



VYSOKÉU ČENÍTECHNICKÉVBRN Ě
BRNOUNIVERSITYOFTECHNOLOGY



FAKULTASTROJNÍHOINŽENÝRSTVÍ
ÚSTAVFYZIKÁLNÍHOINŽENÝRSTVÍ

FACULTYOFMECHANICALENGINEERING
INSTITUTEOPHYSICALENGINEERING

CHARAKTERIZACENANOSTRUKTURMIKROSKOPIÍ BLÍZKÉHOPOLE(SNOM)

CHARACTERIZATIONOFNANOSTRUCTURESBYNEAR-FIELDOPTICALMI CROSCOPY
(SNOM)

BAKALÁŘSKÁPRÁCE
BACHELOR´STHESIS

AUTORPRÁCE
AUTHOR

LENKAPAGÁ ČOVÁ

VEDOUCÍPRÁCE
SUPERVISOR

ING.DAVIDŠKODA

BRNO2010

Vysoká škola technická v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

Akademický rok: 2009/2010

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

student(ka): Lenka Pačáková

který/která studuje v bakalářském studijním programu

obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie (3901R043)

Ředitel ústavu Vám souhlasí se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijníma zkušebníma řádem VUT v Brně určenými následujícími tématy bakalářské práce:

Charakterizace nanostruktur mikroskopími blízkého pole (SNOM)

v anglickém jazyce:

Characterization of nanostructures by the near-field optical microscopy (SNOM)

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Seznámení s problematikou mikroskopie blízkého pole. Měření optických vlastností nanostruktur.

Cíle bakalářské práce:

Osvojení práce na mikroskopu SNOM.

Charakterizace nanostruktur metodami blízkého pole

Seznam odborné literatury:

L. Novotny, B. Hecht: Principle of nanooptics. Cambridge University Press, 2006, ISBN 978-0-521-83224-3

Vedoucí bakalářské práce: Ing. David Škoda

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2009/2010.

V Brně, dne 25. 11. 2009

L.S.

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
Ředitel ústavu

doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.
Děkan fakulty

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá charakterizací nanostruktur mikroskopií blízkého pole. Uvádí fyzikální principy, na kterých tato metoda pracuje a popisuje experimentální uspořádání mikroskopie SNOM. Dále se zabývá charakterizací litografických struktur připravených metodou fokusovaného iontového svazku a stanovením optického koeficientu transmise.

Summary

The bachelor theses is aimed to the characterization of nanostructures by scanning near-field optical microscopy (SNOM). There is a presentation of physical principles of SNOM and the description of the experimental set-up of the microscopy. The experimental part discusses the results of determination of transmission coefficient and characterization of the lithography structures prepared by focused ion beam etching method.

Klíčováslova

SNOM,blízképole,evanescentnívlny,rozptylsv ětla,sonda

keywords

SNOM,near-field,evanescentwaves,lightscatterin g,probe

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci na téma „Charakterizace nanostruktur mikroskopii blízkého pole (SNOM) vypracoval sám a mojí matkou a příbuznými. Dále prohlašuji, že veškeré podklady, z kterých jsem čerpal, jsou uvedeny v seznamu použité literatury. Nemám závažný důvod proti užití této školní hodiny ve smyslu ustanovení § 11 zákona č. 121/2000 Sb., v četných možných trestně právních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne:
.....
Podpis

Poděkování:

Nato místněbych rád poděkovala Ing. Davidu Škodovi za odborné vedení a pomoc při řešení problémů spojených s danou problematikou a Ing. Miroslavu Křížalovi, Ph.D. za přípravu vzorků. Dále děkuji také celé mé rodině a především rodičům a dědečkovi za podporu během mého studia.

Obsah

Úvod

1. Mikroskopie blízkého pole.....	12
1.1 Rozlišovací schopnost optických přístrojů.....	12
1.1.1 Rayleighovo kritérium.....	12
1.2 Mikroskopie blízkého pole.....	14
1.2.1 Optické tunelování.....	15
1.2.2 Evanescentní vlny.....	17
1.2.3 Rozptyl světla.....	19
1.3. Mikroskop blízkého pole.....	19
1.3.1 Sonda SNOM.....	19
1.3.2 Mechanická vidlička.....	20
1.3.3 Pracovní mód mikroskopu.....	21
1.4. Zobrazovací artefakty.....	21
1.4.1 Chyby zobrazování.....	21
1.4.2 Topografické artefakty.....	22
1.5. Mikroskop NTEGRA Solaris.....	24
2. Experimenty.....	27
2.1 Vzorky.....	27
2.2 Experimentální stanovení koeficientu transmise.....	28
2.3 Srovnání topografieměřením mikroskopii SNOM a mikroskopii AFM.....	31

Závěr

Literatura

Úvod

Žijeme v době, jejímž trendem se stala miniaturizace. Abychom po rozuměli hmotě a struktuře materiálů až na atomární úrovni, jsou potřeba zařízení, která nám tento, pro nás neviditelný svět, zviditelní. Prvním pokusem byl světelný mikroskop, který byl vynalezen přibližně před 300 lety. Byl sestaven kolem roku 1590 bratry Zachariásem a Janem Jannesovými v Nizozemí [1]. Byl to velmi zásadní a významný pokrok tehdejšího vědeckého bádání a jeho dalším zdokonalováním bylo postupně dosaženo velmi dobrých optických rozlišení. Při cestě za stále lepší zobrazovací schopností bylo velmi brzo zjištěno, že užitím světla nelze vidět objekty menší než je vlnová délka dopadajícího záření (fotonů).

V roce 1931 Ernst Ruska a Max Knoll představili rastrovací elektronový mikroskop, který využívá místo fotonů elektrony a umožňuje tak dosáhnout, díky menší vlnové délce elektronů, vyššího rozlišení než optická mikroskopie. Objevem piezokrystalů v druhé polovině 19. století a s rozvojem elektrotechnického průmyslu se objevují mikroskopické techniky založené na fyzikálních principech odlišných než je optická mikroskopie [2]. Využití tunelového jevu dává vznik rastrovací tunelové mikroskopii, atomárních sil atomární silové mikroskopii, magnetických sil magnetické silové mikroskopii aj., které obecně dosahují díky interakci velmi ostrého hrotu se vzorkem velmi vysokých až atomárních rozlišení. Tyto novodobé techniky jsou souhrnně označovány jako rastrovací sondové mikroskopie (*Scanning Probe Microscopy* – SPM).

Problémem rozlišení optických přístrojů se ve svých myšlenkách zabýval E.H. Synge začátkem 20. století. Ve svých pracích zkoumá vliv přivedení optické sondy do těsné blízkosti povrchu (blízké pole), dále úžnění výstupní apertury a aplikaci piezoejektu v optické mikroskopii [3,4]. V roce 1984 skupiny A. Lewisa a D.W. Pohla prezentovali nezávisle na sobě mikroskopii blízkého pole (*Scanning Near-field Optical Microscopy* – SNOM) [5]. Vývoj této techniky zaznamenal obrovský nárůst uplatnění ve výzkumu a její využití je stále doplňováno dalšími aplikacemi.

Kapitola 1

Mikroskopie blízkého pole

Mikroskopie blízkého pole se objevuje na konci 20. století a představuje mikroskopickou metodu vhodnou ke zkoumání optických vlastností vzorků, jejichž rozměry jsou menší než vlnová délka dopadajícího záření.

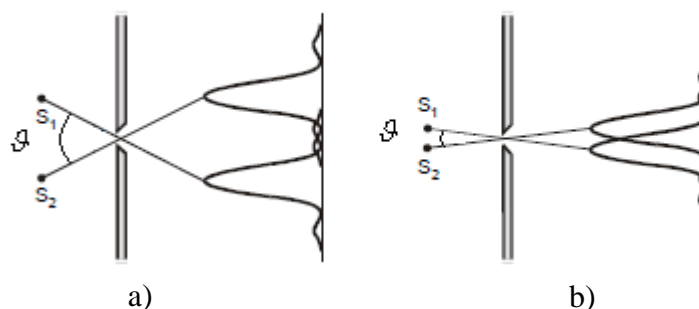
1.1 Rozlišovací schopnost optických přístrojů

Důležitým parametrem každého optického přístroje je jeho rozlišovací schopnost, která je dána tím, jak přístroj dokáže rozlišit dva blízké bodové objekty. Je ovlivněna vlnovou délkou dopadajícího záření, zobrazovacími vadami jednotlivých optických prvků, ale prostě řekneme, že čím menší rozdíl v odlehlosti, tím lépe se zobrazí. [6].

1.1.1 Rayleighovo kritérium

Ernst Abbe, ve své práci z roku 1873, odvodil matematickou formulaci pro mezní rozlišovací schopnost, tj. nejvyšší rozlišovací schopnost optického přístroje, která je ovlivněna difrakcí na objektech úměrných vlnové délce dopadajícího záření [7]. Optické přístroje, například oko, mikroskop a teleskop mají obvykle kruhovou výstupní aperturu (pro úměr výstupního otvoru přístroje). Bodový zdroj promítnutý přes tuto aperturu je částečně deformován (vlivem interference) a vytváří centrální kruhové maximum řady světelných mezikruží. Důvodem je difrakce, a výstupní aperturu lze považovat za kruhovou.

Pro jednoduchost si představme dva bodové zdroje S_1 a S_2 , viz obrázek 1. Paprsky z těchto bodových zdrojů směřující do apertury svírají úhel ϑ , který se nazývá úhlová vzdálenost.

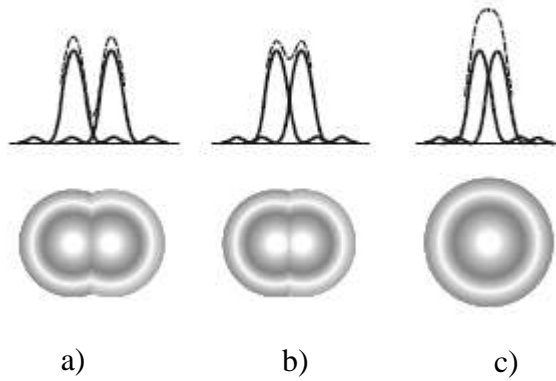


Obrázek 1.: Zobrazení dvou bodů S_1 a S_2 při průchodu aperturou, S_1 a S_2 a) daleko od sebe, b) blízko sebe – převzato z [6].

Limitní případ, kdy poloha centrálního maxima jednoho obrazce je stejná jako poloha prvního minima druhého obrazce, lze ještě považovat obrazy za rozlišitelné. Tento případ je popisován Rayleighovým kritériem rozlišení, viz obrázek 2, a vyjadřován vztahem

$$\sin \vartheta = 1,22 \frac{\lambda}{a}, \quad (1)$$

kde a je průměr kruhového otvoru, ϑ je úhlová vzdálenost vrcholů dvou světelných bodů, λ vlnová délka dopadajícího světla.

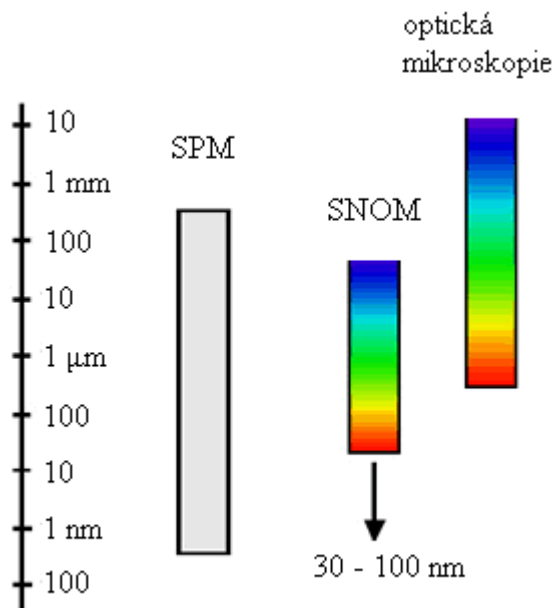


Obrázek 2.: Rozlišovací schopnost, a) obrazy jsou dobře rozlišitelné, b) limitní případ (Rayleighovo kritérium) c) obrazy jsou nerozlišitelné – převzaté z [6].

Pro malé úhly, tedy $\sin \vartheta \approx \vartheta$, dává Rayleighovo kritérium podmínku pro nejmenší úhlovou vzdálenost dvou rozlišitelných bodů [6]

$$\vartheta = 1,22 \frac{\lambda}{a}. \quad (2)$$

Nejvyšší rozlišovací schopnost dosažená u optické mikroskopie je přibližně 200 nm [5]. Byly však vyvinuty techniky, které umožňují vyšší optické rozlišení. Jde o mikroskopie blízkého pole (SNOM) využívající principu rastrovacích sondových mikroskopii, viz obrázek 3.



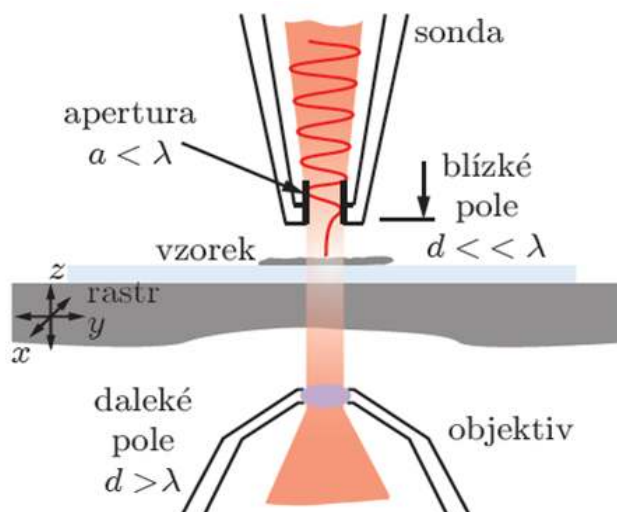
Obrázek 3.: Naznačení rozlišovací schopnosti sondové mikroskopie, mikroskopie blízkého pole a optické mikroskopie.

1.2 Mikroskopie blízkého pole

V klasické optické mikroskopii jsou zobrazovány objekty v dalekém poli. Zobrazování s nejvyšším možným rozlišením výrazně závisí na optických parametrech, tedy i na velikosti kruhové apertury mikroskopu. Vyšší rozlišení je dosahováno tehdy, pokud se zdroj záření podobá co nejvíce bodovému zdroji. Cílem je tedy co nejvíce zmenšit kruhovou aperturu pro světelný svazek, a tím dosáhnout co nejlokálnějšího osvětlení zkoumaného objektu. Se zmenšováním velikosti apertury se však silně začíná uplatňovat vlnová podstata světla. Řešení tohoto problému umožňuje mikroskopie blízkého pole.

Myšlenka je velmi jednoduchá, a to přivést světelný svazek o vlnové délce λ co nejblíže k povrchu studovaného objektu do vzdálenosti d tak, aby platilo $d \ll \lambda$. Dále je nutné tento svazek dostatečně užít tak, aby velikost výstupní apertury a (která je dána průměrem) byla menší než vlnová délka λ procházejícího záření, tedy $a < \lambda$, viz obrázek 4. Blížíme se tak téměř bodovému zdroji světelného záření.

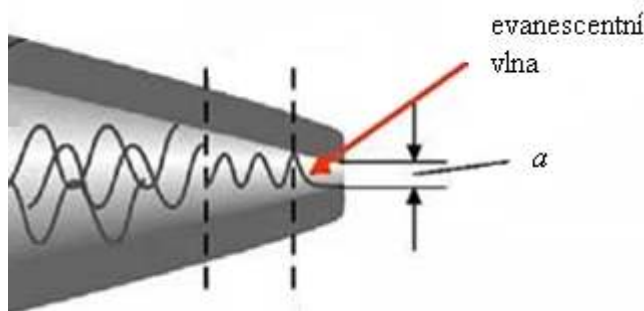
Tento nápad se zdál na počátku 20. století téměř nereálný. V druhé polovině 20. století byly nalezeny metody, kterými lze těchto podmínek dosáhnout.



Obrázek 4: Schematický náčrt základní myšlenky mikroskopie blízkého pole – převzatá [7].

1.2.1 Optické tunelování

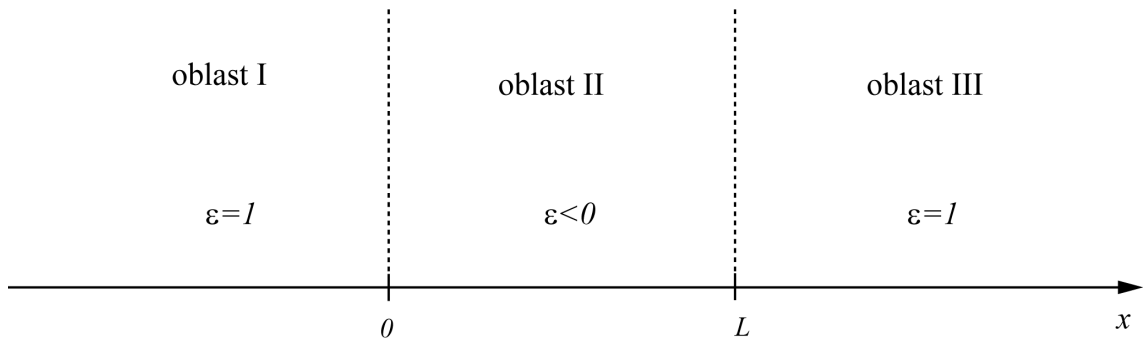
Pojem lokálního osvětlení povrchu je v případě mikroskopie blízkého pole spojen s optickým tunelováním. Z chování vln při průchodu otvorem o velikosti menší než λ použitého elektromagnetického záření je známo, že zmenšením otvoru vytváříme pro vlny bariéru, viz obrázek 5.



Obrázek 5.: Při průchodu vlnou zúženou aperturou $a < \lambda$ – převzatá [8].

Na rozhraní výstupní apertury s okolím se tak vytvoří podmínky podobné úplnému odrazu elektromagnetického záření a dochází k vybuzení evanescentních vln. Okolí výstupní apertury lze chápat jako nekonečnou bariéru pro elektromagnetické záření. Tento jev se nazývá analogicky tunelováním elektronů optické tunelování.

Pro jednoduchost je celý problém představen v jednorozměrném případě konečné bariéry na obrázku 6.



Obrázek 6.: Šířeni vlny v oblastech s různou hodnotou dielektrické funkce $\varepsilon(\omega)$. Oblasti I a III představují vakuum (kde relativní permeabilita $\mu_r = 1$), v oblasti II je splněna podmínka průplný odraz.

Kvůli použítu Helmholtzovy rovnice

$$\frac{d^2 \psi}{dx^2} + \varepsilon(\omega) k^2 \psi = 0, \quad (3)$$

kde vlnová funkce ψ reprezentuje elektrické, popřípadě magnetické pole, $\varepsilon(\omega)$ je dielektrická funkce a vlnové číslo k je v číselném vztahu

$$\omega = ck, \quad (4)$$

kde c je rychlost světla ve vakuu a ω úhlová frekvence.

Podmínky spojitosti na rozhraní jsou následující:

$$\psi_I(0) = \psi_{II}(0), \quad (5)$$

$$\psi_I(0) = \psi_{II}(0), \quad (6)$$

$$\psi_I(0) = \psi_{II}(0), \quad (7)$$

$$\frac{\partial \psi_I}{\partial x}(0) = \frac{\partial \psi_{II}}{\partial x}(0), \quad (8)$$

$$\psi_{II}(L) = \psi_{III}(L), \quad (12)$$

$$\frac{\partial \psi_{II}}{\partial x}(L) = \frac{\partial \psi_{III}}{\partial x}(L). \quad (13)$$

Potom řešení v oblastech I, II, III je následující:

oblast I

$$\psi_I(x) = Ae^{ikx} + Be^{-ikx}, \quad (14)$$

oblast II

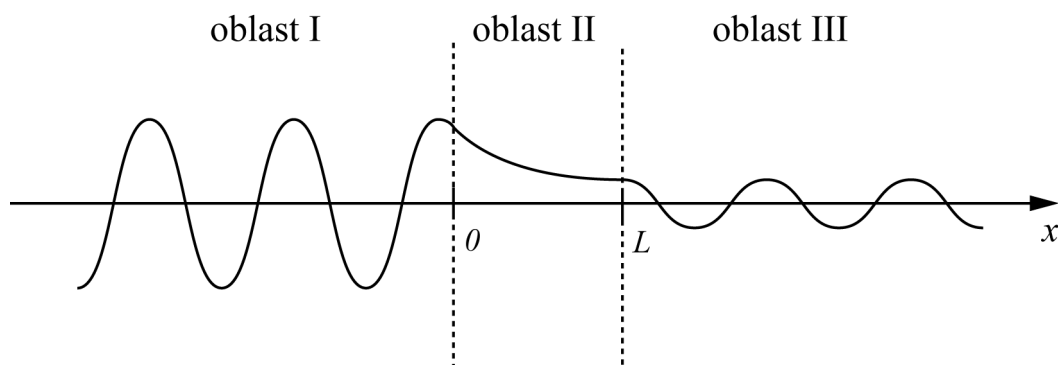
$$\psi_{II}(x) = Ce^{-\sqrt{|\varepsilon|}kx} + De^{\sqrt{|\varepsilon|}kx}, \quad (15)$$

oblast III

$$\psi_{III}(x) = Ee^{ikx} + Fe^{-ikx}. \quad (16)$$

Konstanty A, B, C, D, E, F vyplývají z hraničních podmínek pro elektrické a magnetické pole na rozhraní, přičemž pro konstantu F platí $F=0$, protože nenastává odraz elektromagnetické vlny v oblasti III. Z předpokládaného řešení pro oblast II lze vidět, že elektromagnetickou vlnu v oblasti II reprezentuje exponenciálně klesající vlna.

Pro větší názornost jedografu vykreslená závislost $\text{Re}\{\psi(x)\}$ na obrázku 7.



Obrázek 7.: Šíření vlny v oblastech I, III a vznik evanescentní vlny v oblasti II.

1.2.2 Evanescentní vlny

Obecně lze vyjádřit elektromagnetické záření v tvaru součtu nekonečného množství rovinných vln. Vezmeme-li sinupříklad složku \vec{E} elektromagnetického pole (složka \vec{B} je stejná) dostáváme

$$\vec{E}(x, y, z_0) = \iint \vec{A}(k_x, k_y) \exp(ik_x x + ik_y y + ik_z z_0) dk_x dk_y, \quad (17)$$

kde k je vlnové číslo, ve vakuu c je rychlost světla, ω je úhlová frekvence

$$\omega = ck. \quad (18)$$

Při šíření vlny v prostoru tvoří vlnová čísla jednotlivých souřadnicových složek vlnový vektor \vec{k} , pro který platí

$$\vec{k} = (k_x, k_y, k_z), \quad k^2 = k_x^2 + k_y^2 + k_z^2. \quad (19)$$

Pak v situaci kdy

$$k_x^2 + k_y^2 > k^2 \quad (20)$$

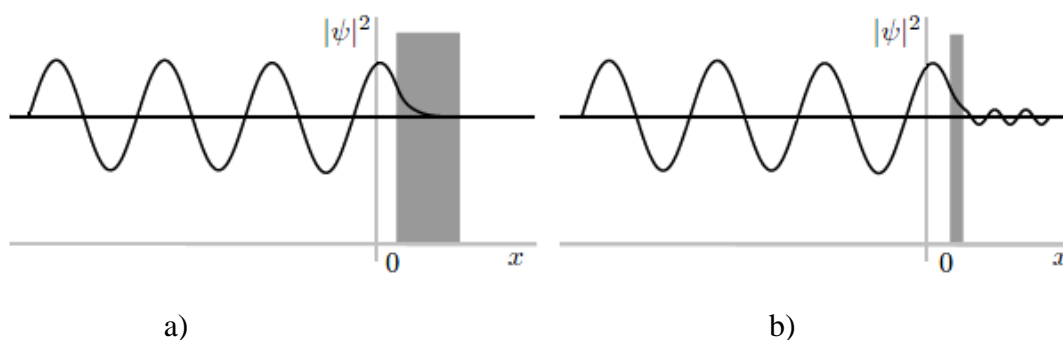
hovoříme o vzniku evanescentní vlny. Vektor \vec{E} lze poté zapsat v tvaru

$$\vec{E}(x, y, z_0) = \iint \vec{A}(k_x, k_y) \exp\left(ik_x x + ik_y y + i\sqrt{k_x^2 + k_y^2 - k^2} z\right) dk_x dk_y, \quad (21)$$

který reprezentuje šíření vln v rovině x - y a exponenciálně klesající vlnu ve směru osy z .

Tento případ lze podobně popsat tunelování elektronů. Elektron, který za určitých podmínek protuneluje potenciálovou bariéru, chápeme jako vlnu, která je popsána vlnovou funkcí. Pokud elektron narazí na potenciálovou bariéru o vyšším potenciálu, než je jeho potenciální energie, existuje nenulová pravděpodobnost, že se objeví za bariérou. Po průchodu se změní velikost amplitudy vlnové funkce (obdobně jako u optického tunelování). Pravděpodobnost průchodu bariéry závisí na její šířce. Čím širší bariéra bude, tím více klesá pravděpodobnost, že elektron protuneluje. Za bariérou se elektron vlně šíří, avšak s menší amplitudou [9]. Obdobně je možné chápat itunelování světelného svazku elektromagnetické vlny SNOM sondou. Na obrázku 8 jsou uvedeny dvě různé šířky potenciálových bariér a hustota pravděpodobnosti průchodu elektronu bariérami.

Vzorek tedy pro světelné vlny představuje prostor, ve kterém se mohou dále šířit, a proto není zkoumáním vzorků, které mají rovný povrch, vhodné pro pozorování mikroskopie blízkého pole. U mikroskopie SNOM jde o interakci světla se strukturami na vzorku, tedy o průchod a odraz světla. Především jsou analyzovány informace o procházejícím a odraženém světle na těchto nerovnostech, popříjich blízkém okolí.



Obrázek 8.: Hustota pravděpodobnosti tunelování elektronu potenciálovou bariérou a) široká potenciálová bariéra, b) úzká potenciálová bariéra.

1.2.3 Rozptyl světla

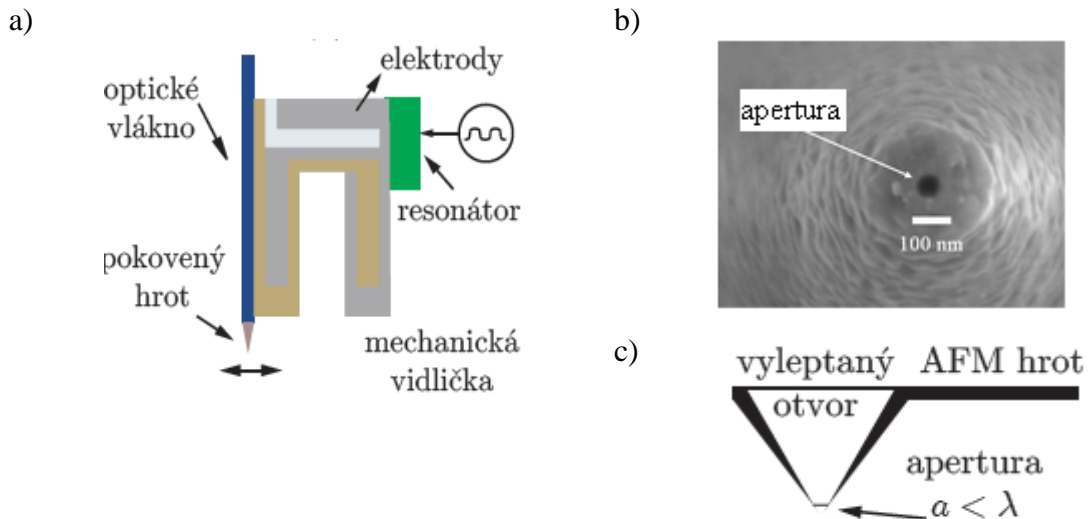
Rozptylem budeme chápat odklon světelných paprsků od původního směru šíření. Mikroskopii blízkého pole se nejvíce zkoumají nerovné vzorky. Nejvhodnějším vzorkem je tenká vrstva co nejméně transparentní se strukturami vyrobenými například leptáním. Když světlo ze sondy protuneluje až ke vzorku se strukturami, dochází k rozptylu světla, vzniku lokálního elektromagnetického zdroje záření (popřípadě stojatých vln), které představuje optický signál pro mikroskopii SNOM, který je dále vyhodnocován. V případě průchodu záření vzorkem (transmise) a odrazu záření od vzorku (reflexe) se jedná o jiněho než o čtyřtýleného záření na strukturách vzorku, které mají podobný směr, fázi a frekvenci [10].

1.3. Mikroskop blízkého pole

Rastrovací mikroskop blízkého pole je zařízení kombinující přednosti optické mikroskopie společně s vysokou rozlišovací schopností sondových mikroskopii SPM [7]. Princip funkce spočívá v přiblížení hrotu optické sondy do těsné blízkosti vzorku pomocí rastrovacích technik SPM. Na základě interakce optického signálu při osvětlení optickou sondou se vzorkem nebo sběru optického signálu při osvětlení v dalekém poli jsou získávána data o optických vlastnostech.

1.3.1 Sonda SNOM

Sonda mikroskopie blízkého pole je tvořena většinou buď zostřeným světlovodným vláknem, nebo dutým hrotem mikroskopie atómárních sil, viz obrázek 11. V poslední době se začíná objevovat i sonda bez apertury (*apertureless probe*). V případě světlovodného vlákna je rastrování hrotu sondy SNOM po povrchu prováděno pomocí mechanické vidličky (*tuning fork*). Sonda vyzařuje elektromagnetické vlnění buď do blízkého okolí povrchu vzorku, nebo ho znějš sbírá. Je tvořena optickým vláknem, které je na jednom svém konci sleptáno do kužele a pokoveno (nejčastěji hliníkem nebo stříbrem), aby se zabránilo úniku světla mimo aperturu. Na konci sondy tak zůstává malý otvor - kruhová apertura - o průměru přibližně 100 nm a více, který osvětluje vzorek, popřípadě sbírá světlo z okolí. Takto připravené vlákno je připevněno k vidličce. Do druhého konce optického vlákna se zfokusuje světelný svazek (laser), popřípadě připojí detektor optického signálu [7, 11].



Obrázek 11.: Sondy mikroskopie SNOM a) mechanická vidlička s optickým vláknem [12], b) dutý hrot sondy s aperturou 100 nm (pohled zespodu), c) dutý AFM hrot [7].

1.3.2 Mechanická vidlička

Piezoelektrické křemenné mechanické vidličky se používají v mikroskopii blízkého pole jako poměrně levná a jednoduchá zařízení pro detekci vzdálenosti mezi hrotem sondy a vzorku. Křemenné krystaly mají schopnost vytvářet elektrické pole během mechanického namáhání, vykazují tedy piezoelektrické vlastnosti. Proto je tedy v systémech využíváno této vidličky společně se zpětnovazební smyčkou, a tyto systémy dosahují velmi vysokých citlivostí, typicky v řádech pikonewtonů.

Kraťování povrchu vzorku se využívá piezoskenování. Snímání povrchu se vytváří současně matice diskrétních hodnot topografického i optického signálu. Vertikální vzdálenost je kontrolována snímáním amplitudy mechanického kmitání vidličky (a tedy i sondy) na konstantní (rezonanční frekvenci) v laterálním směru. Zde jde o podobnost s ostatními SPM technikami. Kvůli řízení hrotu do těsné blízkosti vzorku a kontroly výšky sondy je zde použito podobných principů jako u detekčních metod AFM a STM. V případě mechanické vidličky je na základě změny amplitudy kmitání zpětně kontrolována vzdálenost sondy a vzorku. Rozdíl od bezkontaktních technik SPM je pouze v laterálním kmitání vidličky oproti vertikálnímu kmitání hrotu v bezkontaktním módu SPM.

U mikroskopu SNOM se používá zpětná vazba typu *shear-force*. Její princip je založen na vyhodnocování amplitudy laterálních vibrací hrotu sondy na její rezonanční frekvenci v blízkosti povrchu vzorku. Amplituda kmitání sondy je většinou malá (přibližně 10 nm), aby se zabránilo degradaci optického rozlišení. Protože tato metoda je méně citlivá na nerovnosti na povrchu je pro optimální zobrazení s tímto typem zpětné vazby výběr vzorku omezen na rovné povrchy. Rovněž se používá malá rychlost v průběhu raťování (0,5 řádku/s v závislosti na velikosti raťovacího pole) kvůli dostatečnému vyhodnocení signálů [13]. Lze zpracovat vedvou režimech, které souvisejí se zpětnou vazbou.

a) Režim konstantní výšky – výška, ve které bude sonda skenovat je konstantní, bez ohledu na tvar povrchu vzorku. Tento režim by neměl být použit u nerovných povrchů, kdy hrozí zničení sondy.

b) Režim konstantní vzdálenosti sondy od vzorku – vzdálenost v každém bodě rastry mezi sondou a vzorkem je udržována konstantní po celou dobu měření, tedy zpeřtá vazba bude udržovat konstantní amplitudu kmitání mechanické vidličky.

1.3.3 Pracovní módy mikroskopu

V mikroskopii SNOM se využívá řůzných pracovních módů a jejich kombinací v závislosti na charakteru a způsobu získávání informací o vzorku.

Existují čtyři základní pracovní módy:

- osvitový transmisní mód – (*Illumination Transmission Mode*) – sonda je zdrojem záření, které prochází jíciho záření dochází pod vzorkem,
- osvitový reflexní mód – (*Illumination Reflection Mode*) – sonda je zdrojem záření, které odraženého záření dochází optickýmizací řízenímiv okolí sondy,
- sběrný transmisní mód – (*Collection Transmission Mode*) – používá se pro průhledné vzorky, kdy sonda slouží jako vstupní clona pro sběr záření přivedeného zespolu vzorku,
- sběrný reflexní mód – (*Collection Reflection Mode*) – používá se pro neprůhledné vzorky, kdy sonda slouží jako vstupní clona pro sběr záření vzniklého p řivedení msvětlanavzorek.

Tyto módy můžeme v závislosti na aplikaci vzájemně kombinovat se sběrem nebo osvitem v dalekém nebo blízkém poli. V této práci se využívá současně transmisní a reflexní mód. Osvětlení vzorku je prováděno sondou v blízkém poli a sběr signálu z reflexní a transmisní větvi mikroskopu dochází v dalekém poli.

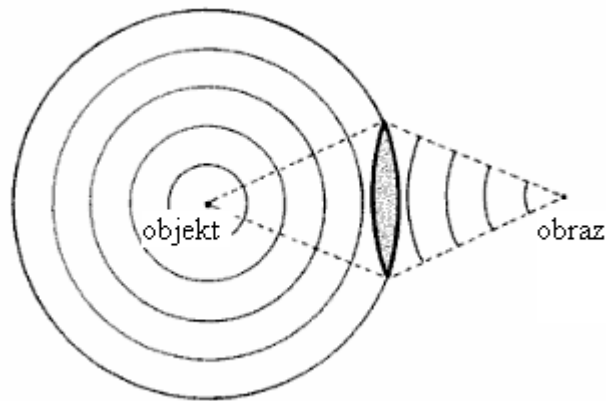
1.4 Zobrazovací artefakty

Sou částí každého měření je správná interpretace naměřených dat a vyloučení zobrazovacích artefaktů způsobených nedokonalostí zařízením.

1.4.1 Chyby zobrazování

Diskutovaným tématem všech zobrazovacích technik jsou chyby zobrazování a vzhlednost naměřených dat. V mikroskopických SPM se vyskytuje celá řada artefaktů. Některé typy jsou společné pro všechny metody, jiné jsou specifické.

Detekční systém (v tomto případě *PhotoMultiplier Tube* - PMT) vyhodnocuje jen tu část informací ze zdroje, která se dostane do optického zařízení, viz obrázek 12. Můžeme tak říct, že snímání obrazu je jen částečná kopie originálu. Důležitá je tedy kvalita kopie, a tím souvisí vyhodnocování získaných dat [14].



Obrázek 12.: Detekční systém dokáže vyhodnotit jen část informací ze zdroje – převzatou [14].

Při zobrazování s velmi vysokou rozlišovací schopností, tedy v případě mikroskopie blízkého pole, je nutné vzít v úvahu i všechny možné chybné aspekty měřících přístrojů například hystereze piezo-kryсталů, chybný signál způsobené vazby, vliv velikosti a tvaru hrotu, omezení sběru dat atd. Tyto nedokonalosti se promítají do získaného obrazu podobě artefaktů. Tyto obecně představují ztrátu informace o vzorku.

1.4.2 Topografické artefakty

V mikroskopii blízkého pole je optický signál svázaný s topografickým signálem. V praxi to znamená, že jakákoliv topografická chyba se promítne i do optických signálů transmise a reflexe. V případě této bakalářské práce se autorka zaměřila pouze na vyhodnocování transmisního signálu, informace z reflexního signálu nebyla vyhodnocována.

Topografie

Primárním signálem všech mikroskopií SPM je informace o topografii. Kontrolou vzdálenosti sondy od zkoumaného povrchu z pětinnou vazbou dochází k vyhodnocování reliéru povrchu, tedy topografie. To platí i pro mikroskopii blízkého pole, jejímž hlavním účelem je pozorování optických vlastností struktur o velikostech několikrát násobně menších než λ dopadajícího světla. Informace o topografii nanostruktur je zobrazena reálnou velikostí SNOM sondy (obvykle zakončena aperturou o velikosti 100 nm), a proto hraje podstatnou roli při získávání optických signálů. Další degradací topografického signálu je laterální pohyb hrotu sondy, čímž se snižuje rozlišení ve vykreslování profilu vzorku. V praxi to znamená, že měření výšky určitých struktur, jako například hloubky vyleptaných otvorů, nemusí úplně odpovídat skutečnosti.

Konvoluce–zrcadleníhrotu

Konvoluce patří mezi nejčastější topografické chyby. Jestliže je zobrazován povrch, který obsahuje struktury jejichž laterální rozměr je menší než šířka hrotu, dojde k záměně, tedy místo struktury na povrchu vzorku bude nasnímán tvar hrotu. V topografii se tak neobjeví povrch vzorku, ale povrch hrotu. Při této konvoluci se zachovává výšková informace, viz obrázek 13. Zjištění vlivu zrcadlení je možné určit pozorováním, zda se v obraze neobjeví struktury stejného tvaru i orientace (velikost může být různá, závisí na velikosti píku povrchu). Dále je možné zkusit otočit vzorek, protože zrcadlený hrot musí být v původní orientaci.



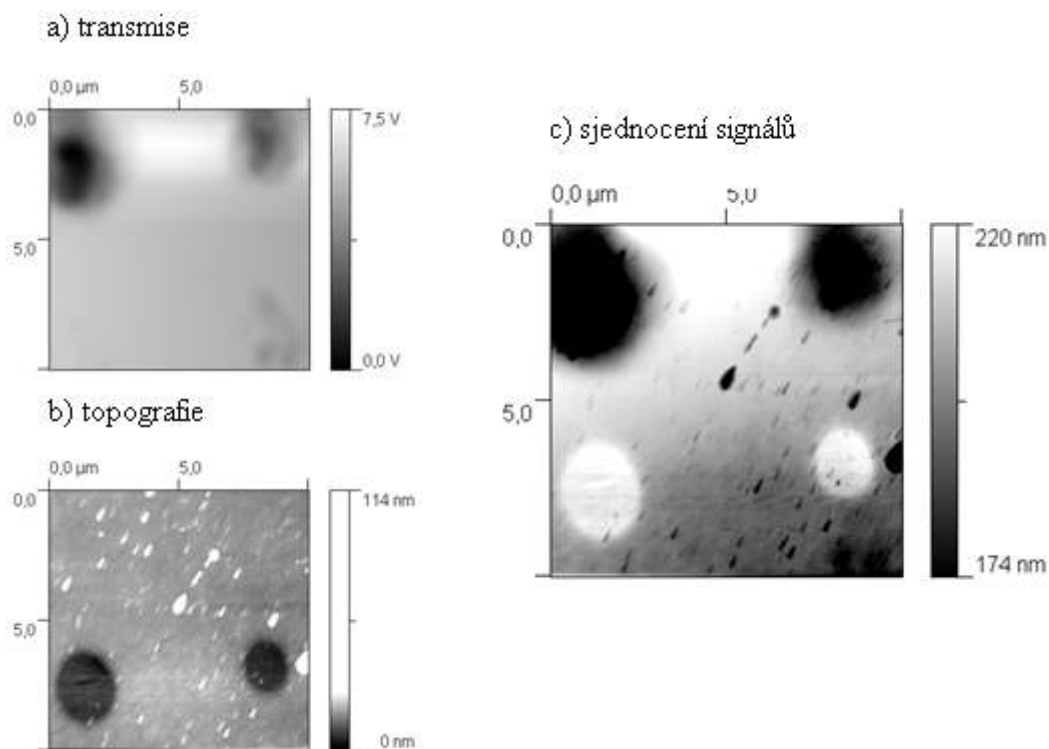
Obrázek 13.: Vliv reálné velikosti hrotu sondy – převzaté z [15].

Vliv zpětné vazby

Není-li dobře nastavena zpětná vazba, mohou se v obraze objevit chybná data. Je-li její hodnota příliš vysoká, nastávají oscilace a v obraze se objevuje chybná periodická struktura, která má snadno detekovatelný charakter. V některých případech dochází k výrazným zámkům při rekonstruování nerovností na vzorku. Při příliš nízké hodnotě zpětné vazby hrot zcela nesleduje detaily a povrch se jeví hladký. Rozpoznání slabé vazby je obecně obtížné, pokud není částečně známá struktura vzorku. Hodnotu zpětné vazby lze kontrolovat srovnáním po sobě jdoucích zobrazení jednoho a téhož řádku. Ten by se měl co nejvíce překrývat. Protože zpětná vazba udržuje v průběhu rastrování nastavenou hodnotu, patří do této oblasti také artefakty způsobené jejím špatným nastavením.

Tvar hrotu

Tvar hrotu je nejcitlivějším faktorem systému. Jeho poškození zásadním způsobem ovlivňuje naměřená data. Je-li hrot nějakým způsobem poškozen, může dojít k nesouladu mezi optickým a topografickým signálem. Těm se projevítak, že jedna část hrotu se podílí na interakci se vzorkem a druhá část hrotu je osvětluje (většinou mimo požadovanou oblast), viz obrázek 14.



Obrázek 14.: Vliv tvaru hrotu, posunutí signálu topografie a transmise přibližně o 10 μm, a) transmise, b) topografie a c) sjednocení signálů topografie a transmise.

Hystereze piezo-krystalů

Přenosové zpoždění reálné hodnoty na snímači ovlivňuje snímání struktur v podobě protáhlejší útvarů, tedy malým zkreslením skutečného tvaru struktury. Důvodem je hystereze piezo-manipulátorů, která zapříčiňuje, že se piezo-manipulátor nevrátí do původní polohy [15].

1.5. Mikroskop NTegra Solaris

Všechna pozorování a měření v rámci této bakalářské práce byla prováděna na mikroskopu NTegra Solaris firmy NT-MDT [16]. Jedná se o zařízení pro studium vzorků pomocí mikroskopie blízkého pole SNOM.

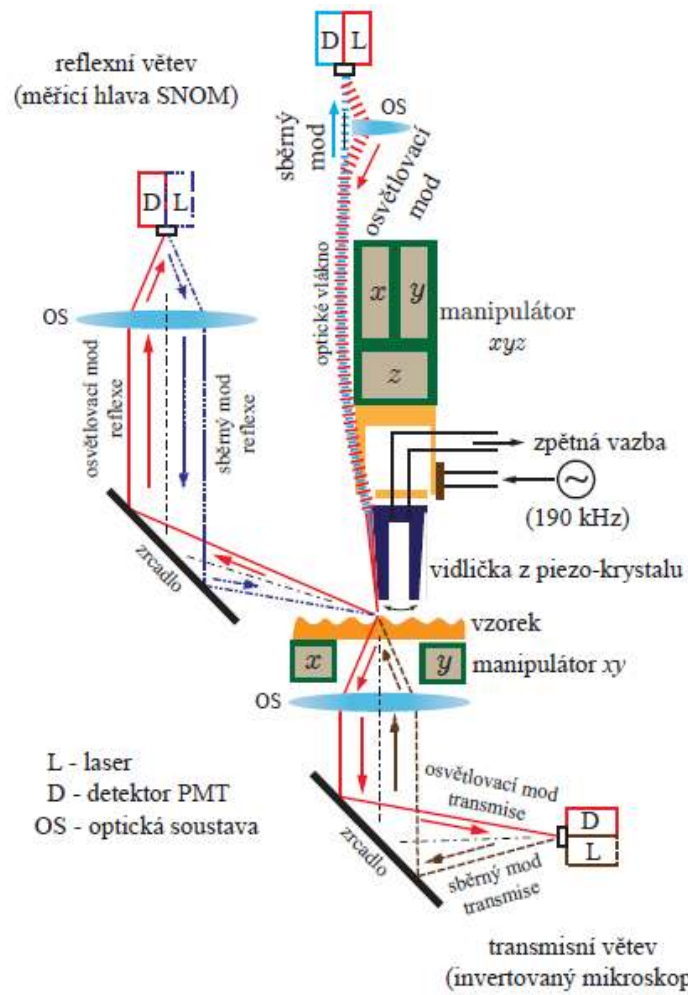
Mikroskop se skládá ze několika částí. Držák vzorků je umístěn na základně invertovaného mikroskopu Olympus IX 70, která obsahuje i mikroposuv 50 μm × 50 μm v rovině vzorku. Nad ní je umístěna měřicí hlava vybavená mikroposuvem 100 μm × 100 μm × 6 μm, do které se zasouvá optické vlákno připevněné na kmitající vidličku (*tuning fork* pro detekci *shear-force*), viz obrázek 9. V této hlavě se nachází i optická soustava pro zaměření a osvětlení vzorků z bočního pohledu. Tato konfigurace umožňuje využít jak reflexní, tak i transmisní světelný osvětlový mód, viz obrázek 10. Podle aplikací lze nastavit i roztahovací nebo sondovací režim. Celý systém je umístěn na aktivním antivibračním stole a prostor kolem mikroskopu je zatemněn. Pro měření je využíváno optické vlákno.

typ Nufern 405HB o apertuře menší než 100 nm připevněné kvádřičce o rezonanční frekvenci přibližně 180 kHz [17]. Pro osvětlování se využívá laser s vlnovými délkami $\lambda = 532 \text{ nm}$ (zelená barva, výkon 5 mW a 10 mW) a $\lambda = 632 \text{ nm}$ (červená barva, výkon 10 mW), pro detekci fotonásobiče Hamamatsu H5784-04 pro oblast vlnových délek 185 nm až 850 nm [18].



Obrázek 9.: Mikroskop blízko pole NTegra Solaris – převzat z [7].

Současné uspořádání mikroskopu SNOM dovoluje měřit ve sběrném transmisním/reflexním a osvitovém transmisním/reflexním módu, viz obrázek 10.



Obrázek 10.: Schematický nákres pracovních módů mikroskopu NTEgra Solaris – převzatoz[7].

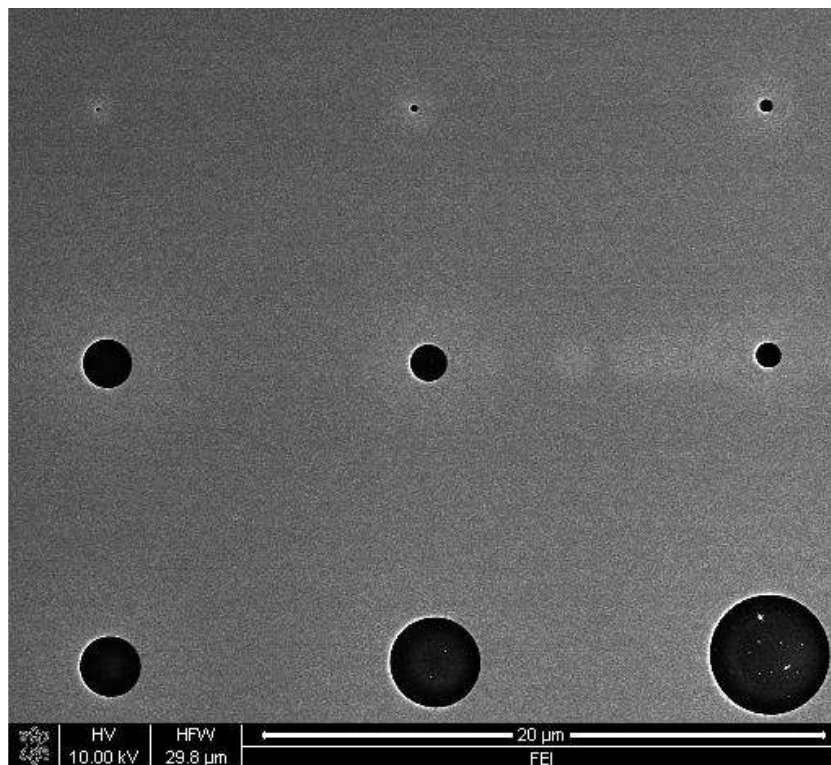
2 Kapitola

Experimenty

V této části bakalářské práce jsou prezentovány výsledky práce na mikroskopu SNOM NTegra Solaris a vyhodnoceny optické vlastnosti vzorků. Byly stanoveny koeficienty transmisí elektromagnetického záření vzorků s definovanými strukturami, které byly vyrobeny fokusovaným iontovým svazkem (*Focused Ion Beam* – FIB) do tenké vrstvy kovu na substrátu křemenného skla (*quartz*). Dále se zabývá srovnáním topografie změřené mikroskopem SNOM (obraz je vyhodnocován způsobem vazby *shear-force*) a mikroskopem atomárních sil (*Atomic Force Microscopy* – AFM), který narozdíl od mikroskopie SNOM poskytuje reálnou informaci o výšce povrchu vzorku.

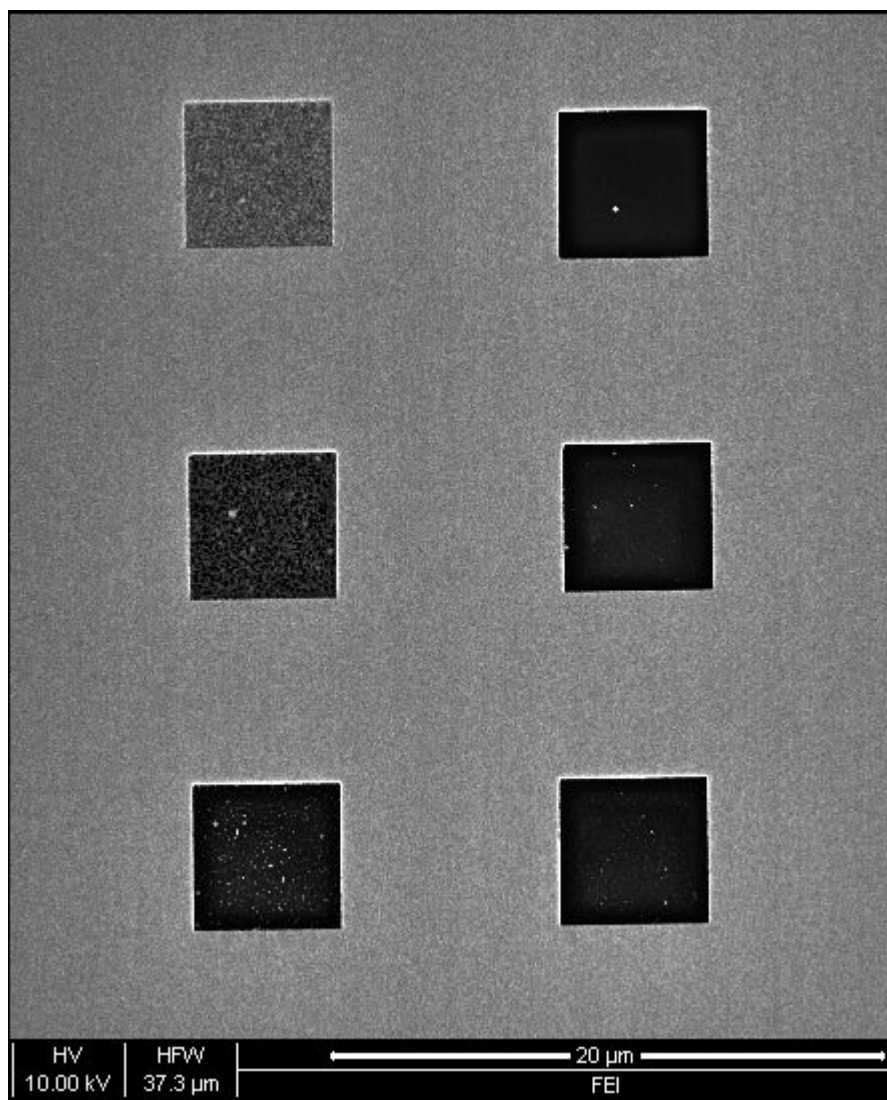
2.1 Vzorky

Mikroskopem SNOM byly zkoumány dva typy struktur. První vzorek – Struktura I – tvoří tenká vrstva chromu o tloušťce 200 nm napařovaná na skleněný substrát. Do ní bylo až na substrát vyleptáno devět děr o průměru 100, 200, 400, 800, 1200, 1600, 2000, 3000 a 4000 nm, viz obrázek 16.



Obrázek 16.: Struktura I – devět děr v chromové vrstvě, měřeno na rastrovacím elektronovém mikroskopu (*Scanning Electron Microscopy* – SEM).

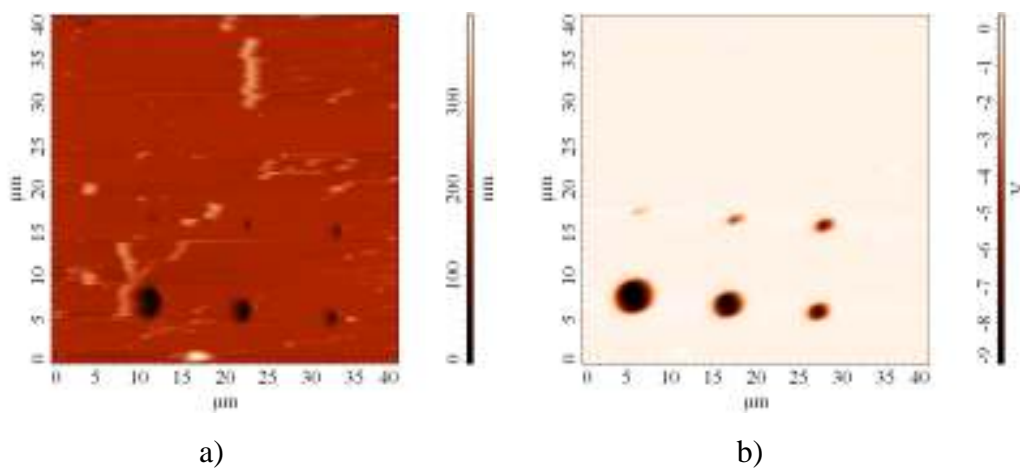
Druhý vzorek obsahuje sady struktur vyleptaných do zlaté vrstvy o tloušťce 50 nm, která byla naprášena také na křemenný substrát. První z nich – Struktura II - představuje opět devětděle definované proužky (analogie se Strukturou I). Dále je to pole čtvercových struktur – Struktura III - o rozměrech $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ a různě proleptané hloubce, viz obrázek 17.



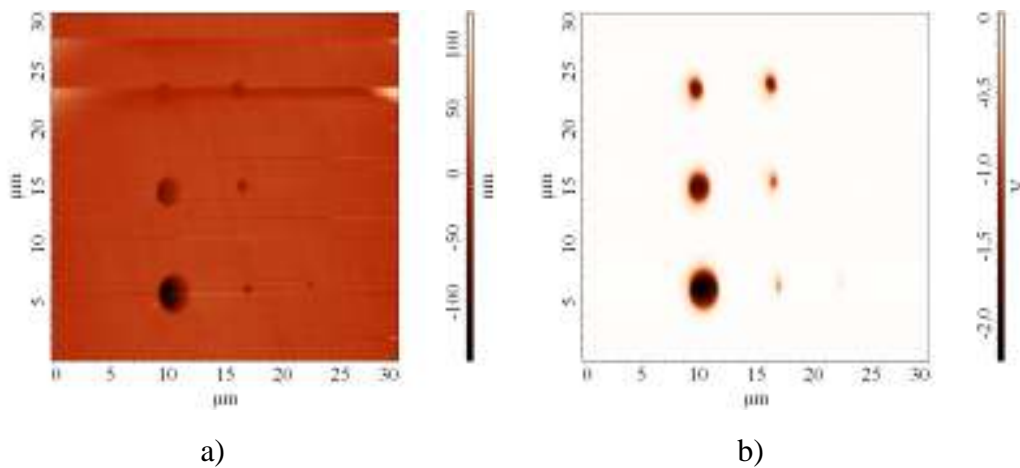
Obrázek 17.: Struktura III – čtvercové struktury o různých hloubkách, měřeno na mikroskopu SEM.

2.2 Experimentální stanovení koeficientu transmisí

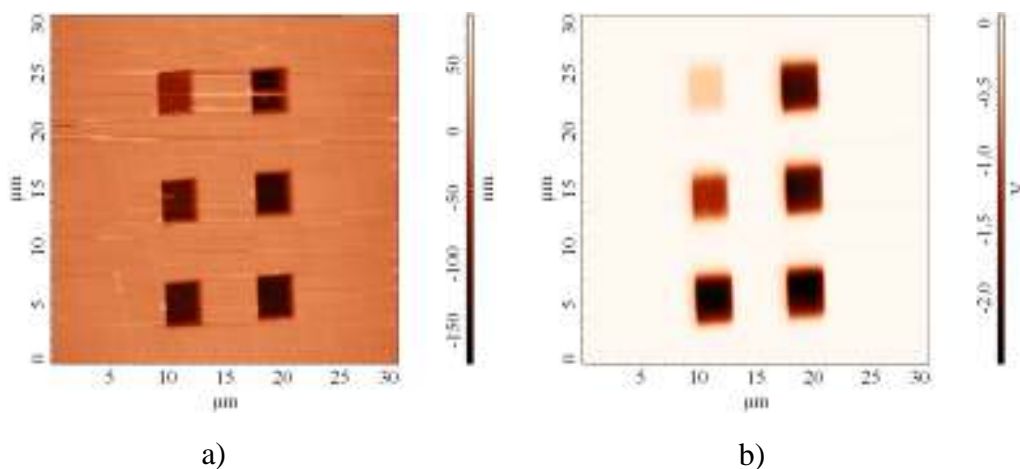
Prvním úkolem bylo stanovení koeficientu průchodu intenzity prošlého světla vůči intenzitě světla dopadajícího – koeficientu transmisí na Strukturu I a Strukturu II v závislosti na proužkovém rozměru, viz obrázek 18 a obrázek 19. Dále byl změřen koeficient transmisí pro jednotlivé čtverce na Strukturu III, viz obrázek 20. Měření probíhalo v osvitovém transmisním módu, kdy hrot je použit jako zdroj elektromagnetického záření a interakce mezi hrotem a vzorkem je sbírána fotonásobičem v dalekém poli transmisivním čtyřmikroskopu NTegra Solaris.



Obrázek 18.: Struktura I. Informace o a) topografii b) prošlé intenzitě světla. Měřeno SNOM mikroskopem NTegra Solaris.



Obrázek 19.: Struktura II. Informace o a) topografii b) prošlé intenzitě světla. Měřeno SNOM mikroskopem NTegra Solaris.



Obrázek 20.: Struktura III. Informace o a) topografii b) prošlé intenzitě světla. Měřeno SNOM mikroskopem NTegra Solaris.

Velikost intenzity dopadajícího záření – resp. zesílení fotonásobiče při konkrétním experimentu – byla pro danou oblast struktury konstantní. Jednotlivé díry a čtverce byly snímány odděleně. Vyhodnocování prošlého záření bylo prováděno odečtením výstupních hodnot elektrického napětí z fotonásobiče pro danou strukturu za pomoci ovládacího programu Nova 1443. Koeficient transmisivnosti T byl vypočten ze vztahu

$$T = \frac{I_{str}}{I_{dop}}, \quad (22)$$

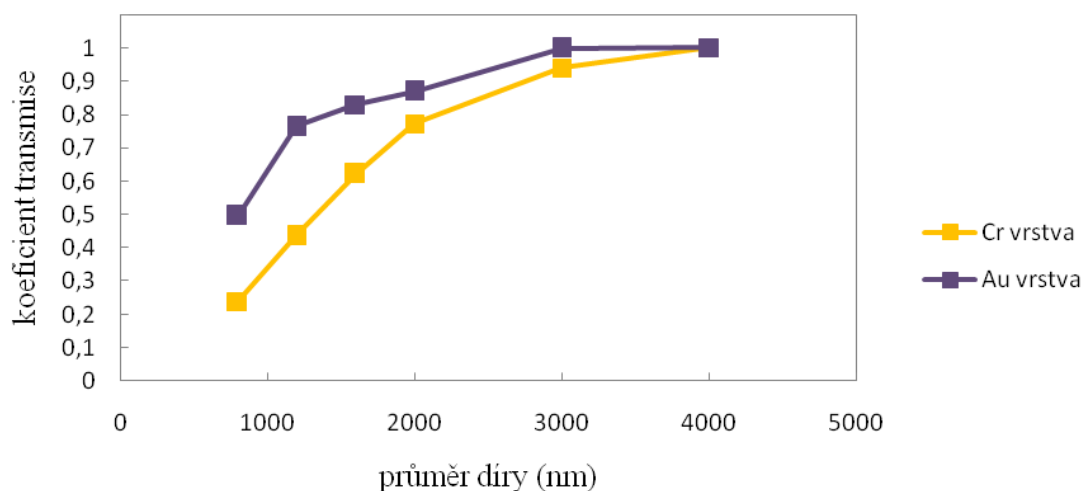
kde I_{str} (struktura) je intenzita světla zaznamenaná fotonásobičem pro úchodem přes strukturu a I_{dop} (dopadající) je intenzita dopadajícího světla.

Koeficient transmisivnosti pro Struktury Ia II

Motivem Struktury Ia a Struktury II byl vyleptání dvou odlišných tenkých vrstev, Struktura I do naprášené vrstvy chromu a Struktura II do zlaté vrstvy. Každá z těchto vrstev propouští světlo jinak, a proto byl vyhodnocován vliv průměrné průsvitnosti vrstvy na stejně definované pole struktury.

Předpokládáme, že u díry s největším průměrem (4000 nm) veškeré dopadající záření projde. Intenzita prošlého světla od ostatních dír je proto relativně vztažena k této hodnotě. Bylo pozorováno, že v závislosti na velikosti průměru díry klesá průchod dopadajícího světla. Kvůli nízkému odstupování signálu a šumu nebylo možné měřit u tří dír (400, 200, 100 nm) možné tento koeficient stanovit, a proto nebyla analyzována. Srovnání průměrných hodnot koeficientů transmisivnosti Struktury I a Struktury II je na obrázku 21.

Srovnání koeficientů transmisivnosti pro Au a Cr vrstvu

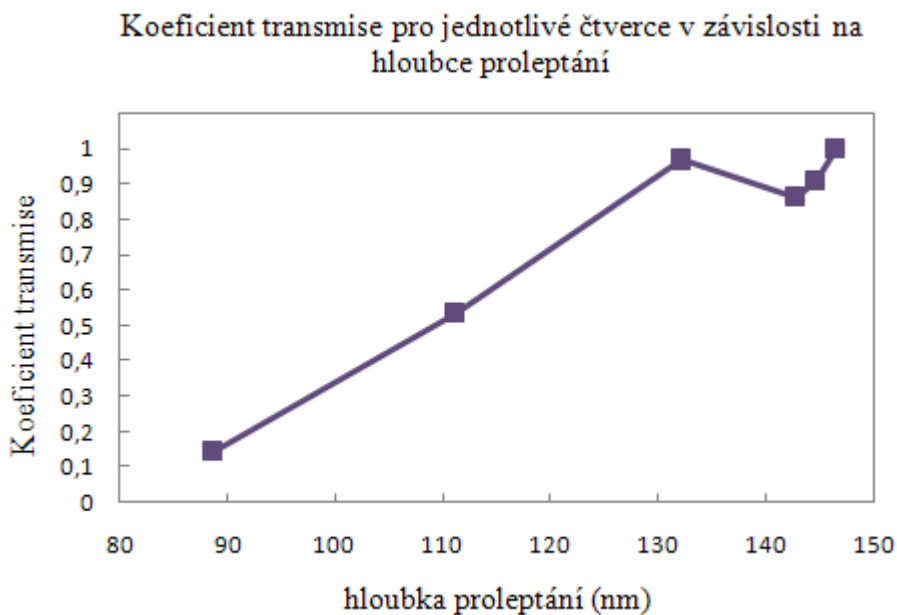


Obrázek 21.: Srovnání koeficientů transmisivnosti pro struktury na chromové a zlaté vrstvě. Z grafu vyplývá, že s klesajícím průměrem díry u chromové vrstvy klesá i koeficient

transmise. Podobný trend platí i pro zlatou vrstvu, ale pokles je menší, jak bylo očekáváno.

Koeficient transmise pro Strukturu III

V případě druhého vzorku se čtvercovými strukturami byla stanovena závislost průchodu světla na hloubce proleptání, viz obrázek 22. Zde se předpokládá, že u čtverce s největší hloubkou proleptání projde nejvíce dopadajícího záření. Intenzita prošlého světla od ostatních čtverců je proto stejná jako u motivu Struktura I a Struktura II relativně vztažena k této hodnotě. Z měření je patrné, že oproti očekávání stále se snižující hodnoty koeficientu transmise, dochází při hloubce přibližně 130 nm k lokálnímu zvýšení koeficientu transmise. Tento jev zatím nelze uspokojivě vysvětlit.

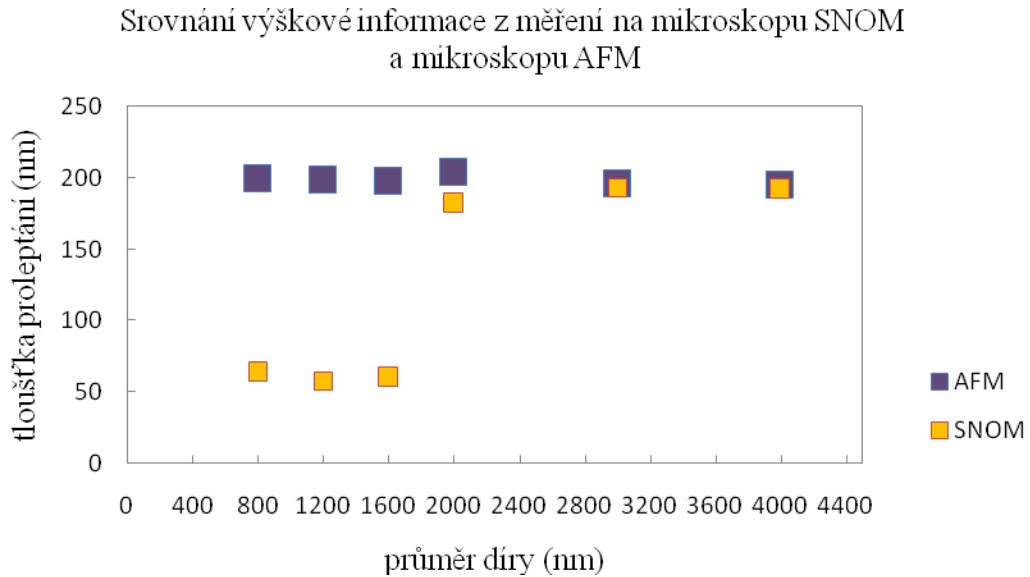


Obrázek 22.: Závislost koeficientu transmise na hloubce proleptání struktury. Zde již není trend tak přímý. Struktura propouští plně světlo přibližně do 130 nm hloubky proleptání, poté tento trend klesá.

2.3 Srovnání topografiem řešením mikroskopií SNOM a mikroskopií AFM

V mikroskopii blízkého pole je topografický signál vyhodnocován způsobem vazbou typu *shear-force*. Na rozdíl od mikroskopie atomárních sil (AFM) tento typ zpětné vazby neposkytuje reálnou informaci o topografii vzorku. Proto byla za účelem srovnání změřena topografie Struktury I jak mikroskopií SNOM, tak i mikroskopií AFM. Jak je zřejmé z obrázku 23, tloušťka Cr vrstvy řešením mikroskopií AFM je pro jednotlivé díry téměř konstantní a dosahuje přibližně 200 nm. Tloušťka vrstvy stanovená mikroskopií SNOM se mění. To je způsobeno, zejména u menších struktur, velikostí hrotu sondy, kdy u AFM mikroskopu má konečný chrotuběžná poloměr jednotku

nanometrů, zatímco SNOM sonda je zakončena aperturou o průměru 100 nm a výše. Několikanásobně větší zaoblení hrotu proto způsobuje chybné informace o tloušťce vrstvy. Tam kde je vliv tvaru hrotu zanedbatelný (včetně velkých průměrů), se tloušťka vrstvy příliš neliší od skutečné.



Obrázek 23.: Srovnání tloušťky proleptané chromové vrstvy měřené mikroskopem SNOM a mikroskopem AFM. Z grafu vyplývá, že srovnání tloušťky vrstvy změřené mikroskopem AFM a SNOM pro díry o průměru menším než 3000 nm si vzájemně neodpovídá.

Závěr

Cílem této práce bylo seznámení se s mikroskopií blízkého pole a měření struktur o velikostech srovnatelných s vlnovou délkou λ dopadajícího záření. Byly popsány fyzikální principy, technická problematika a hlavní části mikroskopu SNOM. Dále jsou uvedeny specifické zobrazovací chyby této metody. V závěru kapitoly 1 je představen mikroskop blízkého pole NTegra Solaris a celá experimentální zařízení na Ústavu fyzikálního inženýrství FSIVUT v Brně, na kterém byla měření uskutečněna.

Celkem byly na mikroskopu SNOM měřeny dva vzorky. První vzorek – Struktura I tvořena devíti dírami o definovaném průměru v tenké vrstvě chromu o tloušťce 200 nm na skleněném substrátu. Druhý vzorek - Struktura II, kterou analogicky se Strukturou I tvoří devět děr stejného průměru, a Struktura III tvořená sadou čtvercových polívkových vrstev zlata o různé hloubce proleptání.

U vzorků Struktura I a Struktura II byla mikroskopem SNOM sledována intenzita transmisního signálu v závislosti na velikosti struktury. Pro porovnání bylo z těchto hodnot transmise (pro jednotlivé díry) stanoveno transmisní koeficient pro každou díru v závislosti na materiálu tenké vrstvy. Ze stanovených koeficientů vyplývá, že zmenšením průměru díry nastává pokles průchodu světla pro obě struktury. U Struktury II (na zlaté vrstvě) je ovšem podle očekávání tento pokles mírnější díky menší hodnotě transparentnosti tenké vrstvy zlata. U Struktury I byla navíc porovnávána naměřená topografie s měřeními na mikroskopu AFM, který dává reálnou hodnotu výšky, a tím prozkoumáná věrohodnost naměřené výšky mikroskopem SNOM. Podle naměřených dat na mikroskopu SNOM se prokázalo, že pro malé průměry děr tyto hodnoty nekorespondují s měřeními na mikroskopu AFM. To je způsobeno rozdílnou geometrií a poloměrem křivosti hrotů používaných pro jednotlivé mikroskopie.

U Struktury III byla opět změřena transmise a bylo stanoveno transmisní koeficient transmise tentokrát v závislosti na hloubce proleptání tenké vrstvy zlata. Ze získaných hodnot transmise bylo zjištěno, že při hloubce proleptání 130 nm dochází k lokálnímu zvýšení transmisního signálu, jehož původ zatím není znám.

Literatura

- [1] <http://www.quido.cz/objevy/mikroskop.htm>, [cit. 19.5.2010].
- [2] <http://www.piezo.com/tech4history.html>, [cit. 19.5.2010].
- [3] E.H.Synge, *A suggested method for extending the microscopic resolution into the ultramicroscopic region*, Philosophical Magazine Series 7, 1928, p.356-362, ISBN:0-511-16811-X.
- [4] E.H.Synge, *An application of piezoelectricity to microscopy*, Philosophical Magazine Series 7, 1932, p.297-300.
- [5] http://www.nanonics.co.il/index.php?page_id=149, [cit. 19.5.2010].
- [6] J.Hofmann, M.Urbanová, *Fyzika I*, p.188-189, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, studijní materiály http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_ekniha-001/pages-pdf/189.html, [cit. 19.5.2010].
- [7] Ing.D.Škoda, *Charakterizace 1-D nanostruktur metodami SPM*, dizertační práce, Brno 2010, p.11-20.
- [8] <http://www.azonano.com/details.asp?ArticleID=1205>, [cit. 19.5.2010].
- [9] D.Halliday, R.Resnick, J.Walker, *Fyzika*, p.1046-1047, VUTIUM a PROMETHEUS Praha, 2000.
- [10] J.C.Stover, *Optical scattering: measurement and analysis*, p.5, SPIE Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, 1995.
- [11] <http://www.olympusmicro.com/primer/techniques/nearfield/nearfieldprobes.html>, [cit. 19.5.2010].
- [12] <http://www.fkf.mpg.de/kern/research/nanooptics/asnom/basics/SNOM.png/view.html>, [cit. 19.5.2010].
- [13] <http://www.olympusmicro.com/primer/techniques/nearfield/nearfieldintro.html>, [cit. 19.5.2010].
- [14] R.J.Oldfield, *Light microscopy: an illustrated guide*, p.8, Mosby, 1993.
- [15] <http://atmilab.upol.cz/mss/mss43.html>, [cit. 19.5.2010].
- [16] <http://www.ntmdt.com/device/ntegra-solaris>, [cit. 19.5.2010].
- [17] <http://www.ntmdt-tips.com/catalog/snom/green/products.html>, [cit. 19.5.2010].
- [18] <http://sales.hamamatsu.com/en/products/electro-ntube-division/detectors/photomultiplier-modules/part-h5784-04.php>, [cit. 19.5.2010].

