

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

**BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY** 

# FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

# ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

# VYUŽITÍ SPECIÁLNÍHO OPTICKÉHO VLÁKNA V KOMOŘE ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

USE OF A SPECIAL OPTICAL FIBER IN AN ELECTRON MICROSCOPE CHAMBER

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Ondrej Černek

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

Ing. Michal Pavera, Ph.D.

**BRNO 2019** 



# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav fyzikálního inženýrství
Student:	Ondrej Černek
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce:	Ing. Michal Pavera, Ph.D.
Akademický rok:	2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

# Využití speciálního optického vlákna v komoře elektronového mikroskopu

#### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Výzkum povrchů materiálů a jejich modifikace na atomární úrovni patří mezi rozšířené oblastí zájmu vědních oborů zabývajících se nanotechnologiemi. Jednou z technik určených pro zkoumání povrchových vlastností vzorků je rastrovací sondová mikroskopie (SPM), která může být kombinována s elektronovou mikroskopií (SEM). Spojení optického vlákna a mikroskopu SPM se již standardně používá v technice rastrovací optické mikroskopie v blízkém poli (SNOM), ale speciální duté vlákno může být potenciálně využito také pro techniku lokálního vstřikování plynů do oblasti vzorku (GIS). V rámci práce bude řešena úprava komory SEM mikroskopu pro možnost implementace mikroskopu SPM a také zavedení optického vlákna za účelem jeho využití jako sondy mikroskopu SNOM a injektoru techniky GIS.

#### Cíle bakalářské práce:

1) Proveďte rešeršní studii mikroskopie SNOM a techniky GIS.

2) Navrhněte konstrukční úpravy komory SEM mikroskopu za účelem implementace SPM mikroskopu a zavedení optického vlákna.

3) Sestrojte aparaturu pro zavedení světelného svazku a plynů do optického vlákna.

4) Navržené řešení otestujte.

#### Seznam doporučené literatury:

MEYER, E., HUG, H. J., BENNEWITS, R., Scanning probe microscopy: the lab on a tip. New York: Springer, c2004, ISBN 978-3-540-43180-0.

VŮJTEK, M., KUBÍNEK, R., MAŠLÁŇ, M., Nanoskopie. V Olomouci: Univerzita Palackého, 2012, 122 s. ISBN 978-80-244-3102-4.

NOVOTNY, L., HECHT, B., Principles of nano-optics. New York: Cambridge University Press, 2006. ISBN 0-521-83224-1.

SLABÝ V.: SNOM sondy se speciálními vlastnostmi. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 34 s. Vedoucí bakalářské práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

HERTL, V.: Příprava a testování SNOM sond se speciálními vlastnostmi. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 28 s. Vedoucí diplomové práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

BOBEK, J., Příprava a testování SNOM sond speciálních vlastností. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 35 s. Vedoucí prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19.

V Brně, dne 25. 10. 2018

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc. ředitel ústavu doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D. děkan fakulty

Fakulta strojního inženýrstvi, Vysoké učení technické v Brně / Technická 2896/2 / 616 69 / Brno

#### Abstrakt

Táto bakalárska práca je zameraná na úpravu vákuovej komory rastrovacieho elektrónového mikroskopu VEGA od firmy TESCAN Brno s.r.o. za účelom implementácie rastrovacieho sondového mikroskopu. Ďalej je venovaná vývoju aparatúry pre použitie dutého optického vlákna, ktoré umožní zavedenie svetla a rôznych plynov na povrch vzorky umiestnenej vo vákuu elektrónového mikroskopu. Použitím dutého optického vlákna ako sondy rastrovacieho sondového mikroskopu sa umožní pracovať s hrotom so špecifickými vlastnosťami. V teoretickej časti je uvedený stručný úvod do rastrovacej elektrónovej mikroskopie a mikroskopie atomárnych síl. Ďalej je v tejto časti opísaná technika použitia optických vlákien v optickej mikroskopii v blízkom poli. Predstavená je aj problematika vákuových systémov, prúdenia plynu potrubím a technika lokálneho vstrekovania plynu. V konštrukčnej časti sú uvedené postupne kroky vo vývoji vákuovej komory a aparatúry umožňujúcej zavedenie optického vlákna do komory mikroskopu. V experimentálnej časti je prezentovaný výsledok meraní realizovaných sondou rastrovacieho sondového mikroskopu s modifikovaným optickým vláknom a plynovej priepustnosti dutého optického vlákna.

#### Summary

This bachelor thesis is concerned about the modification of vacuum chamber of the Scanning Electron Microscope VEGA developed by TESCAN Brno s.r.o. in order to implementation of Scanning Probe Microscope. Moreover, it is dedicated to development of apparatus for using hollow optical fiber allowing the guidance of light and various gases on the sample surface placed in the vacuum of electron microscope. By using the hollow optical fiber as a probe of Scanning Probe Microscope, it is possible to work with a tip with specific properties. A brief introduction to Scanning Electron Microscopy and Atomic Force Microscopy is presented in the theoretical part. Furthermore, there is a technique of using optical fibers in Scanning Near-field Optical Microscopy described. Also a problem of vacuum systems, gas flow through the pipe and technique of Gas Injection System is introduced. In the construction part, there are initiated steps in the development of the vacuum chamber and the apparatus allowing the guidance of hollow optical fiber into the chamber of microscope. The experimental part presents the result of measurements obtained by probe of Scanning Probe Microscope with modified optical fiber and gas transmissivity of hollow optical fiber.

#### Kľúčové slová

vákuová komora, duté optické vlákno, SEM, SPM, AFM, SNOM, GIS

#### Keywords

vacuum chamber, hollow optical fiber, SEM, SPM, AFM, SNOM, GIS

ČERNEK, O. Využití speciálního optického vlákna v komoře elektronového mikroskopu. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2019. 43 s. Vedoucí Ing. Michal Pavera, Ph.D.

Prehlasujem, že som túto bakalársku prácu na tému "Využití speciálního optického vlákna v komoře elektronového mikroskopu" vypracoval samostatne pod vedením Ing. Michala Paveru, Ph.D., a že som uviedol všetky použité pramene a literatúru.

Ondrej Černek

Chcel by som poďakovať Ing. Michalovi Paverovi, Ph.D., za vedenie pri tejto bakalárskej práci a jeho nedoceniteľné rady, ktoré mi pri práci vždy pomohli. Ďalej by som chcel poďakovať prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D., za jeho významnú podporu a pomoc, ktorú mi prejavoval počas celej tejto práce. Veľká vďaka patrí Bc. Jurajovi Bobkovi, s ktorým som spolupracoval na tomto projekte, a Ing. Michalovi Páleníčkovi, ktorý mi vo veľkej miere pomohol s návrhom konštrukcie komory. Ďakujem osobám Ing. Zdeňkovi Nováčkovi, Ph.D., Ing. Petrovi Báborovi, Ph.D., Ondřejovi Novotnému a Ing. Antonínovi Sojkovi za rady a pomoc. Za poskytnutie zariadení by som chcel poďakovať firme NenoVision s.r.o. a za finančnú podporu projektu AMISPEC. V neposlednej rade by som chcel poďakovať svojej rodine, Dávidovi, Jurajovi a všetkým priateľom za ich trpezlivosť a podporu počas celého môjho štúdia.

Ondrej Černek

# Obsah

Úvod 3			3	
1	Teo	retická časť	5	
-	11	Rastrovacia elektrónová mikroskopia (SEM)	5	
	1.2	Rastrovacia sondová mikroskopia (SPM)	6	
	1.2	1.2.1 Mikroskopia atomárnych síl (AFM)	6	
		1.2.2 Uplatnenie optického vlákna v rastrovacej optickej mikroskopij	0	
		v blízkom poli (SNOM)	8	
	1.3	Vákuová technika	9	
		1.3.1 Tvorba, meranie a kontrola vákua	10	
		1.3.2 Požiadavky na konštrukciu vákuových zariadení	10	
	1.4	Prúdenie plynu	12	
		1.4.1 Molekulárne prúdenie plynu v potrubí	13	
		1.4.2 Technika lokálneho vstrekovania plynu (GIS)	13	
2	Kon	nštrukčná časť	15	
	2.1	Návrh úpravy dvierok vákuovej komory SEM VEGA	15	
		2.1.1 Požiadavky	16	
		2.1.2 Riešenie	18	
	2.2	Návrh zavádzacej aparatúry pre optické vlákno	21	
		2.2.1 Požiadavky	21	
		2.2.2 Riešenie	22	
	2.3	Testovanie dvierok komory SEM VEGA a zavádzacej aparatúry pre		
		optické vlákno	24	
	2.4	Implementácia VT UHV SPM do SEM VEGA	25	
3	Exp	perimentálna časť	<b>27</b>	
	$3.1^{-1}$	Pozorovanie vlastností optických vlákien rôznych typov	27	
		3.1.1 Meranie topografie na AFM pomocou optických vlákien	28	
		3.1.2 Meranie plynovej priepustnosti dutého optického vlákna typu		
		LMA-5	31	
Zá	iver		37	
Li	terat	úra	38	
_				
Zo	oznar	n skratiek	42	
Zo	Zoznam príloh			

# Úvod

Rastrovacia sondová mikroskopia (SPM, *Scanning Probe Microscopy*) patrí medzi mikroskopické techniky, pomocou ktorých môžeme pozorovať štruktúry až v atomárnom rozlíšení. Zatiaľčo klasická optická mikroskopia zlyháva z dôvodu difrakčných javov, ktoré nastávajú na takýchto malých štruktúrach [1], pomocou SPM je možné bez obmedzení vlnovou dĺžkou svetla skúmať ich topografiu, mechanické, elektrické, magnetické a iné vlastnosti. Analýza povrchu a jeho lokálnych vlastností sa realizuje rastrovaním sondy mikroskopu v tvare ihly v tesnej blízkosti od povrchu vzorky.

SPM používa rozdielne typy sónd, ktoré rôzne interagujú s povrchom pozorovanej vzorky. Podľa druhu interakcie sa delí na mnoho typov, napríklad na rastrovaciu tunelovaciu mikroskopiu (STM, *Scanning Tunneling Microscopy*), mikroskopiu atomárnych síl (AFM, *Atomic Force Microscopy*), magnetických síl (MFM, *Magnetic Force Microscopy*), elektrických síl (EFM, *Electrostatic Force Microscopy*), rastrovaciu optickú mikroskopiu v blízkom poli (SNOM, *Scanning Near-field Optical Microscopy*) a ďalšie [2]. Veľkosť konštrukcie týchto mikroskopov je variabilná, avšak niektoré mikroskopy vďaka ich relatívne malým rozmerom je možné použiť v kombinácii napríklad s elektrónovou mikroskopiou. Za týchto okolností prebieha analýza vzorky pomocou dvoch rôznych mikroskopických techník súčasne.

Cieľom tejto bakalárskej práce je umožniť zavedenie mikroskopu vlastnej konštrukcie (VT UHV SPM, Variable Temperature Ultra-High Vacuum Scanning Probe Microscope) [3], prípadne SPM LiteScope od firmy NenoVision s.r.o. [4], do vákuovej komory rastrovacieho elektrónového mikroskopu (SEM, Scanning Electron Microscope) VEGA od TESCAN Brno s.r.o. Následnou snahou bude zaviesť upravené duté optické vlákno až k vzorke a použiť ho prípadne ako hrot AFM pre snímanie topografie, zatiaľčo bude možné pozorovať celú situáciu pomocou SEM. Vedením fokusovaného laserového zväzku optickým vláknom bude možné prenášať svetelný výkon k povrchu vzorky. Súčasne bude snahou lokálne vstrekovať na povrch vzorky rôzne plyny (GIS, Gas Injection System) vedené dutinou vlákna. Použitím optického vlákna ako hrotu so špeciálnymi vlastnosťami pre AFM sa môžeme približiť metódam zobrazovania topografie vzorky, ktoré využíva technika SNOM.

Práca je riešená v spolupráci s Bc. Jurajom Bobkom a nadväzuje na jeho bakalársku prácu, v ktorej sa zaoberal úpravou dutého optického vlákna a jeho implementáciou do AFM [5].

# 1 Teoretická časť

Táto časť je venovaná opisu mikroskopických a experimentálnych techník použítých v tejto práci. Ďalej je opísané uplatnenie optického vlákna v rastrovacej optickej mikroskopii v blízkom poli a potenciálne využitie špeciálneho optického vlákna s dutinou pre vedenie plynu. Taktiež sú uvedené zásady, ktoré je nutné dodržiavať pri návrhu konštrukcie vákuového zariadenia a jeho samotnej montáže.

## 1.1 Rastrovacia elektrónová mikroskopia (SEM)

Zobrazovanie pomocou rastrovacej elektrónovej mikroskopie je založené na postupnom prechádzaní fokusovaným elektrónovým zväzkom po časti vzorky (obr. 1.1). Opis rýchlo letiaceho elektrónu ako vlny, ktorej je priradená de Broglieho vlnová dĺžka, v porovnaní so svetlom o rádovo väčšej vlnovej dĺžke, nám umožňuje získať rozlíšenie, ktoré nie sme schopní dosiahnuť v optickej mikroskopii [6].



Obr. 1.1: Schéma princípu zobrazovania pomocou SEM.

Elektróny emitované z elektrónového dela a následne urýchlované anódou sú fokusované a vychylované sériou elektromagnetických šošoviek a dopadajú na vzorku, s ktorou interagujú [7]. Interakciou primárnych elektrónov dopadajúcich na vzorku dostávame informácie o fyzikálnych a chemických vlastnostiach skúmaného objektu. Elektróny sa odrážajú od vzorky alebo môžu prenikať pod jej povrch. Hĺbka tohto prieniku závisí od rôznych aspektov, napríklad od energie dopadajúcich primárnych elektrónov a od zloženia vzorky, t.j. či je tvorená ľahkými alebo ťažkými prvkami. Pohyb elektrónov pod povrchom vzorky je náhodný a chaotický. Táto skutočnosť je daná pružnými a nepružnými zrážkami s atómami vzorky. Procesy, ktoré sprevádzajú tieto zrážky, majú rôzny charakter. Môže ísť o pružný rozptyl elektrónu na jadre atómu vzniknutý coulombovskou interakciou, procesy generujúce RTG žiarenie, sekundárne elektróny alebo procesy vyplývajúce z kolektívnych interakcií s mnohými atómami [7].

Detekovaním signálov, spravidla sekundárných elektrónov<sup>1</sup> vznikajúcich interakciou vzorky s dopadajúcimi elektrónmi alebo spätne odrazených primárnych elektrónov<sup>2</sup>, sa získava zväčšený obraz povrchu vzorky. Zväčšenie a kvalita snímkov, ktorá je možná získať, závisí okrem iného aj od schopnosti elektromagnetických šošoviek fokusovať zväzok elektrónov, kvalitou vákua v komore mikroskopu a od odchýlky v rýchlostiach rozptýlených elektrónov [7]. Výstupom merania pomocou SEM môže byť napríklad obraz, ktorý podáva informáciu o tvare a rozmeroch skúmanej štruktúry (obr. 1.2) alebo spektrum prvkov obsiahnutých vo vzorke.



Obr. 1.2: Ilustratívny snímok cínových guličiek získaný pomocou SEM VEGA s upravenými dvierkami vákuovej komory (časť 2.3).

## 1.2 Rastrovacia sondová mikroskopia (SPM)

Rastrovacia sondová mikroskopia je súbor mikroskopických techník využívajúcich k meraniu sondu pohybujúcu sa vo vzdialenostiach niekoľkých jednotiek nanometrov od povrchu skúmanej vzorky. V porovnaní napríklad s elektrónovou mikroskopiou jej výhoda spravidla spočíva v poskytnutí trojrozmerného obrazu skúmanej štruktúry [7].

## 1.2.1 Mikroskopia atomárnych síl (AFM)

Veľmi rozšírenou metódou rastrovacej sondovej mikroskopie je mikroskopia atomárnych síl. V porovnaní s rastrovaciou tunelovaciou mikroskopiou<sup>3</sup>, ktorá je tiež veľmi rožšírená metóda SPM, jej výhoda spočíva v meraní vodivých, polovodivých, ale aj

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Ide o elektróny vznikajúce nepružnými zrážkami, t.j. vyrazením z energiových hladín atómu [7].

 $<sup>^{2}\</sup>mathrm{Z}$ dôvodu coulombovskej interakcie sú primárne elektróny odchýľované od pôvodného smeru [7].  $^{3}\mathrm{Tento}$  druh mikroskopie je založený na meraní prúdu, ktorý preteká medzi vodivým hrotom a vodivou vzorkou bez toho, aby bol hrot v priamom mechanickom kontakte so vzorkou [2].

nevodivých vzoriek [7]. Merania prebiehajú rastrovaním povrchu vzorky pomocou atomárne ostrého hrotu sondy s vrcholovým polomerom R dosahujúcim až rádovo jednotiek nanometrov (obr. 1.3) [2]. Pôsobením medziatomárnych síl medzi najbližšími atómami hrotu a povrchu vznikajú signály, ktoré sme schopní detekovať. Sily, ktoré pôsobia na hrot, môžu mať rôzny pôvod. Najčastejšie sa jedná o van der Waalsovu silu a repulzívnu silu vychádzajúcu z Pauliho vylučovacieho princípu, ktorej účinky sa prejavujú v menších vzdialenostiach ako v prípade van der Waalsovej sily [8].

Rozlíšenie a neskreslenosť snímkov, ktoré je možné dosiahnuť, závisí najmä od ostrosti hrotu. Čím ostrejší hrot mapuje povrch vzorky, tým sú namerané snímky topografie menej skreslené. Veľkosť rozlišiteľných výbežkov a prehĺbení, ktoré sme schopní rozlíšiť, približne zodpovedá veľkosti zakončenia hrotu.



Obr. 1.3: Nedokonalé mapovanie povrchu vzorky. Červená krivka znázorňuje zmeraný tvar.



Obr. 1.4: a) Typický AFM nosník, b) snímok nosníku získaný pomocou SEM, prevzaté z [9], c) kremenná ladička použitá ako nosník, d) snímok ladičky získaný pomocou SEM, prevzaté z [10].

Podľa toho, ako sa meria silové pôsobenie medzi hrotom a vzorkou, existujú statické a dynamické metódy merania [8]. U oboch metód sa hrot nachádza na pružnom nosníku (obr. 1.4a a 1.4b), ktorý je deformovaný pôsobením síl medzi atómami hrotu a vzorky. Ako typický nosník sa používa pružné kremíkové rameno zakončené hrotom. U statických metód je využívaná deformácia nosníku ako meradlo veľkostí týchto síl. Dynamické metódy využívajú kmitanie nosníku s hrotom a ako meradlo slúži zmena frekvencie a amplitúdy jeho kmitov [8]. Často sa u týchto metód využívajú nosníky s piezoelektrickými vlastnosťami. Materiály, ktoré vykazujú tieto vlastnosti, je možné deformovať priložením vonkajšieho elektrického napätia alebo naopak ich mechanickým namáhaním vzniká v nich elektrické napätie [11]. Túto špecifickú vlastnosť je možné využiť nielen k budeniu kmitov nosníku, ale aj k meraniu zmien kmitov nosníku spôsobených interakciou hrotu a vzorky. Okrem klasicky používaných nosníkov je možné použiť aj rôzne varianty. Jedna z často používaných variánt je kremenná ladička (*tuning fork*), na ktorej je prilepený hrot (obr. 1.4c a 1.4d). Ide o elektronickú súčiastku, ktorá slúži ako zdroj elektrického signálu s presne definovanou frekvenciou [12]. Počas merania je ladička rozkmitávaná na vlastnú frekvenciu pomocou privedeného striedavého napätia. Pri kmitaní ladičky s hrotom v blízkosti povrchu vzorky dochádza k zmenám jej frekvencie a amplitúdy kmitov, ktoré sú následne detekované. Spracovaním týchto signálov sa získava snímka topografie vzorky.

## 1.2.2 Uplatnenie optického vlákna v rastrovacej optickej mikroskopii v blízkom poli (SNOM)

Pozorovanie pomocou mikroskopickej techniky SNOM využíva upravené optické vlákno ako sondu, ktorá rastruje povrch vzorky. Narozdiel od klasickej optickej mikroskopie je možné dosiahnuť rozlíšenie rádovo lepšie ako je vlnová dĺžka  $\lambda$  použitého svetla [13]. Princíp SNOM je založený na detekcii elektromagnetických vĺn vyskytujúcich sa len v oblasti blízkeho poľa<sup>4</sup>, tzv. evanescentných vĺn [2]. Z dôvodu pozorovania v blízkom poli neplatí obmedzenie difrakčnými javmi ako u klasickej optickej mikroskopie. Bližšie informácie je možné dohľadať v [14]. Optické vlákno môže byť použité ako detektor týchto vĺn, zdroj alebo prípadne oboje.

Počas merania je nutné dodržiavať vzdialenosť sondy od povrchu vzorky v blízkom poli. Jedna z najčastejšie používaných metód k udržiavaniu tejto vzdialenosti je metóda merania šmykovej sily (*shear force*) (obr. 1.5) [2]. U tejto metódy je optické vlákno prilepené k piezoelektrickej ladičke, podobne ako hrot u AFM. Hrot vlákna kmitá v tesnej blízkosti vzorky v smere rovnobežnom s jej povrchom a pôsobením atomárnych síl medzi hrotom a povrchom sa mení frekvencia a amplitúda kmitov ladičky [2]. Zaznamenaním zmien povahy kmitov ladičky je možné udržať vlákno v konštantnej vzdialenosti od povrchu vzorky.



Obr. 1.5: Schéma metódy SNOM založená na meraní šmykovej sily.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>Blízke pole je vzdialenosť d, pre ktorú platí  $d \ll \lambda$ .

Optické vlákno sa upravuje do tvaru hrotu z dôvodu zmenšenia numerickej apertúry<sup>5</sup>, čím sa zvyšuje rozlišovacia schopnosť mikroskopu [7]. Postupov úpravy optického vlákna je niekoľko, často prvým krokom je leptanie vlákna kyselinou fluorovodíkovou (HF). Existujú rôzne metódy ako získať po leptaní vlákno v tvare hrotu. Jedna z najčastejšie používaných metód je Turnerova metóda [15]. Následne je na vyleptaný hrot nanesená tenká vrstva kovu (obr. 1.6a). Vlákno je možné ďalej upravovať pomocou fokusovaného elektrónového (iónového) zväzku a depozíciou materiálu na koniec hrotu.

V prípade úpravy špeciálnych dutých optických vlákien (obr. 1.6b a 1.6c), ktorými sa budeme zaoberať v experimentálnej časti, je nutné postupovať opatrne. Tento typ vlákien sa odlišuje od plného optického vlákna tým, že k vedeniu svetla používa mikroštruktúry so vzduchovými otvormi tvoriace tak fotonický kryštál. Princíp šírenia svetla je odlišný od klasického princípu vedenia svetla totálnym odrazom. V analógii s kryštalickou mriežkou, ktorá vytvára pás zakázaných energií pre elektróny, vytvára fotonický kryštál v takomto periodickom usporiadaní pás zakázaných frekvencií, pre ktoré nie je svetlu umožnený prechod. Fotón je týmto spôsobom ovplyvnený a môže sa pohybovať iba dovoleným smerom [1]. Vnútorné štruktúry tohto typu vlákna sa nesmú počas úpravy poškodiť, pretože vlákno by stratilo schopnosť viesť svetelný zväzok [16]. Pre správne leptanie dutých vlákien nie je možné použiť Turnerovu metódu, ale je nutné použiť metódy, pri ktorých sa zamedzí vnik HF do vnútornej oblasti [5].



Obr. 1.6: a) Úprava konca optického vlákna, b) a c) rez dutými optickými vláknami rôznych typov, prevzaté z [17] [18].

## 1.3 Vákuová technika

Technika využívajúca vákuum nachádza uplatnenie v mnohých rôznych vedeckých a priemyselných odvetviach. Za vákuum považujeme každý stav plynu, ktorého tlak je nižší ako atmosferický tlak (1,013×10<sup>5</sup> Pa). Stav plynu je charakterizovaný správaním častíc, ktoré ho tvoria. Ideálnym prípadom vákua, avšak v laboratórnych podmienkach nerealizovateľným, je stav, kedy sa v danom uzavretom priestore nevyskytuje žiadna častica. V tomto prípade by odpovedala tlaku uzavretého plynu nulová hodnota. Podľa toho, aký tlak zodpovedá stavu plynu, delíme vákuum na základné typy: základné (10<sup>2</sup> Pa až 10<sup>5</sup> Pa), jemné (10<sup>-1</sup> Pa až 10<sup>2</sup> Pa), vysoké (10<sup>-5</sup> Pa až 10<sup>-1</sup> Pa) a ultravysoké vákuum (10<sup>-11</sup> Pa až 10<sup>-5</sup> Pa) [19].

 $<sup>^5 \</sup>rm Bezrozmerná veličina vyjadrujúca schopnosť optického vlákna naviazať z okolia svetelný výkon do svojho jadra [1].$ 

Zníženie tlaku uzavretého plynu s konštatným objemom je možné docieliť znížením jeho teploty alebo zmenšením počtu častíc, ktoré ho tvoria. Za týchto okolností sa zvyšuje stredná voľná dráha častíc<sup>6</sup>. Predĺženie strednej voľnej dráhy sa využíva hlavne tam, kde je treba zamedziť nežiadúce chemické reakcie látok s časticami plynu alebo znížiť počet kolízií iných častíc s časticami plynu. S veľkým dôrazom kladeným na znižovanie počtu kolízií častíc sa môžme strenúť napríklad v elektrónovej mikroskopii alebo v urýchľovačoch častíc [20].

#### 1.3.1 Tvorba, meranie a kontrola vákua

K tvorbe vákua je potrebná vákuová výveva, ktorá odčerpáva častice plynu z uzavretého priestoru a tým vytvára vákuum. Existuje veľa typov vývev, ktoré pracujú na rôznych princípoch a sú schopné vytvoriť rôzne stupne vákua [19]. Podľa stupňa získaného vákua sa aj odlišujú metódy merania tlaku. K meraniu vákua sa používajú vákuomery. Rovnako ako u vývev existuje mnoho typov vákuomerov pracujúcich na rôznych princípoch. Každý typ má obmedzené svoje rozpätie tlaku, v ktorom je schopný merať [19].



Obr. 1.7: Schéma vákuomeru Pirani založenom na princípe merania odporu pomocou Wheatstonovho mostíku.

V tejto bakalárskej práci sa stretneme iba s vákuomerom Pirani (obr. 1.7), ktorý vyhovuje našim požiadavkám a jeho rozsah merania tlaku je približne  $10^{-1}$  Pa až  $10^5$  Pa [21]. Pracuje na princípe zahrievania vodivého vlákna, ktorým tečie elektrický prúd. Strata energie v podobe tepla z tohto vlákna závisí od vodivosti média, v ktorom sa nachádza. Vodivosť média však závisí od jeho hustoty, t.j. čím je menší tlak média p, tým je aj jeho hustota menšia a tým je aj menšia schopnosť odvádzať teplo zo zahrievaného vlákna. Pri menšom odvádzaní tepla sa stáva vlákno horúcejšie a má väčší elektrický odpor  $R_p$ . Zapojením vlákna do jedného ramena Wheatstonovho mostíku<sup>7</sup> je možné určiť jeho odpor a teda po kalibrácii tlak plynu, v ktorom sa vlákno nachádza [22].

#### 1.3.2 Požiadavky na konštrukciu vákuových zariadení

Pri návrhoch vákuových zariadení je nutné dodržiavať mnoho dôležitých zásad. Veľký dôraz sa kladie na použitý materiál, čistotu jeho povrchu, tvar použitých súčastí

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>Stredná voľná dráha je vzdialenosť, ktorú častica preletí priamočiaro medzi dvoma zrážkami [19]. <sup>7</sup>Jedná sa o elektrický obvod slúžiaci pre meranie elektrického odporu [23].

a typ šróbových a zvarových spojov.

Materiály značne desorbujúce plyny<sup>8</sup> nie sú vhodné vo vákuových technológiach, pretože pri znižovaní tlaku sa stávajú zdrojmi ďalších častíc plynu. Najvhodnejšie sú teda materiály s nízkou hodnotou desorpcie vztiahnutú na jednotku plochy [24].

V podmienkach vysokého a najmä ultravysokého vákua sa musí zariadenie zahrievať na vysoké teploty 100 °C až 300 °C, ide o tzv. vypekanie. Týmto procesom sú zbavované povrchy súčastí molekúl vody, ktoré znižujú kvalitu vákua. I pri takomto zvýšení teploty musia mať použité materiály stále mechanické vlastnosti [20].

Po odčerpaní plynu zo zariadenia vzniká rozdiel tlakov pôsobiacich zvnútra a zvonku. Z tohto dôvodu sú časti zariadenia mechanicky namáhané a je nutné zabezpečiť, aby deformácie vzniknuté silovým namáhaním nijak neovplyvňovali chod zariadenia. Preto je dôležitá vysoká pevnosť použitých materiálov a návrh súčastí, ktoré majú minimalizovaný účinok koncentrátorov napätia<sup>9</sup>.

Pri konštrukciach treba dbať na to, aby nevznikali miesta s uzavretým objemom plynu, z ktorých sú postupne pri odčerpávaní uvoľňované častice. Týmto sa môže predĺžiť čerpací čas alebo po odčerpaní môže pomaly narastať tlak plynu. Môže sa jednať o praskliny v materiále alebo konštrukčne zamedzené dutiny (obr. 1.8). Preto sa vŕtajú priechodzie diery, malé dutiny ústiace k diere a ak to nie je možné, tak sa používajú šróby s prevŕtanou dutinou v osi. Vytvorená dutina umožňuje odčerpať vzduch zo zamedzeného priestoru v nepriechodzej diere.



Obr. 1.8: Prípad uzavretej dutiny a možné konštrukčné riešenia prevŕtaním šróbu alebo navŕtaním dutiny.

V konštrukciach vákuových zariadení sa často používajú zvarové spoje. Je nutné dbať na správnosť prevedenia týchto spojov, pretože pri nesprávnom zvarení môžu vzniknúť miesta s dutinou, ktoré ovplyvňujú vytvorené vákuum [25]. Preto by mali byť materiály pred zvarením dôkladne vyčistené a odplynené pomocou vypekania. Samotné zvarovanie materiálov je vhodné priamo vo vákuu alebo v ochrannej atmosfére inertného plynu. Často používaným typom zvaru je tupý zvar, pretože kvalitu jeho prevedenia je možné skontrolovať po celej dĺžke. Umiestnenie zvaru na rozhraní vákua a vonkajšieho prostredia by malo byť zásadne na vákuovej strane.

Desorpciu plynov je možné minimalizovať správnym opracovaním a očistením výsledných povrchov. Pri výrobe by sa mali použiť nástroje nepoškodzujúce povrch mikrotrhlinami. Po použití mazív a vniku nečistôt na povrch materiálu počas výroby je

 $<sup>^{8}</sup>$ Ide o spontánne uvoľňovanie častíc vnútri váku<br/>ového systému z povrchu alebo prípadne objemu súčastí.

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup>Ide o konštrukčné prvky ako vruby, otvory, drážky, zápichy a podobne.

nutné zabezpečiť ich odstránenie pred použitím vo vákuu. Je možné použiť jednoduchú metódu čistenia v deionizovanej vode, po ktorom nasleduje vysušenie a chemické čistenie pomocou izopropylalkoholu a acetónu.

Jeden z najpoužívanejších konštrukčných materiálov vo vákuu je nerezová oceľ. V zásade je možné použiť všetky triedy nerezových ocelí, napríklad 1.4301, 1.4401 alebo 1.4878 [26]. Oceľ obsahujúcu nadmerné množstvo aditívnych prvkov, ako napríklad síra alebo selén, nie je vhodné používať. Nerezová oceľ je vhodná vďaka svojím mechanickým vlastnostiam, koróziivzdornosti, jednoduchému opracovaniu a cene. Ďalším veľmi používaným materiálom je hliník a jeho zliatiny (dural). Najčastejšie používané sú zliatiny skupiny 2000 až 6000, zliatiny s vysokým obsahom zinku nie sú vhodné [26]. Výhodou hliníku a jeho zliatin je, že majú nízku desorpciu plynov, sú jednoducho obrobiteľné, ľahké a lacné, avšak nie sú mechanicky a chemicky odolné tak ako oceľ. Ďalej sa často z kovov používa napríklad titán, meď a striebro [26]. Pri používani plastov v prostredí vákua je nutné zvážiť ich relatívne vysokú desorpciu plynov, a preto sa používajú často v prípadoch, keď ich nie je možné nahradiť inými materiálmi. Typicky je používaný Teflon (PTFE, Polytetrafluorethylen), PEEK (Polyetheretherketone), Kapton, Viton a Delrin (POM, Polyoxymethylene)<sup>10</sup>. Ako elektrické izolanty sa vo vákuových systémoch využívajú prevažne keramické materiály. Sú stabilné pri vysokých teplotách a niektoré typy takmer nedesorbujú plyny, avšak ich opracovanie nie je jednoduché. Podobne ako keramika sa môže používať sklo, ktoré je tvrdé, lacné a má nízku tepelnú vodivosť.

Obzvlášť problematické je používanie mazív vo vákuových systémoch. Využívajú sa k zníženiu trenia pohyblivých súčastí. Ďalej sa využívajú napríklad pri mazaní častí, ktoré sa po vypekaní môžu zaseknúť. Mazivá zvyšujú desorpciu plynov, a preto je nutné ich používať iba obmedzene. Vhodné mazivá pre použitie vo vákuu sú v podobe suchých práškov, napríkad grafitového alebo sulfidového. Na druhej strane kvapalinové mazivá, ako napríklad silikónové alebo olejové, znečisťujú zariadenie vo veľkej miere a znižujú kvalitu vákua.

## 1.4 Prúdenie plynu

Prúdenie plynu je objemový proces, počas ktorého nastáva prenos hmoty, energie a hybnosti plynu. V analógii s elektrickým prúdom môžme stanoviť plochu S a množstvo plynu dM, ktorý prejde touto plochou za jednotku času dt. Potom definujeme prúd plynu ako

$$q = \frac{\mathrm{d}M}{\mathrm{d}t}.\tag{1.1}$$

Množstvo prúdiaceho plynu je možné charakterizovať jeho hmotnosťou m, látkovým množstvom, počtom častíc N, objemom V alebo i súčinom tlaku p a objemu V [19].

Prúd plynu pri danom rozdiele tlakov medzi dvoma objemami závisí na rozmeroch a tvare tej časti systému, ktorá tieto objemy spojuje. Počas prúdenia dochádza k treniu plynu, ktoré má iné dôsledky v prípade veľmi krátkeho potrubia vzhľadom k jeho šírke (laminárne prúdenie) ako v prípade veľmi dlhého potrubia (molekulárne prúdenie) [20]. Nakoľko práca s dutým optickým vláknom zahrňuje druhý prípad, budeme sa venovať

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> Teflon, Kapton, Viton a Delrin sú materiály s registrovanou značkou od firmy DuPont [27][28].

iba molekulárnemu prúdeniu.

### 1.4.1 Molekulárne prúdenie plynu v potrubí

Prúdenie plynu pri molekulárnych podmienkach je dané pohybom jednotlivých vzájomne nezávislých molekúl. Tento pohyb molekúl je priamočiary medzi dvoma zrážkami, ku ktorým dochádza predovšetkým na stenách systému [20]. Na otvor plochy S (obr. 1.9) dopadne zľava za jednotku času počet častíc  $\frac{1}{4}n_1\bar{v}S$  a sprava  $\frac{1}{4}n_2\bar{v}S$ . Časticový prúd, ktorý tečie zľava doprava cez plochu S, je daný vzťahom

$$q_{\rm N} = \frac{1}{4} (n_1 - n_2) \bar{v} S, \qquad (1.2)$$

kde po dosadení za jednotlivé koncentrácie

$$n = \frac{p}{kT},\tag{1.3}$$

strednú rýchlosť

$$\bar{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \tag{1.4}$$

a obsahu prierezu kruhového otvoru  $S=\pi r^2,$ získavame výsledný vzťah

$$q_{\rm N} = \frac{\pi r^2}{\sqrt{2\pi m k T}} (p_1 - p_2), \qquad (1.5)$$

kde  $k = 1,38 \times 10^{-23}$  JK<sup>-1</sup> je Boltzmannova konštanta [29], r je polomer potrubia, m je hmotnosť jednej častice prúdiaceho plynu, T je termodynamická teplota plynu, ktorá je v oboch prostrediach rovnaká a  $p_1$  a  $p_2$  sú tlaky plynu na jednotlivých koncoch potrubia.



Obr. 1.9: Dve prostredia spojené potrubím s nenulovým gradientom tlaku plynu.

Podľa vzťahu (1.5) je časticový prúd menší, čím je väčšia termodynamická teplota plynu a hmotnosť jeho častíc. Zvýšením rozdielu tlakov plynu na koncoch potrubia je možné naopak prúd častíc zvýšiť.

### 1.4.2 Technika lokálneho vstrekovania plynu (GIS)

Aplikácia lokálneho vstrekovania plynu sa radí medzi metódy chemickej depozície z plynnej báze. Pri týchto metódach zvyčajne za vysokej teploty vzniká pôsobením prchavého prekurzoru<sup>11</sup> obsahujúceho molekuly materiálu nadeponovaná vrstva

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup>Látka, ktorá sa podieľa na transporte a chemickej reakcii výsledného produktu.

(obr. 1.10) tohto materiálu [30]. Okrem požadovanej nadeponovej vrstvy vznikajú po chemickej reakcii aj komponenty, ktoré sú z povrchu desorbované a následne transportované mimo prostredia vzorky. Avšak časť z nich zostane na vzorke ako nežiadúci materiál.



Obr. 1.10: Princíp metódy GIS.

S použitím metódy GIS sa môžme stretnúť napríklad v kombinácii s rastrovacou elektrónovou mikroskopiou za súčasného použitia fokusovaného elektrónového (FEB, *Focused Electron Beam*) alebo iónového zväzku (FIB, *Focused Ion Beam*). V tejto aplikácii je plyn s molekulami materiálu vedený veľmi tenkými trubičkami až tesne k povrchu vzorky. Na tomto mieste vzniká po ožiarení elektrónovým alebo iónovým zväzkom vrstva deponovanej látky. Posúvaním zväzku eletrónov (FEBID, *Focused Electron Beam Induced Deposition*) alebo iónov (FIBID, *Focused Ion Beam Induced Deposition*) je možné vytvárať rôzne nanoštruktúry na povrchoch materiálov [31].

# 2 Konštrukčná časť

Táto časť je venovaná návrhom modelov upravených dvierok vákuovej komory SEM VEGA umožňujúcich použitie VT UHV SPM, prípadne SPM *LiteScope* a aparatúry pre zavedenie optického vlákna do upravenej komory. Pri jednotlivých návrhoch sú uvedené požiadavky, ktoré je nutné splniť, a ich riešenia. Všetky uvedené a navrhnuté modely vyskytujúce sa v tejto časti sú vytvorené pomocou programu Autodesk Inventor Professional 2018.

## 2.1 Návrh úpravy dvierok vákuovej komory SEM VEGA

Súčasná vakuová komora elektrónového mikroskopu VEGA (obr. 2.1), ktorý je používaný v rámci Ústavu fyzikálneho inžinierstva FSI VUT, je uzatváraná dvierkami, ktorých časťou je držiak vzoriek. Držiak umožňuje posuv vzoriek v troch osiach a ich uhlové natočenie. Posuv je nutné vykonávať mechanicky pomocou mikroskrutiek. Konštrukčné rozmery súčasne používanej komory a dvierok však neumožňujú vloženie a použitie VT UHV SPM (obr. 2.2a) [3] alebo SPM *LiteScope* (obr. 2.2b) [4] v SEM VEGA. Pre použitie SPM v týchto podmienkach je nutná úprava jeho vákuovej komory.



Obr. 2.1: SEM VEGA od firmy TESCAN Brno s.r.o., prevzaté z [32].



Držiak vzorky s mikroposuvom

Obr. 2.2: SPM používajúce sondy na báze piezoelektrickej ladičky: a) VT UHV SPM vlastnej konštrukcie vyvinutý v rámci projektu AMISPEC, b) SPM *LiteScope* od firmy NenoVision s.r.o.

Oba SPM mikroskopy, pre ktoré budú slúžiť upravené dvierka komory SEM VEGA, majú sondu vloženú v držiaku, ktorý je upevnený na manipulátore s makroposuvom. Pomocou neho je možné približiť sondu s hrotom až ku vzorke, ktorá je vložená v držiaku s mikroposuvom. Počas merania je tesná blizkosť hrotu od vzorky zachovaná práve pomocou mikroposuvu. Rastrovanie oblasti vzorky prebieha pomocou veľmi jemného kroku mikroposuvu v dvoch smeroch.

## 2.1.1 Požiadavky

Hlavnou požiadavkou pri návrhu dvierok vákuovej komory je nutné zabezpečenie bezproblémového vloženia SPM. Táto požiadavka sa týka nielen vytvorenia väčšieho

priestoru, ale aj zabezpečenia funkčnosti SPM, ktoré bude schopné merať bez obmedzení konštrukciou komory. Ďalej je potrebné bezproblémovo pohybovať SPM vzhľadom na tubus objektívu SEM VEGA, t.j. aby nenastalo obmedzenie vo vertikálnom smere, čo môže spôsobiť poškodenie držiaku sondy, prípadne samotnej sondy SPM.

Dvierka musia umožniť prepojenie elektroniky, t.j. riadiacej jednotky, so samotným SPM mikroskopom. K tomu by mali slúžiť priechodky typu DN40CF (obr. 2.3a) a DN63CF. Ako alternatívu je možné použiť priechodky typu KF40 (obr. 2.3b) v prípadnej kombinácii s adaptérmi na DN40CF(obr. 2.3c).



Obr. 2.3: Vákuové priechodky ponúkané firmou Kurt J. Lesker Company: a) typu DN40CF, b) typu KF40, c) adaptér KF40 na DN40CF, prevzaté z [33].

Konštrukcia dvierok musí byť mechanicky odolná pri pôsobení atmosferického tlaku po odvzdušnení. Z toho dôvodu je nutné pri výrobe použiť materiál, ktorý je voči takémuto zaťaženiu dostatočne odolný. Ďalej musí byť zvarovateľný spolu s vákuovými priechodkami a deformácia vzniknutá po zvarení by nemala obmedzovať funkčnosť dvierok.



Obr. 2.4: a) Dopadajúce RTG žiarenie je čiastočne absorbované a čiastočne preniká materiálom, b) závislosť hodnoty podielu lineárneho koeficientu útlmu  $\mu$  a hustoty materiálu  $\rho$  od energie fotónov, tzv. hmotnostného lineárneho koeficientu útlmu dopadajúceho RTG žiarenia pre niekoľko druhov materiálu, prevzaté z [34].

Veľký problém, s ktorým sa stretávame v elektrónovej mikroskopii, je vznik RTG žiarenia po dopade primárnych elektrónov s vysokou energiou na vzorku (časť 1.1). Vplyv vzniknutého RTG žiarenia je nežiadúci zo zdravotných dôvodov, a preto je nutné ho potlačiť. Materiál, ktorý bude využitý pri výrobe dvierok, musí mať dostatočnú hrúbku, aby bol schopný tlmiť intenzitu žiarenia o niekoľko rádov. Pre kolmo dopadajúci lúč monoenergetických fotónov s intenzitou I(x) na vrstvu materiálu (obr. 2.4a) s n atómami v jednotkovom objeme je možné vyjadriť zmenu tejto intenzity vzhľadom k súradnici x ako

$$dI(x) = -I(x)n\sigma dx, \qquad (2.1)$$

kde  $\sigma$  je konštanta charakterizujúca pravdepodobnosť rozp<br/>tylu alebo absorpcie fotónu atómami materiálu [35]. Po intergrácii dostávame vzťah

$$I = I_0 e^{-\mu x},\tag{2.2}$$

kde  $\mu = n\sigma$  sa nazýva lineárny koeficient útlmu. Jeho hodnota závisí od energie fotónov dopadajúceho RTG žiarenia a od druhu materiálu, ktorým žiarenie preniká (obr. 2.4b) [35].

Ako môžme vidieť zo vzťahu (2.2), intenzita RTG žiarenia klesá exponenciálne s prejdenou dráhou vo vnútri materiálu. Pomocou známej hodnoty lineárneho koeficientu útlmu  $\mu$  a hrúbky materiálu x = d, môžme určiť pokles intenzity voči jej pôvodnej hodnote. Nakoľko je nutné použiť pri výrobe dvierok materiál s dostatočnou hrúbkou, aby došlo k útlmu žiarenia na prijateľné hodnoty, ich celková konštrukcia musí byť pomerne ľahká. Konštrukcia navrhnutých dvierok by mala umožňovať jednoduchú manipuláciu a k výmene za pôvodné dvierka by mala postačovať jedna osoba.

#### 2.1.2 Riešenie

V návrhu dvierok komory SEM VEGA (obr. 2.5) bola pri výbere materiálu hlavnej časti konštrukcie najvhodnejšia nerezová oceľ triedy 1.4301, ktorá je ľahko dostupná a bežne používaná (časť 1.3.2). Nakoľko bolo nutné zvariť hlavnú časť s priechodkami, ktoré sú vyrobené z nerezovej oceli triedy 1.4307 (jedná sa o verziu triedy 1.4301 s nižším obsahom uhlíka a lepšou zvariteľnosťou), pri zvarovaní nenastali žiadne problémy. Hlavná časť bola vyfrézovaná z jedného kusu. Veľkou výhodou frézovania jedného kusu oproti zváraniu niekoľkých častí bolo dodržanie potrebných tolerancií hlavne vo funkčných častiach, ako je napríklad lem s tesniacim O-krúžkom. Jednotlivé komponenty dvierok komory a jej samotná zvarovaná konštrukcia boli vyrobené firmou Activair s.r.o.

Pri výpočte dostatočnej hrúbky stien dvierok bola použitá hodnota lineárneho koeficientu útlmu  $\mu \approx 6.4 \text{ mm}^{-1}$  [36], ktorá zodpovedá útlmu kolmo dopadajúceho RTG žiarenia o energii 30 keV (najvyššia možná energia dopadajúcich elektrónov na vzorku v SEM VEGA) na čistom železe. Táto aproximácia zodpovedá skutočnosti, že nerezovú oceľ 1.4301 tvorí prevažne železo. Pre čisté železo s hrúbkou d = 1 mm sme podľa (2.2) dostali zníženie intenzity RTG žiarenia približne 600-krát, t.j. každým milimetrom vrstvy železa sa znižuje intenzita žiarenia o túto hodnotu. Pre navrhnutú hrúbku steny 5 mm z nerezovej oceli 1.4301 by sa teda mala pôvodná hodnota intenzity znížiť približne o 13 rádov. V prípade priechodiek, ktoré majú hrúbku steny približne 1,5 mm, je pri kolmo dopadajúcom RTG žiarení hodnota útlmu omnoho nižšia. Avšak z polohy a tvaru priechodiek môžme usúdiť, že len malá časť žiarenia dopadá práve kolmo na ich steny.

Nerezová oceľ je vhodný konštrukčný materiál aj vďaka jej mechanickým vlastnos-

tiam (časť 1.3.2). Po vyčerpaní vzduchu z komory SEM VEGA sú dvierka mechanicky namáhané z dôvodu rozdielu tlakov medzi atmosférou a vákuom vo vnútri komory. Pre navrhnutý tvar, hrúbku stien dvierok a priechodiek bola simulovaná ich deformácia (obr. 2.6) vzniknutá tlakom atmosféry. V porovnaní hodnôt napätí získaných pomocou simulácie, ktoré sa pohybovali v jednotkách MPa, a hodnoty medzi klzu nerezovej oceli, ktorá je približne 200 MPa [37], sú tieto získané hodnoty veľmi malé. Z tohto poznatku vyplýva, že vzniknutá deformácia by nemala výrazne ovplyvniť funkčnosť dvierok komory.



Obr. 2.5: Navrhnutý model dvierok komory pre SEM VEGA.

Rozmery dvierok komory boli zvolené tak, aby umožnili vloženie SPM bez obmedzení konštrukciou komory SEM VEGA. Ďalej sú na dvierkach osadené štyri priechodky typu KF40, ku ktorým je možné jednoducho pripojiť napríklad adaptéry typu DN40CF, rôzne priechodky s potrubím pre plyn, s elektrickými vodičmi a podobne. Výhodou priechodiek typu KF40 oproti typu DN40CF je ich rýchla demontáž a poskytujú dostatočný tesniaci spoj pre vysoké vákum nachádzajúce sa v SEM VEGA. Na vrchnej časti dvierok je osadená samostatná priechodka typu DN63CF, ktorá spolu s dvomi adaptérmi KF40 na DN40CF umožní prepojenie VT UHV SPM s riadiacou jednotkou. V prípade SPM *LiteScope* sú postačujúce priechodky typu KF40. Priechodka



Obr. 2.6: Deformácia navrhnutých dvierok komory pre SEM VEGA. Červené miesta vyznačujú najväčšiu deformáciu, naopak modré miesta odpovedajú najmenšej deformácii. Simulácia bola realizovaná v programe Autodesk Inventor Professional 2018.

typu DN16CF v spodnej časti dvierok umožňuje pripojenie mikroskrutky (obr. 2.7a) s jemným lineárnym posuvom až do 10 mm. Vzhľadom na konštrukčné rozmery oboch SPM a komory SEM VEGA bolo možné zabezpečiť posuv SPM iba v jednej osi. Nakoľko je možné pomocou ofsetu, ktorý zabezpečuje SEM, rastrovať povrch vzorky v dostatočne veľkej oblasti, nie je pohyb v jednej osi priveľmi limitujúci. Posuv mikroskrutky je prenášaný na pohyblivú platňu, ktorá slúži na upevnenie SPM. Pohyb platne sa uskutočňuje pomocou lineárneho vedenia (obr. 2.7b), ktoré je upevnené na platni a taktiež na spodnom protikuse. Mikroskrutka pri svojom pohybe tlačí bezprostredne na plastovú kocku z *Delrinu* upevnenú na platni a tým je platňa uvádzaná do pohybu smerom dopredu. Pre spätný pohyb slúžia tažné pružiny upevnené na spodnej strane platni a na protikuse. V platni sa nachádzajú stavacie skrutky, ktorými je možné upravovať súbežnosť lineárneho vedenia. Nakoľko platňa i protikus nie sú príliš namáhané mechanicky, bola pre ich výrobu použitá zliatina hliníku triedy 5083, ktorá je pevná a v porovnaní s nerezovou oceľou omnoho ľahšia (časť 1.3.2).



Obr. 2.7: Použité súčasti: a) mikroskrutka s lineárnym posuvom od firmy Pfeiffer Vacuum, prevzaté z [38], b) valčekové lineárne vedenie určené pre vákuové technológie od firmy Schneeberger AG, prevzaté z [39].

Pohyb samotných dvierok komory vzhľadom ku SEM sa uskutočňuje pomocou

vodiacich tyčí, ktoré sa pohybujú v lineárnych guličkových ložiskách umiestnených v nehybnej konštrukcii komory SEM. V spodnej časti dvierok je upevnené koliesko, ktoré zmenšuje deformáciu týchto tyčí vzniknutú vlastnou váhou dvierok pri pohybe. Pri častej výmene dvierok je nutné zabezpečiť pravidelné mazanie ložisiek mazivom, aby sa predišlo ich poškodeniu.

Pri odvzdušňovaní komory SEM je potrebné dvierka pritlačiť k stene komory tak, aby bol lem s O-krúžkom v dotyku so stenou. O-krúžok z *Vitonu* je umiestnený vo vyfrézovanej drážke a slúži ako postačujúce tesnenie pre vysoké vákum, ktoré sa nachádza v komore SEM.

## 2.2 Návrh zavádzacej aparatúry pre optické vlákno

Návrhom aparatúry pre zavedenie laserového zväzku a plynu do dutého optického vlákna sa zaoberal V. Slabý vo svojej bakalárskej práci [40]. Aparatúra v jeho práci bola zhotovená primárne pre použitie v kombinácii so SEM LYRA3 od firmy TESCAN Brno s.r.o. Ide o jednoduchú konštrukciu, pomocou ktorej bolo uskutočnených niekoľko experimentov zameraných napríklad na sledovanie prúdenia plynu dutým optickým vláknom alebo overenie funkčnosti tesnenia vlákna medzi prostredím vákua a prostredím s plynom. Avšak pre naše účely je nutné upraviť jej konštrukciu tak, aby ju bolo možné použiť v kombinácii s navrhnutými dvierkami vákuovej komory pre SEM VEGA. Pri našom návrhu zavádzacej aparatúry taktiež využijeme poznatky, ktoré V. Slabý získal počas svojej práce.

### 2.2.1 Požiadavky

Navrhnutá zavádzacia aparatúra (obr. 2.8) musí splňovať niekoľko funkčných požiadaviek. Veľmi dôležitým aspektom je celková hmotnosť jej konštrukcie a stabilita. U konštrukcie s veľkou hmotnosťou môže nastať pri montáži a demontáži obtiažna manipulácia. Súčiastky, ktoré sú vyrobené z oceli, ako napríklad priechodky, príruby, ventily a podobne, majú pomerne veľkú hmotnosť, a preto je nutné ich použiť iba v obmedzenom počte. V prípade stability ide o vplyv mechanických vibrácií aparatúry na funkčnosť SEM. Prenášaním vibracií z aparatúry na dvierka komory mikroskopu sa zníži schopnosť pozorovať vzorku nielen pomocou SEM, ale i SPM. Vhodné upevnenie a tvar zavádzacej aparatúry by mali minimalizovať účinok týchto vibrácii. Avšak musí ísť o jednoduchý spôsob upevnenia, ktorý priveľmi nezvýši obtiažnosť montáže a demontáže.

Ďalšou veľmi dôležitou požiadavkou je bezproblémové zavedenie optického vlákna do zavádzacej aparatúry a upevnenie jeho konca v tesnej blízkosti príruby s okienkom. V tejto časti bude vnikať laserový zväzok do upevneného konca vlákna, ktorý bude fokusovaný optickou sústavou. V tomto návrhu nie je riešená optická sústava pre zavedenie laserového zväzku do vlákna, jej riešením sa zaoberá Bc. Juraj Bobek.

Dutinu optického vlákna je možné použiť pre vedenie plynu z prostredia zavádzacej aparatúry do prostredia vákua v komore SEM VEGA. Aby bolo možné zavádzaciu aparatúru naplniť čistým plynom, je nutné najprv odčerpať z nej atmosferický vzduch. Odčerpanie vzduchu bude možné pomocou vákuovej pumpy, ktorá je súčasťou SEM VEGA. Pre spustenie alebo zastavenie odčerpávania vzduchu bude slúžiť odčerpávací ventil umiestnený tesne za vákuovou prírubou. Ďalej bude súčasťou zavádzacej aparatúry ihlový ventil pre fľašu s plynom, ktorý umožní jemné vpúšťanie plynu z fľaše do prostredia, ktorom je vložený koniec vlákna. Pre kontrolu tlaku plynu, ktorý sa nachádza v zavádzacej aparatúre, bude slúžiť vákuomer Pirani (časť 1.3.1). Pre zamedzenie vniku plynu do prostredia s vákuom v komore SEM VEGA bude slúžiť práve odčerpávací ventil umiestnený tesne za prírubou a tesnenie v mieste výstupu vlákna zo zavádzacej aparatúry.



Obr. 2.8: Jednoduchá schéma aparatúry pre zavedenie laserového zväzku a plynu do dutého optického vlákna.

## 2.2.2 Riešenie

V návrhu zavádzacej aparatúry pre optické vlákno (obr. 2.9) bolo najvhodnejšie použiť prírubu typu KF40 s navarenými tenkými potrubiami pre vedenie kvapalín a plynov. Jedná sa o produkt od firmy Kurt J. Lesker Company, ktorý je možné zakúpiť v rôznych prevedeniach zakončenia potrubí. V našom prípade sme použili prírubu s priechodzími potrubiami vo vákuovej časti a so skrutkovaním VCR s vonkajším závitom v časti mimo vákua. Priechodzie potrubia vo vákuovej časti boli skrátené na dĺžku asi 40 mm. K jednému z potrubí, ktoré bude slúžiť pre zavedenie optického vlákna, bolo pripojené nerozoberateľné Swagelok skrutkovanie<sup>1</sup>. Dôvod, prečo bolo použité skrutkovanie Swagelok, je nutnosť tesnenia optického vlákna. V bakalárskej práci V. Slabého bolo vyrobené a otestované funkčné tesnenie z Teflonu (obr. 2.10a) používané práve s týmto typom skrutkovania. Ide o tesnenie, ktoré sa vplyvom tlaku spôsobeného pritiahnutím skrutky deformuje v radiálnom smere, a tým vzniká priamy dotyk s optickým vláknom. Tento typ tesnenia optických vlákien sa bežne používa vo vákovej technike [41]. K potrubiu so skrutkovaním VCR v časti mimo prostredia vákua je pomocou adaptéru z VCR na DN16CF pripojený 5-kríž s prírubami DN16CF. Optické vlákno umiest-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> VCR a Swagelok skrutkovania sú registrovanou značkou od firmy Swagelok [42].

nené v potrubí zakončeného *Swagelok* skrutkovaním je navedené priamo až ku prírube s okienkom, kde je jeho koniec upevnený pomocou prítlačného držiaku (obr. 2.10b). Ide o valček z *Delrinu* pozostávajúci z dvoch rovnakých kusov s navŕtanými priechodzími dierami určených pre lepšie odvzdušňovanie. Priemer držiaku bol zvolený tak, aby po vložení do priechodky 5-kríža išlo o uloženie s malou vôľou. Držiak bol vyrobený v dielni na Ústave fyzikálneho inžinierstva FSI VUT.



Obr. 2.9: Model zavádzacej aparatúry s pridanými elektrickými priechodkami.



Obr. 2.10: a) Teflónový kužeľ slúžiaci ako tesnenie vlákna, b) držiak konca vlákna umiestnený tesne za prírubou s okienkom.

Pre odčerpávanie vzduchu zo zavádzacej aparatúry slúži odčerpávací ventil, ktorý je prepojený s druhým priechodzím potrubím na KF40 prírube pomocou vlnovca s *VCR* skrutkovaním. Pre prepojenie bolo nutné použiť adaptér z *VCR* na DN16CF. Z dôvodu možnosti pridania ďalších funkcií zavádzacej aparatúry (napríklad zapojenie elektrických súčiastok v prostredí s plynom pomocou elektrickej priechodky) bolo pripojenie adaptéru s ventilom realizované priechodkou v tvare T. Počas odčerpávania vzduchu

zo zavádzacej aparatúry je odčerpávací ventil otvorený. Pre úplne odčerpanie vzduchu je nutné otvoriť i ihlový ventil, na ktorom je pripojená uzavretá fľaša s plynom. Po zatvorení odčerpávajúceho ventilu sa prestane vzduch zo zavádzacej aparatúry odčerpávať a následne po uzavretí ihlového ventilu je možné fľašu s plynom otvoriť. Pomalým otváraním ihlového ventilu sa začne jemne vpúšťať plyn z fľaše do prostredia zavádzacej aparatúry. Tlak plynu v zavádzacej aparatúre je sledovaný vákuomerom Pirani. Vákuomer je pripojený k 5-krížu priechodkou v tvare T, ktorá bola použitá rovnako z dôvodu možnosti pridania ďalších funkcií. Priechodky v tvare T boli umiestnené v oboch častiach zavádzacej aparatúry, t.j. v časti s plynom, a v časti, z ktorej je neustále odčerpávaný vzduch spolu s komorou SEM VEGA.

## 2.3 Testovanie dvierok komory SEM VEGA a zavádzacej aparatúry pre optické vlákno

Montáž dvierok komory SEM VEGA z vyrobených komponentov, a zavádzacej aparatúry pre optické vlákno dopadla úspešne. Počas prevádzky dvierok komory nenastali žiadne problémy s tesnením alebo so zvarmi. Taktiež bola otestovaná schopnosť SEM VEGA snímať vzorku (obr. 1.2), pričom kvalita snímky zostala zachovaná. Manipulácia s upravenými dvierkami komory je jednoduchá a výmena za pôvodné dvierka trvá niekoľko minút.



Obr. 2.11: Snímka pripojenej zavádzacej aparatúry na skonštruovaných dvierkach komory SEM VEGA.

Pre použitie zavádzacej aparatúry pre optické vlákno (obr. 2.11) bolo nutné skonštruovať pohyblivý stojan, aby nebola jej konštrukcia príliš mechanicky namáhaná a nemohlo dôjsť k jej poškodeniu. Ide o jednoduchú hliníkovú konštrukciu s T-drážkou od firmy ALUTEC KK s.r.o., po ktorej sa pohybuje doska z *Delrinu*. Stojan je pevne pripevnený k stolu SEM VEGA pomocou montážnych svoriek. Zavádzacia aparatúra je počas prevádzky pripojená k dvierkam komory a položená na pohyblivej doske. Pre zväčšenie stability optickej časti zavádzacej aparatúry bol vyrobený blok z *Delrinu* upevnený na priechodke dvierok komory, ku ktorému vedú tyče až od optickej časti. Výroba upevňovacieho bloku prebiehala v dielni na Ústave fyzikálneho inžinerstva FSI VUT.

Počas testovania netesností zavádzacej aparatúry pre optické vlákno nastalo niekoľko problémov. Ihlový ventil netesnil a bolo potrebné ho vymeniť za funkčný, ktorý tesní a je ním možné jemne vpúšťať plyn do aparatúry. Ďalej je problém s redukčným ventilom pre fľašu s plynom a jeho tesnením, pretože nie je vhodné pre vysoké vákuum, ktoré sa počas čerpania nachádza v zavádzacej aparatúre a v komore SEM VEGA. Avšak pre experimenty, ktoré boli prevedené v experimentálnej časti (časť 3.1.2), nemalo použitie tohto redukčného ventilu žiadny výrazný vplyv. V blízkej budúcnosti je plánovaná výmena súčasne používaného redukčného ventilu za vhodnejší typ.

## 2.4 Implementácia VT UHV SPM do SEM VEGA

Prvým krokom, ktorým sme sa zaoberali pri testovaní funkčnosti VT UHV SPM v komore SEM VEGA (obr. 2.12), bolo sledovanie pohyblivosti platne, na ktorej bolo pripevnené VT UHV SPM. Jemný posuv platne pomocou mikroskrutky nebol obmedzený vzniknutým zaťažením a aj pri veľkom priblížení bol súvislý posuv zachovaný.

Pri pohybe manipulátoru s makroposuvom, v ktorom je upevnený držiak sondy AFM, nenastalo obmedzenie tubusom SEM VEGA vo vertikálnom smere. Avšak pre ďalšie experimenty, ktoré budú v budúcnosti prebiehať za použitia kremennej ladičky, bude potrebné znížiť držiak vzorky pre bezproblémovú manipuláciu so sondou s hrotom.



Obr. 2.12: Snímka VT UHV SPM vloženého v SEM VEGA za použitia upravených dvierok komory.

Ďalším krokom bolo pozorovanie sondy AFM so skúšobnou vzorkou pomocou SEM

VEGA (obr. 2.13). Pomocou ofsetu o veľkosti rádovo až stoviek mikrometrov, ktorý zabezpečuje SEM VEGA, je možné posúvať sledovanú oblasť vzorky. Pozorovaný obraz bol v ojedinelých prípadoch deformovaný negatívnymi vplyvmi, ako napríklad mechanickými vibráciami stolu SEM VEGA alebo samotnej budovy. Avšak účinky týchto vplyvov boli v krátkej časovej dobe utlmené.



Obr. 2.13: Snímky VT UHV SPM získané pomocou SEM VEGA: a) pohľad na sondu AFM so vzorkou, b) priblížený pohľad na sondu s hrotom v oblasti vyznačenej červenou farbou.

Posledná časť testovania spočívala v meraní topografie skúšobnej medenej vzorky vo vákuu komory SEM VEGA pomocou VT UHV SPM (obr. 2.14). Pri meraní bola použitá komerčne dostupná sonda *Akiyama* [43], ktorá pracuje na princípe kremíkovej ladičky. Meranie dopadlo uspokojivo a v nameranej topografii nie je výrazne viditeľný negatívny vplyv spôsobený mechanickými vibráciami.



Obr. 2.14: Snímka zmeranej topografie skúšobnej medenej vzorky pomocou VT UHV SPM v prostredí vákua komory SEM VEGA.

# 3 Experimentálna časť

Táto časť je venovaná charakteristike jednotlivých použitých optických vlákien a prezentácii výsledkov získaných pomocou meraní na AFM (časť 1.2.1) za použitia upravených optických vlákien. Navyše sú uvedené výsledky z meraní plynovej priepustnosti dutého optického vlákna pomocou analýzy zbytkových plynov v komore SEM VEGA, pričom boli použité upravené dvierka komory a zavádzacia aparatúra pre optické vlákno. Merania boli realizované kvadrupólovým hmotnostným spektrometrom *PrismaPlus* od firmy Pfeiffer Vacuum.

## 3.1 Pozorovanie vlastností optických vlákien rôznych typov

V práci sa stretneme s troma typmi optických vlákien. Prvý typ vlákna je SM600 od firmy Thorlabs. Ide o jednovidové<sup>1</sup> (SM, *Single Mode*) optické vlákno s plným jadrom, ktoré má väčší index lomu ako opláštenie (obr. 3.1a). Vlákno má podobné fyzikálne vlastnosti ako ďalšie používané typy optických vlákien, a jeho veľká výhoda spočíva v jeho relatívne nízkej cene. Vlákno nie je v tejto práci určené pre vedenie svetla, ale iba pre experimentálne účely týkajúce sa jeho úpravy a použitia ako sondy AFM. Fyzikálne parametre tohto typu optického vlákna sú:

- priemer akrylátovej krycej vrstvy  $(245 \pm 15) \ \mu m$ ,
- priemer opláštenia  $D = (125 \pm 1) \ \mu m$ ,
- priemer jadra nie je bližšie špecifikovaný.

Ďalší typ použitého optického vlákna je LMA-5 od firmy NKT Photonics. Jedná sa o vlákno z fotonického kryštálu (obr. 3.1b a 1.6b) s veľkou oblasťou vidu (LMA, *Large Mode Area*) a s nízkymi svetelnými stratami pre vlnové dĺžky svetla od 400 nm do 1700 nm [17]. Výhodou tohto typu vlákna je vedenie svetla prakticky iba v oblasti plného jadra a prípadné použitie vzduchových dutín pre vedenie plynu. Fyzikálne parametre optického vlákna typu LMA-5 sú:

- priemer akrylátovej krycej vrstvy  $(245 \pm 10) \ \mu m$ ,
- priemer opláštenia  $D_{\text{LMA}} = (125 \pm 2) \ \mu\text{m},$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Tento typ vlákna je používaný pre prenos informácií na dlhé vzdialenosti.

- priemer oblasti so vzduchovými dutinami  $d_{\rm LMA}\approx 35~\mu{\rm m},$
- priemer jadra  $(5,0 \pm 0,5)$  µm,
- priemer jednej vzduchovej dutiny  $\sim 1.2 \ \mu m$ .

Tretím typom optického vlákna, ktoré by mohlo byť prípadne použité, je vlákno HC-532-02 (obr. 3.1c) z fotonického kryštálu s dutým jadrom (HC, *Hollow Core*) vedúce svetlo iba v úzkej oblasti spektra (530  $\pm$  5) nm [44]. Vlákno bolo produktom ponúkaným firmou NKT Photonics, avšak v súčastnosti už nie je viac dostupné. Existujú dostupné varianty tohto typu pre vlnové dĺžky v infračervenej oblasti spektra žiarenia. Svetlo sa šíri prakticky iba dutým jadrom, ktoré môže byť využité spolu s dutinami v mikroštruktúrovanej oblasti pre vedenie plynu. Nevýhodou je jeho vysoká cena a náchylnosť na poškodenie mikroštruktúrovanej oblasti, čo znižuje schopnosť viesť svetlo. Fyzikálne parametre vlákna HC-532-02 sú:

- priemer akrylátovej krycej vrstvy  $(241 \pm 20) \mu m$ ,
- priemer opláštenia  $D_{\rm HC} = (81 \pm 5) \ \mu m$ ,
- priemer mikroštruktúrovanej oblasti  $d_{\rm HC} \approx 23 \ \mu {\rm m},$
- priemer dutého jadra  $(4,8 \pm 0,5)$  µm,
- priemer jednej vzduchovej dutiny v mikroštruktúrovanej oblasti  $\sim 1,5~\mu{\rm m}.$



Obr. 3.1: Schémy rezov použitými optickými vláknami, ktoré sú zbavené akrylátovej krycej vrstvy: a) plné vlákno typu SM, b) vlákno z fotonického kryštálu typu LMA, c) vlákno z fotonického kryštálu typu HC.

#### 3.1.1 Meranie topografie na AFM pomocou optických vlákien

Uvedené nasledujúce merania topografií pomocou AFM boli uskutočnené na SPM *LiteScope*. Cieľom týchto meraní bolo skúmať vhodnosť optického vlákna použitého ako sondy AFM. Pomocou získaných výsledkov je v neposlednom rade našou snahou ďalej skúmať použitie dlhého optického vlákna ako sondy AFM, ktoré by umožnilo naviac

vedenie laserového zväzku a plynu až ku skúmanej vzorke (časti 1.2.2 a 1.4.2).

Z dôvodu pomerne nízkej ceny bolo pri výrobe sónd použité plné optické vlákno SM600. Pred jeho samotnou implementáciou do AFM predchádzala jeho úprava, ktorá spočívala v leptaní opláštenia v HF. Leptaním vlákien sa zaoberal Bc. Juraj Bobek. Pomocou leptania v HF boli priemery opláštenia zmenšené na hodnoty 50 µm až 100 µm. Leptaním opláštenia nebolo potrebné získať presne definované hodnoty priemerov. Avšak bolo nutné vlákna zúžiť, aby bolo možné použiť ich ako sondu AFM. Ďalším zámerom leptania bolo osvojenie si práce s vláknom, ktoré bolo po takýchto úpravách oveľa menej pevnejšie, a preto bolo nutné zaobchádzať s ním opatrne.

Výroba sónd spočívala v lepení vyleptaných vlákien rôznych veľkostí na piezoelektrické ladičky s rezonančnou frekvenciou 32 768 Hz udávanou výrobcom. Pri lepení bolo použité lepidlo, ktoré je nutné vytvrdiť ultrafialovým žiarením. Vlákna boli lepené na ladičky v troch rôznych variantách (obr. 3.2). Úpravám konca vlákna do tvaru hrotu nebolo venované veľké úsilie. Konce vlákien boli jednoducho ulomené, z toho dôvodu bolo vytvorených viac kusov sónd u všetkých troch variánt a merania s najlepším výsledkom sú uvedené v tejto časti.

Naším úsilím bolo postupne sledovať vplyv polohy nalepeného vlákna na zmenu rezonančných vlastností ladičky a jej schopnosti zmerať topografiu vzorky. Nakoľko naším hlavným cieľom je implementovať duté optické vlákno do AFM, bola venovaná veľká pozornosť práci s dlhým optickým vláknom (obr. 3.2c). Vlákno bolo prilepené k ladičke na dvoch miestach tak, aby bolo možné použiť metódu založenú na meraní šmykovej sily rovnako ako u SNOM (časť 1.2.2).



Obr. 3.2: Schémy ladičiek po nalepení hrotov z vyleptaných plných optických vlákien a ich poloha počas snímania topografie vzorky. Modrá kvapka znázorňuje miesto, v ktorom bolo aplikované lepidlo, a) klasický režim, b) metóda merania šmykovej sily s krátkym optickým vláknom, c) metóda merania šmykovej sily s dlhým optickým vláknom.



Obr. 3.3: Držiak sondy s ladičkou používaný na SPM *LiteScope*: a) v klasickom AFM režime, b) v režime merania šmykovej sily.

Prvé meranie bolo realizované krátkym vláknom umiestneným na ladičke tak, aby

bolo možné zmerať topografiu vzorky v klasickom AFM režime (obr. 3.2a a 3.4a). K meraniu bol použitý držiak sondy (obr. 3.3a) pre SPM *LiteScope*, ktorý je navrhnutý k používaniu ladičiek s hrotom. Cieľom tohto merania bolo testovanie schopnosti hrotu vlákna (obr. 3.4b) vzniknutého jednoduchým ulomením zmerať kalibračnú mriežku TGQ1 [45]. Výsledok merania kalibračnej mriežky na vzduchu bol uspokojivý (obr. 3.4c), čím sa osvedčilo použitie ulomeného vlákna ako sondy AFM.



Obr. 3.4: Sonda AFM pre meranie topografie v klasickom režime, a) snímka ladičky s vláknom, b) snímka hrotu zo SEM, c) zmeraná topografia kalibračnej mriežky.

Druhý spôsob merania pomocou optických vlákien bol uskutočnený metódou merania šmykovej sily. Krátke vlákno bolo pripevnené pozdĺž ladičky (obr. 3.2b a 3.5a), ktorá kmitala v smere rovnobežnom s povrchom vzorky. Aby bolo možné použiť tento režim merania, bolo nutné zahnúť vodivé drôtiky ladičky, čo umožnilo jej vloženie do držiaku (obr. 3.3b) vo zvislom smere. Účelom týchto meraní bolo otestovať schopnosť zariadenia *LiteScope* merať v tomto režime a osvojiť si postup pri nastavení jednotlivých parametrov merania. Zmeraný obraz topografie kalibračnej mriežky na vzduchu (obr. 3.5c) bol uspokojivý, avšak pri tomto režime merania sa začal vyskytovať jemný šum. Táto skutočnosť mohla nastať z niekoľkých dôvodov. Mohlo ísť napríklad o výraznú zmenu rezonančných vlastností ladičky po upevnení vlákna, o nedostačnú ostrosť hrotu vlákna (obr. 3.5b), o nesprávne nastavenie parametrov počas merania alebo o samotné vloženie ladičky do držiaku, ktorý nie je navrhnutý pre meranie s uložením ladičky vo zvislej polohe.



Obr. 3.5: Sonda AFM s krátkym vláknom pre meranie topografie v režime merania šmykovej sily, a) snímka ladičky s vláknom, b) snímka hrotu zo SEM, c) zmeraná topografia kalibračnej mriežky.

Posledné meranie bolo realizované rovnakým spôsobom ako predošlé, avšak bolo

použité vlákno o dĺžke približne 20 mm. Vyleptaná časť vlákna, ktorá bola zbavená akrylátovej krycej vrstvy, bola prilepená ku kmitajúcej časti ladičky a časť s akrylátovou vrstvou bola prilepená k valcovému základu ladičky (obr. 3.2c a 3.6a). Týmto spôsobom lepenia bolo snahou zlepšiť samotnú manipuláciu s vláknom a zároveň výrazne nezmeniť rezonančné vlastnosti ladičky. Pri skúmaní týchto vlastností sme zaznamenali výraznú zmenu, čo ovplyvnilo celé meranie, ktoré prebehlo rovnako na vzduchu ako predchádzajúce merania. Táto zmena mohla vzniknúť napríklad z dôvodu lepenia vlákna na dvoch miestach, použitia príliš veľkého množstva lepidla u vyleptanej časti vlákna alebo použitia dlhého a pomerne tuhého vlákna, ktoré prekážalo kmitaniu ladičky. V prípade použitia rozličnej dĺžky časti vlákna s akrylátovou vrstvou by podľa našich predpokladov nemalo mať žiadny ďalší výrazný vplyv na tieto vlastnosti. Aj napriek obtiažnemu meraniu, ktoré si vyžadovalo neustálu pozornosť a vylaďovanie parametrov, sme získali topografiu kalibračnej mriežky (obr. 3.6c). Avšak kvalita zosnímanej topografie je v porovnaní s predošlými meraniami menej uspokojivá. Výrazne sa prejavil šum, ktorý bol spôsobený zhoršenými rezonančnými vlastnosťami ladičky a taktiež pravdepodobne hrotom (obr. 3.6b), ktorý prečnieval z ladičky viac ako 1 mm.



Obr. 3.6: Sonda AFM s dlhým vláknom pre meranie topografie v režime merania šmykovej sily: a) snímka ladičky s vláknom, b) snímka hrotu zo SEM, c) zmeraná topografia kalibračnej mriežky.

Našou ďalšou snahou bude venovať sa úprave dutých optických vlákien a ich implementáciou do AFM. Veľká pozornosť bude taktiež patriť sledovaniu rôznych vplyvov na meranie topografie pomocou dlhých vlákien.

## 3.1.2 Meranie plynovej priepustnosti dutého optického vlákna typu LMA-5

Naším cieľom je využiť vzduchové dutiny optického vlákna typu LMA-5 k vedeniu plynu (časť 1.4.2). Jedná sa o kapiláry s priemerom približne 1,2 µm. Prúdenie plynu v kapiláre je zložitý proces. V prípade výpočtu času prieniku molekúl z atmosféry do vákuového systému cez kapiláru je možné situáciu zjednodušiť. Ide o skutočnosť, že pred uskutočnením tohto procesu sa vnútri kapiláry nenachádzajú žiadne molekuly a priemer kapiláry je taký malý, že sa uplatňuje iba molekulárne prúdenie (časť 1.4.1) [46]. Čas, za ktorý preniknú molekuly z jednej strany kapiláry o dĺžke l a priemeru 2R

na druhú stranu vloženú vo vákuu, je

$$\tau_{\rm K} = \frac{3l^2}{8R^2nA_{\rm M}},\tag{3.1}$$

kde *n* je koncentrácia molekúl a  $A_{\rm M}$  je plocha jednej molekuly [46]. Počas merania priepustnosti bolo použité optické vlákno o dĺžke l = 0,75 m a s polomerom kapiláry R = 0,6 µm. Pre plyn, ktorý pozostával z molekúl dusíku N<sub>2</sub> o ploche jednej molekuly  $A_{\rm M} = 0,48$  nm<sup>2</sup> [47], s teplotou  $T \approx 300$  K a tlakom  $p = 5 \times 10^4$  Pa, môžme vypočítať koncentráciu *n* podľa vzťahu (1.3). Z dôvodu jednoduchej manipulácie a použitia vlákna ako AFM sondy v budúcnosti sme zvolili dostatočnú dĺžku vlákna 0,75 m. Pre tieto známe parametre dostávame teoretickú hodnotu času prieniku molekúl plynu z jedného konca kapiláry na druhý  $\tau_{\rm K} \approx 28$  hod. Pretože ide o veľmi zjedodušenú situáciu, v ktorej berieme do úvahy len molekulárne prúdenie a nie difúziu molekúl<sup>2</sup>, je táto hodnota len informačná a použili sme ju pri odhade trvania nášho experimentu.



Obr. 3.7: Schémy oboch častí experimentu: a) meranie časovej závislosti prúdu častíc počas čerpania vzduchu z komory SEM VEGA, b) meranie plynovej priepustnosti dutého optického vlákna.

Meranie bolo rozdelené na dve časti. Prvá časť spočívala v čerpaní vzduchu z komory SEM VEGA po dobu asi 25 hodín, čím sa tlak v komore ustálil na medzný tlak približne  $3.5 \times 10^{-4}$  Pa. Počas čerpania bol k dvierkam pripojený kvadrupólový hmotnostný spektrometer *PrismaPlus* a vákuomer typu Penning s väčším rozsahom merania tlaku ako má Pirani vákuomer v zavádzacej aparatúre pre optické vlákno (obr. 3.7a). Spektrometer dokáže priamo zmerať závislosť intenzity (prúdu) častíc od ich hmotnosti alebo časovú závislosť prúdu častíc s rovnakou hmotnosťou<sup>3</sup>. Cieľom tohto merania bolo sledovanie časovej závislosti prúdu molekúl vody H<sub>2</sub>O, dusíku N<sub>2</sub> a kyslíku O<sub>2</sub> (obr. 3.8), pretože ide o molekuly, ktoré sú najviac obsiahnuté v komore SEM VEGA. Naším zámerom bolo sledovať tiež hodnotu prúdu častíc argónu Ar, avšak

 $<sup>^{2}</sup>$ Ide o proces, kedy sa molekuly plynu pohybujú z miest s vyššou koncentráciou do miest s nižšou koncentráciou, pričom má systém snahu nadobudnúť rovnovážny stav [46].

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Častice je možné rozlíšiť len podľa ich hmotnosti, ale nie podľa prvkového zloženia. To znamená, že v prípade častíc s rovnakou hmotnosťou sa môže jednať o dve chemicky rôzne častice. V prípade hmotnosti 32 amu môže ísť o molekulu dusíku N<sub>2</sub> alebo oxidu uhoľnatého CO, však túto hodnotu priraďujeme N<sub>2</sub> z dôvodu vysokého zastúpenia v atmosfére.

tieto hodnoty boli nezaznamenateľné v režime, v ktorom spektrometer PrismaPlus pracoval. Jednotlivé prúdy sa pri dosiahnutí medzného tlaku tiež ustálili. Hodnota prúdu pre molekuly N<sub>2</sub>, ktorá sa pohybovala okolo 11,9 pA, bude ďalej použitá ako referenčná hodnota. Po skončení merania bolo len informačne zmerané spektrum častíc, ktoré sa nachádzajú v komore SEM VEGA (obr. 3.9). Keďže komora mikroskopu sa nevypeká (časť 1.3.2), má H<sub>2</sub>O vysoké zastúpenie v zbytkovej atmosfére, ktorá sa v nej nachádza.



Obr. 3.8: Časová závislosť prúdu molekúl  $H_2O$ ,  $N_2$  a  $O_2$  počas čerpania vzduchu z komory SEM VEGA. Náhle výchylky hodnôt boli spôsobené pravdepodobne spektrometrom a nemajú pre nás žiadnu výpovednú hodnotu.



Obr. 3.9: Spektrum častíc obsiahnutých v zbytkovej atmosfére v komore SEM VEGA po ustálení tlaku na medzný tlak  $3.5 \times 10^{-4}$  Pa.

Druhá časť experimentu spočívala navyše v pripojení zavádzacej aparatúry spolu s optickým vláknom (obr. 3.7b). V prvom prípade bolo použité krátke nepriepustné plné vlákno typu SM600 (obr. 3.1a), čím sa testovalo tesnenie z *Teflonu* (časť 2.2.2). Zavádzacia aparatúra bola najprv odčerpávaná spolu s komorou SEM VEGA, po niekoľkých hodinách sa odčerpávací ventil uzavrel a zavádzacia aparatúra sa napustila plynom N<sub>2</sub> na tlak približne  $5 \times 10^4$  Pa. Túto hodnotu tlaku sme ešte dokázali zaznamenať vákuomerom Pirani, a pri vyšších tlakoch by nastal problém s tesnením prírub aparatúry, pretože nie sú určené pre tlaky vyššie ako je atmosférický tlak. S tesnením z *Teflonu* nenastali žiadne problémy a ako sme očakávali, medzný tlak sa ustálil po asi 16 hodinách na hodnotu približne  $3.5 \times 10^{-4}$  Pa. Nastalo taktiež očakávané ustálenie prúdu molekúl N<sub>2</sub> na hodnotu pohybujúcu sa okolo 11,9 pA (obr. 3.10).



Obr. 3.10: Časová závislosť prúdu molekúl  $N_2$  v komore SEM VEGA v prípade použitia nepriepustného plného optického vlákna typu SM600. V meraní sa vyskytli náhle výchylky hodnôt, ktoré boli spôsobené pravdepodobne spektrometrom.



Obr. 3.11: Časová závislosť prúdu molekúl  $N_2$  v komore SEM VEGA v prípade použitia dutého optického vlákna typu LMA-5: a) s jemne pritiahnutým tesnením z *Teflonu*, b) s pevne pritiahnutým tesnením z *Teflonu*. V meraní sa taktiež vyskytli náhle výchylky hodnôt, ktoré boli spôsobené pravdepodobne spektrometrom.

V druhom prípade sa použilo duté optické vlákno typu LMA-5 (obr. 3.1b). Vlákno malo dostatočnú dĺžku na to, aby jeden koniec bol umiestnený v blízkosti spektrometru v komore SEM VEGA, zatiaľčo druhý bol upevnený v držiaku (časť 2.2.2) v zavádzacej aparatúre. Týmto usporiadaním by sa mal plyn prepustený dutým vláknom dostať do kontaktu s ionizačnou časťou spektrometru. Experiment priebiehal rovnako ako v prvom prípade s plným vláknom. Po niekoľkých hodinách čerpania vzduchu z komory mikroskopu a zavádzacej aparatúry bol odčerpávací ventil uzavretý a aparatúra sa naplnila plynom  $N_2$  na tlak približne  $5 \times 10^4$  Pa ako v prípade s plným vláknom. Meranie v tomto usporiadaní sa uskutočnilo dvakrát.

Prvé meranie prebiehalo s jemne utiahnutím tesnením z *Teflonu* (obr. 3.11a). Vlákno nebolo dostatočne utesnené a plyn zo zavádzacej aparatúry čiastočne prenikal do komory mikroskopu. Táto skutočnosť mala za následok zvyšenú hodnotu prúdu molekúl N<sub>2</sub> oproti ustálenej hodnote 11,9 pA v predchádzajúcom prípade. Tlak v komore mikroskopu sa po čase ustálil na hodnotu  $4,1\times10^{-4}$  Pa. Približne po 10 hodinách od naplnenia zavádzacej aparatúry nastal pozvoľný nárast prúdu molekúl N<sub>2</sub>, ktorý trval skoro ďalších 10 hodín a potom prúd prestal narastať. S veľkou pravdepodobnostou išlo o prenikanie plynu z dutého vlákna a nárast plynu bol spôsobený prúdením molekúl N<sub>2</sub> postupne z ďalších kapilár. Čas nárastu prúdu rádovo zodpovedá teoretickej hodnote, ktorú sme dostali zo vzťahu (3.1), avšak teoretická hodnota je oveľa vyššia, pretože pri výpočte nebola uvažovaná difúzia molekúl.

Pri druhom meraní bolo tesnenie z *Teflonu* pevne utiahnuté (obr. 3.11b), čím sa predišlo prípadnému prieniku molekúl N<sub>2</sub> do komory SEM VEGA. Nárast prúdu nenastal ani po 25 hodinách, pričom sa jeho hodnota znížila dokonca pod hodnotu 11,9 pA, ktorá bola nameraná s nepriepustným plným vláknom. Medzný tlak v komore mikrosopu sa ustálil na rovnakej hodnote  $3,5\times10^{-4}$  ako v predošlých prípadoch. Celý experiment sme opakovali pre plyn Ar, pričom hodnoty prúdu častíc Ar zostali aj po približne 25 hodinách nemerateľné v režime, v ktorom pracoval spektrometer. Nárast prúdu nenastal pravdepodobne z dôvodu pevného utiahnutia tesnenia z *Teflonu*. Tým sa mohli kapiláry vo vlákne poškodiť a vlákno stratilo schopnosť viesť plyn, hoci po prezretí vytiahnutého vlákna nebolo pozorované jeho výrazné poškodenie.

V najbližších krokoch je plánované zapojenie ďalšej vákuovej vývevy do komory SEM VEGA pre získanie vyššieho stupňa vákua, čím sa umožní použitie citlivejšieho meracieho režimu spektrometru *PrismaPlus*. Pozornosť bude venovaná taktiež vplyvu utiahnutia tesnenia z *Teflonu* na poškodenie vnútorných štruktúr dutého vlákna.

# Záver

Pri riešení tejto bakalárskej práce bolo v prvom kroku potrebné oboznámiť sa s používanými meriacími a experimentálnymi technikami rastrovacej elektrónovej mikroskopie a rastrovacej sondovej mikroskopie. Ďalej bolo nutné zaoberať sa vákuovou technikou a požiadavkami, ktoré sa kladú pri návrhu konštrukcií vákuových zariadení (časť 1). Získané poznatky boli využité pri návrhu konštrukcie dvierok vákuovej komory pre SEM VEGA (časť 2.1) a aparatúry pre zavedenie laserového zväzku a plynu do dutého optického vlákna (časť 2.2).

Počas práce boli skonštruované funkčné dvierka komory SEM VEGA. Skúška vákuových netesností prebehla úspešne a dvierka boli otestované spolu s VT UHV SPM (časť 2.4). Ďalej bola skonštruovaná zavádzacia aparatúra pre optické vlákno, ktorá pre naše experimentálne účely bola funkčná, avšak v budúcnosti je plánovaná jej prípadná modifikácia.

Pomocou niekoľkých spôsobov merania na SPM *LiteScope* s plným optickým vláknom pripevneným na ladičke sme testovali vhodnosť použitia vlákna ako sondy AFM (časť 3.1.1). Merania dopadli podľa očakávania, že pri použití dlhšieho vlákna nastávajú väčšie problémy prí získavaní kvalitnej snímky topografie.

V poslednom kroku sme sa zaoberali sledovaním plynovej priepustnosti dutého optického vlákna typu LMA-5 (časť 3.1.2). Merania prebiehali vo vákuovej komore SEM VEGA pomocou kvadrupólového hmotnostného spektrometru *PrismaPlus*, pričom boli použité skonštruované dvierka komory i zavádzacia aparatúra.

V budúcnosti bude veľká pozornosť venovaná vplyvu utiahnutiu tesnenia z *Teflonu* na plynovú priepustnosť dutého optického vlákna typu LMA-5. Ďalej bude našou snahou o jeho implementáciu do VT UHV SPM, prípadne SPM *LiteScope*, za súčasného použitia SEM VEGA. Privedené optické vlákno ako sonda AFM by malo byť schopné snímať topografiu vzorky za súčasného privedenia laserového zväzku a plynu až ku koncu vlákna prilepeného na piezoelektrickej ladičke.

# Literatúra

- NOVOTNY, L., HECHT, B.: Principles of nano-optics. New York: Cambridge University Press, 2006. ISBN 0-521-83224-1.
- [2] MIRONOV, V. L.: Fundamentals of the scanning probe micro scopy. Russian Academy of Science, Nizhniy Novgorod, the textbook for students, 2004, 96 s.
- [3] PAVERA, M.: Konstrukce nízkoteplotních ultravakuových rastrovacích sondových mikroskopů. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 155 s. Vedoucí práce prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
- [4] Nenovision: LiteScope, [online] [cit. 8. 4. 2019] URL: https://www.nenovision.com/litescope/litescopetm/description/
- [5] BOBEK, J.: Příprava a testování SNOM sond speciálních vlastností. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 35 s. Vedoucí prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D..
- [6] DE BROGLIE, L.: Recherches sur la théorie des quanta (Researches on the quantum theory), Paris, 1924, Ann. de Physique (10) 3, 22 (1925).
- [7] VŮJTEK, M., KUBÍNEK, R., MAŠLÁŇ, M.: Nanoskopie. V Olomouci: Univerzita Palackého, 2012, 122 s. ISBN 978-80-244-3102-4.
- [8] MEYER, E., HUG,H. J., BENNEWITZ, R.: Scanning Probe Microscopy: The Lab on a Tip. 1. vyd. Tiergartenstrasse 17: Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2004. 210 s. ISBN: 978-3-662-09801-1.
- [9] Nanoworld: Ultra-Short Cantilevers (for High-Speed AFM), [online] [cit. 24. 12. 2018] URL: https://www.nanoworld.com/Ultra-Short-Cantilevers-USC-F1.2-k 0.15.html
- [10] SANDOZ, P., FRIEDT, J.-M., CARRY, É.: Vibration amplitude of a tip-loaded quartz tuning fork during shear force microscopy scanning, Review of Scientific Instruments 79, 086102 (2008), [online] [cit. 25. 12. 2018] URL: https://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.2965137
- [11] KITTEL, CH.: Introduction To Solid State Physics. 8th ed. John Wiley & sons Inc., 2005. 481 s., ISBN: 0-471-41526-X
- [12] VIG, J. R.: Quartz Crystal Resonators and Oscillators For Frequency Control and Timing Applications - A Tutorial, [online] [cit. 25. 12. 2018]

URL: https://www.researchgate.net/publication/272177403\_Quartz\_Cry stal\_Resonators\_and\_Oscillators\_-\_For\_Frequency\_Control\_and\_Timin g\_Applications\_-\_A\_Tutorial

- [13] WANG, L., XIAOJI, G. X.: Scattering-type scanning near-field optical microscopy with reconstruction of vertical interaction. Nature Communications 6, (2015).
- [14] COURJON, D., BAINER, C.: Near field microscopy and near field optics. Rep. Prog. Phys. 57 (1994)
- [15] TURNER, D. R.: Etch Procedure for Optical Fibers US patent 4469554, (1984).
- [16] HERTL, V.: Příprava a testování SNOM sond se speciálními vlastnostmi. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrst ví, 2016. 28 s. Vedoucí bakalářské práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D..
- [17] NKT Photonics: LMA-5 PCF, [online] [cit. 21. 3. 2019] URL: https://www.nktphotonics.com/wp-content/uploads/sites/3/2015/0 1/LMA-5.pdf?1553157689
- [18] LONA, D. G., et al.: Applicability of low macrobending loss hollow-core PCF to FTTH applications, [online] [cit. 27. 12. 2018] URL: https://www.researchgate.net/publication/262597362\_Applicabili ty\_of\_low\_macrobending\_loss\_hollow-core\_PCF\_to\_FTTH\_applications
- [19] RUSŇÁK, K.: Fyzika a technika vákua, [online] [cit. 2. 12. 2018] URL: https://kfy.zcu.cz/export/sites/kfy/dokumenty/AFY/skripta.fytv .pdf
- [20] GROSZKOWSKI, J.: Technika vysokého vakua. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1981, 440 s.
- [21] Edwards: Pirani gauge APG100-XM, [online] [cit. 19. 4. 2019] URL: https://shop.edwardsvacuum.com/products/d02601000/view.aspx
- [22] Writeup: Pirani gauge A Thermal conductivity Gauge, [online] [cit. 3. 12. 2018] URL: http://instrumentationandcontrollers.blogspot.com/2012/03/pir ani-gauge-thermal-conductivity-gauge.html
- [23] Electronics Tutorials: Wheatstone Bridge, [online] [cit. 1. 4. 2018] URL: https://www.electronics-tutorials.ws/blog/wheatstone-bridge.ht ml
- [24] O'HANLON, J. F.: A user's guide to vacuum technology. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, třetí vydání, 2003, ISBN 978-0-471-27052-2, 516 s.
- [25] JOUSTEN, K., NAKHOSTEEN, C. B.: Handbook of vacuum technology. Weinheim: WILEY-VCH, 2008, ISBN 978-3-527-40723-1, 1002 s. URL: http://www.gbv.de/dms/ilmenau/toc/562965394.PDF
- [26] COYNE, D.: LIGO Vacuum Compatible Materials List. Technická správa, LIGO Laboratory, Caltech MIT, 2014.

- [27] DuPont: High Performance Materials, [online] [cit. 27. 12. 2018] URL: http://www.dupont.com/content/dam/dupont/industries/energy/oi l-gas/documents\_DuPont\_High\_Performance\_Materials.pdf
- [28] DuPont: Delrin, [online] [cit. 27. 12. 2018] URL: http://www2.dupont.com/Czech\_Republic\_Country\_Site/cs\_CZ/Prod ucts\_and\_Services/Products/derlin.html
- [29] NIST: Boltzmann constant, [online] [cit. 2. 12. 2018] URL: https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?k|search\_for=abbr\_i n!
- [30] DORVAL DION, C. A., TAVARES, J. R.: Photo-initiated chemical vapor deposition as a scalable particle functionalization technology, [online] [cit. 28. 12. 2018] URL: https://zenodo.org/record/968600#.XCYjJFxKjIU
- [31] FURUYA, K.: Nanofabrication by advanced electron microscopy using intense and focused beam, [online] [cit. 28. 12. 2018] URL: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5099805/
- [32] AXT: SEM VEGA SB, [online] [cit. 2. 3. 2019] URL: https://www.axt.com.au/vega-sb-full-featured-sem-for-the-pri ce-of-a-bench-top-sem/#1431930789-1-85
- [33] Kurt J. Lesker Company: Vacuum flanges and components, [online] [cit. 2. 3. 2019] URL: https://www.lesker.com/vacuum-flanges-components.cfm
- [34] SEIBERT, J. A., BOONE, J. M.: X-Ray Imaging Physics for Nuclear Medicine Technologists. Part 2: X-Ray Interactions and Image Formation, [online] [cit. 2. 3. 2019] URL: https://www.researchgate.net/publication/8002654\_X-Ray\_Imaging \_Physics\_for\_Nuclear\_Medicine\_Technologists\_Part\_2\_X-Ray\_Interacti ons\_and\_Image\_Formation/figures?lo=1
- [35] NDT Resource Center: Transmitted Intensity and Linear Attenuation Coefficient [online] [cit. 2. 3. 2019] URL: https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Rad iography/Physics/attenuationCoef.htm
- [36] NIST: X-Ray Mass Attenuation Coefficients [online] [cit. 5. 3. 2019] URL: https://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/ElemTab/z26. html
- [37] Novel spol. s.r.o.: Materiálové normy, [online] [cit. 5. 3. 2019] URL: http://www.novel.sk/materialove-normy/
- [38] Pfeiffer Vacuum: Bellows-sealed precision linear feedthrough, [online] [cit. 5. 3. 2019] URL: https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/products/chambers-component s/feedthroughs/linear-feedthroughs/10579/bellows-sealed-precisionlinear-feedthrough-manual-fine-dn-16-cf

- [39] Schneeberger: Type R linear guideways, [online] [cit. 5. 3. 2019] URL: https://www.schneeberger.com/en/products/linear-bearings-and-p rofiled-guideways/linear-bearings/type-r/#downloadscatalogue
- [40] SLABÝ, V.: SNOM sondy se speciálními vlastnostmi. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrst ví, 2015. 34 s. Vedoucí bakalářské práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D..
- [41] ABRAHAM E. R. I., CORNELL E. A.: Teflon feedthrough for coupling optical fibers into ultrahigh vacuum systems. Appl. Opt. 37(10), str. 1762 - 1763, 1998.
- [42] Swagelok: Fittings, [online] [cit. 20. 3. 2019] URL: https://www.swagelok.com/en
- [43] NANOSENSORS: Akiyama-Probe, [online] [cit. 3. 5. 2019] URL: https://www.akiyamaprobe.com/
- [44] NKT Photonics: HC-532-02, [online] [cit. 31. 3. 2019] URL: https://www.nktphotonics.com/wp-content/uploads/sites/3/2015/0 1/HC-532.pdf
- [45] NT-MDT: Test grating TGQ1, [online] [cit. 8. 4. 2019] URL: https://www.ntmdt-tips.com/products/view/tgq1
- [46] DUBRAVCOVÁ, V.: Vákuová a ultravákuová technika Bratislava, ALFA, 1992, 231 s., ISBN: 80-05-01090-7
- [47] National Center for Biotechnology Information: PubChem, [online] [cit. 21. 4. 2019]
  URL: https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Nitrogen

# Zoznam skratiek

$\mathbf{AFM}$	Atomic Force Microscopy – Mikroskopia atomárnych síl
FEB	Focused Electron Beam – Fokusovaný elektrónový zväzok
FEBID	Focused Electron Beam Induced Deposition– Depozícia indukovaná fokusovaným elektrónovým zväzkom
FIB	Focused Ion Beam – Fokusovaný iónový zväzok
FIBID	Focused Ion Beam Induced Deposition – Depozícia indukovaná fokusovaným iónovým zväzkom
FSI	Fakulta strojného inžinierstva
GIS	Gas Injection System – Systém vstrekovania plynu
HC	Hollow Core – Duté jadro
HF	Kyselina fluorovodíková
LMA	Large Mode Area – Veľká oblasť vidu
PEEK	Polyetheretherketone – Polyéteréterketón
POM	Polyoxymethylene – Polyoxymetylén
PTFE	Polytetra fluoroethylene-Polytetra fluóretylén
RTG	Röntgenové žiarenie
SEM	Scanning Electron Microscopy – Rastrovacia eletrónová mikroskopia
SNOM	Scanning Near-Field Optical Microscopy – Rastrovacia optická mikroskopia v blízkom poli
$\mathbf{SPM}$	Scanning Probe Microscopy – Rastrovacia sondová mikroskopia
UHV	Ultra High Vacuum – Ultravysoké vákuum
$\mathbf{VT}$	Variable Temperature – Premenlivá teplota
VUT	Vysoké učení technické

# Zoznam príloh

K bakalárskej práci sú priložené výkresové dokumentácie jednotlivých vyrobených súčastí. Výkresy sú systematicky číselne označené podľa súčastí, ktoré boli použité. V prípade chýbajúcich čísel neprebehla výroba súčastí a výkresové dokumentácie neboli vôbec vytvorené. Priložené upravené verzie výkresových dokumentácií so začiatočnou skratkou XX sú poskytnuté firmou Activair s.r.o.. Jedná sa o výkresové dokumentácie:

- jednotlivých komponentov dvierok komory SEM VEGA,
- zvarovanej konštrukcie dvierok komory SEM VEGA,
- adaptérov pre upevnenie VT UHV SPM a SPM LiteScope,
- priechodky s potrubím pre zavádzaciu aparatúru.