

УДК 53.086+543.456+52-17

© А. А. Евстапов, Н. А. Есикова, М. В. Клоков, И. В. Кухтевич, Т. В. Антропова

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОРИСТЫХ СТЕКОЛ МЕТОДАМИ КОНФОКАЛЬНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ И ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ БЛИЖНЕГО ПОЛЯ

Получены изображения поверхности пористых стекол методами конфокальной лазерной сканирующей микроскопии и оптической микроскопии ближнего поля. Изображения свидетельствуют о наличии структур на поверхности с разными оптическими свойствами. Приведены результаты обработки изображений методами медианной фильтрации и Фурье-преобразования. Получены оценки шероховатости поверхности стекол. Обсуждаются вопросы оценки качества изображений.

Кл. сл.: пористое стекло, конфокальная лазерная сканирующая микроскопия, сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия, поверхностные структуры, обработка изображений

ВВЕДЕНИЕ

Особые физико-химические свойства пористых структур, в частности пористых стекол, определяют их широкое применение в приборостроении, оптике, квантовой электронике и т. д. [1–7]. В настоящее время существующие технологии позволяют получать пористые стекла (ПС) с заданными структурными характеристиками [8–10]. При этом возникает необходимость контроля свойств стекол и определения характеристик пористых структур.

Прозрачность ПС дает возможность использовать спектрофотометрические методы для получения оценок оптических характеристик образцов и в некоторых случаях для определения структурных характеристик [11–14]. Но такой подход имеет существенные ограничения. Методы электронной микроскопии не всегда дают положительные результаты и в ряде случаев требуют дополнительной обработки поверхности образцов. Поэтому актуальным является изучение поверхности ПС другими методами, например методами микроскопии высокого разрешения: конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (КЛСМ, Laser Scanning Confocal Microscopy — LSCM), сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (СБОМ, Scanning Near-field Optical Microscopy — SNOM) и атомно-силовой микроскопии (АСМ, Atom-Force Microscopy — AFM). Все эти методы позволяют получить высокое пространственное разрешение исследуемого участка поверхности, но так или иначе оказывают воздействие на поверхность и структуры изучаемого образца. Сравнение и анализ результатов, полученных разными методами микроскопии, с учетом их локального воздействия на поверхность, выявление корреляционных зависимостей дает возможность проведения

объективной оценки поверхностных структур образца. При этом важным является корректная обработка полученных изображений, а также определение адекватных оценок исследуемых структур. В данной работе приведены результаты исследования ПС методами КЛСМ и СБОМ, обсуждаются способы первичной обработки и оценки качества изображений.

МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Объектами исследования являлись образцы двухфазных (ДВ-1Ш, ОСТ 3-1899-81) и пористых стекол (МІР и МАР) размерами 10 × 10 мм и толщиной 0.5 мм. Характеристики стекол, измеренные разными методами, представлены в табл. 1. Образцы МІР были получены из двухфазного стекла ДВ-1Ш в результате его сквозного кислотного травления, а образцы МАР были изготовлены из стекла МІР путем его щелочной обработки (Институт химии силикатов имени И.В. Гребенщикова РАН).

При исследованиях использовались конфокальный лазерный сканирующий микроскоп Leica TCS SL (Leica Microsystems GmbH, Германия) и зондовая нанолаборатория "Интегра Солярис" (ЗАО НТМ-ДТ, Россия).

В основе КЛСМ лежит принцип фокусировки излучения на небольшом участке исследуемого объекта с последующей регистрацией рассеяния, отражения и люминесценции от этого же участка. Термин "конфокальный" означает "софокусный": в плоскости, оптически сопряженной с фокальной плоскостью объектива, располагается конфокальная диафрагма ("pinhole"). Регистрируемое излучение

Табл. 1. Характеристики образцов стекол

Образец	Характеристики			Метод измерения
	$r_{\text{ср}}$, нм	W , %	S , м ² /г	
Промышленное стекло ДВ-1Ш	70–100	—	—	Просвечивающая электронная микроскопия [15]
Пористое стекло МР	~5.5	24–26	93	Метод БЕТ, абсорбция паров воды [16]
Пористое стекло МАР	44–54	40–43	12–16	Ртутная порометрия [16]

Примечание. $r_{\text{ср}}$ — средний радиус пор образцов ПС либо средний радиус ликвационных каналов в двухфазном стекле; W — пористость структуры, S — удельная поверхность пор.

фокусируются объективом на диафрагме, которая значительно ослабляет сигнал от участков, находящихся не в фокусе. В каждый момент времени регистрируется только один участок объекта измерений [17–19]. Полное изображение получается при сканировании сфокусированным излучением достаточно протяженной поверхности образца — вплоть до нескольких мм². Размер пятна сфокусированного излучения обычно составляет (0.25–0.8) мкм, максимальная интенсивность излучения сосредоточена в интервале (0.5–1.5) мкм вблизи фокуса по оси падения светового потока. В силу ряда причин для характеристики разрешающей способности в КЛСМ применяется параметр FWHM (Full Width at Half Maximum) — полная ширина на половине высоты функции распределения интенсивности точечного источника PSF (Point Spread Function — функция "размывания" точки), зависящий в том числе и от диаметра конфокальной диафрагмы. Считается, что если диаметр диска Эйри (диаметр первого дифракционного максимума) больше, чем диаметр конфокальной диафрагмы, то достигается максимальное разрешение метода, при этом латеральное разрешение определяется [20, 21]

$$\text{FWHM}_{\text{LAT}} = 0.37 \frac{\lambda_s}{NA}, \quad (1)$$

а аксиальное

$$\text{FWHM}_{\text{AX}} = k \frac{\lambda_s}{\left(n - \sqrt{n^2 - NA^2}\right)}, \quad (2)$$

где $\lambda_s = \sqrt{\lambda_{\text{EX}} \cdot \lambda_{\text{EM}}}$; λ_{EX} — длина волны (возбуждения) поглощения; λ_{EM} — длина волны испускания (эмиссии); $NA = n \cdot \sin \alpha$ — числовая апертура объектива; n — показатель преломления им-

мерсионной жидкости; α — апертурный угол; k — коэффициент (для зеркал $k = 0.45$, для монослоя $k = 0.7$).

При использовании безиммерсионного объектива $10\times$ с апертурой 0.3 латеральное разрешение на длине волны 488 нм составит ~ 0.6 мкм, аксиальное ~ 7.4 мкм, а при использовании объектива $100\times$ с апертурой 1.3 латеральное разрешение ~ 0.14 мкм, аксиальное ~ 0.34 мкм. Плотность энергии на небольшом участке поверхности диаметром до нескольких микрометров достигает $P \approx 500$ Вт/см². Метод КЛСМ позволяет получить объемное изображение участка исследуемого объекта в отраженном и проходящем свете, а также распределение интенсивности люминесценции, если таковое имеет место. При измерениях ПС определялось распределение интенсивности отраженного и рассеянного от образца светового потока.

Метод СБОМ основан на сканировании поверхности образца источником (или приемником) оптического излучения с размерами, меньшими чем длины волн зондирующего излучения, на близком расстоянии от поверхности (в "ближнем поле"). Такой подход позволяет преодолеть дифракционный предел, ограничивающий разрешение в случае классической микроскопии. В качестве источника (приемника) излучения обычно используется оптоволокно, конец которого заострен и покрыт тонким слоем металла, за исключением небольшой области на самом торце острия (диаметр области обычно составляет 50–100 нм) [22]. Плотность мощности светового потока на выходе диафрагмы достигает $P \approx 100$ Вт/см² [23]. Следует отметить, что существуют два вида оптической микроскопии ближнего поля: апертурная СБОМ (Aperture Scanning Near-field Optical Microscopy, ASNOM) и безапертурная СБОМ (Apertureless Scanning Near-field Optical Microscopy, A-LESSSNOM). В первом случае пространствен-

ное разрешение ограничено размером острия волокна, а также диаметром апертуры волокна и достигает в лучшем случае нескольких десятков нм. Уменьшение апертуры приводит к резкому падению светопропускания волокна. Существующие технологии позволяют получить апертуру оптического волокна ~30 нм. Но в настоящее время невозможно организовать массовое производство таких зондов с постоянными характеристиками, что делает апертурную СБОМ достаточно дорогостоящим методом [24]. В безапертурной СБОМ в качестве зонда используется острие металлической иглы, на котором фокусируется излучение, при рассеянии которого образуются ближнее и дальнее поля. При подводе зонда к исследуемой поверхности происходит взаимодействие структур поверхности с ближним полем. В этом случае достигается более высокое пространственное разрешение, ограниченное лишь радиусом кривизны иглы.

При прохождении света через субволновое отверстие (диафрагму) зонда образуется сложная структура электромагнитного поля: на расстояниях до ~10 нм располагается так называемая "ближняя зона", в которой электромагнитное поле существует в основном в виде эванесцентных (нераспространяющихся) мод, локализованных вблизи поверхности диафрагмы. На больших расстояниях располагается дальняя зона, в которой наблюдаются излучательные моды [25]. При нахождении исследуемого образца в ближней зоне происходит взаимодействие эванесцентных мод с образцом, и часть энергии электромагнитного поля переходит в излучательные моды, интенсивность которых может регистрироваться фотоприемным устройством. Ближнепольное изображение формируется при сканировании образца острием оптического волокна с субволновой диафрагмой в процессе регистрации распределения интенсивности оптического излучения в зависимости от положения диафрагмы. Контраст на таких изображениях определяется процессами отражения, преломления, поглощения и рассеяния света, зависящих от локальных оптических свойств образца. Процессам взаимодействия излучения с исследуемым объектом в области ближнего поля посвящен ряд работ (например, [26, 27, 28]). Особенностью СБОМ является необходимость удержания зонда вблизи поверхности при регистрации интенсивности светового поля, для этого используется атомно-силовой принцип удержания зонда вблизи поверхности — метод поперечно-силовых (shear force) взаимодействий. Этот метод реализован в нанолaborатории "Интегра Солярис". Амплитуда вынужденных колебаний кончика оптоволокна, закрепленного на резонаторе, резко уменьшается вблизи поверхности образца из-за дополнительного дис-

сипативного взаимодействия зонда с поверхностью за счет сил вязкого трения и за счет изменения моды колебаний в системе "зонд—резонатор". Изменение амплитуды колебаний и резонансной частоты регистрируются кварцевым резонансным датчиком и используются в качестве сигнала обратной связи для подъема или опускания оптического зонда над поверхностью. Такая схема позволяет одновременно с построением оптического изображения определить карту рельефа (топологию) поверхности, что может быть использовано при получении оценок поверхностных структур.

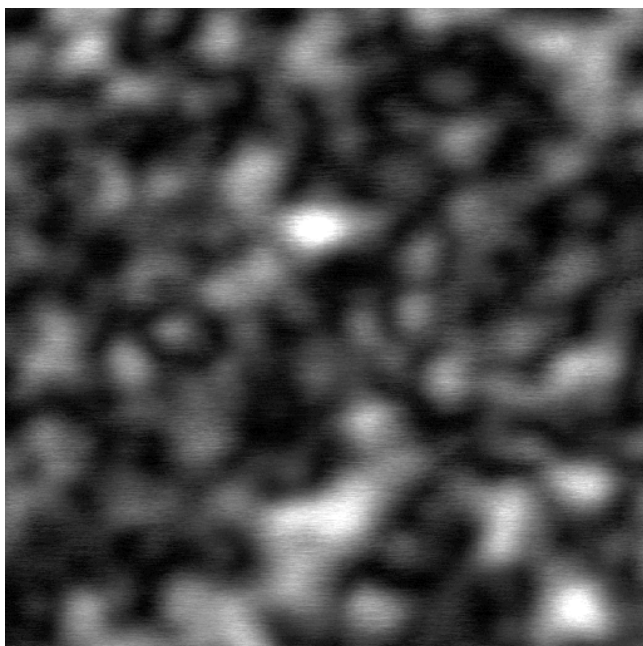
В случае КЛСМ рельеф поверхности оказывает существенное влияние на получаемое изображение, а световой поток, падающий на поверхность и отраженный от нее, распределен в большом телесном угле. Получаемое оптическое изображение поверхности зависит от геометрических характеристик и оптических свойств поверхности. Существенными отличиями методов КЛСМ и СБОМ является разный размерный масштаб взаимодействия "источник—объект" и тот факт, что взаимодействие излучения с объектом в СБОМ происходит в локализованном (эванесцентном) поле.

В методах КЛСМ и СБОМ формируется достаточно высокая плотность мощности излучения на поверхности образца, что может оказывать влияние на результаты измерений, особенно в случае если образец обладает чувствительностью к электромагнитному излучению (нагрев поверхности, модификация поверхности, фотохимические процессы). Исследуемые образцы ПС имеют высокую устойчивость к электромагнитному излучению, достаточно большой объем и хорошую теплопроводность, что приводит к рассеянию тепла во всем объеме, не оказывая существенные влияния на получаемые результаты.

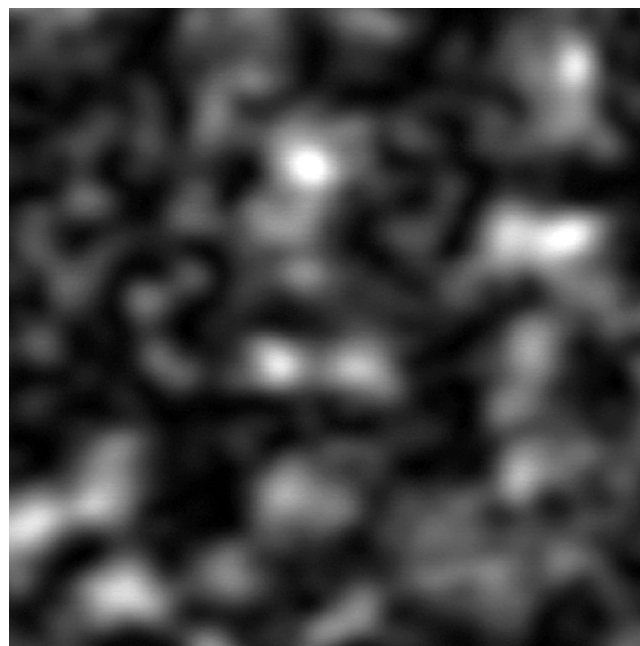
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Конфокальный лазерный сканирующий микроскоп дает интегральную картину отражения и рассеяния света от поверхности стекол и приповерхностных слоев. Как уже ранее упоминалось, латеральное разрешение при таких измерениях зависит от длины волны падающего излучения. На рис. 1 приведены изображения поверхности стекла ДВ-1Ш (8 × 8 мкм), полученные при разных длинах волн зондирующего излучения. Латеральное разрешение, подсчитанное по формуле (1) для длины волны 458 нм составляет 0.56 мкм, а для 543 нм — 0.67 мкм. Действительно, на изображении (а) рис. 1 более детально представлены поверхностные структуры, чем на изображении (в) и при тщательном рассмотрении — изображении (б). На четкость получаемых изображений также влияет достигаемое

а



б



в

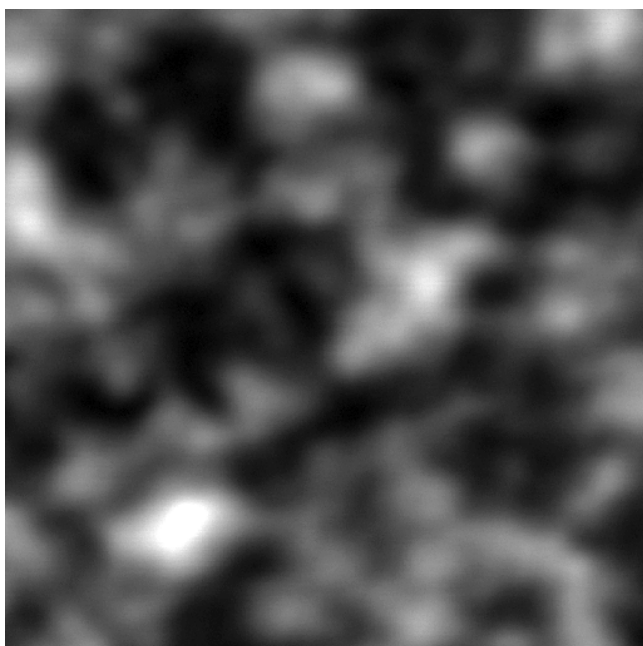


Рис. 1. Изображения поверхности стекла ДВ-1Ш в режиме отраженного света на длинах волн: а — 458 нм, б — 488 нм, в — 543 нм. Площадь сканирования 8×8 мкм

аксиальное разрешение микроскопа. На длине волны 543 нм оптическое изображение формируется более "глубокими" структурами.

На изображениях участков поверхности стекол ДВ-1Ш, МПР и МАР размерами 15×15 мкм и 5×5 мкм с разрешением 512×512 пикселей (см.

Приложение, рис. П1 и П2) можно отметить наличие отражающих и рассеивающих структур различной формы и размеров. Оптические изображения на площади сканирования 5×5 мкм в силу дифракционного предела разрешения являются размытыми (воспринимаются как нечеткие).

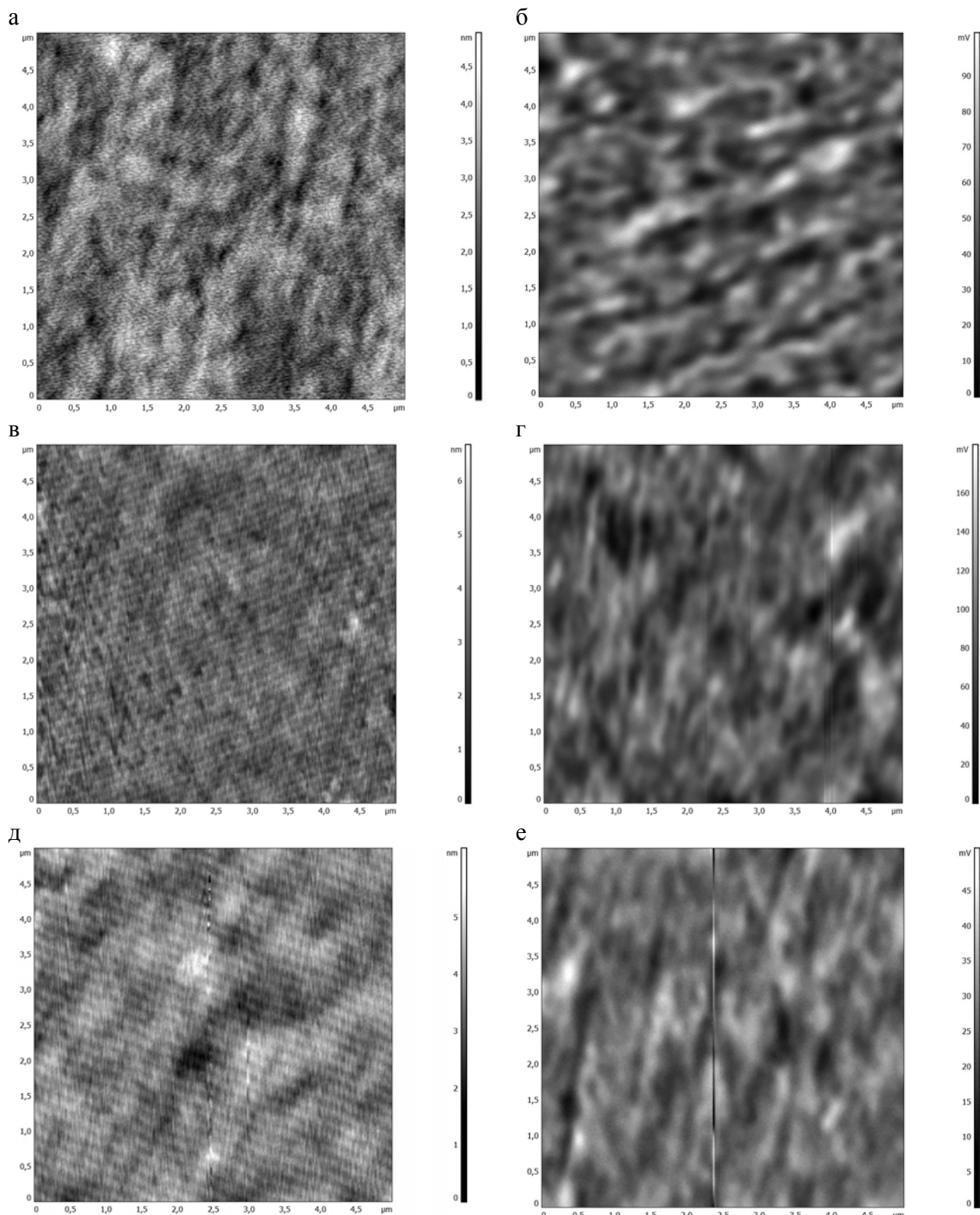


Рис. 2. Исходные СБОМ-изображения стекол ДВ-1Ш (а, б), МПР (в, г) и МАР (д, е) в режиме ПСМ (а, в, д) и БП (б, г, е). Площадь сканирования 5×5 мкм

Многообразие структур и нечеткость их границ приводят к определенным сложностям при анализе этих изображений и вычислении оценок структур. В связи с этим предпочтительным для дальнейшего анализа являются изображения площади сканирования 15×15 мкм или 10×10 мкм. Характеристикой поверхностных структур в этом случае может являться гистограмма распределения по размерам областей рассеяния (светлые участки изображения) или пор (предположительно — темные участки).

При исследовании пористых стекол на зондовой лаборатории "Интегра Солярис" в режиме ближнего поля (БП) и поперечно-силовой моде (ПСМ) были получены исходные изображения стекол ДВ-1 Ш, МР и МАР (рис. 2) на площади сканирования 5×5 мкм с разрешением 720×720 пикселей. Изображения, соответствующие режиму ПСМ, зашумлены и нуждаются в дальнейшей обработке. На оптических изображениях в режиме БП наблюдаются хаотически расположенные, чередующиеся светлые и темные области с различными характерными размерами, свидетельствующие о неоднородности оптических свойств поверхности. Светлые области соответствуют локальным зонам с высокой отражательной (рассеивающей способностью). Однозначно утверждать, что светлые зоны соответствуют более высокому рельефу поверхности, а темные — низкому (или даже порам), нельзя, так как высокая интенсивность рассеянного (отраженного) поля может наблюдаться на наноструктурах (в том числе порах). На оптических изображениях исходного стекла в некоторых случаях наблюдались удлиненные регулярные структуры в виде чередующихся волнистых полос. По-видимому, это являлось результатом механической обработки поверхности. После химической обработки (полировки) стекла полосы исчезают.

Оптические изображения, полученные методом СБОМ, являются более четкими и детальными, чем изображения КЛСМ. Необходимо отметить, что КЛСМ-изображение формируется при регистрации взаимодействия электромагнитного излучения с поверхностью в дальней области и на достаточно протяженном участке — аксиальное разрешение достигает от 7.4 до 0.34 мкм (2). При СБОМ изображение формируется при взаимодействии эванесцентных мод (ближнее поле) со структурами поверхности на расстоянии ~ 10 нм. Можно отметить, что характеристические размеры, определенные для крупных структур по изображениям этих двух разных методов в значительной степени совпадают. Оптические изображения и топологии поверхности для образцов ПС отличаются, но более наглядно это отличие проявляется при построении гистограмм распределения поверхностных структур по размерам.

МЕТОДЫ И СПОСОБЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ДАННЫХ

Так как получаемые изображения формируются из достаточно слабых электрических сигналов от детекторов, то на изображения значительное влияние оказывают различные факторы, в том числе: шумы аппаратуры, внешние вибрации и сотрясения, изменение температуры в процессе измерений, аппаратурные особенности измерительного прибора и т. д. В случае СБОМ на информационный сигнал также существенно влияет нестабильность положения зонд—образец. Вышеперечисленное обуславливает необходимость проведения операций по обработке изображений. Методы обработки изображений хорошо развиты для оптической и зондовой микроскопий. Если конечной целью является получение и сравнение количественных характеристик поверхностных структур разными методами (таких как средний размер, гистограмма распределения по размерам гранул или пор, плотность распределения структур), то приходится использовать различные программы (и, следовательно, различные математические алгоритмы) при обработке изображений, что приводит к заведомо разным результатам. Поэтому более корректным представляется следующий подход: а) получение изображений и первичная их обработка базовыми методами (используя специализированное программное обеспечение для данного оборудования, позволяющее учитывать аппаратурные особенности прибора); б) оценка качества обработанного изображения (некачественные изображения отбраковываются); в) количественная оценка характеристик поверхностных структур при использовании единого алгоритма и специально разработанной программы.

Изображения поверхности образца, получаемые методами зондовой микроскопии, обычно имеют наклон, обусловленный неточной установкой образца относительно зонда, непараллельностью поверхностей образца (базовой и измеряемой), температурным дрейфом, нелинейностью перемещения сканера и т. д. Устранение этого наклона производится при использовании операции вычитания наклона. Такая опция подробно описана в справочном руководстве "Модуль обработки изображений" (ЗАО НТМ-ДТ, Россия). Особенности свойств пьезосканера (даже после компенсации аппаратными средствами) приводят к тому, что получаемые изображения могут представлять суперпозицию реального рельефа и поверхности второго (и более высокого) порядка. Для устранения такого искажения методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая поверхность заданного порядка, имеющая минимальное отклонение от исходной, а затем данная поверхность

вычитается из исходного изображения. Это — стандартная процедура обработки изображений. Шумы (входных усилителей, акустические шумы и внешние вибрации) и другие особенности аппаратуры (например, нестабильность контакта зонд—образец) приводят к необходимости фильтрации получаемых изображений. При устранении высокочастотных случайных помех используется метод медианной фильтрации (с разными рабочими окнами). Удаление ступенек на изображении, параллельных направлению сканирования, может быть осуществлено с помощью процедуры выравнивания кадра по строкам (усреднения по строкам). Самым мощным инструментом коррекции изображений является спектральная фильтрация на основе преобразований Фурье. Локальная эква-

лизация изображений позволяет контрастировать тонкую структуру поверхностных объектов, в случае когда рельеф имеет несколько характерных масштабов. Эта процедура эффективна при анализе двумерной структуры поверхности.

Важным моментом является выбор критерия оценки качества изображения. Обычно для оценки изображений используется гистограмма яркости — зависимость количества пикселей от величины яркости изображения. Каждый пиксель изображения характеризуется определенным значением яркости от 0 (черный) до 255 (белый). На гистограмме слева отображаются темные участки снимка, а справа — светлые участки. Гистограмма изображения с хорошим контрастом, как правило, равномерно

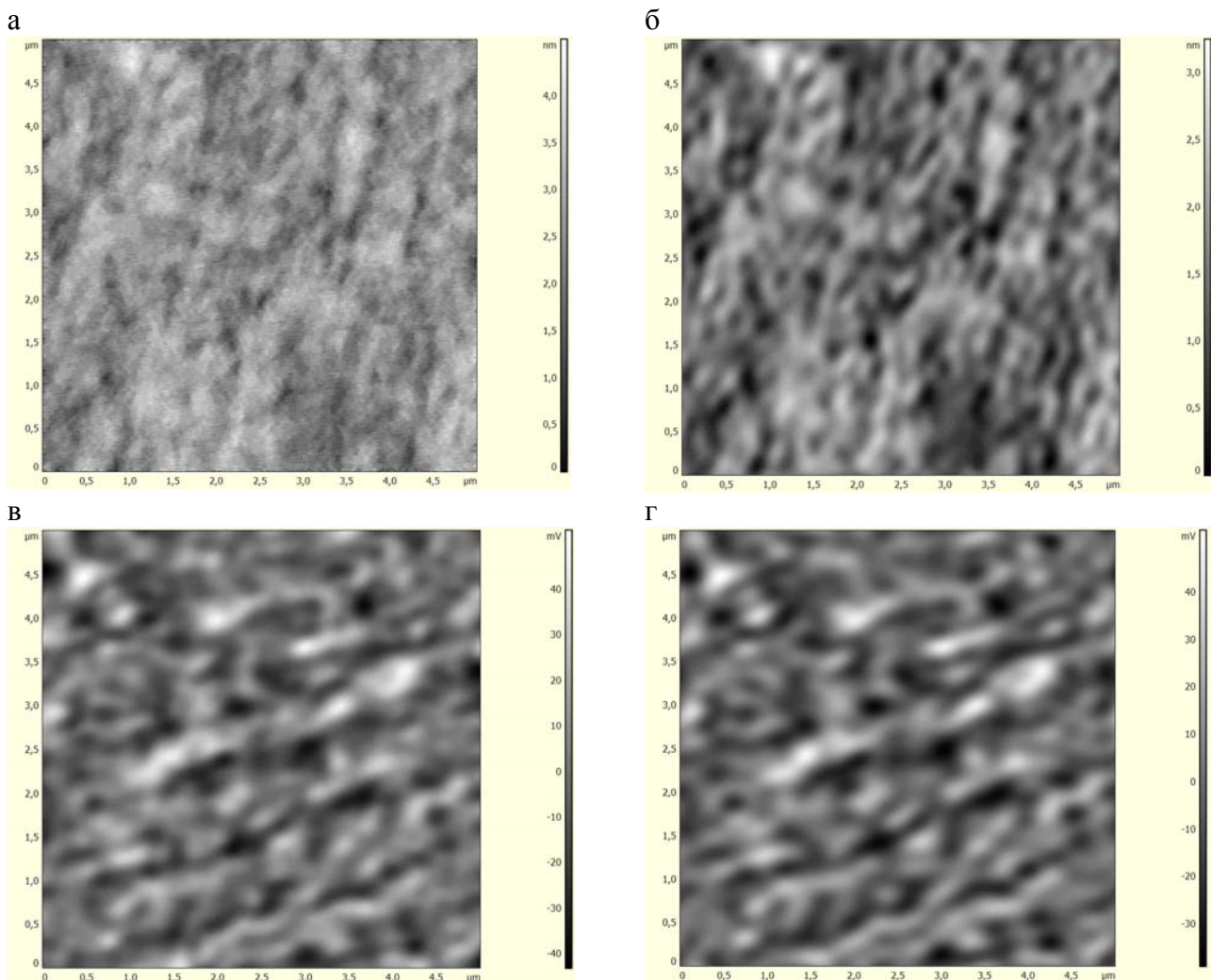


Рис. 3. Изображения поверхности стекла ДВ-1Ш в режиме ПСМ (а, б) и БП (в, г) после применения процедур медианной фильтрации (а, в) и преобразования Фурье (б, г)

занимает весь диапазон яркостей. Такие изображения обычно воспринимаются как более качественные. В Приложении на рис. ПЗ, П4 в качестве примера приведены гистограммы яркости для изображений стекла ДВ-1Ш, полученных методами КЛСМ и СБОМ. Нечеткому и низкоконтрастному изображению поверхности размером 5×5 мкм (рис. П1, а) соответствует сильно "зашумленная" гистограмма яркости рис. ПЗ, б, с максимумом в области темных участков. В режиме ПСМ гистограмма изображения представляет собой дискретное распределение яркости, смещенное в область темных тонов (рис. П4, а). Провалы в распределении тонов свидетельствуют о наличии шума, обусловленного различными факторами (в том числе приборными). Применение медианной фильтрации приводит к некоторому выравниванию гистограммы и смещению максимума к центру диапазона (рис. П4, б). Фурье-фильтрация приводит к уширению гистограммы, но дискретный характер распределения сохраняется (рис. П4, в). В режиме БП изображения (например, рис. 2, б) характеризуются со-

вершенно иной гистограммой, представляющей собою монотонную куполообразную зависимость на которую накладывается шум (рис. П4, г). Применение фурье-фильтрации в этом случае приводит также к незначительному уширению гистограммы и к некоторому сглаживанию шумов (рис. П4, д).

Анализ полученных изображений подтверждает, что качественное изображение должно соответствовать гистограмме, плавно распределенной по всему диапазону яркости и плавно спадающей до нулевых значений на краях диапазона. Однако получение качественного исходного изображения в микроскопии высокого разрешения является достаточно сложной задачей.

Все исходные изображения были обработаны с использованием программного модуля Image Analysis (ЗАО НТМ-ДТ, Россия), что дало возможность улучшить контраст и детализацию изображений. На рис. 3 приведены изображения поверхности стекла ДВ-1Ш после применения процедур медианной фильтрации и преобразования Фурье.

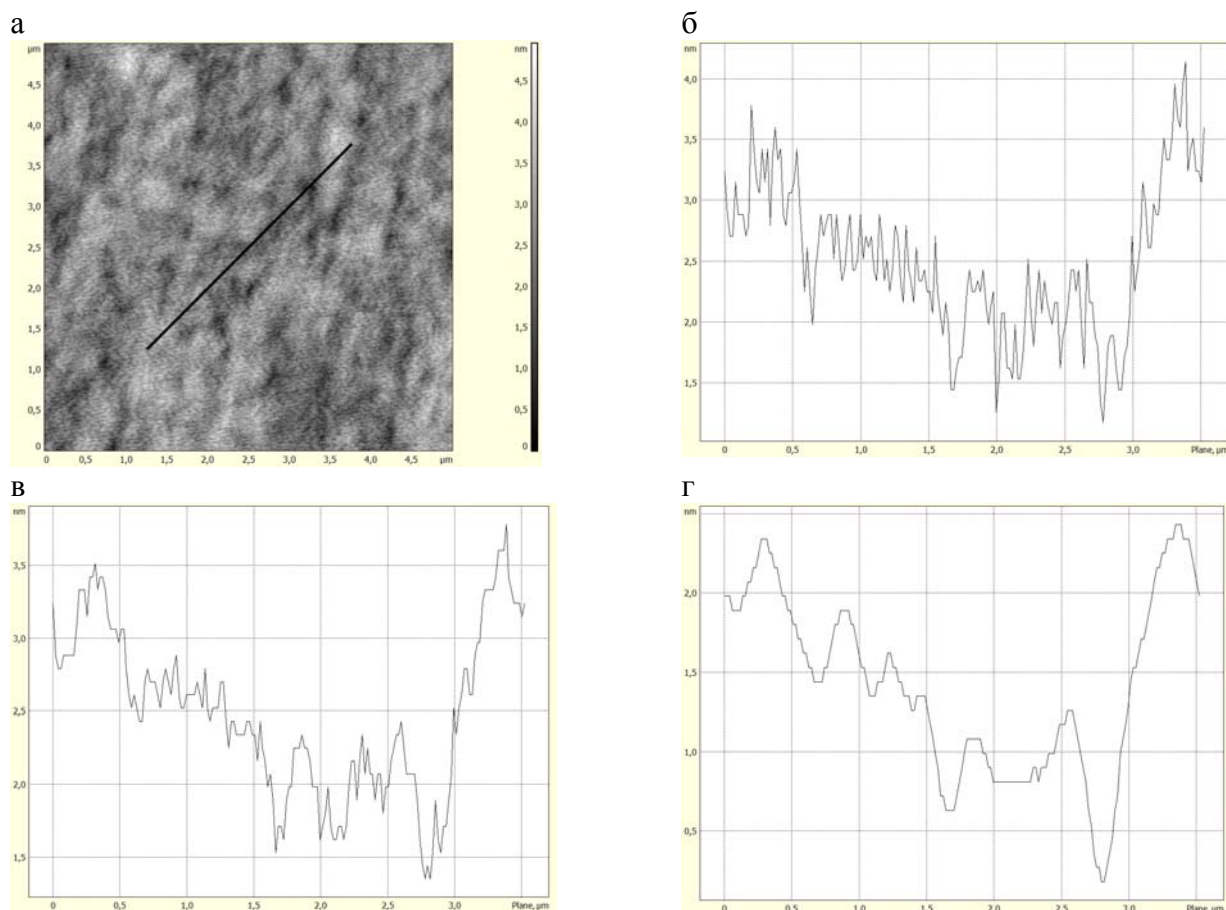


Рис. 4. Профили сечения поверхности ДВ-1Ш, полученные для СБОМ-изображений в режиме ПСМ до и после процедуры фильтрации.
а — исходное изображение с линией сечения; б — профиль сечения исходного изображения; в — профиль сечения после медианной фильтрации; г — профиль сечения после фурье-фильтрации

Табл. 2. Оценки шероховатости поверхности образцов стекол при использовании некоторых процедур обработки изображений

Образец*	Процедура	Средняя высота, нм	Sz, нм	Sa, нм
ДВ-1Ш	Исходное изображение	4.68	4.38	0.59
	Медианный фильтр	4.11	3.45	0.49
	Фильтр Фурье	2.78	2.29	0.46
МIP	Исходное изображение	3.15	3.24	0.49
	Медианный фильтр	3.15	3.03	0.395
	Фильтр Фурье	1.71	2.03	0.33
МАР	Исходное изображение	3.69	3.06	0.39
	Медианный фильтр	3.24	2.55	0.329
	Фильтр Фурье	1.98	1.575	0.265

Примечание. * Изображения получены в режиме ПСМ;
Sz — шероховатость поверхности по пяти максимальным высотам и впадинам;
Sa — средняя арифметическая шероховатость.

Этот подход позволил получить четкие изображения, удобные для последующего анализа. Отметим, что процедуры фильтрации наиболее эффективны для изображений, снятых в режиме ПСМ. В режиме БП фильтрация не дает значительного улучшения изображения, но в некоторых случаях позволяет устранить регулярные полосы, обусловленные внешними вибрациями.

На рис. 4 приведены профили сечения поверхности для образца ДВ-1Ш (изображение в режиме ПСМ) до и после процедуры фильтрации. Как и ожидалось, процедуры фильтрации приводят не только к улучшению качества изображения, но и к усреднению профиля сечения, при котором сглаживаются и в некоторых случаях утрачиваются особенности рельефа поверхности. Все это влияет на оценки поверхностных структур и должно учитываться при измерениях. Информативным является анализ поверхностных структур с построением гистограмм распределения по размерам, определение средней шероховатости поверхности, пористости и т. д. Результаты оценки шероховатости поверхности образцов при использовании процедур обработки изображений — медианного фильтра и фурье-преобразования приведены в табл. 2. Полученные результаты свидетельствуют о влиянии процедуры фильтрации на оценки шероховатости поверхности. Причем, если при медианной фильтрации оценки отличаются от исходных на 10–20 %, то в случае фурье-фильтрации — в 1.5–2 раза. Следует отметить, что в данном случае в оценки шероховатости поверхности существенный вклад вносит пористость стекол, но выделить этот параметр оказывается достаточно сложной задачей. Выделить поры на изображении (ПСМ) не представляется возможным, т. к. форми-

рование изображений осуществляется с участием зонда, который имеет конечные размеры, а радиус скругления (~100 нм) соизмерим с размерами пор.

ОБСУЖДЕНИЕ И ВЫВОДЫ

Изображения образцов ПС ДВ-1Ш, МIP и МАР, полученные методами КЛСМ и СБОМ с разных участков поверхности — 15×15 , 8×8 , 5×5 мкм, свидетельствуют о наличии структур на поверхности с разными оптическими свойствами. При предварительном анализе оптических изображений и топологии (рельефа) поверхности не было обнаружено явной корреляции.

Оптические изображения СБОМ более четкие и детальные, чем в случае КЛСМ, размеры крупных рассеивающих (отражающих) и поглощающих структур на изображениях совпадают. Оптические изображения в СБОМ формируются при взаимодействии эванесцентных мод со структурами поверхности, а в КЛСМ взаимодействие происходит в дальней области, что также может являться причиной различия получаемых изображений.

При первичной обработке изображений ПС наиболее эффективными являются: сглаживающие фильтры, медианные фильтры и метод фурье-преобразования.

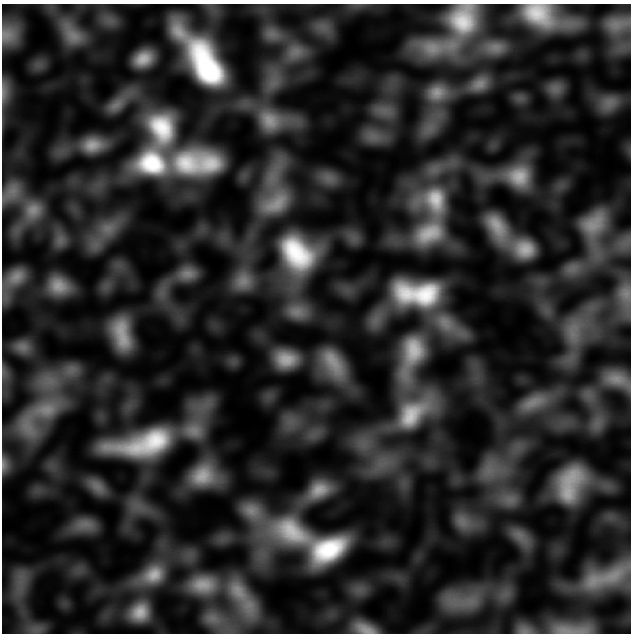
Для получения воспроизводимых оценок поверхностных структур необходимо выбрать качественное изображение. Оценка качества изображения может быть проведена на основе анализа гистограммы яркости, качественному изображению должна соответствовать гистограмма, плавно распределенная по всему диапазону яркости и плавно спадающая до нулевых значений на краях диапазона.

Можно выделить следующие основные этапы, позволяющие осуществить обработку и анализ изображений ПС, полученных методами высоко-разрешающей оптической микроскопии: а) первичная обработка изображений базовыми методами с применением специализированных программ; б) оценка качества обработанного изображения; в) количественная оценка характеристик поверхностных структур при использовании единого алгоритма и специально разработанных программ.

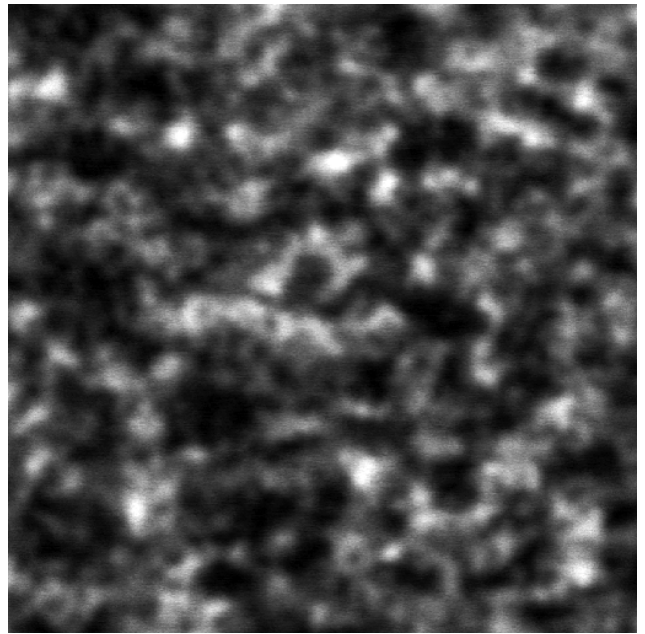
Исследования проведены в рамках научно-исследовательской работы "Развитие приоритетных сепарационных методов анализа сложных химических соединений и биологических объектов", проводимой в ИАиП РАН при частичной поддержке фонда РФФИ (проект № 08-08-00733а) и Научной программы СПбНЦ РАН (проект "Микрофлюидные аналитические системы с интегрированными наноструктурами (пористыми стеклами)").

ПРИЛОЖЕНИЕ

а



б



в

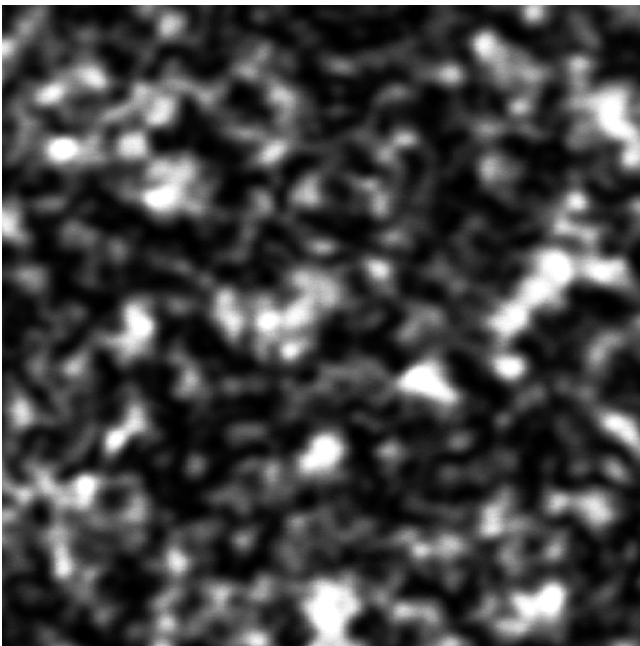


Рис. П1. Изображения поверхности стекол в режиме отраженного света на длине волны 488 нм. а — ДВ-1Ш, б — МР, в — МАР; площадь сканирования 15×15 мкм

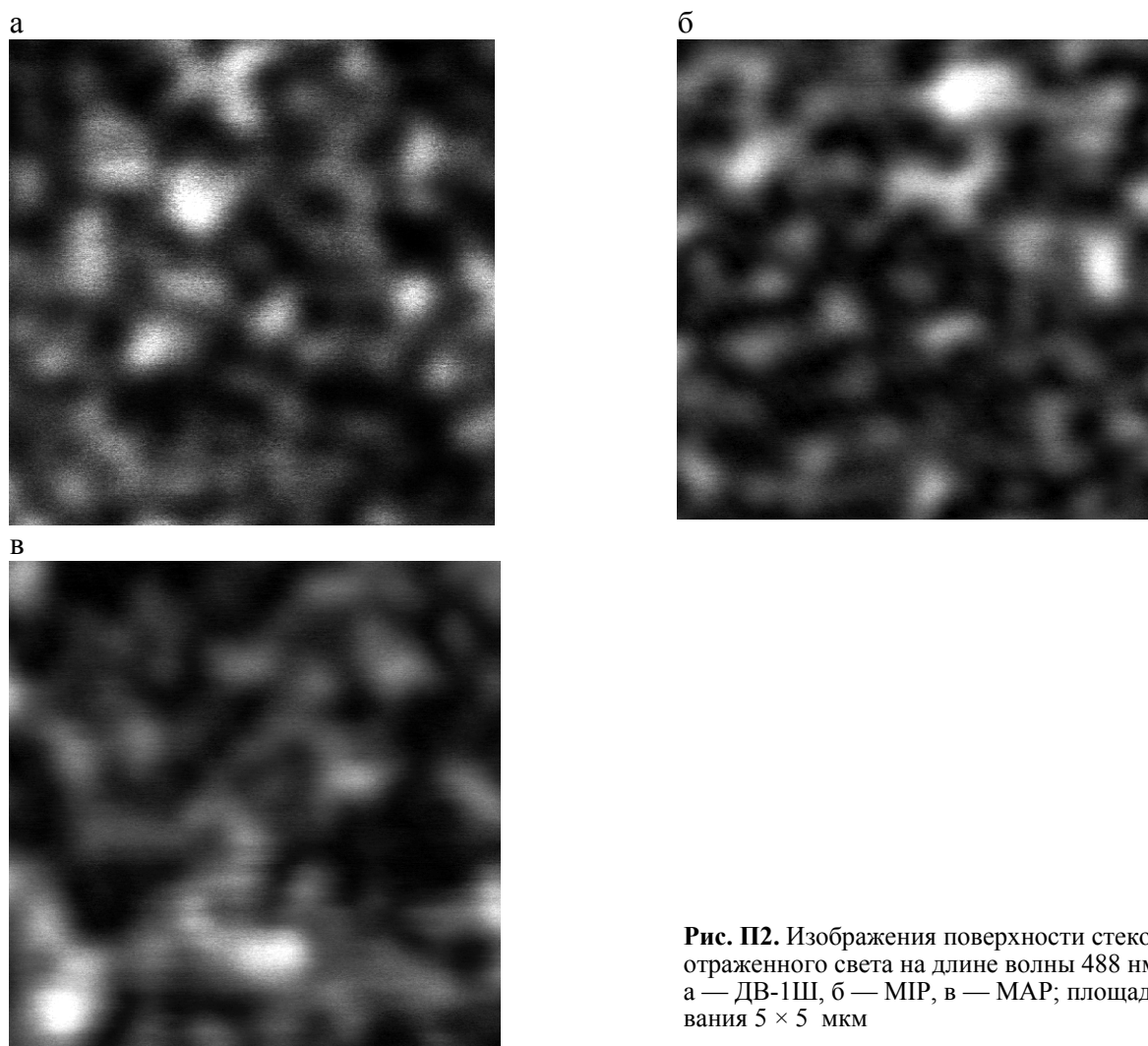


Рис. П2. Изображения поверхности стекол в режиме отраженного света на длине волны 488 нм.
а — ДВ-1Ш, б — МПР, в — МАР; площадь сканирования 5×5 мкм

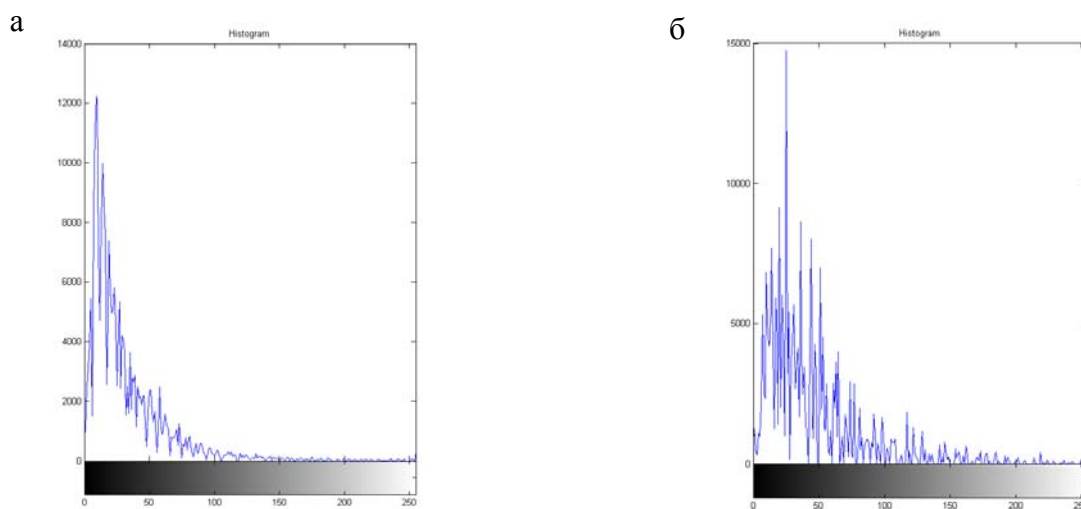
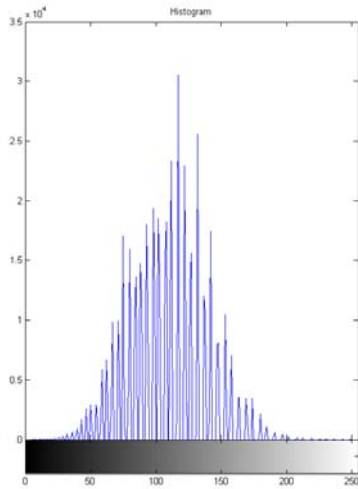
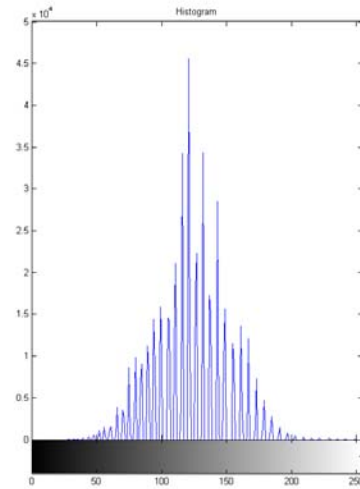


Рис. П3. Гистограммы яркости изображений стекла ДВ-1Ш, полученные на КЛСМ.
а — изображение 15×15 мкм; б — изображение 5×5 мкм

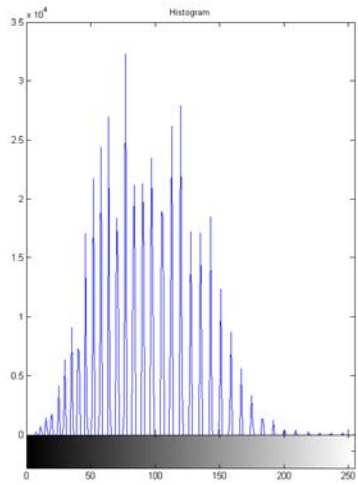
а



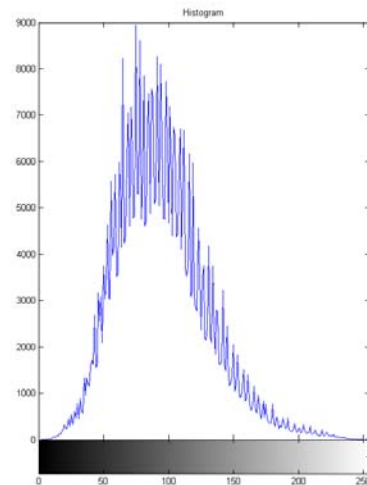
б



в



г



д

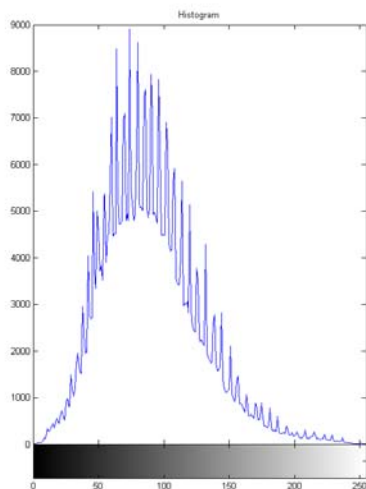


Рис. П4. Гистограммы яркости СБОМ-изображений стекла ДВ-1Ш 5×5 мкм.

а — изображение в режиме ПСМ; б — изображение в режиме ПСМ после медианной фильтрации; в — изображение в режиме ПСМ после фурие-фильтрации; г — изображение в режиме БП; д — изображение в режиме БП после фурие-фильтрации

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Мешковский И.К.* Композиционные оптические материалы на основе пористых матриц. СПб.: Изд. СПбГИТМО (ТУ), 1998. 332 с.
2. *Курочкин В.Е., Муравьев Д.О., Евстратов А.А., Котов В.П.* Люминесцентные сенсоры кислорода: тенденции и перспективы развития // Микросистемная техника. 2000. № 4. С. 27–32.
3. *Aleksashkina M.A., Venzel B.I., Svatovskaya L.G.* Application of Porous Glasses as Matrices for Nanocomposites // *Glass Physics and Chemistry*. 2005. V. 31, N 3. P. 269–276.
4. *Novikov A.F., Zemskii V.I.* Glassy Spectral Gas Sensors Based on the Immobilized Indicators // *SPIE*. 1995. N 2550. P. 119–129.
5. *Enke D., Janowski F., Schwieger W.* Porous Glasses in the 21-th century-short review // *Microporous and Mesoporous Materials*. 2003. V. 60, N 1. P. 19–30.
6. *Khandurina J., Jacobson S.C., Waters L.C., Foote R.S., Ramsey M.J.* Microfabricated Porous Membrane Structure for Sample Concentration and Electrophoretic Analysis // *Anal. Chem.* 1999. N 77. P. 1815–1819.
7. *Yao S., Santiago J.G.* Porous Glass Electroosmotic Pumps: Theory // *Journal of Colloid and Interface Science*. 2003. N 268. P. 133–142.
8. *Антропова Т.В., Дроздова И.А.* Влияние условий получения пористых стекол на их структуру // *Физика и химия стекла*. 1995. Т. 21, № 2. С. 199–209.
9. *Захаров С.Л.* Получение и свойства пористых боросиликатных стекол // *Материаловедение*. 2004. N 1. С. 53–56.
10. *Крейсберг В.А., Ракчеев В.П., Антропова Т.В.* Влияние концентрации кислоты на морфологию микро- и мезопор пористых стекол // *Физика и химия стекла*. 2006. Т. 32, № 6. С. 845–854.
11. *Антропова Т.В., Дроздова И.А., Ястребов С.Г., Евстратов А.А.* Porous Glass: Inhomogeneities and Light Transmission // *Optica Applicata*. 2000. V. XXX, N 4. P. 553–567.
12. *Евстратов А.А., Антропова Т.В., Дроздова И.А., Ястребов С.Г.* Optical Properties and Structure of Porous Glasses // *Optica Applicata*. 2003. V. XXXIII, N 1. P. 45–54.
13. *Евстратов А.А., Есикова Н.А., Антропова Т.В.* Spectral Characteristics and Structure of Porous Glasses // *Optica Applicata*. 2005. V. 35. N 4. P. 32–39.
14. *Евстратов А.А., Есикова Н.А., Антропова Т.В.* Исследование пористых стекол методами оптической спектроскопии // *Оптический журнал*. 2008. Т. 75, № 4. С. 71–77.
15. *Gutina A., Antropova T., Rysiakiewicz-Pasek E., Virnik K., Feldman Y.* Dielectric Relaxation in Porous Glasses // *Microporous and Mesoporous Materials*. 2003. V. 58, N 3. P. 237–254.
16. *Ермакова Л.Э., Волкова А.В., Антропова Т.В., Сидорова М.П.* Получение ультра- и нанопористых стекол и исследование их структурных и электрокинетических характеристик в растворах 1:1 заряженных электролитов // *Коллоидный журнал*. 2007. Т. 69, № 5. С. 603–610.
17. *Webb R.H.* Confocal Optical Microscopy // *Reports on Progress in Physics*. 1996. V. 59. P. 427–471.
18. *Феофанов А.В.* Спектральная лазерная сканирующая конфокальная микроскопия в биологических исследованиях // *Успехи биологической химии*. 2007. Т. 47. С. 371–410.
19. URL: (<http://www.confocal-microscopy.org/>).
20. *Штейн Г.И.* Руководство по конфокальной микроскопии. СПб.: Изд-во Политехнического университета, 2007. 86 с.
21. *Wilhelm S., Grobler B., Gluch M., Heinz H.* Confocal Laser Scanning Microscopy. Principles // *Zeiss Jena*. 2003. 30 p.
URL: ([www.zeiss.com/c1256d18002cc306/0/f99a7f3e8944eee3c1256e5c0045f68b/\\$file/45-0029_e.pdf](http://www.zeiss.com/c1256d18002cc306/0/f99a7f3e8944eee3c1256e5c0045f68b/$file/45-0029_e.pdf)).
22. *Дряхлушин В.Ф., Вейко В.П., Вознесенский Н.Б.* Сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия и ближнепольные оптические зонды: свойства, изготовление и контроль параметров // *Квантовая электроника*. 2007. Т. 37, № 2. С. 193–203.
23. *Dunn R.C.* Near-Field Scanning Optical Microscopy // *Chem. Rev.* 1999. V. 99. P. 2891–2927.
24. *Образцова Е., Яминский И.* Современные достижения нанооптики // *Наноиндустрия*. 2008. № 1. С. 18–23.
25. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. Нижний Новгород: Ин-т физики микроструктур РАН, 2004. 110 с.
26. *Girard C., Joachim C., Gauthier S.* The Physics of the Near-Field // *Rep. Prog. Phys.* 2000. V. 63. P. 893–938.
27. *Girard C.* Near Fields in Nanostructures // *Rep. Prog. Phys.* 2005. V. 68. P. 1883–1933.
28. *Hecht B., Sick B., Wild U.P., et al.* Scanning Near-Field Optical Microscopy with Aperture Probes: Fundamentals and Applications // *J. Chem. Phys.* 2000. V. 112, N 18. P. 7761–7775.

*Институт аналитического приборостроения РАН,
Санкт-Петербург (Евстратов А.А., Есикова Н.А.)*

*Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова
РАН, Санкт-Петербург (Кухтевич И.В., Антропова Т.В.)*

*Санкт-Петербургский государственный университет
информационных технологий, механики и оптики
(Технический университет ИТМО)
(Клоков М.В., Кухтевич И.В.)*

Материал поступил в редакцию 2.03.2009.

POROUS GLASSES STUDY BY LASER SCANNING CONFOCAL AND SCANNING NEAR FIELD OPTICAL MICROSCOPY

A. A. Evstratov¹, N. A. Esikova¹, M. V. Klokov³, I. V. Kuhtevich^{2,3}, T. V. Antropova²

¹*Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg*

²*I.V. Grebenshikov Silicate Chemistry Institute RAS, Saint-Petersburg*

³*Saint-Petersburg State University for Information Technologies, Mechanics and Optics*

Images of porous glasses surfaces are obtained by laser scanning confocal and scanning near field optical microscopy. The images present the existence of structures with different optical properties on the porous glasses surface. The results of image processing by median filtration and Fourier transform are presented. Assessment of porous glasses surface roughness are obtained. The questions of quality characteristics are discussed.

Keywords: porous glass, confocal laser scanning microscopy, scanning near field optical microscopy, surface structures, image processing