



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**PŘÍPRAVA A TESTOVÁNÍ SNOM SOND SE SPECIÁLNÍMI
VLASTNOSTMI**

PREPARATION OF SNOM PROBES WITH SPECIAL PROPERTIES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Vít Hertl

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Vít Hertl**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.**
Akademický rok: 2015/16

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:

Příprava a testování SNOM sond se speciálními vlastnostmi

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Úkolem bude studovat možnosti užít duté optické vlákno jednak jako zdroje světla pro SNOM mikroskopii a jednak k současnému transportu plynů k povrchu zkoumaného vzorku.

Cíle bakalářské práce:

Navázat na dosažené výsledky a pokusit se připravit funkční SNOM sondu z dutého optického vlákna, otestovat její funkčnost měřením. Zároveň studovat možnosti přivedení pracovního plynu do blízkosti zkoumané oblasti povrchu vzorku.

Seznam literatury:

Vít Slabý, SNOM SONDY SE SPECIÁLNÍMI VLASTNOSTMI, Bakalářská práce FSI VUT v Brně, 2015

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Tato bakalářská práce je zaměřena na přípravu funkčních sond z konvenčního dutého optického vlákna a jejich testování při měření na aparatuře SNOM. Dále se zde studují speciální vlastnosti těchto sond především jejich využití jako "nanoGIS". Předpokládá se vyřešení hlavních problémů spojených s přípravou sondy jako je například leptání vlákna zevnitř.

Summary

This bachelor thesis is focused on preparation and testing of probes from a hollow optical fibre and their application in SNOM measurement. Further, special properties of these probes are studied, namely their use as a "nanoGIS". The main problems as etching from the inside are assumed to be solved.

Klíčová slova

SNOM, plazmonika, duté optické vlákno, leptání, FIB, GIS.

Keywords

SNOM, plasmonics, hollow optical fibre, etching, FIB, GIS

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.

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně pod odborným vedením a že jsem uvedl všechny použité zdroje.

Vít Hertl

Moje poděkování patří především prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D., který byl vedoucím mé práce, poskytoval mně teoretickou podporu a podporoval mě při práci. Chtěl bych poděkovat také Ing. Petru Dvořákovi, který mě vedl v experimentální části práce, vysvětloval mi principy fungování přístrojů a pomáhal mi při testování sondy. Můj dík patří rovněž Ing. Petru Báborovi, Ph.D., jenž mi radil s technickými problémy spojenými s prací v laboratoři, Ing. Michalu Potočkovi, Ph.D., za obsluhu zařízení Tescan Lyra a Ing. Michalu Kvapilovi, Ph.D., za provedení počítačových simulací. Děkuji také své rodině a přátelům, kteří mě při vzniku této práce podporovali. Analýzy vzorků byly provedeny ve Sdílené laboratoři přípravy a charakterizace nanostruktur CEITEC VUT a hrazeny z projektu CEITEC - Open Access LM2011020.

Vít Hertl

Obsah

1	Úvod	2
2	Teoretická část	3
2.1	Maxwellovy rovnice	3
2.2	Elektromagnetická vlna na rozhraní	4
2.2.1	Helmholtzova rovnice	4
2.2.2	Dielektrická funkce plynu volných elektronů	4
2.2.3	Disperzní relace	5
2.2.4	Povrchový plazmonový polariton	6
2.2.5	Excitace povrchových plazmonových polaritonů v blízkém poli	8
2.3	Mikroskop SNOM	9
2.3.1	Rozlišení	9
2.3.2	Princip fungování SNOM mikroskopu	10
2.3.3	SNOM sonda	11
3	Experimentální část	12
3.1	Použité vlákno	12
3.2	Leptání dutého vlákna	12
3.2.1	Užití přetlaku	13
3.2.2	Zalepení konce dutého vlákna	16
3.3	Pokovení vlákna	17
3.4	Úprava dutého vlákna pomocí FIB	18
3.4.1	Přeříznutí vlákna	18
3.4.2	Opracování vlákna do špičky	18
3.5	Měření SNOM s dutým vláknem	18
3.5.1	Zavedení světla do vlákna	20
3.5.2	Zmenšení apertury	23
3.5.3	Použití dutého vlákna jako „NanoGIS“	23
4	Závěr	25
5	Seznam použitých zkratk	28

1. Úvod

SNOM (*Scanning Near-field Optical Microscopy*), mikroskopie blízkého pole, je mikroskopická technika, která umožňuje získávat obrázky s rozlišením v řádech zlomku vlnové délky použitého světla [1]. Tento přístup zlepšující prostorové rozlišení je omezen na zobrazování objektů blízko povrchu vzorku. Díky malé vzdálenosti mezi zdrojem a vzorkem zde dochází k vzájemné vazbě hrotu SNOM sondy a povrchu, proto lze získat doplňující informace zejména o topologii povrchu. Tato vazba v klasické optické mikroskopii chybí [1].

O mikroskopii blízkého pole se poprvé zmínil E. H. Synge v roce 1928 [2]. Navrhoval užití malé apertury o průměru 10^{-8} m z neprůhledného materiálu, která měla být přiložena velmi blízko k povrchu zkoumaného vzorku, aby se na něm vytvořil osvětlený bod nelimitovaný difrakcí, prošlé světlo mělo být sbíráno objektivem mikroskopu a jeho intenzita měřena fotoelektrickým článkem. Synge dále požadoval vyvinutí systému, pomocí kterého by bylo možné pohybovat aperturou po malých krocích a získat tak obrázek celého povrchu. Rozlišení takto vzniklého obrazu by mělo být limitováno velikostí apertury a ne vlnovou délkou použitého světla [1]. Nakonec bylo hlavně z důvodů neshody teorie s experimentálními výsledky od této metody upuštěno.

První experimentální realizaci s mikrovlnami provedli v roce 1972 vědci Ash a Nichols, aniž by znali Syngeho návrh [3].

Výrazný posun v oblasti SNOM nastal s příchodem rastrovací sondové mikroskopie (SPM - *Scanning Probe Microscopy*) a s nimi spojeným piezoelektrickým posuvem v 80. letech minulého století a tak mohlo dojít k postupné realizaci Syngeho návrhu. V roce 1984 Massey zamýšlel použití světla z optické oblasti [4]. Krátce nato Pohl, Denk a Lanz vyřešili zbylé problémy vytvoření apertury s průměrem menším, než je vlnová délka světla. Použili pokovený naostřený krystal, kterým „naráželi“ do vzorku, dokud z jeho konce nebyli schopni detekovat vyšlé světlo. Ve stejném roce tato vývojová skupina publikovala první obrázky s rozlišením menším než vlnová délka světla [5]. Tato technika byla nadále rozvíjena zejména Lewisem, Fischerem potom také Betzigem [1].

Kvalita zobrazování pomocí techniky SNOM závisí z velké části na použité sondě. Na Ústavu fyzikálního inženýrství se výrobou a měřením pomocí optické sondy zhotovené z optického vlákna zabýval Vít Slabý, jenž se ve své bakalářské práci rovněž pokoušel zkonstruovat tzv. „nanoGIS“ [6]. V předložené práci je na jeho výsledky navázáno, je zde do hloubky popsána příprava SNOM sond z dutého optického vlákna a zkoumání jejich speciálních vlastností, zvláště pak zavedení plynu do blízkosti vzorku za současného svícení laserem. V teoretické části je vysvětlení pojmu povrchový plazmonový polariton (SPP - z anglického *Surface Plasmon Polariton*) a použitá metoda leptání vlákna. Dále je vysvětlen princip fyzikálních technik, které byly použity při výrobě SNOM sondy z dutého optického vlákna. V experimentální části je popsán postup přípravy této sondy, jsou zde zmíněny základní problémy, na které se během přípravy narazilo, a jejich řešení. V závěrečné části jsou konzultovány naměřené výsledky ze SNOM pomocí vyrobené sondy při měření topografie s dalším výhledem možnosti měření v modu aparatury „nanoGIS“.

2. Teoretická část

2.1. Maxwellovy rovnice

K popisu optického záření v nanofotonice¹ lze většinou využít vlnovou povahu světla. Maxwellovy rovnice jsou základním prostředkem pro popis elektromagnetického pole. Vystupují v nich 4 vektory² (elektrická intenzita $\mathbf{E}$, elektrická indukce $\mathbf{D}$, magnetická intenzita $\mathbf{H}$ a magnetická indukce $\mathbf{B}$). Rovnice jsou zde uvedeny v diferenciálním tvaru

$$\nabla \cdot \mathbf{D} = \rho_f, \quad (2.1)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (2.2)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (2.3)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{J}_f + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t}, \quad (2.4)$$

kde ρ_f resp. $\mathbf{J}_f$ značí hustotu volného náboje resp. hustotu proudu [7]. Zavádí se vztahy, které dávají do souvislosti $\mathbf{E}$, $\mathbf{D}$ a $\mathbf{B}$, $\mathbf{H}$,

$$\mathbf{D} = \varepsilon_0 \mathbf{E} + \mathbf{P}, \quad (2.5)$$

$$\mathbf{H} = \frac{\mathbf{B}}{\mu_0} - \mathbf{M}, \quad (2.6)$$

kde $\mathbf{P}$ je polarizace, $\mathbf{M}$ magnetizace materiálu, ε_0 permitivita a μ_0 permeabilita³ vakua. Maxwellovy rovnice v uvedeném tvaru definují, jak je pole generováno proudy a náboji obsaženými v látce. Nepopisují ale způsob, jakým jsou generovány tyto proudy a náboje. V lineárním a izotropním látkovém prostředí bez disperze lze pro elektrické pole psát materiálové vztahy ve tvaru

$$\begin{aligned} \mathbf{D} &= \varepsilon_0 \varepsilon_r \mathbf{E} = \varepsilon \mathbf{E}, \\ \mathbf{P} &= \varepsilon_0 \chi_e \mathbf{E}, \end{aligned} \quad (2.7)$$

kde ε_r je relativní permitivita a χ_e je elektrická susceptibilita prostředí. Pro magnetické pole platí podobné vztahy

$$\begin{aligned} \mathbf{B} &= \mu_0 \mu_r \mathbf{H} = \mu \mathbf{H}, \\ \mathbf{M} &= \chi_m \mathbf{H}, \end{aligned} \quad (2.8)$$

kde μ_r je relativní permeabilita a χ_m je magnetická susceptibilita prostředí [1].

¹Nanofotonika je mladá vědní disciplína, která zkoumá optické jevy v měřítku nanometrů, a Technika SNOM se do ní řadí [1].

²Vektory jsou v této práci značeny tučným písmem.

³ $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$, $\mu_0 = 1,26 \cdot 10^{-6} \text{ H} \cdot \text{m}^{-1}$ [8].

2.2. Elektromagnetická vlna na rozhraní

2.2.1. Helmholtzova rovnice

V homogenním prostředí bez volných nábojů ($\rho_f = 0$) a proudů ($\mathbf{J}_f = 0$) přejdou Maxwellovy rovnice do tvaru

$$\nabla \cdot \mathbf{D} = 0, \quad (2.9)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (2.10)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (2.11)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} = \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t}. \quad (2.12)$$

Aplikací operace rotace na rovnici (2.11) dostaneme

$$\nabla \times (\nabla \times \mathbf{E}) = -\frac{\partial}{\partial t}(\nabla \times \mathbf{B}). \quad (2.13)$$

Dosazením rovnic (2.7), (2.8) a (2.12) do (2.13) a užitím vektorové identity $\nabla \times (\nabla \times \mathbf{E}) = \nabla(\nabla \cdot \mathbf{E}) - \nabla^2 \mathbf{E}$ s předpokladem $\nabla \varepsilon = 0$, dostaneme vlnovou rovnici pro $\mathbf{E}$ ve tvaru

$$\nabla^2 \mathbf{E} = \frac{\varepsilon}{c^2} \frac{\partial^2 \mathbf{E}}{\partial t^2}, \quad (2.14)$$

kde $c = 1/\sqrt{\mu_0 \varepsilon_0}$ je rychlost světla ve vakuu a $\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r$ je dielektrická funkce prostředí. Analogicky lze odvodit vlnovou rovnici pro $\mathbf{H}$ [7]. Uvažujme elektromagnetickou harmonickou vlnu popsanou rovnicí

$$\mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{E}(\mathbf{r}) e^{-i\omega t}. \quad (2.15)$$

Dosazením do (2.14) dostaneme tzv. Helmholtzovu rovnici závislou pouze na prostorových souřadnicích ve tvaru

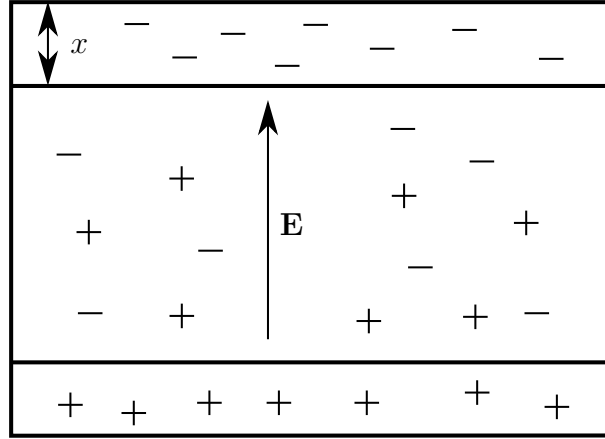
$$\nabla^2 \mathbf{E}(\mathbf{r}) + \varepsilon k_0^2 \mathbf{E}(\mathbf{r}) = 0, \quad (2.16)$$

kde $k_0 = \omega/c$ je velikost vlnového vektoru elektromagnetické vlny ve vakuu [9]. Vidíme tedy, že přímo z Maxwellových rovnic lze odvodit rovnici, která již popisuje pouze rozložení elektrického (resp. magnetického) pole v prostoru a stačí znát pouze vlnový vektor (nebo vlnovou délku) elektromagnetického záření, dielektrickou funkci ε a geometrii zkoumaného prostoru. Proto se nyní budeme fenomenologicky věnovat zjištění dielektrické funkce daného prostředí.

2.2.2. Dielektrická funkce plynu volných elektronů

Pro popis optických vlastností kovů se zavádí model volných elektronů. Elektronový plyn kmitá na pozadí statických kladných jader (obrázek 2.1). Vzájemné interakce částic se projeví ve změně efektivní optické hmotnosti elektronů. Pro volný elektronový plyn, který je vystaven externímu elektrickému poli o intenzitě $\mathbf{E}$, platí pohybová rovnice

$$m\ddot{\mathbf{x}} + m\gamma\dot{\mathbf{x}} = -e\mathbf{E}, \quad (2.17)$$



Obrázek 2.1: Vlivem výchylky elektronového plynu vzniká vratné elektrické pole. Převzato a upraveno z [10].

kde m je hmotnost elektronu, e je elementární kladný náboj a γ je frekvence srážek⁴. Uvažujeme-li opět harmonickou časovou závislost $\mathbf{E}(\mathbf{r}) = \mathbf{E}_0(\mathbf{r})e^{-i\omega t}$, lze užitím rovnice (2.5) dojít ke vztahu pro dielektrickou funkci kovu

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega}, \quad (2.18)$$

kde $\omega_p = ne^2/\varepsilon_0 m$ je plazmová frekvence⁵ plynu volných elektronů a ω je úhlová frekvence. Za předpokladu $\gamma \rightarrow 0$ se rovnice (2.18) zjednoduší [11] na

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2}. \quad (2.19)$$

2.2.3. Disperzní relace

Pro transverzální vlny⁶ platí disperzní relace

$$K^2 = \varepsilon(\mathbf{K}, \omega) \frac{\omega^2}{c^2}, \quad (2.20)$$

kde $\mathbf{K}$ je vlnový vektor dopadající vlny [11]. Pokud do tohoto vztahu dosadíme rovnici (2.19), dostaneme disperzní relaci pro chování volných elektronů

$$\omega^2 = \omega_p^2 + \mathbf{K}^2 c^2. \quad (2.21)$$

Z rovnice (2.21) lze dojít k závěru, že pokud $\omega < \omega_p$, propagace transverzálních vln v kovu je zakázána. Pokud $\omega > \omega_p$, plazma umožňuje pohyb postupné elektromagnetické vlny s grupovou rychlostí $v_g = d\omega/dK$ [11].

⁴Pro elektronový plyn při pokojové teplotě je frekvence srážek rovna řádově 100 THz.

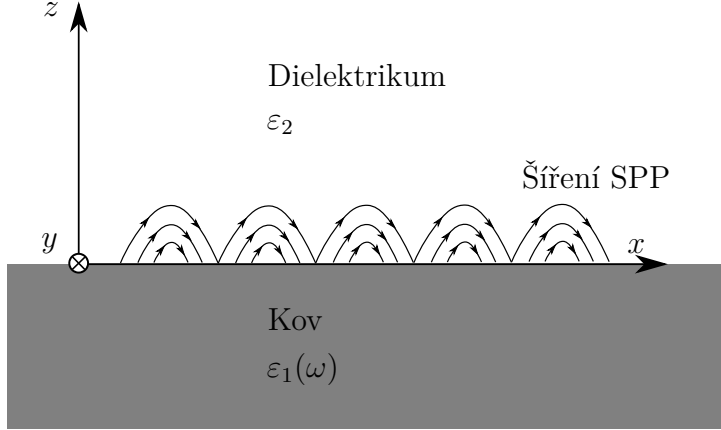
⁵Malé n je koncentrace nabitých částic v určitém objemu. Při plazmové frekvenci kmitají elektrony v kovu netlumeně, kvanta oscilací se nazývají objemové plazmony.

⁶Pro transverzální vlny platí, že výchylka je kolmá na směr šíření vlny.

2.2. ELEKTROMAGNETICKÁ VLNA NA ROZHRANÍ

2.2.4. Povrchový plazmonový polariton

Povrchový plazmonový polariton (dále SPP z angl. *Surface Plasmon Polariton*) jsou podélné oscilace volných elektronů šířící se podél rozhraní kovu a dielektrika způsobeny interakcí volných elektronů s elektromagnetickou vlnou. Tyto změny hustoty náboje vyvolají evanescentní elektromagnetické pole, které zasahuje do obou prostředí [9]. Mějme rozhraní mezi dielektrikem s kladnou reálnou dielektrickou konstantou ε_2 a kovem s dielektrickou funkcí $\varepsilon_1(\omega)$, viz obrázek 2.2. Uvažujme elektromagnetickou vlnu pohybující



Obrázek 2.2: Definice kartézské souřadné soustavy na rozhraní mezi dielektrikem s dielektrickou funkcí ε_2 a kovu s dielektrickou funkcí ε_1 závislou na frekvenci (vlnové délce).

se ve směru osy x po tomto rozhraní ($z = 0$), jejíž elektrická a magnetická složka mají předpis

$$\begin{aligned}\mathbf{E}(x, y, z) &= (E_x(z), E_y(z), E_z(z))e^{i\beta x} = \mathbf{E}(z)e^{i\beta x} \\ \mathbf{H}(x, y, z) &= (H_x(z), H_y(z), H_z(z))e^{i\beta x} = \mathbf{H}(z)e^{i\beta x},\end{aligned}\quad (2.22)$$

kde $\beta = k_x$ je propagační konstanta pohybující se vlny. Dosazením do Helmholtzovy rovnice (2.16) dostáváme pro $\mathbf{E}$ a $\mathbf{H}$

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} + \varepsilon k_0^2 - \beta^2 \right) \begin{pmatrix} \mathbf{E} \\ \mathbf{H} \end{pmatrix} = \mathbf{0}. \quad (2.23)$$

Dosazením (2.23) do Maxwellových rovnic (2.3) a (2.4) dostaneme po zjednodušení⁷ soustavu rovnic pro jednotlivé komponenty elektrického a magnetického pole vyvolaného šířením SPP ve směru osy x

$$\frac{\partial E_y}{\partial z} = -i\omega\mu H_x, \quad (2.24)$$

$$\frac{\partial E_x}{\partial z} - i\beta E_z = i\omega\mu H_y, \quad (2.25)$$

$$i\beta E_y = i\omega\mu H_z, \quad (2.26)$$

$$\frac{\partial H_y}{\partial z} = i\omega\varepsilon E_x, \quad (2.27)$$

$$\frac{\partial H_x}{\partial z} - i\beta H_z = -i\omega\varepsilon E_y, \quad (2.28)$$

$$i\beta H_y = -i\omega\varepsilon E_z. \quad (2.29)$$

⁷ $\frac{\partial}{\partial t} = -i\omega$, $\frac{\partial}{\partial x} = i\beta$, $\frac{\partial}{\partial y} = 0$.

Systém rovnic dovoluje dvě self-konzistentní řešení pro transverzální magnetický (TM)⁸ a transverzální elektrický mód (TE)⁹. Po užití podmínek na rozhraní¹⁰ lze dojít ke zjištění, že pro TE mód neexistuje povrchová vlna. Na druhou stranu získáme výslednou rovnici pro povrchovou vlnu v TM módu

$$\frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} + (k_0^2 \varepsilon - \beta^2) H_y = 0. \quad (2.30)$$

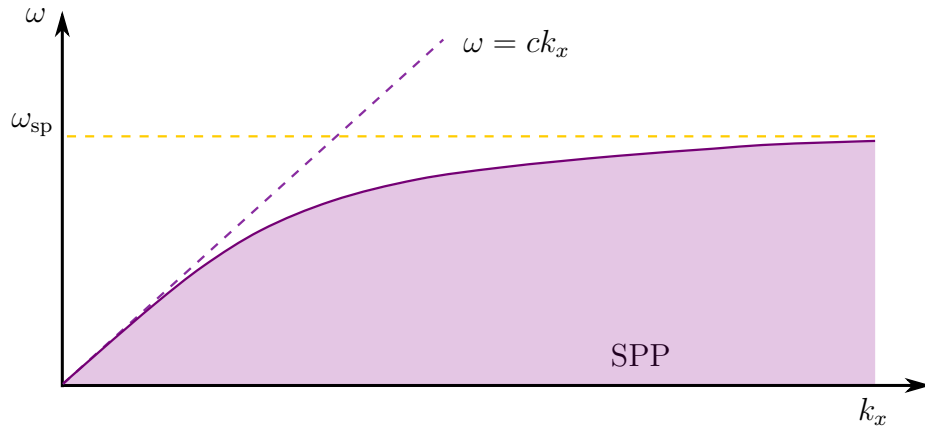
Velikost propagačního vektoru β je popsána disperzní relací pro SPP

$$\beta = k_0 \sqrt{\frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2}} \equiv k_0 N_{\text{ef}}, \quad (2.31)$$

kde k_0 je vlnový vektor pro světlo ve vakuu, ω je frekvence excitačního záření a N_{ef} značí efektivní index lomu na rozhraní mezi prostředími. Relativní permitivita v dielektrickém prostředí je $\varepsilon_2 > 1$ a pro dielektrickou funkci kovu ve frekvenční oblasti nad plazmovou frekvencí $\omega > \omega_P$ (viz podmínka z rovnice (2.21)) je $\varepsilon_1(\omega) > 0$. Aby se SPP mohl šířit, musí být β reálné, z toho plyne navíc podmínka [11]

$$\varepsilon_2 > -\varepsilon_1(\omega). \quad (2.32)$$

Na obrázku 2.3 je vynesena disperzní závislost pro SPP na rozhraní mezi kovem a



Obrázek 2.3: Disperzní relace pro SPP na rozhraní mezi kovem a dielektrikem. Pro velká k_x se asymptoticky blíží charakteristické frekvenci povrchových plazmonů ω_{sp} . Převzato a upraveno z [12].

dielektrikem. Je zde zobrazena pouze reálná složka propagačního vektoru β . Vlny v oblasti pro „malé“ vlnové vektory¹¹ se β blíží vlnovému vektoru k_x (průmět vlnového vektoru dopadajícího světla do osy x) a nazývají se *Sommerfeldovy-Zenneckovy* vlny [13]. Naopak v oblasti pro „velké“ vlnové vektory se frekvence SPP blíží charakteristické frekvenci povrchových plazmonů (předpis dostaneme dosazením (2.18) do (2.31))

$$\omega_{\text{sp}} = \frac{\omega_P}{\sqrt{1 + \varepsilon_2}}. \quad (2.33)$$

⁸Při TM módu jsou nenulové složky E_x , E_z a H_y .

⁹Při TE módu jsou nenulové složky H_x , H_z a E_y .

¹⁰ $\mathbf{E}_1^\parallel - \mathbf{E}_2^\parallel = \mathbf{0}$ a $\mathbf{H}_1^\parallel - \mathbf{H}_2^\parallel = \mathbf{K}_f \times \mathbf{n}_0$, kde $\mathbf{n}_0$ je jednotkový vektor kolmý na rozhraní mířící z prostředí 1 do 2 [7].

¹¹Tyto hodnoty odpovídají infračervené oblasti a všem vlnám s větší vlnovou délkou (např. rádiové vlny).

2.2. ELEKTROMAGNETICKÁ VLNA NA ROZHRANÍ

Pro $\omega \rightarrow \omega_{\text{sp}}$ mód nabývá elektrostatický charakter protože grupová rychlost se pro $\beta \rightarrow \infty$ blíží nule [11]. Dále je vidět, že plazmony nelze vybudit dopadajícím světlem, protože jejich vlnový vektor je větší než vlnový vektor světla [9]. Proto pokud chceme vybudit šíření SPP po rozhraní dielektrikum-kov je nutné splnit nejenom zákon zachování energie ($E \geq \hbar\omega_{\text{SPP}}$), ale i zákon zachování kvazihybnosti ($p \geq \hbar\beta$). K tomu lze například využít modifikace povrchu pomocí nanotechnologií.

2.2.5. Excitace povrchových plazmonových polaritonů v blízkém poli

Jak bylo zmíněno výše, povrchový plazmon¹² nemůže být vybuděn pouze dopadem světla. Pokud světlo dopadá obecně pod úhlem θ na povrch vzorku, platí pro průmět vlnového vektoru do osy x vztah

$$k_x = k_0 \sin\theta, \quad (2.34)$$

kde θ je úhel dopadu světla. Je zřejmé, že $\beta > k_0 > k_x$. Zvětšení k_0 může být provedeno užitím skleněného hranolu o dielektrické konstantě $\varepsilon_2 > 1$, v tzv. Kretschmanově uspořádání [14]. Pro x -ovou složku k_x potom platí vztah

$$k_x = k_0 n \sin\theta, \quad (2.35)$$

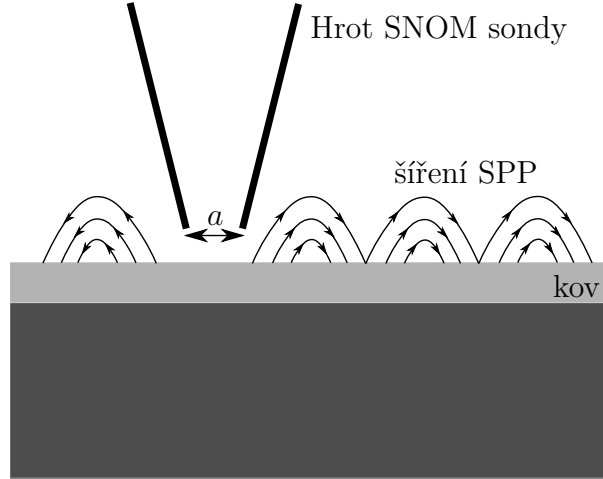
kde $n = \sqrt{\varepsilon_2}$ je index lomu skla. Tímto způsobem již lze vybudit povrchový plazmon na rozhraní kovu, který je nadeponovaný na hranolu, a vzduchu. Nevýhodou této metody je špatná lokalizace místa, kde k vybudění došlo [11].

Dopadne-li elektromagnetická vlna na kovový objekt o srovnatelných velikostech, jako je vlnová délka použitého světla, dojde vždy k rozptylu světla [15]. Při tomto jevu se elektromagnetická vlna obecně rozptyluje do všech směrů (záleží na geometrii prostoru a dielektrických funkcích) a toto rozptýlené světlo může mít takový vlnový vektor ve směru podél rozhraní dielektrikum-kov, že splňuje podmínku zákona zachování kvazihybnosti. Obecně tedy vždy dojde vlivem rozptylu světla na objektech (např. nanoanténky nebo mřížka) k vybudění SPP. Energetická účinnost (to, kolik energie světla se předá do SPP) je sice nižší než v Kretschmanově konfiguraci (tzv. porušený totální odraz), avšak technicky se jedná o jednodušší metodu buzení (a detekce) SPP.

Další metoda, která má navíc výhodu buzení SPP v přesně lokalizovaném místě, je pomocí SNOM sondy. Tato metoda je stěžejní technikou, na kterou se zaměřuje tato bakalářská práce. Základem je sonda z optického vlákna, opracovaná do špičky s pokoveným koncem. Do vlákna je zavedeno světlo. Hrot sondy s aperturou o rozměrech¹³ do 100 nm se nachází v těsné blízkosti nad povrchem vzorku, ve vzdálenosti do 1 nm (viz obrázek 2.4). Na tuto vzdálenost je elektromagnetické pole schopné navázat se díky vzniklé evanescentní vlně na povrch a vybudit nebo detekovat plazmon. Pomocí piezoposuvu lze se sondou rastrovat přes celý povrch vzorku. Při interferenci dvou a více povrchových vln (dvou a více SPP) může dojít ke vzniku stojaté vlny při konstruktivní nebo destruktivní interferenci, díky které je blízké pole zesíleno nebo zeslabeno [9].

¹²Dále v textu již bude použito zkráceného výrazu povrchový plazmon namísto povrchového plazmonového polaritonu.

¹³Rozměr apertury musí být menší než vlnová délka použitého světla.



Obrázek 2.4: Excitace SPP osvětlením vzorku v blízkém poli aperturou menší než je vlnová délka světla. Převzato a upraveno z [1].

2.3. Mikroskop SNOM

SNOM (z anglického *Scanning Near-field Optical Microscopy*) je mikroskopická technika, která se řadí do SPM¹⁴ metod. Pojem near-field neboli blízké pole vyjadřuje fakt, že apertura je od zkoumaného vzorku ve vzdálenosti menší, než je vlnová délka použitého světla¹⁵. Aperturou se myslí konec naostřeného optického vlákna, který tvoří vstupní pupilu [16].

2.3.1. Rozlišení

Rozlišovací limit optických mikroskopů je srovnatelný s vlnovou délkou použitého světla [17]. Dva body jsou ještě rozlišitelné, pokud hlavní difrakční maximum jednoho bodu spadá do prvního difrakčního minima druhého bodu [18]. Pro minimální vzdálenost mezi dvěma rozlišovanými body platí vztah¹⁶

$$Y = \frac{0,61\lambda}{n \sin \theta}, \quad (2.36)$$

kde λ je vlnová délka použitého světla a výraz $n \sin \theta$ je numerická apertura¹⁷ [19]. Ze vztahu (2.36) je vidět, že rozlišovací schopnost mikroskopu roste s klesající numerickou aperturou. Hodnota θ se zvětšuje při přibližování objektivu ke vzorku, n lze zvyšovat použitím tzv. imerzních objektivů, které místo vzduchu obklopuje imerzní tekutina. Teoretického maximálního rozlišení je potom docíleno pro $\theta \rightarrow 90^\circ \Rightarrow \sin \theta \rightarrow 1$ a $n \approx 1,5$,

¹⁴Scanning Probe Microscopy jsou mikroskopické techniky, při kterých se povrch vzorku rastruje pomocí sondy s ostrým hrotem. Mezi SPM se řadí také mikroskopie atomárních sil AFM nebo rastrovací tunelovací mikroskopie STM.

¹⁵Ve skutečnosti je hrot od povrchu vzorku při měření SNOM ve vzdálenosti menší než nanometr.

¹⁶Využití Rayleighova kritéria pro určení rozlišovací schopnosti optického mikroskopu, při promítnutí dvou bodových zdrojů skrze výstupní aperturu mikroskopu.

¹⁷Numerická apertura (rovněž NA) určuje schopnost objektivu mikroskopu sbírat světlo a rozlišit detaily zkoumaného vzorku. Platí rovnice

$$NA = n \sin \theta, \quad (2.37)$$

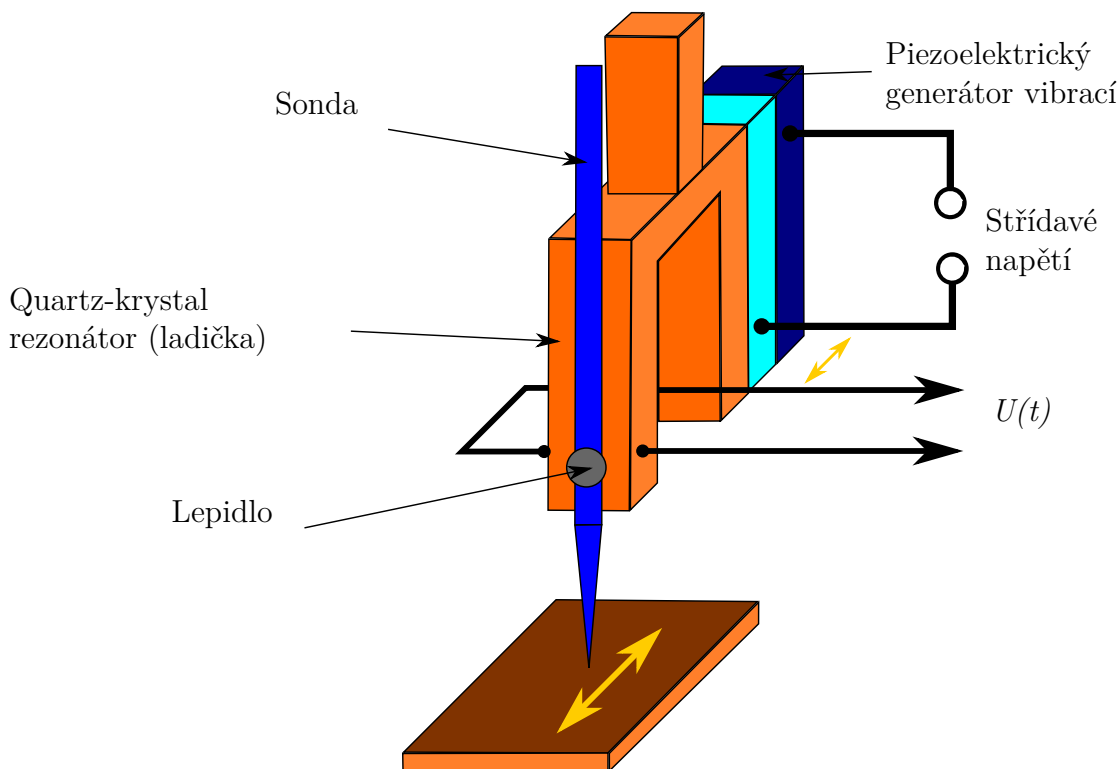
kde n je index lomu prostředí a θ je polovina úhlové apertury [20].

2.3. MIKROSKOP SNOM

což odpovídá indexu lomu imerzního oleje¹⁸. Za těchto ideálních podmínek při použití světla o vlnové délce $\lambda = 550 \text{ nm}$ je možno dosáhnout rozlišení přibližně 200 nm [20]. Na druhou stranu rozlišení SNOM mikroskopu je lepší než 20 nm , a to hlavně díky tomu, že v blízkém poli neplatí omezení kvůli difrakci světla [21]. Rozlišení SNOM určuje velikost apertury použité sondy a intenzita signálu. Menší apertura tedy znamená lepší rozlišení za cenu nižší intenzity prošlého signálu [11].

2.3.2. Princip fungování SNOM mikroskopu

Během měření na SNOM je nutné udržet sondu ve vzdálenosti do 1 nm nad povrchem vzorku. Nejběžnějším postupem je měření pomocí střižové síly. Na obrázku 2.5 je schéma měření střižové síly pomocí SNOM mikroskopu. Sonda je přilepena k piezoelektrické la-



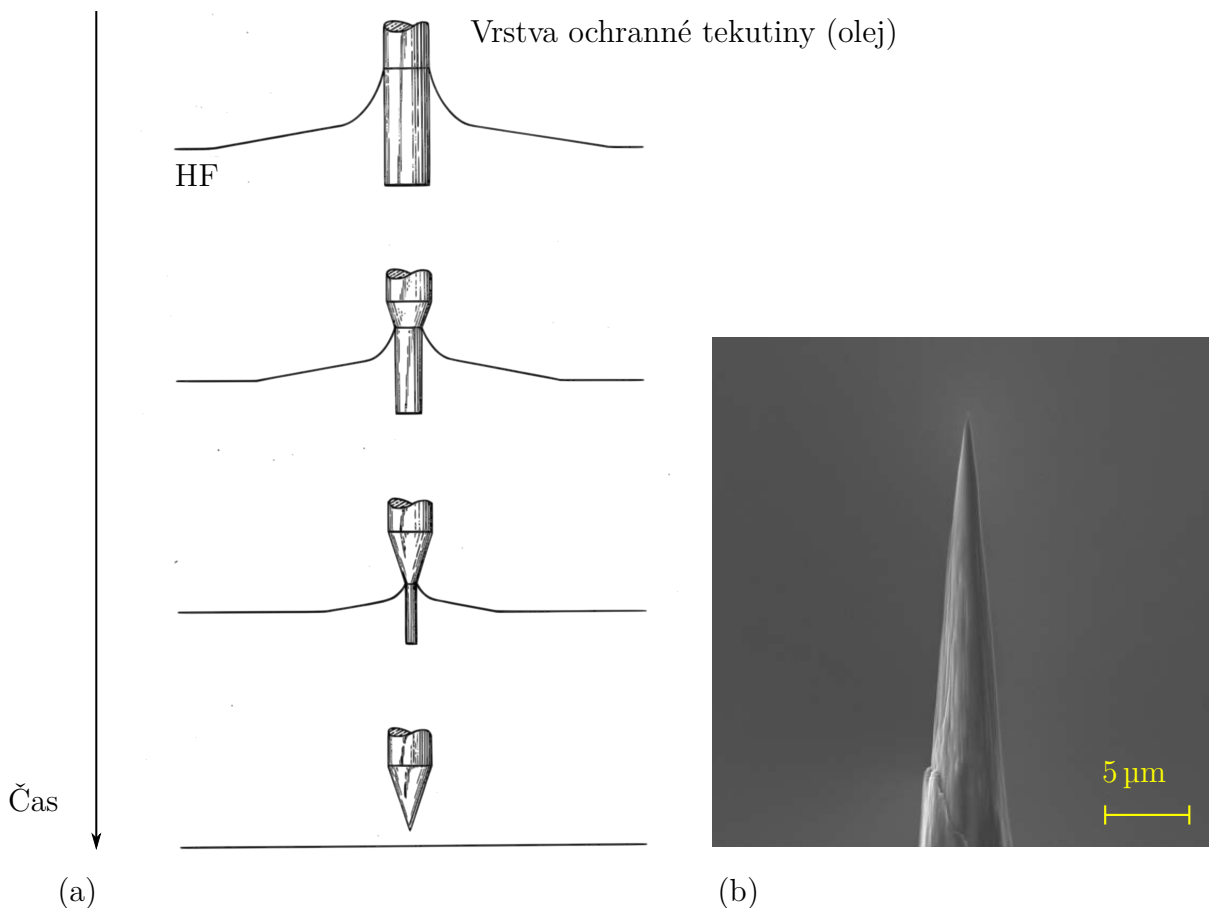
Obrázek 2.5: Schéma SNOM měření střižové síly založeném na principu ladičky. Převzato a upraveno z [16].

dičce (také vidličky, angl. *tuning fork*), která je rozkmitána na svou rezonanční frekvenci pomocí piezoelektrického generátoru, na který je přivedeno střídavé napětí. Hrot sondy kmitá v těsné blízkosti vzorku ve směru rovnoběžném s povrchem. Změna frekvence ladičky může být způsobena přitažlivými nebo odpudivými atomárními silami mezi hrotem a povrchem (princip bezkontaktního AFM). Na ladičce se měří výstupní napětí, jehož změny reflektují změnu rezonanční frekvence ladičky vlivem interakce hrotu se vzorkem [16].

¹⁸V praxi se běžně používají numerické apertury maximálně 1,4.

2.3.3. SNOM sonda

Jak už bylo zmíněno výše, nezbytnou součástí SNOM mikroskopu je sonda. Obvykle se připravuje z optického skleněného vlákna, které se na konci nejprve odizoluje. Následuje leptání v kyselině fluorovodíkové Turnerovou metodou [22], která je založena na snižování výšky menisku leptací kapaliny se snižováním tloušťky vlákna (viz obrázek 2.6a). Po omytí



Obrázek 2.6: Proces výroby „klasické“ SNOM sondy. V části (a) je zobrazeno leptání Turnerovou metodou [22]. Vláknو se leptá do špičky díky snižování menisku HF. V části (b) je SEM obrázek hrotu SNOM sondy připravené z optického vlákna 630HP od firmy ThorLabs. Převzato z [6].

je vlákno zbaveno defektů za užití zařízení FIB¹⁹ a pozorováno v SEM²⁰ viz obrázek 2.6b. Následně se konec vlákna pokoví pomocí naprašování iontovým svazkem²¹. Nakonec je v kovovém povlaku na hrotu sondy pomocí FIB vytvořena apertura o průměru desítek nanometrů. Jednotlivé kroky výroby se mohou lišit podle požadavků na výslednou SNOM sondu. Obecně lze postup rozdělit do kroků na mokré leptání, suché leptání a depozici kovů [6].

¹⁹*Focused Ion Beam* je proud iontů o vysoké hmotnosti a kinetické energii, které jsou soustředěny do úzké stopy [23]. Pomocí FIB lze modifikovat vzorek na úrovni nanometrů. Veškeré modifikace FIB byly provedeny v CEITEC VUT.

²⁰SEM - *Scanning Electron Microscopy*.

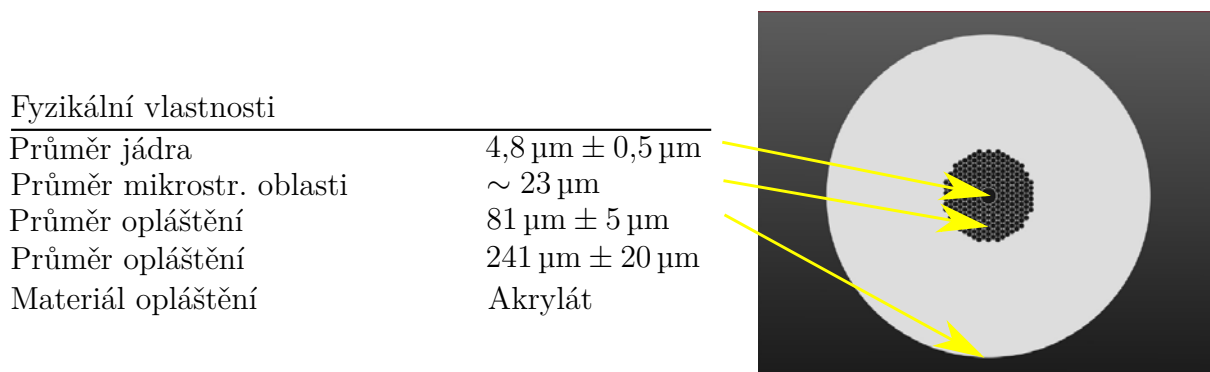
²¹IBS - *Ion beam Sputtering*. Ionty dopadají na kovový terč, vyražené částice kovu ulpívají na vzorku. Na ÚFI se k této metodě povrstvení užívá zařízení „Kaufman“ [6].

3. Experimentální část

Hlavním cílem experimentální části bylo vyleptání dutého optického vlákna, aby mohlo být použito jako SNOM sonda a zároveň (jako ostrý hrot) k měření topografie při současném zachování možnosti transportu plynu do blízkosti povrchu vzorku. Postup se v mnohém podobal přípravě „klasické“ sondy, viz odstavec 2.3.3. Experiment probíhal v laboratořích Ústavu fyzikálního inženýrství a CEITEC.

3.1. Použité vlákno

V práci bylo použito optické vlákno HC-532-02 od firmy NKT Photonics, jehož fyzikální vlastnosti jsou shrnuty na obrázku 3.1. Od běžně používaného „klasického“ vlákna se liší



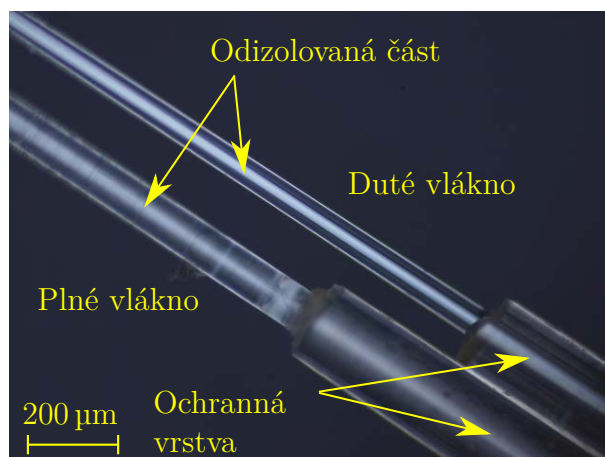
Obrázek 3.1: Optické vlákno HC-532-02 s popisky fyzikálních vlastností.

především tím, že se jedná o fotonický krystal. Fotonické krystaly vytváří za určitých podmínek pás zakázaných frekvencí, pro které není světlu umožněno procházet. Foton letící vláknem je ovlivněn periodickou dielektrickou konstantou okolního materiálu a může se pohybovat pouze dovoleným směrem. Je zde analogie s elektronem a krystalovou mřížkou, která vytváří pás zakázaných energií, a elektron se tak může pohybovat pouze ve vodivostních pásích krystalu. Zatímco krystalická mřížka je uspořádána přirozeně, fotonické krystaly musejí být vyrobeny uměle. Aby foton mohl interagovat s periodickým prostředím, musí být jeho vlnová délka srovnatelná s mřížkovou konstantou [1]. Použité vlákno je vyrobeno na vlnovou délku $(530 \pm 5) \text{ nm}$ a světelný svazek jím vedený vykazuje gaussovské rozložení intenzity. Na obrázku 3.2 je optickým mikroskopem Olympus MX51¹ pro porovnání zachycen rozdíl mezi dutým a běžným (plným) vláknem.

3.2. Leptání dutého vlákna

Cílem leptání bylo zbavit se opláštění a slepat tak vlákno až na mikrostrukturovanou oblast o průměru $\sim 23 \mu\text{m}$. Hlavním problémem bylo leptání vlákna zevnitř vlivem kapilárních sil a vztlínání leptací kapaliny do dutinek optického vlákna. Proto byly zvoleny dva přístupy, jak leptání vlákna zevnitř zamezit. Prvním způsobem bylo vytvoření přetlaku na neleptané straně vlákna a druhou technikou bylo ucpání dutinek optického vlákna

¹Dále jenom optický mikroskop.

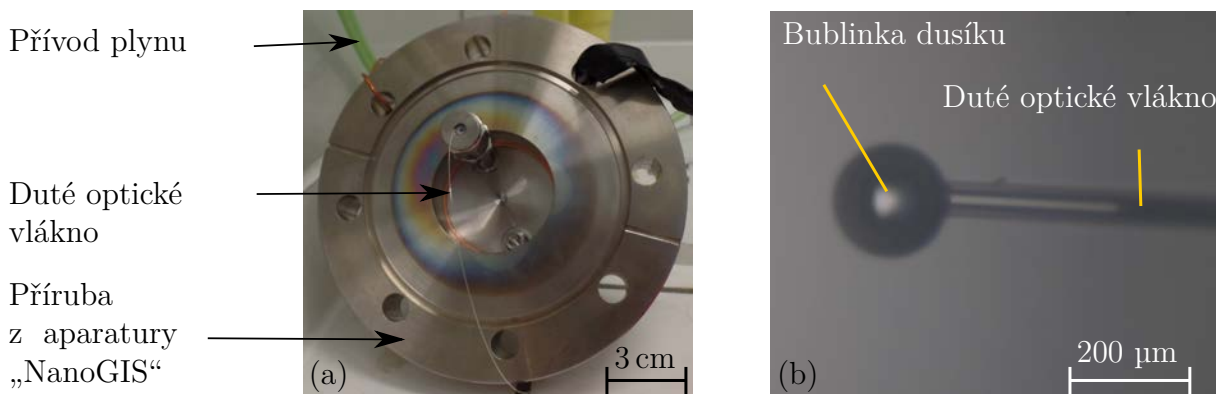


Obrázek 3.2: Rozdíl mezi dutým a plným vláknem měřeno optickým mikroskopem.

leptaného konce pomocí vrstvy lepidla rezistentního vůči leptací kapalině. K leptání byla použita 40% kyselina fluorovodíková (HF) pro různé časy. V této práci byl studován vliv doby leptání na kvalitu a výsledný tvar SNOM sondy.

3.2.1. Užití přetlaku

První přístup, jak zamezit leptání vlákna zevnitř, spočíval v zavedení plynu pod tlakem vyšším než atmosferický tlak do neleptaného konce vlákna a vytvoření přetlaku, který měl zabránit vniknutí HF do leptaného konce. Jako přetlakový plyn byl zvolen technický dusík, který byl zaveden do vlákna užitím části aparatury „NanoGIS“² viz obrázek 3.3. Nejprve bylo potřeba ověřit, jestli vláknem plyn prochází. Konec vlákna byl potopen

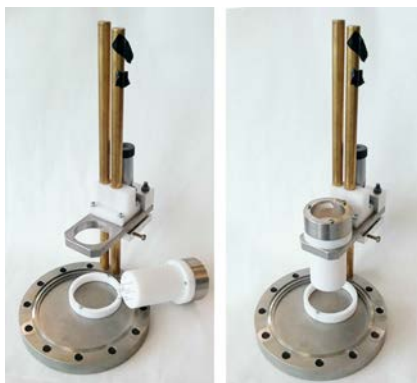


Obrázek 3.3: Způsob zavedení plynu do dutého optického vlákna. Na fotografii (a) se nachází příruba z aparatury „NanoGIS“, pomocí které byl plyn do dutého vlákna zaveden. Snímek (b) zachycuje bublinku, která se kvůli přetlaku vytvořila na konci vlákna při potopení do vody.

do misky s demineralizovanou vodou a potom byl do vlákna pod přetlakem puštěn dusík.

²Aparatura vytvořená v bakalářské práci [6] má umožnit přivést plyn do dutého optického vlákna za současného svícení laserem. To by mělo umožnit velmi přesnou modifikaci povrchu vzorku plynem. Běžně používané zařízení GIS (*Gas Injection System*) v mikroskopu Tescan Lyra má vnitřní průměr 0,35 mm. Vzhledem k přibližně tisíckrát menšímu průměru vlákna se této nově vyvíjené aparatuře na Ústavu fyzikálního inženýrství začalo pracovně říkat „nanoGIS“.

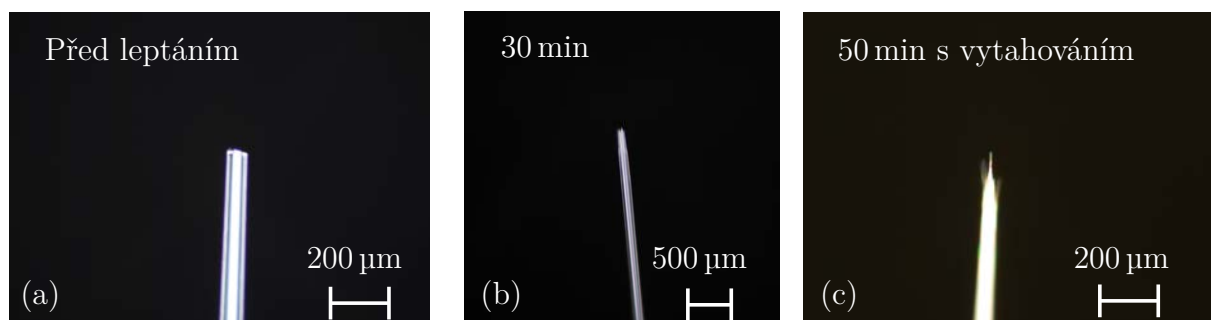
3.2. LEPTÁNÍ DUTÉHO VLÁKNA



Obrázek 3.4: leptací zařízení, převzato z [6].

V optickém mikroskopu byla pozorována bublinka, která je důkazem, že dusík byl vláknem veden (viz obrázek 3.3). Ideální tlak, při němž se vytvořila na konci vlákna bublinka, která neměla tendenci se okamžitě odlepit, byl experimentálně stanoven v rozmezí 1,8 – 2 Atm. Při vyšších tlacích docházelo k neustálému „probublávání“ a tudíž rozvíření kapaliny okolo konce vlákna, což se ukázalo jako nežádoucí.

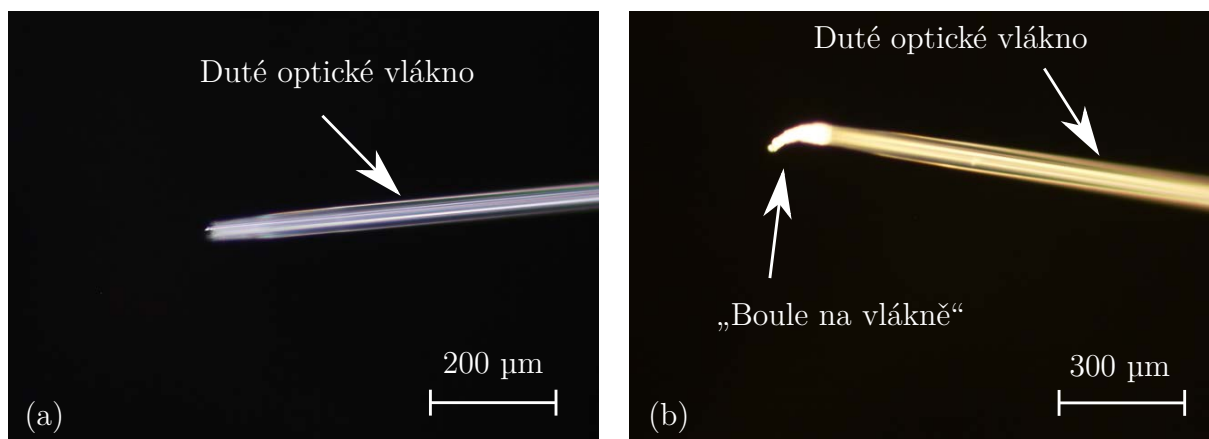
Po ověření průchodu plynu bylo vlákno na délce přibližně 1 cm odizolováno pomocí speciálních kleští a za užití leptací aparatury (obrázek 3.4) ponořeno do kyseliny fluorovodíkové. Pokus byl proveden pro časy leptání 20, 30, 40 a 50 minut. Pro poslední jmenovaný čas bylo duté vlákno každých deset minut vytahováno z kyseliny o 1 mm. Na obrázku 3.5 můžeme vidět vývoj leptání pro různé časy. Zatímco obrázek 3.5a zachycuje neleptané duté vlákno, na obrázku 3.5c (po 50 min) je už špička patrná. Tento postup s vytahováním se ukázal jako nejlepší, jak je vidět z obrázku 3.5. Při tomto přístupu se projevil



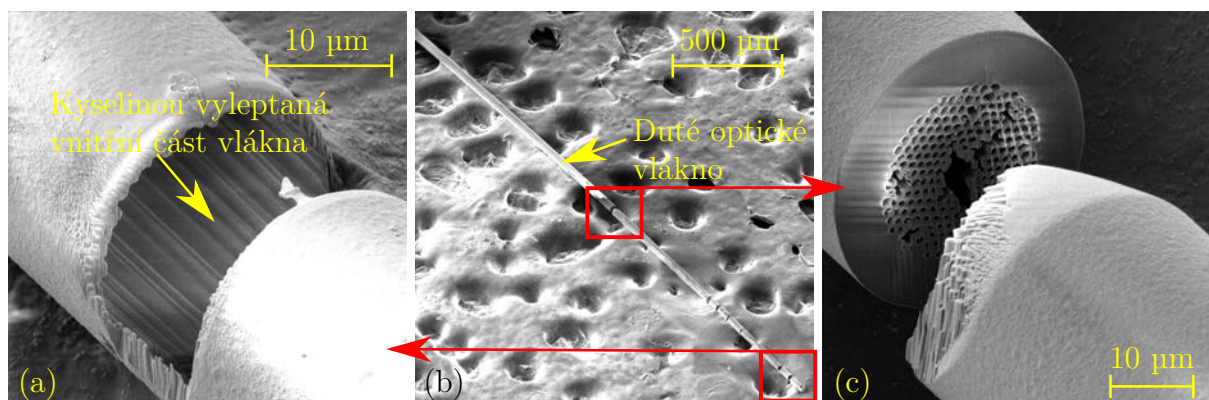
Obrázek 3.5: Duté vlákno leptané v různých časech. Na snímku (a) je zobrazeno vlákno před leptáním, (b) zachycuje vlákno po 30 minutách leptání a (c) zobrazuje vlákno leptané 50 minut, které bylo každých 10 minut o 1 mm povytaženo. Obrázky jsou z optického mikroskopu.

parazitní jev, který byl pracovně nazván jako „boule na vlákně“ (viz obrázek 3.6). Vznikal pravděpodobně kvůli setrvačnosti leptání po vytažení dutého vlákna z HF. Přestože se po vytažení z kyseliny konec jevil v pořádku, po uložení na dobu dvou dnů byla na konci vlákna pozorována „boule“. Na obrázku 3.6 jsou zachyceny oba případy. Tvorbě boule bylo nakonec zabráněno uložení vlákna po leptání do demineralizované vody za stálého profukování, aby došlo k odstranění zadržené HF v dutém vlákně.

Dalším problémem se ukázalo leptání vlákna zevnitř. Přestože plyn vycházel z konce vlákna, nezabránilo to HF ke vstupu do vnitřní části a vyleptání mikrostrukturované oblasti. Z SEM obrázku 3.7 je vidět, že ještě pro vzdálenost 1 mm od konce vlákna je



Obrázek 3.6: Vznik „boule“ kvůli setrvačnosti leptání. Snímek (a) zachycuje duté optické vlákno hned po leptání. Na snímku (b) je stejné vlákno zkoumáno pod optickým mikroskopem dva dny po leptání. Je vidět, že se během této doby na konci vlákna vytvořil objekt, který byl pracovně nazván „boule“ a vlákno znehodnotil.



Obrázek 3.7: Na obrázku je zobrazeno nežádoucí leptání vnitřku dutého vlákna po rozřezání vlákna FIB na Tescan Lyra. Na snímku uprostřed je zobrazeno, ve kterých místech bylo duté optické vlákno přerušeno. Snímky (a) a (c) potom zachycují detaily řezu. Lze si povšimnout, že čím dál od konce dutého vlákna je řez proveden, tím méně je poničená mikrostrukturovaná oblast vlákna.

vnitřek vyleptán kyselinou. Leptání zevnitř bylo hlavním důvodem, proč se nakonec od metody leptání při přetlaku v dutém vlákně upustilo. Nepomohlo ani zvýšení tlaku či stálé foukání po vyjmutí vlákna z HF.

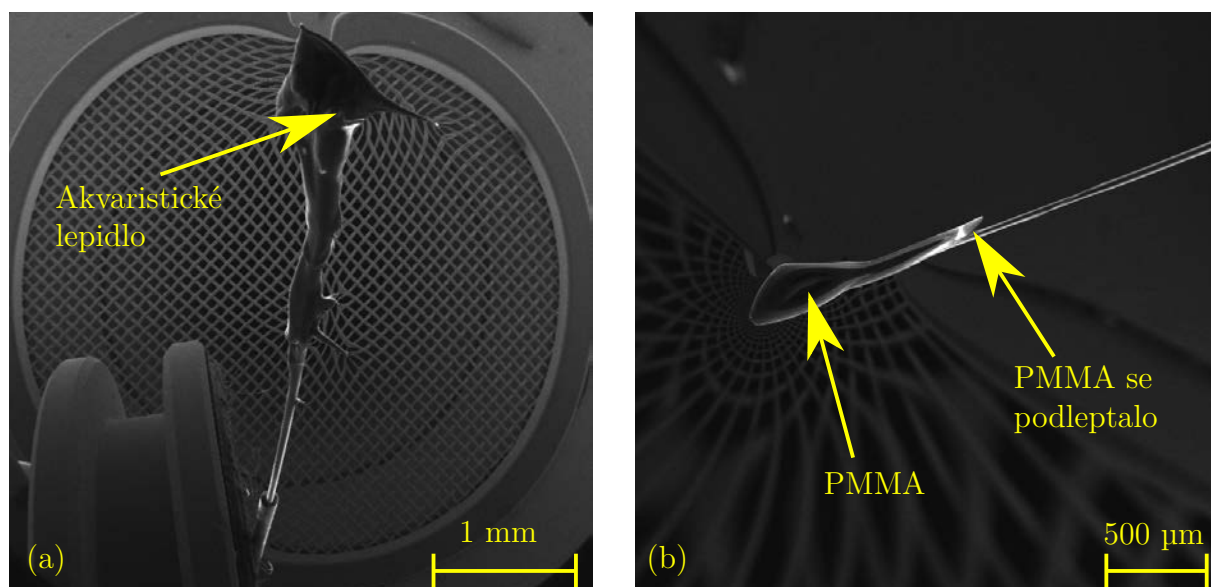
Před použitím metody zalepení konce dutého vlákna byl proveden pokus ořezat ne-leptané duté vlákno do špičky pomocí FIB. Tento přístup se ale také neosvědčil, a to hlavně kvůli velkým časům řezání (až 3 hodiny) a iontové nabíjení dutého vlákna, přestože bylo pokovené.

3.2. LEPTÁNÍ DUTÉHO VLÁKNA

3.2.2. Zalepení konce dutého vlákna

Druhým přístupem zamezení leptání dutého vlákna zevnitř bylo zalepení konce vlákna. Nejprve bylo vyzkoušeno akvaristické lepidlo na bázi silikonu (obrázek 3.8a)³. Tato volba nevedla k dobrým výsledkům zvláště z toho důvodu, že se lepidlo po velmi krátkém čase sleptalo a tudíž vniknutí kyseliny do vlákna nezabránilo.

Dále byl ke stejnému účelu použit polymethylmetakrylát (PMMA). Na konec dutého vlákna byl po odizolování nanesen PMMA (viz obrázek 3.8b) a vytvrzen nad plotýnkou o teplotě 120 °C. Tato krycí vrstva nebyla po celou dobu leptání vůbec ovlivněna, ale



Obrázek 3.8: Aby se zamezilo vniku HF do dutého vlákna, byl leptaný konec zaslepen. Akvaristické lepidlo (a) se neosvědčilo, bylo během pár minut v HF rozpuštěno (na obrázku je vlákno zobrazeno před leptáním). Zatímco PMMA nebylo během celého leptacího procesu ovlivněno, ukázalo se proto jako lepší volba (b). Deformace pozadí obrázků je dána nabíjením vlákna v SEM mikroskopu.

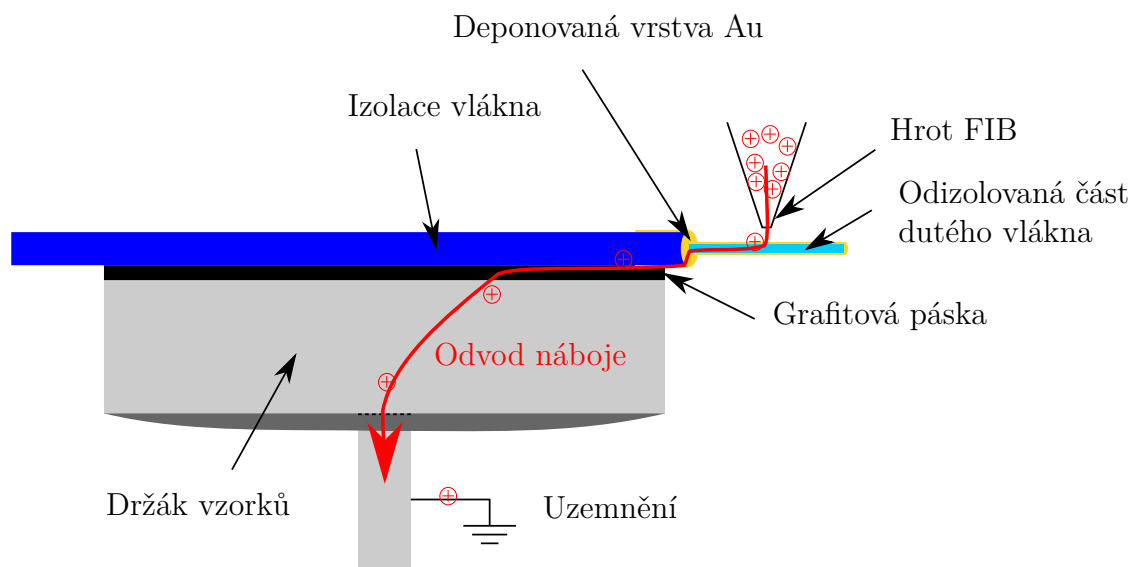
objevil se zde další problém. Bylo zjištěno, že pokud PMMA nepřekrývá konec na dostatečné délce, podleptá se a HF se opět do vlákna dostane. Tomuto jevu bylo zabráněno vylepšeným postupem při zaslepování konce vlákna. Nejprve bylo použito PMMA o nízké viskozitě, které se dostalo snadno do mikropórů dutého vlákna a vytvořila se tak zátka, která zabránila vniku HF dovnitř. Při procesu se střídaly dvě činnosti - potopení konce vlákna do PMMA a okamžité vytvrzení. To z toho důvodu, aby vlivem kapilární elevace nebylo PMMA nasáto do velké vzdálenosti a nezneškodilo vlákno. V jednom případě byl konec ještě překryt vrstvou viskoznějšího PMMA, které bylo také ihned vytvrzeno. Tento krok se však neukázal jako nezbytný pro úspěšné provedení pokusu. Po zalepení uvedeným způsobem bylo duté vlákno leptáno ve 40% HF po dobu 34 minut. Pro nižší časy nebylo vlákno sleptáno dostatečně a doba řezání na FIB by byla zbytečně dlouhá. Bylo by možné leptat delší dobu a ztenčit vlákno více. Pro čas 34 minut ale tloušťka vlákna vyhovovala požadavkům („rozumný“ čas řezání na FIB, vlákno většinou vydrželo

³Deformace mřížky v SEM Tescan Vega je způsobena nabíjením dutého vlákna.

manipulaci a osvědčilo se i jako SNOM sonda, viz dále v textu). Z těchto důvodů se dále neexperimentovalo s delšími časy leptání.

3.3. Pokovení vlákna

Optické duté vlákno pokryté PMMA se v elektronovém mikroskopu dopadem elektronového svazku silně nabíjelo. To způsobovalo deformaci obrazu (viz např. obrázek 3.8). Větším problémem ale bylo uhýbání vlákna při řezání iontovým svazkem (FIB). Těmto jevům bylo zabráněno pokovením vlákna v aparatuře „Kaufman“ v laboratořích Ústavu fyzikálního inženýrství. Pomocí iontů argonu o energii 600 eV se odprašují atomy z povrchu kovového terče, které potom dosedají na substrát (otáčející se duté vlákno). Během jedné depozice je možno měnit nanášený materiál a vytvářet tak multivrstvy [9]. Na duté vlákno byla nejdříve nanесena tenká vrstva titanu (3 nm). Titan díky odlišné krystalografické struktuře silně přilne na povrch skla a vytvoří vhodný základ pro další deponované kovy [9]. Na Ti byla dále nanесena 50nm vrstva zlata. Depozice byla provedena na délce přibližně 1 cm od konce dutého vlákna. Bylo důležité, aby vrstva přesahovala čás-



Obrázek 3.9: Schematické znázornění způsobu upevnění pokoveného dutého vlákna na držák vzorků v elektronovém mikroskopu, aby docházelo k odvodu náboje. Duté vlákno přesahuje přes držák přibližně 1 cm.

tečně až na neodizolovanou část vlákna. Důvodem bylo nalepení vlákna na držák vzorku v elektronovém mikroskopu. Kvůli křehkosti vlákna nebylo možné nalepit na držák tenkou odizolovanou část. Deponovaná vrstva musela tedy přesahovat, aby došlo k uzemnění přes držák vzorku a bylo zamezeno nabíjení (viz schematické znázornění na obrázku 3.9). V některých pokusech byl k pokovení použit hliník (75 nm). Volba materiálu k pokovení se na výsledku zásadně neprojevila.

3.4. Úprava dutého vlákna pomocí FIB

3.4.1. Přeríznutí vlákna

Jakmile bylo duté vlákno ošetřeno proti nabíjení pokovením, následovalo řezání FIB. Po několika neúspěšných pokusech - vyleptání dutého vlákna zevnitř (obrázek 3.7) byl změněn technologický postup. Duté vlákno bylo ve zúženém místě nejprve přestřiženo kleštěmi⁴, viz obrázek 3.10b. Poté byl vnitřek zkontrolován na elektronovém mikroskopu Tescan Vega2. Pokud bylo zjištěno, že není vyleptán, pokračovalo se na FIB, kde byl konec velmi přesně odříznut svazkem iontů.

Zatímco neleptané vlákno nebylo téměř na FIB možné přeríznout, po sleptání těsně nad průměr mikrostrukturované oblasti (přibližně 30 μm) se časy řezání pohybovaly od 3 do 5 minut. Výsledky jsou zobrazeny na obrázku 3.10a a je zde mimo jiné vidět, že vlákno se povedlo sleptat přesně podle vstupních požadavků. Dále si lze všimnout tenkého vlákna PMMA na povrchu, řezání na FIB jím ovlivněno nebylo.

3.4.2. Opracování vlákna do špičky

Dalším krokem v přípravě sondy bylo ořezání vlákna ze čtyř stran až na průměr jádra ($\sim 5 \mu\text{m}$). Byla vytvořena špička pod úhlem 70° . Největším problémem bylo trefit střed vlákna při řezání druhých dvou zkosení. Vlákno se přes své pokovení začalo vlivem nabíjení pohybovat, a to řezání komplikovalo. Bylo to dáno tím, že na konci vlákna byla pokovená vrstva odříznuta. Dalším nežádoucím jevem se ukázalo nalepení odříznutých kousků na okraje vytvořené špičky. Nejednalo se o závažný problém, protože při použití vlákna ve SNOM se vzhledem k povaze měření nalepené části „oklepaly“. Výsledky řezání jsou zobrazeny v obrázku 3.11 a jak je z obrázku patrné, tento postup již vedl k vytvoření správného tvaru SNOM hrotu se zachováním dutinek.

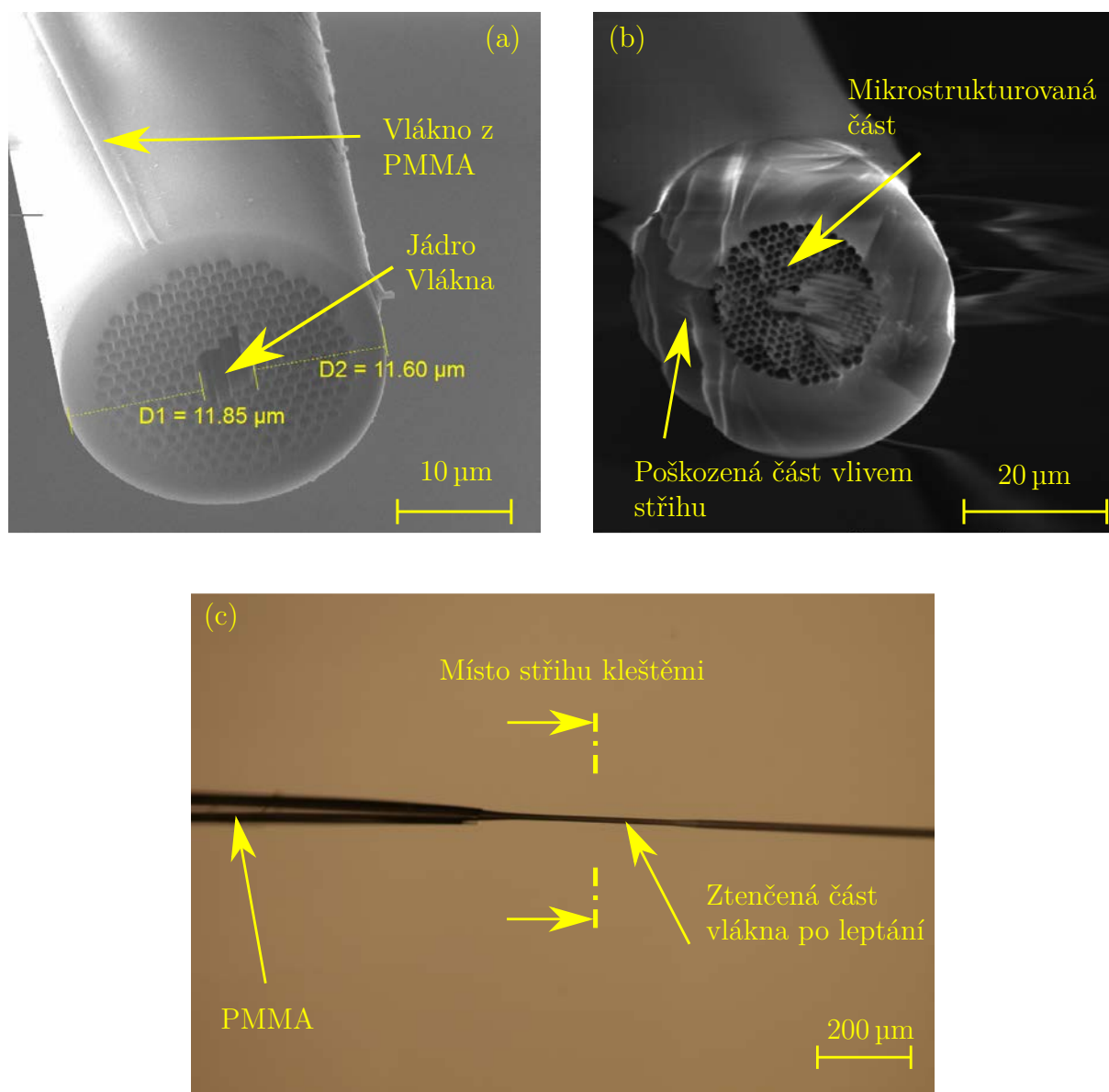
3.5. Měření SNOM s dutým vláknem

Jakmile duté vlákno prošlo všemi přípravnými kroky, bylo připraveno k použití jako SNOM sonda.

Měření novým dutým vláknem bylo provedeno na aparatuře NTEGRA Solaris od firmy NT-MDT s invertovaným optickým mikroskopem Olympus IX71 jak je zobrazeno na obrázku 3.12. Při experimentu byl optický mikroskop použit v transmisním módu, při kterém se sbírá světlo prošlé vzorkem. Nejprve byla použita konfigurace, kdy se na vzorek fokusovalo přes objektiv mikroskopu světlo o vlnové délce 532 nm, a prošlé světlo bylo sbíráno připraveným optickým vláknem. Protože se nepodařilo naměřit optický signál, byla následně vyzkoušena i konfigurace opačná.

Nejprve byl konec dutého optického vlákna nalepen na piezoelektrickou ladičku (vidličku na obrázku 3.13) pomocí sekundového lepidla, které se nechalo několik hodin tuhnout. Použitá ladička má dvě rezonanční frekvence 32 kHz a 190 kHz, kde při měření byla

⁴Tento způsob sice vlákno na konci mírně poničil, ale ušetřil mnoho času kvůli zbytečnému použití FIB. FIB/SEM Tescan Lyra, který se nachází v laboratořích CEITEC je mnohem více vytížen než SEM Tescan Vega2 nacházející se na ÚFI.

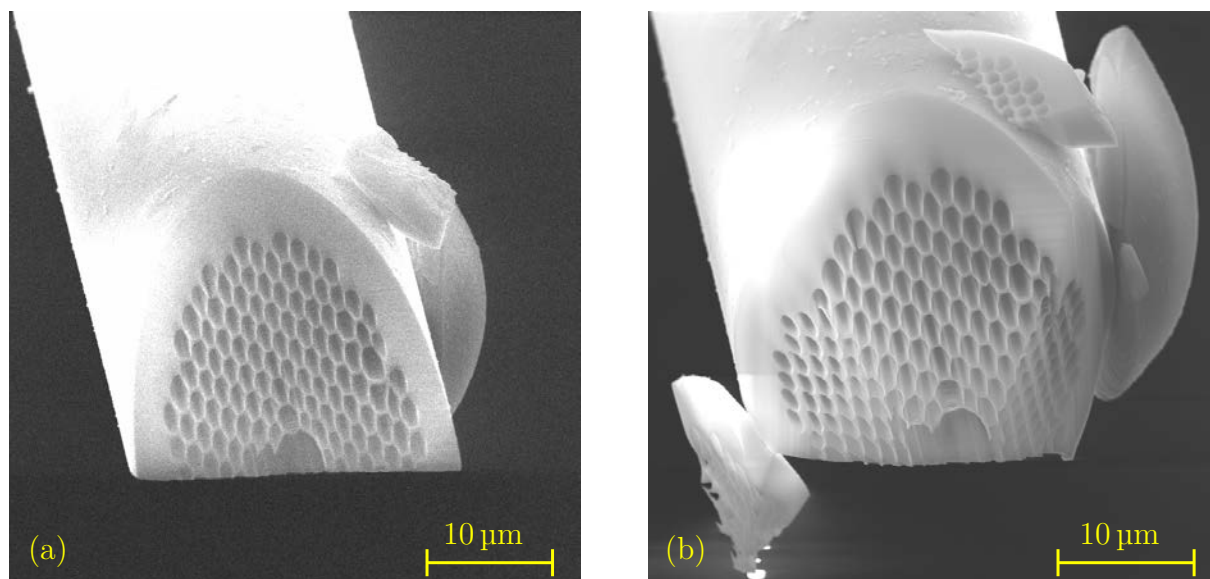


Obrázek 3.10: Na snímku (c) je optické duté vlákno po leptání (z optického mikroskopu). Je zde vidět zúžené místo, ve kterém bylo duté vlákno přestříženo. Na snímku (b) se nachází detail dutého vlákna po přestřížení kleštěmi včetně popisu poškozeného místa. Na snímku (a) vidíme duté vlákno leptané 34 minut, jehož konec byl odříznut pomocí FIB za 3 minuty. Je zde zobrazen detail konce dutého vlákna po odříznutí včetně změřených vzdáleností od povrchu ke střední části vlákna.

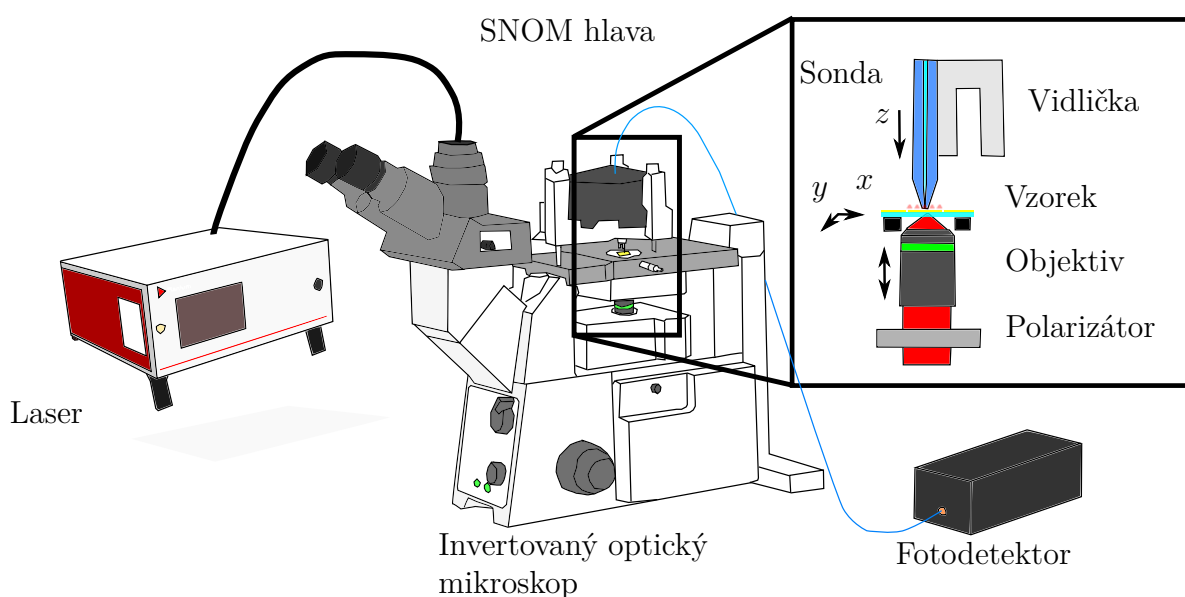
použita druhá u uvedených frekvencí. Následně byla ladička zasunuta do držáku ve SNOM hlavě (viz obrázek 3.13). Hlava zajišťuje rastrování nad povrchem pomocí piezoposuvu.

Poněvadž se nezdařilo zavést světlo do dutého vlákna ani použít jej v opačné konfiguraci ke sběru světla, byla nejprve naměřena testována schopnost vyrobené SNOM sondy detekovat topografii povrchu vzorku (obrázek 3.14). Při měření topografie bylo dosaženo velmi dobrých výsledků zejména proto, že se špička opracovaného dutého vlákna chovala stabilně, vydržela bez problémů více měření.

3.5. MĚŘENÍ SNOM S DUTÝM VLÁKNEM



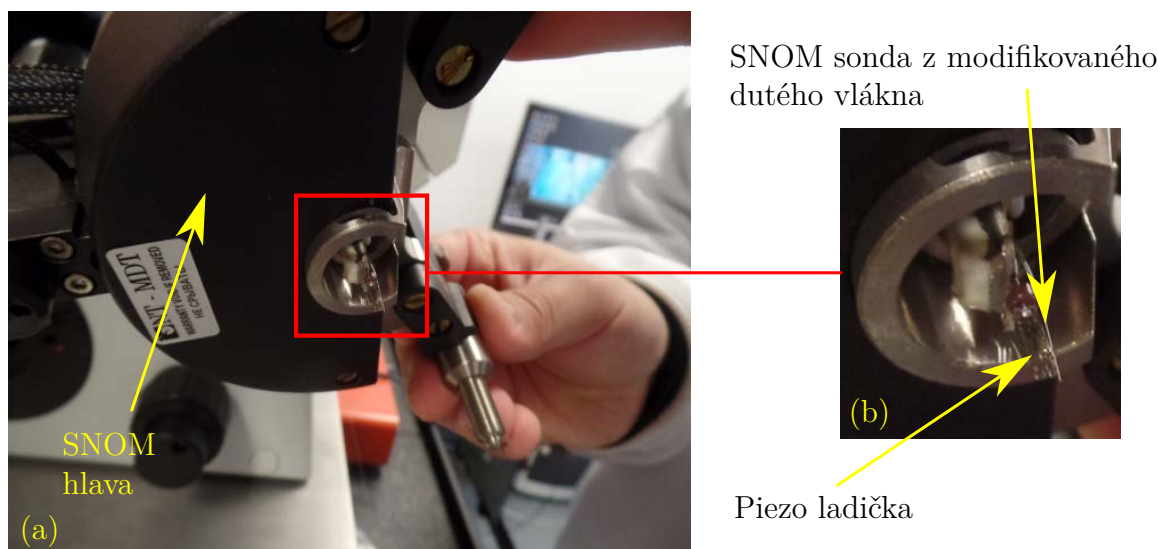
Obrázek 3.11: Vytvoření špičky seřezáním vlákna na průměr jádra ($\sim 5 \mu\text{m}$). Proces řezání probíhal ve dvou krocích. Nejprve se pod úhlem 70° upravil konec vlákna ze dvou stran (a), potom se vlákno pootočilo o 90° a bylo upraveno i ze zbylých dvou stran (b). Jsou zde rovněž vidět „nalepené“ kousky, které po odříznutí neodpadly.



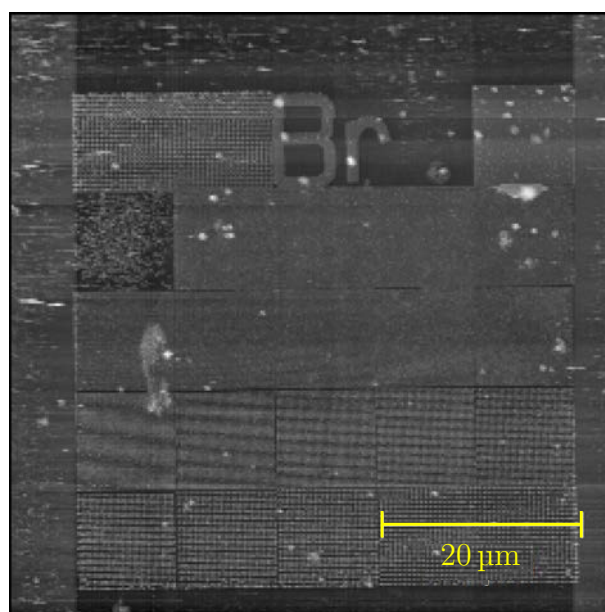
Obrázek 3.12: Schéma měřicí aparatury SNOM.

3.5.1. Zavedení světla do vlákna

Při experimentu byl použit polovodičový laser, který vyzařuje zelené světlo o vlnové délce 532 nm s výkonem 5 mW . Na tuto vlnovou délku je vlákno optimalizováno. Zatímco je upravený konec nalepen na ladičku a umístěn ve SNOM hlavě, druhý se kleštěmi zastříhne a část (asi 1 mm) se odizoluje. Tento konec je potom umístěn do držáku, pomocí kterého je do vlákna zavedeno světlo. Je nezbytné zavést světlo z laseru co nejpřesněji. Jemná



Obrázek 3.13: Hlava aparatury SNOM. V pravé části obrázku je zachycen detail, na kterém lze vidět piezoladičku a k ní přilepené modifikované duté vlákno, které plní úlohu SNOM sondy.



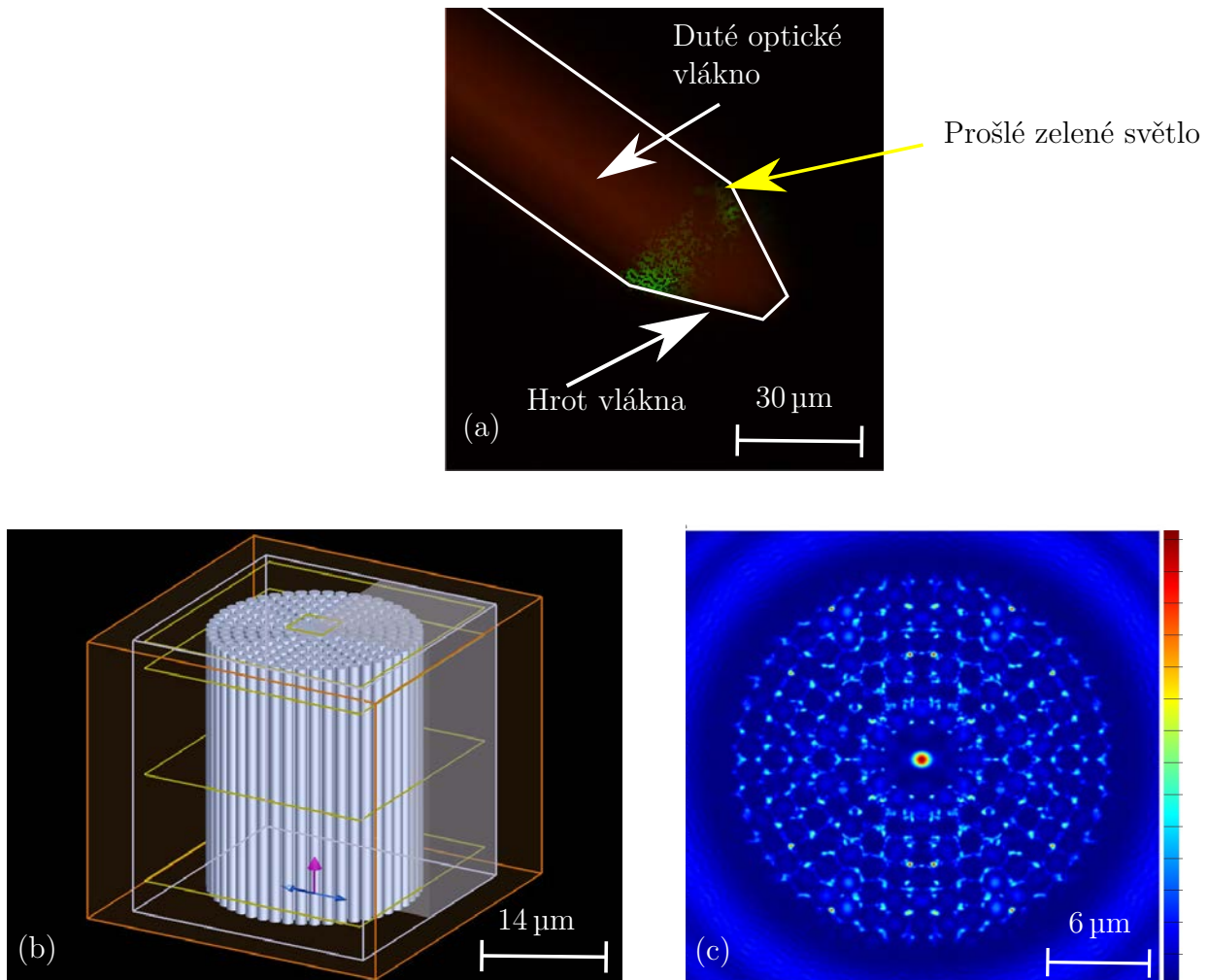
Obrázek 3.14: Topografie vzorku měřená pomocí modifikovaného, opracovaného dutého vlákna. Jako vzorek byly použity struktury plazmonických antének.

manipulace je umožněna třemi mikrometrickými šrouby pro posun v osách x , y a z . Po několika neúspěšných pokusech zavedení světla do dutého optického vlákna bylo vlákno z hlavy vyjmuto, užitím acetonu odlepeno od ladičky a umístěno do optického mikroskopu Olympus MX51, který umožňuje lepší inspekci vycházejícího světla. Zde se podařilo laserové světlo zaznamenat, ale jeho intenzita byla velmi slabá, navíc se ukázalo, že světlo vůbec nebylo vyvedeno jádrem vlákna, jak je dobře patrné z obrázku 3.15a.

Z důvodu vyjasnění tohoto problému byly provedeny numerické simulace na průchod světla vláknem v programu Lumerical FDTD Solutions s několika aproximacemi. Otvory ve vlákně byly uvažovány jako válce namísto reálných hranolů s podstavou pravidelného

3.5. MĚŘENÍ SNOM S DUTÝM VLÁKNEM

šestiúhelníku. Byly nastaveny indexy lomu $n_1 = 1$ pro oblast kanálků a $n_2 = 1,47$ pro okolní sklo. Dále byla uvažována válcová symetrie vlákna. Z těchto důvodů vyšla nejlépe simulace pro vlnovou délku 504 nm (pro kterou vlákno propouštělo nejvíce energie) místo výrobcem požadovaných 532 nm. Obrázek 3.15c zobrazuje rozložení elektromagnetického pole v příčném řezu dutým vláknem a je vidět, že největší intenzita ($I \sim |E|^2$) prochází právě jádrem vlákna, což je očekávaný výsledek. Otázkou zůstává, jak průchod světla koncem vlákna ovlivní jeho seříznutí. Z časových důvodů se tento problém zatím nepodařilo počítačově nasimulovat, ale lze očekávat, že vlivem seříznutí dochází k úbytku periodických pravidelných struktur, které jsou důležité pro vytvoření zakázaného pásu ve fotonickém krystalu [1]. Z tohoto důvodu na začátku zkosení dutého vlákna přestává být světlo vedeno jádrem a začíná se rozptylovat, což by korespondovalo s výsledkem na obrázku 3.15a.

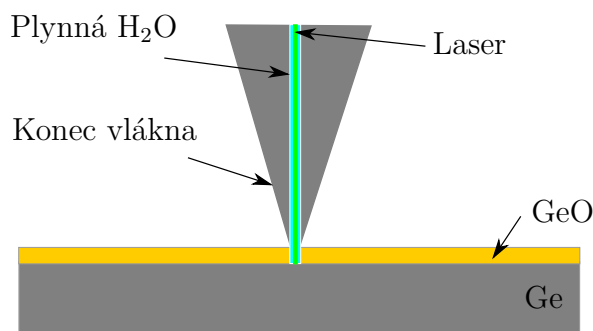


Obrázek 3.15: V části (a) je vidět zelené světlo, které vystupuje z vlákna v místě zkosení, ale do konce špičky už se nedostane, jeho intenzita byla z ilustračních důvodů uměle zvýšena. Část (b) ukazuje navržený model vlákna před simulací v programu Lumerical FDTD Solutions. Část (c) zobrazuje výsledky simulace, tedy intenzitu světla vycházející z konce vlákna normovanou k jednotkové intenzitě světelné vlny vstupující do vlákna. Z obrázku je patrné, že světlo o největší intenzitě znázorněno červenou barvou vystupuje ze středu vlákna.

Z důvodu, že se nepodařilo detekovat blízké pole dutým vláknem pravděpodobně kvůli úniku světla bočními dutinami, bylo vlákno znovu umístěno do aparatury „Kaufman“, kde proběhla depozice hliníku. Tentokrát bylo nadeponováno 300 nm, aby byly zalepeny všechny dutinky, kromě jádra vlákna a bylo tak úniku světla zamezeno. Bohužel po depozici se vlákno pádem poškodilo a znehodnotilo, takže nemohlo být použito v dalších experimentech.

3.5.2. Zmenšení apertury

Jedním z požadavků na SNOM sondu je apertura s rozměry menšími než je vlnové délka použitého světla. Aplikováním postupu uvedeného v této práci byla připravena SNOM sonda z dutého vlákna, na které byly následně zalepeny vedlejší dutiny mikrostrukturované části v aparatuře „Kaufman“. Tímto způsobem byla vytvořena apertura, která se svými rozměry shodovala s jádrem vlákna o průměru přibližně 5 μm . Proto byl vymyšlen další postup, jak aperturu ještě zmenšit, který ale zatím nebyl realizován. Pomocí litografické techniky FEBID/FIBID⁵ by mohly být na stěnu okolo jádra vlákna nadeponovány tyčinky z vodivého materiálu, které by aperturu stáhly do požadovaného průměru. Tato metoda by mohla umožnit lepší sběr povrchových plazmonových polaritonů.



Obrázek 3.16: Obrázek zachycuje návrh použití dutého vlákna jako „NanoGIS“. Vodní pára přivedená vláknem až na povrch vzorku leptá nativní vrstvu oxidu germania a vytváří tak struktury.

3.5.3. Použití dutého vlákna jako „NanoGIS“

Dále by se duté vlákno mohlo použít jako „NanoGIS“. Byl proveden pokus s germaniovou destičkou. Na Ge substrátu se na vzduchu vytvoří nativní vrstva oxidu, která může být odleptána vodou, resp. vodní párou (viz obrázek 3.16). V experimentu, který proběhl, bylo použito vlákno plné. Předpokládalo se, že vlhkost obsažená ve vzduchu (asi 50 %) by mohla být dostatečná k leptání oxidu germania v místě svícení laserem. Po osmi hodinách se ale žádné znatelné struktury na povrchu destičky nevytvořily. Dalším krokem by mohlo být uzavření experimentální soustavy do komory, kde se dá uměle zvyšovat vlhkost, a postup opakovat. Dále by se dalo použít duté vlákno připravené podle postupu v odstavcích 3.2 – 3.4. Vodní pára by mohla být vháněna na povrch vzorku přímo skrze vlákno, užitím

⁵ *Focused Electron/Ion Beam Induced Deposition* jsou metody umožňující selektivní depozici za vzniku struktur definovaných rozměrů. Molekuly vhodného plynu - prekursoru - se adsorbují na povrch vzorku. Vlivem elektronového nebo iontového svazku jsou těkavé komponenty nanosených molekul desorbovány [23].

3.5. MĚŘENÍ SNOM S DUTÝM VLÁKNEM

aparatury „NanoGIS“, za současného osvitu laserem. Podle odhadů by tento postup mohl modifikovat povrch germaniové destičky s nativní vrstvou oxidu výrazněji.

4. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo připravit několik funkčních sond z komerčního dutého optického vlákna a jejich testování při měření na aparatuře SNOM. Dále potom studovat speciální vlastnosti těchto sond především v aplikaci jako „nanoGIS“.

V teoretické části byly z Maxwellových rovnic odvozeny nezbytné vztahy pro popis povrchových plazmonových polaritonů (SPP), které při měření na SNOM hrají zásadní roli. Dále zde byla popsána metoda, jak se SPP během měření budí (excitují) a detekují. Byl zde vysvětlen princip fungování rastrovací mikroskopie v blízkém poli a role SNOM sondy při experimentech s detekcí blízkého pole. Dále byl popsán postup modifikace této sondy v laboratorních podmínkách.

Těžištěm této práce byla experimentální část, která byla postavena na přípravě SNOM sondy z dutého vlákna. S přihlédnutím k procesu výroby klasické sondy byl optimalizován technologický postup, jak ji připravit. Byl vyřešen problém leptání vlákna zevnitř zalepením leptaného konce pomocí PMMA. Byla stanovena vhodná doba leptání vlákna ve 40% HF na 34 minut. Dále byl vytvořen systém pro charakterizaci SNOM vláken pomocí pokovení a vytvoření držáku vzorků do SEM, aby nedocházelo k jejich nabíjení. Vláknem bylo v rámci výrobního procesu několikrát kontrolováno na SEM hlavně před (a během) jeho úpravou na FIB. Pomocí FIB bylo vlákno seříznuto do špičky, tedy až na průměr jádra, které tak vytvořilo vstupní (výstupní) aperturu z vlákna.

Opracované duté vlákno bylo poté použito k měření topografie vzorku s plazmonickými anténkami. Zde bylo dosaženo uspokojivých výsledků, zejména proto, že byla ověřena možnost detekce topografie pomocí SNOM sondy z dutého vlákna. Byla provedena simulace průchodu laserového světla vláknem z důvodu vysvětlení průchodu světla dutým vláknem a tento jev byl zkoumán i experimentálně zkoumán pod optickým mikroskopem. Nutno ovšem přiznat, že z časového omezení se zatím nepodařilo vyřešit všechny dílčí technologické problémy, aby bylo možno detekovat blízké pole pomocí SNOM sondy z dutého vlákna a rovněž použití jako „nanoGIS“ ještě nebylo dotaženo k experimentálnímu ověření.

Nicméně byl rovněž vymyšlen postup, pomocí kterého by bylo teoreticky možné zmenšit aperturu do řádu desítek nanometrů pomocí metody (FEBID/FIBID) a zvýšit tak možnosti využití vlákna pro detekci v blízkém poli. Navíc byl nalezen způsob, jak testovat vliv procházejícího plynu vláknem užitím vodní páry a germaniové destičky.

Literatura

- [1] NOVOTNY L., HECHT B.: *Principles of nano-optics*, Cambridge University Press, New York, (2012). ISBN 9781107005464.
- [2] SYNGE E. H.: *A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region*, The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science **6**(35), str. 356-362, (1928). DOI: 10.1080/14786440808564615.
- [3] ASH E. A., NICHOLLS G.: *Super-resolution Aperture Scanning Microscope*, Nature **237**, str. 510-513, (1972). DOI: 10.1038/237510a0.
- [4] MASSEY G. A.: *Microscopy and pattern generation with scanned evanescent waves*, Applied Optics **23**(5), str. 658-660, (1984). DOI: 10.1364/AO.23.000658.
- [5] POHL D. W., DENK W., LANZ M.: *Optical stethoscopy: Image recording with resolution $\lambda/20$* , Applied Physics Letters **44**(7), str. 651-653, (1984). DOI: 10.1063/1.94865.
- [6] SLABÝ V.: *SNOM sondy se speciálními vlastnostmi*, bakalářská práce, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, (2015).
- [7] GRIFFITHS D. J.: *Introduction to electrodynamics*, Prentice Hall, New Jersey, USA, (1999).
- [8] HALLIDAY D., RESNICK R., WALKER J.: *Fyzika*, svazek 2, VUTIUM, Brno, (2013).
- [9] DVOŘÁK P.: *Studium vlastností povrchových plazmonových polaritonů na magnetických materiálech*, diplomová práce, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, (2011).
- [10] NEUMAN T.: *Studium vlastností povrchových plazmonových polaritonů pomocí rastrovací optické mikroskopie v blízkém poli*, bakalářská práce, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, (2012).
- [11] MAIER S. A.: *Plasmonics: fundamentals and applications*, Springer, Bath UK, (2007).
- [12] TAME M. S., MCENERY K. R., ÖZDEMİR Ş. K., LEE J., MAIER S. A., KIM M. S.: *Quantum plasmonics*, Nature Physics **9**(6), str. 329, (2013). DOI: 10.1038/nphys2615.
- [13] ZENNECK J.: *Über die Fortpflanzung ebener elektromagnetischer Wellen längs einer ebenen Leiterfläche und ihre Beziehung zur drahtlosen Telegraphie*, Annalen der Physik **328**(10), str. 846-866, (1907). DOI: 10.1002/andp.19073281003.
- [14] KRETSCHMANN E.: *The angular dependence and the polarisation of light emitted by surface plasmons on metals due to roughness*, Optics Communications **5**, str. 331-336, (1972). DOI: 10.1016/0030-4018(72)90026-0.
- [15] BOHREN C. F., HUFFMAN D. R.: *Absorption and scattering of light by small particles*, Wiley Professional Paperback Edition Published, Kanada, (1998).

- [16] MIRONOV V. L.: *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy*. Nizhniy Novgorod, The Russian Academy of Sciences Institute for Physics of Microstructures, (2004).
- [17] POHL D., WOLFGANG D.: *Optical near-field scanning microscope*, US patent 4604520, (1986), dostupné také z: <https://www.google.cz/patents/US4604520>.
- [18] STRUTT J. W.: *Investigations in optics, with special reference to the spectroscope*, Philosophical Magazine Series **8**(49), str. 261-274, (1879). DOI: 10.1080/14786447908639684.
- [19] BORN M., WOLF E.: *Principles of optics*, Pergamon Press Ltd. Hill Hall, Oxford, England, (1980).
- [20] *Olympus Microscopy Resource Center*, [online], dostupné z: <http://www.olympusmicro.com/primer/anatomy/numaperture.html>.
- [21] WANG L., XIAOJI G. X.: *Scattering-type scanning near-field optical microscopy with reconstruction of vertical interaction*, Nature Communications **6**, (2015). DOI: 10.1038/ncomms9973.
- [22] TURNER D. R.: *Etch Procedure for Optical Fibers*, US patent 4469554, (1984).
- [23] ŠAMOŘIL T.: *Aplikace fokusovaného iontového a elektronového svazku v nanotechnologiích*, dizertační práce, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, (2015).

5. Seznam použitých zkratek

AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i> - Mikroskopie atomárních sil
FEBID/FIBID	<i>Focused Electron/Ion Beam Induced Deposition</i> - Depozice indukovaná fokusovaným elektronovým/iontovým svazkem
FIB	<i>Focused Ion Beam</i> - Fokusovaný iontový svazek
GIS	<i>Gas Injection System</i> - Systém vstřikování plynů
IBS	<i>Ion Beam Sputtering</i> - Naprašování iontovým svazkem
PMMA	<i>Poly Methyl MethAcrylate</i> - Polymethylmethakrylát
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i> - Rastrovací elektronová mikroskopie
SNOM	<i>Scanning Near-field Optical Microscopy</i> - Rastrovací optický mikroskop v blízkém poli
SPM	<i>Scanning Probe Microscopy</i> - Rastrovací sondová mikroskopie
STM	<i>Scanning Tunneling Microscopy</i> - Skenovací tunelovací mikroskopie