

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Физико-химические методы анализа в биофизике
Методические указания по выполнению практических работ

Направление подготовки 03.04.02 Физика
Направленность (профиль)
«Биофизика и медицинская инженерия»

Квалификация выпускника: магистр

Ставрополь
2026

Введение

Целью освоения дисциплины является формирование у магистров последовательных, систематических представлений о физико-химических методах анализа. Главной задачей дисциплины является создание фундаментальной базы знаний, на основе которой в дальнейшем было бы возможным более углубленное и детальное изучение процессов в биофизике. Кроме того, одной из задач освоения курса является показать основные закономерности химических процессов, свойства и реакции взаимодействия важнейших веществ, не прибегая к сложной аппаратуре, и, с другой стороны, избежать постановки работ, сводящихся к одним лишь пробирочным испытаниям.

В результате изучения дисциплины у обучающихся формируются следующие компетенции (в соответствии с образовательным стандартом):

ИД-1_{ПК-1}

Использует знания физики конденсированного состояния вещества для решения профессиональных задач.

ИД-1_{ПК-2}

Разрабатывает и совершенствует методики расчетов параметров вещества с целью повышения их конкурентоспособности

ИД-1_{ПК-7}

Оценивает соответствие готового программного продукта заявленным потребительским характеристикам

ИД-2_{ПК-7}

Прогнозирует и описывает процесс достижения заданного уровня программного продукта.

Цель данного практикума – описание последовательности, основного содержания, методики выполнения практических занятий по учебному курсу. Занятия проводятся в форме практической работы.

Практическое занятие № 1. Изучение технологии подготовки сканирующих зондовых микроскопов NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум", к работе по методам атомно-силовой микроскопии в контактном режиме.

Технология подготовки к работе на сканирующих зондовых микроскопах NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум", в контактном режиме сканирования

Цели работы: изучение технологии подготовки сканирующих зондовых микроскопов NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум", к работе по методам атомно-силовой микроскопии в контактном режиме.

В результате выполнения практического задания студенты должны:

Знать: теоретические основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум".

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Теоретический материал

В данной работе описаны основные операции выполняемые при подготовке приборов СЗМ NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум", для изучения и анализа топологии поверхности, получаемых образцов.

Методика и порядок выполнения практического задания

Основные операции, выполняемые при подготовке прибора к работе

Подготовку прибора к работе с использованием методов АСМ в общем случае можно разделить на следующие основные операции:

- Электромеханическое конфигурирование;
- Включение прибора;
- Загрузка калибровочных параметров сканера;
- Если используется эквивалент сканера переходите к п. «Подготовка к работе эквивалента сканера» и пропустите операции.
- Если используется сканер с датчиками, переходите к п. «Подготовка к работе сканера с датчиками» и пропустите операции;
- Подготовка прибора:
- Подготовка прибора для конфигурации «Сканирование образцом»;
- Подготовка прибора для конфигурации «Сканирование зондом».

Сканирование образцом

В данном типе конфигурации:

- 1) Универсальная измерительная головка устанавливается на вспомогательный столик (рисунок 1). Кабель головки подключается к любому из двух разъемов **HEAD**, расположенных на базовом блоке прибора.



Рисунок 1 – Изображения сканирующего зондового микроскопа

- 2) Выбранный сканер вставляется в позиционер механизма подвода, расположенный на сменном основании базового блока представленного на

рисунке 2.

3) Если используется сканер без датчиков, то разъем сканера присоединяется либо к разъему **SCANNER**, либо к разъему **SCAN+SENSOR**, расположенным на базовом блоке. Если используется сканер с датчиками, то разъем сканера присоединяется к разъему **SCAN+SENSOR**.

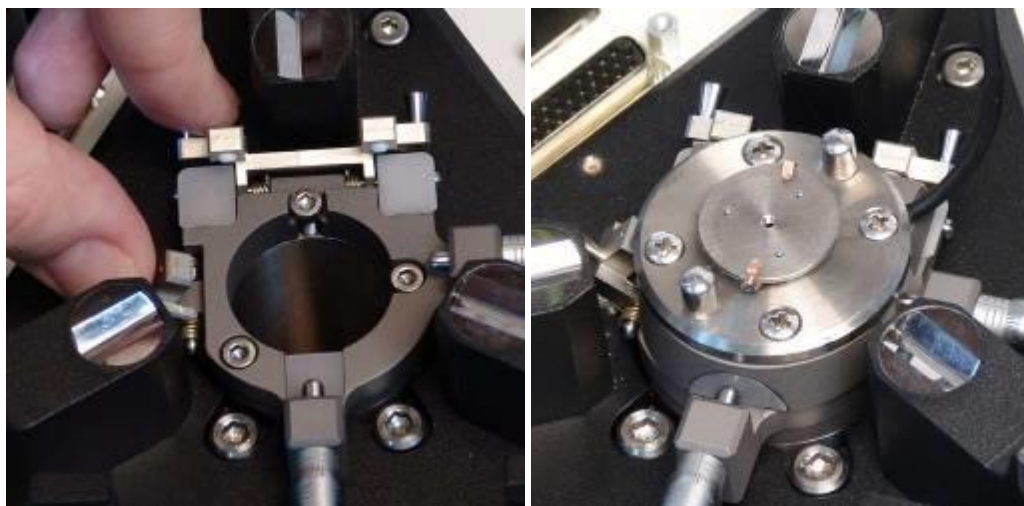


Рисунок 2 – Схема размещения сканера в позиционер механизма подвода, расположенный на сменном основании базового блока

Сканирование зондом

В данном типе конфигурации:

1. Сканирующая измерительная головка устанавливается на вспомогательный столик (рисунок 3). Кабель сканирующей измерительной головки с разъемом **HEAD** подключается к любому из двух разъемов **HEAD**, расположенных на базовом блоке прибора.

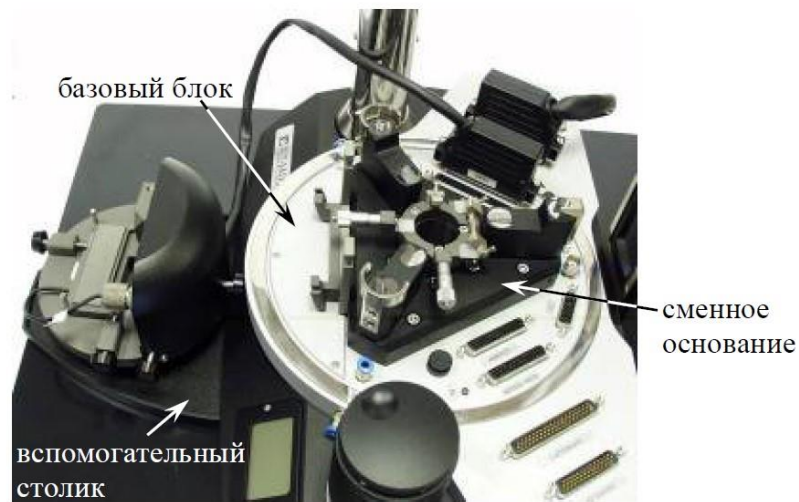


Рисунок 3 – Сканирующая измерительная головка устанавливается на вспомогательный столик

2. Если в сканирующей измерительной головке установлен сканер без датчиков, то кабель измерительной головки с разъемом **SCANNER** подключается либо к ответному разъему **SCANNER** либо к разъему **SCAN+SENSOR** расположенным на базовом блоке прибора. Если используется сканер с датчиками, то разъем сканера подключается к разъему **SCAN+SENSOR**;

3. В позиционер вставляется каретка с держателем образца (рисунок 4).



Рисунок 4 – Установка держателя образца

Особенности подключения при работе с эквивалентом сканера

Если используется сканер без датчиков, то для улучшения качества измерений, может быть дополнительно установлен эквивалент сканера:

1. Эквивалент сканера помещается рядом с базовым блоком. Двухсторонний разъем эквивалента сканера подключается к разъему **CONTROLLER 2**, расположенному на базовом блоке прибора (рисунок 5);



Рисунок 5 – Расположение разъема **CONTROLLER 2** на базовом блоке прибора

2. Кабель контроллера эквивалента сканера подключается сверху к разъему эквивалента (рисунок 6).

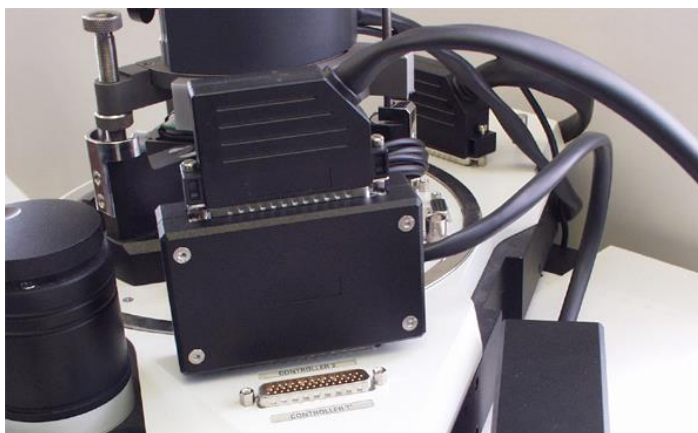


Рисунок 6 – Подключение кабеля контроля эквивалента сканера

Отключение осей сканирования

При конфигурации «Двойное сканирование», сканирование может быть осуществлено в трех различных вариантах:

- с одновременным сканированием обоими сканерами по всем трём осям;
- с отключением сканирования по оси *Z* одного из сканеров;
- с отключением сканирования по осям *X,Y* одного из сканеров.

Отключение сканирования производится с помощью специальных адаптеров ***Z-OFF*** или ***X,Y-OFF*** (рисунок 7).



Рисунок 7 – Адаптеры для отключения сканирования по осям *XY* и *Z*

Для отключения сканирования по определенным осям подсоединение сканера производится через соответствующий адаптер.

Включение прибора

1. Запустите программу управления прибором. Запуск производится при помощи ярлыка программы, расположенного на рабочем столе. (Можно запустить программу при помощи файла ***NOVA.exe***, находящегося в директории программы).

В результате на экране монитора появится окно программы.

2. Включите ЗНЛ контроллер при помощи тумблера, расположенного на передней панели.

Если включение прошло успешно, то на экране монитора в левом нижнем углу появится зеленая «галочка».

3. Включите систему виброизоляции.

Загрузка калибровочных параметров сканера

При запуске программы по умолчанию загружается файл ***Default.par*** в

котором, содержатся калибровочные параметры определенного сканера. Если в состав комплектации прибора входит один сканер, то в файле **Default.par** содержатся параметры именно этого сканера.

Если же в состав комплектации входят несколько сканеров, то изначально файл

Default.par содержит параметры, соответствующие одному из них.

После смены сканера необходимо загрузить соответствующий ему **PAR** файл.

Процедура загрузки необходимого **PAR** файла

1. Нажать кнопку **Settings** в верхней строке (рисунок 8).

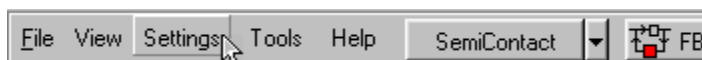


Рисунок 8 – Панель управления

2. В открывшемся меню выбрать **Calibrations**, затем **Load Calibrations** (рисунок 9).

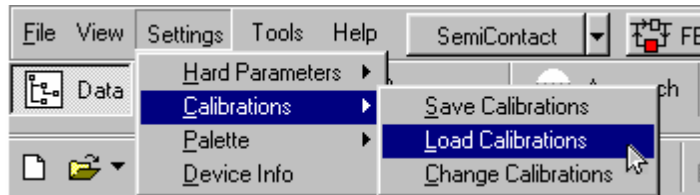


Рисунок 9 – Панель управления

3. В результате нажатия **Load Calibrations** откроется меню со списком **PAR** файлов, содержащихся в папке **PARFiles**, например как на рисунке 10. Названия файлов, соответствующих определенным сканерам начинаются на букву «z», первые две цифры после буквы «z» соответствуют размеру поля сканирования, три следующих это серийный номер сканера. В приведенном примере 10-микронному сканеру соответствует файл **z10019Y.par**, 50-микронному – файл **z50087Y.par**, 3-микронному – файл **z03067Y.par**.

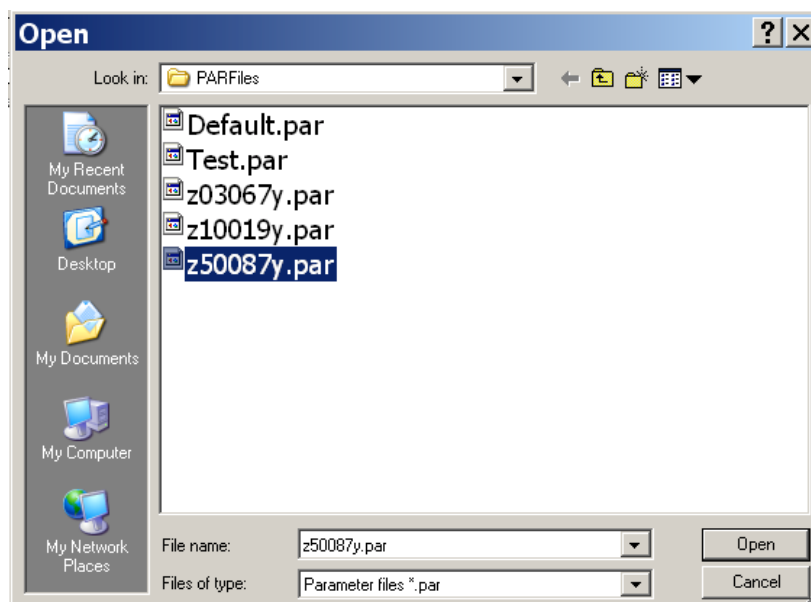


Рисунок 10 – Меню со списком **PAR** файлов

4. В открывшемся списке **PAR** файлов выбрать необходимый файл. Например, если установлен 50-микронный сканер, то следует выбрать **z50087y.par**. После того как вы щелкнете мышью на выбранный файл, будет выполнена загрузка параметров выбранного файла. Прибор будет работать с данными параметрами до тех пор, пока вы не выйдете из программы. Однако после выхода из программы и повторной ее загрузке будут загружены параметры, содержащиеся в файле **Default.par**.

5. Если вы установили новый сканер и предполагаете с ним работать довольно значительное время, то можно сохранить его параметры в файле **Default.par**, для того чтобы при запуске программы автоматически загружались параметры установленного сканера. Для этого, после того как вы загрузили параметры вашего сканера (согласно изложенным выше пунктам 1-4) необходимо последовательно выбрать **Settings** ☐ **Calibrations** ☐ **Save Calibrations** (рисунок 11). В открывшемся меню сохранить файл как **Default.par** рисунок 12.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные составляющие, изучаемого СЗМ оборудования и их назначение. Объясните принцип их работы.
2. Поясните принципы наведения лазерного луча на кантилевер в соответствии с разной конфигурацией приборов.
3. Поясните принципы подготовки и установки образца.
4. Назовите принципы работы оборудования с разной конфигурации.

Практическое занятие №2.

Получения СЗМ изображения

Цель работы: изучение основ сканирующей зондовой микроскопии, получение навыков работы со сканирующим зондовым микроскопом.

В результате выполнения практического задания студенты должны:

Знать: основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Образец: фрагмент DVD (образец для АСМ из комплекта образцов для НАНОЭДЮКАТОРа).

Теоретический материал

Для детального исследования поверхности твердых тел существует много разнообразных методов. Микроскопия, как средство получения увеличенного изображения, зародилась еще XV в., когда впервые были изготовлены простые увеличительные стекла для изучения насекомых. В конце XVII в. Антони ван Левенгук изготовил оптический микроскоп, который позволял установить существование отдельных клеток, болезнетворных микробов и бактерий [Лит. 1-1]. Уже в XX веке были разработаны методы микроскопии с помощью электронных и ионных пучков [Лит. 1 -2].

Описанные выше методы основаны на облучении исследуемого объекта потоком частиц. В сканирующей зондовой микроскопии

использован другой принцип - вместо зондирующих частиц в ней используется острый зонд [Лит. 1-3]. Образно выражаясь, если в оптическом микроскопе образец осматривается, то в СЗМ - ощупывается.

Другим важным принципом, отраженным в названии метода СЗМ, является принцип сканирования, т.е. получение информации об объекте исследования путем регистрации измеряемых сигналов в узлах растра.

Общим принципом всех видов (типов) СЗМ является поддержание постоянного уровня взаимодействия зонд-образец с помощью обратной связи. Система обратной связи формирует сигнал, который после усиления подается на пьезосканер. Таким образом, чтобы соответствующее перемещение образца (зонда) компенсировало возникающие изменения степени взаимодействия.

Этот сигнал, измеряющийся во время сканирования, интерпретируется как рельеф.

В основу работы СЗМ могут быть положены методы, основанные на разных типах взаимодействия между зондом и образцом. Важно, чтобы величина взаимодействия могла быть измерена, т.е. преобразована в электрический сигнал.

Необходимым условием также является резкая и монотонная зависимость такого сигнала от взаимного вертикального перемещения зонда и образца.

Таких методов довольно много. Наиболее широкое применение получили следующие методы СЗМ, отличающиеся природой взаимодействия между зондом и образцом: сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), контактная атомно-силовая микроскопия (контактная АСМ), полуконтактная АСМ (в англоязычной литературе методика известна как *tapping*, *intermittent contact*). Реже используются «бесконтактная» АСМ, поперечно-силовая микроскопия, торсионно-силовая микроскопия. Есть и совсем экзотические методы, такие как электрохимическая СЗМ. Эти методы можно назвать

базовыми.

В СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II используется принцип, схожий с полуконтактной АСМ, но при этом используется другой, отличный от классического, датчик (см. далее разделы «Виды датчиков» и «Конструкция СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II»).

Еще одной особенностью СЗМ является измерение других сигналов с датчиков. Такие сигналы, в отличие от сигнала, используемого в обратной связи, не поддерживаются постоянными во время сканирования, а их изменение отражает изменение свойств поверхности. Такие методы можно назвать измерительными. Например, МСМ (магнитно-силовая микроскопия), СЕМ (сканирующая емкостная микроскопия), модуляционная силовая микроскопия, сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ) и т.п.

Каждый такой метод может быть реализован только при использовании одной из базовых методик, которая обеспечивает взаимодействие зонда и образца или нахождение зонда на очень близком, строго контролируемом расстоянии от поверхности.

Основные компоненты сканирующего зондового микроскопа

СЗМ состоит из следующих основных компонентов:

- зонд;
- образец;
- электронный датчик, детектирующий величину локального взаимодействия между зондом и образцом;
- сканер по осям x , y , z для прецизионного перемещения образца (зонда);
- электронная цепь обратной связи, поддерживающая постоянным среднее значение величины взаимодействия зонд-образец;
- генератор развертки, подающий напряжения на пьезопроводы x и y , обеспечивающие перемещение образца в горизонтальной плоскости

при сканировании;

- компьютер, управляющий процессом сканирования и получением изображения.

Виды датчиков

В основе сканирующей зондовой микроскопии лежит детектирование и поддержание постоянным локального взаимодействия, возникающего между зондом и поверхностью исследуемого образца при их взаимном сближении до расстояния $\sim X$, где X - характерная длина затухания взаимодействия «зонд-образец».

В зависимости от природы взаимодействия «зонд-образец» различают: сканирующий туннельный микроскоп (СТМ, детектируется туннельный ток), атомно-силовой микроскоп (АСМ, детектируется силовое взаимодействие) и т.п.

СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II позволяет реализовывать некоторые методы измерений туннельной микроскопии и полуконтактной атомно-силовой микроскопии.

Для регистрации туннельного тока (рисунок 1) используется преобразователь ток-напряжение (ПТН), включенный в цепь протекания тока между зондом и образцом. Возможны два варианта включения: с заземленным зондом, когда напряжение смещения подается на образец или с заземленным образцом, когда напряжение смещения прикладывается к зонду.

В СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II напряжение смещения подается на образец относительно заземленного зонда.

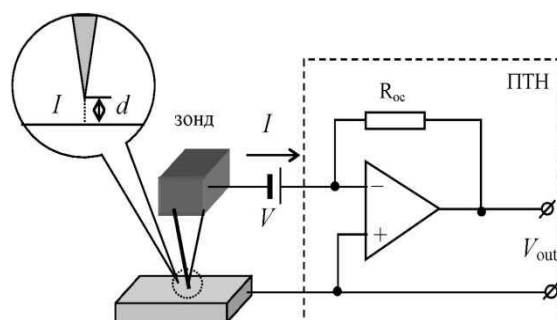


Рисунок 1 – Схема регистрации туннельного тока

Традиционным датчиком силового взаимодействия в АСМ является кремниевая консоль или кантилевер (от англ. cantilever - консоль) с оптической схемой регистрации величины изгиба кантилевера, возникающего вследствие силового взаимодействия между образцом и расположенным на конце кантилевера зондом рисунок 2.

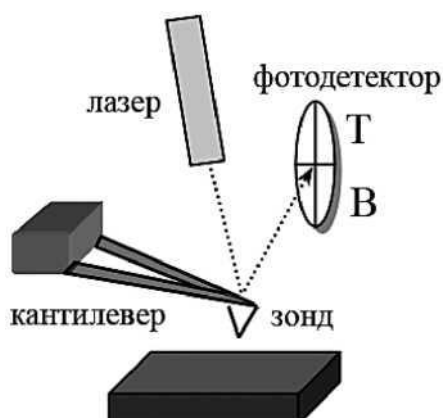


Рисунок 2 – Схема силового датчика

Широко используются контактный и полуконтактный способы проведения силовой микроскопии.

Использование контактного способа предполагает, что зонд касается образца. При изгибе кантилевера под действием контактных сил, отраженный от него луч лазера смещается относительно центра фотодетектора. Таким образом, отклонение кантилевера может быть определено по относительному изменению освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора. Это отклонение поддерживается постоянным.

В полуконтактной АСМ используется модуляционная методика. Для этого с помощью пьезодрайвера кантилевер раскачивается на резонансной частоте. Вдали от поверхности амплитуда колебаний кантилевера имеет максимальную величину. При приближении к поверхности, вследствие взаимодействия зонда с образцом, амплитуда колебаний кантилевера уменьшается. Амплитуда колебаний кантилевера регистрируется с помощью оптической системы по разностному сигналу между верхней и нижней половинами фотодиода. Поддержание этой амплитуды постоянной и является сутью полуконтактного метода.

Сканеры

Для контролируемого перемещения зонда на сверхмалые расстояния в СЗМ используются специальные пьезоэлектрические устройства - сканеры. Их задача - обеспечить прецизионное механическое сканирование зондом поверхности образца путем перемещения зонда относительно неподвижного образца или перемещения образца относительно неподвижного зонда.

Работа большинства пьезоэлектрических сканеров, применяемых в современных СЗМ, основана на использовании обратного пьезоэффекта, который заключается в изменении размеров пьезоматериала под действием электрического поля. Основой большинства применяемых в СЗМ пьезокерамик является состав $\text{Pb}(\text{ZrTi})\text{O}_3$ (цирконат-титанат свинца, ЦТС) [Лит. 1-4] с различными добавками.

Существует много типов и форм, в которых выпускаются пьезокерамические сканеры. Каждый сканер имеет свой уникальный коэффициент чувствительности (от 0.1 до 300 нм/В), который определяется материалом и конструкцией. Так, сканер с коэффициентом чувствительности 0.1 нм/В позволяет получить перемещение 0.1 А при приложении напряжения 100 мВ, что достаточно для получения атомного разрешения. Для получения больших диапазонов сканирования (до нескольких сотен микрон) используется пьезокерамика с большими значениями пьезомодуля.

Существует несколько типов сканеров, наиболее распространенными

из которых являются трипод и трубчатый. Такие сканеры обеспечивают перемещение по трем координатам: x , y (в латеральной плоскости образца) и z (по вертикали).

В трипode (рисунок 3) три независимых бруска пьезокерамики, расположенные во взаимно перпендикулярных направлениях, соединены в один узел. Недостатками такого сканера являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции.

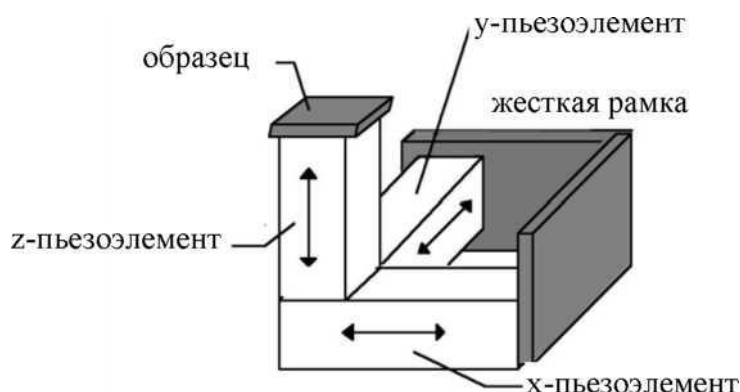


Рисунок 3 – Сканер в виде трипода

На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и один из вариантов расположения электродов представлены на рисунки 4. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации.

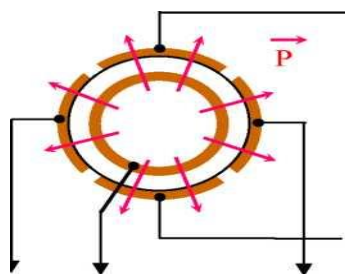


Рисунок 4 – Трубчатый пьезосканер

Трубчатые сканеры позволяют совершать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые

тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми.

Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или сжатия трубки по оси Z.

Электроды, управляющие перемещениями торца трубки в X и Y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки. При подаче противофазных напряжений на противоположные электроды внешней поверхности трубки (относительно внутренней) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение в том месте, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении Y. Смещения в X и Y направлениях пропорциональны приложенному напряжению и квадрату длины трубки. Подача напряжения на внутренний электрод трубки приводит к удлинению всей трубки в Z направлении пропорционально ее длине и приложенному напряжению.

Процесс сканирования поверхности в СЗМ имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (быстрое направление сканирования), затем переходит на следующую строку (медленное направление сканирования). Перемещение зонда относительно образца осуществляется с помощью сканера под действием пилообразного напряжения, подаваемого с генератора развертки (обычно, цифро-аналогового преобразователя). Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

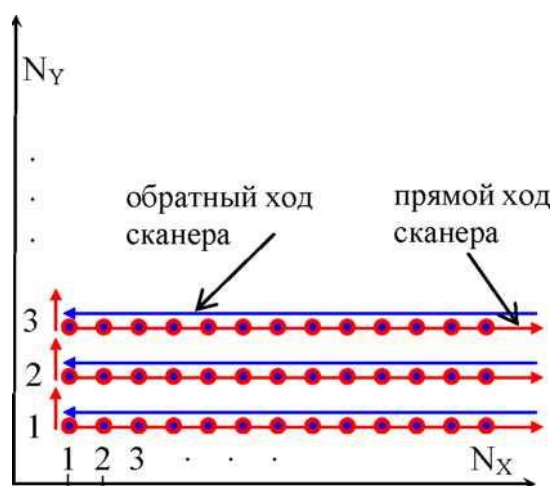


Рисунок 5 – Схематическое изображение процесса ОХ – ось быстрого сканирования, ОУ – ось медленного сканирования.

К числу основных параметров, выбираемых перед началом сканирования относятся:

- размер области сканирования;
- число точек на линии N_x и линий в скане N_y , определяющие шаг сканирования A ;
- скорость сканирования.

Параметры сканирования выбираются исходя из предварительных данных (размера характерных поверхностных особенностей), которые имеются у исследователя об объекте исследования.

При выборе размера области сканирования необходимо получить наиболее полную информацию о поверхности образца, т.е. отобразить наиболее характерные особенности его поверхности. Например, при сканировании дифракционной решетки с периодом 3 мкм необходимо отобразить хотя бы несколько периодов, т.е. размер области сканирования должен составлять 10 – 15 мкм. В случае если расположение особенностей на поверхности исследуемого объекта неоднородно, то для достоверной оценки необходимо провести сканирование в нескольких отстоящих друг от

друга точках на поверхности образца. При отсутствии информации об объекте исследования, сначала, как правило, проводят сканирование по максимальной области с целью получения обзорной информации о характере поверхности. Выбор размера области сканирования при повторном сканировании осуществляют исходя из данных, полученных на обзорном скане.

Число точек сканирования (N_x , N_y) выбирается таким образом, чтобы шаг сканирования A (расстояние между точками, в которых производится считывание информации о поверхности) был меньше ее характерных особенностей, иначе произойдет потеря части информации, заключенной между точками сканирования. С другой стороны, выбор излишнего количества точек сканирования приведет к увеличению времени получения изображения.

Скорость сканирования определяет скорость движения зонда между точками, в которых производится считывание информации. Излишне большая скорость может привести к тому, что система обратной связи не будет успевать держать зонд у поверхности, что приведет к неправильному воспроизведению вертикальных размеров, а также к повреждению зонда и поверхности образца. Малая скорость сканирования приведет к увеличению времени получения изображения.

Система обратной связи

Предварительный подвод зонда к образцу производится с помощью шагового двигателя, в дальнейшем взаимное перемещение зонда и образца осуществляется пьезокерамическим сканером. Обеспечивает это перемещение отрицательная обратная связь. Считается, что в системе есть отрицательная обратная связь, если при выведении системы из положения равновесия возникает сила (воздействие), возвращающая систему в положение равновесия.

В СЗМ обратная связь работает следующим образом. В процессе

взаимодействия зонда и образца степень этого взаимодействия изменяется вследствие флуктуаций, дрейфов или во время сканирования. Входной сигнал обратной связи сравнивается с заданным значением (рабочая точка), и разница подается на усилитель обратной связи. После усиления, и, далее, высоковольтного усиления, напряжение подается на z-обкладку сканера. Перемещение зонда (образца) компенсирует изменение входного сигнала. Таким образом, обратная связь постоянно поддерживает входной сигнал цепи обратной связи постоянным и равным заданному значению рабочей точки. Соответственно, степень взаимодействия между зондом и образцом (сила для АСМ и туннельный ток для СТМ) также поддерживаются постоянными путем перемещения зонда (образца). Во время сканирования изменение степени взаимодействия обусловлено в первую очередь неровностями рельефа, поэтому напряжение, прикладываемое к сканеру для поддержания взаимодействия постоянным, интерпретируется как рельеф.

Основными параметрам обратной связи являются: входной сигнал обратной связи (его природа и степень его зависимости от перемещения зонда (образца)), рабочая точка, которая определяет силу (степень) взаимодействия, и коэффициент усиления обратной связи.

Чем больше коэффициент усиления обратной связи, тем точнее цепь обратной связи отрабатывает рельеф сканируемой поверхности, и тем достовернее данные рельефа. Однако, при превышении некоторого критического значения, система обратной связи самовозбуждается, что приводит к появлению шума на измеряемых сигналах (генерации).

Конструкция СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II

На рисунке 6 представлена функциональная схема прибора. СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II состоит из измерительной головки, базового блока, СЗМ контроллера, соединительных кабелей, а также ПК. Сигнал от датчика взаимодействия поступает в предусилитель. Преобразованный сигнал через базовый блок поступает в СЗМ контроллер. Далее управляющие сигналы от СЗМ контроллера поступают в базовый блок. Управление СЗМ

контроллером осуществляется с помощью компьютера через контроллер связи с ПК.

Измерительная головка

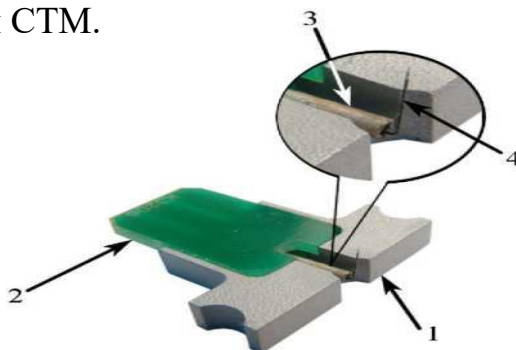
Общий вид измерительной головки представлен на рисунке 7. В гнездо на измерительной головке устанавливается вкладыш с зондом.



Рисунок 7 – Измерительная головка с установленным вкладышем

Измерительный вкладыш (рисунок 8) представляет собой основание 1 на котором закреплена плата 2, а также пьезотрубчатый держатель зонда 3.

Данный вкладыш позволяет проводить измерения как по методам АСМ, так и по методам СТМ.



1 – основание; 2 – плата; 3 – пьезотрубчатый держатель; 4 – зонд

Рисунок 8 – Измерительный вкладыш с установленным зондом

Пьезотрубчатый держатель выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной $l = 7$ мм, диаметром $d = 1.2$ мм и толщиной стенки $h = 0.25$ мм, жестко закрепленной с одного конца на основании 3 вкладыша. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода.

Свободный конец трубки используется как держатель зонда, изготовленного методом электрохимического травления. Радиус закругления кончика зонда - 0.2×0.05 мкм.

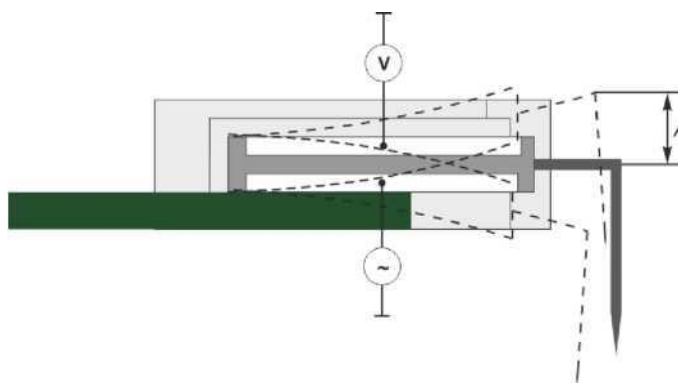


Рисунок 9 – Принцип работы измерительного вкладыша

Одна часть пьезокерамической трубки используется как пьезовибратор, а другая – как датчик механических колебаний рисунок 9.

К нижней части пьезокерамической трубки (пьезовибратору) подводится переменное электрическое напряжение с частотой, равной резонансной частоте электромеханической системы держатель-зонд. В результате зонд начинает колебаться вокруг равновесного положения, при этом амплитуда колебаний максимальна. В процессе колебаний зонд отклоняется от равновесного положения на величину A , равную амплитуде его вынужденных механических колебаний (она составляет доли микрона), при этом на верхней части держателя (датчике колебаний) возникает переменное электрическое напряжение, пропорциональное смещению зонда.

Базовый блок.

Основные элементы:

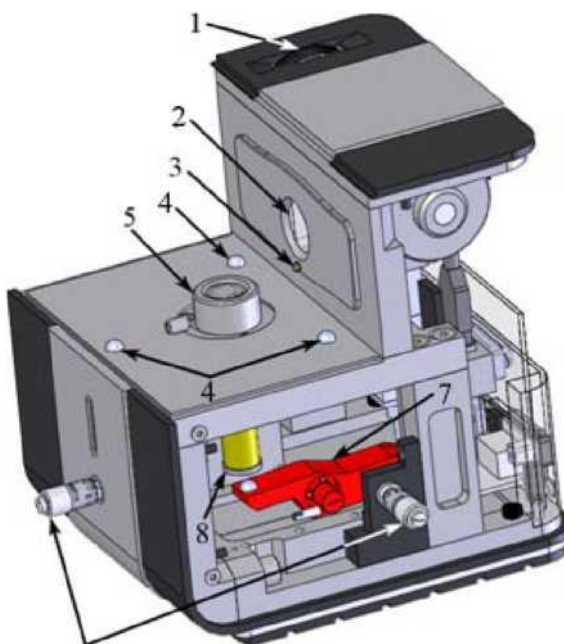


Рисунок 10 – Базовый блок 1 – колесо фокусировки видеокамеры;
2 – видеокамера; 3 – светодиод; 4 – опорные шарики; 5 – предметный столик;
6 – винты XY позиционирования сканера;
7 – механизм подвода; 8 – сканер

Внутри базового блока расположены: сканер 8, механизм подвода 7, цифровая видеокамера 4. Фокусировка видеокамеры осуществляется с помощью колёсика 1.

Образец, предварительно закрепленный на специальном держателе, устанавливается на предметный столик 5.

Измерительная головка устанавливается на базовый блок таким образом, чтобы посадочные гнезда, расположенные на основании головки, встали на опорные шарики 4 базового блока. После установки измерительной головки автоматически включается светодиод 3, предназначенный для освещения образца и зонда, что позволяет наблюдать за процессом подвода, а также за выбором участка исследования по

видеоизображению.

Выбор участка исследования производится с помощью винтов 6, перемещающих сканер по осям ХУ. Подвод образца к зонду осуществляется с помощью механизма подвода 7. Управление процессом подвода выполняется из программы управления.

Сканер СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II

Способ организации микроперемещений, использующийся в СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II, основан на использовании трубчатого пьезосканера. Такой сканер выполнен в виде пьезокерамической пластины, согнутой в трубку. На внутреннюю и внешнюю поверхности трубки наносят электроды, на которые подаются напряжения. Таким образом, в каждой точке пьезокерамической трубки, где нанесены электроды, появляется радиально направленное электрическое поле. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры.

Трубчатый пьезосканер, расположенный в СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II позволяет осуществлять перемещение образца с точностью в доли ангстрем, максимальное перемещение образца составляет около 100 мкм, что и определяет максимальную площадь сканирования.

Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или сжатия трубки по оси Z. Электроды, управляющие перемещениями трубки в X и Y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки. При подаче противофазных напряжений на противоположные электроды внешней поверхности трубки (относительно внутренней) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении Y. Смещения в X и Y направлениях

пропорциональны приложенному напряжению и квадрату длины трубки. Движение в Z направлении генерируется подачей напряжения на внутренний электрод трубки. Это приводит к удлинению всей трубки пропорционально ее длине и приложенному напряжению.

Механизм подвода образца к зонду

Диапазон перемещений сканера по оси Z составляет около 10 мкм, поэтому перед началом сканирования необходимо приблизить образец к зонду на меньшее расстояние. Для перемещения образца предназначен автоматизированный механизм подвода. Шаговый двигатель при подаче на него напряжения питания двигает в вертикальном направлении ходовой винт, который с помощью рычага поднимает или опускает сканер.

Практическое задание

1. Изучите на практике общую конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II. Познакомьтесь с программой управления СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.
2. Подготовьте к работе СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.
3. Получите АСМ изображение под присмотром преподавателя.
4. Проведите первичную обработку полученного АСМ изображения.

Обработка АСМ изображения

1. Откройте окно **Image Analysis** кнопкой Панели **Data**, расположенная на панели основных операций.
2. Из дерева фреймов, расположенного в левой части окна **Image Analysis** выберите изображение для обработки.

Вычитание наклона

Для вычитания наклона поверхности предназначены метод **Fit Lines** (построчное вычитание аппроксимирующей кривой заданного порядка) и метод **Subtract Surface** (вычитание поверхности заданного порядка). Подберите тип вычитания, при котором наклон и неплоскостность изображения устраняются наиболее эффективно.

Для реализации метода **Fit Lines**:

1. Откройте окно **Fit Lines** посредством двойного щелчка на **Flatten Correction 1D – Fit Lines** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).

2. Задайте порядок вычитаемой кривой в поле ввода **Order**.

3. В поле ввода **Fit Lines** задайте направление вычитания строк (ось X или ось Y).

ПРИМЕЧАНИЕ. Выходное изображение (после вычитания) отображается справа в окне **Fit Lines**. При изменении порядка вычитаемой кривой и направления строк в интерактивном режиме происходит изменение выходного изображения.

4. Нажмите кнопку **ok**. В результате обработанное изображение будет сохранено в дереве фреймов.

Для реализации метода **Subtract Surface**:

1. Откройте окно **Subtract Surface** посредством двойного щелчка на **Flatten Correction 2D – Subtract Surface** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).

2. Задайте порядок вычитаемой поверхности в поле ввода **Order**.

ПРИМЕЧАНИЕ. Выходное изображение (после вычитания) отображается справа в окне **Subtract Surface**. При изменении параметра **Order** в интерактивном режиме происходит изменение выходного изображения.

3. Нажмите кнопку **ok**. В результате обработанное изображение будет сохранено в дереве фреймов.

Трехмерное представление изображения

Для отображения данных в трехмерном представлении нажмите кнопку **3D**, расположенную в нижнем левом углу области анализа фреймов.

Масштабирование изображения осуществляется с нажатыми клавишей

<Ctrl> и левой клавишей мыши.

Обработайте изображение, подобрав угол обзора, палитру. Вращение изображения осуществляется с нажатой левой клавишей мыши.

Для настройки палитры щелкните правой кнопкой мыши в области анализа фреймов. В открывшемся меню выберите пункт **Z Coloration**. Выберите на СЗМ изображении прямоугольную область, в соответствии с которой будет настроена цветовая палитра.

Сохраните изображение в виде рисунка, нажав кнопку **фото** (на Панели инструментов).

Измерение расстояний

С помощью линейки (кнопка **линейка**, расположенная на Панели инструментов) измерьте расстояния между отдельными дорожками DVD-диска.

Сохранения результатов измерений

1. Откройте окно **Image Analysis** кнопкой **Data**, расположенной на панели основных операций.

2. В главном меню окна **Image Analysis** выбираем команду **File – Save All Frames**.

3. В открывшемся диалоговом окне выберите каталог, в котором будут храниться полученные данные.

4. Введите название файла и сохраните его с расширением ***.mdt**.

Завершение работы

1. Закройте программу Nova Rx.
2. Выключите СЗМ контроллер.
3. Выключите виброзащиту.
4. Выключите компьютер.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные компоненты сканирующего зондового микроскопа и их назначение.

2. Назовите виды датчиков и принципы их действия.
3. В чем заключается пьезоэлектрический эффект.
4. Опишите различные конструкции сканеров.
5. Опишите конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.
6. Опишите конструкцию зондового датчика СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II и принцип его действия.
7. Опишите механизм подвода зонда к образцу в СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
8. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.

Список литературы

1. М. Борн, Э. Вольф. Основы оптики. М.: Наука, 1973.
2. Э. Руска. Развитие электронного микроскопа и электронной микроскопии - Нобелевские лекции по физике - 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 243.
3. Г. Бинниг, Г. Рорер. Сканирующая туннельная микроскопия - от рождения к юности - Нобелевские лекции по физике - 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 261.
4. В.С. Эдельман. Сканирующая туннельная микроскопия (обзор). Приборы и техника эксперимента, 1989, №5, с.25.
5. В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. ИФМ РАН - г. Н. Новгород, 2004 г. 110 с.
6. Руководство по эксплуатации «СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II».

Практическое занятие № 3.

Обработка и количественный анализ СЗМ изображения

Цель работы: получить практические навыки в области обработки количественного анализа СЗМ изображений.

В результате выполнения практического задания студенты должны:

Знать: основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Теоретический материал

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), затем переходит на следующую строку (кадровая развертка). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе (рисунок 1).

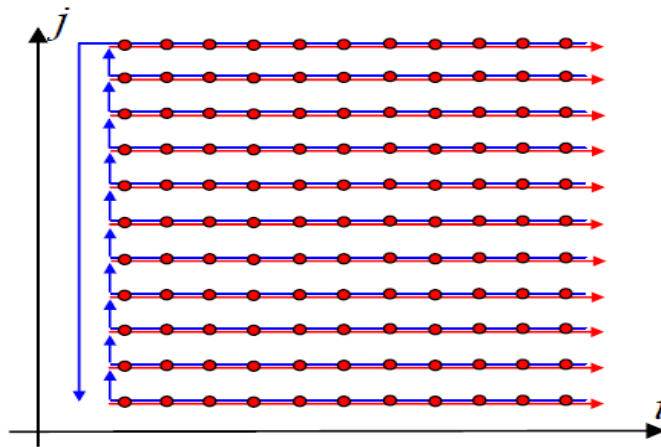


Рисунок 1 – Схематическое изображение процесса сканирования. Направление прямого хода сканера обозначено стрелками красного цвета, обратный ход сканера обозначен стрелками синего цвета. Регистрация информации производится в точках на прямом проходе

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра - двумерного массива целых чисел a_{ij} (матрицы). Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов ij соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилась запись информации:

$$x_i = x_0 \cdot i, \quad y_j = y_0 \cdot j.$$

Здесь x_0 и y_0 – расстояния между соседними точками вдоль оси X и Y, в которых производилась запись информации. Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер $2n$ (в основном 256×256 и 512×512 элементов). Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде трехмерных (3D) и двумерных яркостных (2D) изображений. При 3D визуализации изображение

поверхности $Z = f(x,y)$, соответствующей СЗМ данным, строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски 3D изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (рисунок 2). При этом удастся подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение 3D СЗМ изображений. При 2D визуализации каждой точке поверхности $Z = f(x,y)$ ставится в соответствие цвет.

Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой точки поверхности. На рисунке 3 для примера приведено 2D изображение участка поверхности.

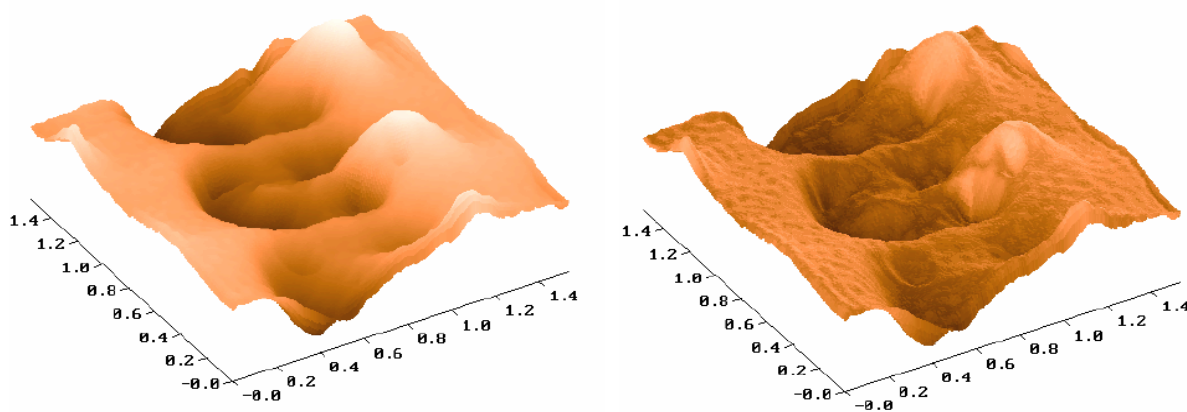


Рисунок 2 – 3D визуализация рельефа поверхности с подсветкой по высоте и с боковой подсветкой

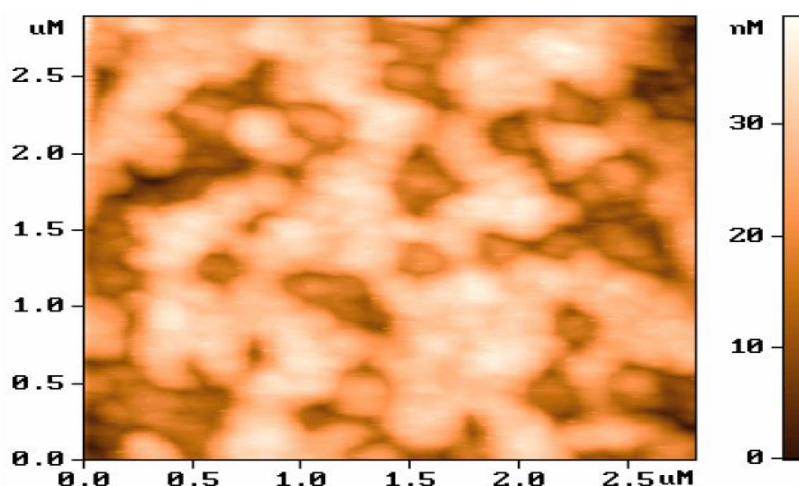


Рисунок 3 – Яркостное 2D изображение поверхности

Локальные СЗМ измерения, как правило, сопряжены с регистрацией зависимостей исследуемых величин от различных параметров. Например, это зависимости величины электрического тока через контакт зонд-поверхность от приложенного напряжения, зависимости различных параметров силового взаимодействия зонда и поверхности от расстояния зонд-образец и др. Данная информация хранится в виде векторных массивов или в виде матриц размерностью $2 \times N$. Для их визуализации в программном обеспечении микроскопов предусматривается набор стандартных средств изображения графиков функций.

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На рисунке 4 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

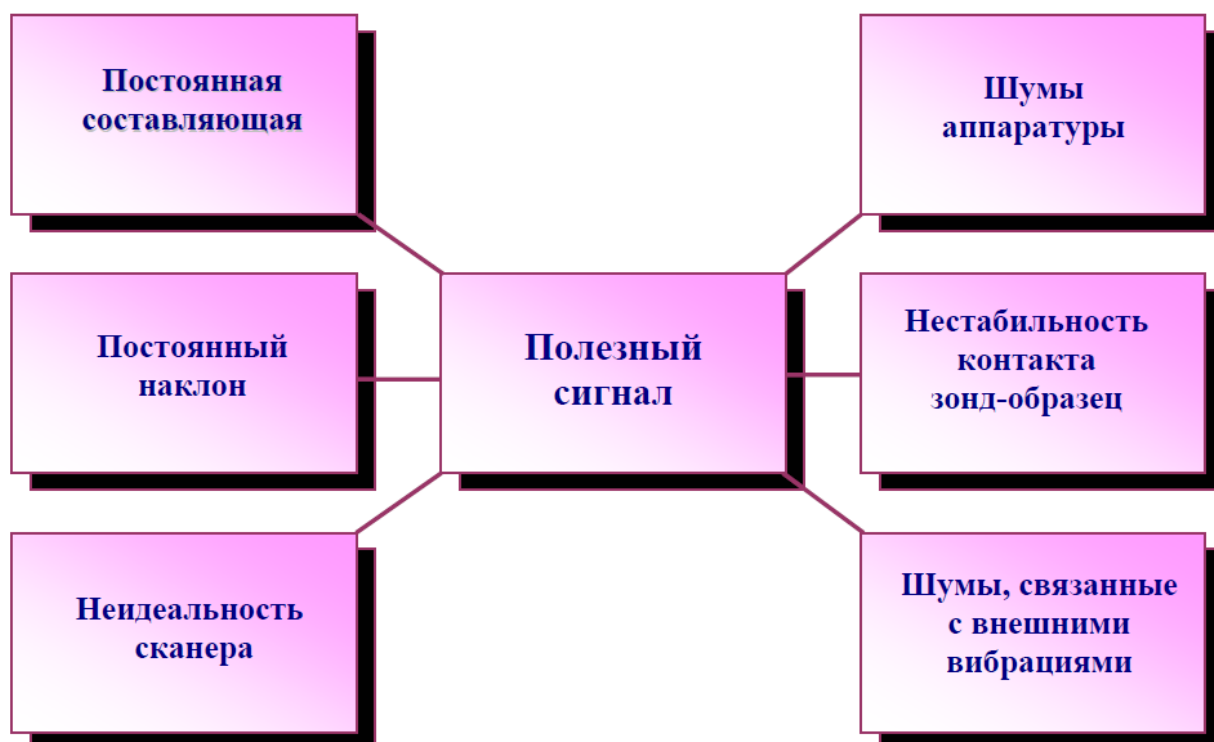


Рисунок 4 – Возможные искажения в СЗМ изображениях

Вычитание постоянной составляющей

СЗМ изображения, как правило, содержат постоянную составляющую, которая не несет полезной информации о рельефе поверхности, а отражает точность подвода образца в середину динамического диапазона перемещений сканера по оси Z. Постоянная составляющая удаляется из СЗМ кадра программным способом, так что новые значения высот рельефа в кадре равны:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}, \quad \text{где } \bar{Z} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij}.$$

Вычитания постоянного наклона

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено несколькими причинами. Во-первых, наклон может появляться вследствие неточной установки образца относительно зонда; во-вторых, он

может быть связан с температурным дрейфом, который приводит к смещению зонда относительно образца; в-третьих, он может быть обусловлен нелинейностью перемещений пьезосканера. На отображение наклона тратится большой объем полезного пространства в СЗМ кадре, так что становятся не видны мелкие детали изображения. Для устранения данного недостатка производят операцию вычитания постоянного наклона.

Для этого на первом этапе методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая плоскость $P(1)(x, y)$, имеющая минимальные отклонения от рельефа поверхности $Z = f(x, y)$ (рисунок 5). Затем производится вычитание данной плоскости из СЗМ изображения. Вычитание целесообразно выполнять различными способами в зависимости от природы наклона. Если наклон в СЗМ изображении обусловлен наклоном образца относительно оси зонда, то целесообразно произвести поворот плоскости на угол, соответствующий углу между нормалью к плоскости n и осью Z ; при этом координаты поверхности $Z = f(x, y)$ преобразуются в соответствии с преобразованиями пространственного поворота. Однако при данном преобразовании возможно получение изображения поверхности в виде многозначной функции $Z = f(x, y)$. Если наклон обусловлен термодрейфом, то процедура вычитания наклона сводится к вычитанию Z – координат плоскости из Z – координат СЗМ изображения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P_{ij}^{(1)}.$$

Это позволяет сохранить правильные геометрические соотношения в плоскости X, Y между объектами СЗМ изображения.

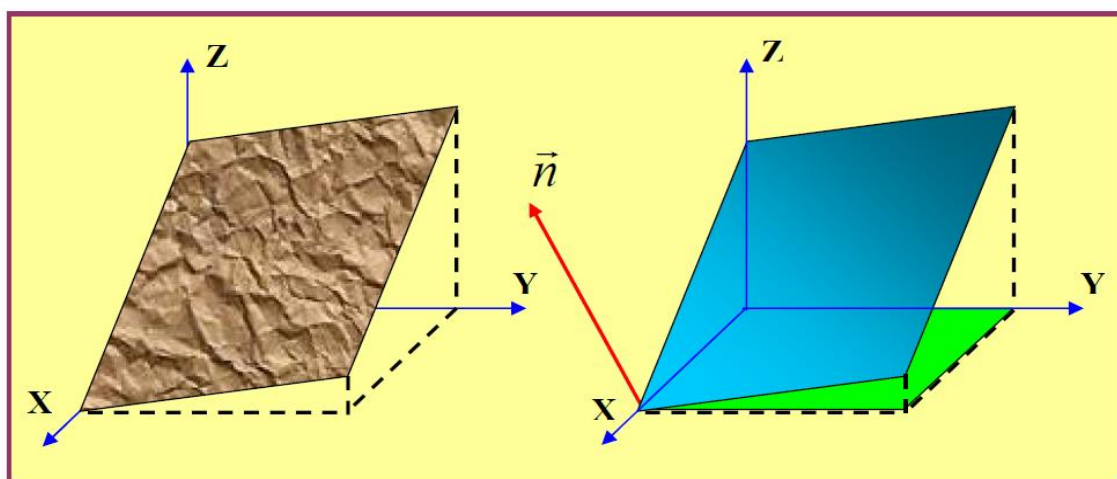


Рисунок 5 – Вычитание постоянной наклонной из СЗМ изображения поверхности

В результате получается массив с меньшим диапазоном значений, и мелкие детали изображения будут отображаться большим количеством цветов, становясь более заметными.

Устранение искажений, связанных с неидеальностью сканера

Для устранения искажений такого рода методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая поверхность второго порядка $P(2)(x,y)$, имеющая минимальные отклонения от исходной функции $Z = f(x,y)$, и затем данная поверхность вычитается из исходного СЗМ изображения:

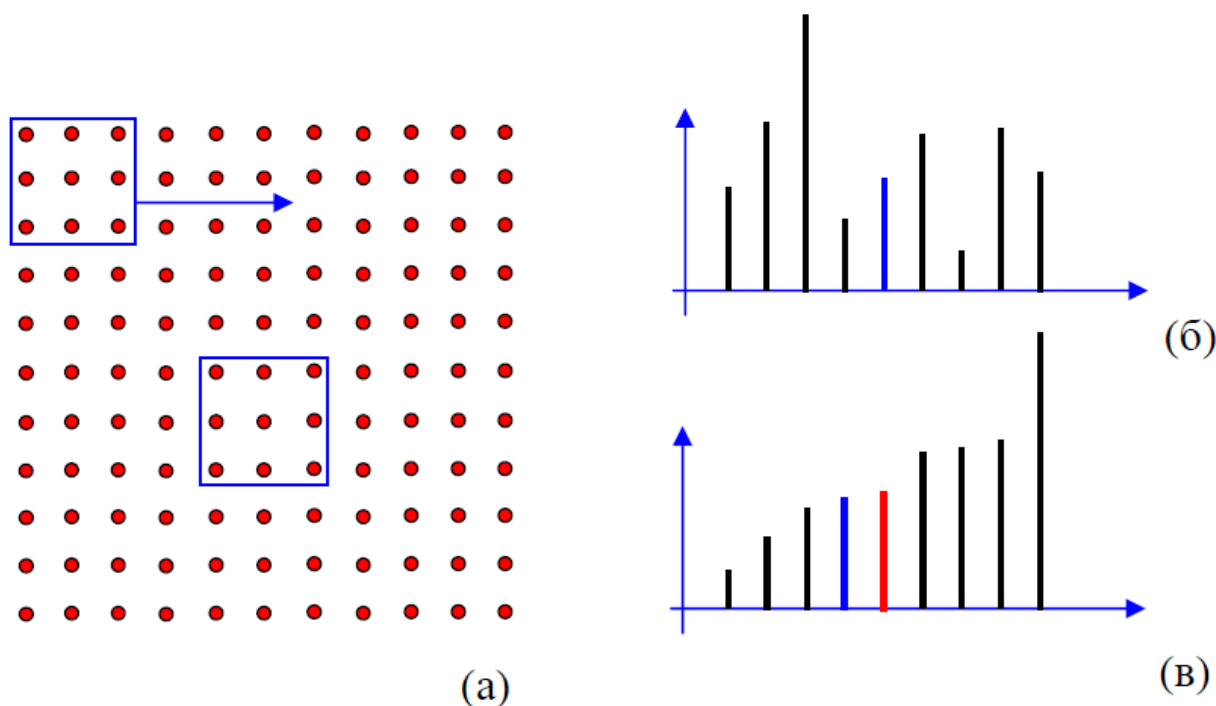
$$Z' = Z_{ij} - P_{ij}^2 .$$

Фильтрация СЗМ изображений

Шумы аппаратуры (в основном, это шумы высокочувствительных входных усилителей), нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений могут быть удалены программными средствами.

Медиальная фильтрация

Хорошие результаты при удалении высокочастотных случайных помех в СЗМ кадрах дает медианная фильтрация. Это нелинейный метод обработки изображений, суть которого можно пояснить следующим образом. Выбирается рабочее окно фильтра, состоящее из $n \times n$ точек (для определенности возьмем окно 3×3 , т.е. содержащее 9 точек (рисунок 6)).



- (а) – смещение окна в процессе фильтрации массива;
- (б) – расположение элементов в неотсортированном массиве
(синим цветом помечен центральный элемент);
- (в) – расположение элементов в отсортированном массиве
(новый центральный элемент помечен красным цветом)

Рисунок 6 – Принцип работы медианного фильтра с окном 3×3

В процессе фильтрации это окно перемещается по кадру от точки к точке, и производится следующая процедура. Значения амплитуды СЗМ изображения в точках данного окна выстраиваются по возрастанию, и значение, стоящее в центре отсортированного ряда, заносится в центральную точку окна. Затем окно сдвигается в следующую точку, и процедура

сортировки повторяется. Таким образом, мощные случайные выбросы и провалы при такой сортировке всегда оказываются на краю сортируемого массива и не войдут в итоговое (отфильтрованное) изображение. Заметим, что при такой обработке по краям кадра остаются нефильтрованные области, которые отбрасываются в конечном изображении.

Усреднение по строкам

Избавится от дефекта можно с помощью процедуры выравнивания кадра по строкам. В каждой строке сканирования находится среднее значения рельефа:

$$\bar{Z}_j = \frac{1}{N} \sum_i Z_{ij} .$$

А затем из значений в каждой строке кадра вычитаются соответствующее средние значение:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}_j$$

так что в новом кадре в каждой строке среднее будет равно нулю. Это приводит к тому, что ступеньки, связанные с резкими изменениями среднего значения в строках, будут удалены из кадра.

Фурье - фильтрация СЗМ изображений

Как известно, любая функция может быть представлена в виде интеграла Фурье. В случае СЗМ кадра преобразование Фурье производится над дискретными величинами. Фурье - образ поверхности можно получить по следующим формулам (через ν обозначена мнимая единица – $\sqrt{-1}$):

$$F_{\alpha\beta} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij} \exp \left[2\pi\nu \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right] .$$

Соответственно обратное преобразование Фурье:

$$Z_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \exp \left[- 2\pi\nu \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right] .$$

При Фурье-фильтрации производятся преобразования над пространственным спектром поверхности. Преобразованный Фурье-образ поверхности можно записать в виде:

$$F'_{\alpha\beta} = F_{\alpha\beta} * H_{\alpha\beta},$$

где $H_{\alpha\beta}$ представляет собой спектральную функцию применяемого фильтра. Тогда отфильтрованное изображение получается в результате обратного преобразования Фурье для обработанного спектра поверхности:

$$Z'_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta} \exp\left[-2\pi v\left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N}\right)\right].$$

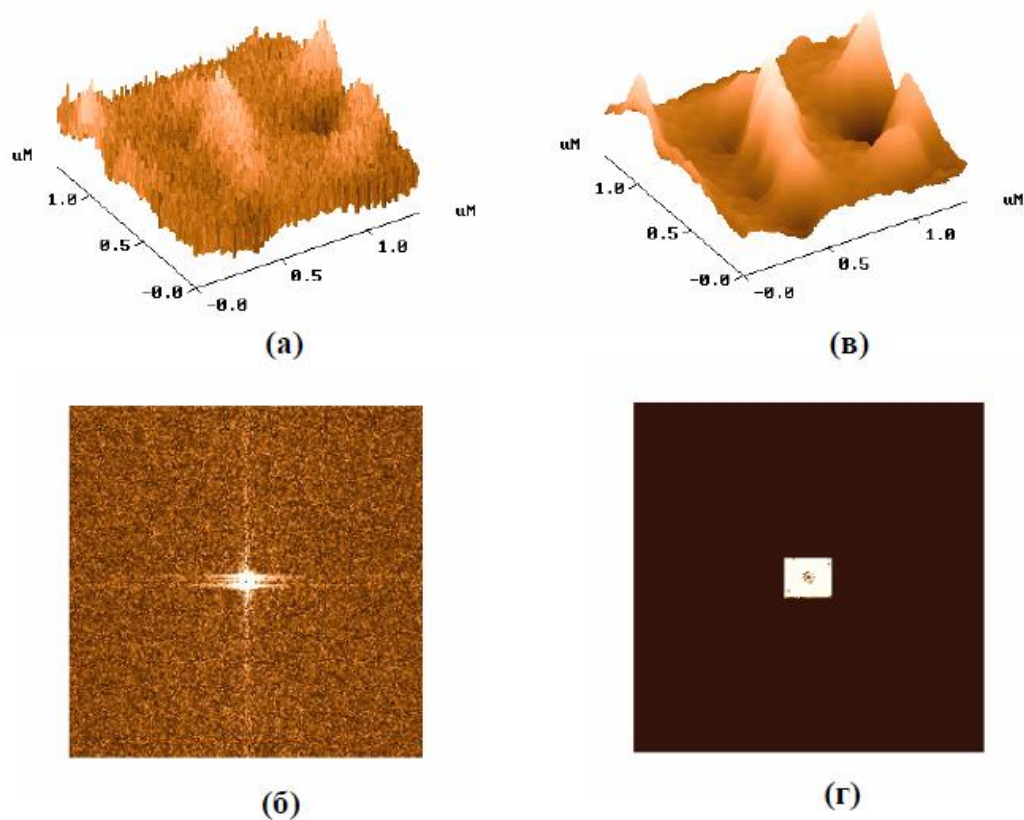
Наиболее распространенными являются фильтры низких и высоких частот с круговыми и квадратными окнами. Для фильтров низких частот спектральные функции фильтров определяются в виде:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 1 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 0 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 1 & \text{для } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 0 & \text{для } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases},$$

где величины R и A представляют собой соответственно радиус кругового и размер квадратного окна функции фильтра. По аналогии для фильтра высоких частот имеем:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 0 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 1 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqr} = \begin{cases} 0 & \text{для } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 1 & \text{для } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases}.$$

На рисунки 7 показаны результаты Фурье-фильтрации из АСМ изображения реальной поверхности.



а – исходное АСМ изображения; б – спектр исходного изображения;
в – отфильтрованное изображение; г – обработка спектра фильтром низких частот

Рисунок 7 – Пример применения Фурье-фильтрации к АСМ изображению поверхности

Для устранения нежелательных эффектов, связанных с резким изменением спектральной функции на краю фильтра и на границах кадра, применяют фильтры с более сложной спектральной функцией. На основе Фурье-образа можно рассчитать ряд полезных характеристик поверхности. В частности, спектральная плотность мощности определяется в виде

$$S_{\alpha\beta} = |F_{\alpha\beta}|^2 = F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^*$$

Расчет автокорреляционной функции поверхности:

$$C_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^* \exp \left[2\pi v \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

Таким образом, стандартное программное обеспечение зондовых микроскопов включает в себя достаточно широкий набор средств по визуализации и обработке СЗМ данных. Кроме того, изображения, полученные на сканирующем зондовом микроскопе, могут быть сохранены в одном из графических форматов, что позволяет использовать дополнительные возможности, предоставляемые современными пакетами компьютерных программ по обработке и коррекции изображений.

Методика и порядок выполнения Практического занятия

Для выполнения Практического занятия по анализу изображений используется mdt-файл, содержащий фреймы для демонстрации работы различных методов обработки изображений, реализованных в программе **Image Analysis**.

Откройте окно **Image Analysis** кнопкой Data, расположенной на Панели основных операций программы Nova Rx. В главном меню окна **Image Analysis** выберите команду **File – Open**. Загрузите **mdt-файл** с примерами сканированных изображений (**Examples.mdt**).

Задание 1. Планаризация изображения

1. Выберите фрейм **1_plane** (рисунок 8). Фрейм представляет собой сканированное изображение поверхности DVD-диска.

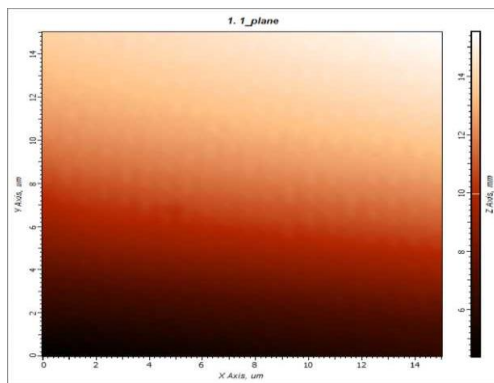


Рисунок 8 – Исходное изображения поверхности DVD – диска

2. Определить какого вида искажения, связаны с неидеальностью сканера, присутствуют на изображении (наклон, наличие постоянной составляющей, искажения второго порядка).

3. Проведите сечение изображения по осям X, Y. Сохраните фреймы сечений (кнопка **Ok**).

4. Проведите необходимую обработку изображения с помощью методик, доступных в программе (например, метод **Subtract Surface**, который активируется через главное меню, последовательным выбором пунктов **Analysis – Flatten Correction 2D – Subtract Surface**). Добейтесь максимальной плоскостности изображения. Сохраните полученный фрейм.

5. Проведите сечение изображения после обработки и сравните с сечением исходного изображения. Убедитесь в том, что искажения устранены. Сохраните фрейм сечения.

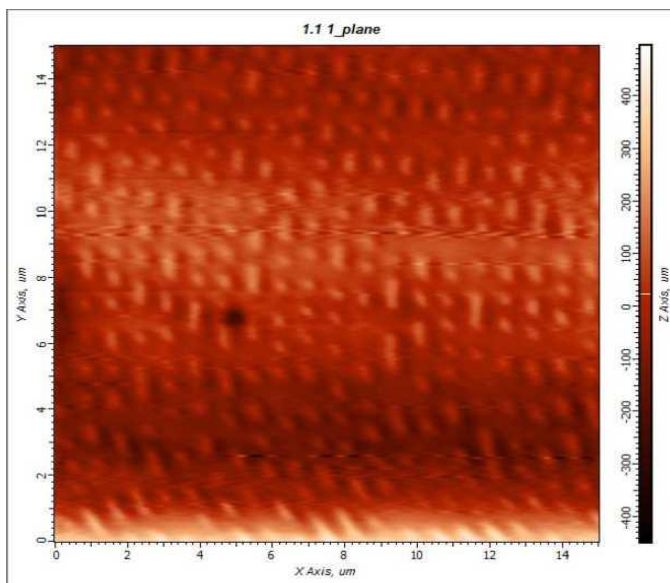


Рисунок 9 – Изображения поверхности DVD – диска после обработки

Задание 2. Применение фильтров

1. Выберите фрейм **2_filter** (рисунок 10).

2. Из набора фильтров, доступных в программе (меню **Filters** в окне **Image Analysis**), подберите один или несколько фильтров таким образом, чтобы на полученном изображении отдельные детали были выделены

наиболее четко. Примерный вид изображения после обработки приведен на рисунке 11.

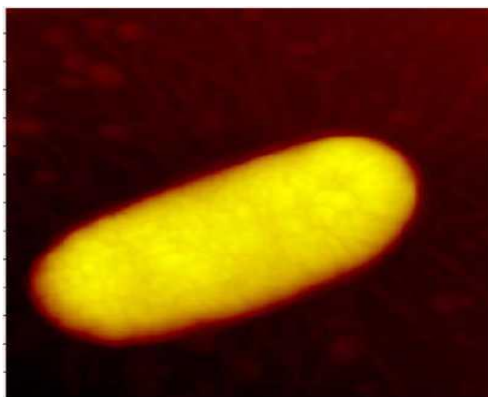


Рисунок 10 – Исходное изображение

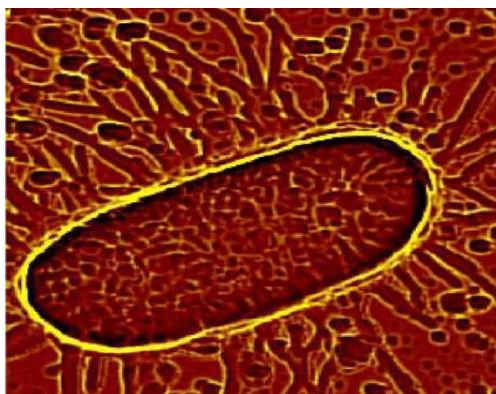


Рисунок 11 – Изображение после применения фильтра

Задание 3. Преобразование Фурье

1. Выберите фрейм **3-1_Fourier** калибровочной решетки TGZ).
2. Определите период решетки, используя метод сечения:
 - проведите сечение таким образом, чтобы направление сечения совпадало с направлением периодичности решетки;
 - в окне сечения с помощью двойного маркера измерьте период решетки.

Для получения более достоверных результатов рекомендуется провести несколько таких измерений (10 – 20) и усреднить полученные результаты.

3. Определите период решетки, используя преобразование Фурье:

– откройте окно **FFT Analysis** посредством двойного щелчка на **Fourier – FFT Analysis** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).

– в окне **FFT Analysis** нажмите кнопку расчитан Calculate. В результате будет рассчитан Фурье - спектр (рисунок 12);

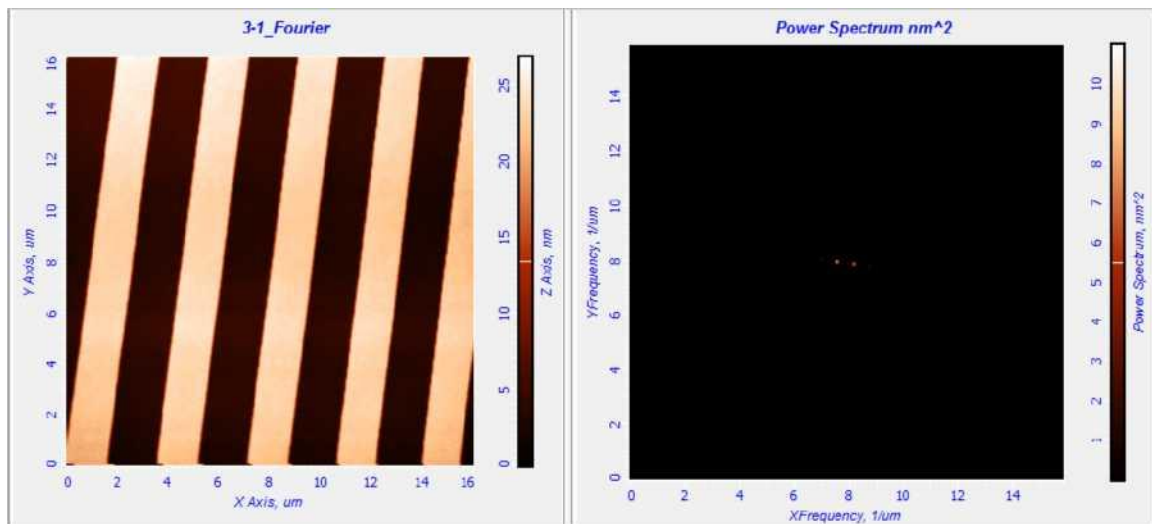


Рисунок 12 – Исходное изображение (слева) и Фурье-спектр (справа)

одномерной периодической структуры – с помощью инструмента лупа увеличить изображения Фурье-спектра, как показано на рисунке 13

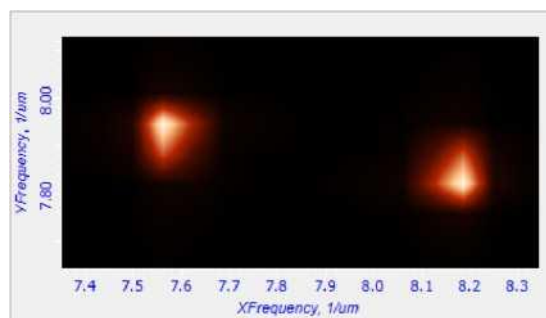


Рисунок 13 – Увеличенное изображения Фурье-спектра

– нажмите кнопку R, расположенную в верхнем углу окна **Image Analysis**, и щелкните мышью на области Фурье-плоскости, вносящей небольшой вклад в разложение исходного сигнала по пространственным частотам (светлые пятнышки) (рисунок 14). В результате в нижней части

окна **FFT Analysis** появится колонка **FFT Measurement on measuring line**. Величина параметра **Wavelength** в данной колонке соответствует периоду решетки.

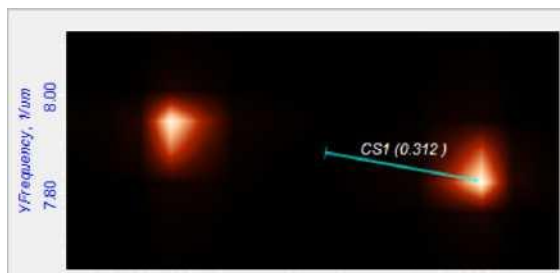


Рисунок 14 – Изображение определения периода решетки

4. Сравните периодичность изображений, измеренную при помощи сечения для исходного изображения, с результатами, полученными с помощью Фурье-образа.

5. Откройте фрейм **3-2_Fourier** (сканированное изображение фрагмента калибровочной решетки TGQ). Аналогичным образом определите периоды решетки в направлениях осей OX и OY. Сравните данные, полученные непосредственным измерением и при помощи Фурье-образа.

Задание 4. Фурье-фильтрация

1. Выберите фрейм **4_Fourier-filter**. Данный фрейм является изображением поверхности графита с наложенным внешним периодическим сигналом (рисунок 15).

2. Откройте окно **FFT Filtration** посредством двойного щелчка **Fourier – FFT Filtration** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).

3. В нижней части окна перейдите на вкладку **Rect Filter**.

4. Выберите в **Filtration** пункт **Outside Rect**.

5. С помощью инструментов вырезания частот выберите область Фурье-плоскости, вносящую наибольший вклад в разложение исходного сигнала по пространственным частотам (светлые пятнышки).

6. В окне **FFT Analysis** нажмите кнопку **Calculate**. В результате будут удалены фурье-компоненты, соответствующие паразитным периодическим сигналам и результирующее изображение будет иметь вид как на рисунке 16.

7. Сохранить полученный фрейм (кнопка Ok).

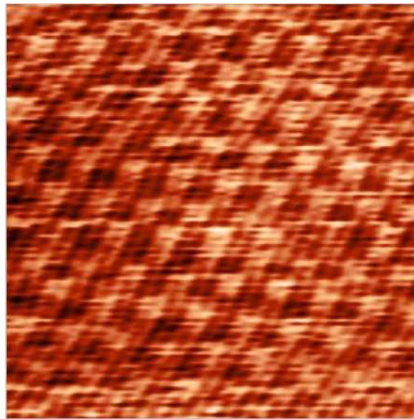


Рисунок 15 – Исходное АСМ изображения

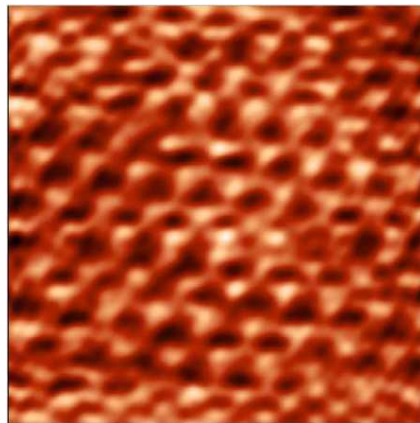


Рисунок 16 – АСМ изображение после применения Фурье- фильтрации

Контрольные вопросы

1. Какие типы искажений характерны для СЗМ изображений, и по каким причинам они возникают?
2. Каковы основные методы фильтрации СЗМ изображений?
3. Какие методы определения количественных характеристик СЗМ изображений вы знаете?
4. Для каких изображений следует воспользоваться частотным представлением?

5. Какую информацию об объекте можно получить по Фурье-образу его изображения?

Список литературы

1. Дуда Р., Харт П. Распознавание образов и анализ сцен. - М.: Мир, 1976, 511 стр.
2. Прэтт У. Цифровая обработка изображений - М.: Мир, 1982, книги 1, 2, 790 стр.
3. Ярославский Л.П. Введение в цифровую обработку изображений - М.: Сов.радио, 1979. 312 стр.

Практическое занятие № 4.

Определение толщины тонких пленок по коэффициенту отражения

Цель работы: определить толщину пленок по коэффициенту отражения с помощью методики измерения спектрального эллипсометра.

В результате выполнения практического задания студенты должны:

Знать: методику измерения толщины и оптических характеристик тонких слоев диэлектриков и полупроводников для одно-, двух- и трехслойных структур с помощью спектрального эллипсометра.

Уметь: моделировать измерения эллипсометрических параметров для оптимизации эксперимента, правильного выбора исходных параметров и оценки погрешности измерений. Провести измерение толщины и показателя преломления пленок SiO_2 и Si_3N_4 на подложке кремния, двухслойных структур $\text{Si-SiO}_2\text{-Si}_3\text{N}_4$ и других.

Теоретический материал

Тонкие слои диэлектриков, полупроводников и металлов в различных сочетаниях используются в микро- и нанoeлектронике при создании полупроводниковых структур, или устройств, при нанесении пассивирующих, просветляющих или отражающих покрытий, для создания омических контактов и в целом ряде других случаев. Как правило, толщины таких слоев должны быть выращены с прецизионной точностью. Например, ошибка в толщине просветляющего покрытия, составляющая одну десятую длины волны в материале (т.е. $\delta d \approx 10$ нм), может заметно повлиять на его спектральные характеристики. Особенно актуальной проблема измерения толщин сверхтонких слоев становится в связи с тенденцией миниатюризации электронных устройств и перехода технологических процессов ко все меньшим и меньшим размерам. Измерения оптических постоянных тонких слоев могут иметь как самостоятельное значение (например, при создании оптоэлектронных

устройств), так и служить косвенной характеристикой физических и структурных и иных свойств этих слоев. Например, показатель преломления диоксида кремния зависит от его плотности, наличия пор и содержания гидроксильных групп. Показатель преломления нитрида кремния в значительной степени зависит от технологии его изготовления.

Метод эллипсометрии наиболее удобен для измерений оптических характеристик и толщин тонких слоев и обладает рядом преимуществ: он является бесконтактным, экспрессным, высокочувствительным и технологичным.

Методика и порядок выполнения лабораторных работ

Описание Эллипсометрических установок

Эллипсометр включает следующие узлы и компоненты (рисунок 1):

Источник света

- лампа с блоком поджига
- источник питания
- монохроматор
- основание
- световолокно

Плечо поляризатора:

- коллимационная линза
- поляризатор

Плечо анализатора:

- два анализатора
- светоотделяющий фазосдвигающий элемент
- фотодиоды с усилительно-приемными устройствами

основание

- гониометр с механизмами установки угла падения света
- предметный столик

Источник света

На основании источника света закреплены: корпус лампы с блоком поджига, источник питания и монохроматор.

Устройство источника света включает ксеноновую дуговую лампу высокого давления мощностью 120 Вт. Лампа размещена в специальном



Рисунок 1 – Схема эллипсометрической установки термоохлаждаемом корпусе. Лампа закреплена на контактах, жестко связанных с устройством поджига и вместе с устройством поджига имеет возможность вертикального перемещения для настройки. Стабилизированный источник питания предназначен для питания лампы и монохроматора. Малогабаритный монохроматор управляется от компьютера через контроллер. Плата контроллера расположена в нижней половине монохроматора.

Световое излучение из монохроматора передается в плечо поляризатора через кварцевое световолокно (рисунок 2).

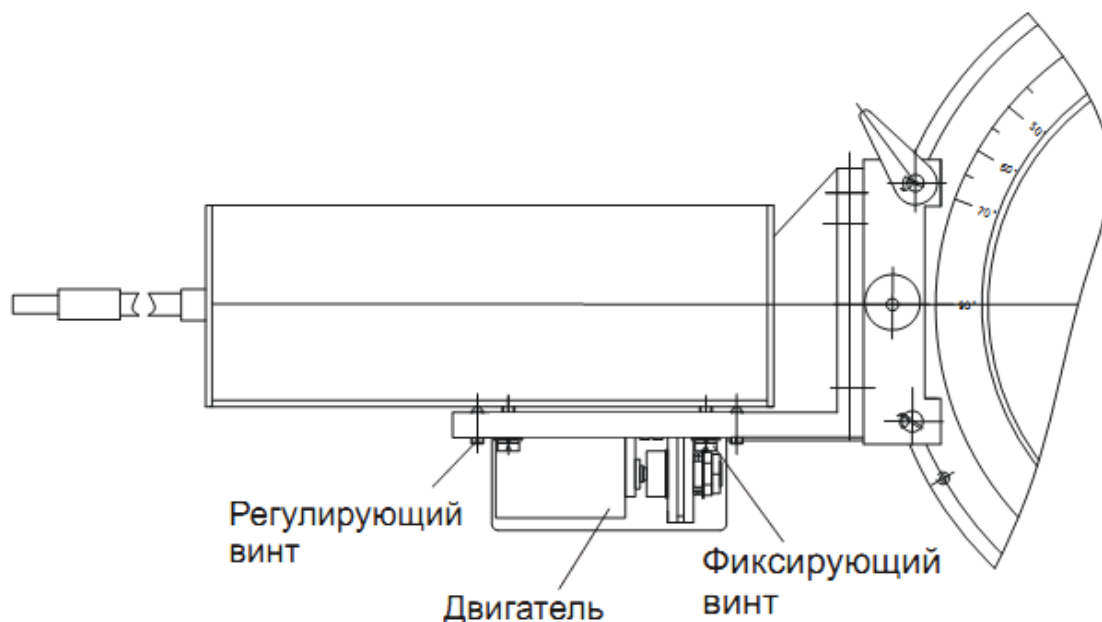


Рисунок 2 – Плечо поляризатора схематическое изображение

Плечо поляризатора фиксируется на кронштейне гониометра крепежными винтами. Регулировочные винты предназначены для настройки положения плеча поляризатора. Поляризационная призма имеет возможность поворота вокруг оси и фиксации в положении -45° , $+45^\circ$. Переключение положения призмы поляризатора осуществляется мотором от компьютера через контроллер, расположенный под плечом поляризатора.

Плечо анализатора

Плечо анализатора (рисунок 3), так же как плечо поляризатора фиксируется на кронштейне гониометра крепежными винтами. Регулировочные винты предназначены для настройки положения плеча анализатора. В приемном плече анализатора измеряется состояние поляризации света, отраженного от поверхности образца.

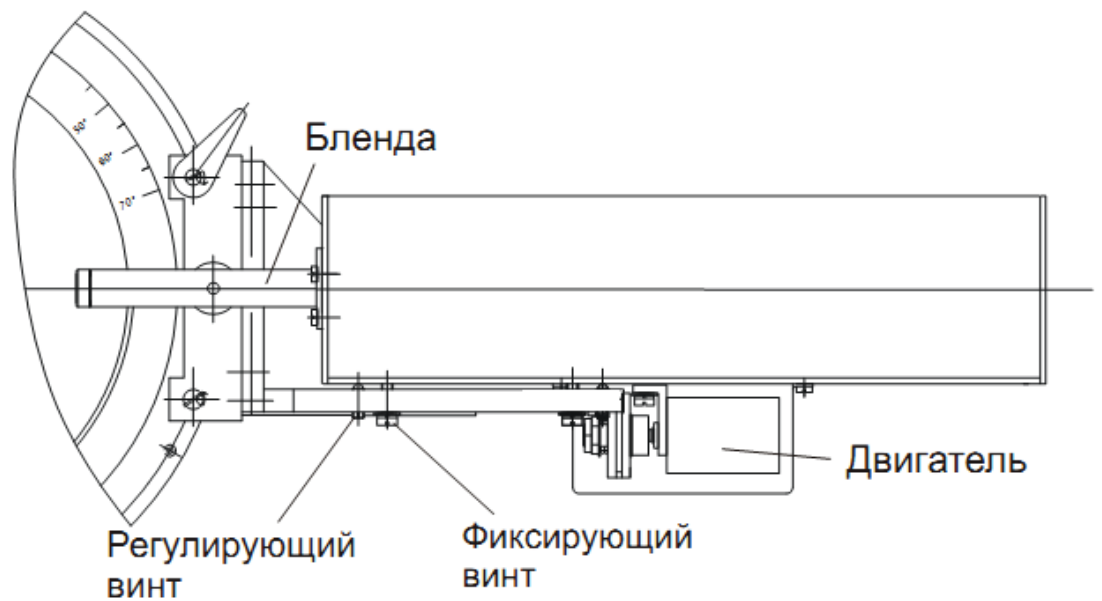


Рисунок 3 – Плечо анализатора схематическое изображение

Анализирующее устройство в фазовом измерительном канале позволяет изменять азимут анализатора вместе с фотоприемником и устанавливать его в положение 0^0 или 45^0 относительно плоскости падения в зависимости от условий измерения.

Два положения анализатора предусмотрены для проведения измерений, исключающих неоднозначность определения параметра ψ , а также для выбора наиболее оптимальных условий измерений.

Сигналы I_1 и I_2 , а также I_3 и I_4 , снимаемые с фотоприемников обоих каналов оцифровываются с помощью АЦП и передаются в компьютер для дальнейших расчетов эллипсометрических параметров и оптических характеристик.

Контрольные вопросы:

1. Как связаны интенсивность и амплитуда волны?
2. Как зависит коэффициент отражения от угла падающего света при заданной толщине пленки?
3. Как зависит коэффициент отражения от толщины пленки при заданном угле падения?

Практическое занятие № 5.

Определение содержания меди методом калибровочного графика

Цель:

- 1 Ознакомиться с алгоритмом построения фотометрической методики с использованием метода калибровочного графика.
- 2 Фотоколориметрическое определение содержания меди.

Для работы необходимо: прибор — ФЭК, раствор медного купороса с содержанием меди 1 мг/мл, дистиллированная вода, мерные цилиндры, стаканы.

Ход работы:

- 1 Приготовление эталонных растворов Для построения калибровочного графика необходимо приготовить 4-5 эталонных растворов. Для этого имеющийся исходный раствор медного купороса разбавляют в 10, 5, и 2 раза.
- 2 Выбор светофильтров Для выбора светофильтра для последующей работы используют раствор с минимальным содержанием меди. Раствором сравнения в этой работе является вода. Измерения проводят также как описано в предыдущей работе. По результатам строят график и выбирают подходящий светофильтр.

3

Построение калибровочного графика

Производится измерение

оптической плотности четырех имеющихся эталонных растворов. Результаты фотометрирования записываются в рабочий журнал, затем по ним строится калибровочный график в координатах оптическая плотность – концентрация меди. Масштаб графика должен соответствовать точности измерений.

Затем получить у лаборанта или преподавателя анализируемый раствор и измерить его оптическую плотность, используя тот же раствор сравнения что и при построении калибровочного графика. Определить по графику содержание меди в анализируемом растворе.

Сделать вывод.

Практическое занятие № 6.

Наблюдение закона Бугера-Ламберта-Бера и отклонений от него.

Цель: Проверить соблюдение закона Бугера-Ламберта-Бера

Для работы необходимо: прибор — ФЭК, раствор перманганата калия 1, 0.1, 0.01, 0.001%, дистиллированная вода, мерные цилиндры, стаканы.

Ход работы:

1 Выбор светофильтра

Для выбора светофильтра для последующей

работы используют раствор с минимальным содержанием перманганата калия с длиной кюветы 50 мм. Раствором сравнения в этой работе является вода.

Измерения проводят также как описано в работе 2 По результатам строят график и выбирают подходящий светофильтр.

2 Проверка закона Бугера-Ламберта-Бера

Измерить оптическую плотность имеющихся растворов начиная с самой маленькой концентрации и длиной кюветы 50 мм.

Если при увеличении концентрации наблюдаются максимальные значения оптической плотности и нет дальнейших изменений. Применить для измерения кювету с меньшей длиной.

По результатам построить график зависимости оптической плотности от концентрации вещества (для каждой длины кюветы).

Сделать вывод о виде отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера.

2.2 Спектрометрия

Ультрафиолетовая спектроскопия (УФ) (400-200 нм) находит применение для анализа продуктов нефтехимии. В других областях она используется редко из-за перекрывания полос поглощения и малой специфичности.

Неограниченные возможности не только для качественного анализа, но и для определения строения молекул вновь синтезированных веществ, имеет спектроскопия в ИК области. В основе метода – неповторимость ИК спектра соединения. Спектры каждого соединения имеют так называемые характеристические полосы поглощения при определенных длинах или

частотах, которые отвечают конкретным атомным связям или функциональным группировкам.

Так, характеристическая полоса поглощения ОН –группы проявляется при различных частотах в соединениях:

- карбоновые кислоты (мономеры) – 1380 1280К см⁻¹;
- карбоновые кислоты (димеры) – 3100 2500К см⁻¹;
- первичные спирты 3400 3200К см⁻¹.

То есть по частоте характеристической полосы можно судить не только о наличии определенной функциональной группы, но и принадлежности вещества к тому или иному классу соединений. Как правило, отсутствие в ИК

спектре данной полосы, указывает на то, что соответствующей группы в исследуемом веществе нет.

Но нет правил без исключения. Например, колебания — $C \equiv C$ — связи в молекулах с высокой симметрией (например, если связь находится в центре молекулы) не проявляются. Иногда искомая полоса перекрывается за счет примесных соединений, или происходит совпадение частот характеристических полос различных функциональных групп. В этом случае следует прибегнуть к другим методам анализа.

В настоящее время опубликованы атласы и таблица ИК спектров свыше 20 тыс. соединений, что облегчает проведение анализа.

Из аппаратуры отечественного производства наиболее распространены неавтоматические однолучевые спектрофотометры типа СФ-16 и СФ-26, а также автоматические регистрирующие спектрофотометры СФ-10 и СФ-40.

Для анализа органических соединений методом ИК-спектроскопии достаточно широко используются зарубежные спектрофотометры (например «Spercord» производства Карл Цейс).

Для расшифровки структуры молекул органических соединений разработаны автоматизированные системы, основанные на использовании микросхем, в память которых заложены спектры поглощения большого числа соединений.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Физико-химические методы анализа в биофизике

**Методические указания для обучающихся по организации и проведению
самостоятельной работы**

Направление подготовки 03.04.02 Физика

Направленность (профиль)

«Биофизика и медицинская инженерия»

Квалификация выпускника: магистр

**Ставрополь
2026**

Содержание

Пояснительная записка	3
Требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы магистров	5
Критерии оценки самостоятельной работы магистров	10

ВВЕДЕНИЕ

Цель самостоятельной работы магистров:

1. Систематизировать современные знания о физико-химических методах анализа.

2. Подобрать материал для самостоятельной работы магистров, который бы позволил применить полученные знания на практике и развивать инициативу, активность в научно-исследовательской работе магистров.

3. Помочь магистрантам в формировании у них профессиональных компетенций, навыков самостоятельной постановки целей и задач, и нахождения путей их решения

Исходя из обозначенной цели, основными задачами **самостоятельной работе магистров** служат:

- Систематизация современных знаний и способов определения свойств материалов;

- Выработать самостоятельность и активность в научно-исследовательской работе;

- Сформировать у магистров навыков самостоятельной постановки целей и задач, и нахождения путей их решения;

Основными **формами работы и контроля** магистров являются:

Индивидуальное решение репродуктивных, реконструктивных и творческих заданий, позволяющих оценивать и диагностировать уровень обученности, уровень умений и навыков магистров по дисциплине.

Собеседование - форма учебной деятельности, специальная беседа преподавателя с магистрантом на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, рассчитанная на выяснение объема знаний магистранта по определенному разделу, теме, проблеме и т. п., позволяющая оценить их умение аргументировать собственную точку зрения, предполагающая всестороннее обсуждение какого-либо вопроса, проблемы или сопоставлении информации, идей, мнений, предложений.

Реферат – раскрытие сущности исследуемой проблемы, включающее обращение к различным точкам зрения на вопрос, а также изложение собственных взглядов на нее.

В результате изучения дисциплины у обучающихся формируются следующие компетенции (в соответствии с образовательным стандартом):

ИД-1_{ПК-1}

Использует знания физики конденсированного состояния вещества для решения профессиональных задач.

ИД-1_{ПК-2}

Разрабатывает и совершенствует методики расчетов параметров вещества с целью повышения их конкурентоспособности

ИД-1_{ПК-7}

Оценивает соответствие готового программного продукта заявленным потребительским характеристикам

ИД-2_{ПК-7}

Прогнозирует и описывает процесс достижения заданного уровня программного продукта.

Цель данного практикума – описание последовательности, основного содержания, методики выполнения практических занятий по учебному курсу. Занятия проводятся в форме практической работы.

Требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работе магистров

Индивидуальное решение репродуктивных, реконструктивных и творческих заданий, позволяющих оценивать и диагностировать уровень обученности, уровень умений и навыков магистров по дисциплине

Процедура проведения данного оценочного мероприятия включает в себя: предоставление устного доклада или письменной работы по проблемам психологии и педагогики высшего образования.

Для подготовки к выполнению задания следует изучить и проанализировать рекомендованную литературу и на их основании подготовиться к изложению темы.

При проверке задания оцениваются

- уверенное владение материалом;
- умение четко и логично излагать свои мысли;
- умение творчески подходить к решению основных проблем темы;
- самостоятельность мышления, умение отстаивать свою позицию в ходе последующих дискуссий,
- самостоятельная и выразительная устная речь, полностью раскрывающая суть проблематики задания.

Собеседование - форма учебной деятельности, специальная беседа преподавателя с магистрантом на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, рассчитанная на выяснение объема знаний магистранта по определенному разделу, теме, проблеме ит.п., позволяющая оценить их умение аргументировать собственную точку зрения, предполагающая всестороннее обсуждение какого-либо вопроса, проблемы или сопоставлении информации, идей, мнений, предложений.

Процедура проведения данного оценочного мероприятия включает в себя:

- отдельное собеседование по каждой из указанных тем;
- составленные магистрантом конспекты педагогических источников и научной литературы;
- анализ магистрантом публицистического материала.

Принципиальные отличия заданий базового уровня от повышенного заключаются в большем объеме фактов и событий, в сравнительно-аналитическом характере изложения материала, его теоретической (методологической) составляющей.

Для подготовки к каждой теме следует изучить и законспектировать рекомендованные источники и научную литературу и на их основании подготовиться к указанным в методических материалах вопросам для обсуждения.

При подготовке к ответу магистранту предоставляется право пользования указанными конспектами.

При проверке задания, оцениваются:

- активное участие в работе;

- уверенное владение материалом;
- умение четко и логично излагать свои мысли;
- умение творчески подходить к решению основных вопросов темы;
- самостоятельность мышления,
- полное соответствие конспекта установленным требованиям;
- самостоятельная устная речь, полностью раскрывающая суть проблематики собеседования.

Реферат – раскрытие сущности исследуемой проблемы, включающее обращение к различным точкам зрения на вопрос, а также изложение собственных взглядов на нее.

Структура и содержание реферата

Структура реферата включает в себя следующие элементы:

- титульный лист;
- оглавление;
- введение;
- основная часть;
- заключение;
- список литературы и источников;
- приложение.

Титульный лист – это информация о выходных данных вашей работы. Он является первой страницей научной работы и заполняется по строго определенным правилам. Титульный лист не нумеруется.

В *оглавлении* текста последовательно излагаются названия пунктов реферата с указанием страницы, с которой начинается каждый пункт. Заголовки оглавления должны точно повторять заголовки в тексте. Сокращать или давать их в другой формулировке, последовательности и соподчиненности по сравнению с заголовками в тексте нельзя. Заголовки одинаковых ступеней рубрикации необходимо располагать друг под другом. Заголовки каждой последующей ступени смещают на три–пять знаков вправо по отношению к заголовкам предыдущей ступени. Все заголовки начинают с прописной буквы без точки на конце. Последнее слово каждого заголовка соединяют отточием с соответствующим ему номером страницы в правом столбце оглавления.

Введение к работе. Здесь обычно обосновываются актуальность выбранной темы, цель и содержание поставленных задач, формулируются объект и предмет исследования, указывается избранный метод (или методы) исследования.

Содержание глав основной части должно точно соответствовать теме реферата и полностью её раскрывать. Эти главы должны показать умение автора сжато, логично и аргументировано излагать материал. Важно понимать, что каждая глава должна представлять собой законченное

произведение. Её следует начинать постановкой рассматриваемой задачи, а завершать четкими, аргументированными выводами. Все приводимые в работе данные обязательно следует сопровождать подстрочной ссылкой на источник, описание которого должно приводиться в соответствии с требованиями библиографических стандартов. Как правило, основная часть реферата состоит из 2–3 глав, которые в случае необходимости разбиваются на параграфы.

Реферат заканчивается заключительной частью, которая так и называется «*заключение*». Этот синтез – последовательное, логически стройное изложение полученных итогов и их соотношение с общей целью и конкретными задачами, поставленными и сформулированными во введении.

После заключения помещается *библиографический список использованной литературы*, куда включаются оригинальные тексты, монографические исследования, научные статьи, учебные пособия и др. Каждый включенный в такой список литературный источник должен иметь отражение в тексте реферата. Если автор реферата делает ссылку на какие-либо заимствованные факты или цитирует работы других авторов, то он должен обязательно указать в подстрочной ссылке, откуда взяты приведенные материалы. Список литературы должен включать не менее 10 источников.

Объем реферата должен составлять не менее 24 страниц машинописного текста. Объем приложений не ограничивается.

Общие требования к оформлению реферата

Текст реферата должен быть напечатан на одной стороне стандартного листа белой односторонней бумаги формата А4 (210×297 мм) через полтора интервала (размер шрифта – 14) с применением черных чернил с полями вокруг текста. Размер левого поля 30 мм, правого – 10 мм, верхнего – 20 мм, нижнего – 20 мм. При таких полях каждая страница должна содержать приблизительно 1800 знаков (30 строк, по 60 знаков в строке, считая каждый знак препинания и пробел между словами также за печатный знак).

Текст перепечатывается в строго последовательном порядке. Не допускаются разного рода текстовые вставки и дополнения, помещаемые на отдельных страницах или на оборотной стороне листа, и переносы кусков текста в другие места. Все сноски и подстрочные примечания перепечатываются (через один интервал) на той странице, к которой они относятся. Все страницы нумеруются, начиная с титульного листа. Цифру, обозначающую порядковый номер страницы, ставят в правом углу верхнего поля листа (на первой и второй странице цифру, обозначающую порядковый номер, не ставят).

Приложение для рефератов является желательным, но необязательным элементом. В приложение обычно входят различные таблицы, графики, схемы, рисунки и т.п. Приложения помещают после списка использованных библиографических источников в порядке их упоминания в тексте. Каждое приложение следует начинать с нового листа. Приложение не входит в параметры минимального объема работы

Магистранты, занимающиеся в семинарских группах, сдают реферат руководителю семинара в срок, определенный учебным планом и рабочей программой дисциплины, но не позднее, чем за месяц до экзамена. Сданный реферат предполагает обсуждение и защиту в учебной группе. Магистранты, не защитившие реферат, к экзамену не допускаются.

Критерии оценки самостоятельной работы магистров

Критерии оценивания результатов самостоятельной работы магистров разработаны с учетом требований ФГОС ВО. Задания, выносимые на самостоятельную работу магистров, оцениваются по шкале «отлично», «хорошо», «удовлетворительно» и «неудовлетворительно».

Оценка **«отлично»** выставляется при следующих условиях:

- даны исчерпывающие и обоснованные ответы на вопросы, поставленные в задании, выносимом на самостоятельную работу магистров;
- показано умение грамотно применять полученные теоретические знания при анализе событий действительности;
- показано глубокое и творческое овладение основной и дополнительной литературой;
- материал излагается аргументировано и логически стройно.

Оценка **«хорошо»** выставляется при следующих условиях:

- даны полные, достаточно глубокие и обоснованные ответы на вопросы, поставленные в задании, выносимом на самостоятельную работу магистров;
- показаны достаточно прочные практические навыки;
- даны полные, но недостаточно обоснованные ответы на дополнительные вопросы;
- показаны глубокие знания основной и недостаточное знакомство с дополнительной литературой;
- показано умение теоретически обосновывать высказываемые положения;
- ответы в основном были краткими, но в них не всегда выдерживалась логическая последовательность.

Оценка **«удовлетворительно»** выставляется при следующих условиях.

- даны в основном правильные ответы на все вопросы задания, выносимого на самостоятельную работу магистров, но без должной глубины и обоснования;
- показаны недостаточно прочные практические навыки;
- не даны положительные ответы на некоторые дополнительные вопросы;
- показаны недостаточные знания основной литературы;
- ответы были многословными, мысли излагались недостаточно четко и без должной логической последовательности.

Оценка **«неудовлетворительно»** выставляется в случаях, когда не выполнены условия, позволяющие поставить оценку «удовлетворительно»,

когда магистрант не усвоил основного содержания предмета и слабо знает рекомендованную литературу.