–976, Apr. 2007, doi: 10.1088/1742-6596/61/1/192.
- [9] A. Delvallée, N. Feltin, S. Ducourtieux, M. Trabelsi, and J. F. Hochepped, ‘Toward an uncertainty budget for measuring nanoparticles by AFM’, *Metrologia*, vol. 53, no. 1, p. 41, Dec. 2015, doi: 10.1088/0026-1394/53/1/41.
- [10] ‘JCGM 100:2008 — Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement’.
- [11] B. Runje, A. Horvatic, V. Alar, S. Medic, and A. Bosnjakovic, ‘Examples of measurement uncertainty evaluations in accordance with the revised GUM’, *J. Phys.: Conf. Ser.*, vol. 772, p. 012008, Nov. 2016, doi: 10.1088/1742-6596/772/1/012008.

- [12] ‘ISO 5725-2:2019 — Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method’.
- [13] F. Feng *et al.*, ‘Influences of planarization modification and morphological filtering by AFM probe-tip on the evaluation accuracy of fractal dimension’, *Surface and Coatings Technology*, vol. 363, pp. 436–441, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.12.009.
- [14] C.-T. Lu and T.-C. Chou, ‘Denoising of salt-and-pepper noise corrupted image using modified directional-weighted-median filter’, *Pattern Recognition Letters*, vol. 33, no. 10, pp. 1287–1295, Jul. 2012, doi: 10.1016/j.patrec.2012.03.025.
- [15] ‘ISO 25178-2:2021 — Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal — Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters’.
- [16] A. Labuda *et al.*, ‘Tapping Mode AFM Imaging in Liquids with blueDrive Photothermal Excitation’, *Micros. Today*, vol. 26, no. 6, pp. 12–17, Nov. 2018, doi: 10.1017/S1551929518001050.
- [17] N. G. Orji, R. G. Dixson, B. P. Ng, A. E. Vladár, and M. T. Postek, ‘Contour metrology using critical dimension atomic force microscopy’, *J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS*, vol. 15, no. 4, p. 044006, Dec. 2016, doi: 10.1117/1.JMM.15.4.044006.
- [18] ‘JCGM 101:2008 — Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method’.
- [19] C. Carobbi and F. Pennechi, ‘Bayesian conformity assessment in presence of systematic measurement errors’, *Metrologia*, vol. 53, no. 2, pp. S74–S80, Apr. 2016, doi: 10.1088/0026-1394/53/2/S74.
- [20] M. Fiebig *et al.*, ‘Ultrafast magnetization dynamics of antiferromagnetic compounds’, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 41, no. 16, p. 164005, Aug. 2008, doi: 10.1088/0022-3727/41/16/164005.
- [21] D. Marchetto, A. Rota, L. Calabri, G. C. Gazzadi, C. Menozzi, and S. Valeri, ‘AFM investigation of tribological properties of nano-patterned silicon surface’, *Wear*, vol. 265, no. 5–6, pp. 577–582, Aug. 2008, doi: 10.1016/j.wear.2007.12.010.
- [22] A. Delvallée, N. Feltin, S. Ducourtieux, M. Trabelsi, and J. F. Hochepped, ‘Direct comparison of AFM and SEM measurements on the same set of nanoparticles’, *Meas. Sci. Technol.*, vol. 26, no. 8, p. 085601, Jun. 2015, doi: 10.1088/0957-0233/26/8/085601.
- [23] B. Bhushan, ‘Nanotribology and nanomechanics in nano/biotechnology’, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 366, no. 1870, pp. 1499–1537, May 2008, doi: 10.1098/rsta.2007.2170.
- [24] V. J. Rao *et al.*, ‘AFM-IR and IR-SNOM for the Characterization of Small Molecule Organic Semiconductors’, *J. Phys. Chem. C*, vol. 124, no. 9, pp. 5331–5344, Mar. 2020, doi: 10.1021/acs.jpcc.9b11056.

- [25] S. Benaglia, V. G. Gisbert, A. P. Perrino, C. A. Amo, and R. Garcia, ‘Fast and high-resolution mapping of elastic properties of biomolecules and polymers with bimodal AFM’, *Nat Protoc*, vol. 13, no. 12, Art. no. 12, Dec. 2018, doi: 10.1038/s41596-018-0070-1.
- [26] M. S. Parvej, X. Wang, and L. Jiang, ‘AFM Based Nanomechanical Characterization of Cellulose Nanofibril’, *Journal of Composite Materials*, vol. 54, no. 28, pp. 4487–4493, Dec. 2020, doi: 10.1177/0021998320933955.
- [27] S. Deville, J. Chevalier, G. Fantozzi, R. Torrecillas, J. F. Bartolomé, and J. S. Moya, ‘Atomic force microscopy study of the surface degradation mechanisms of zirconia based ceramics’, vol. 25, 2004, pp. 289–294. doi: 10.1002/9780470291191.ch44.
- [28] A. Stylianou, S.-V. Kontomaris, C. Grant, and E. Alexandratou, ‘Atomic Force Microscopy on Biological Materials Related to Pathological Conditions’, *Scanning*, vol. 2019, pp. 1–25, May 2019, doi: 10.1155/2019/8452851.
- [29] G. N. Barrera, J. Méndez-Méndez, I. Arzate-Vázquez, G. Calderón-Domínguez, and P. D. Ribotta, ‘Nano- and micro-mechanical properties of wheat grain by atomic force microscopy (AFM) and nano-indentation (IIT) and their relationship with the mechanical properties evaluated by uniaxial compression test’, *Journal of Cereal Science*, vol. 90, p. 102830, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.jcs.2019.102830.
- [30] Lin C., Liu W., Xie J., and Li W., ‘Hardness Properties of Pig Esophageal at Nanoscale Using Atomic Force Microscope’, *Journal of Medical Biomechanics*, pp. E068–E072, 2021.
- [31] R. Barbaz-Isfahani, S. Saber-Samandari, and M. Salehi, ‘Novel electrosprayed enhanced microcapsules with different nanoparticles containing healing agents in a single multicore microcapsule’, *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 200, pp. 532–542, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2022.01.084.
- [32] T. Tokoroyama *et al.*, ‘Evaluation of Mechanical Characteristics of Tribofilm Formed on the Surface of Metal Material Due to Friction under Lubrication with Automatic Transmission Fluid’, *Tribology Online*, vol. 16, no. 4, pp. 255–262, 2021, doi: 10.2474/trol.16.255.
- [33] S. S. Nair, C. Wang, and K. J. Wynne, ‘AFM Peakforce QNM mode for measurement of nanosurface mechanical properties of Pt-cured silicones’, *Progress in Organic Coatings*, vol. 126, pp. 119–128, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.porgcoat.2018.10.008.
- [34] M. Pustan, C. Birleanu, R. Voicu, and R. Muller, ‘AFM Characterization of Temperature Effect on the SU-8 Mechanical and Tribological Properties’, *Polymers*, vol. 14, no. 5, Art. no. 5, Jan. 2022, doi: 10.3390/polym14051009.
- [35] J. R. Withers and D. E. Aston, ‘Nanomechanical measurements with AFM in the elastic limit’, *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 120, no. 1, pp. 57–67, Jun. 2006, doi: 10.1016/j.cis.2006.03.002.

- [36] F. Li, J. Li, B. Dong, F. Wang, C. Fan, and X. Zuo, ‘DNA nanotechnology-empowered nanoscopic imaging of biomolecules’, *Chem. Soc. Rev.*, vol. 50, no. 9, pp. 5650–5667, 2021, doi: 10.1039/D0CS01281E.
- [37] X. N. Xie, H. J. Chung, C. H. Sow, and A. T. S. Wee, ‘Nanoscale materials patterning and engineering by atomic force microscopy nanolithography’, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 54, no. 1, pp. 1–48, Nov. 2006, doi: 10.1016/j.mser.2006.10.001.
- [38] P. Klapetek, M. Valtr, D. Nečas, O. Salyk, and P. Dzik, ‘Atomic force microscopy analysis of nanoparticles in non-ideal conditions’, *Nanoscale Res Lett*, vol. 6, no. 1, p. 514, Dec. 2011, doi: 10.1186/1556-276X-6-514.
- [39] A. Vinelli, E. Primiceri, M. Brucale, G. Zuccheri, R. Rinaldi, and B. Samori, ‘Sample preparation for the quick sizing of metal nanoparticles by atomic force microscopy’, *Microscopy Research and Technique*, vol. 71, no. 12, pp. 870–879, 2008, doi: 10.1002/jemt.20631.
- [40] X. Sandua, P. J. Rivero, J. Esparza, J. Fernández-Palacio, A. Conde, and R. J. Rodríguez, ‘Design of Photocatalytic Functional Coatings Based on the Immobilization of Metal Oxide Particles by the Combination of Electrospinning and Layer-by-Layer Deposition Techniques’, *Coatings*, vol. 12, no. 6, Art. no. 6, Jun. 2022, doi: 10.3390/coatings12060862.
- [41] J. M. de la Fuente, P. Eaton, A. G. Barrientos, M. Menéndez, and S. Penadés, ‘Thermodynamic Evidence for Ca²⁺-Mediated Self-Aggregation of Lewis X Gold Glyconanoparticles. A Model for Cell Adhesion via Carbohydrate–Carbohydrate Interaction’, *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 127, no. 17, pp. 6192–6197, May 2005, doi: 10.1021/ja0431354.
- [42] D. Moubarak, M. Abd Al-Halim, A. Abu-Hashem, and Y. H. Elbashar, ‘AFM and SEM analysis of polystyrene Surface Treated by DC Pseudo Plasma Discharge’, *Egyptian Journal of Chemistry*, vol. 62, no. 7, pp. 1335–1341, Jul. 2019, doi: 10.21608/ejchem.2019.5365.1473.
- [43] J. Nsor-Atindana *et al.*, ‘Enhancing the prebiotic effect of cellulose biopolymer in the gut by physical structuring via particle size manipulation’, *Food Research International*, vol. 131, p. 108935, May 2020, doi: 10.1016/j.foodres.2019.108935.
- [44] I. Dobryden *et al.*, ‘Nanoscale characterization of an all-oxide core–shell nanorod heterojunction using intermodulation atomic force microscopy (AFM) methods’, *Nanoscale Advances*, vol. 3, no. 15, pp. 4388–4394, 2021, doi: 10.1039/D1NA00319D.
- [45] G.-L. Hong *et al.*, ‘Fabrication of ultra-small monolayer graphene quantum dots by pyrolysis of trisodium citrate for fluorescent cell imaging’, *Int J Nanomedicine*, vol. 13, pp. 4807–4815, Aug. 2018, doi: 10.2147/IJN.S168570.
- [46] Y. Wang, W. Wei, D. Maspoch, J. Wu, V. P. Dravid, and C. A. Mirkin, ‘Superparamagnetic Sub-5 nm Fe@C Nanoparticles: Isolation, Structure, Magnetic

- Properties, and Directed Assembly’, *Nano Lett.*, vol. 8, no. 11, pp. 3761–3765, Nov. 2008, doi: 10.1021/nl8020768.
- [47] Y. Dong *et al.*, ‘Determination of the small amount of proteins interacting with TiO₂ nanotubes by AFM-measurement’, *Biomaterials*, vol. 192, pp. 368–376, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.biomaterials.2018.11.013.
- [48] A. Carnicer-Lombarte *et al.*, ‘Mechanical matching of implant to host minimises foreign body reaction’. bioRxiv, p. 829648, Nov. 04, 2019. doi: 10.1101/829648.
- [49] A. P. Nievergelt *et al.*, ‘Large-Range HS-AFM Imaging of DNA Self-Assembly through In Situ Data-Driven Control’, *Small Methods*, vol. 3, no. 7, p. 1900031, 2019, doi: 10.1002/smt.201900031.
- [50] C. Shi, Y. He, M. Ding, Y. Wang, and J. Zhong, ‘Nanoimaging of food proteins by atomic force microscopy. Part II: Application for food proteins from different sources’, *Trends in Food Science & Technology*, vol. 87, pp. 14–25, May 2019, doi: 10.1016/j.tifs.2018.11.027.
- [51] K. U. Mahto and S. Das, ‘Microscopic techniques to evaluate the biofilm formation ability of a marine bacterium *PSEUDOMONAS AERUGINOSA* PFL-P1 on different substrata’, *Microsc Res Tech*, vol. 84, no. 10, pp. 2451–2461, Oct. 2021, doi: 10.1002/jemt.23799.
- [52] M.-S. Hung and M.-F. Tsai, ‘Investigating the Influence of Anti-Cancer Drugs on the Mechanics of Cells Using AFM’, *BioNanoSci.*, vol. 5, no. 3, pp. 156–161, Sep. 2015, doi: 10.1007/s12668-015-0174-9.
- [53] A. Ringqvist, L. S. Taylor, K. Ekelund, G. Ragnarsson, S. Engström, and A. Axelsson, ‘Atomic force microscopy analysis and confocal Raman microimaging of coated pellets’, *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 267, no. 1, pp. 35–47, Nov. 2003, doi: 10.1016/j.ijpharm.2003.07.004.
- [54] T. Li and K. Park, ‘Fractal Analysis of Pharmaceutical Particles by Atomic Force Microscopy’, *Pharm Res*, vol. 15, no. 8, pp. 1222–1232, Aug. 1998, doi: 10.1023/A:1011939824353.
- [55] X. Tian *et al.*, ‘AFM characterization of surface mechanical and electrical properties of some common rocks’, *International Journal of Mining Science and Technology*, vol. 32, no. 2, pp. 435–445, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.ijmst.2021.12.008.
- [56] T. Hirono, M. Takahashi, and W. Lin, ‘Pore space visualization in unlithified sediments and rocks’, *Genshiryoku Bakkuendo Kenkyu*, vol. 8, no. 2, pp. 179–189, 2002.
- [57] Z. Keran, I. Stojanović, A. H. Novak, B. Runje, A. Razumić, and D. Vidović, ‘Corrosion Resistance of Open Die Forged Austenitic Stainless Steel Samples Prepared with Different Surfaces’, *Sustainability*, vol. 13, no. 11, p. 5871, May 2021, doi: 10.3390/su13115871.
- [58] A. Razumić, L. Turkalj, A. H. Novak, I. Stojanović, and B. Runje, ‘Influence of the mild steel coating application process, drying method and pigment on the surface topography’,

- Materials Testing*, vol. 64, no. 12, pp. 1773–1781, Dec. 2022, doi: 10.1515/mt-2022-0150.
- [59] S. P. Gurden, V. F. Monteiro, E. Longo, and M. M. C. Ferreira, ‘Quantitative analysis and classification of AFM images of human hair’, *Journal of Microscopy*, vol. 215, no. 1, pp. 13–23, 2004, doi: 10.1111/j.0022-2720.2004.01350.x.
- [60] J. Sharma, J. P. Teter, R. J. Abbundi, and N. A. Guardala, ‘Determination of radiation exposure history of common materials and computer hardware by using atomic (and magnetic force) microscopy’, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 82, no. 14, pp. 2236–2238, Apr. 2003, doi: 10.1063/1.1565184.
- [61] G. Latour, L. Robinet, A. Dazzi, F. Portier, A. Deniset-Besseau, and M.-C. Schanne-Klein, ‘Correlative nonlinear optical microscopy and infrared nanoscopy reveals collagen degradation in altered parchments’, *Sci Rep*, vol. 6, no. 1, Art. no. 1, May 2016, doi: 10.1038/srep26344.
- [62] S. Ghosh *et al.*, ‘Conducting polymer nanofibers with controlled diameters synthesized in hexagonal mesophases’, *New J. Chem.*, vol. 39, no. 11, pp. 8311–8320, 2015, doi: 10.1039/C5NJ00826C.
- [63] S. Hosaka, K. Etoh, A. Kikukawa, and H. Koyanagi, ‘Megahertz silicon atomic force microscopy (AFM) cantilever and high-speed readout in AFM-based recording’, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, vol. 18, no. 1, pp. 94–99, Jan. 2000, doi: 10.1116/1.591157.
- [64] A. Khan, J. Philip, and P. Hess, ‘Young’s modulus of silicon nitride used in scanning force microscope cantilevers’, *Journal of Applied Physics*, vol. 95, no. 4, pp. 1667–1672, Feb. 2004, doi: 10.1063/1.1638886.
- [65] T. Hantschel, S. Slesazek, P. Niedermann, P. Eyben, and W. Vandervorst, ‘Integrating diamond pyramids into metal cantilevers and using them as electrical AFM probes’, *Microelectronic Engineering*, vol. 57–58, pp. 749–754, Sep. 2001, doi: 10.1016/S0167-9317(01)00556-1.
- [66] Y. Miyahara *et al.*, ‘Lead zirconate titanate cantilever for noncontact atomic force microscopy’, *Applied Surface Science*, vol. 140, no. 3–4, pp. 428–431, Feb. 1999, doi: 10.1016/S0169-4332(98)00567-4.
- [67] ‘ISC-225C3_0-R AFM Probe - NanoAndMore’. Accessed: Aug. 29, 2022. [Online]. Available: <https://www.nanoandmore.com/AFM-Probe-ISC-225C3-0-R>
- [68] P. Eaton and P. West, *Atomic Force Microscopy*. Oxford University Press, 2010.
- [69] M. Carević, ‘Analiza utjecajnih veličina na mjerenje parametara topografije površine kod primjene mikroskopa atomskih sila’, info:eu-repo/semantics/masterThesis, University of Zagreb. Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2020. Accessed: Sep. 13, 2022. [Online]. Available: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:017499>

- [70] I. Palaci, ‘Atomic force microscopy studies of nanotribology and nanomechanics’, EPFL, Lausanne, 2007. doi: 10.5075/epfl-thesis-3905.
- [71] S. M. Hues, R. J. Colton, E. Meyer, and H.-J. Güntherodt, ‘Scanning Probe Microscopy of Thin Films’, *MRS Bull.*, vol. 18, no. 1, pp. 41–49, Jan. 1993, doi: 10.1557/S088376940004344X.
- [72] F. Razumić, ‘Analiza topografije površine primjenom mikroskopa atomskih sila’, info:eu-repo/semantics/bachelorThesis, University of Zagreb. Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2020. Accessed: Feb. 20, 2022. [Online]. Available: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:925446>
- [73] A. Koochi, N. Fazli, R. Rach, and MohamadrezaAbadyan, ‘Modeling the pull-in instability of the CNT-based probe/actuator under the Coulomb force and the van der Waals attraction’, *Lat. Am. j. solids struct.*, vol. 11, no. 8, pp. 1315–1328, Dec. 2014, doi: 10.1590/S1679-78252014000800002.
- [74] ‘Tip Surface Interaction’. Accessed: Oct. 21, 2021. [Online]. Available: https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/afm/tip_surface_interaction.php
- [75] J. Cugnon, ‘The Casimir Effect and the Vacuum Energy: Duality in the Physical Interpretation’, *Few-Body Syst.*, vol. 53, no. 1–2, pp. 181–188, Jul. 2012, doi: 10.1007/s00601-011-0250-9.
- [76] R. G. Reifengerger, *Fundamentals Of Atomic Force Microscopy - Part I: Foundations*. World Scientific, 2015.
- [77] C. Argento and R. H. French, ‘Parametric tip model and force–distance relation for Hamaker constant determination from atomic force microscopy’, *Journal of Applied Physics*, vol. 80, no. 11, pp. 6081–6090, Dec. 1996, doi: 10.1063/1.363680.
- [78] M. C. Stevenson, S. P. Beaudoin, and D. S. Corti, ‘Toward an Improved Method for Determining the Hamaker Constant of Solid Materials Using Atomic Force Microscopy. II. Dynamic Analysis and Preliminary Validation’, *J. Phys. Chem. C*, vol. 125, no. 36, pp. 20003–20013, Sep. 2021, doi: 10.1021/acs.jpcc.1c05052.
- [79] E. Palleau, N. M. Sangeetha, G. Viau, J.-D. Marty, and L. Ressier, ‘Coulomb Force Directed Single and Binary Assembly of Nanoparticles from Aqueous Dispersions by AFM Nanoxerography’, *ACS Nano*, vol. 5, no. 5, pp. 4228–4235, May 2011, doi: 10.1021/nn2011893.
- [80] A. J. Harrison, D. S. Corti, and S. P. Beaudoin, ‘Capillary Forces in Nanoparticle Adhesion: A Review of AFM Methods’, *Particulate Science and Technology*, vol. 33, no. 5, pp. 526–538, Sep. 2015, doi: 10.1080/02726351.2015.1045641.
- [81] S. Rützel, S. I. Lee, and A. Raman, ‘Nonlinear dynamics of atomic–force–microscope probes driven in Lennard–Jones potentials’, *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 459, no. 2036, pp. 1925–1948, Aug. 2003, doi: 10.1098/rspa.2002.1115.

- [82] H. G. Hansma *et al.*, ‘Recent advances in atomic force microscopy of DNA: Recent advances in AFM of DNA’, *Scanning*, vol. 15, no. 5, pp. 296–299, 1993, doi: 10.1002/sca.4950150509.
- [83] R. Lüthi *et al.*, ‘Progress in noncontact dynamic force microscopy’, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, vol. 12, no. 3, pp. 1673–1676, May 1994, doi: 10.1116/1.587260.
- [84] M. Radmacher, M. Fritz, J. P. Cleveland, D. A. Walters, and P. K. Hansma, ‘Imaging adhesion forces and elasticity of lysozyme adsorbed on mica with the atomic force microscope’, *Langmuir*, vol. 10, no. 10, pp. 3809–3814, Oct. 1994, doi: 10.1021/la00022a068.
- [85] D. J. Müller *et al.*, ‘Atomic Force Microscopy-Based Force Spectroscopy and Multiparametric Imaging of Biomolecular and Cellular Systems’, *Chem. Rev.*, vol. 121, no. 19, pp. 11701–11725, Oct. 2021, doi: 10.1021/acs.chemrev.0c00617.
- [86] M. Griepentrog, G. Krämer, and B. Cappella, ‘Comparison of nanoindentation and AFM methods for the determination of mechanical properties of polymers’, *Polymer Testing*, vol. 32, no. 3, pp. 455–460, May 2013, doi: 10.1016/j.polymeresting.2013.01.011.
- [87] U. Hartmann, ‘Magnetic Force Microscopy’, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, vol. 29, no. 1, pp. 53–87, Aug. 1999, doi: 10.1146/annurev.matsci.29.1.53.
- [88] P. Girard, ‘Electrostatic force microscopy: principles and some applications to semiconductors’, *Nanotechnology*, vol. 12, no. 4, pp. 485–490, Dec. 2001, doi: 10.1088/0957-4484/12/4/321.
- [89] A. J. Weymouth, T. Hofmann, and F. J. Giessibl, ‘Quantifying Molecular Stiffness and Interaction with Lateral Force Microscopy’, *Science*, vol. 343, no. 6175, pp. 1120–1122, Mar. 2014, doi: 10.1126/science.1249502.
- [90] G. Arce and M. McLoughlin, ‘Theoretical analysis of the max/Median filter’, *IEEE Trans. Acoust., Speech, Signal Process.*, vol. 35, no. 1, pp. 60–69, Jan. 1987, doi: 10.1109/TASSP.1987.1165036.
- [91] E. K. Kozlova, A. M. Chernysh, V. V. Moroz, and A. N. Kuzovlev, ‘Analysis of nanostructure of red blood cells membranes by space Fourier transform of AFM images’, *Micron*, vol. 44, pp. 218–227, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.micron.2012.06.012.
- [92] B. R. Kumar and T. S. Rao, ‘AFM studies on surface morphology, topography and texture of nanostructured zinc aluminum oxide thin films’, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, vol. 7, no. 4, p. 9.
- [93] J. DeRose, A. S. Laforet, and D. R. Barbero, ‘Brief Introduction to Surface Metrology’, Nov. 2019, Accessed: Jun. 06, 2021. [Online]. Available: <https://www.leica-microsystems.com/science-lab/brief-introduction-to-surface-metrology/>

- [94] B. Runje, V. Alar, A. Horvatić Novak, M. Stanković, and A. Ajduković, 'The requirements on surface roughness of stainless steel for general purposes', *Matrib 2019.*, p. 279, 2019.
- [95] 'Specification.pdf'. Accessed: Jun. 06, 2021. [Online]. Available: <http://resource.npl.co.uk/softgauges/pdf/Specification.pdf>
- [96] V. V. Cherepanov, A. G. Naumovets, O. Y. Posudievsky, V. G. Koshechko, and V. D. Pokhodenko, 'Self-assembly of the deposited graphene-like nanoparticles and possible nanotrack artefacts in AFM studies', *Nano Express*, vol. 1, no. 1, p. 010004, Mar. 2020, doi: 10.1088/2632-959X/ab763a.
- [97] M. C. Strus, A. Raman, C.-S. Han, and C. V. Nguyen, 'Imaging artefacts in atomic force microscopy with carbon nanotube tips', *Nanotechnology*, vol. 16, no. 11, pp. 2482–2492, Sep. 2005, doi: 10.1088/0957-4484/16/11/003.
- [98] B. Voigtländer, *Atomic Force Microscopy*, Second edition. Springer, 2015.
- [99] Cox. M G and P. M. Harris, 'Software Support for Metrology Best Practice Guide No 6 - uncertainty evaluation.' Accessed: Nov. 20, 2022. [Online]. Available: <https://eprintspublications.npl.co.uk/3879/>
- [100] Biserka Runje, 'Istraživanje mjernih nesigurnosti u postupcima umjeravanja etalona duljine', *Doktorski rad*, 2002.
- [101] A. Bošnjaković, 'Utjecaj različitih pristupa procjeni standardnih nesigurnosti na ukupnu mjernu nesigurnost', info:eu-repo/semantics/doctoralThesis, University of Zagreb. Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, 2022. Accessed: Jan. 22, 2023. [Online]. Available: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:034020>
- [102] 'Surface Topography Standards (STS) Info - 3-Dimensional Calibration - VLSI Standards'. Accessed: Nov. 26, 2022. [Online]. Available: https://www.vlsistandards.com/products/dimensional/ststandards_info.asp?SID=47
- [103] VLSI Standards, 'Certification of calibration: Surface topography standard'. Feb. 2022.
- [104] 'ISO 21748:2017 — Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation'.

ŽIVOTOPIS

Andrej Razumić rođen je 1993. u Karlovcu. Nakon završetka Gimnazije Karlovac 2012. upisuje studij strojarstva na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Studij završava 2018. godine obranom diplomskog rada naziva *Osnovni statistički alati za analizu podataka* pod vodstvom prof. dr. sc. Biserke Runje. Iste godine zapošljava se kao asistent na Zavodu za kvalitetu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Aktivno je angažiran u izvođenju nastave više kolegija: *Teorija i tehnika mjerenja, Mjeriteljstvo i dinamička mjerenja, Statistika u mjeriteljstvu, Upravljanje kvalitetom, Kontrola kvalitete, Upravljanje kvalitetom vojnih sustava i procesa*. Uključen je u vođenje završnih i diplomskih radova. Godine 2019. upisuje poslijediplomski doktorski studij na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, smjer Znanstveno mjeriteljstvo u strojarstvu. Autor je i koautor više znanstvenih radova. Izlagao je na više međunarodnih konferencija, od kojih je na 23. međunarodnoj konferenciji *MATRIB 2023 – Materials, Tribology, Recycling* dobio nagradu za najbolje usmeno izlaganje. Aktivno koristi engleski jezik u usmenom i pismenom izražavanju.

BIOGRAPHY

Andrej Razumić was born in 1993 in Karlovac. After completing his education at Karlovac Gymnasium in 2012, he enrolled in the Mechanical Engineering program at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, University of Zagreb. He completed his studies in 2018 by defending his thesis titled *Basic statistical tools for data analysis* under the guidance of prof. Biserka Runje, PhD. In the same year, he joined as an assistant at the Department of Quality at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture. He actively participates in teaching several courses, including: *Measurement Theory and Techniques, Metrology and Dynamic Measurements, Statistics in Metrology, Quality Management, Quality Control, Quality Management of Military Systems and Processes*. Additionally, he is involved in supervising final and graduate theses. In 2019, he enrolled in the postgraduate doctoral program at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, specializing in Scientific Metrology in Mechanical Engineering. He is an author and co-author of several scientific papers and has presented at multiple international conferences, including receiving an award for the best oral presentation at the 23rd International Conference *MATRIB 2023 – Materials, Tribology, Recycling*. He is proficient in English, both in speaking and writing.