

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING INSTITUTE PHYSICAL ENGINEERING

VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE VE VT UHV SPM APPLICATION OF INTERFEROMETRY IN VT UHV SPM

TEZE DIZERTAČNÍ PRÁCE DOCTORAL THESIS STATEMENT

AUTOR PRÁCE AUTHOR Ing. DALIBOR ŠULC

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR prof. RNDr. JIŘÍ SPOUSTA, Ph.D.

Abstrakt

Disertační práce je zaměřena na vývoj rastrovacích sondových mikroskopů. Popisuje návrh a vývoj modulární řídicí elektroniky, aby mohla být využita u více mikroskopů SPM. Řídicí elektronika se sestává ze stabilizovaného zdroje napětí, vysokonapěťového zesilovače a zesilovače signálu sondy. Byl představen open–source projekt GXSM, tj. kontroler řídící rastrování, snímání dat a ovládá zpětnou vazbu. Dále GXSM obsahuje i grafické uživatelské rozhraní pro operační systémy linux. Pomocí rozhraní jsou nastavovány požadované parametry měření, zpětné vazby atd. Druhá část práce je věnována popisu, návrhu a vývoji systému pro interferometrické odměřování výchylky raménka AFM a využití interferometrie v oblasti SPM obecně. Navržený interferometr byl úspěšně sestaven a otestován. Nejnižší dosažená rozlišitelná výchylka je 2 nm. V závěru je prezentován návrh implementace interferometrického odměřování výchylky raménka AFM.

Summary

The thesis is aimed at the development of Scanning Probe Microscopes (SPM). It describes design and development of modular controll electronics to be applied effectively on more microscopes SPM. Control electronics consist of stabilized power source, high–voltage amplifier and probe signal amplifier. The open–source project GXSM has been introduced. It contains a logic control unit which controls scanning, acquiring data and feedback control. GXSM provides a graphical user interface based on linux operation system. Second part of the thesis is aimed at design and development of interferometric deflection sensing system for SPM cantilevers and applications at SPM in general. Designed interferometer has been assembled and tested. It can clearly distinguish a signal of amplitude 2 nm. At the end of the thesis the design of interferometric system implementation is presented.

Klíčová slova

SPM, AFM, interferometrie, řídicí elektronika SPM, ovládací software SPM

Keywords

SPM, AFM, interferometry, SPM drivers, control software SPM

ŠULC, D. *Využití interferometrie ve VT UHV SPM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 26 s. Vedoucí doktorské disertační práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D..

Obsah

Úvod				2
1	Rastrovací sondová mikroskopie			3
	1.1	Režim	y zpětné vazby	3
		1.1.1	Režim konstantní výšky	4
		1.1.2	Režim konstantní interakce	4
		1.1.3	Kombinovaný režim	4
2	Rastrovací sondový mikroskop			5
	2.1	Řídicí	elektronika	5
		2.1.1	Stabilizovaný zdroj napětí	5
		2.1.2	Ovládací jednotka skeneru	5
		2.1.3	Řídicí jednotka	6
		2.1.4	Předzesilovače pro měření interakce	6
		2.1.5	Oscilační jednotka	7
	2.2	Ovláda	ací software	7
3	Vývoj a výroba ovládací elektroniky pro systém UHV SPM VUT			8
	3.1	Stabili	zovaný zdroj napětí	9
	3.2	Vysoko	onapěťový zesilovač pro skener	9
	3.3	Zesilovač pro zpracování signálu z PSD		
	3.4	Řídicí jednotka a ovládací software		
	3.5	Měření a výsledky		
4	Implementace interferometrického odměřování v svstému Nanostencil			12
	4.1	Mikros	skop atomárních sil systému Nanostencil	14
	4.2	Měření a výsledky		
5	Využití interferometrie v UHV SPM			17
	v	5.0.1	Optická část interferometru	17
		5.0.2	Elektronická část interferometru	18
	5.1	Využit	tí interferometru v SPM	19
		5.1.1	Kalibrace piezokeramických prvků	19
		5.1.2	Měření rozlišení interferometru a výchylky raménka AFM	19
	~			~ ~

Závěr

 $\mathbf{23}$

ÚVOD

Úvod

Od roku 1986, kdy byl mikroskop atomárních sil (Atomic Force Microscope – AFM) poprvé použit [1], se rozšířil natolik, že se stal univerzálním vědeckým nástrojem v širokém spektru aplikací a vědních oborů. Od analýzy povrchů se sub–nanometrovou přesností [2, 3], manipulace s jednotlivými atomy a molekulami [4], výroby nanostruktur [5, 6] až po biologické aplikace, jako je analýza buněk a manipulace s nimi [7, 8].

Mikroskop atomárních sil v roce svého vzniku významně rozšířil skupinu tzv. rastrovacích sondových mikroskopů (Scanning Probe Microscopy – SPM), která vznikla o pět let dříve, kdy Gerd Binnig poprvé použil rastrovací tunelový mikroskop – Scanning Tunneling Microscope (STM) [9]. Mikroskop atomárních sil oproti STM umožňuje například snímat povrch i nevodivých vzorků. Do dnešní doby vzniklo několik desítek režimů a sond, které lze v SPM použít.

Na Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně (dále jen ÚFI FSI) pracují studenti a zaměstnanci na vývoji a výrobě sondových mikroskopů už téměř dvacet let. Autor předkládané disertační práce je od roku 2011 členem této skupiny a společně s Ing. Pavlem Wertheimerem, Ing. Michalem Paverou a Ing. Zdeňkem Nováčkem pracují na dalším vývoji a úpravách mikroskopů SPM. Autor této práce se během svého studia věnoval převážně vývoji elektronických řídicích obvodů, zesilovačů a úpravě ovládacího softwaru.

Práce obecně popisuje rastrovací sondový mikroskop jako modulární zařízení, skládající se z ovládacího softwaru, řídicí elektroniky a hardware mikroskopu. Modularita je pro vývoj rastrovacích mikroskopů výhodná, protože komponenty mohou být napříč různými typy mikroskopů sdíleny.

Další část popisuje implementaci modulárního řešení obecně popsaného v předchozí části. Byla úspěšně nahrazena řídicí elektronika a ovládací software u již fungujícího mikroskopu. Detailně se věnuje vývoji vysokonapěťového zesilovače pro ovládání piezokeramického skeneru, zesilovače signálu prohnutí raménka sondy a zdroje stabilizovaného napětí. V této kapitole je také představen *open–source* projekt *GXSM*, který byl zaveden postupně pro všechny rastrovací sondové mikroskopy vyrobené na ÚFI FSI.

Ve zbývajících dvou kapitolách se již autor věnuje využití interferometrie v oblasti sondových mikroskopu v prostředí ultravysokého vakua.

Pátá kapitola pojednává o práci autora v Centru funkčních materiálů v Národní laboratoři v Brookhaven¹, kde pracoval na implementaci komerčně dostupného interferometru do AFM v systému *Nanostencil*.

Poslední část se věnuje vývoji interferometru použitelného v oblasti sondových mikroskopů. Nejprve jsou vysvětleny základní pojmy a vyjmenovány základní typy interferometrů určených pro precizní měření vzdáleností. Dále je zde popsána realizace vlastního vláknového interferometru a v závěru kapitoly jsou uvedeny výsledky testování interferometru na kalibraci piezotrubkového skeneru a zkoušky rozlišení interferometru.

¹Center of Functional Nanomaterials, Brookhaven National Laboratory, Upton, New York.

1. Rastrovací sondová mikroskopie

Rastrovací sondová mikroskopie (Scanning Probe Microscopy – SPM) využívá k měření sondu v podobě velmi ostrého hrotu. Křivost konce hrotu se pohybuje v řádech nanometrů. Pro měření využívá SPM vzájemného interakčního působení sondy s povrchem zkoumaného vzorku. Podle typu mikroskopie může jít například o silovou interakci. Sonda zkoumá interakci zpravidla v oblasti do 100 nm od povrchu vzorku. Získáváme tak informaci o interakci pouze lokálně – v daném místě. Z toho důvodu je potřeba sondou rastrovat po celé ploše zkoumané oblasti a změřit tak zkoumanou interakci ve více bodech.

Zmíněné rastrování však přináší i nevýhody v podobě rychlosti měření. Běžně jedno měření trvá řádově minuty, rastrování po velkých plochách nebo detailnější měření pak i hodiny. Existují však i mikroskopy schopné získat i několik set snímků za sekundu [10]. Dlouhé měření pak s sebou přináší například problémy s teplotním driftem, který způsobí pozvolný posuv obrazu, apod.



Obrázek 1.1: Blokové schéma obecného sondového mikroskopu. a) skener, b) raménko, c) hrot, d) vzorek, e) směr pohybu raménka, f) směr pohybu skeneru při rastrování, g) excitace (může jít o vybuzení oscilací v raménku nebo jen přiložení stejnosměrného napětí), h) detekce

Typů rastrovacích sondových mikroskopů a režimů, ve kterých mohou pracovat, existuje mnoho. Všechny však můžeme popsat jedním obecným schematem, které je uvedeno na obrázku 1.1. Hrot (c) na raménku (b) se pohybuje v těsné blízkosti vzorku (d) pomocí skeneru (a). Hrot, pohybující se po nerovném povrchu, mění průhyb raménka ve směru (e), což detekujeme (signál h). Při použití některých metod, například založených na oscilaci raménka, je potřeba raménko rozkmitat (excitovat) (g).

1.1. Režimy zpětné vazby

Sondové mikroskopy mohou pracovat ve dvou základních režimech, které se liší podle zapojení zpětné vazby. V této části budou oba režimy popsány.

1.1. REŽIMY ZPĚTNÉ VAZBY



Obrázek 1.2: Režimy zpětné vazby pro řízení výšky sondy nad vzorkem. (a) Režim konstantní výšky, (b) režim konstantní interakce. 1) Zkoumaný vzorek, 2) sonda, 3) trajektorie

1.1.1. Režim konstantní výšky

Je–li souřadnice z (osa kolmá k rovině vzorku) konstantní a během rastrování dochází ke změně velikosti silové interakce, pak jde o režim konstantní výšky (obrázek 1.2a). V tomto režimu není potřeba žádné zpětnovazební řízení. Během průjezdu sondy se tak přímo ukládá měřená veličina. Tato skutečnost představuje velkou výhodu, protože rychlost pohybu sondy je omezená jen záznamovým zařízením a ne rychlostí zpětné vazby.

1.1.2. Režim konstantní interakce

U každé metody SPM představuje pojem *interakce* jinou fyzikální veličinu. Může to být tunelový proud, síla (přitažlivá, odpudivá nebo například magnetická), vodivost, atd.

V režimu konstantní interakce je zapotřebí zpětnovazební řízení. Do systému vstupuje požadavek uživatele F_p , což představuje požadovanou velikost interakce (například přítlačnou sílu, tunelový proud, atd.). Tento signál je odečten (blok a) od aktuální hodnoty Fa dále zpracován v regulátoru b). Regulátor se může skládat ze tří částí – proporční (P), integrační (I) a derivační (D).

Z regulátoru je signál přímo použit pro nastavení pozice raménka c) nad vzorkem, tj. v ose z. Poté interakce F znovu vstupuje na začátek schématu do bloku a).

1.1.3. Kombinovaný režim

V některých případech může být výhodné oba postupy kombinovat. Spojí se tak výhoda rychlosti měření režimu s konstantní výškou bez rizika poškození hrotu o povrch.

Zpětná vazba se záměrně nastaví tak, aby reagovala velmi pomalu a kopírovala tak spíše náklon vzorku než jeho topografickou nerovnost. Tento režim je vhodný spíše pro rovné vzorky, protože v případě výskytu velkých nerovností na vzorku může dojít k nárazu hrotu do nerovnosti.

2. Rastrovací sondový mikroskop

Fyzikální princip rastrovacích sondových mikroskopů byl popsán v předchozích kapitolách. V této kapitole budou popsány možnosti technické realizace SPM.

Rastrovací sondový mikroskop můžeme rozdělit do tří hlavních funkčních částí, jak je znázorněno na obrázku 2.1. Mikroskop samozřejmě nebude fungovat, pokud nebude mít všechny tyto části, je však relativně dobře možné kombinovat tyto celky napříč systémy různých výrobců.



Obrázek 2.1: Rozdělení rastrovacího sondového mikroskopu do funkčních celků

2.1. Řídicí elektronika

Řídicí elektronika může sestávat z několika dílčích nezávislých modulů. Jednotlivé moduly jsou pak použity pro určité metody SPM. Přehled těchto požadavků je uveden v tabulce na obrázku 2.2.

Z této tabulky je patrné, že potřebných modulů není mnoho a jejich vhodnou kombinací lze dosáhnout velké univerzality a měřit pomocí širokého spektra metod SPM. Jednotlivé moduly budou dále v této kapitole stručně popsány.

2.1.1. Stabilizovaný zdroj napětí

Stabilizovaný zdroj je nutný pro základní činnost jednotlivých modulů. Musí být uzpůsoben na napájení požadovaným napětím a být schopen dodat zařízením dostatečný proud. Vzhledem k tomu, že v sondové mikroskopii se jedná o citlivá měření, u kterých velmi záleží na stabilním napětí bez šumu, je nutné napájecí napětí co nejlépe vyhladit. Pro opravdu přesná měření se doporučuje využít i akumulátorů, které jakožto chemický zdroj netrpí šumem.

2.1.2. Ovládací jednotka skeneru

Pro piezokeramické skenery, které se ovládají přiložením patřičného napětí na každou osu, analogové řešení plně postačuje. Zjednodušeně řečeno, jde o operační zesilovač, který je schopen zesílit tři přivedené řídicí signály na požadované napětí (typicky ± 300 V).

Protože je možné snímat jedním skenerem (například trubkovým) jak oblasti v řádu desítek mikrometrů, tak i jednotek až desítek nanometrů (tj. v rozdílu tři řády), je nutné

2.1. ŘÍDICÍ ELEKTRONIKA



Obrázek 2.2: Přehled potřebných elektronických komponent pro různé metody SPM

mít možnost měnit zesílení ovladače skeneru. Řídicí jednotky většinou používají 16bitový převodník, který by při tisícinásobně menším rozsahu nemohl rozlišit více než 60 úrovní, tedy měřených bodů při rastrování. Zmenšením zesílení budeme schopni využít celého rozsahu převodníku pro nejpoužívanější velikosti snímaného okna.

2.1.3. Řídicí jednotka

Řídicí jednotka slouží ke zprostředkování příkazů mezi operátorem (resp. ovládacím softwarem) a aktivními prvky mikroskopu. Srdcem řídicí jednotky je ve většině případů digitální signálový procesor (Digital Signal Processor – DSP), který je určen k rychlému a efektivnímu zpracovávání signálů.

Řídicí jednotka řídí mimo jiné i rastrování. Proto disponuje třemi analogovými výstupy, kterými ovládá skener. Navíc se využívají i tři další analogové výstupy pro tzv. offset. Tento signál se přičte k signálu, kterým se rastruje.

Pokud je pro libovolnou metodu potřeba přivést na hrot či vzorek napětí, je výhodné toto napětí generovat taktéž řídicí jednotkou.

Řídicí jednotka obsahuje také sérii vstupních portů, které slouží k záznamu a zpracování interakce hrotu a povrchu vzorku. Je výhodné mít možnost zaznamenávat více signálů najednou.

2.1.4. Předzesilovače pro měření interakce

Možných metod a režimů, ve kterých mohou sondové mikroskopy pracovat, existuje několik desítek a ke každému případu je třeba předzesilovač, který měřený signál převede na vhodné napěťové úrovně, typicky jednotky voltů. V drtivé většině případů jsou pro

2. RASTROVACÍ SONDOVÝ MIKROSKOP

získávání informace o velikosti interakce použity senzory, které mají proudový výstup. Bohužel však jde o poměrně nízké hodnoty, řádově od 100 pA do 10 μ A. Pro tyto případy je vhodné použít převodník napětí–proud složený z transimpedančního zesilovače (obrázek 2.3). Vstupující proud I prochází rezistorem R. Úbytek napětí na rezistoru je velmi malý a je zesilován operačním zesilovačem. Na výstupu je pak napětí

$$U = -IR. (2.1)$$

Z rovnice 2.1 je zřejmé, že pro hodnotu proudu v řádech stovek pikoampér je zapotřebí rezistor v řádu jednotek G Ω . Na výstupu pak bude signál o velikosti stovek milivoltů. Tato velikost rezistoru je již na horní hranici toho, co lze od specializovaných firem pořídit, proto je pro větší zesílení voleno spíše vícestupňové zesílení.



Obrázek 2.3: Zjednodušené schéma zapojení transimpedančního zesilovače

2.1.5. Oscilační jednotka

Oscilační jednotka slouží, jak již název napovídá, k řízení oscilací u bezkontaktních nebo poklepových metod. Kromě toho, že generuje signál pro vybuzení oscilací v raménku s hrotem (ať už jen signálem s konstantní amplitudou, či aktivní zpětnovazební smyčkou), musí i detekovat změnu frekvence, fáze, amplitudy, disipaci energie, atd. způsobenou vlivem interakčního působení mezi sondou a vzorkem.

Za tím účelem obsahuje sérii lock–in zesilovačů a smyček fázového závěsu (Phase– locked Loop – PLL) [11]. Výstupem je ve většině případů analogový signál, odpovídající hodnotě amplitudy či fáze.

2.2. Ovládací software

Ovládací software slouží převážně k nastavení parametrů snímání jako je velikost snímaného pole, rozlišení, rychlost snímání, atd. Dále pak k zobrazení změřených dat. Komerční systémy jsou většinou navázány na hardware výrobce – tedy na řídicí jednotku, se kterou musí úzce spolupracovat. Existují však i programy určené na ovládání SPM šířené volně (tzv. open–source), které lze využít zdarma s libovolnou řídicí jednotkou. Avšak za předpokladu, že existuje programové rozhraní mezi ovládacím sofwarem a vybranou řídicí jednotkou, případně, že si je uživatel schopen toto rozhraní naprogramovat. Jedním z těchto volně šířených programů se jmenuje GXSM [12].

3. Vývoj a výroba ovládací elektroniky pro systém UHV SPM VUT

Na Ústavu fyzikálního inženýrství Vysokého učení technického v Brně (ÚFI VUT) byl v rámci diplomové práce [13] a dále dizertační práce [14] vyvinut ultravakuový rastrovací sondvý mikroskop (Ultra High Vacuum Scanning Probe Microscope – UHV SPM).

Mikroskop obsahuje systém pro detekci výchylky raménka pomocí odrazu laserového svazku. K tomuto účelu slouží dva rotační manipulátory se zrcátky, které odrážejí světlo z laseru na raménko a světlo odražené z raménka na poziční diodu. Držák raménka byl konstruován jako pevný, takže není možné jej rozkmitat a provozovat v bezkontaktním nebo poklepovém režimu. Je ale možné místo raménka použít vodivý hrot a měřit tak v režimu STM. K rastrování slouží trubkový piezokeramický skener a k automatizovanému přiblížení pak inerciální krokový motor typu *Inchworm* [15].



(a) Pohled z boku

(b) Pohled shora

Obrázek 3.1: Ultravakuový mikroskop atomárních sil vyvinutý na Ústavu fyzikálního inženýrsví VUT v Brně v roce 1997

Vzhledem k dalším možnostem rozvoje bylo rozhodnuto vytvořit řídicí elektroniku modulárně a univerzálně tak, aby mohla být použita u kteréhokoliv dalšího mikroskopu podobné konstrukce. V dalších částech této kapitoly tak budou postupně diskutována vybraná řešení a jejich realizace. Toto modulární řešení bylo autorem této práce popsáno v [16].

3.1. Stabilizovaný zdroj napětí

Zvolené řešení centrálního zdroje je výhodné z prostorových důvodů. Centrální rozvod stabilizovaného napětí s adekvátní filtrací je praktičtější než realizovat stabilizaci a filtraci napájení u každé části řídicí elektroniky zvlášť.

Pro omezení šumu a rušení v napájecím napětí bylo vybráno řešení s toroidním transformátorem, protože spínané zdroje vykazují konstrukčně vždy vysokofrekvenční šum, který lze jen obtížně vyhladit filtrací.

3.2. Vysokonapěťový zesilovač pro skener

Pro jemné pohyby sondou slouží v tomto mikroskopu piezokeramický trubkový skener. Řídicí elektronika pro tento typ skeneru proto musí mít tři kanály – pro každou osu jeden.

Hlavní vstup pro ovládací jednotku skeneru je analogový signál v rozsahu ± 10 V. Piezokeramický skener je schopen maximálního, pro něj nedestruktivního protažení, při napětí 350 V. Jak je z obrázku patrné, celé zařízení je řešeno analogově. Vstupní signál rozsahu ± 10 V je zesílen na rozsah 240 V a veden na výstupní konektor. Pro rastrování je vhodné, aby elektrické vlastnosti a parametry osy x a osy y byly totožné. Díky tomu nedochází k deformování obrazu. Je proto žádoucí, aby obvody ovládací jednotky byly pro tyto dvě osy shodné.

3.3. Zesilovač pro zpracování signálu z PSD

Konstrukce mikroskopu počítá se systémem odměřování výchylky pomocí pozičně citlivé diody a laserového svazku, který se odráží od raménka. Schéma systému je zobrazeno na obrázku 3.2. Světlo z laseru je přes zrcátko směrováno na raménko. Odraz je veden opět přes zrcátko na detekční diodu (Position Sensitive Diode – PSD). Jde o čtyři samo-statné fotodiody, které jsou umístěny v jednom pouzdře. Podle signálu na jednotlivých diodách jsme schopni rozpoznat, do které části laserový svazek svítí, a získat tak informaci o prohnutí raménka.

Signálem z fotodiody je elektrický proud v řádu mikroampér. Ten je potřeba zesílit a převést na napěťový signál. K tomu slouží transimpedanční zesilovač (více v odstavci 2.1.4). Pro další zpracování řídicí jednotkou je vhodné tyto signály dále upravit.

3.4. Řídicí jednotka a ovládací software

Byla zvolena cesta využití tzv. otevřeného softwaru (*open-source*). Umožňuje další úpravy a modifikace, což je pro vývoj mikroskopů užitečné. Tento software (a celý projekt) se jmenuje GXSM (Gnome X Scanning Microscopy) a jeho autorem je Percy Zahl [12]. Vývoj programu započal v roce 1994 v rámci diplomové práce P. Zahla a pokračuje doposud.

Kanadská firma Soft DB vyrábí jednotku MK2–A810, která obsahuje procesor pro zpracování signálu (DSP) a programovatelné hradlové pole (FPGA). Toto zařízení bylo

3.5. MĚŘENÍ A VÝSLEDKY



Obrázek 3.2: Schema systému pracujícího na principu odrazu laserového svazku: (1) Polovodičový laser, (2),(4) zrcátka na rotačních manipulátorech, (3) raménko AFM, (5) detekční fotodioda, (6) převodník proud/napětí, (7) sestava operačních zesilovačů provádějící uvedené operace, (8) proudové posílení signálů

vyvinuto ve spolupráci s autorem projektu GXSM. Firmware pro tuto jednotku je volně dostupný.

Desktopová aplikace běží na operačních systémech postavených na linuxovém jádře. Zejména je používána na distribucích *Debian* a *Ubuntu*. Při každé větší vývojové změně vytváří autoři GXSM instalační DVD s aktuální verzí Ubuntu, takže instalace je velmi jednoduchá.

Aplikace umožňuje veškerá nastavení nutná pro měření se sondovými mikroskopy – velikost snímané oblasti, navigace po vzorku, nastavení zpětné vazby, atd.

3.5. Měření a výsledky

Po sestavení všech výše zmíněných prvků došlo k testování mikroskopu, ladění jednotlivých součástí a ke kalibraci skeneru. Ke kalibraci byla použita kalibrační zlatá mřížka s periodou 200 nm. Výsledky měření jsou na obrázku 3.4. Pro srovnání je na obrázku 3.3 výsledek měření s původní řídicí jednotkou a ovládacím softwarem. Původní řídicí jednotka disponovala menším rozlišením analogovo-digitálního převodníku pro záznam měřených dat i digitálně-analogových převodníků pro řízení rastrování. Nová řídicí jednotka používá pro oba tyto převody šestnáctibitové převodníky. V obrazu je tak možné rozlišit více detailů. Další zvýšení citlivosti bylo dosaženo například pomocí změny zesílení vysokonapěťového zesilovače, ovládajícího skener.

Znalosti a zkušenosti získané realizací tohoto projektu byly dále uplatněny pro vývoj a výrobu druhé verze stabilizovaného zdroje a vysokonapěťového zesilovače, jež jsou použity u nízkoteplotního ultravakuového rastrovacího tunelového mikroskopu (Variable Temperature Ultra–High Vacuum Scanning Tunneling Microscope – VT UHV STM), který byl na Ústavu fyzikálního inženýrství vyvíjen v rámci diplomové práce Tomáše Daa [17] a bakalářské práce Antonína Sojky [18] – pod vedením Ing. Michala Pavery.



Obrázek 3.3: Topografie zlaté kalibrační mřížky snímané s původní ovládací elektronikou a řídicím software



(c) Mikroskopie laterálních síl

Obrázek 3.4: Zlatá kalibrační mřížka s periodou 200 nm měřená s novým vybavením – řidicí jednotkou, ovládací elektronikou a softwarem GXSM

4. Implementace interferometrického odměřování v systému Nanostencil

Během pobytu v Brookhaven National Laboratory (BNL) ve druhé polovině roku 2013 se autor předložené práce podílel na vývoji a výrobě mikroskopu AFM v systému *Nanostencil.* Na tomto projektu pracuje od roku 2009 Percy Zahl¹. Systém bude využit pro in-situ výrobu a analýzu grafénových struktur.



Obrázek 4.1: Schéma systému *Nanostencil*: a) Přehledové schéma, b) pozice pro výrobu struktur, c) pozice pro analýzu povrchu. 1) UHV komora, 2) nosný rám, 3) piezokeramický skener, 4) držák hrotu AFM, 5) tříosý manipulátor a nosič masek pro Molecular Beam Epitaxy – MBE a držáku hrotu AFM, 6) MBE, 7) naznačení trasy materiálu z MBE, 8) masky pro MBE

Topologie systému Nanostencil je znázorněna na obrázku 4.1. Systém se sestává z UHV komory s vakuovými průchodkami s elektrickými konektory typu D–Sub (C_{1-5}) a systémem pro epitaxní molekulární růst tenkých vrstev (Molecular Beam Epitaxy – MBE). Uvnitř UHV komory je umístěn na tlumících vitonových kroužcích rám. Na horní části rámu je umístěn piezokeramický trubkový skener s držákem paletek na vzorky (systém Omicron²). Ve spodní části je instalován tříosý manipulátor firmy nPoint, na němž je umístěna AFM hlava a dva držáky na masky pro MBE (obrázek 4.1a). AFM hlava i masky pro MBE jsou opět na transportních paletkách firmy Omicron.

¹P. Zahl pracuje spolu s vedoucím oddělení Peterem Sutterem v Center for Functional Nanomaterials, Brookhaven National Laboratory, Upton, New York State.

²Specifikace: http://www.scientaomicron.com/

4. IMPLEMENTACE INTERFEROMETRICKÉHO ODMĚŘOVÁNÍ V SYSTÉMU NANOSTENCIL

Výroba struktur probíhá pomocí masek. Masku představuje struktura vyrobená pomocí fokusovaného iontového svazku. V místech, kde je v maskách odebrán materiál, je umožněn průchod částicím z MBE na vzorek. Na povrch vzorku se tak přenese struktura masky. Před započetím výroby je vybraná maska přesunuta do patřičné polohy tříosým manipulátorem (obrázek 4.1b). Po vytvoření struktury dochází opět k přesunu držáku paletek tak, aby pod vzorkem byl držák sondy (obrázek 4.1c). Poté proběhne pořízení snímku povrchu a jeho analýze. V případě potřeby se celý postup opakuje.

Na hlavní přírubě UHV komory (obrázek 4.2 b) je kromě mechanického manipulátoru i optický mikroskop Quesar QM100. Ten napomáhá uživateli k přesnému sesazení masky MBE a vzorku – uživatel tak má optickou kontrolu, kde dojde k vytvoření struktury. Protože sesazení musí být provedeno ve svislé ose, je ve spodní části umístěno zrcátko, které obraz odráží do hlavní příruby.



Obrázek 4.2: Systém *Nanostencil*: a) Detailní náhled na nosič masek pro MBE a držáku sondy, b) UHV aparatura, c) pohled do UHV komory se systémem *Nanostencil* (3D model). 1) Skener, 2) držák paletek pro masky MBE, 3) držák sondy, 4) tříosý manipulátor, 5) hlavní příruba pro přístup k systému, 6) mikroskop pro správné nastavení pozice masky MBE vůči vzorku, 7) rám, 8) karusel – zásobník paletek, 9) tlumící kroužky, 10) zrcátko

UHV komora systému Nanostencil je umístěna v sestavě spolu s přípravnou komorou a další analytickou komorou, která je vybavená rastrovacím elektronovým mikroskopem. Je však velmi nepraktické po každém použití MBE vzorek transportovat do sousedních komor pro jeho analýzu. Vzorek může být v sousedních komorách kontaminován a proto

4.1. MIKROSKOP ATOMÁRNÍCH SIL SYSTÉMU NANOSTENCIL

díky AFM umístěném ve stejné komoře na společném manipulátoru se výroba a analýza struktur velmi zjednodušuje.

Na začátku spolupráce již byl hardware mikroskopu SPM vyroben firmou *Ferovac GmbH* a hlavní část byla sestavena autorem projektu (P. Zahl). Autor této práce se převážně věnoval problematice sestavení držáku sondy, implementaci detekčního systému a oživení mikroskopu.

4.1. Mikroskop atomárních sil systému Nanostencil

Pro analýzu vytvořených struktur byla vybrána mikroskopie atomárních sil. Komerčně dostupná řešení nebylo možno použít kvůli jejich zástavbovým rozměrům. Proto byla zvolena vlastní konstrukce mikroskopu. K detekci výchylky raménka byl vybrán systém s interferometrickým odměřováním.

Držák sondy byl navržen tak, aby mohl být umístěn na standardní transportní paletce, které jsou používány v systémech firmy Omicron. K připojení optického vlákna je v těle držáku vlepen standardní konektor typu FC/APC. Z něj je přivedeno vlákno volným obloukem do zadní části k raménku s hrotem, kde je přilepeno k tělu držáku. Tato horní část je příčně naříznuta, aby bylo možné mírně deformovat geometrii těla držáku pomocí stavěcích šroubů, a měnit tak vzdálenost konce optického vlákna a raménka sondy. Pro nastavení vzdálenosti jsou zde tři šrouby, dva odtláčecí a prostřední přitahující spodní část těla.

Po zasunutí paletky do držáku v manipulátoru (pozice 3 v obrázku 4.2) dojde zároveň i k dosednutí pružinových kontaktů na kontaktní plošky. Na tyto kontakty je přivedeno elektrické napětí pro excitační piezo³, které slouží pro vybuzení oscilací v raménku, a pro sondu. Čtvrtý kontakt zůstal prozatím nevyužit.

4.2. Měření a výsledky

Nejprve byla provedena kalibrace piezokeramického trubkového skeneru. Po přiblížení hrotu k povrchu vzorku tak, aby zpětná vazba držela konstantní prohnutí raménka, byl vzorek pomocí makroposuvu od hrotu oddálen o 2 μ m. To je vzdálenost, kterou dokáže zpětná vazba pomocí trubkového skeneru vykompenzovat. Ze změny napětí na skeneru na ose z je možné stanovit piezoelektrickou konstantu, která určuje změnu prodloužení piezokeramického trubkového skeneru při zvýšení napětí o 1 V (piezoelektrická konstanta pak má jednotku nm/V). Po testech všech částí a komponent byl systém vyčerpán. Nedošlo k vypečení komory, proto nejnižší dosažený tlak dosahoval pouze řádu 10⁻⁵ Pa. Pro potlačení vibrací od běžících pump, je komora umístěna na prvcích s aktivním tlumením.

Jako testovací vzorek byl použit safírový vzorek. Na jeho povrchu jsou rutheniové struktury oválného půdorysu a výšky 5 až 7 nm. Jako detektor byl vybrán senzor NCMR–20 (distribuovaný firmou Nano World) s následujícími parametry raménka: rezonanční frekvence 320 kHz, tuhost 42 N/m, pokovení hliníkem na straně blíže k optickému vláknu.

³Typ PL055.30, výrobce: Physik Instrumente. Specifikace: http://www.piceramic.com/ product-detail-page/pl0xx-100800.html



Obrázek 4.3: Topografie safírového vzorku s rutheniovými strukturami na povrchu



Obrázek 4.4: Profil 1) z obrázku 4.3. Je zde patrný atomární schod

Mezi hrotem a povrchem vzorku působí i odpudivé elektrostatické síly. Jejich vliv můžeme minimalizovat přiložením vhodného napětí na povrch hrotu [19]. Při stejné změně frekvence Δf se tak bude raménko pohybovat blíže k povrchu a dosáhne většího rozlišení.

Výsledek snímání safírového vzorku s rutheniovými strukturami na povrchu je na obrázku 4.4. Šum v obrázku byl převážně způsobován oscilační jednotkou. Její zpětná vazba velmi kmitala a nepodařilo se ji utlumit, aniž by přestala dostatečně rychle reagovat. Bohužel nebylo možné ověřit chování s jinou oscilační jednotkou. I přesto bylo možné ve snímaných datech pozorovat struktury, které svou výškou odpovídají velikosti atomárního

4.2. MĚŘENÍ A VÝSLEDKY

schodu. Profil 1 v obrázku 4.3 je zobrazen v grafu na obrázku 4.4. Je zde vidět schodek o velikosti 0, 26 nm. Pro srovnání – mřížková konstanta ruthenia je 0, 27 nm [20].

Mikroskop atomárních sil v systému Nanostencil byl navržen pro analýzu struktur vyrobených in–situ pomocí MBE. Laterální rozsah pro velké struktury je zajištěn skenerem, který má rozsah až $80 \,\mu$ m. Rozlišení v ose z je dostatečné i pro rozlišení jedné atomární vrstvy ruthenia. Výsledkem práce autora na projektu Nanostencil je funkční mikroskop AFM. Dále byla autorem předkládané práce vytvořena metodika výměny optických vláken a sond. Pro uživatele byly naprogramovány důležité části programu pro ovládání mikroskopu.

5. Využití interferometrie v UHV SPM

Rastrovací sondový mikroskop běžně měří v rozměrech menších než desetiny nanometru. Je proto nutné mít k dispozici aktivní prvky, které měří s touto přesností.

Interferometry se svou sub–nanometrovou přesností jsou tím nástrojem, který je v oblasti SPM hojně používán a rozšířen. Používají se jak pro jednorázové případy jako je počáteční kalibrace piezokeramických prvků, ke zjištění přesnosti makroposuvů, tak i pro permanentní začlenění do systémů jako senzor pro zpětnovazební řízení či pro měření polohy a rychlosti.

Autor předkládané práce se podílí na vývoji rastrovacího sondového mikroskopu pro ultravysoké vakuum pracující s variabilní teplotou vzorku 20 – 700 K (Variable Temperature Ultra–High Vacuum Scanning Probe Microscope – VT UHV SPM). Mikroskop bude umístěn v komoře rastrovacího elektronového mikroskopu (Scanning Electron Microscope – SEM). Vývoj probíhá v rámci řešení vědeckého projektu *AMiSPEC*¹ uděleného Technologickou agenturou České republiky (TAČR). Více detailů o konstrukci VT SPM UHV je uvedeno v disertační práci Ing. Zdeňka Nováčka [15].

5.0.1. Optická část interferometru

Pro spojení jednotlivých prvků byly vybrány konektory typu FC/APC^2 . Rozdíl mezi konektory FC/PC a FC/APC je v úhlu zakončení. Při výrobě konektoru na optickém kabelu je konec vlákna vlepen do keramické trubičky a spolu s trubičkou zbroušen a vyleštěn. Podle typu konektoru se leštění provádí kolmo k ose vlákna (FC/PC) nebo pod úhlem 8° (FC/APC).

Topologie optické části interferometru je znázorněna na obrázku 5.1. Hlavní částí je optocoupler FC632–99B od firmy ThorLabs³. Jeho dělící poměr je 99 : 1. Popis jeho činnosti bude dále popsán v jednotlivých krocích (více v obrázku 5.1). Jako zdroj světla byl použit plynový He–Ne laser *Lasos LGK 7634 L*⁴ s vlnovou délkou světla 632, 8 nm.

Díky spolupráci s vědeckou skupinou prof. Jorise van Slagerena⁵ bylo možné použít přístroj dostupný na Universitě Stuttgart pro spojení dvou optických vláken, tzv. *Fiber Splicer*⁶. Ten využívá dva precizní manipulátory a optický mikroskop, pomocí kterých obsluha dvě optická vlákna přesně sesadí a aplikací vysoké teploty spojí. Protože každý použitý spoj do sestavy přináší útlum a parazitní odrazy, byl pomocí Fiber Spliceru eliminován konektor mezi optocouplerem a signálovou fotodiodou. Konektor (e) nahrazen nebyl z ryze praktických důvodů – při poškození konce vlákna dojde k jeho mírnému

¹Advanced Microscopy and SPECtroscopy Platform for Research and Development in Nano and Microtechnologies. Více v [21].

²FC – Ferrule connector. APC – Angle Polished Connector. PC – Physical Contact

³Specifikace: https://www.thorlabs.de/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=8446.

⁴Specifikace: http://www.lasos.com/component/productmanager/?view=download&tmpl= component&file=K7634

⁵Institute für Physikalische Chemie, Universität Stuttgart

⁶Specifikace: https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=354



Obrázek 5.1: Schéma optické části interferometru. a) Laser se zavaděčem do optického vlákna, b) konektor FC/APC, c) optocoupler, d) konektor pro připojení referenční fotodiody, e) konektor FC/APC, f) signálová fotodioda, g) pohybující se zrcátko

zkrácení. Po určité době používání tak bude vlákno natolik krátké, že bude muset být vyměněno.

5.0.2. Elektronická část interferometru

Intenzita světla dopadajícího na fotodiodu je měřena pomocí zesilovače signálu. Řešení již bylo naznačeno v části 2.1.4. Protože velikost intenzity světla na fotodiodě odpovídá proudu, který fotodiodou teče, je nutné vytvořit zesilovač a převodník proudu v řádech nanoampér, na napětí vhodné pro další zpracování, typicky ± 10 V.

Zesilovač má sloužit i pro měření výchylky raménka AFM, jehož rezonanční frekvence se běžně pohybuje v řádech stovek kilohertz. Z toho důvodu byl použit *transimpedanční* zesilovač $OPA657N^7$, který umožní měření oscilací až do řádu jednotek megahertz.

⁷Specifikace: http://www.ti.com/lit/ds/symlink/opa657.pdf

5. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

5.1. Využití interferometru v SPM

Sestava celého zařízení pro interferometrické měření je na obrázku 5.2. Laser je do vlákna zaveden pomocí zavaděče s tříosým mikrometrickým manipulátorem. Je vhodné konec vlákna přesunout do ohniska objektivu, protože do systému přivede největší část výkonu laseru. Svazek laseru je totiž poté rozdělen v poměru 99 : 1, jak bylo popsáno v části 5.0.1.



Obrázek 5.2: Sestava pro kalibraci piezokeramického skeneru pomocí interferometru. 1) He–Ne laser, 2) zavaděč laseru do optického vlákna, 3) optocoupler, 4) zesilovač signálu fotodiody, 5) přípravek pro kalibraci skeneru, 6) tlumení, 7) funkční generátor, 8) vysokonapěťový zesilovač

5.1.1. Kalibrace piezokeramických prvků

Pro testování interferometru, zjišťování jeho parametrů a později pro kalibraci piezokeramických prvků byl použit přípravek (na obrázku 5.3) sestavený z tříosého mikrometrického posunu ThorLabs (osa y není na obrázku viditelná).

Na podložce přípravku je umístěn piezokeramický trubkový skener, který je uzavřen do hliníkového krytu (7). Přes distanční prvky (8) je pevně spojen se základnou přípravku. Ta je oddělená od stolu tlumící pěnou, aby se omezil přenos vibrací ze stolu a podlahy. Na skeneru je přilepeno zrcátko, které odráží laserový svazek zpět do vlákna. Manipulátor, který nese držák vlákna (5), slouží k preciznímu nastavení vzdálenosti vlákna (1) od zrcátka na skeneru.

Získaný údaj poslouží jako vstup pro ovládací software GXSM. Zkoumané výšky struktur pomocí tohoto skeneru pak budou mít v měřeném snímku odpovídající výšku.

5.1.2. Měření rozlišení interferometru a výchylky raménka AFM

Měření výchylky raménka bude implementováno do mikroskopu VT UHV SPM. Konstrukce mikroskopu byla navržena v rámci disertační práce Ing. Michala Pavery a Ing. Zdeňka Nováčka [15].

5.1. VYUŽITÍ INTERFEROMETRU V SPM



Obrázek 5.3: Přípravek pro kalibraci skeneru. 1) Optické vlákno, 2) mikrometrický šroub pro osu x, 3) tlumení, 4) mikrometrický šroub pro osu z, 5) držák optického vlákna, 6) optické vlákno s plastovou chráničkou, 7) piezokeramický skener (v duralovém pouzdře), 8) distanční prvky, 9) zrcátko



Obrázek 5.4: Graf průběhu přiloženého napětí na piezokeramický skener a signálu interferometru v čase. Měřeno pomocí zesilovače signálu fotodiody vlastní výroby

5. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

Velikost amplitudy raménka AFM se může pohybovat v řádech od desetin po desítky nanometrů. Pomocí přípravku popsaného v předchozí části bylo zjišťováno i rozlišení interferometru. Kvůli zatížení skeneru zrcátkem a hliníkovým krytem, nebylo možné vyzkoušet frekvenční rozsah interferometru. Při buzení signálem o frekvenci převyšující 10 kHz již docházelo k významnému útlumu signálu.

Amplituda sinusové vlny, kterou byl piezokeramický trubkový skeneru buzen, byla postupně snižována až na hranici, kdy bylo možné v odezvě interferometru rozlišit její tvar. Nejnižší dosažená amplituda dosahovala 2,3 nm. Graf prodloužení skeneru spolu s odezvou interferometru je v obrázku 5.5.



Obrázek 5.5: Graf odezvy interferometru na protažení piezokeramického trubkového skeneru při použití přípravku pro zjišťování piezoelektrických konstant

V případě použití pro odměřování výchylky raménka AFM v kontaktním režimu, je rozlišení AFM přímo určeno rozlišením interferometru. Ovšem při použití oscilačních metod je detekována změna frekvence či posun fáze kmitů, a je tak možné dosáhnout i řádově většího rozlišení, než jakým interferometr disponuje.

V další části této kapitoly bude popsán vytvořený návrh, který zatím nebyl realizován. Na obrázku 5.6 je koncept systému pro interferometrické měření výchylky v VT UHV SPM. Protože mikroskop VT UHV SPM je konstruován tak, aby mohl pracovat ve vakuové komoře rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM), je nutné dodržet omezení na velikost prostoru nad vzorkem. Kvůli tubusu fokusovaného iontového svazku, jehož pracovní vzdálenost od vzorku je nejméně 12 mm, není možné nechat vlákno volně v prostoru nad vzorkem.

U optických vláken je výrobcem deklarovaný minimální přípustný rádius, při kterém nedochází k poškození optického vlákna. Nejmenší takový poloměr je pro krátkodobé ohnutí 10 mm a pro dlouhodobé ohnutí 30 mm⁸. Vedení vlákna k raménku ohybem tedy není možné.

 $^{^8\}mathrm{Specifikace:}\ \mathtt{http://www.thorlabs.de/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=949}$



Obrázek 5.6: Koncept systému pro interferometrické měření výchylky ve VT UHV SPM. 1) Kolimátor svazku z vlákna, 2) tělo mikroskopu, 3) excitační piezo s držákem sondy, 4) zrcátko, 5) vzorek, 6) skener

Proto bylo navrženo řešení zakreslené na obrázku 5.6. Optické vlákno je upevněno na tělo mikroskopu a zakončeno kolimátorem (1). Světlo je dále směrováno na parabolické zrcátko (4), které svazek fokusuje na raménko AFM. Protože prostor nad raménkem je omezen, je nutné, aby vyduté zrcátko bylo co nejmenší. Firma ThorLabs používá parabolická zrcátka o průměru 3 mm do svých reflektivních kolimátorů. Ten slouží ke kolimování svazku vycházejícího z optického vlákna. V tomto případě bude použití opačné – do místa, kde je běžně upevněno optické vlákno, bude umístěno raménko AFM.



Obrázek 5.7: Kinematický držák sondy (Zdroj: [22]). 1) Kinematický držák, 2) Sonda (držák raménka), 3) raménko

Nastavovat zrcátko a kolimátoru při výměně každé sondy není z praktických důvodů možné. Podobně jako v systému *Nanostencil* (kapitola 4) musí být spíše sonda umístěna tak precizně, aby dalších úprav pozice nebylo třeba. Pro přesné umístění sondy do držáku může sloužit například vedení, pomocí kterého uživatel sondu přesně umístí. Podobný systém je použit například u UHV AFM ve skupině prof. Wiesendangera⁹ [23].

Další z možností je využití kinematického držáku sondy (obrázek 5.7). Sondy od firmy *Bruker* a *Nano World* mají ze spodní strany drážky, do kterých zapadají výstupky v kinematickém držáku. Umístění sondy je díky nim určeno s dostatečnou přesností.

⁹Universität Hamburg

Závěr

Rastrující sondové mikroskopy se za dobu své existence staly základním pracovním nástrojem v mnoha vědních oborech. Na Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně pracuje autor ve skupině zabývajicí se vývojem rastrovacích sondových mikroskopů (Scanning Probe Microscope – SPM). Protože vývoj komplexních zařízení, jakými mikroskopy SPM jsou, je velmi zdlouhavý proces, byly všechny potřebné komponenty k provozu mikroskopů SPM rozděleny do nezávislých celků a navrženy tak, aby mohly být výsledky vývoje přeneseny do dalších mikroskopů SPM.

Tímto způsobem byl navržen a vyroben například stabilizovaný zdroj napětí pro napájení všech částí mikroskopu nebo vysokonapěťový zesilovač pro řízení piezokeramického trubkového skeneru. Obě tato zařízení byla využita nejprve u mikroskopu UHV SPM, kde došlo ke kompletní obměně ovládací elektroniky a software. Po analýze a eliminaci chyb a zjištěných nedostatků vznikla druhá generace zařízení, která byla instalována u mikroskopu VT UHV STM (Variable Temperature Ultra High Vacuum Scanning Tunneling Microscope). Koncept modulární sestavy pro rastrovací sondový mikroskop byl publikován v časopise Jemná mechanika a optika a vysokonapěťový zesilovač je registrován jako funkční vzorek¹⁰.

Doposud se sondové mikroskopy konstruovaly většinou jako jednoúčelové stroje, zejména ty, které byly určené k provozu v ultravysokém vakuu nebo i v kryogenních teplotách. Tendence vývoje v oblasti řízení, automatizace a miniaturizace elektronických součástek se staly impulsem ke sdružování více analytických technik do jednoho zařízení. Výzkum pak může probíhat rychleji a efektivněji. Zejména kombinované využití fokusovaného iontového svazku pro výrobu struktur a mikroskopu atomárních sil pro analýzu výšky struktur je velmi přínosná.

Autor předkládané práce spolupracoval na vývoji mikroskopu atomárních sil v rámci projektu Advanced Microscopy and SPECtroscopy Platform for Research and Development in Nano and Microtechnologies (AMISPEC) Technologické agentury České republiky (TAČR). V rámci tohoto projektu je vyvíjen rastrovací sondový mikroskop pracující v prostředí ultravysokého vakua v rozpětí teplot 20 až 700 K (Variable Temperature Ultra High Vacuum Scanning Probe Microscope SEM compatible – VT UHV SPM). Tento přístroj je vyvíjen ve spolupráci s výrobcem rastrovacího elektronového mikroskopu (Tescan), v jehož UHV komoře bude SPM fungovat. Vzniká tak funkční systém pro výrobu struktur pomocí fokusovaného iontového svazku (součást aparatury) a in-situ analýzu pomocí mikroskopu SPM. Ten, na rozdíl od elektronového mikroskopu, dokáže přesně změřit i hloubku vzniklých struktur.

Pro tento mikroskop byla využita část výše popsané modulární ovládací elektroniky pro SPM a doplňky k řídicímu software, jako například skript pro automatické přiblížení sondy k povrchu či řízení makroposuvů.

Ukončení vývoje mikroskopu VT UHV SPM v rámci projektu AMISPEC se předpokládá v roce 2016. Nyní již existuje prototyp, který je používán s autodetekčními sondami založenými na křemenném rezonátoru (typ *tuning fork* a *qPlus*). Aby bylo možné použít

¹⁰Detail:https://www.vutbr.cz/veda-a-vyzkum/vysledky-vav/detailvav_id=107624# vysledek-107624

$Z \acute{A} V \check{E} R$

sondy vyráběné kombinací selektivního leptání a mikroobrábění, které jsou dodávány v širokém spektru parametrů (tuhost, rozměry a tvar hrotu), věnoval se autor implementaci interferometrického odměřování výchylky raménka sondy. K tomu účelu byla navržena sestava vláknového interferometru a zesilovače signálu detekční fotodiody. Pro analýzu naměřených dat byl zformulován skript v prostředí Matlab. Celé zařízení bylo otestováno při kalibraci piezokeramického skeneru a bylo určeno rozlišení vláknového interferometru. Při dané konfiguraci je systém schopen spolehlivě rozlišit sinusový signál o amplitudě 2 nm.

Dále byl vytvořen návrh možného řešení implementace interferometru do omezeného prostoru mikroskopu VT UHV SPM (SEM compatible) tak, aby mohl pracovat v UHV komoře s rastrovacím elektronovým mikroskopem. Protože prostor nad zkoumaným vzor-kem musí od vzdálenosti cca 12 mm zůstat volný pro analytické techniky elektronového mikroskopu, bylo zvoleno parabolické zrcátko pocházející z reflektivního kolimátoru, které laserový svazek, jdoucí v rovině vzorku odrazí a fokusuje na raménko. V dalších krocích bude muset být vyřešena výměna sond v prostředí ultravysokého vakua a jejich pozicování vůči optickému vláknu.

Interferometr však může sloužit i samostatně pro kalibrace piezokeramických komponent nebo ke zkoumání chování vytvořených struktur, jako jsou například grafénové či piezokeramické membrány.

Příspěvkem autora k vývoji systému pro interferometrické odměřování výchylky raménka AFM byly položeny základy pro další činnost výzkumné skupiny zabývající se rastrovacími sondovými mikroskopy. V dalším období bude třeba kromě výše zmíněné výměny sond řešit sled dalších předpokládaných i nepředpokládaných požadavků (umístění a polohování parabolického zrcátka, zamezení nežádoucího odrazu na použitých optických komponentách atd.).

Stále stoupající nároky na rychlost mikroskopických měření vyžadují trvalé další zvyšování frekvencí kmitajícího raménka AFM. Proto je nutné sledovat vývoj na poli elektronických aplikací a dle potřeby zvažovat další inovace.

Výzkumná skupina předpokládá pokračování prací na mikroskopu VT UHV SPM: uvedení do provozu v prostředí UHV a doplnění nízkoteplotní částí.

Literatura

- G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930–933, Mar 1986.
- [2] A. S. Foster, A. Y. Gal, J. M. Airaksinen, O. H. Pakarinen, Y. J. Lee, J. D. Gale, A. L. Shluger, and R. M. Nieminen. Towards chemical identification in atomic-resolution noncontact afm imaging with silicon tips. *Phys. Rev. B*, 68:195420, Nov 2003.
- [3] Ádám Mechler, Judit Kopniczky, János Kokavecz, Anders Hoel, Claes-Göran Granqvist, and Peter Heszler. Anomalies in nanostructure size measurements by afm. *Phys. Rev. B*, 72:125407, Sep 2005.
- [4] Byungsoo Kim, Vakhtang Putkaradze, and Takashi Hikihara. Manipulation of single atoms by atomic force microscopy as a resonance effect. *Phys. Rev. Lett.*, 102:215502, May 2009.
- [5] A Tseng. Tip-based nanofabrication. Springer, 2011.
- [6] Ampere A. Tseng, Chung-Feng Jeffrey Kuo, Shyankay Jou, Shinya Nishimura, and Jun ichi Shirakashi. Scratch direction and threshold force in nanoscale scratching using atomic force microscopes. *Applied Surface Science*, vol. 257(issue 22):9243– 9250, 2011.
- [7] F. Krohs, O.C. Haenssler, M. Bartenwerfer, and S. Fatikow. Atomic force microscopy for high resolution sidewall scans. In *Manipulation, Manufacturing and Measurement* on the Nanoscale (3M-NANO), 2014 International Conference on, pages 276–279, Oct 2014.
- [8] M. Adachi, Y. Mizuguchi, and F. Iwata. Single cell scraper based on an atomic force microscope. In *Micro-NanoMechatronics and Human Science (MHS)*, 2012 International Symposium on, pages 64–69, Nov 2012.
- [9] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 49:57–61, Jul 1982.
- [10] L. Picco, D. Engledew, J. Vicary, M. Antognozzi, A. Ulcinas, P. Dunton, and M. Miles. High-speed atomic force microscopy for imaging and generating nanostructures. In *Nanotechnology*, 2009. IEEE-NANO 2009. 9th IEEE Conference on, pages 386– 386, July 2009.
- [11] Paul Horowitz a Winfield Hill. The art of electronics. Cambridge University Press, New York, 2nd ed. edition, 1989.
- [12] Percy Zahl, Thorsten Wagner, Rolf Möller, and Andreas Klust. Open source scanning probe microscopy control software package gxsm. Journal of Vacuum Science & Technology B, 28(3):C4E39–C4E47, 2010.

LITERATURA

- [13] Filip Lopour. Návrh zařízení pro sledování povrchů pevných látek v podmínkách ultravakua metodou STM/SFM. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 1997.
- [14] F. Lopour. Development and application of an UHV SPM microscope. Doktorská dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2005.
- [15] Zdeněk Nováček. Vývoj instrumentálního zařízení pro výzkum nanostruktur. Doktorská dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Brno, 2014.
- [16] D. Šulc, P. Wertheimer, M. Pavera, Z. Nováček, J. Neuman, and T. Šikola. Vývoj universálního zařízení pro rastrovací sondové mikroskopy. *Jemná mechanika a optika*, pages 169–171, 2014.
- [17] Tomáš Dao. Návrh nosné platformy pro nízkoteplotní UHV STM mikroskop. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014.
- [18] Antonín Sojka. Sestavení a testování nízkoteplotního mikroskopu STM. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015.
- [19] B. M. Law and F. Rieutord. Electrostatic forces in atomic force microscopy. Phys. Rev. B, 66:035402, Jun 2002.
- [20] Andrea Fortini, Mikhail I. Mendelev, Sergey Buldyrev, and David Srolovitz. Asperity contacts at the nanoscale. *Journal of Applied Physics*, vol. 104(issue 7):074320–, 2008.
- [21] AMISPEC. Advanced microscopy and spectroscopy platform for research and development in nano and microtechnologies. http://amispec.isibrno.cz/doku.php, 2012.
- [22] Bruker. Application note #553: Integrated optical and afm metrology: Bruker 3d optical microscopes and nanolens afm. http://www.nanowerk.com/spotlight/ Integrated_Optical%20_and_AFM_Metrology.pdf, 2013.
- [23] Marcus Liebmann. Aufbau und Charakterisierung eines Rasterkraftmikroskops für den Einsatz im Ultrahochvakuum, bei tiefen Temperaturen und im Magnetfeld. Diplomová práce, Institut für Angewandte Physik, Universität Hamburg, 2000.