

POLITECHNIKA ŁÓDZKA

Wydział Elektrotechniki, Elektroniki, Informatyki i Automatyki

Streszczenie rozprawy doktorskiej

**Algorytmy wyznaczania parametrów
charakteryzujących oddziaływanie sondy
z powierzchnią materiału badanego
mikroskopem sił atomowych**

Autor:

mgr Grzegorz Dobiński

Promotor:

dr hab. inż. Mariusz Zubert, prof. PŁ

Łódź, 2015

1. Wstęp

Mikroskop sił atomowych AFM (ang. Atomic Force Microscopy) od czasu wynalezienia w latach osiemdziesiątych XX wieku stał się podstawowym narzędziem badań powierzchniowych. Urządzenie to pozwala na obrazowanie powierzchni oraz jej właściwości w skali nanometrowej. Zdolność tę mikroskopia sił atomowych zawdzięcza detekcji ugięcia sondy spowodowanego przez oddziaływanie jej końca z atomami powierzchni. W początkowym okresie mikroskopia bliskich oddziaływań skupiała się na jak najlepszym odwzorowaniu topografii badanego preparatu. Dalszy rozwój tej techniki pomiarowej dotyczył przede wszystkim zastosowania specjalnych sond umożliwiających analizę właściwości elektrycznych, magnetycznych czy termicznych materiałów w skali nanometrowej. W ostatnim czasie rozwój modeli teoretycznych pozwolił na lepsze zrozumienie charakteru interakcji sondy mikroskopu z atomami powierzchni. Aktualnie prowadzone projekty badawcze na podstawie opracowań teoretycznych starają się udoskonalić istniejące oraz wprowadzić nowe techniki pomiarowe, które umożliwiłyby głębszą analizę właściwości mechanicznych badanych materiałów.

Zagadnienia te są również przedmiotem badań prowadzonych w Zakładzie Fizyki i Technologii Struktur Nanometrowych Uniwersytetu Łódzkiego. W ramach zadania Programu Strategicznego „Innowacyjne systemy wspomaganie technicznego zrównoważonego rozwoju gospodarki” zatytułowanego „Aparatura skaningowych mikroskopów próbkujących” zespół pod kierownictwem dr hab. Wielisława Olejniczaka, profesora UŁ zajmował się m.in. tematyką detekcji właściwości mechanicznych powierzchni przy użyciu mikroskopu sił atomowych. Badania te realizowane były we współpracy z Instytutem Technologii Eksploatacji — PIB w Radomiu. W skład zespołu badawczego Uniwersytetu Łódzkiego wchodził: dr Sławomir Pawłowski, mgr inż. Michał Piskorski, mgr Marek Smolny oraz autor rozprawy. W ramach prac zespołu wykonano między innymi specjalistyczny układ detekcji ugięcia sondy. Do głównych zadań powierzonych autorowi rozprawy należało wykorzystanie danych pomiarowych dostarczanych przez ten układ do wyznaczenia parametrów charakteryzujących oddziaływanie sondy z powierzchnią materiału badanego mikroskopem sił atomowych. W pracy, szczególnie dużo uwagi poświęcono tematyce detekcji parametrów oscylacji sondy oraz analizie teoretycznej oddziaływania sondy z powierzchnią. Omówiono także zagadnienia związane z użyciem sond z belką T-kształtną oraz algorytmami pomiaru parametrów mechanicznych powierzchni przy ich użyciu.

W rozprawie sformułowano następujące tezy pracy:

1. Opracowany algorytm obliczający sekwencje dyskretnych transformat Fouriera (SDFT) pozwala na co najmniej dwukrotne zmniejszenie liczby operacji mnożenia w stosunku do istniejących algorytmów przy porównywalnym błędzie numerycznym zaokrąglenia.
2. Analiza wyższych harmonicznych drgań wywołanych oddziaływaniem sondy mikroskopu sił atomowych (AFM) z badaną powierzchnią pozwala na wykrywanie heterogeniczności właściwości mechanicznych badanych struktur nanometrycznych.

2. Mikroskopia sił atomowych

2.1. Wprowadzenie

Rozwój mikroskopii bliskich oddziaływań SPM (ang. Scanning Probe Microscopy) został zapoczątkowany w 1982 roku przez G. Binniga i H. Rohrera, którzy w IBM Zurich Research Laboratory opracowali skaningowy mikroskop tunelowy (ang. Scanning Tunneling Microscope — STM). Urządzenie to wykorzystuje zjawisko tunelowania nośników ładunku między dwoma przewodnikami do obrazowania powierzchni przewodzących struktur elektronowych ciał stałych. W 1986 roku osiągnięcie to zostało uhonorowane nagrodą Nobla w dziedzinie fizyki. W 1985 roku G. Binnig wraz z C.F. Quateem i Ch. Gerberem wynaleźli mikroskop sił atomowych. Urządzenie to, w przeciwieństwie do STM, nie jest ograniczone w swoim zastosowaniu do badania jedynie powierzchni przewodzących, ale pozwala również na badanie, i to z subnanometryczną rozdzielczością, struktur izolatorów. Pierwsze badania przy użyciu SPM skupiały się na obrazowaniu topografii powierzchni. W okresie późniejszym nastąpił jednak bardzo szybki rozwój technik badawczych wykorzystujących mikroskopię bliskich oddziaływań, a w szczególności AFM do badań właściwości fizycznych, mechanicznych, chemicznych lub biologicznych powierzchni w skali nanometrycznej.

Cechą charakterystyczną mikroskopii bliskich oddziaływań jest wykorzystanie oddziaływania zachodzącego pomiędzy powierzchnią próbki a oddalonym od niej o pojedyncze nanometry mikroostrzem pomiarowym. Ostrze pomiarowe, nazywane również

sondą, w procesie skanowania porusza się nad powierzchnią próbki. Zmiany oddziaływania zachodzące pomiędzy sondą a badaną powierzchnią są rejestrowane i po przetworzeniu służą do odtworzenia jej parametrów mechanicznych, elektrycznych bądź magnetycznych. Rozdzielczość, z jaką możliwe jest określenie właściwości próbki, jest bezpośrednio związana z rozmiarem mikroostrza i dynamiką oddziaływania. Zmniejszanie rozmiaru ostrza jest jednoznaczne ze zmniejszeniem obszaru, na jakim skupia się oddziaływanie powierzchni. Z kolei większa dynamika oddziaływania ułatwia śledzenie jego zmian towarzyszących oddalaniu lub przybliżaniu się do powierzchni. Przesuwanie ostrza nad próbką o jednorodnej strukturze w taki sposób, aby wartość oddziaływania miała stały poziom, umożliwia rekonstrukcję topografii powierzchni. W przypadku próbek niejednorodnych na zmianę wartości oddziaływania wpływ mają także zmiany właściwości fizykochemicznych materiału, nad jakim w danym momencie znajduje się sonda.

2.2. Rezonansowa mikroskopia oddziaływań odpychających

Jednym z najpowszechniej stosowanych trybów pracy mikroskopu sił atomowych jest tryb przerywanego kontaktu (ang. Intermittent Contact Mode). Tryb ten nazywany także rezonansową mikroskopią oddziaływań odpychających została pierwszy raz opisany przez zespół Q. Zhonga w 1993 roku. Technika ta jest bardzo zbliżona do mikroskopii bezkontaktowej. Podobnie jak w tamtym przypadku sonda jest wzbudzana do drgań o częstotliwości bliskiej jej pierwszej częstotliwości rezonansowej dla oscylacji wzdłużnych. Częstotliwość ta wynosi zwykle od 50 kHz do 500 kHz. Amplituda wzbudzanych drgań jest jednak znacznie większa i potrafi osiągnąć wartości zbliżone do 100 nm. Tak duża zmiana pozycji ostrza powoduje, że przez część okresu drgań sonda znajduje się w obszarze, w którym dominującą rolę pełnią siły odpychające. W przeciwieństwie do mikroskopii oddziaływań przyciągających dochodzi więc do krótkotrwałego kontaktu z badaną powierzchnią. Oddziaływanie z badaną powierzchnią powoduje zmianę częstotliwości rezonansowej, a w konsekwencji także amplitudy i przesunięcia fazowego oscylacji sondy. Wartość amplitudy jest używana jako sygnał wejściowy pętli sprzężenia zwrotnego odpowiedzialnej za utrzymanie stałej odległości pomiędzy belką a badanym preparatem. Średnia wartość oddziaływania zależy od kilku takich czynników, jak amplituda drgań belki poza zasięgiem sił powierzchniowych, promień ostrza lub punkt pracy pętli sprzężenia zwrotnego. Zważywszy jednak na fakt, że przez większość czasu sonda nie ma kontaktu z powierzchnią, wartość oddziaływania jest znacznie mniejsza niż podczas pracy w trybie kontaktowym. W konsekwencji metoda ta jest często używana do badań preparatów

o delikatnej strukturze, zarówno w środowisku cieczowym, jak i w warunkach atmosferycznych. Inną zaletą tej techniki obrazowania jest znaczne zredukowanie sił bocznych, których występowanie w trybie statycznym mikroskopii sił atomowych jest źródłem wielu problemów. Belki pomiarowe używane w trybie przerywanego kontaktu muszą się charakteryzować stosunkowo dużym współczynnikiem sztywności, wynoszącym $20 \div 75 \text{ N/m}$. Tak dobrane parametry belki pozwalają na wyeliminowanie destabilizującego wpływu sił kapilarnych. Duża amplituda oscylacji oraz sztywność belki, sprawiają, że sonda posiada wystarczającą energię do przewyciężenia wpływu oddziaływań adhezyjnych i oderwania się od badanej powierzchni.

2.3. Metody detekcji stosowane w trybie przerywanego kontaktu

Do pomiaru amplitudy drgań belki pomiarowej najczęściej wykorzystuje się wzmacniacz fazoczuły (ang. lock-in amplifier) nazywany także woltomierzem homodynowym. Urządzenie to zachowuje się jak filtr pasmowo przepustowy o dobroci sięgającej kilkudziesięciu tysięcy. W praktyce oznacza to, że możliwy jest pomiar napięć o zmianach amplitudy na poziomie mikrowoltów, w których wartość napięcia szumu elektrycznego łą przekracza nawet kilka tysięcy razy wartość sygnału użytecznego. Przyrząd ten wyposażony jest w dwa wejścia, do których podaje się sygnał mierzony oraz sygnał referencyjny o częstotliwości równej częstotliwości sygnału, która ma podlegać detekcji. Najważniejszym elementem woltomierza homodynowego jest detektor fazoczuły PSD (ang. Phase Sensitive Detector), w którym następuje wzmocnienie i mnożenie sygnału wejściowego z sygnałem sinusoidalnym o częstotliwości referencyjnej. Zastosowanie dwóch detektorów fazoczułych do których doprowadzony jest ten sam sygnał referencyjny, a przesunięty dokładnie o 90° pozwala na uzyskanie informacji nie tylko o amplitudzie sygnału, ale także o jego przesunięciu fazowym.

Inna, prostsza metoda estymacji amplitudy drgań belki pomiarowej polega na wykorzystaniu w tym celu konwertera wartości skutecznej. Siła działająca pomiędzy mikroostrzem a powierzchnią w trybie rezonansowej mikroskopii oddziaływań odpychających powoduje pojawienie się w odpowiedzi belki pomiarowej składowych harmonicznych o częstotliwościach będących wielokrotnością częstotliwości siły wymuszającej oscylacje sondy. Oznacza to, że estymacja amplitudy przy pomocy konwertera wartości skutecznej wymaga wcześniejszej filtracji sygnału, co w istotny sposób wpływa na szybkość, z jaką działa układ. Układy konwerterów wartości skutecznej stosowane w AFM potrzebują co najmniej kilku okresów sygnału wejściowego do prawidłowej estymacji jego

amplitudy, co z kolei znacznie ogranicza maksymalną prędkość skanowania badanego preparatu.

Z kolei metoda *Peak-Hold* została opracowana na potrzeby mikroskopów AFM służących do obserwacji szybko zachodzących procesów biologicznych i chemicznych. W celu zapewnienia odpowiedniej prędkości skanowania konieczne było opracowanie bardzo szybkiego układu detekcji zmian amplitudy drgań belki pomiarowej. Rozwiązanie zaproponowane przez T. Ando wykorzystuje układ próbkująco-pamiętający do akwizycji zarówno maksymalnego jak i minimalnego wychylenia sondy w pojedynczym okresie jej drgań. Amplituda sygnału obliczana jest jako połowa różnicy z uzyskanych w ten sposób wartości szczytowych. Układ ten działa prawidłowo tylko wówczas, gdy sygnał wejściowy jest sinusoidalny. Zakłócenia obecne w sygnale, a także wyższe składowe harmoniczne drgań belki pomiarowej skutkują znacznym pogorszeniem czułości tego rozwiązania.

Inną możliwą do zastosowania metodą pomiaru amplitudy oscylacji belki pomiarowej jest wykorzystanie dyskretnego przekształcenia Fouriera do wykonania analizy częstotliwościowej.

3. Wybrane algorytmy analizy widmowej

Obliczanie DFT dla N -elementowego ciągu $x(n)$ bezpośrednio z definicji wiąże się z wykonaniem N^2 zespolonych mnożeń oraz $N - 1$ zespolonych dodawań. Złożoność obliczeniowa DFT może zostać zredukowana z N^2 do $N \log_2 N$ za pomocą szybkich algorytmów FFT (ang. Fast Fourier Transform), które opierają swoje działanie na występowaniu w macierzy DFT jedynie N różnych wartości czynnika fazowego.

W zastosowaniach do analizy oscylacji belki pomiarowej konieczne jest jednak obliczenie tylko wybranych składowych harmonicznych widma częstotliwościowego. W takim przypadku obliczanie pełnej transformaty Fouriera nie jest metodą optymalną. Jedną z metod pozwalających obliczyć pojedynczą składową harmoniczną, znacznie wydajniejszą od metody bezpośredniej, jest algorytm Goertzela. Obliczenie wartości pojedynczego prążka DFT dla N próbek rzeczywistych przy użyciu tego algorytmu oznacza wykonanie $N + 2$ operacji mnożenia oraz $2N + 1$ dodawań rzeczywistych. Stanowi to istotną poprawę w stosunku do metody bezpośredniej wymagającej $2N$ operacji mnożenia oraz $2N$ operacji dodawania. W praktyce oznacza to, że korzystne jest zastąpienie szybkich algorytmów Fouriera, algorytmem Goertzela, gdy liczba składowych harmonicznych koniecznych do obliczenia jest mniejsza od $\log_2 N$. Algorytm Goertzela charakteryzują się również stałą złożonością pamięciową. Do obliczenia składowej harmonicznnej widma konieczne jest

poznanie wartości tylko jednego współczynnika obrotu niezależnie od rozmiaru wykonywanego dyskretnego przekształcenia Fouriera.

3.1. Rekursywne oscylatory cyfrowe

Opisany powyżej algorytm Goertzela może być interpretowany jako realizacja rekursywnego filtra cyfrowego drugiego rzędu. Filtr ten należy do klasy filtrów o nieskończonej odpowiedzi impulsowej NOI (ang. IIR — Infinite Impulse Response), a jego konstrukcja oparta jest na cyfrowym rekursywnym oscylatorze o strukturze ang. *biquad*. W ogólności każdy cyfrowy rekursywny filtr drugiego rzędu, którego bieguny znajdują się na płaszczyźnie zespolonej (Z), na okręgu jednostkowym może zostać użyty do obliczenia składowej harmonicznej transformaty Fouriera.

Jednym z bardziej interesujących algorytmów rekursywnych oscylatorów cyfrowych, który może zostać wykorzystany do obliczenia składowej widma częstotliwościowego jest cyfrowa prowadnica falowa. Algorytm ten wymaga wykonania jednego mnożenia, aby wygenerować parę nowych wartości funkcji sinus i cosinus. Przy czym, amplitudy tych funkcji nie są jednakowe. Amplituda funkcji na drugim wyjściu jest mniejsza o $\tan(\omega/2)$ w stosunku do amplitudy sinusoidy na pierwszym wyjściu oscylatora. Podobnie jak w przypadku *biquadu* uzależnienie częstotliwości oscylatora od pojedynczego współczynnika postaci $\kappa = \cos(\omega)$ gwarantuje położenie biegunów transmitancji Z układu na okręgu jednostkowym. Zależność częstotliwości oscylatora od współczynnika w postaci $\cos(\omega)$ może jednak powodować przesunięcie biegunów transmitancji Z na inne miejsce na okręgu jednostkowym dla częstotliwości kołowych bliskich zeru lub π . Autor rozprawy zauważył, że, podobnie jak w przypadku algorytmu Goertzela, możliwe jest zredukowanie niestabilności numerycznej algorytmu cyfrowej prowadnicy falowej w zakresie niskich i wysokich częstotliwości poprzez odpowiednią modyfikację jego struktury. W przypadku, gdy częstotliwość badanej składowej harmonicznej jest mniejsza od $\pi/3$ współczynnik oscylatora w postaci $\kappa = \cos(\omega)$ należy zastąpić współczynnikiem κ wyrażonym jako $-2 \sin\left(\frac{\omega}{2}\right)^2$. Z kolei wyrażenie współczynnika κ jako $2 \cos\left(\frac{\omega}{2}\right)^2$ powoduje poprawę stabilności numerycznej algorytmu dla pulsacji większych niż od $2\pi/3$. Teoretyczna stabilność numeryczna algorytmu opracowanego przez autora rozprawy została poddana weryfikacji w środowisku Matlab.

3.2. Rekurencyjne wyznaczanie sekwencji DFT

Rekurencyjne wyznaczanie sekwencji DFT, oznaczane jako SDFT (ang. Sliding DFT), polega na obliczaniu wartości składowych harmonicznych dla kolejnych zbiorów elementów ciągu wejściowego różniących się jednym elementem. W takim przypadku możliwe jest wykorzystanie wcześniej obliczonej wartości prążka do znacznego zredukowania nakładu obliczeniowego.

Złożoność obliczeniowa algorytmu SDFT jest stała i niezależna od rozmiaru wykonywanej transformaty M . Problem znalezienia kolejnej wartości pojedynczej składowej harmonicznej może zostać zredukowany do wykonania dwóch operacji dodawań zespolonych oraz jednego mnożenia zespolonego. Podstawowy algorytm jest tylko warunkowo stabilny, gdyż pojedynczy biegun transmitancji Z jest położony na okręgu jednostkowym. W praktyce oznacza to, że stabilność układu zależy od dokładności liczbowej reprezentacji współczynnika obrotu. Implementacja filtra w arytmetyce zmiennie- lub stałoprzecinkowej o skończonej precyzji wiąże się z kwantyzacją współczynnika obrotu. Błąd zaokrąglenia może spowodować przemieszczenie się bieguna transmitancji poza okrąg jednostkowy. Przesunięcie biegunów transmitancji Z do wnętrza okręgu jednostkowego prowadzi do akumulacji błędów obliczeń. Natomiast przemieszczenie biegunów transmitancji Z na zewnątrz okręgu skutkuje niestabilnością układu.

Zaproponowany przez autora rozprawy algorytm SDFT wykorzystuje zmodyfikowany algorytm cyfrowej prowadnicy falowej. Podobnie jak w dotychczas istniejących metodach obliczania sekwencji DFT w pierwszym kroku obliczana jest różnica pomiędzy próbką usuwaną z okna a próbką dodawaną do okna. Wartość różnicy jest następnie podawana na wejście zmodyfikowanego oscylatora prowadnicy falowej. Zastosowanie cyfrowych oscylatorów rekursywnych do obliczenia sekwencji DFT wymaga, aby operacje arytmetyczne części nierekurencyjnej były wykonywane dla wszystkich nowych wartości na wyjściu części rekurencyjnej. W rezultacie całkowita liczba operacji arytmetycznych niezbędnych do uzyskania nowej wartości DFT jest sumą operacji wykonanych w obydwu częściach oscylatora.

Algorytm w postaci opisanej powyżej jest jednak narażony na akumulację błędów zaokrągleń wynikających z faktu, że N -ta wartość obliczanej składowej widma częstotliwościowego jest uzależniona $N-1$ jej poprzednich wartości, a nie tylko od M ostatnich elementów zbioru wejściowego. Dlatego do algorytmu dodano drugi oscylator tego samego typu, którego zadaniem jest obliczanie co M -tej wartości składowej widma

częstotliwościowego. Wartość ta może być obliczona na podstawie jedynie M ostatnich próbek sygnału, a maksymalny błąd zaokrągleń algorytmu jest równy maksymalnemu błędowi zaokrągleń dla zmodyfikowanej cyfrowej prowadnicy falowej o długości M . W rezultacie co M próbek następuje podmiana wektora stanu pierwszego oscylatora na wektor stanu drugiego oscylatora. Takie rozwiązanie powoduje, że maksymalny błąd zaokrągleń opracowanego algorytmu jest porównywalny z maksymalnym błędem zaokrągleń algorytmu zmodyfikowanej prowadnicy falowej dla problemów o rozmiarze $2M$. Jeżeli jednak długość okna jest parzysta, a obliczana częstotliwość składowej harmonicznej ω jest k -tą całkowitą wielokrotnością częstotliwości $2\pi/M$, możliwe jest dwukrotne zredukowanie wielkości maksymalnego błędu zaokrągleń algorytmu.

3.3. Weryfikacja opracowanych algorytmów wyznaczania sekwencji DFT

Ogólnie przyjęta metoda weryfikacji algorytmów rekursywnego wyznaczania sekwencji DFT polega na obliczeniu przy ich użyciu wybranej składowej harmonicznej, a następnie porównaniu jej z wartością uzyskaną przez wybrany algorytm szybkiej transformaty Fouriera. Pod względem propagacji błędów numerycznych algorytmy SDFT zostały również zbadane przy pomocy metody CESTAC. Analizę algorytmów SDFT wykonano w środowisku Matlab ver. 7.1.2.0. dla trzech różnych serii liczb rzeczywistych:

- szumu białego o rozkładzie normalnym, zerowej wartości średniej i jednostkowym odchyleniu standardowym;
- sygnału okresowego będącego sumą wzbudzeń sinusoidalnych o jednostkowej amplitudzie i losowym przesunięciu fazowym, których częstotliwości odpowiadają częstotliwościom pierwszej połowy składowych harmonicznych DFT;
- sygnału opisanego powyżej z szumem typu „sól z pieprzem” o gęstości 5%.

Zbadano zachowanie algorytmów dla 1., 683. oraz 1707. składowej harmonicznej 4096-punktowego widma częstotliwościowego. Porównano działanie ośmiu algorytmów: proponowanego rozwiązania autorskiego (RCPF), modulowanej SDFT (mSDFT), metody opartej o algorytm Goerztela (SGT), algorytmu z współczynnikiem tłumienia (rSDFT), algorytmu Douglasa i Soha (D&S) i zwykłej SDFT. Dodatkowo zbadano również wersję algorytmu cyfrowej prowadnicy falowej pozbawionej dodatkowego oscylatora ograniczającego akumulację błędów (CPF). W badaniu znalazła się również wersja mSDFT z wartościami czynników fazowych (pmSDFT) obliczonymi w tradycyjny sposób. Stabilizowanie tych wartości pozwoliło na wyeliminowanie oscylatora kompleksoidy z algorytmu. Ze względu na znacznie większe wymagania pamięciowe oraz konieczność

ustalenia wartości wielu współczynników przed rozpoczęciem obliczeń, metodę tę należy jednak zaliczyć do odrębnej kategorii algorytmów SDFT niż pozostałe analizowane algorytmy.

Na podstawie wyników analiz przeprowadzonych dla arytmetyki zmiennopozycyjnej o podwójnej precyzji można zauważyć, że algorytmy używające współczynnika tłumienia oferują wyraźnie gorszą dokładność obliczeń niż pozostałe testowane metody. Dla częstotliwości niskich szczególnie źle wypada algorytm SGT. Zachowanie to jest potwierdzeniem problemów ze stabilnością numeryczną algorytmu Goertzela dla pulsacji bliskich zeru lub π . Z algorytmów wykorzystujących współczynnik tłumienia najlepsze okazało się rozwiązanie proponowane przez Douglasa i Soha, które może obliczyć wartość wybranej składowej harmonicznej z dokładnością zbliżoną do tej, jaką oferuje potencjalnie niestabilny pierwotny algorytm SDFT. Pozostałe badane algorytmy, czyli rozwiązania proponowane przez autora rozprawy oraz dwie wersje algorytmu modulowanej SDFT, cechuje znacznie większa precyzja obliczeń. Algorytmem, który charakteryzował się najmniejszym średnim względnym błędem zaokrągleń dla wszystkich badanych sygnałów, jest proponowany przez autora algorytm RCPF. Drugie proponowane rozwiązanie — algorytm CPF obliczał składowe harmoniczne z mniejszą dokładnością niż algorytmy modulowanej SDFT. Tym niemniej wartość obliczonej przy jego użyciu składowej harmonicznej była znacznie bardziej bliska wartości otrzymanej przez algorytm FFT niż wartości uzyskane przez pozostałe testowane algorytmy.

Warto również zauważyć, że o ile losowa natura pierwszego i trzeciego testowanego sygnału maskuje akumulację błędów zaokrągleń, to w przypadku badanego sygnału okresowego można zauważyć stopniową degradację dokładności wybranych algorytmów.

Zmiennopozycyjne implementacje algorytmów SDFT poddano również analizie przy użyciu metody CESTAC (fr. Controle et Estimation Stochastique des Arrondis de Calculs), która do badania propagacji błędów zaokrągleń wykorzystuje modele stochastyczne. Idea tej techniki opiera się na użyciu kilku losowo wybranych modeli zaokrągleń do wykonania pojedynczej operacji arytmetycznej. Liczba wspólnych cyfr znaczących obliczonej w ten sposób wartości służy do określenia tego, ile cyfr znaczących wyniku operacji nie zostało zaburzonych przez błędy zaokrągleń będące efektem użycia arytmetyki zmiennopozycyjnej.

Metoda CESTAC została zaimplementowana m.in. w bibliotece języka C++ CADNA_C (ang. Control of Accuracy and Debugging for Numerical Application) używającej dyskretnej arytmetyki stochastycznej DSA (ang. Discrete Stochastic Arithmetic). W bibliotece tej zdefiniowano nowy typy zmiennopozycyjne tzw. liczby

stochastyczne, które składają się z 3 elementów. W elementach tych znajdują się liczby reprezentujące wynik operacji arytmetycznych, które wykonano przy użyciu losowo wybranego modelu zaokrągleń, do $+\infty$ lub $-\infty$. Biblioteka ta zawiera też przeładowane wersje operatorów arytmetycznych oraz funkcje matematyczne z biblioteki standardowej języka C. Ich argumentami i rezultatem są liczby stochastycznych. Użycie tej biblioteki w praktyce sprowadza się więc do zmiany typu zmiennych z *double* lub *float* na ich odpowiedniki stochastyczne. Należy przy tym podkreślić, że celem metody CESTAC nie jest określenie poprawności badanych algorytmów w kontekście zgodności oferowanego wyniku z rezultatem prawidłowym, a jedynie określenie stabilności numerycznej implementacji w arytmetyce zmiennopozycyjnej.

Najmniejszą zależnością stabilności numerycznej od rodzaju sygnału testowego wykazał się proponowany przez autora rozprawy algorytm RCPF. Algorytm ten dla każdego sygnału testowego obliczał wartość składowej harmonicznej ze średnio ponad 14 cyframi znaczącymi. Jedynie w przypadku niezaszumionego sygnału okresowego algorytm pmSDFT osiągnął lepszy wynik. Drugie proponowane rozwiązanie pod względem średniej liczby cyfr znaczących ustępowało jedynie algorytmom RCPF, pmSDFT i mSDFT. Należy również zauważyć, że jednym algorytmem, dla którego istnieje silna zależność pomiędzy częstotliwością obliczanej składowej harmonicznej a stabilnością numeryczną, jest algorytm SGT.

W przypadku arytmetyki stałopozycyjnej i sygnału testowego będącego szumem białym, błąd obliczeń testowanych algorytmów wahał się od 10^{-14} dla pmSDFT do 10^{-8} dla SGT. Algorytm RCPF jedynie w przypadku pierwszej składowej widma częstotliwościowego cechował się mniejszą dokładnością od algorytmu pmSDFT. W pozostałych przypadkach było to rozwiązanie najmniej podatne na błędy zaokrągleń. Dla 683. i 1707 składowej harmonicznej również drugi proponowany algorytm charakteryzował się stosunkowo dużą dokładnością, ustępując jedynie obu algorytmom modulowanym oraz RCPF. Dla sygnału okresowego średni błąd uległ zwiększeniu jedynie dla D&S, rSDFT, SDFT. W przypadku tego sygnału wyjątkowo dobrze wypadł CPF, którego dokładność okazała się lepsza od mSDFT. Drugi proponowany algorytm RCPF cechował się najmniejszym błędem zaokrągleń ze wszystkich testowanych algorytmów dla 683. i 1707 składowej harmonicznej. Zaszumienie trzeciego sygnału testowego miało największy wpływ na błąd obliczeń algorytmów SGT i CPF. Również dokładność algorytmu RCPF uległa pogorszeniu. Najmniejszy wpływ na średni błąd obliczeń zaobserwowano dla pmSDFT i mSDFT.

Podsumowując, obydwa algorytmy autorskie oparte na cyfrowej prowadnicy falowej najgorsze wyniki osiągnęły dla pierwszej składowej harmonicznej. Podłożem tego zjawiska jest niewielka zmiana wartości funkcji $\sin(\omega/2)^2$ dla małych wartości pulsacji ω . Mimo tego negatywnego efektu jednym algorytmem o mniejszym średnim błędzie niż algorytm RCPF był algorytm pmSDFT. Należy przy tym podkreślić, że fundamentalną przyczyną tego zjawiska jest wybranie wspólnego formatu liczb stałopozycyjnych dla wszystkich testowanych algorytmów. A ponieważ wartości $2 \sin(\omega/2)^2$ są mniejsze niż wartości $\sin(\omega)$ dla $\omega \approx 0$, przeznaczenie większej liczby bitów na część ułamkową (bez zwiększania całkowitej liczby bitów) w tym przypadku zmniejszyłoby błąd algorytmu.

W przypadku pozostałych badanych częstotliwości również drugi proponowany algorytm wypadł bardzo dobrze, lepsze od niego okazały się jedynie algorytmy wykorzystujące modulację i RCPF. Konieczne jest również zwrócenie uwagi na fakt, że błąd niektórych algorytmów rośnie wraz z kolejnymi obliczanymi wartościami. Zjawisko to, podobnie jak w przypadku arytmetyki zmiennopozycyjnej, jest szczególnie widoczne dla drugiego testowanego sygnału. Na podstawie wyniku obliczeń pierwszej składowej harmonicznej dla zaszumionego sygnału okresowego do grupy algorytmów podatnych na to zjawisko, oprócz rSDFT, D&S i SDFT, można zaliczyć również algorytm CPF. Tym niemniej w przypadku tego algorytmu efekt tego zjawiska jest mniejszy niż dla pozostałych algorytmów.

Należy również zwrócić uwagę na liczbę operacji elementarnych niezbędnych do obliczenia nowej wartości składowej widma częstotliwościowego. Algorytm CPF opracowany przez autora rozprawy do obliczenia nowej wartości widma częstotliwościowego sygnału rzeczywistego wymaga najmniejszej liczby operacji ze wszystkich badanych algorytmów, a dokładnością wykonywanych obliczeń znacznie ustępuje jedynie algorytmom modulującym i drugiemu rozwiązaniu autorskiemu. Z kolei algorytm RCPF, który dokładnością ustępuje jedynie w niektórych przypadkach algorytmowi pmSDFT wymaga jedynie połowy operacji mnożenia koniecznych do wykonania w przypadku użycia algorytmu mSDFT. Podsumowując, obydwa zaproponowane przez autora rozprawy algorytmy wymagają o połowę mniej mnożeń niż rozwiązania literaturowe oferujące porównywalny numeryczny błąd zaokrągleń.

4. Metoda synchronicznej detekcji drgań belki pomiarowej

4.1. Zasada działania

Opisane powyżej algorytmy obliczania sekwencji DFT znalazły zastosowanie w układzie synchronicznej detekcji oscylacji dźwigni mikroskopu sił atomowych pracującego w trybie rezonansowej mikroskopii oddziaływań odpychających. Pomiar amplitudy i przesunięcia fazowego oscylacji jest wykonywany poprzez analizę widma częstotliwościowego drgań sondy. Za pomocą tej metody możliwe jest badanie zarówno pierwszej składowej harmonicznej widma częstotliwościowego, jak i też składowych o wyższych częstotliwościach. Działanie detektora opiera się na wykorzystaniu układu bezpośredniej syntezy cyfrowej DDS (ang. Direct Digital Synthesis) do wytwarzania sinusoidalnego sygnału wzbudzającego drgania belki pomiarowej oraz sygnału zegarowego o tej samej częstotliwości. Częstotliwość sygnału zegarowego jest następnie zwiększana kilkaset razy w układzie pętli sprzężenia fazowego PLL (ang. Phase Locked Loop). Sygnał zegarowy uzyskany w ten sposób służy do taktowania przetwornika A/C próbkującego sygnał proporcjonalny do wychylenia mikroostrza wzdłuż dłuższej osi symetrii belki pomiarowej. Częstotliwość próbkowania zmienia się wraz z częstotliwością sygnału wzbudzającego drgania sondy i jest zawsze jej całkowitą wielokrotnością. W kontekście wykonywanej następnie analizy częstotliwościowej badanego sygnału oznacza to praktyczną eliminację zjawiska przeciekania widma. Przetwornik A/C jest podłączony do układu FPGA, w którym zaimplementowano algorytmy obliczające DFT. Po wykonaniu analizy częstotliwościowej oblicza się amplitudy i fazy poszczególnych składowych harmonicznych z wykorzystaniem algorytmu CORDIC. Uzyskana przy jego użyciu informacja o amplitudzie pierwszej składowej harmonicznej wychylenia belki pomiarowej jest konwertowana na wartość analogową przy użyciu przetwornika C/A i wykorzystywana jako sygnał wejściowy regulatora PID, którego zadaniem jest utrzymanie stałej wartości oddziaływania pomiędzy badaną powierzchnią a mikroostrzem dźwigni AFM. Zastosowanie algorytmu rekurencyjnego wyznaczania sekwencji DFT opracowanego przez autora rozprawy do obliczania wartości pierwszej składowej harmonicznej pozwala uzyskać wartość jej amplitudy z dużą dokładnością i minimalnym opóźnieniem przetwarzania. Jednocześnie należy podkreślić, że zastosowana metoda eliminuje zjawisko przeciekania widma bez konieczności używania zaawansowanych funkcji okna. Oznacza to, że podczas procesu przetwarzania sygnału nie jest wymagane mnożenie przez współczynniki okna, jak i późniejsze korygowanie wartości

amplitud składowych harmonicznych. Istotne jest również uniknięcie degradacji rozdzielczości powodowanej przez okienkowanie sygnału. Naturalną konsekwencją takiego rozwiązania jest zredukowanie niezbędnej liczby operacji arytmetycznych koniecznych do wykonania podczas przetwarzania sygnału. Uniknięcie błędów zaokrągleń wprowadzanych przez konieczne do wykonania okienkowania operacje mnożenia prowadzi również do poprawy dokładności, z jaką obliczane są parametry oscylacji sondy. Znacznie ułatwione jest także odzyskanie prawidłowej informacji o przesunięciu fazowym wybranych składowych harmonicznych, gdyż nie jest konieczne stosowanie w tym celu technik interpolacyjnych.

4.2. Implementacja metody

Opisany układ detekcji został zaimplementowany na platformie sprzętowej złożonej z płyty rozwojowej z FPGA rodziny Virtex-5 firmy Xilinx oraz specjalnie zaprojektowanej płyty drukowanej. Na płycie drukowanej zostały umieszczone pozostałe elementy elektroniczne. W projekcie do próbkowania sygnału proporcjonalnego do wychylenia belki pomiarowej użyto 16-bitowego przetwornika A/C AD9446 mogącego pracować z częstotliwością do 100 MHz. Takie parametry przetwornika gwarantują, że nawet dla najkrótszych dźwigni używanych w dynamicznych trybach pracy AFM, o częstotliwościach rezonansowych bliskich 1 MHz, rozmiar wykonywanego dyskretnego przekształcenia Fouriera dla pojedynczego okres drgań sondy będzie miał co najmniej 100 punktów. Jednocześnie 16-bitowa rozdzielczość przetwornika zapewnia dużą czułość detektora na zmiany wychylenia belki pomiarowej. Całość układu synchronicznej detekcji drgań belki pomiarowej została przystosowana do pracy jako dodatkowy moduł mikroskopu „Terra AFM”. Praca układu jest kontrolowana za pomocą napisanej przez autora rozprawy aplikacji działającej na komputerze PC. Aplikacja komunikuje się z systemem wbudowanym przez sieć Ethernet i stos TCP/IP. Za wykonywanie poleceń użytkownika po stronie systemu wbudowanego odpowiada mikrokontroler Microblaze zaimplementowany w strukturze FPGA. Algorytmy przetwarzające sygnał wychylenia belki pomiarowej zostały zaimplementowane przy użyciu Xilinx System Generator oraz środowiska Simulink/Matlab.

4.3. Zdolność rozdzielcza opracowanej metody

Aby praktycznie zweryfikować zdolność rozdzielczą opracowanej metody, przebadano powierzchnię próbki testowej 6H-SiC(0001) dostarczonej przez firmę NT-MDT. Powierzchnia próbki zbudowana jest ze stabilnych mechanicznie i chemicznie stopni

o średniej wysokości 0,75 nm, co odpowiada połowie stałej siatki kryształu 6H-SiC w kierunku [0001]. Badania przeprowadzono przy użyciu belki pomiarowej typu RTESPA (firmy Bruker) o częstotliwości rezonansowej wynoszącej 303,9 kHz i nominalnej stałej sprężystości równej 40 N/m. Przed przeprowadzeniem testów mikroskop podano kalibracji przy użyciu próbki testowej TGQ1 firmy NT-DMT. Układ PLL skonfigurowano w taki sposób, aby częstotliwość wzbudzająca drgania belki pomiarowej została powielona 256 razy. Częstotliwość taktowania przetwornika A/C i układu FPGA była więc równa 77,8 MHz. Sygnał wejściowy dla układu analogowej pętli sprzężenia zwrotnego był proporcjonalny do amplitudy podstawowej składowej harmonicznej odpowiedzi częstotliwościowej belki. Na obrazie topograficznym powierzchni badanej próbki, na którym są wyraźnie widoczne 750 pikometrowe stopnie o zróżnicowanej szerokości. Obliczona na podstawie pomiarów średnia wysokość stopnia wyniosła $0,75 \pm 0,03$ nm, co jest zgodne z danymi katalogowymi producenta. Dobra jakość uzyskanych obrazów przejawiająca się m.in. stosunkowo wysokim kontrastem i niskim zaszumieniem świadczy o dużej zdolności rozdzielczej opracowanej metody.

4.4. Analiza wyższych harmoniczných drgań belki pomiarowej

Jedną z unikatowych zalet układu synchronicznej detekcji drgań belki pomiarowej jest możliwość pomiaru wielu składowych harmoniczných oscylacji belki pomiarowej. Informacja o wyższych składowych harmoniczných, jak wynika z rozważań teoretycznych, może z kolei zostać wykorzystana do opisu parametrów badanej powierzchni. Tym niemniej stosowane dotychczas układy detekcji umożliwiały pomiar tylko pierwszej składowej widma częstotliwościowego. Jedynie wzmacniacz fazoczuły, ze względu na swoją dużą czułość, był używany do pomiaru innych składowych harmoniczných. Urządzenia to pozwala jednak na badanie tylko pojedynczej wybranej składowej widma. Ograniczenie to oznacza, że do odtworzenia pełnego widma częstotliwościowego konieczne było wielokrotne skanowanie tego samego obszaru. Takie rozwiązanie z wielu takich praktycznych przyczyn, jak: ryzyko uszkodzenia powierzchni, degradacja mikrostrza, efekty piezoceramiczne czy szумы termiczne nigdy nie znalazło szerszego zastosowania. Wad tych pozbawiona jest natomiast opracowana metoda detekcji synchronicznej. Algorytmy analizy częstotliwościowej zaimplementowane w układzie FPGA w połączeniu ze sprzętową eliminacją zjawiska przeciekania widma umożliwiają pomiar wielu wyższych składowych harmoniczných równolegle. A ponieważ jednym z parametrów materiałowych, od jakiego zależy kształt

widma częstotliwościowego oscylacji dźwigni mikroskopu sił atomowych, jest moduł Younga, układ detekcji synchronicznej może zostać użyty do wykrywania sztywności powierzchni heterogenicznej badanych dwuwymiarowych struktur nanometrowych. W celu pokazania użyteczności układu synchronicznej detekcji do analizy wyższych harmonicznych oddziaływania mikroostrza mikroskopu sił atomowych z powierzchnią zbadano próbkę PS-LDPE firmy Bruker. Na powierzchni tego preparatu znajdują się dwa rodzaje polimerów znacznie różniących się modułem Younga. Na płaskiej warstwie polistyrenu (PS) umieszczona jest półkulista struktura wykonana z miękkiego elastomeru (LDPE). Moduł Younga dla polistyrenu wynosi około 2GPa, a dla elastomeru 0,1GPa. Do badań użyto dźwigni trójkątnej SNL-10 firmy Bruker. Belka pomiarowa została wzbudzona w drgania o częstotliwości bliskiej jej częstotliwości rezonansowej wynoszącej 66,9 kHz. Druga i trzecia wzdluzna częstotliwość rezonansowa wynosiła odpowiednio 337,6 kHz i 920,7 kHz. Druga częstotliwość rezonansowa była więc większa od pierwszej 5,05 razy, a trzecia 13,76 razy.

Obszary powierzchni wykonane z różnych polimerów są wyraźnie rozróżnialne na wszystkich obrazach amplitudowych wyższych składowych harmonicznych, mimo zastosowania standardowej belki pomiarowej. Najlepszy kontrast oraz najmniejsze zaszumienie jest na obrazach amplitudy 5., 6., 7. i 14. harmonicznej, czyli dla częstotliwości położonych blisko kolejnych częstotliwości rezonansowych belki pomiarowej. Zgodnie z analizą teoretyczną kontakt mikroostrza z materiałem o mniejszym module Younga powinien charakteryzować się mniejszymi amplitudami wyższych składowych harmonicznych oddziaływania powierzchniowego niż kontakt sondy z preparatem o relatywnie większym module Younga. W przypadku przeprowadzonego eksperymentu suma amplitud wyższych składowych harmonicznych jest średnio trzy razy większa na powierzchni polistyrenu niż na powierzchni elastomeru. Należy jednak podkreślić, że amplitudy wyższych składowych harmonicznych są bardzo małe w porównaniu do amplitudy pierwszej składowej. Dla badanego preparatu największą amplitudę drgań poza pierwszą częstotliwością rezonansową zaobserwowano dla piątej składowej harmonicznej. Wartość jej wynosiła jednak tylko 0,58% amplitudy drgań sondy w powietrzu w przypadku polistyrenu i jedynie 0,15% amplitudy drgań sondy w powietrzu w przypadku elastomeru.

Również na obrazach przesunięć fazowych składowych harmonicznych dla badanej powierzchni obszary wykonane z innych materiałów są łatwo rozróżnialne. Dla ponad połowy obrazów kontrast pomiędzy różnymi materiałami jest większy niż na obrazie pierwszej harmonicznej. Znalazło to również potwierdzenie w wartościach średniego

przesunięcia fazowego. Świadczy to o dużym potencjale metody detekcji synchronicznej w zastosowaniu do rozróżniania materiałów na próbkach o strukturze heterogenicznej.

Przy użyciu metody synchronicznej detekcji zbadano również próbkę wykonaną w Katedrze Technologii i Chemii Materiałów Uniwersytetu Łódzkiego. Próbka ta ma postać dwumikrometrowych równoległych pasków wykonanych z 1H, 1H, 2H, 2H perfluorodecylotrichlorosilanu (FDTS) naniesionych na podłoże krzemowe. Wysokość naniesionej warstwy to zaledwie kilka nanometrów. Perfluorodecylotrichlorosilan jest materiałem bardziej miękkim od krzemu należało więc oczekiwać, że amplitudy wyższych składowych harmonicznych oddziaływania na jego powierzchni powinny być mniejsze niż amplitudy składowych harmonicznych na powierzchni krzemu. Ponadto bardzo mała grubość naniesionej warstwy powoduje, że obserwowane zmiany oddziaływania powierzchniowego mogą być bardzo subtelne. Kontrast pomiędzy obszarami wykonanymi z różnym materiałów jest znikomy w porównaniu z kontrastem uzyskanym dla próbki PS-LDPE. A jednak tylko w przypadku 2., 4., 12. i 15. harmonicznej średnia wartości amplitud wyższych składowych harmonicznych na powierzchni krzemu była mniejsza niż na powierzchni perfluorodecylotrichlorosilanu. Ponadto należy zwrócić uwagę na fakt, iż również w przypadku PS-LDPE kontrast na 2., 12. i 15. harmonicznej był odwrócony. Średnia wartość amplitud wyższych składowych harmonicznych na powierzchni krzemu była większa o 8% niż na powierzchni perfluorodecylotrichlorosilanu. Po odrzuceniu czterech harmonicznych z odwróconym kontrastem średnie amplitudy wyższych harmonicznych na powierzchni krzemu są o ponad jedną piątą większe na powierzchni twardszej.

Podsumowując, układ detekcji synchronicznej spośród opisanych metod wyróżnia się szybkością działania oraz wysokim zyskiem przetwarzania. Zostało to potwierdzone zarówno w wynikach symulacji, jak i w badaniach rzeczywistych struktur subnanometrowych. Jego unikatową cechą jest jednak możliwość równoczesnego pomiaru wielu składowych harmonicznych widma częstotliwościowego wychylenia belki. Na jego podstawie można wnioskować o module Younga badanych dwuwymiarowych struktur nanometrowych. Co ważniejsze, analiza sztywności nie wymaga skanowania powierzchni przy pomocy belki T-kształtnej, ale jest możliwa do przeprowadzenia przy użyciu konwencjonalnych dźwigni i to nawet w przypadku badania cienkich warstw materiałów.

4.5. Zastosowania w mikroskopie sił atomowych pracującym z belką T-kształtną

Metoda detekcji synchronicznej drgań belki pomiarowej oraz algorytm rekursywnego obliczania DFT opracowany przez autora rozprawy mogą także zostać wykorzystane do analizy oscylacji belki T-kształtnej. Możliwe jest wówczas uzyskanie informacji o takich parametrach powierzchni, jak, adhezja czy dyssypacja energii. Innym istotnym zastosowaniem tego detektora jest jego użycie do określenia wartości siły szczytowej oddziaływania sonda-powierzchnia. A ponieważ większość obliczeń wykonywana jest w systemie wbudowanym, a nie na komputerze PC, to informacja o sile szczytowej jest dostępna znacznie szybciej niż w rozwiązaniach dotychczas stosowanych. Może więc zastąpić amplitudę pierwszej składowej harmonicznej jako sygnał wejściowy regulatora PID utrzymującego stałą odległość sondy od badanego preparatu. Głównymi zaletami użycia siły szczytowej zamiast amplitudy pierwszej składowej harmonicznej do utrzymania stałej wysokości jest zmniejszenie ryzyka uszkodzenia próbki oraz poprawa jakości obrazów topograficznych w przypadku badania próbek o niehomogenicznej strukturze. W dodatku duża czułość opracowanej metody detekcji synchronicznej w połączeniu ze sprzętową gwarancją, że obliczane są zawsze składowe widma będące wielokrotnością częstotliwości wzbudzającej drgania belki pomiarowej, pozwalają znacząco uprościć i przyspieszyć algorytm przetwarzania sygnału wychylenia belki T-kształtnej.

Algorytm przetwarzania wychylenia T-kształtnej belki pomiarowej na informację o sile szczytowej oddziaływania mikroostrza z powierzchnią wykorzystuje zalety układu synchronicznej detekcji do zmniejszenia nakładu obliczeniowego i zredukowania czasu, jaki jest potrzebny do uzyskania wartości siły szczytowej. Komercyjne belki T-kształtne cechują się częstotliwościami rezonansowymi wynoszącymi maksymalnie 90 kHz, a przetwornik zastosowany w układzie detekcji ma maksymalną częstotliwość pracy równą 100 MHz. W praktyce oznacza to, że jeden okres badanego sygnału może posłużyć do obliczenia dyskretnego przekształcenia Fouriera złożonego z ponad tysiąca stu 16-bitowych spróbkowanych wartości położenia belki pomiarowej. W przypadku częściej spotykanych belek o częstotliwości rezonansowej wynoszącej 60 kHz rozmiar wykonywanej transformaty może wynieść nawet 1600 punktów. Równie istotny jest fakt, że obliczone w ten sposób widmo sygnału nie jest zniekształcone przez operacje związane z koniecznym w innym przypadku okienkowaniem. W praktyce oznacza to, że opracowany przez autora rozprawy

algorytm jest w stanie zbadać wielkość siły szczytowej na podstawie pojedynczego okresu drgań dźwigni mikroskopu sił atomowego.

Zgodnie z danymi literaturowymi do odzyskania informacji o parametrach powierzchni konieczna jest interpretacja około 20 pierwszych składowych harmonicznych. Nie jest więc niezbędne wykonywanie pełnej transformaty Fouriera, zwłaszcza że, zgodnie z pierwotnym algorytmem, dane wejściowe DFT powinny zostać podane wcześniejszej filtracji dolnoprzepustowej. Innym elementem algorytmu opracowanego przez O. Sahina jest konieczność usunięcia z analizowanego sygnału przesłuchu pierwszej składowej harmonicznej drgań podłużnych belki pomiarowej. W tym celu O. Sahin użył metody najmniejszych kwadratów do dopasowania a następnie odjęcia sinusoidy o częstotliwości równej częstotliwości siły wymuszającej drgania belki pomiarowej. Zastosowanie układu synchronicznej detekcji pozwala na realizację tej operacji poprzez rezygnację z obliczenia pierwszej składowej widma częstotliwościowego. W podobny sposób można również zlikwidować poziom stały sygnału. Podsumowując, do analizy sygnału wychylenia poprzecznego pod kątem oddziaływania powierzchniowego konieczne jest obliczenie jedynie kilkunastu składowych widma częstotliwościowego. Zważywszy na fakt, że optymalny rozmiar okna zależy od częstotliwości rezonansowej dźwigni i praktycznie nigdy nie jest potęgą dwójki, użycie algorytmu FFT ograniczyłoby możliwy do osiągnięcia zysk przetwarzania DFT. Zadanie to może być jednak, zrealizowane przy użyciu opisanych wcześniej rekursywnych algorytmów DFT. W kontekście implementacji w układzie FPGA kluczowym parametrem tych algorytmów jest liczba operacji mnożenia oraz stabilność numeryczna. Dlatego do realizacji tego zadania został wybrany zmodyfikowany przez autora rozprawy algorytm cyfrowej przewodnicy falowej. Kolejnym etapem algorytmu obliczającego siłę szczytową jest rozplot sygnału proporcjonalnego do wychylenia belki pomiarowej z jej funkcją transferu. Zadanie to może zostać zrealizowane za pomocą wykonywanych sekwencyjnie operacji mnożenia. Następnym krokiem algorytmu jest odtworzenie sygnału w dziedzinie czasu. Użycie do tego celu odwrotnej dyskretnej transformaty Fouriera nie jest jednak rozwiązaniem optymalnym, gdy celem algorytmu jest tylko znaleźć wartości siły szczytowej. Pod kątem implementacji w układzie FPGA korzystniej jest obliczyć za pomocą algorytmu CORDIC amplitudę i przesunięcie fazowe poszczególnych składowych harmonicznych, a następnie odtworzyć oddziaływanie sondy z powierzchnią jako sumę funkcji sinus. Do wygenerowania kolejnych próbek sygnałów sinusoidalnych o odpowiednim przesunięciu fazowym można również użyć algorytmu CORDIC. W ten sposób wartość siły szczytowej oddziaływania może zostać ustalona w czasie nie dłuższym niż trzy okresy drgań

belki pomiarowej. A ponieważ pozostałe parametry powierzchni nie są niezbędne w procesie regulacji pętli sprzężenia zwrotnego, ich wartości mogą zostać obliczone na komputerze PC na podstawie znalezionych wartości składowych harmonicznego widma częstotliwościowego.

5. Podsumowanie

W rozprawie przedstawiono wyniki badań autora dotyczące rezonansowej mikroskopii oddziaływań odpychających. W pracy można wyróżnić trzy główne części.

W pierwszej przedstawiono nowe algorytmy obliczania sekwencji DFT, oparte na zmodyfikowanym przez autora, stabilnym numerycznie, algorytmie cyfrowej przewodnicy falowej. Spośród znanych autorowi rozprawy algorytmów obliczania sekwencji DFT zaproponowane rozwiązania charakteryzują się najmniejszą liczbą operacji mnożenia konieczną do wykonania. Stabilność numeryczna algorytmów została poddana weryfikacji przy użyciu symulacji oraz za pomocą modeli opartych na dyskretnej arytmetyce stochastycznej. W rozprawie pokazano, że oba opracowane algorytmy cechuje dokładność obliczeń oferowana jedynie przez algorytmy wymagające wykonania dwa razy większej liczby mnożeń dla każdego nowego elementu ciągu wejściowego.

Druga część pracy jest poświęcona metodzie detekcji synchronicznej drgań belki pomiarowej mikroskopu sił atomowych. Wykorzystano w niej jeden z autorskich algorytmów obliczających sekwencje DFT. Za pomocą testów syntetycznych oraz badań laboratoryjnych potwierdzono liczne walory użytkowe tej metody. Pokazano między innymi, że opracowany detektor charakteryzuje się mniejszą wrażliwością na zakłócenia obecne w danych pomiarowych niż inne znane rozwiązania oferujące zbliżoną szybkość przetwarzania. Na podstawie obrazów powierzchni węgla krzemu potwierdzono zdolność układu do detekcji zmian w topografii próbki z rozdzielczością subnanometrową. Zademonstrowano także na przykładzie obrazów wyższych składowych harmonicznego widma częstotliwościowego oscylacji belki pomiarowej powstałych na skutek oddziaływania sondy z badaną powierzchnią, przydatność metody detekcji synchronicznej do wykrywania sztywności badanych struktur nanometrowych. Cecha ta podkreśla unikatowy charakter opracowanego rozwiązania i zadecydowała o objęciu układu detekcji synchronicznej ochroną patentową. Żaden inny detektor stosowany w wyposażonym w prostokątną belkę pomiarową mikroskopie sił atomowych nie oferuje jakościowego badania sztywności powierzchni z częstotliwością wynoszącą kilkaset kiloherców. Metoda detekcji synchronicznej stanowi

milowy krok na drodze do w pełni automatycznego określania parametrów powierzchni badanej mikroskopem sił atomowych pracującym w trybie przerywanego kontaktu.

W części trzeciej opisano autorski algorytm detekcji oddziaływania belki T-kształtnej z powierzchnią. Algorytm ten w stosunku do innych powszechnie stosowanych rozwiązań pozwala na szybkie obliczenie wartości siły szczytowej. W konsekwencji możliwe jest użycie tego parametru oddziaływania do kontrolowania odległości sondy od powierzchni. W stosunku do rozwiązań literaturowych oznacza to poprawę zdolności rozdzielczej obrazów topograficznych w przypadku badania preparatów o strukturze heterogenicznej. Zaletą opracowanego rozwiązania jest również redukcja ryzyka uszkodzenia delikatnej struktury skanowanych preparatów, co ma szczególnie istotne znaczenie w przypadku badań próbek biologicznych.

Przydatność zaproponowanych rozwiązań została potwierdzona poprzez wykorzystanie ich w innych projektach badawczych realizowanych w Katedrze Fizyki Ciała Stałego Uniwersytetu Łódzkiego. Przy użyciu mikroskopu „Terra AFM” wyposażonego w układ detekcji synchronicznej badano między innymi powierzchnię biopolimerów oraz przełączalność rezystywną tlenku grafenu. Należy jednak podkreślić, że zaproponowany układ detekcji może znaleźć zastosowanie w tych wszystkich badaniach prowadzonych przy użyciu rezonansowej mikroskopii oddziaływań odpychających, w których istotnym parametrem jest czas skanowania. Metoda detekcji synchronicznej może w znacznym stopniu usprawnić wizualizację procesów zachodzących na powierzchni preparatów biologicznych. Do tej kategorii zalicza się m.in. badanie żywych komórek bakteryjnych, replikację łańcuchów DNA, czy procesy krystalizacji białek. Szybkość, z jaką zachodzą te procesy, jest istotną przeszkodą w ich obserwacji przy użyciu mikroskopu sił atomowych wykorzystującego tradycyjne układy detekcji. Wady tej pozbawione jest rozwiązanie zaproponowane w niniejszej pracy charakteryzujące się bardzo krótkim czasem przetwarzania i dużą czułością na zmiany oddziaływania zachodzącego pomiędzy badaną powierzchnią a sondą.