



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

## INTERAKCE MEZI SNOM HROTEM A BLÍZKÝM ELEKTROMAGNETICKÝM POLEM

INTERACTION BETWEEN SNOM TIP AND NEAR-FIELD

### BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

#### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

JAN KRPEŇSKÝ

#### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. PETR DVOŘÁK, Ph.D.

BRNO 2020



# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav fyzikálního inženýrství
Student:	<b>Jan Krpenský</b>
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce:	<b>Ing. Petr Dvořák, Ph.D.</b>
Akademický rok:	2019/20

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:

## **Interakce mezi SNOM hrotem a blízkým elektromagnetickým polem**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Rastrovací optický mikroskop v blízkém poli (SNOM) je silný nástroj pro experimentální studium interference povrchových plazmonových polaritonů (SPP). Dlouhou dobu však zůstává nevyřešená otázka vzájemné interakce mezi SNOM sondou a blízkým polem. Avšak SPP interference na čtvercových strukturách v kombinaci s vlastní výrobou SNOM sond nabízí teoretickou možnost, jak tuto vzájemnou interakci kvantitativně popsat a změřit.

### **Cíle bakalářské práce:**

- 1) Popište rešeršní studii vzájemné interakce SNOM hrotu a blízkého elektromagnetického pole.
- 2) Připravte čtvercové interferenční struktury pomocí metody FIB.
- 3) Vytvořte SNOM sondy s různým průměrem apertury.
- 4) Pokuste se kvantifikovat vzájemnou citlivost aperturního SNOM hrotu na jednotlivé složky blízkého pole.

### **Seznam doporučené literatury:**

NOVOTNY, Lukas a Bert HECHT. Principles of Nano-Optics. Cambridge University Press, (2012), ISBN-10: 1107005469.

DVOŘÁK, Petr, Zoltán ÉDES, Michal KVAPIL, et al. Imaging of near-field interference patterns by aperture-type SNOM – influence of illumination wavelength and polarization state. Optics Express. 2017, 25(14).

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

V Brně, dne

L. S.

---

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## **Abstrakt**

Vzájemná interakce mezi sondou pro rastrovací optickou mikroskopii v blízkém poli (SNOM) a blízkým elektromagnetickým polem je fundamentální problém, jehož řešení je nutnou podmínkou ke správné interpretaci experimentálních dat. Tato bakalářská práce si klade za cíl tento problém popsat rešeršní studií a pomocí precizní výroby vlastních SNOM sond napomoci k jeho vyřešení. K tomuto účelu je využíváno detekce rozložení blízkého pole generovaného interferencí povrchových plazmonových polaritonů (SPP) na čtvercových nanostrukturách. Touto studií byla prokázána citlivost SNOM sondy na jednotlivé komponenty blízkého pole v závislosti na velikosti SNOM apertury.

## **Summary**

Interaction between a probe for scanning near-field optical microscopy (SNOM) and near electromagnetic field is a fundamental problem, with its solution being a necessary condition for the correct interpretation of experimental data. This bachelor's thesis is aiming to thoroughly describe this problem and by precise manufacturing of our own SNOM probes help to reach solution of this problem. For this purpose, the detection of near-field generated by interference of surface plasmon polaritons (SPP) on square shape nanostructures is being used. This study has proven the dependence of SNOM probe sensitivity to near-field components on the size of a SNOM aperture.

## **Klíčová slova**

SNOM, povrchový plazmonový polariton, SNOM sonda, interference SPP, interferenční struktury

## **Keywords**

SNOM, surface plasmon polariton, SNOM probe, interference of SPPs, interference structures

KRPENSKÝ, J. *Interakce mezi SNOM hrotem a blízkým elektromagnetickým polem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2020. 53 s. Vedoucí Ing. Petr Dvořák, Ph.D.



Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval sám s odborným vedením mého vedoucího a veškeré podklady, ze kterých jsem čerpal, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Jan Krpenský





Rád bych poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Petru Dvořákovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady a především lidský přístup. Chtěl bych dále poděkovat též Ing. Mgr. Tomáši Šamořilovi, Ph.D. za pomoc při obsluhování přístroje Tescan LYRA, Ing. Lukáši Kejíkovi za přípravu zlatých monokrystalů, Ing. Martinu Hrtoňovi za poskytnutí výsledků simulací a vysvětlení jejich fyzikální podstaty, Ing. Martinu Konečnému za pomoc při měření drsnosti povrchů pomocí AFM a v neposlední řadě bych chtěl poděkovat také prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D. za věcné připomínky k mé bakalářské práci.

Na závěr bych chtěl poděkovat mé sestře Mgr. Yvetě Krpenské za jazykovou korekturu a celé mé rodině za morální i psychickou podporu v průběhu celého studia.

Jan Krpenský

Část této práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CzechNanoLab (ID LM2018110, MŠMT, 2020–2022), CEITEC Vysoké učení technické v Brně.



# Obsah

<b>Úvod</b>	<b>3</b>
<b>1 Nanofotonika</b>	<b>5</b>
1.1 Rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli . . . . .	5
1.2 Povrchový plazmonový polariton (SPP) . . . . .	7
1.3 Vybuzení a interference SPP vln . . . . .	10
1.4 Interakce SNOM hrotu a blízkého pole . . . . .	13
<b>2 Výroba SNOM hrotů</b>	<b>17</b>
2.1 Chemické leptání . . . . .	17
2.2 Opracování metodou FIB . . . . .	21
2.3 Pokovení metodou IBS . . . . .	23
2.4 Výroba apertury . . . . .	25
2.5 Problémy při výrobě . . . . .	26
<b>3 Výroba vzorků</b>	<b>30</b>
3.1 Monokrystal zlata . . . . .	30
3.2 Depozice zlaté vrstvy . . . . .	31
3.3 Výroba čtvercových struktur . . . . .	33
<b>4 Vlastní měření</b>	<b>36</b>
4.1 Rezonanční ladička z křemenného krystalu . . . . .	36
4.2 Experimentální měřicí sestava SNOM . . . . .	36
4.3 Měření SNOM . . . . .	38
4.4 Zvětšování apertury . . . . .	45
<b>Závěr</b>	<b>47</b>
<b>Literatura</b>	<b>49</b>
<b>Seznam zkratk</b>	<b>53</b>



# Úvod

Nanofotonika je vědní obor zabývající se interakcí elektromagnetického vlnění (tj. světla) a struktur o rozměrech v řádech nanometrů [1, 2]. Tyto nanostruktury díky své velikosti menší než vlnová délka interagujícího vlnění mohou přímo ovlivňovat fyzikální vlastnosti tohoto vlnění [3]. Pro experimentální studium v nanofotonice se ve viditelné oblasti elektromagnetického spektra nejčastěji využívají mikroskopické techniky, jejichž základním omezením bývá difrakční limit. Tento limit poprvé popsal E. K. Abbe již roku 1874 a teoreticky ukázal, že pro viditelné světlo je roven přibližně polovině vlnové délky použitého záření ( $\lambda/2$ ) [4].

Historicky se vědecká komunita snažila naleznout experimentální metody, které by prolomily tento difrakční limit. S první takovou myšlenkou přišel v roce 1928 E. H. Synge ve svém dopise Albertu Einsteinovi, ve kterém navrhl novou mikroskopickou techniku [5]. Ta spočívala v detekování světla velmi malou aperturou, kterou mělo být rastrováno v těsné blízkosti nad povrchem vzorku. Dosáhne se tak teoreticky většího laterálního rozlišení, které je pak dáno velikostí apertury a ne difrakčním limitem [6]. Kvůli technické náročnosti však k realizaci této metody došlo až v roce 1972, kdy E. A. Ash a G. Nicholls provedli experimentální měření s mikrovlnami a dosáhli rozlišení až  $\lambda/60$  a tím pokořili difrakční limit hned  $30\times$  [7]. Tohoto rozlišení bylo však možné dosáhnout pouze s mikrovlnným zářením o vlnové délce  $\lambda = 3$  cm při použití apertury s poloměrem  $r_0 = 1,5$  mm [8]. Použití stejné metody pro viditelné záření (o vlnové délce mezi  $\lambda = 400$  nm a  $\lambda = 700$  nm) by však představovalo vytvoření mnohem menší apertury a skenování ve vzdálenosti rovné přibližně poloměru  $r_0$  této apertury. S myšlenkou použít tuto techniku i ve viditelné oblasti přišel v roce 1984 G. A. Massey, který také navrhl použít piezoelektrický posuv pro přesné určení polohy [9]. Krátce poté ve stejném roce vyřešila výzkumná skupina D. W. Pohla zbylé technické problémy a dosáhli rozlišení až  $\lambda/20$  [10]. Dnes existuje komerční technika zvaná aperturní rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli (a-SNOM, z angl. *aperture Scanning Near-Field Optical Microscopy*), pomocí které je možno získat rozlišení až  $\lambda/40$  [11], standardně se však dosahuje rozlišovací schopnost  $\lambda/10$  [12, 13].

Elektromagnetické pole v okolí nanostruktur o mnoho menších než vlnová délka použitého interagujícího světla se nazývá blízké pole [14]. Ke zkoumání tohoto blízkého pole se používá technika SNOM, avšak jedním z největších problémů této techniky je popis citlivosti SNOM sondy na jednotlivé složky blízkého elektromagnetického pole [15]. Možností, jak zodpovědět tuto fundamentální otázku nanofotoniky, se nabízí experimentální studium interference povrchových plazmonových polaritonů (SPP, z angl. *Surface Plasmon Polariton*), které vytváří různé interferenční obrazce pro jednotlivé složky blízkého pole [16]. Tohoto experimentálního studia se dosahuje pomocí SNOM sond, jejichž kvalita a správná charakterizace jsou zcela zásadní pro následnou možnost objasnění a popsání dané problematiky. A proto tato bakalářská práce navazuje na práci kolegů z Ústavu fy-

zikálního inženýrství Vysokého učení technického v Brně, kteří se v minulosti již snažili studovat a popsat tuto problematiku[17, 18].

V této bakalářské práci se budeme zabývat experimentálním studiem interakce SNOM hrotů s blízkým elektromagnetickým polem s využitím interference SPP. V první kapitole bude detailní rešeršní přehled používaných technik a teoretických znalostí s nimi souvisejících. Druhá kapitola bude stěžejní pro tuto práci a budeme se v ní zabývat výrobou vlastních hrotů pro naše měření. Dále se ve třetí kapitole budeme zaměřovat na výrobu vzorků a interferenčních nanostruktur pro buzení SPP. Čtvrtá kapitola pak bude obsahovat popis experimentální sestavy, získané výsledky a jejich vyhodnocení.

# Kapitola 1

## Nanofotonika

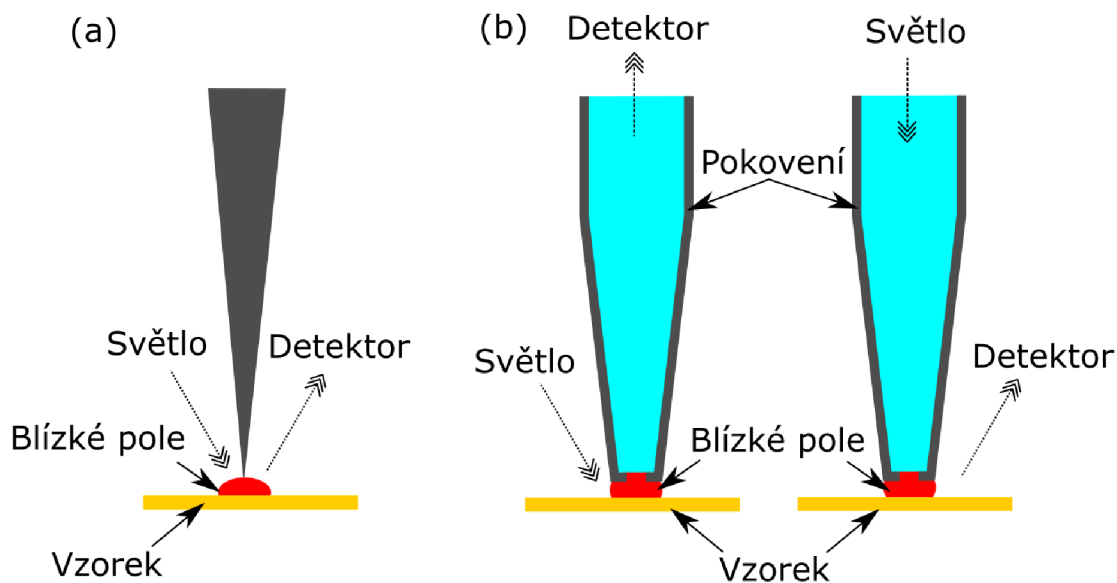
V této kapitole budou popsány základní teoretické poznatky z oblasti nanofotoniky, rastrovací optické mikroskopie v blízkém poli (SNOM) a interakce mezi SNOM hrotem a blízkým elektromagnetickým polem. V našem případě bude toto blízké pole generováno pomocí interference povrchových plazmonových polaritonů (SPP). Postupně budou rozebrány všechny tyto fyzikální pojmy a mikroskopické techniky a v závěru této teoretické části pak budou diskutovány nevyřešené otázky z oblasti interakce SNOM hrotu a blízkého pole, na které má vědecká komunita rozdílné názory. Pokusíme se také popsat, jak lze na tyto nezodpovězené otázky experimentálně nalézt odpovědi, k čemuž může napomoci i tato bakalářská práce.

### 1.1. Rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli

Rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli (SNOM, z angl. *Scanning Near-Field Optical Microscopy*) je jedna z technik rastrovací sondové mikroskopie (SPM, z angl. *Scanning Probe Microscopy*), podobně jako například mikroskopie atomárních sil (AFM, z angl. *Atomic Force Microscopy*) [19]. Na rastrovací optické mikroskopii v blízkém poli jsou založeny dvě techniky, které budou v následujících odstavcích blíže popsány.

První technikou je rozptylová rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli (s-SNOM, z angl. *scattering-type Scanning Near-Field Optical Microscopy*), která se používá pro detekci rozložení blízkého elektromagnetického pole především v infračervené oblasti spektra [20]. Využívá se při tom buď kovový hrot, nebo pokovený i nepokovený křemíkový AFM hrot, který rastruje nad povrchem vzorku v poklepovém módu [21]. Externím zdrojem světla je ozařována oblast mezi hrotem a vzorkem, přítomností hrotu dojde k zesílení a rozptýlení blízkého pole u povrchu vzorku a tento optický signál je pak snímán detekčním systémem, jak je ukázáno na obrázku 1.1(a). Při použití ostrého hrotu s malým poloměrem špičky (okolo 10 nm) je možno touto technikou dosáhnout rozlišení menší než 20 nm [22].

Druhou technikou je aperturní rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli (a-SNOM, z angl. *aperture-type Scanning Near-Field Optical Microscopy*), pomocí které je také možno zobrazit rozložení blízkého pole. Avšak základními rozdíly oproti s-SNOM technice je častější měření ve viditelné části spektra a použití odlišné SNOM sondy, kterou je pokovené optické vlákno vyleptané do ostrého hrotu a na jehož konci se nachází malá apertura s rozměry v řádu desítek nanometrů [13]. Velikost apertury se pohybuje od 50 nm do 250 nm,



Obrázek 1.1: Schematické znázornění SNOM technik. (a) s-SNOM. (b) a-SNOM ve sběrném módu (vlevo) a v osvětlujícím módu (vpravo).

což jsou rozměry menší než je vlnová délka použitého světla. Při měření menší aperturou se dosahuje většího rozlišení, které bývá standardně okolo  $\lambda/10$  (tedy asi 50 nm), na druhou stranu však bývá nižší intenzita detekovaného signálu [12]. Při použití a-SNOM techniky je měřeno v bezkontaktním módu mikroskopie atomárních sil (nc-AFM, z angl. *non-contact Atomic Force Microscopy*), kdy hrot kmitá jen v těsné blízkosti nad povrchem vzorku (typicky několik nanometrů) a nedochází ke vzájemnému kontaktu hrotu a vzorku.

Technika a-SNOM existuje ve dvou základních módech – sběrný mód a osvětlující mód. Na obrázku 1.1(b) vlevo je schematicky znázorněn sběrný mód (c-SNOM, z angl. *collection*), při kterém je vzorek osvětlen pomocí objektivu dalekým polem, které dává vzniknout blízkému poli na povrchu vzorku a toto blízké pole je pak detekováno pomocí SNOM sondy. Objektiv může být umístěn: (1) pod vzorkem (transmisní konfigurace), (2) nad vzorkem (reflexní konfigurace). Na obrázku 1.1(b) vpravo je ukázán osvětlující mód, který se od sběrného módu liší tím, že světlo je na vzorek přivedeno optickým vláknem a poté detekováno objektivem v dalekém poli.

V této bakalářské práci se budeme dále zabývat technikou c-SNOM v transmisní konfiguraci, jejíž úspěšné použití a správná interpretace naměřeného signálu silně závisí na kvalitě použitých SNOM sond [23]. Hlavním kritériem kvalitní SNOM sondy je absence jakéhokoliv morfologického artefaktu o velikosti větší než desítky nanometrů na špičce hrotu, kvůli kterému by docházelo k detekování pouze dalekého pole, jelikož by se aperturou nedalo rastrovat v těsné blízkosti nad povrchem vzorku. Dalším kritériem je pak požadovaná velikost apertury nebo kovové vrstvy, kterou je hrot pokoven. Výroba vysoce kvalitních SNOM sond je jedním z hlavních cílů této bakalářské práce a celému technologickému postupu výroby bude věnována kapitola 2.

Stejně jako všechny SPM metody i tato technika je zatížena značnou časovou náročností na vytvoření jednoho snímku (desítky minut), jelikož je nutno rastrovat malým hrotem po poměrně velké ploše vzorku. Technika SNOM tedy poskytuje korelativní informace o topografii povrchu vzorku a zároveň o rozložení intenzity blízkého elektromagnetického pole, kde ústředním pojmem teorie blízkého pole je povrchový plazmonový polariton.



## 1.2. Povrchový plazmonový polariton (SPP)

Povrchový plazmonový polariton (SPP, z angl. *Surface Plasmon Polariton*) je kvantum elektromagnetické vlny šířící se na rozhraní dielektrika a kovu [2]. Plazmony jsou kolektivní podélné oscilace plynu vodivostních elektronů v kovu [24]. Jsou-li tyto oscilace vázány na elektromagnetickou vlnu, hovoříme o plazmonových polaritonech. Tyto kolektivní oscilace volných elektronů generují blízké elektromagnetické pole, které vykazuje evanescentní charakter ve směru kolmém ke směru šíření, a to v obou přilehlých prostředích [25]. Protože reálné kovy navíc vykazují i imaginární složku dielektrické funkce, dochází k evanescentnímu poklesu amplitudy i ve směru šíření [5].

Pro naše účely budou s použitím literatury [14, 16] uvedeny některé důležité rovnice pro popis chování SPP a jejich vlastností, avšak jejich odvození nebo podrobný komentář jsou nad rozsahový rámec této bakalářské práce. Nejdříve budiž pro popis elektromagnetického pole uvedeny Maxwellovy rovnice v následujícím tvaru:

$$\nabla \cdot \mathbf{D} = \rho_v, \quad (1.1)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (1.2)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (1.3)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} = \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + \mathbf{j}_v, \quad (1.4)$$

kde elektrické pole popisují vektory  $\mathbf{E}$  a  $\mathbf{D}$  (elektrická intenzita a indukce), magnetické pole popisují vektory  $\mathbf{B}$  a  $\mathbf{H}$  (magnetická indukce a intenzita),  $\rho_v$  je objemová hustota volného náboje a  $\mathbf{j}_v$  je proudová hustota volných proudů.

Budeme-li nyní řešit problém šíření SPP vln na rozhraní dielektrika a kovu (viz obrázek 1.3), jejichž optické vlastnosti jsou popsány pomocí příslušné dielektrické konstanty  $\varepsilon_1$ , resp. dielektrické funkce kovu  $\varepsilon_2(\omega)$ , kde  $\omega$  je úhlová frekvence použitého záření, lze ukázat, že blízké elektromagnetické pole vykazuje pouze polarizaci transversálně magnetickou (TM), která tedy obsahuje pouze komponenty  $\mathbf{E} = (E_x, 0, E_z)$  a  $\mathbf{H} = (0, H_y, 0)$ . Konkrétně blízké pole nad povrchem kovu ( $z > 0$ ) budou jednotlivé složky blízkého pole popsány jako (pozn.: pro horní dielektrické prostředí použijeme index 1)

$$E_{x,1} = A \exp(-k_{z,1}z + i\beta x), \quad (1.5)$$

$$H_{y,1} = \frac{ik_{z,1}}{\omega\varepsilon_0\varepsilon_1} A \exp(-k_{z,1}z + i\beta x), \quad (1.6)$$

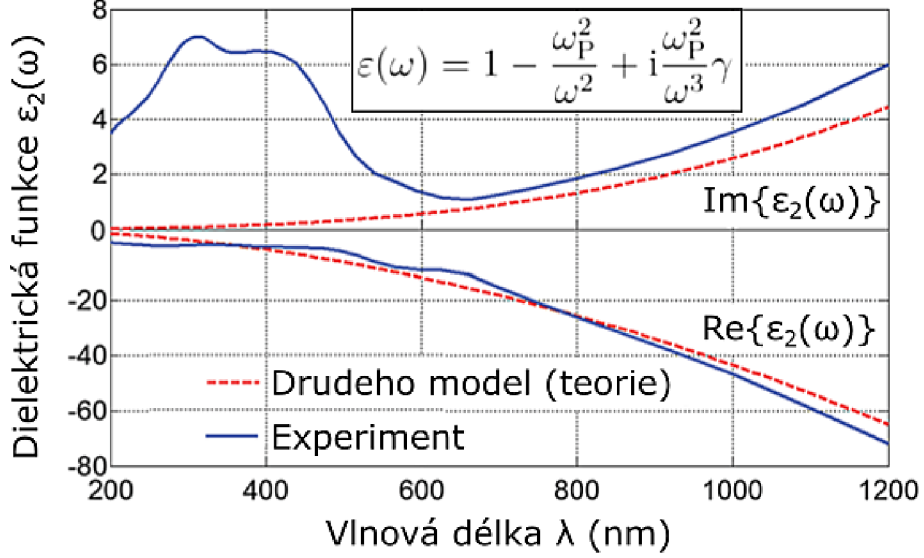
$$E_{z,1} = -\frac{\beta}{\omega\varepsilon_0\varepsilon_1} A \exp(-k_{z,1}z + i\beta x). \quad (1.7)$$

Analogicky blízké pole pod povrchem kovu ( $z < 0$ ) bude mít jednotlivé složky blízkého pole ve tvaru (pozn.: pro dolní kovové prostředí použijeme index 2)

$$E_{x,2} = A \exp(k_{z,2}z + i\beta x), \quad (1.8)$$

$$H_{y,2} = -\frac{ik_{z,2}}{\omega\varepsilon_0\varepsilon_2(\omega)} A \exp(k_{z,2}z + i\beta x), \quad (1.9)$$

$$E_{z,2} = -\frac{\beta}{\omega\varepsilon_0\varepsilon_2(\omega)} A \exp(k_{z,2}z + i\beta x), \quad (1.10)$$



Obrázek 1.2: Optické vlastnosti zlata zjištěné experimentálně (modrá čára) a vypočítané podle Drudeho modelu (červená čára), v jehož předpisu vystupuje tlumicí koeficient  $\gamma$ . Experimentální data se od Drudeho modelu výrazně liší v imaginární části dielektrické funkce pro vlnové délky menší než přibližně 550 nm. Tato odchylka je způsobena mezispasovými přechody, se kterými tento model nepočítá [5]. Pozn.: Svislá osa má v kladných hodnotách jiné škálování, aby byl lépe vidět rozdíl mezi modelem a naměřenými daty. Převzato a upraveno z [26].

kde  $A$  je obecně komplexní amplituda,  $\varepsilon_0$  je permitivita vakua<sup>1</sup>,  $k_{z,1}$  a  $k_{z,2}$  jsou vlnové vektory ve směru (resp. proti směru) osy  $z$  a  $\beta$  je tzv. propagační vektor, který vyjadřuje vlnový vektor SPP ve směru jeho šíření. Vlnové vektory a propagační vektor jsou poté propojeny relacemi

$$k_{z,1}^2 = \beta^2 - k_0^2 \varepsilon_1, \quad (1.11)$$

$$k_{z,2}^2 = \beta^2 - k_0^2 \varepsilon_2(\omega), \quad (1.12)$$

kde  $k_0 = 2\pi/\lambda_0$  je vlnový vektor použitého záření (resp.  $\lambda_0$  je vlnová délka použitého záření). Z těchto relací plyne podmínka existence SPP vlny

$$\frac{k_{z,1}}{k_{z,2}} = -\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2(\omega)}. \quad (1.13)$$

Neboť oba vlnové vektory  $k_{z,1}$  a  $k_{z,2}$  jsou reálné a kladné, a protože dielektrická konstanta prostředí nad povrchem kovu je ve viditelné oblasti elektromagnetického spektra  $\varepsilon_1$  také kladná a reálná, je jediná možnost jak splnit tuto podmínku existence SPP v TM polarizaci ta, že reálná část dielektrická funkce kovu  $\text{Re}\{\varepsilon_2(\omega)\}$  bude menší než nula. To z Drudeho modelu optických vlastností kovů nastává pouze pro frekvence vyšší než je tzv. plazmová frekvence ( $\omega > \omega_P$ ), která je charakteristická pro daný kov a je definována jako

$$\omega_P = \sqrt{\frac{n_e e^2}{\varepsilon_0 m_e}}, \quad (1.14)$$

<sup>1</sup>Hodnota  $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$ .

kde  $n_e$  je koncentrace volných nosičů náboje (tj. volných elektronů),  $e$  je elementární náboj<sup>2</sup> a  $m_e$  je hmotnost elektronu<sup>3</sup> [5]. Na obrázku 1.2 jsou vykresleny experimentálně zjištěné hodnoty dielektrické funkce zlata v závislosti na vlnové délce ve srovnání s Drudeho modelem. Z relací 1.11 a 1.12 navíc plyne vztah pro velikost propagačního vektoru

$$\beta = k_0 \sqrt{\frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2(\omega)}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2(\omega)}}, \quad (1.15)$$

kde odmocnina se nazývá efektivní index lomu prostředí dielektrika a kovu. Je nutné si uvědomit, že pro SPP vlny je dielektrická funkce kovu  $\varepsilon_2(\omega)$  záporná a zároveň vystupuje ve vztahu 1.15 pod odmocninou, a proto propagační vektor obsahuje reálnou i imaginární část. Vezmeme-li nyní pouze reálnou část propagačního vektoru SPP vlny, lze již jednoduše určit vlnovou délku SPP. Tato vlnová délka bude důležitým parametrem při interpretaci interferenčního obrazce SPP vln a dá se vyjádřit jako

$$\lambda_{\text{SPP}} = \frac{2\pi}{\text{Re}\{\beta\}}. \quad (1.16)$$

Na druhou stranu pro správný výběr opticky aktivního materiálu je důležitá velikost imaginární části propagačního vektoru, která přímo souvisí s tzv. propagační délkou  $L_{\text{SPP}}$ . Propagační délka je definovaná jako vzdálenost, za kterou energie SPP vlny klesne na  $1/e$  násobek své původní hodnoty. Matematicky lze tedy propagační délku napsat jako

$$L_{\text{SPP}} = \frac{1}{2\text{Im}\{\beta\}}. \quad (1.17)$$

Pro většinu materiálů používaných v plazmonice (Au, Ag, Al, ...) je tato propagační délka v optické oblasti v rozmezí 10  $\mu\text{m}$  až 20  $\mu\text{m}$ , což je důležitá informace, která musí být zohledněna při návrhu a určení velikosti SPP interferenčních struktur [27, 28].

Protože SPP vlna vykazuje TM polarizaci a obsahuje tedy pouze komponenty popsané rovnicemi 1.5 až 1.10, lze rozložit vektor elektrické intenzity blízkého elektromagnetického pole v prostředí nad povrchem kovu do superpozice dvou kolmých složek [5]

$$\mathbf{E}(\mathbf{r}) = \mathbf{E}(\mathbf{r})_{\perp} + \mathbf{E}(\mathbf{r})_{\parallel}, \quad (1.18)$$

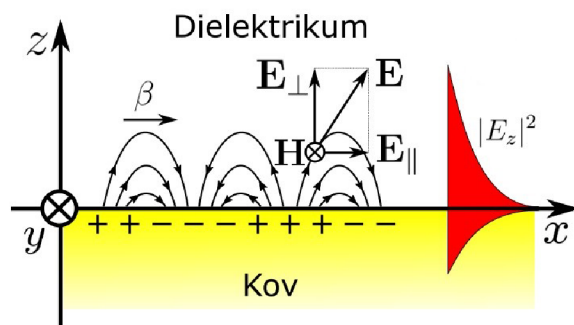
kde  $\mathbf{E}(\mathbf{r})_{\perp}$  je kolmá složka (z angl. *out-of-plane*) a  $\mathbf{E}(\mathbf{r})_{\parallel}$  je rovnoběžná složka (z angl. *in-plane*) vektoru elektrické intenzity vzhledem k rozhraní dielektrika a kovu a kde  $\mathbf{r}$  je polohový vektor. Díky ortogonalitě těchto vektorů bude v pozdějších částech této práce možno popsat interferenci SPP vln v jednotlivých složkách a vysvětlit tak vznik interferenčních obrazců. Na obrázku 1.3 je schematicky znázorněna propagace SPP podél osy  $x$  na rozhraní dielektrika a kovu. Červeně je naznačen evanescentní charakter této vlny kolektivních kmitů volných elektronů ve směru osy  $z$ , ke kterému dochází v obou prostředích.

Jak již bylo zmíněno, v plazmonice je velice důležitý efekt tzv. evanescentního<sup>4</sup> útlumu. K tomuto útlumu dochází, pokud alespoň jedna komponenta vlnového vektoru  $\mathbf{k}$ , který popisuje šíření vlny, je imaginární. Ve směru imaginární komponenty tohoto vektoru tak

<sup>2</sup>Hodnota  $e = 1,602 \cdot 10^{-19}$  C.

<sup>3</sup>Hodnota  $m_e = 9,109 \cdot 10^{-31}$  kg.

<sup>4</sup>Z latinského *evanescere*, což znamená *vytratit se, zmizet*.



Obrázek 1.3: Povrchový plazmonový polariton (SPP), který se šíří na rozhraní dielektrika a kovu. Jeho elektrickou intenzitu lze rozložit do složky rovnoběžné s rozhraním  $\mathbf{E}_{\parallel}$  šířící se podél osy  $x$  a složku kolmou k rozhraní  $\mathbf{E}_{\perp}$  šířící se podél osy  $z$ . Převzato z [16].

nedochází k šíření této vlny, ale spíše k jejímu útlumu, který má exponenciální charakter. Vlny evanescentního charakteru se nikdy nevyskytují v homogenním prostředí, ale jsou nevyhnutelně spojeny s interakcí světla s poruchou prostředí, kde nejjednodušším případem takové poruchy je právě rozhraní dvou prostředí [5].

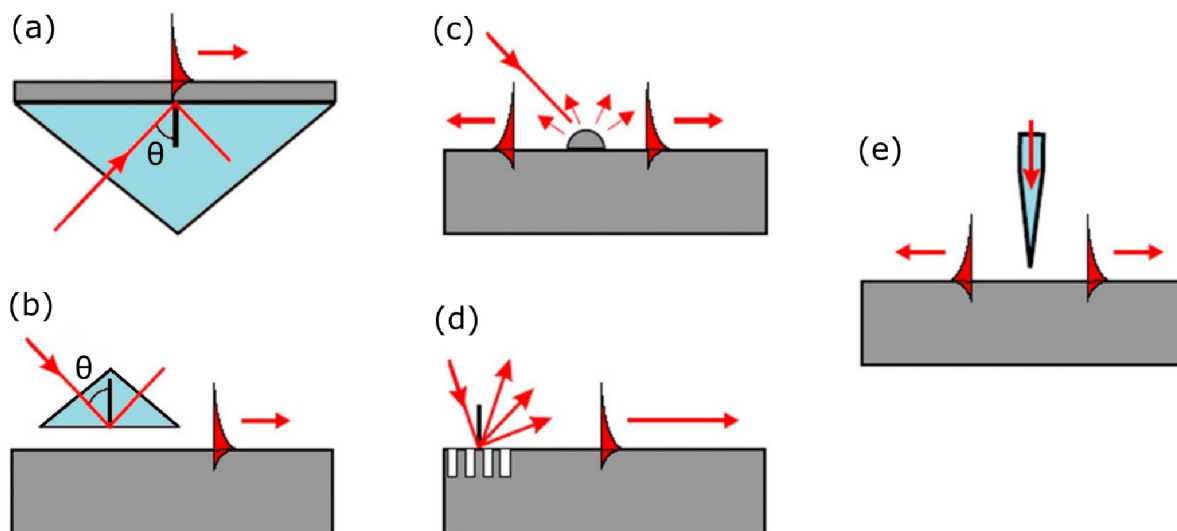
### 1.3. Vybuzení a interference SPP vln

Pro provedení experimentů je důležité vybuzení povrchových plazmonových polaritonů na povrchu vzorku, tedy na rozhraní kovu a dielektrika (vzduch). Tohoto však nelze dosáhnout přímým osvitěm světelným paprskem, jelikož propagační vektor  $\beta$  je větší než velikost vlnového vektoru  $\mathbf{k}$ , který přísluší světlu dopadající na rozhraní ze strany dielektrika [14]. K vybuzení SPP je potřeba, aby si tyto dva vektory byly rovny, a byl tak splněn zákon zachování kvazimomentu [5]. Proto se používají tři základní techniky, které jsou schematicky znázorněny v jednotlivých sloupcích na obrázku 1.4.

Metoda porušeného totálního odrazu je ukázána na obrázku 1.4(a) v Kretschmannově konfiguraci [29] a na 1.4(b) v Ottově konfiguraci [30]. V obou případech dochází k dopadu záření ze skla na rozhraní pod úhlem  $\theta$ , který je větší než kritický úhel pro totální odraz. Na (a) dochází k vybuzení SPP na rozhraní tenké vrstvy kovu a vzduchu, tedy na opačné straně než dopadá světelný svazek ze skleněného hranolu. Na (b) je hranol umístěn v těsné blízkosti nad kovovým povrchem a k vybuzení SPP opět dochází na rozhraní kovu a vzduchu. Při této metodě se může až 90 % energie navázat do SPP vlny.

Jako druhá technika pro buzení SPP se používá rozptyl na kovových nanostrukturách, který je ukázán na obrázku 1.4(c), kdy dojde k rozptylu světla do různých směrů a toto rozptýlené světlo pak může splňovat podmínky pro vznik SPP. Tento rozptyl také může být proveden na úzkých drážkách vytvořených na povrchu kovu, což je ukázáno na obrázku 1.4(d). Při rozptylu na jedné kovové drážce se přibližně jen 10 % energie transformuje do energie SPP, avšak i přesto je tato metoda nejpoužívanější pro studium interference SPP vln, jelikož se takové drážky dají precizně vyrobit pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB, z angl. *Focused Ion Beam*).

Třetí technikou je pak buzení SPP pomocí SNOM sondy, což je ukázáno na obrázku 1.4(e). Tato technika dovoluje lokální buzení SPP a může tak sloužit jako bodový zdroj pro SPP [31]. Jedná se v podstatě o aperturní SNOM konfiguraci v osvětlovacím



Obrázek 1.4: Schematické znázornění konfigurací pro vybuzení SPP. (a) Kretschmannova konfigurace. (b) Ottova konfigurace. (c) Rozptyl na nanostrukturách. (d) Rozptyl na drážkách. (e) Vybuzení pomocí SNOM sondy. Převzato a upraveno z [25].

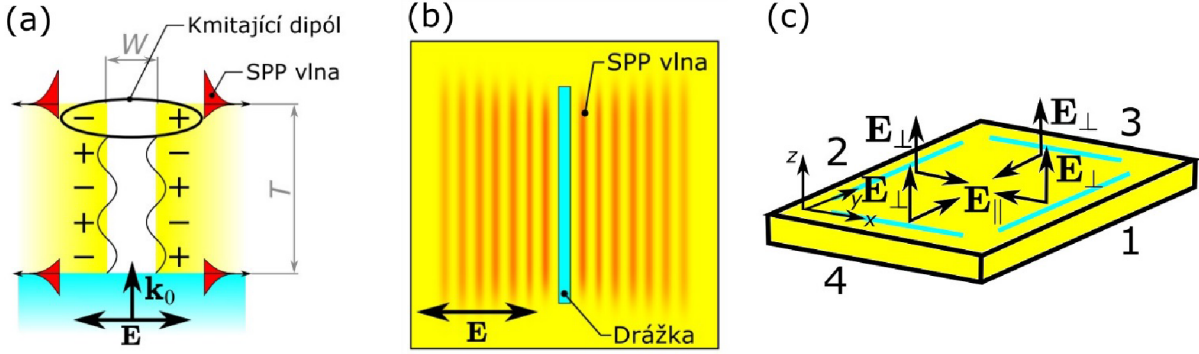
módu, kdy při dostatečné blízkosti hrotu a vzorku vznikne blízké elektromagnetické pole v okolí apertury a dojde k vybuzení SPP na povrchu kovu.

V naší práci jsme se soustředili na rozptyl na kovových nanostrukturách, tedy na úzkých drážkách získaných metodou odprašování fokusovaným iontovým svazkem (FIB). Příčný řez takovou drážkou je ukázán na obrázku 1.5(a). Na drážku dopadá elektromagnetická vlna zdola skrz transparentní substrát, přičemž tloušťka zlaté vrstvy  $T$  se volí typicky okolo 200 nm, aby nedocházelo k průniku záření skrz tuto vrstvu mimo vytvořené drážky. Polarizace dopadající vlny je orientovaná v rovině obrázku a zároveň kolmo na drážku. Dopadem na hranu této drážky dojde ke splnění podmínek pro vznik SPP, které se začnou šířit jak po rozhraní substrát-kov, tak po rozhraní kov-vzduch uvnitř drážky. Šířka drážky  $W$  je velice malá (méně než 100 nm), a proto se budou SPP na opačných stěnách drážky ovlivňovat, tedy kmitat s opačnou fází v dané výšce apertury. Vytvoří se tak kmitající dipól, který kmitá s frekvencí, která se rovná frekvenci dopadajícího záření. Tento dipól pak slouží jako zdroj SPP vln, které se šíří na povrchu kovu (tj. rozhraní kov-vzduch) na obě strany drážky, jak je ukázáno na obrázku 1.5(b). Složky vektoru elektrické intenzity kolmé k povrchu vzorku  $\mathbf{E}_\perp$  budou mít stejnou fázi, avšak složky rovnoběžné s rozhraním  $\mathbf{E}_\parallel$  šířící se po povrchu vzorku vpravo budou mít opačnou fázi než  $\mathbf{E}_\parallel$  šířící se od drážky vlevo. Tento poznatek je fyzikálně velice důležitý pro interpretaci obrazců vzniklých při interferenci na dvou a více drážkách.

Při vytvoření dvou nebo více drážek dojde k interferenci SPP vln šířících se po povrchu kovu, kdy spolu interferují vždy jen neortogonální složky blízkého elektromagnetického pole, tedy vždy jen zvlášť složky  $\mathbf{E}_\perp$  nebo zvlášť složky  $\mathbf{E}_\parallel$ .

V těsné blízkosti nad povrchem kovu ( $z > 0$ ) jsou jednotlivé složky elektrické intenzity každé vlny úměrné

$$\mathbf{E} \propto \mathbf{E}_0 \exp(i\beta_x x + i\beta_y y - k_1 z - i\omega t), \quad (1.19)$$



Obrázek 1.5: Buzení SPP vln na drážce. (a) Propagace SPP skrz drážku v tenké vrstvě kovu (b) Šíření SPP vln po povrchu vzorku na obě strany od drážky. (c) Buzení SPP vln na čtveřici drážek uspořádaných do čtverce. Převzato z [16].

kde  $\mathbf{E}_0$  je reálná amplituda,  $\boldsymbol{\beta} = (\beta_x, \beta_y, 0)$  je propagační vektor SPP s velikostí danou vztahem 1.15 a  $k_1$  je dán vztahem 1.11. Při měření metodou SNOM však detekujeme intenzitu blízkého pole, která se dá vyjádřit jako

$$I \propto |\mathbf{E}|^2 = \mathbf{E} \cdot \mathbf{E}^* = E_x E_x^* + E_y E_y^* + E_z E_z^*. \quad (1.20)$$

Metodou SNOM měříme časově středovanou hodnotu této intenzity. Proto využíváme právě interferenci SPP vln, kdy dojde ke vzniku stojatého vlnění, které již lze detekovat. Počáteční fázi SPP vln buzených na drážkách není třeba zvažovat, jelikož interferenční obrazec je dán pouze fázovým rozdílem v daném bodě. Na tomto místě je pro lepší představení dobré poznamenat, že šíření i interference SPP vln probíhá podobně jako šíření a interference vln na vodní hladině [32].

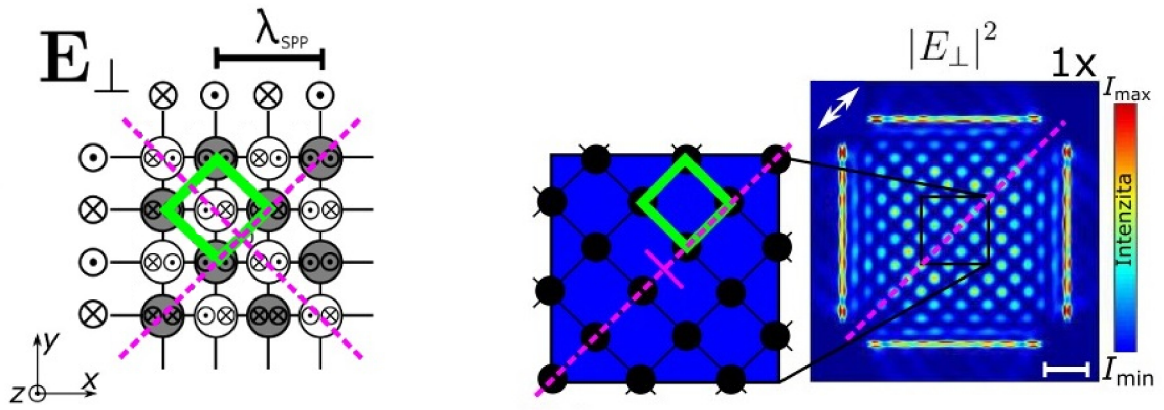
Nyní se budeme zabývat interferencí SPP vln na čtveřici drážek, které jsou rozmístěny do čtverce s délkou hrany o mnoho delší než je vlnová délka SPP vlny, což bude důležité pro experimentální část této studie. Schematické znázornění tohoto systému drážek je na obrázku 1.5(c). Při tvorbě výsledného vektoru  $\mathbf{E}_\perp$  se skládají všechny čtyři  $\mathbf{E}_\perp$  složky od jednotlivých drážek. Avšak při tvorbě výsledného vektoru  $\mathbf{E}_\parallel$  se skládají pouze  $\mathbf{E}_\parallel$  z protilehlých rovnoběžných drážek, tedy vždy pouze od drážek 1 a 2, nebo od drážek 3 a 4, přičemž výsledkem jsou pak dva nezávislé interferenční obrazce, které se navzájem překrývají. Vektor polarizace je orientovaný podél hlavní diagonály čtvercové struktury, díky čemuž dochází k získání maximální intenzity interference SPP vln [16].

Na obrázku 1.6(a) je kvalitativní rozbor interference  $\mathbf{E}_\perp$  složek. Je zde vidět, že  $\mathbf{E}_\perp$  složky vytváří interferenční obrazec vzniklý z kosočtverců<sup>5</sup> o délce úhlopříčky, která se rovná vlnové délce SPP vlny  $\lambda_{\text{SPP}}$ . Na obrázku 1.6(b) je pak ukázána FDTD numerická simulace interferenčního obrazce vzniklého pouze z  $\mathbf{E}_\perp$  složek. Bílá šipka zde ukazuje směr polarizace podél hlavní diagonály, která je znázorněna přerušovanou fialovou čarou.

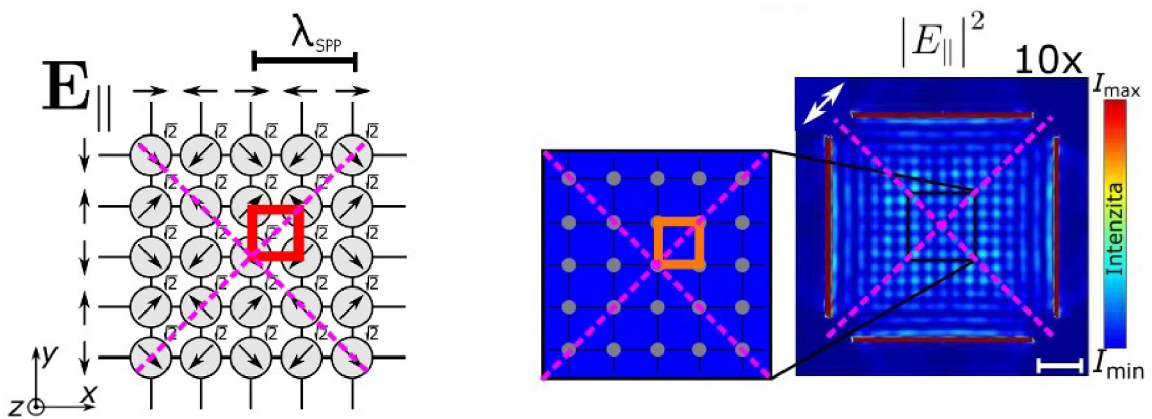
Na obrázku 1.7(a) je podobný kvalitativní rozbor avšak nyní interference  $\mathbf{E}_\parallel$  složek. V tomto případě  $\mathbf{E}_\parallel$  složky vytváří interferenční obrazec vzniklý ze čtverců s délkou strany rovnající se půl vlnové délce SPP vlny  $\lambda_{\text{SPP}}/2$ . Na obrázku 1.7(b) je pak ukázána FDTD numerická simulace interferenčního obrazce vzniklého pouze z  $\mathbf{E}_\parallel$  složek, kde bílá šipka opět ukazuje směr polarizace podél hlavní diagonály.

Z těchto FDTD simulací dále vyplývá, že interferenční obrazec vzniklý z  $\mathbf{E}_\perp$  složek má asi  $15\times$  vyšší intenzitu než interferenční obrazec vzniklý z  $\mathbf{E}_\parallel$  složek, proto je pro

<sup>5</sup>Jinými slovy se jedná o čtverce pootočené o  $45^\circ$  s délkou strany  $\lambda_{\text{SPP}}/\sqrt{2}$ .



Obrázek 1.6: Interference  $\mathbf{E}_\perp$  složek při buzení SPP na čtvercové struktuře. Na (a) je model této interference a na (b) je FDTD numerická simulace. Převzato a upraveno z [16].



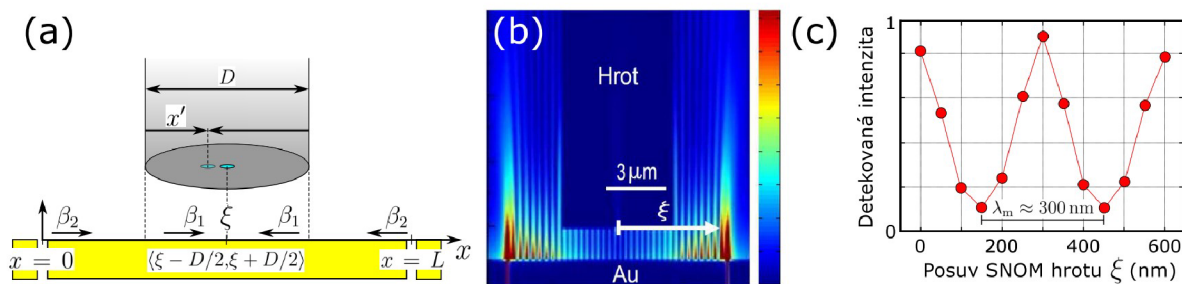
Obrázek 1.7: Interference  $\mathbf{E}_\parallel$  složek při buzení SPP na čtvercové struktuře. Na (a) je model této interference a na (b) je FDTD numerická simulace. Převzato z [16].

lepší viditelnost intenzita na obrázku 1.7(b) 10 $\times$  vynásobena oproti své původní hodnotě. Z detailů těchto simulací pak plyne velice důležitý poznatek, že v centrálním středu čtvercové interferenční struktury se nachází minimum intenzity  $\mathbf{E}_\perp$  složek, kdežto na tom samém místě se nachází naopak maximum intenzity  $\mathbf{E}_\parallel$  složek [18]. Tato zcela zásadní informace umožňuje určit citlivost SNOM sondy na jednotlivé složky  $\mathbf{E}_\perp$  a  $\mathbf{E}_\parallel$  blízkého elektromagnetického pole, což je také nosným tématem této bakalářské práce.

## 1.4. Interakce SNOM hrotu a blízkého pole

Interference SPP a samotné blízké pole mohou být velmi silně ovlivněny a modifikovány přítomností pokovené SNOM sondy, a proto pro správnou interpretaci naměřených dat je stěžejní dobře porozumět samotné interakci SNOM sondy a blízkého pole [23].

Nejdříve se zaměříme na ovlivnění detekovaného blízkého pole přítomností SNOM sondy. K tomu využijeme zjednodušený model SNOM sondy, která bude reprezentována pokoveným optickým vláknem válcového tvaru o průměru  $D$ , které má v dolní podstavě aperturu, jak je ukázáno na obrázku 1.8(a). Budící drážky (zdroje SPP vln) se nachází na pozicích  $x = 0$  a  $x = L$ , aktuální pozici středu hrotu představuje proměnná  $\xi$  a okraje hrotu budou tedy na pozicích  $x = \xi - D/2$  a  $x = \xi + D/2$ . Okrajové body tohoto intervalu



Obrázek 1.8: Ovlivnění blízkého pole přítomností SNOM hrotu. (a) Schematické znázornění interakce SNOM hrotu a blízkého pole, definování použitých veličin. (b) FDTD numerická simulace této interakce, kdy přítomností hrotu dojde ke zkrácení periody modulace SPP interference. (c) Graf závislosti detekované intenzity prošlé hrotem na poloze hrotu  $\xi$ , kdy hrotem bylo posouváno s krokem 50 nm. Převzato z [16]

se dají považovat za zdroje vln šířící se pod hrotem, které mají vlnové číslo  $\beta_1$ . Počáteční fáze těchto vln bude však svázána okrajovými podmínkami s fází vln, které přicházejí z oblasti mezi okrajem SNOM sondy a drážkami. Tyto SPP vlny jsou pak charakterizovány vlnovým číslem  $\beta_2$ . Dále  $x'$  určuje polohu apertury na dolní podstavě válcové sondy, která může nabývat hodnot z intervalu  $\langle 0, D \rangle$ .

Při posunutí hrotu o vzdálenost  $\Delta\xi$  bude intenzita detekovaná SNOM sondou mezi polohami  $\xi$  a  $\xi' = \xi + \Delta\xi$  zcela určena fázovým rozdílem detekované vlny  $\Delta\varphi = \varphi' - \varphi$ , který lze vyjádřit jako [33]

$$\Delta\varphi = 2\beta_2\Delta\xi. \quad (1.21)$$

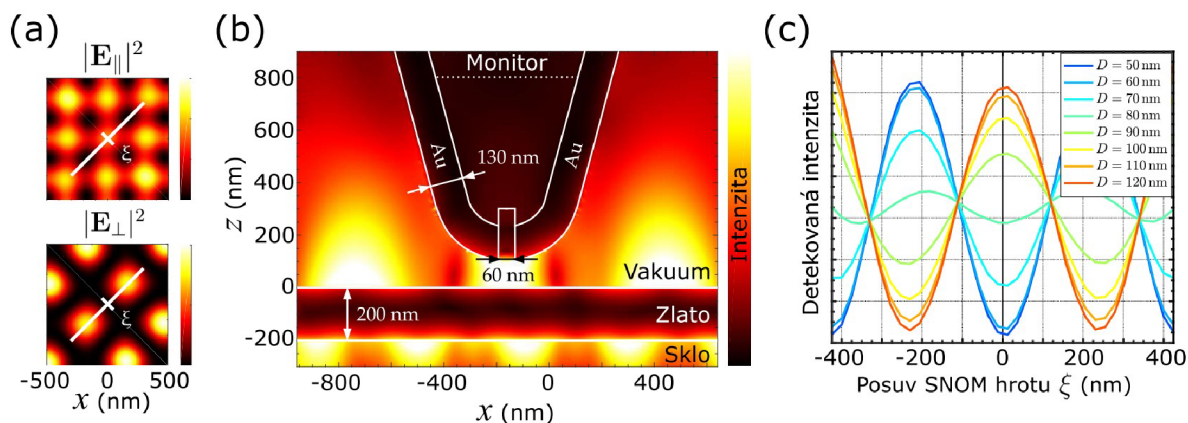
Vystupuje zde však pouze vlnové číslo vlny vně intervalu  $\langle \xi - D/2, \xi + D/2 \rangle$ . Z rovnice 1.21 tedy vyplývá, že i když přítomností hrotu dojde ke změně periody stojaté vlny u tohoto hrotu, detekovaná perioda interferenčního obrazce se nezmění, jelikož se detekuje perioda blízkého pole mimo tento hrot. Jinými slovy je ovlivnění blízkého pole při rastrování hrotem po vzorku vždy stejné, protože tvar samotného hrotu zůstává neměnný, čímž nedochází ani ke změně okrajových podmínek. Je však důležité podotknout, že tento výsledek je platný pouze při měření v oblasti mezi drážkami, tedy když hrot nepřekrývá budící drážky. Z tohoto důvodu se při měření rozložení blízkého pole v těsné blízkosti budících drážek nevyvozují žádné fyzikální závěry a zkoumaná oblast se proto omezí jen na oblast dále od těchto drážek.

Na obrázku 1.8(b) je ukázána FDTD numerická simulace rozložení blízkého pole, které je generováno interferencí SPP vln vybuzených na dvou rovnoběžných drážkách, v přítomnosti SNOM sondy s válcovým tvarem. Z této simulace vychází, že pod hrotem dojde ke zkrácení periody modulace SPP interference. Hrotem bylo posouváno podél povrchu vzorku s krokem  $\Delta\xi = 50 \text{ nm}$  a v každém bodě byla vyčíslena hodnota toku<sup>6</sup> energie skrz horní podstavu válce. Tyto hodnoty byly vyneseny do grafu na obrázku 1.8(c). Z grafu jde vidět, že perioda modulace detekované intenzity je  $\lambda \approx 300 \text{ nm}$ . Tato hodnota velmi dobře odpovídá teoretické hodnotě  $\lambda = 303 \text{ nm}$ , kterou vykazují vlny šířící se v prostředí, které není ovlivněno přítomností hrotu [33].

Z výše uvedeného je tedy patrné, že samotná přítomnost hrotu nebude mít vliv na tvar získaných interferenčních obrazců SPP vln. Při měření rozložení blízkého pole jsme

<sup>6</sup>Elektromagnetický tok vláknem odpovídá časově středované hodnotě Poyntingova vektoru  $\langle S \rangle$  a platí  $I \equiv \langle S \rangle = \frac{1}{2} \text{Re}\{\mathbf{E} \times \mathbf{H}^*\}$ , kde  $I$  je již zmiňovaná intenzita detekovaná při měření SNOM hrotem.





Obrázek 1.9: (a) FDTD simulace rozložení intenzity jednotlivých komponent v okolí centra. (b) Geometrie studovaného problému, kde je také vidět změna rozložení blízkého pole pod SNOM sondou. (c) Graf citlivosti SNOM sondy na jednotlivé složky blízkého pole v závislosti na průměru apertury. Posun hrotu zde probíhá podél hlavní diagonály.

však plně odkázání na SNOM sondu, jejíž vlastnosti mohou určovat míru detekce jednotlivých komponent elektrické intenzity, a tím i získání odlišných interferenčních obrazců. Pokud je sonda více citlivá na detekování  $E_{\perp}$  složky, dostaneme výsledný obrazec ve tvaru kosočtverců s délkou úhlopříčky rovnající se vlnové délce SPP vln, jak bylo ukázáno na obrázku 1.6. Naopak, pokud je sonda více citlivá na detekování  $E_{\parallel}$  složky elektrické intenzity, dostaneme výsledný obrazec ve tvaru čtverců s délkou hrany, která se rovná polovině vlnové délky SPP vln, jak bylo ukázáno na obrázku 1.7. Tato citlivost se určí zkoumáním vzniklého interferenčního obrazce, kdy v centru  $\xi = 0$  bude detekováno minimum intenzity, což odpovídá vyšší citlivosti na  $E_{\perp}$  složku, nebo naopak maximum intenzity, což odpovídá vyšší citlivosti na  $E_{\parallel}$  složku elektrické intenzity, jak je ukázáno na obrázku 1.9(a).

Pro zjištění citlivosti SNOM sondy byla provedena FDTD numerická simulace, ve které vystupuje hrot namodelovaný dle reálných parametrů a blízké pole vzniklé interferencí SPP vln. V tomto modelu byly použity stejné parametry jako v pozdější experimentální studii této práce: osvětlení pomocí He-Ne laseru ( $\lambda_0 = 632,8$  nm), zlatá vrstva s tloušťkou 200 nm a pokovené optické vlákno s tloušťkou zlaté vrstvy 130 nm, jak je ukázáno na obrázku 1.9(b). Při této simulaci bylo hrotem posouváno podél hlavní diagonály s krokem  $\delta\xi = 10$  nm a po změření citlivosti SNOM sondy s danou aperturou byl postupně měněn průměr této kruhové apertury, a to od 50 nm do 120 nm s krokem 10 nm.

Výsledky těchto simulací jsou uvedeny v grafu na obrázku 1.9(c), kde je vykreslena hodnota intenzity detekovaná SNOM sondou v závislosti na posunu hrotu pro apertury s různým průměrem. Z grafu vychází překvapivá skutečnost, že při rastrování „malou“ aperturou dochází v centru  $\xi = 0$  ke vzniku minima, hrot je tak více citlivý na  $E_{\perp}$  složku elektrické intenzity, a je proto detekován interferenční obrazec ve tvaru kosočtverců. Naopak při použití „velké“ apertury dojde v tomto místě k detekci maxima, hrot je tak více citlivý na  $E_{\parallel}$  složku a je detekován interferenční obrazec ve tvaru čtverců.

Ukazuje se tedy, že citlivost dané SNOM sondy na jednotlivé složky elektrické intenzity blízkého pole je dána velikostí apertury. Tento výsledek se dá vysvětlit tak, že pro „malé“ apertury dochází k navázání blízkého pole na povrch sondy a následné penetraci skrz její pokovení, jak bylo pozorováno například v [15], kde toto chování vysvětlovali pomocí

Kretschmannova jevu. Naopak pro „velké“ apertury dochází k detekci signálu skrz tuto aperturu, což odpovídá citlivosti na  $\mathbf{E}_{\parallel}$  složku. Je však dobré poznamenat, že výsledek je dán kombinací těchto dvou signálů. Z grafu dále vyplývá, že pro tuto konkrétní SNOM sondu jsou pojmem „malá“ definovány apertury o průměru pod 80 nm a pojmem „velká“ apertury o průměru větším než je tato kritická hodnota  $D_{kr} \approx 80$  nm, při které dojde ke změně citlivosti SNOM sondy.

Tato citlivost na jednotlivé složky blízkého pole však silně závisí i dalších parametrech SNOM sond: (1) tloušťce a materiálu pokovení, (2) geometrii a různých asymetriích daného hrotu a (3) samotném optickém vlákne, které je pro tyto účely použito. Z toho tedy vyplývá, že precizní výroba SNOM sond, při které je možno získat hroty s velice podobnými parametry, je zcela klíčová pro získávání konzistentních výsledků měření metodou SNOM. Z tohoto důvodu se v experimentální části této studie budeme zabývat závislostí citlivosti SNOM sond na jednotlivé složky  $\mathbf{E}_{\perp}$  a  $\mathbf{E}_{\parallel}$  na velikosti apertury, a to na jednom hrotu. Toho bude docíleno postupným zvětšováním apertury daného hrotu, kdy nejdříve bude vyrobena „malá“ apertura, se kterou se bude měřit rozložení blízkého pole. Poté bude tato apertura dostatečně zvětšena a opět bude provedeno měření. Tímto postupem se zamezí možnosti detekce odlišného interferenčního obrazce z důvodu jiných parametrů hrotu (tloušťka pokovení, geometrie). Postupné zvětšování apertury a technické možnosti tohoto kroku budou diskutovány v podkapitole 4.4 (str. 45).

# Kapitola 2

## Výroba SNOM hrotů

V této kapitole budou podrobně popsány jednotlivé kroky při výrobě SNOM sond a budou diskutovány problémy objevené během technologického postupu. SNOM hroty byly vyráběny v čistých laboratořích třídy 100 000 na Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně (ÚFI FSI VUT). Pro některé kroky výrobního postupu bylo použito zařízení *dual beam* Tescan LYRA, které se nachází v čistých laboratořích třídy 100 000 ve Středoevropském technologickém institutu CEITEC VUT v Brně.

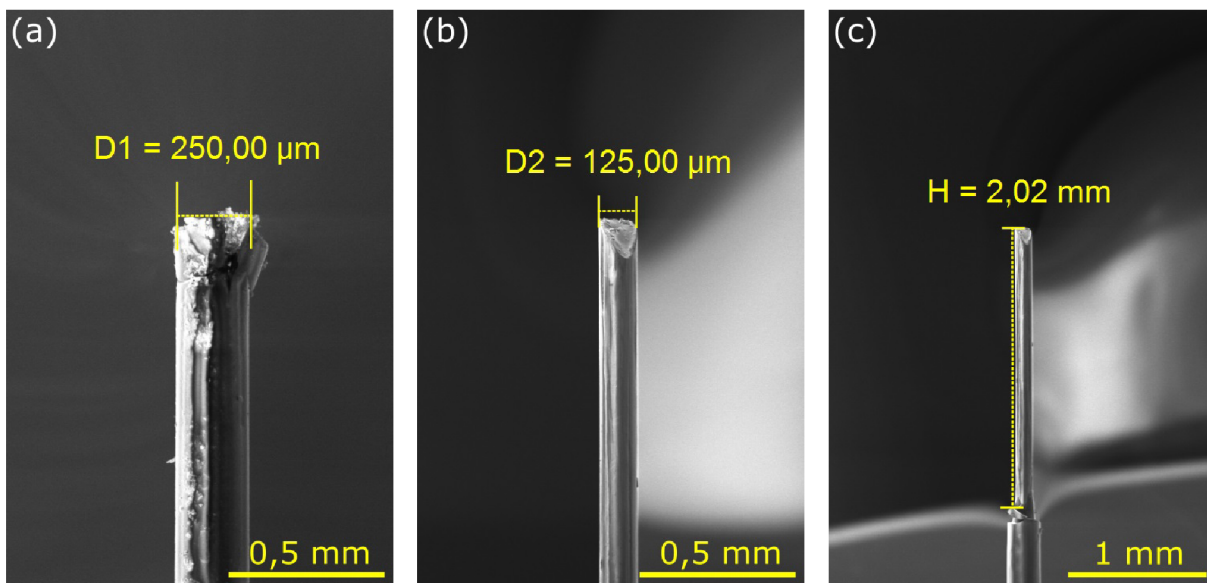
Technologický proces je složen z celkem čtyř základních výrobních kroků: (1) chemické mokré leptání, (2) suché leptání pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB), (3) pokovení pomocí iontového naprašování (IBS) a (4) finální výroba apertury opět pomocí FIB. Jak bylo teoreticky popsáno v podkapitole 1.4 (str. 13), jedním z hlavních budoucích využití výsledků této práce je experimentální určení citlivosti SNOM sondy na jednotlivé komponenty SPP interferenčního obrazce v závislosti na velikosti apertury. Z tohoto důvodu je nutné provést čtvrtý krok tohoto výrobního postupu několikrát na jedné SNOM sondě, kdy při první iteraci<sup>1</sup> je pomocí FIB vyleptána apertura s průměrem typicky okolo 60 nm a po experimentálním určení citlivosti dané SNOM sondy je tato apertura zvětšena na průměr okolo 130 nm. Tímto způsobem by mělo být možné experimentálně určit citlivost dané SNOM sondy na jednotlivé komponenty blízkého pole, avšak technická náročnost provedení tohoto kroku bude popsána v podkapitole 4.4 (str. 45).

### 2.1. Chemické leptání

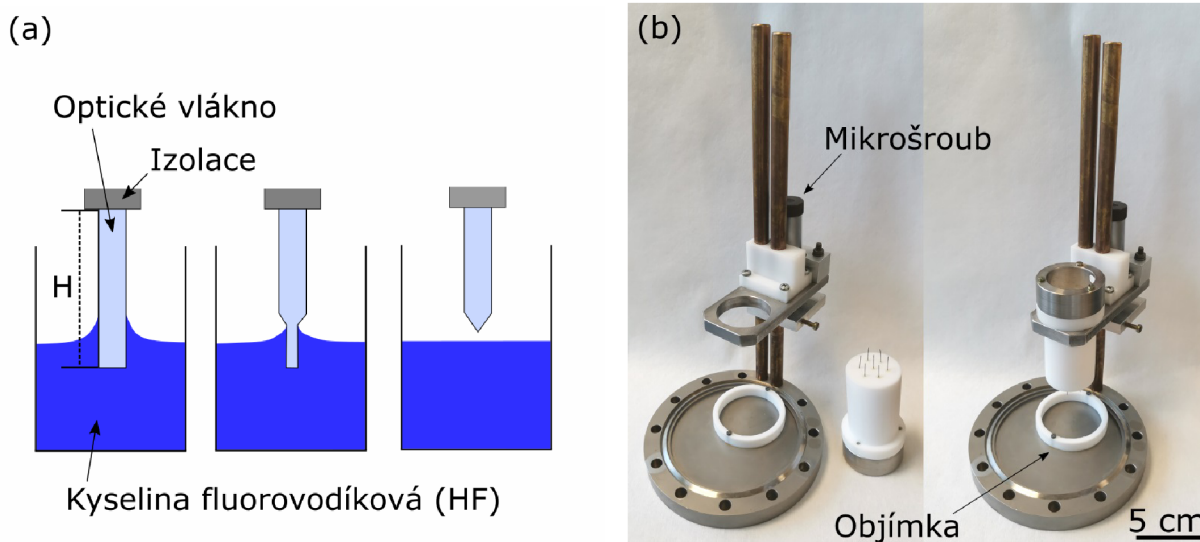
Prvním krokem technologického postupu je chemické mokré leptání optického vlákna, kde bylo ve všech případech použito jednovidové optické vlákno 630HP od firmy ThorLabs [34]. Toto vlákno má průměr jádra 125  $\mu\text{m}$  a je optimalizováno na vlnovou délku He-Ne laseru ( $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ ), který byl použit v následných SNOM měřeních. Před samotným leptáním je však nutné vlákno odizolovat, tedy mechanicky jej zbavit ochranného polymerního obalu, který má vnější průměr 250  $\mu\text{m}$ , jak je ukázáno na obrázku 2.1(a) a 2.1(b). Ideální délka odizolované části vlákna by měla být z hlediska rezonanční odezvy při SNOM měření pod 1 mm. Avšak problém nastává při leptání více vláken najednou, kdy je velice obtížné nastavit všechny hroty tak, aby po ponoření do leptací kapaliny měly všechny hroty pod hladinou pouze odizolovanou část. V takovém případě dochází ke zvýšení ča-

---

<sup>1</sup>Z latinského *iteretur*, což znamená *opakovat*.



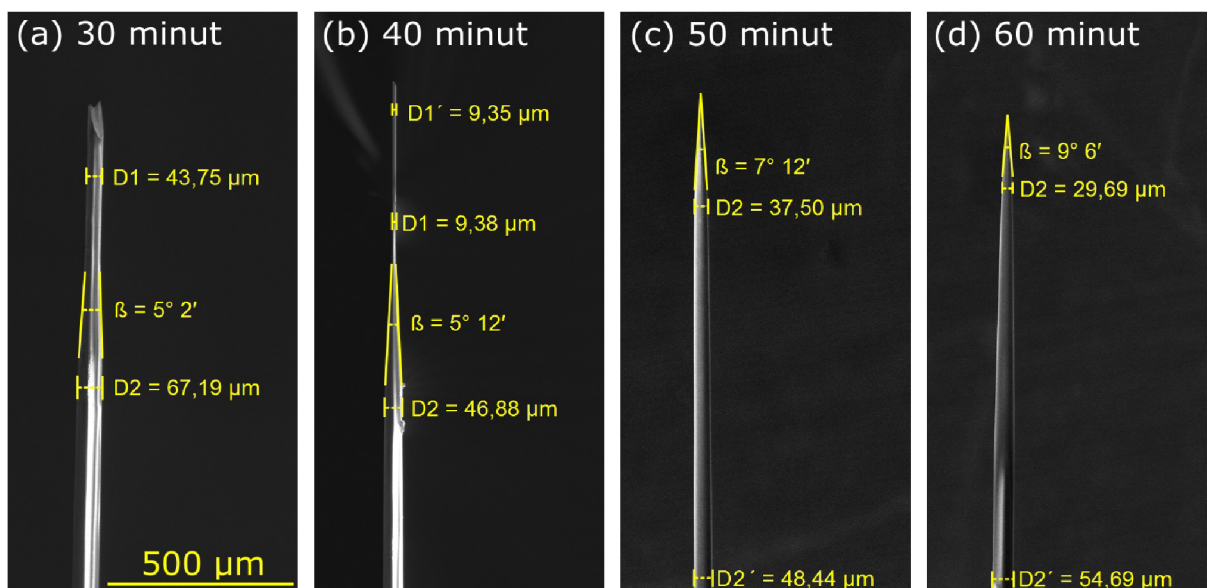
Obrázek 2.1: Optické vlákno (a) s izolací a (b) po odstranění polymerního obalu, kdy zůstalo jádro o průměru 125  $\mu\text{m}$ . (c) Délka odizolované části vlákna byla přibližně 2 mm.



Obrázek 2.2: (a) Schéma modifikované Turnerovy metody, kdy smáčivostí kyseliny dojde k vytvoření menisku a zúžení vlákna. (b) Zařízení na leptání hrotů.

sové náročnosti tohoto kroku. Druhou možností je odizolovat delší část vlákna, řádově i desítky milimetrů. V tomto případě je sice snadné leptání více hrotů najednou, dochází však k problémům v každém dalším kroku výrobního postupu, kdy se jedná převážně o vyšší náchylnost na poškození nebo odlomení hrotu z důvodu chybějící ochranné vrstvy, která zajišťuje i lepší flexibilitu vlákna. Vzhledem k výše popsanému se ukázala jako nejvhodnější délka odizolované části optického vlákna přibližně 2 mm, což je ukázáno na obrázku 2.1(c).

K chemickému leptání se využívá Turnerova metoda [35], která je schematicky znázorněna na obrázku 2.2(a). Výroba špičky SNOM sondy na konci optického vlákna probíhá samovolně při ponoření odizolované části vlákna do 48% kyseliny fluorovodíkové (HF). Díky smáčivosti kapaliny dojde v místě kontaktu odizolovaného konce vlákna a povrchu

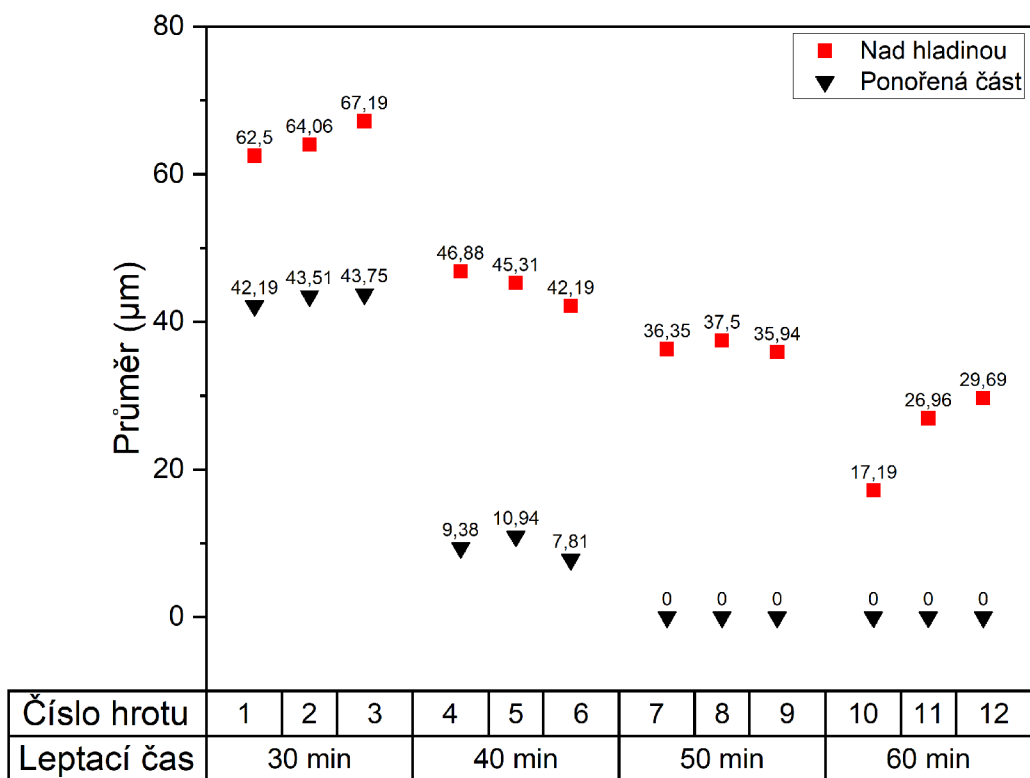


Obrázek 2.3: Čtyři vlákna reprezentující různé dlouhé doby leptání ve 48% HF. Úhlem  $\beta$  je vymezena část, na které bylo zřetelně vidět postupné snižování hladiny a tedy zúžení vlákna z průměru D2 (neponořená část) na průměr D1 (ponořená část). (a) Hrot leptaný 30 minut. (b) Hrot leptaný 40 minut. (c) Hrot leptaný 50 minut. (d) Hrot leptaný 60 minut. Všechny obrázky mají stejné měřítko.

kyseliny k vytvoření tzv. menisku. S postupem času hladina kyseliny klesá a dochází k zúžení dané části vlákna, případnému odpadnutí zbytku ponořené části vlákna a vytvoření požadovaného kuželovitého tvaru. Na posledním obrázku 2.2(a) je důležité si povšimnout, že po odpadnutí přebytečné ponořené části vlákna již vytvořený hrot není v kontaktu s hladinou kyseliny a nedochází tak k dalšímu leptání špičky hrotu. V našem případě byla však použita modifikace Turnerovy metody, kdy na hladině kyseliny nebyla přítomna ochranná vrstva oleje, která má za úkol zabránit úniku výparů z kyseliny. Tyto výpary poté leptaly tu část optického vlákna, která nebyla ponořena do kyseliny, což mělo za následek zmenšení průměru vlákna dále od samotné špičky, jak bude ukázáno později.

K tomuto technologickému kroku byl použit speciální držák, v němž je možné leptat až 7 hrotů najednou, viz obrázek 2.2(b). Do bílé objímky se postaví nádoba s HF a horní díl s hroty se pomocí mikrometrického šroubu posune tak, aby se pod hladinu ponořila jen samotná špička každého hrotu.

Při tomto procesu je velmi důležitá doba leptání. Z tohoto důvodu bylo provedeno experimentální určení optimální doby leptání, kdy bylo leptáno celkem 12 vláken: tři z nich byly v kyselině leptány 30 minut, tři 40 minut, další tři 50 minut a poslední tři 60 minut. Pro každou dobu leptání bylo vybráno jedno vlákno, jejichž jednotlivé vyleptané konce v závislosti na době leptání jsou zobrazeny na obrázku 2.3. Průměr neponořené části vlákna je zde označen D2 a průměr ponořené části D1. Rozdíl mezi těmito dvěma hodnotami je při leptání 30 minut na obrázku 2.3(a) přibližně  $23 \mu\text{m}$ , zatímco při leptání 40 minut na obrázku 2.3(b) je tento rozdíl větší, a to přibližně  $37 \mu\text{m}$ . Při leptání 40 minut je pak dále vyznačen průměr části hrotu D1', která byla ponořena hlouběji v kyselině než část o průměru D1. Tyto dva průměry se od sebe však liší minimálně a lze tedy usuzovat, že při této metodě nezáleží na hloubce, do jaké je odizolovaná část vlákna ponořena. Na obrázku 2.3(c) je hrot leptaný 50 minut. Zde již není vyznačen průměr D1, protože došlo k odpadnutí (příp. kompletnímu odleptání) přebytečné části pod hladinou, a vznikla tak



Obrázek 2.4: Graf zmenšování průměrů vláken při leptání v 48% HF za použití modifikované Turnerovy metody. Černé trojúhelníky reprezentují průměry ponořených částí vláken (D1). Červené čtverce představují průměry vláken těsně nad hladinou kyseliny (D2).

špička, kterou požadujeme. Na obrázku 2.3(d) je hrot leptaný 60 minut, na kterém se také vytvořila špička a nedošlo kvalitativně k ničemu jinému než při leptací době 50 minut.

Důsledek použití modifikované Turnerovy metody je znázorněn na obrázcích 2.3(c) a 2.3(d) vyznačením průměru hrotu D2', u kterého – stejně jako u D2 – nedošlo k žádnému kontaktu s kyselinou. Je však vidět, že došlo k zúžení z D2' na D2 při leptání 50 minut o přibližně 11  $\mu\text{m}$  a při leptání 60 minut o přibližně 25  $\mu\text{m}$ . Toto zúžení bylo způsobeno unikajícími výparů z kyseliny, které nejvíce leptaly vlákna u hladiny a se vzdáleností dále od hladiny se jejich leptací účinek zeslaboval. Leptání výparů probíhalo u všech hrotů, nicméně při delší leptací době byly hroty účinkům výparů vystaveny delší dobu, a proto je toto zúžení výraznější. Unikání výparů by se dalo zabránit přítomností ochranné vrstvičky oleje na hladině kyseliny, v našem případě však zúžení vlákna dále od hrotu nemělo na další technologický postup žádný vliv.

Pro lepší kvantifikování byly do grafu 2.4 vyneseny průměry reziduí vláken po leptání (D1) a také průměry částí vláken, které se nacházely těsně nad hladinou (D2), a u kterých tedy nedocházelo ke kontaktu s kyselinou. Z grafu je patrna nepřímá úměra, kdy dochází ke snižování průměru vláken s delší dobou leptání. Průměry ponořených částí vláken se s časem systematicky zmenšují, až při leptání 50 minut a 60 minut vůbec nedochází ke kontaktu hrotů a hladiny kyseliny. Zmenšování průměrů neponořených částí vláken probíhá působením výparů z kyseliny, proto toto zužování pokračuje i při leptání 50 minut

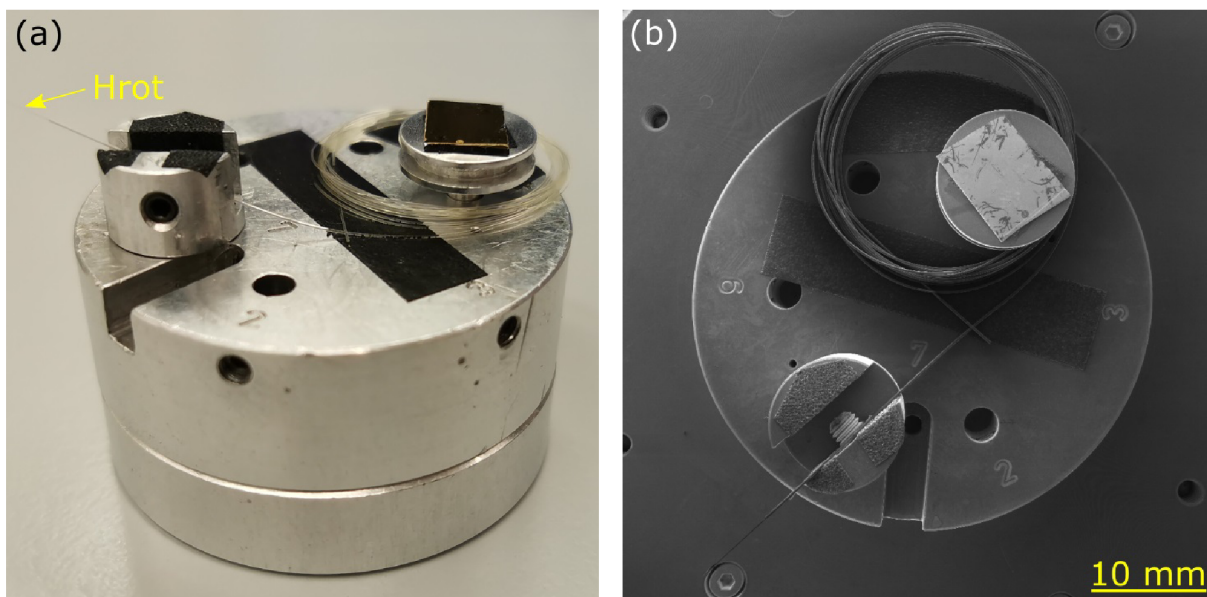
a 60 minut. Můžeme vidět, že při delších leptacích časech se také vytvoří špička, nedosáhneme však již ničeho nového, co by nám jakkoliv usnadnilo další opracování hrotů. Naopak při kratších leptacích časech nedojde k odlomení ponořené části vlákna a výsledný hrot je v tomto případě pro další postup nepoužitelný.

Z grafu bylo zjištěno, že nejoptimálnějšího tvaru pro další krok výrobního postupu dosáhneme při leptání minimálně 50 minut. Vytvoří se tak požadovaná špička, která je žádoucí pro snížení časové náročnosti opracování hrotů metodou FIB. Při leptání více než 60 minut se sice také vytvoří špička, avšak kromě větší časové náročnosti by se mohl vytvořit příliš úzký hrot, který by tak byl daleko víc náchylnější na poškození. Po optimalizaci a nalezení ideální leptací doby byly již následující konce optických vláken pro urychlení výrobního postupu kontrolovány pouze pomocí optického mikroskopu a do dalšího technologického kroku postoupily jen nezničené špičky se správným tvarem.

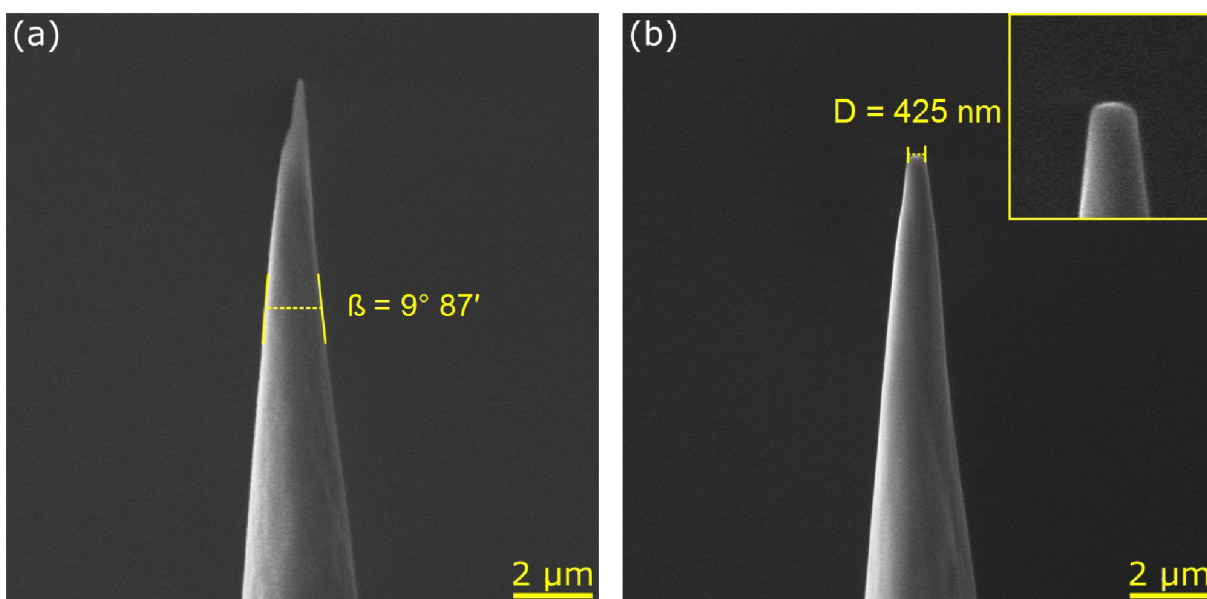
## 2.2. Opracování metodou FIB

Technologicky nejsložitější a zároveň nejvíce časově náročný je druhý krok postupu, kdy se využívá fokusovaného iontového svazku (FIB) pro upravení a vyhlazení vyleptané špičky hrotu. K provedení tohoto úkonu bylo použito zařízení *dual beam* Tescan LYRA, které disponuje kromě FIB také rastrovacím elektronovým mikroskopem (SEM, z angl. *Scanning Electron Microscopy*). Ten se využívá k zobrazování a kontrole struktur, které vyrábíme pomocí FIB, a také k neutralizaci kladného náboje. Konkrétně pro zobrazení mohou být nezávisle použity dva detektory elektronů, a to jak sekundárních (SE, z angl. *Secondary Electrons*), tak zpětně odražených (BSE, z angl. *Backscattered Electrons*). Toto zařízení je vybaveno také pětiosým stolcem (*xyz* translační posuv, rotace a náklon), díky němuž je možno s vláknem a SNOM sondou velmi obratně manipulovat, čehož je v tomto kroku výroby hojně využíváno. Základním problémem tohoto výrobního kroku je vysoká časová náročnost kvůli potřebě individuálního nastavení všech parametrů přístroje pro každý hrot zvlášť. Není tedy možné souběžně opracovávat více hrotů najednou a vlákna se do mikroskopu musí vkládat samostatně. Časová náročnost na přípravu jednoho hrotu tak činí cca 90 minut. Na obrázku 2.5(a) je ukázáno standardní umístění vlákna na držáku pro tento mikroskop a na obrázku 2.5(b) je pak vidět zobrazení shora stejného vlákna elektronovým mikroskopem, kde bylo využito vysokého prostorového rozlišení, kterého SEM dosahuje.

K opracování hrotů byl použit svazek galiových iontů o urychlovacím napětí 30 kV a proudem 700 pA. Při opracování je nutné dle potřeby střídat náklon hrotu na SEM a FIB, jejichž vzájemné natočení je 35°. Před samotným opracováním iontovým svazkem je zkontrolován tvar špičky SNOM sondy, jak je demonstrováno na obrázku 2.6(a). Můžeme zde vidět požadovaný tvar po leptání – velice úzká špička bez defektů a nečistot s vrcholovým úhlem typicky okolo 10°. Takový hrot poté nakloníme kolmo na FIB, abychom tuto špičku seřízli a vytvořili tak plošku na vrcholu hrotu. Vytvoření této plošky bude důležité ve čtvrtém kroku výrobního postupu při výrobě apertury v podkapitole 2.4, kdy danou aperturu snáze vytvoříme na samotné špičce hrotu. Nakonec je nutné otočit hrot přímo na iontový svazek tak, že osa hrotu splývá s osou iontového svazku, přičemž se při této konfiguraci využívá toho, že hrany plošky se odleptávají rychleji než střed hrotu. Působením iontového svazku přibližně 15 s docílíme nejen zaoblení samotné hrany námi vytvořené plošky, ale také zahlnění zbytku hrotu a tím i odstranění případných menších



Obrázek 2.5: Optické vlákno na držáku do elektronového mikroskopu *dual beam* Tescan LYRA. (a) Standardní umístění vlákna na držáku, které je nutné pro manipulaci uvnitř mikroskopu. (b) Pohled shora pomocí SEM, kde je na držáku kromě vlákna i referenční zlatá destička pro seřízení FIB.



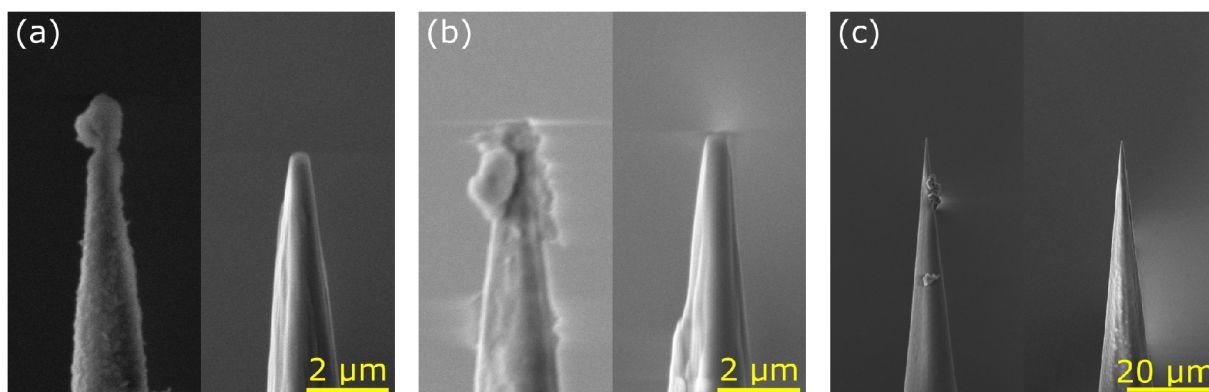
Obrázek 2.6: Opracování hrotu metodou FIB. (a) Vyleptaný hrot po vložení do mikroskopu. (b) Upravený hrot po opracování – seříznutí a zaoblení hran. Na svém konci má plošku se zaoblenými hranami o průměru přibližně 400 nm.

nečistot, které se mohou nacházet dále od špičky hrotu. Takové nečistoty má na sobě většina vyleptaných hrotů a díky této úpravě tak mohou být v dalším kroku výrobního postupu pokoveny už jen hroty s kuželovitým tvarem bez povrchových nerovností. Výsledkem je tedy hrot se špičkou o průměru přibližně 400 nm, jež má na svém konci plošku se zaoblenými hranami, jak je ukázáno na obrázku 2.6(b).

Může se stát, že po vložení do mikroskopu zjistíme, že hrot je špatně vyleptaný, poničený nebo jsou na něm usazené nečistoty. V takových případech je možné pomocí FIB



hrot opravit a vytvarovat jej do potřebné špičky, jak je ukázáno na třech různých hrotech na obrázku 2.7. Toto však u většiny špatně vyleptaných hrotů není možné, jelikož oprava zvýší časovou náročnost tohoto kroku o několik desítek minut. Proto vzhledem k malé pravděpodobnosti úspěchu opravy a s přihlédnutím k možnosti leptání až 7 hrotů najednou v předchozím kroku výrobního postupu nebylo opracování špatně vyleptaných hrotů prováděno. Toto tedy značně zvýšilo počet hrotů, které se po opětovném zkrácení a odizolování vrátily zpět k prvnímu kroku výrobního postupu (chemické mokré leptání), avšak takovéto zvýšení zmetkovitosti mělo ve výsledku vliv na snížení časové náročnosti při opracování hrotů metodou FIB a tím i pozitivní vliv na urychlení celého výrobního procesu.



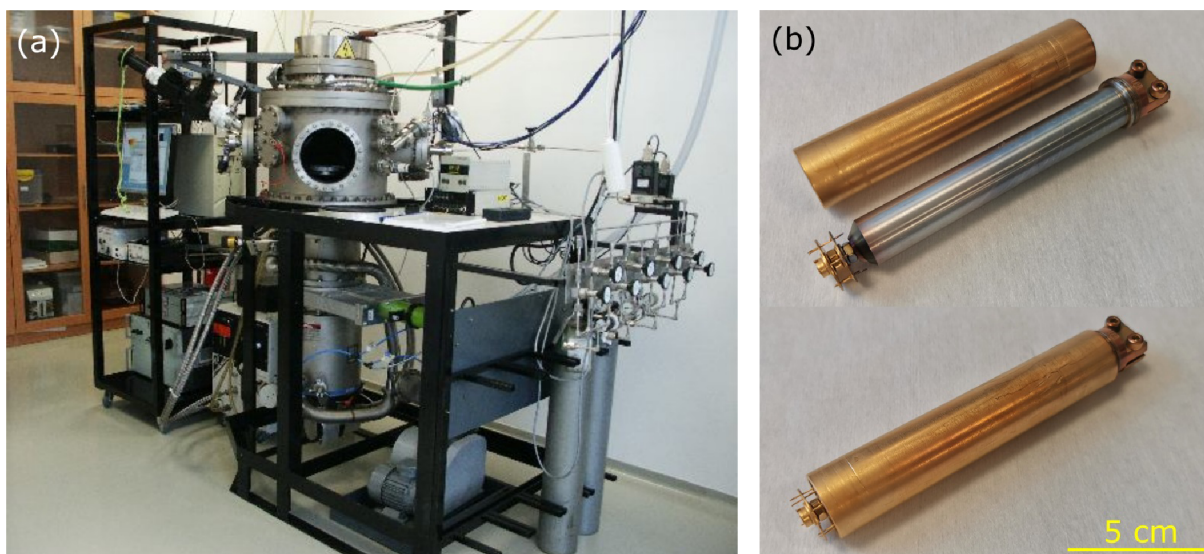
Obrázek 2.7: Tři různé jinak znehodnocené hroty před a po úpravě pomocí FIB, jejichž oprava nebyla časově náročná, a nebyly tak označeny za špatně vyleptané hroty. Na hrotu (a) nedošlo k odpadnutí přebytečné špičky hrotu při mokřém leptání, nicméně odříznutím v místě zúžení jsme dostali hrot, který se dal již snadno opracovat. Na hrotech (b) a (c) jsou naneseny nečistoty, které na hrotu nedrží pevně a při opracování metodou FIB snadno odspadnou. Obrázek (c) má jiné měřítko, protože nečistoty byly dál od konce hrotu.

## 2.3. Pokovení metodou IBS

Opracováním metodou FIB ve druhém kroku popsaném v podkapitole 2.2 jsme získali hrot bez nečistot a kuželovitého tvaru, který požadujeme. Třetím krokem výrobního postupu je pokovení hrotů metodou iontového svazkového odprašování (IBS, z angl. *Ion Beam Sputtering*), což je depoziční metoda, která je založena na odprašování terče těžkými ionty inertních plynů. Atomy odprašované z terče poté dosedají na substrát, na kterém se tak vytvoří tenká kovová vrstva, přičemž materiály terčů mohou být např. zlato, titan, hliník a další materiály o vysoké čistotě. K tomuto účelu jsme používali aparaturu Kaufman, která je zobrazena na obrázku 2.8(a) a nachází se v čistých laboratořích na Ústavu fyzikálního inženýrství. Jednou z nejdůležitějších součástí této depoziční aparatury je Kaufmanův iontový zdroj, kde z katody pomocí termální emise vyletují elektrony, které jsou přitahovány ke kladné anodě a při cestě se sráží s atomy neutrálního plynu, což vede k ionizaci těchto atomů [36]. Dráha elektronů je navíc ovlivňována přítomností magnetického pole, díky kterému se elektrony pohybují po šroubovici a je tak zvýšena pravděpodobnost srážky elektronu s atomem neutrálního plynu. Proces pokovení probíhal v komoře s vysokým vakuem (HV, z angl. *High Vacuum*) s mezním tlakem  $p < 10^{-6}$  mbar, rychlost depozice titanu byla  $0,3 \text{ \AA/s}$  a rychlost depozice zlata byla  $1,8 \text{ \AA/s}$ , přičemž tato hod-

nota zůstávala konstantní po celou dobu pokovování. Terč byl odprašován ionty argonu o energii 600 eV a iontovém proudu 50 mA.

V tomto technologickém kroku je opět možné pokovit více hrotů najednou, avšak vzhledem k nelehké manipulaci s hroty a také časové náročnosti druhého kroku bylo zvoleno souběžné pokovování pouze tří ze šesti možných hrotů, aby se tak snížila možnost zničení již opracovaných hrotů metodou FIB při manipulaci. K tomuto účelu byl použit speciální držák, který je zobrazen na obrázku 2.8(b). Vlákná se vsunou do malých otvorů na konci tohoto držáku tak, aby vyčnívaly jen přibližně 2 mm neodizolované části a zbytek vlákná se navine na šedou část tohoto držáku. Díky tomu je možné pokovit jen samotný konec vlákná, tedy celou odizolovanou část a přibližně 2 mm části s izolací. Na ni se poté nasadí druhá část držáku, která zakryje zbytek vlákná a chrání jej tak proti pokovení, což by nebylo žádoucí při pozdější manipulaci s vláknem.

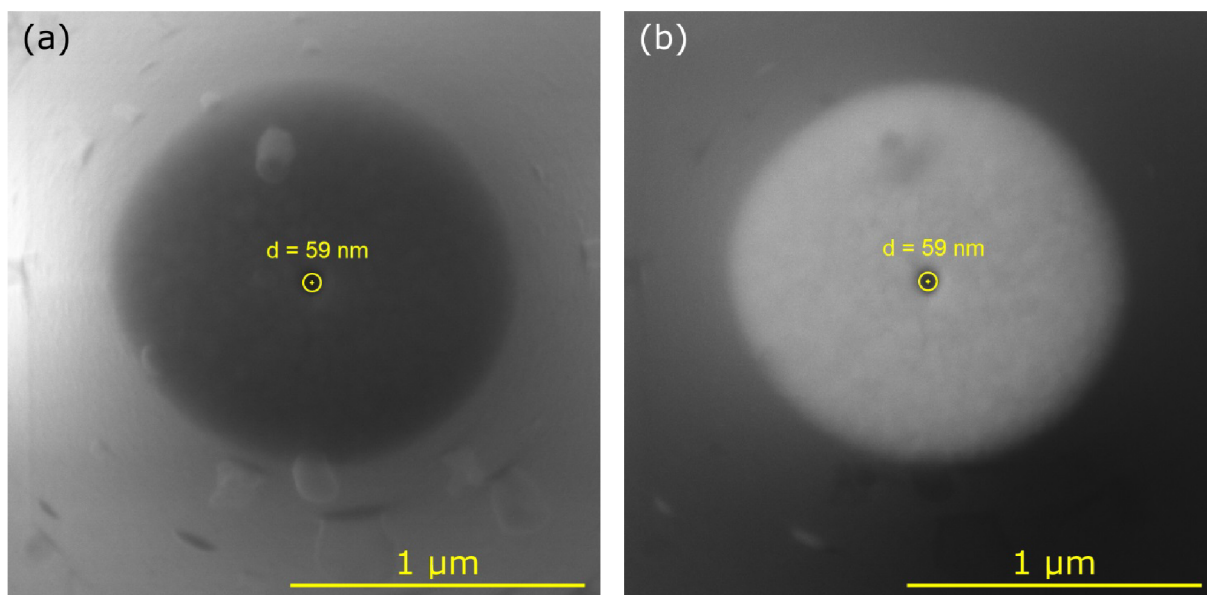


Obrázek 2.8: Pokovení hrotů metodou iontového naprašování. (a) Depoziční aparatura Kaufman v laboratoři na Ústavu fyzikálního inženýrství, převzato z [37]. (b) Držák na vlákna pro depozici v aparatuře Kaufman, díky kterému se pokoví jen špička vlákná.

Vzhledem k využití hrotů pro plazmoniku je nejdůležitějším parametrem druh kovu, který bude při pokovování hrotů používán. Pro naše účely jsme používali 130 nm tlustou vrstvu zlata, pod kterou jsme nejdříve nanесли 3 nm tlustou adhezní vrstvu titanu pro lepší přilnavost zlaté vrstvy. Depoziční aparatura disponuje rotačním manipulátorem, díky kterému mohlo být hroty při IBS depozici otáčeno kolem osy držáku a docílilo se tak homogenního pokovení hrotů. Nevýhodou však bylo ne zcela přesné určení tloušťky deponované vrstvy, jelikož rezonanční krystal tloušťkoměru zůstával v komoře nehybný a s hroty nerotoval. Sloužil tedy jen jako orientační ukazatel a přesnou tloušťku se podařilo zjistit až následnou analýzou pomocí FIB a SEM. Touto metodou bylo zjištěno, že z důvodu otáčení se docílí požadované tloušťky zlaté vrstvy 130 nm pokovením přibližně 180 nm dle tloušťkoměru. Platí tedy přibližný vztah, kdy výsledná vrstva na vlákně má tloušťku asi 3/4 tloušťky námi deponované vrstvy, jejíž údaj je odečten z tloušťkoměru.

## 2.4. Výroba apertury

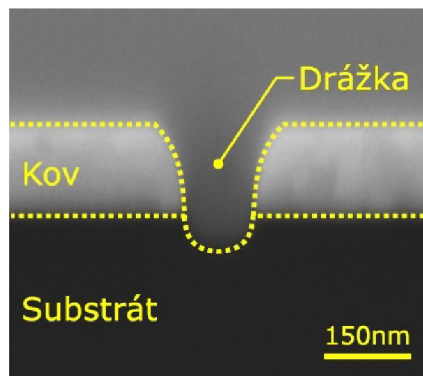
V předchozím kroku jsme na vlákno opracované pomocí FIB nanесли tenkou vrstvu zlata a v posledním kroku výrobního procesu na hrotu vytvoříme aperturu. K tomu opět využijeme *dual beam* Tescan LYRA, kdy pomocí FIB vyleptáme malou kruhovou díru v námi zaoblené ploše na špičce hrotu. Vytvoření plochy ve druhém kroku výrobního procesu 2.2 bylo důležité, neboť nyní tento otvor snáze pomocí iontů vyleptáme na špičce, kde jej potřebujeme. V opačném případě by se mohlo stát, že vytvořený otvor nebude přesně na špičce hrotu a vzniklý výčnělek by nám dále znemožnil měření metodou SNOM, jelikož by se tímto otvorem poté nedalo rastrovat v těsné blízkosti nad povrchem vzorku a místo blízkého pole bychom tak detekovali daleké pole. Cílem je vytvořit otvor skrz 130 nm tlustou vrstvu zlata a 3 nm tlustou vrstvu titanu. K vytvoření apertury byl opět použit svazek galiových iontů o urychlovacím napětí 30 kV, avšak nyní bychom při použití proudu 700 pA jako při opracování hrotů v podkapitole 2.2 nemohli svazek iontů dostatečně zaostřit. Použili jsme tedy proud 1 pA, kterým se nám podařilo vytvořit požadovaný otvor o průměru přibližně 60 nm. Výsledný hrot i s vytvořenou aperturou je vidět na obrázku 2.9, přičemž na 2.9(a) jej vidíme při detekci sekundárních elektronů (SE) a na 2.9(b) při detekci zpětně odražených elektronů (BSE).



Obrázek 2.9: Pohled shora na vyrobenou aperturu o průměru přibližně 60 nm na špičce hrotu metodou FIB. (a) Obraz vytvořený detekcí sekundárních elektronů (SE). (b) Obraz vytvořený detekcí zpětně odražených elektronů (BSE).

Při leptání iontovým svazkem je nutné počítat s tím, že šířka apertury u dolního okraje je menší než na povrchu hrotu, jak je znázorněno na obrázku 2.10. Zde je nutné zmínit, že pro detekci signálu při metodě SNOM je důležitý dolní průměr, kdežto pomocí SEM jsme schopni určit pouze horní průměr apertury. Proto při vytváření apertury ukázané na obrázku 2.9 bylo použito nastavení hloubky leptání 3,5  $\mu\text{m}$ . Použití takto velké hodnoty hloubky leptání mělo za následek nejen zcela jistý průnik iontového svazku skrz 130 nm tlustou vrstvu zlata na povrchu hrotu, ale i dostatečně široký průměr dolní části apertury pro detekci signálu při zachování vcelku malého průměru horní části apertury 65 nm.

Při vytváření apertury může také docházet vlivem nabíjení k tzv. driftování<sup>2</sup>, což může mít za následek vytvoření apertury elipsového tvaru, jelikož hrot v průběhu leptání mírně změní svou polohu a to i navzdory tomu, že samotná doba leptání apertury není delší než 10 s. Pokud při skenování hrotu před vytvořením apertury dochází k výraznému driftování, lze postup výroby modifikovat tak, že je apertura leptána víckrát do toho samého místa s menším nastavením hloubky leptání, např. 1,5  $\mu\text{m}$ . To má za následek zkrácení doby leptání každého kroku a možnost poupravit požadované místo pro leptání před každou další iterací.



Obrázek 2.10: SEM snímek profilu drážky vyleptané pomocí metody FIB, přičemž stejný efekt se uplatňuje i při výrobě apertury. Převzato z [16]

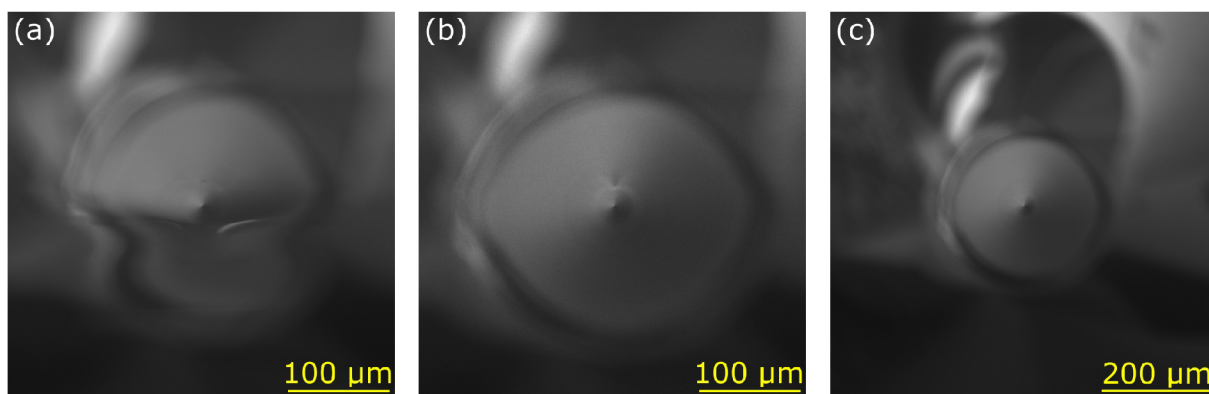
Výroba apertury je nejdůležitější krok výrobního postupu a zároveň technicky a časově nejvíce náročný na seřízení iontového svazku. Tento krok by však neměl význam bez precizně provedených předchozích tří kroků. Jedná se o finální úpravu, po které již můžeme přistoupit k samotnému měření. Cílem této bakalářské práce je zjistit závislost citlivosti jednotlivých složek elektromagnetického pole na velikosti apertury. Po provedení prvního měření bylo tedy nutné se k tomuto čtvrtému kroku výroby vrátit a námi vytvořenou aperturu opět stejným postupem za pomoci FIB zvětšit.

## 2.5. Problémy při výrobě

V této části textu budou uvedeny některé podstatné problémy, se kterými jsme se potýkali při výrobě vlastních SNOM hrotů a kvůli kterým se jejich výroba značně časově prodloužila.

První komplikací je používání optických vláken, tedy nevodivých vzorků, v elektronovém mikroskopu. Elektronová mikroskopie je založena na zobrazování vzorků rychle letícími elektrony a snímáme tak zpětně odražené elektrony nebo sekundární elektrony vylétající ze vzorku. Elektrony s sebou však nesou náboj a z tohoto důvodu se používají především vodivé vzorky, aby přebytečný povrchový náboj mohl být odveden. Při použití nevodivých vzorků dochází k jejich nabíjení, tedy hromadění elektronů ve vzorku, což se dá zčásti kompenzovat použitím nižšího urychlovacího napětí, čímž ale snížíme rozlišovací schopnost mikroskopu a výsledkem jsou méně kvalitní snímky [38, 39]. Tímto postupem se však nedá zcela zabránit vzniku oblastí s vyšší koncentrací náboje, které tak ovlivňují sekundární elektrony a také primární elektrony dopadající na vzorek, což se projevuje nepřesným zobrazením vzorku, který se tak jeví zdeformován. Tento jev je přítomný v menší

<sup>2</sup>Z anglického *drift*, což znamená *nést, unášet*.

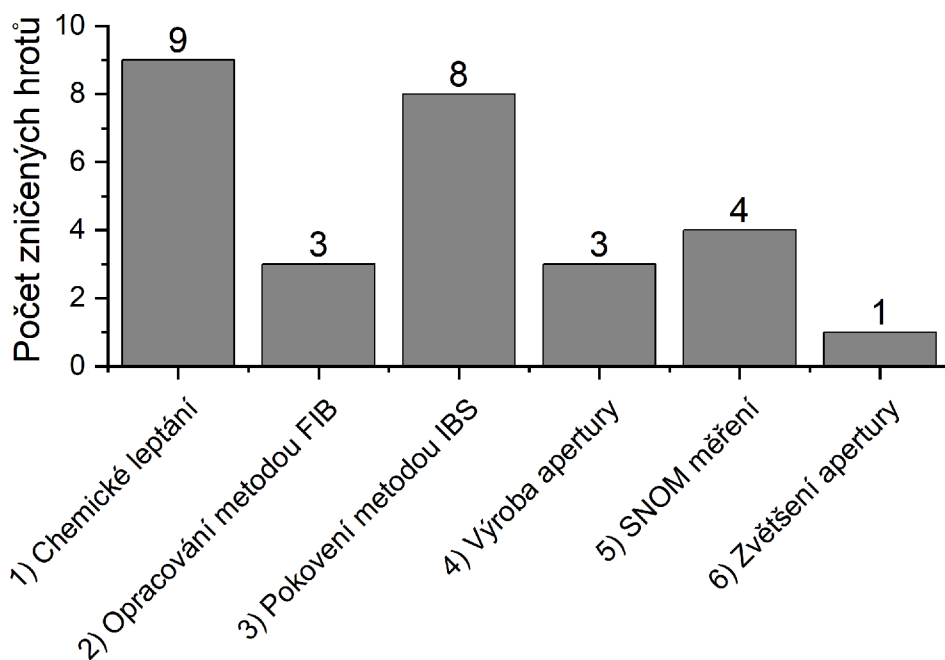


Obrázek 2.11: Ovlivnění zobrazení elektronovým mikroskopem nahromaděnými elektrony v nevodivém vzorku při pohledu ze shora na špičku optického vlákna. (a) Pomalý sken shora dolů. (b) Vysoký počet rychlých skenů. (c) Vysoký počet rychlých skenů z velké vzdálenosti od hrotu. Ve všech třech případech bylo použito stejné urychlovací napětí 5 kV.

míře u používání elektronů při SEM, významnější je pak u používání galiových iontů při metodě FIB.

V našem případě to znamenalo zdánlivou deformaci hrotu optického vlákna a z tohoto důvodu jsme se tedy nemohli plně spoléhat na zobrazování mikroskopem. Uvedený problém je demonstrován na obrázku 2.11 při rastrování elektrony a použití stejného urychlovacího napětí 5 kV, avšak lišilo se nastavení způsobu skenování. Na obrázku 2.11(a) bylo použito pomalé skenování, které se běžně využívá pro získávání obrazů s vysokým rozlišením a probíhalo po řádcích shora dolů. Je zde vidět znatelná deformace obrazu v dolní části hrotu, která byla způsobena nahromaděním náboje na hrotu. Na obrázku 2.11(b) bylo naopak využito většího počtu rychlých skenů, díky čemuž nedocházelo k tak velké kumulaci náboje na hrotu. Tímto však došlo ke snížení kvality obrazu a výsledný obraz je oproti použití pomalého skenu více zrnitý. Na obrázku 2.11(c) bylo také využito vysokého počtu rychlých skenů jako na obrázku 2.11(b). Nyní jsme však skenovali z větší vzdálenosti od hrotu, a tak tento obraz nejvěrněji vystihuje skutečný kruhový průřez skenovaného hrotu, jelikož docházelo k minimálnímu hromadění náboje na hrotu. V některých případech nám přílišné nabíjení hrotu dokonce znemožňovalo jakoukoliv další činnost. Ve většině případů stačilo přestat se skenováním, pár minut počkat a případně snížit urychlovací napětí. Výjimečně se však stávalo, že tento postup nebyl účinný, a tak bylo nutné vlákno z mikroskopu zcela vyjmout. Takovéto nadměrné nabíjení hrotů bylo patrně způsobeno špatným umístěním na držáku, kdy je potřeba námi skenovaný hrot umístit co nejbližší vodivé pásce, aby tak byl alespoň částečně umožněn lepší odvod přebytečného náboje.

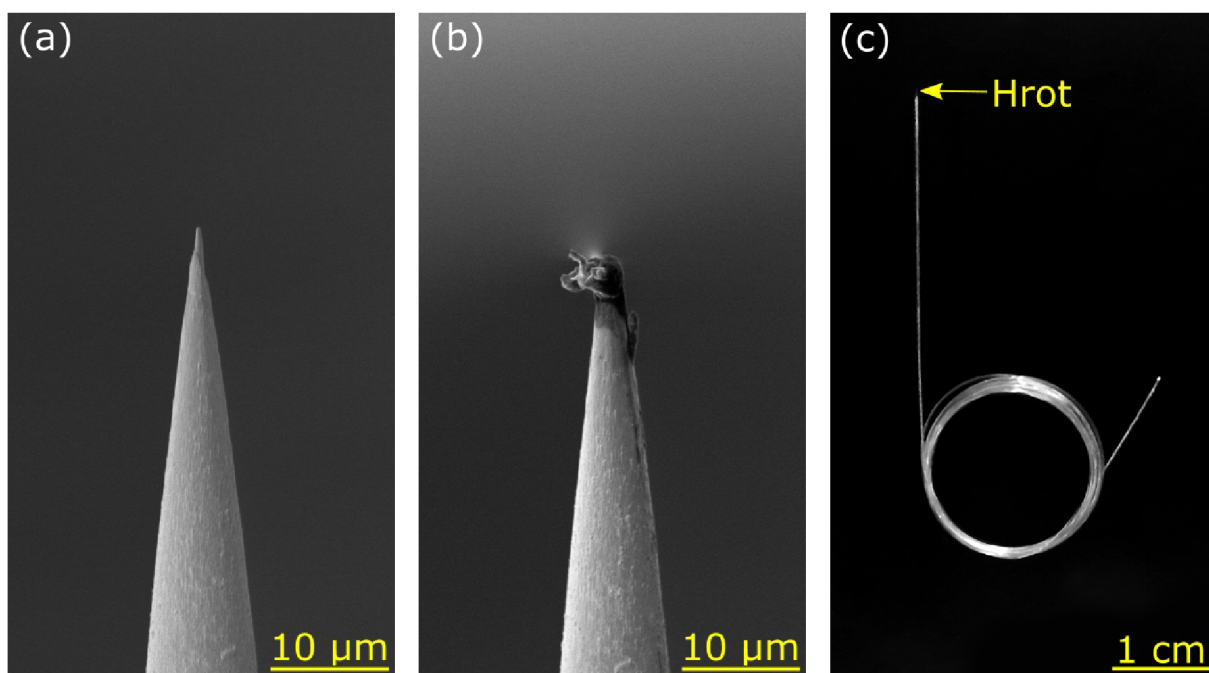
Stěžejním problémem celého technologického procesu výroby vlastních SNOM sond je však náchylnost hrotů na poškození. Znamená to tedy, že v průběhu celé výroby se samotná špička hrotu nesměla zcela ničeho dotknout – to však představuje výzvu hned z několika důvodů. Za prvé je nutno hroty v průběhu celého procesu přenášet nejen mezi přístroji, ale také mezi laboratořemi v jiných budovách. K uchovávání SNOM sond se běžně užívá speciální krabička, ve které se vlákno uchytí v pěnovém proužku dále od hrotu. Díky tomu konce vláken visí volně ve vzduchu a tím se zamezí jejich kontaktu s okolím. Pro přenos mezi čistými prostorami v jiných budovách byla navíc tato krabička vložena do ochranného obalu, který tak lépe chránil hroty před případným znečištěním.



Obrázek 2.12: Graf ukazující počet zničených hrotů v jednotlivých krocích technologického postupu.

Druhým důvodem je fakt, že celým výrobním procesem včetně měření musí projít alespoň jeden hrot zcela bez poškození, aby bylo dosaženo cíle této bakalářské práce. Toto je však velká komplikace, neboť zničení hrotů v jednotlivých krocích výrobního procesu je i navzdory nabytému zručnosti a zkušenostem poměrně vysoká, jak je názorně ukázáno na obrázku 2.12. Nejvyšší počet špatných hrotů je podle očekávání hned v prvním kroku – při chemickém leptání. Hned na druhém místě je pak pokovení metodou IBS, přičemž oba kroky se skládají z procesů, u nichž se dá ovlivnit jen počátek a poté vyhodnotit, zdali byl daný proces úspěšný. Naopak výrazně nižšího počtu zničených hrotů bylo dosaženo ve výrobních krocích, jejichž průběh se dal zcela ovlivnit, a tak se při nabytí zkušeností mohla pravděpodobnost zničení hrotu dále snižovat. Speciální místo zde zastupuje SNOM měření, které není přímo součástí procesu výroby SNOM hrotů, přičemž problematika lepení hrotů na ladičku a průběh samotného měření pomocí SNOM bude podrobně popsána v podkapitole 4.3 (str. 38).

Navíc vlákno musí být při leptání v HF, pokovování metodou IBS a také při samotném měření rozmotané, avšak přenášet a uchovávat se dá jen smotané, jak je ukázáno na obrázku 2.13(c). Manipulace s vlákem při jeho rozmotávání a smotávání je tak zdaleka nejrizikovější část, která se musí provádět velice opatrně. Hlavním problémem při výrobě tedy není výrobní proces samotný, ať už se jedná o leptání v HF, pokovování metodou IBS nebo opracování metodou FIB, ale nelehká manipulace s hroty před a po provedení těchto procesů. Na obrázcích 2.13(a) a 2.13(b) je demonstrováno totální zničení již opracovaného hrotu metodou FIB při samovolném rozmotání vlákna v krabici, kdy došlo ke zcela nepatrnému nárazu druhého konce vlákna do námi opracovaného hrotu.



Obrázek 2.13: (a) SNOM hrot precizně opracovaný metodou FIB a nachystaný na přenos na Ústav fyzikálního inženýrství na pokovení. (b) Kompletní zničení již opracovaného hrotu nepatrným nárazem druhým koncem vlákna při samovolném rozmotání v krabici. (c) Smotané vlákno pro přenos a uchovávání v krabici. Vlákno se také nechává takto smotané při umísťování na držák a následné manipulaci v elektronovém mikroskopu, při všech ostatních procesech musí však být vlákno rozmotané.

# Kapitola 3

## Výroba vzorků

Kromě precizně vyrobených hrotů je potřeba vytvořit i interferenční struktury, na kterých budeme generovat interferenční obrazce SPP. Tato kapitola se tedy zabývá výrobou vzorků a interferenčních struktur pro SNOM měření.

Pro účely plazmoniky je důležité kovové prostředí, po kterém se šíří SPP. V našem případě bylo použito zlato, které bylo zvoleno jako vhodný materiál pro detekci plazmonů kvůli svým optickým vlastnostem, dá se snadno leptat a je odolné vůči oxidaci [18]. Zlaté vrstvy byly připraveny dvěma způsoby, a to jak ve formě monokrystalu, tak ve formě vrstvy nadeponované metodou IBS. Výška monokrystalu i nadeponované vrstvy musela dosahovat minimálně 200 nm, a to z důvodu zabránění pronikání záření skrz tuto vrstvu [17].

### 3.1. Monokrystal zlata

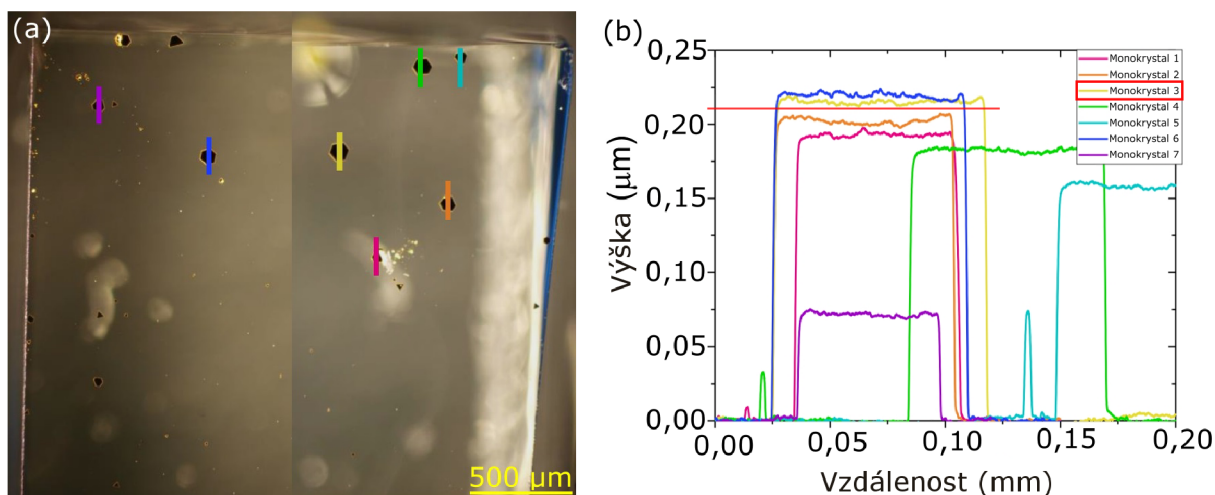
Prvním způsobem přípravy vzorků byl růst monokrystalů zlata na substrátu, což provedl Ing. Lukáš Kejík. K přípravě chemického roztoku byla použita anorganická sloučenina hydrát kyseliny chlorozlatité s chemickým vzorcem  $\text{HAuCl}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , jako stabilizátor fázového přenosu sloužil tetraoktyl bromidu amonného (TOABr) s chemickým vzorcem  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7]_4\text{NBr}$ , místem průběhu reakce byl toluen, přičemž celý proces je popsán v [40]. Do 4 ml roztoku TOABr (50 mM) v toluenu bylo za míchání přidáno 1,6 ml vodného roztoku  $\text{HAuCl}_4$  (25 mM). Ve výsledné směsi dvou nesmíselných složek dochází k přenosu  $(\text{AuCl}_4)^-$  iontů do toluenu s TOABr a tedy vytvoření komplexu  $(\text{AuCl}_4)^--\text{TOABr}$ , který byl poté v dávkách (10÷40)  $\mu\text{l}$  aplikován na substrát předehřátý na 75 °C. Jako substrát bylo použito podložní sklíčko s vrstvou oxidu inditého dopovaného cínem (ITO, z angl. *Indium Tin Oxide*), což je průhledný a elektricky vodivý materiál, který se takto využívá kvůli svým optickým vlastnostem [41]. Po odpaření toluenu byla teplota zvýšena na 135 °C a na této teplotě byl vzorek ponechán přibližně 3 dny. Po ukončení procesu byl postupně použit toluen, ethanol a deionizovaná voda k odstranění přebytečných reziduí roztoku a očištění vzorku.

Výsledkem této procedury bylo mnoho monokrystalů zlata s různými výškami (desítky až stovky nanometrů) a laterálními rozměry (desítky až stovky mikrometrů) nacházející se na celé ploše vzorku. Ke zjištění počtu a rozmístění zlatých monokrystalů na vzorku byl použit optický mikroskop Olympus MX51, který se nachází v čistých laboratořích na Ústavu fyzikálního inženýrství. Na obrázku 3.1(a) je ukázána malá část vzorku s několika takovými monokrystaly, přičemž u barevně označených se dále zkoumaly jejich rozměry.



K tomuto účelu byl použit profilometr Bruker Dektak XT, který je umístěn v CEITEC VUT v Brně, a získané profily vybraných monokrystalů jsou na obrázku 3.1(b). Byl vybrán monokrystal 3, který je reprezentován žlutou barvou. Výška tohoto monokrystalu byla asi 210 nm a ukazovala se přibližně konstantní po celém jeho povrchu, jeho laterální rozměry se pohybovaly okolo 95  $\mu\text{m}$ .

Dále byla zkoumána morfologie povrchu této zlaté vrstvy pomocí přístroje AFM Bruker Dimension Icon, který je umístěn v CEITEC VUT v Brně. Z výsledného snímku o velikosti  $(1 \times 1) \mu\text{m}^2$ , který je ukázán na obrázku 3.2(b), byla určena drsnost povrchu jako  $R_{\text{RMS}} = 0,56 \text{ nm}$ .



Obrázek 3.1: (a) Vzorek s monokrystaly, na žlutě označeném monokrystalu byly vyráběny interferenční struktury. (b) Grafy vertikálních a horizontálních rozměrů vybraných monokrystalů na našem vzorku. Byl vybrán monokrystal 3, který je reprezentován žlutou barvou, s výškou asi 210 nm a laterálními rozměry přibližně 95  $\mu\text{m}$ .

## 3.2. Depozice zlaté vrstvy

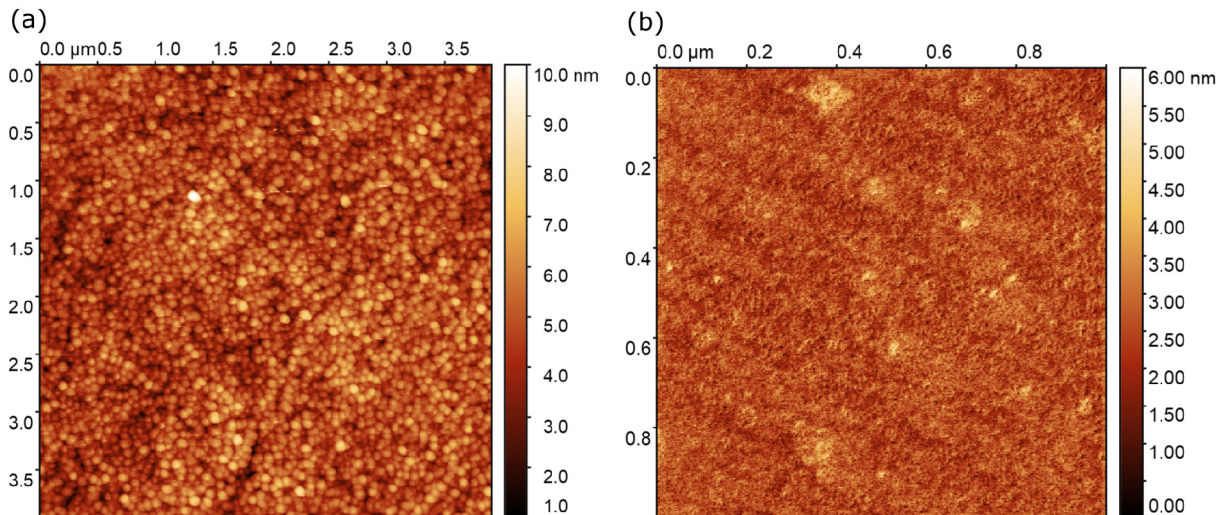
Hlavním způsobem přípravy vzorku však byla depozice zlaté vrstvy metodou IBS. Depozice probíhala ve stejné aparatuře Kaufman jako pokovování hrotů v podkapitole 2.3 (str. 23). Jako substrát byl použit oxid křemičitý ( $\text{SiO}_2$ ) ve formě taveného křemene (angl. *fused silica*), který je ve viditelné oblasti spektra transparentní, přičemž jeho nominální tloušťka byla  $(300 \pm 20) \mu\text{m}$ . Na tento vzorek byla nadeponována vrstva zlata tlustá 200 nm a pro zvýšení adheze plazmonicky aktivní zlaté vrstvy na substrátu jsme použili 3 nm tlustou vrstvu titanu.

Stejně jako u zlatého monokrystalu, i tady byla zkoumána morfologie povrchu pomocí přístroje AFM Bruker Dimension Icon. Ze zkoumané oblasti o velikosti  $(4 \times 4) \mu\text{m}^2$ , která je ukázána na obrázku 3.2(a), byla určena drsnost povrchu  $R_{\text{RMS}} = 0,98 \text{ nm}$ . Pomocí spektroskopické elipsometrie<sup>1</sup>, která byla provedena Ing. Filipem Ligmajerem, Ph.D., byla

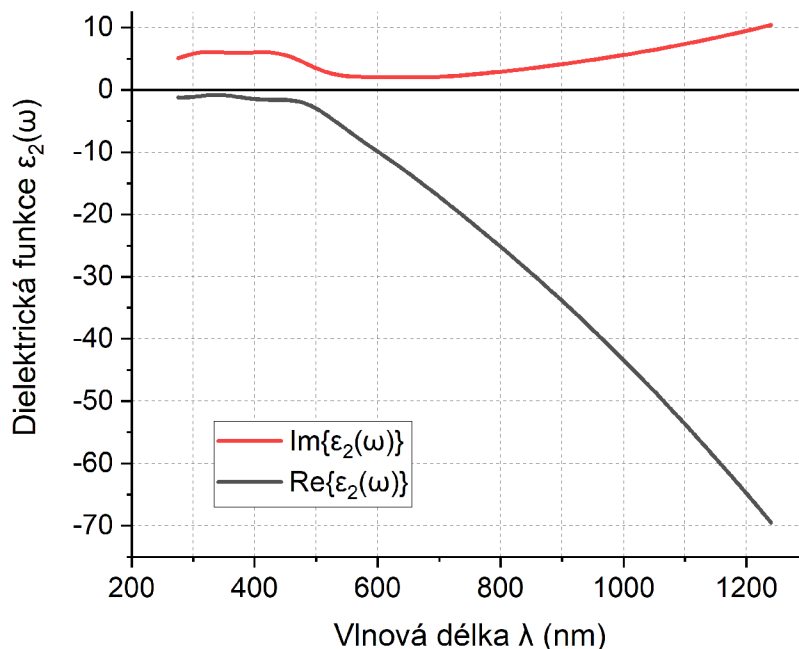
<sup>1</sup>Elipsometrie je optická měřicí technika, pomocí které se zjišťuje změna polarizace monochromatického světla při interakci se vzorkem (po odrazu, nebo průchodu skrz). Při použití světla o určitém rozsahu vlnových délek hovoříme o spektroskopické elipsometrii, díky které je možné určit nejen tloušťku tenké vrstvy, ale i drsnost povrchu a dielektrickou funkci zkoumaného materiálu [42]. Název je odvozen z faktu, že po interakci se vzorkem bude mít světlo eliptickou polarizaci.

dále určena závislost dielektrické funkce této zlaté vrstvy na vlnové délce a tato data byla vynesena do grafu, který je na obrázku 3.3. Takto získaná data dobře odpovídají grafu na obrázku 1.2 (str. 8), kde je porovnání Drudeho modelu s experimentem.

Tato metoda přípravy vzorku se ukázala jako časově mnohem méně náročná (desítky minut) oproti růstu monokrystalů (dny). Zlaté monokrystalové vrstvy však mají menší drsnost povrchu a později v kapitole 4.3 (str. 38) bude diskutováno, zdali tento rozdíl bude mít vliv na propagaci SPP po monokrystalu a po nadeponované vrstvě přibližně stejné tloušťky [43].



Obrázek 3.2: Měření morfologie vzorků pomocí AFM. (a) Zlatá vrstva. (b) Monokrystal zlata.

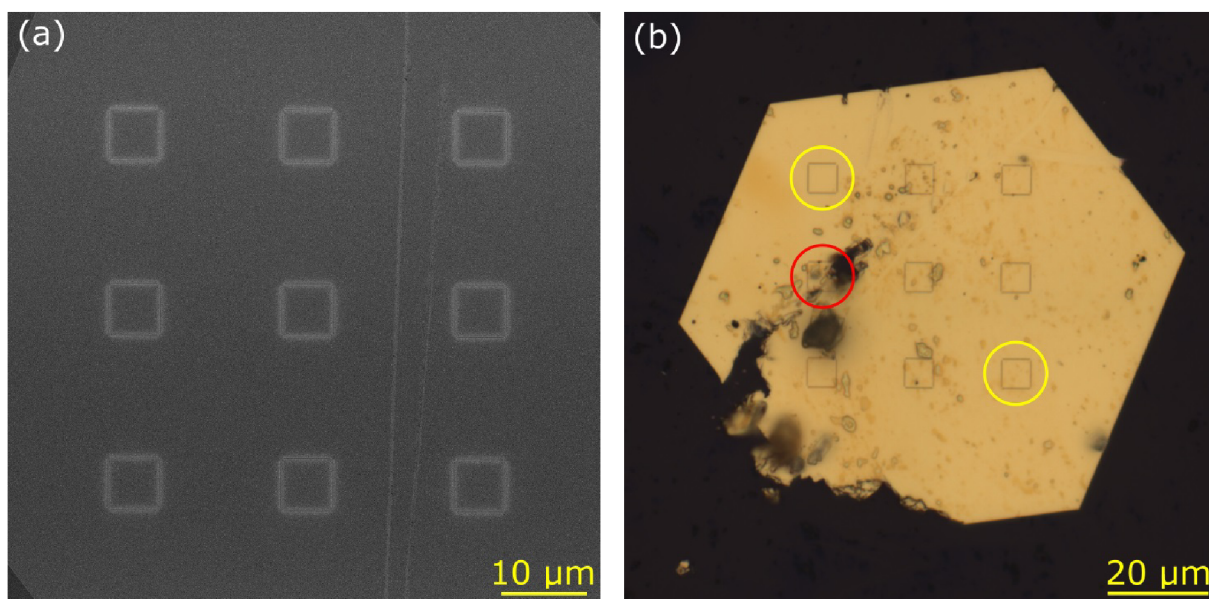


Obrázek 3.3: Dielektrická funkce zlata, které bylo použito při IBS depozici.

### 3.3. Výroba čtvercových struktur

Nejdůležitějším krokem při výrobě vzorku pro plazmoniku je vytvoření interferenčních nanostruktur, na kterých můžeme generovat povrchové plazmonové polaritony, sledovat jejich šíření po povrchu a vzájemnou interferenci. K tomu byly metodou FIB vytvořeny čtvercové struktury, jež byly popsány v podkapitole 1.3 (str. 10). Jelikož zlato dobře odvádí přebytečný náboj vzniklý při iontovém leptání, nemuseli jsme se při správném nakontaktování vzorku potýkat se stejnými problémy jako při výrobě SNOM sond v podkapitole 2.5 (str. 26). Stejnou důležitost, jako při výrobě apertury v podkapitole 2.4 (str. 25), zde měla velikost stopy iontového svazku, kterým jsme drážky vytvářeli. Při výrobě bylo opět použito zařízení *dual beam* Tescan LYRA s urychlovacím napětím svazku galiových iontů 30 kV a proudem 1 pA.

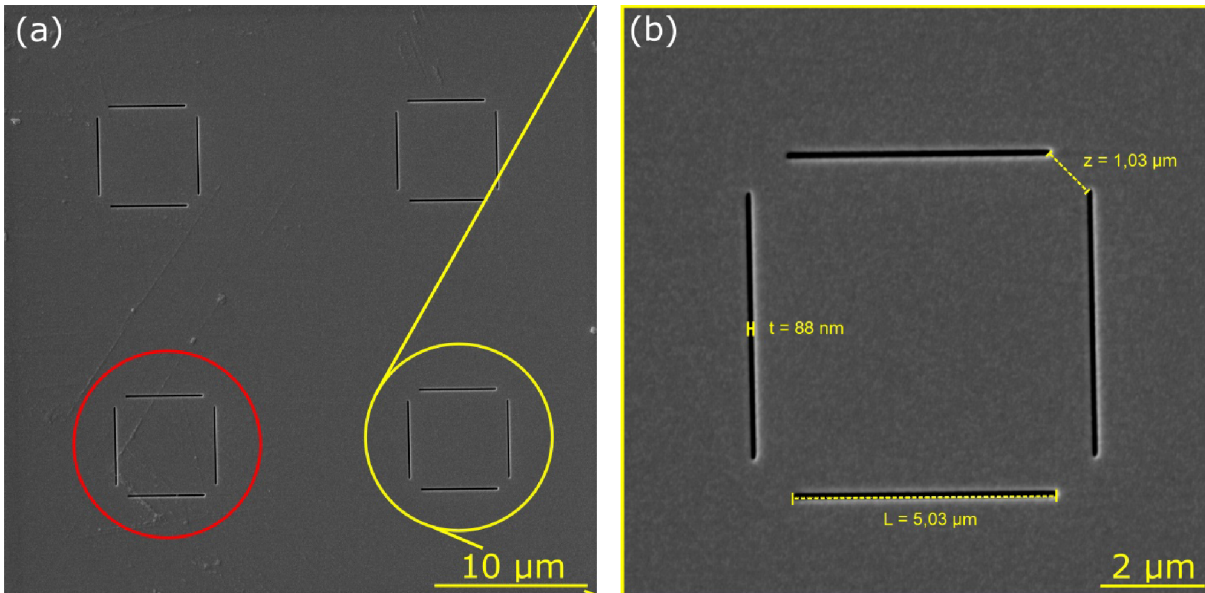
Výsledné čtvercové struktury s délkou strany 5  $\mu\text{m}$  vytvořené v monokrystalu zlata jsou zobrazeny pomocí SEM na obrázku 3.4(a). Na 3.4(b) je vidět obraz stejného monokrystalu získaný z reflexního optického mikroskopu (Witec Alpha 300R), který je umístěn v CEITEC VUT v Brně. Je zde viditelné znečištění vzniklé při čištění vzorku, a proto například červeně označená struktura byla pro další měření zcela nepoužitelná. Z tohoto důvodu jsme se při pozdějším SNOM měření omezili pouze na žlutě označené struktury, na kterých žádné znečištění přítomno nebylo a nemělo tak vliv na šíření ani interferenci SPP.



Obrázek 3.4: Výroba čtvercových struktur na monokrystalu. (a) Čtvercové struktury vytvořené metodou FIB. (b) Obraz vytvořený Ramanovou spektroskopií. Kvůli znečištění byly k dalšímu měření použity jen žlutě označené struktury.

Čtvercové struktury vytvořené na vzorku se zlatou vrstvou, při jejíž výrobě byla použita metoda IBS, jsou ukázány na obrázku 3.5(a). Struktury jsou od sebe navzájem vzdáleny přibližně 15  $\mu\text{m}$ , aby tak nedocházelo k ovlivňování SNOM měření generováním SPP na drážkách sousedních struktur. Pomocí metody IBS jsme nedostali na všech místech povrchu zcela homogenní a neporušenou zlatou vrstvu, proto jsme při dalším SNOM měření nepoužili např. červeně označenou strukturu, v níž se nachází drobné povrchové nerovnosti, které by mohly mít vliv na výsledek měření. Na obrázku 3.5(b) je detail žlutě

označené čtvercové struktury. Délka drážek je přibližně  $L = 5 \mu\text{m}$ , jejich šířka přibližně  $t = 90 \text{ nm}$  a konce jednotlivých drážek čtvercových struktur jsou od sebe navzájem vzdáleny přibližně  $z = 1 \mu\text{m}$ , aby se tak zamezilo nabíjení oblasti uvnitř drážek, ke kterému by docházelo v případě elektrického odizolování plochy mezi spojenými drážkami [18]. Kromě čtvercových struktur o délce strany  $L = 105 \mu\text{m}$  byly pro studium interference SPP vyráběny i drážky o délce strany  $L = 10 \mu\text{m}$ .

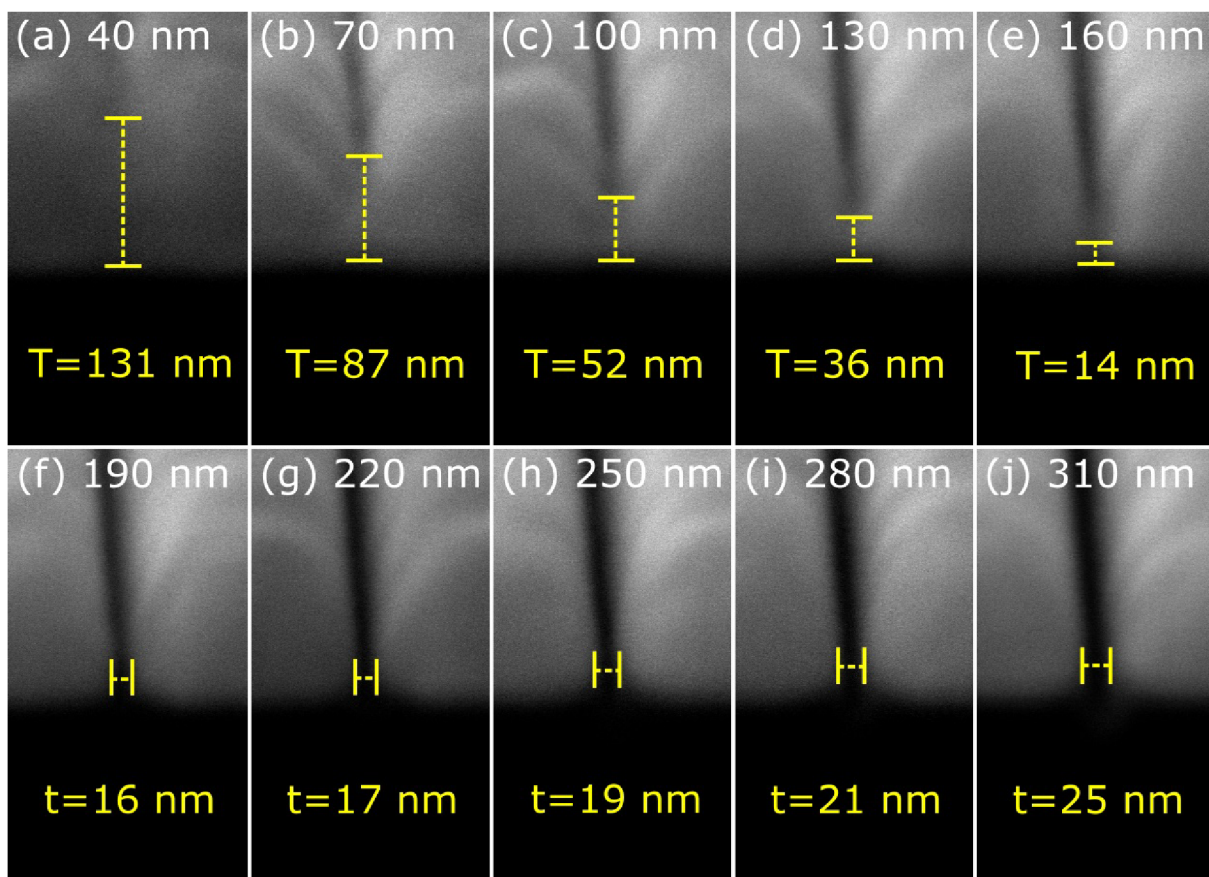


Obrázek 3.5: Výroba čtvercových struktur na vzorku se zlatou vrstvou vytvořenou metodou IBS. (a) Čtvercové struktury jsou od sebe navzájem vzdáleny přibližně  $15 \mu\text{m}$ . (b) Detail žlutě označené čtvercové struktury.

Při výrobě čtvercových struktur bylo používáno stejné nastavení přístroje *dual beam* Tescan LYRA jako při výrobě apertur na SNOM sondách. Z tohoto důvodu byl proveden experiment pro zjištění, při jakém nastavení hloubky leptání dojde k vytvoření drážky skrz  $200 \text{ nm}$  tlustou vrstvou zlata. Nastavení přístroje bylo následující: urychlovací napětí  $30 \text{ kV}$ , iontový proud  $1 \text{ pA}$ , velikost pole  $30 \mu\text{m}$ , nejmenší možná clona svazku (#1)  $10 \mu\text{m}$ , *Exp factor* i *Settle factor* byly ponechány rovny 1 a jako materiál bylo zvoleno zlato, pro které jsou v systému již přednastavené hodnoty.

Bylo tedy vyleptáno celkem 10 drážek s různě nastavenou hloubkou leptání a výsledek je vidět na obrázku 3.6. V horní části každého obrázku je bílým písmem napsána nastavená hloubka leptání, která se u každé další drážky zvyšovala s krokem  $30 \text{ nm}$ ,  $T$  udává tloušťku zlaté vrstvy, která ještě zbývá do úplného průchodu svazku na substrát,  $t$  pak udává šířku drážky na dolním rozhraní mezi zlatou vrstvou a substrátem. Při analýze pomocí SEM byl vzorek natočen o  $77^\circ$ . Horní rozhraní mezi zlatou vrstvou a prostředím nebylo jasně zřetelné, avšak pro tento experiment bylo důležité dolní rozhraní mezi zlatou vrstvou a substrátem, které jde na obrázcích zřetelně rozeznat.

Na (a) až (e) nedošlo k vytvoření drážky skrz zlatou vrstvu, kdežto na (f) až (j) již ano. K průchodu skrz  $200 \text{ nm}$  zlatou vrstvou došlo na (f) při nastavení hloubky leptání  $190 \text{ nm}$ . Je důležité si povšimnout, že při dalším zvyšování hloubky leptání se vytvořená drážka rozšiřovala. To je způsobeno tím, že profil iontového svazku je přibližně gaussovský, a proto je tvar drážek závislý na hloubce leptání.



Obrázek 3.6: Leptání 10 drážek s nastavením hloubky leptání od 40 nm do 310 nm s krokem 30 nm.

Tyto výsledky se dají aplikovat také při vytváření apertur na špičkách SNOM sond, které na sobě mají vrstvu zlata tlustou 130 nm. Na (c) je nastavena hloubka leptání 100 nm: vrstva má tloušťku 200 nm a  $T$  je 52 nm, rozdíl těchto dvou hodnot tedy dává hloubku vyleptané drážky přibližně 150 nm. Toto nastavení by tedy mělo stačit pro vytvoření dostatečně hlubokého otvoru skrz pokovení SNOM sondy, avšak při měření metodou SNOM hrotem s takovou aperturou by byla příliš malá hodnota detekovaného signálu. Navzdory výše uvedeným hodnotám v řádu stovek nm bylo v podkapitole o výrobě apertury 2.4 (str. 25) popsáno, že hloubka leptání byla nastavena v řádu jednotek  $\mu\text{m}$ . Tento rozpor je možné vysvětlit tím, že při správném seřízení stopy iontového svazku o malém proudu nedochází se zvyšující se hloubkou leptání k výraznému rozšíření vytvořeného otvoru.

# Kapitola 4

## Vlastní měření

V této kapitole bude popsána experimentální měřicí sestava SNOM, se kterou bylo provedeno naše měření, a také zde bude popsáno SNOM měření interference SPP vln vybuze-  
ných na čtvercových strukturách s využitím našich vlastních vyrobených hrotů i vzorků.

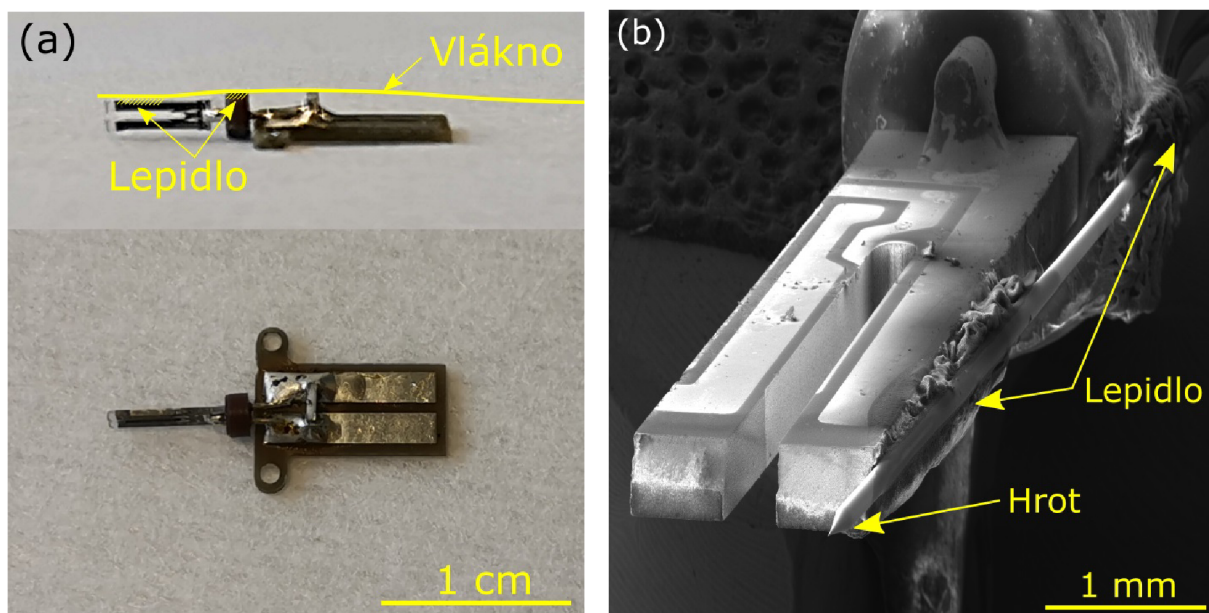
### 4.1. Rezonanční ladička z křemenného krystalu

Před měřením pomocí SNOM sestavy je potřeba hrot nejprve nalepit na rezonanční ladičku z křemenného krystalu (angl. *quartz crystal tuning fork*), která je ukázána na obrázku 4.1(a) a používá se pro zpětnou vazbu při SNOM. Tato ladička se používá především kvůli své přesné a stabilní frekvenční odezvě. Rezonanční frekvence ladičky z křemenného krystalu je 32 768 Hz, tedy přesně  $2^{15}$ , čehož se využívá v hodinářském průmyslu, jelikož se snadno generuje signál s frekvencí 1 Hz pomocí frekvenčních děličů [44]. Další nejbližší oscilační mód se pak nachází na frekvenci 191 kHz, což je frekvence, která byla použita při našem SNOM měření. Přítomnost lepidla a vlákna na ladičce však měla za následek ovlivnění této frekvence, která tak byla mírně odlišná pro různé ladičky s nalepenými hroty a pohybovala se okolo 190 kHz.

Při lepení vlákna na ladičku je nejdříve potřeba zajistit, aby vlákno volně leželo na horní straně ladičky a hrot přesahoval přední okraj ladičky přibližně o 2 mm. Pro přilepení hrotu k ladičce bylo použito speciální vteřinové lepidlo, které bylo pomocí injekční stříkačky nanášeno na vlákno volně ležící na ladičce na dvou místech, jak je vyznačeno na obrázku 4.1(a). Poté bylo vlákem posouváno tak, aby jeho konec přesahoval přes okraj ladičky o přibližně 0,5 mm. Z důvodu tuhnutí lepidla bylo s takto nalepeným hrotem prováděno měření až přibližně 1 den po nalepení, jelikož v průběhu tuhnutí lepidla se mění rezonanční odezva při měření. Na obrázku 4.1(b) je pomocí SEM detailněji zobrazen již nalepený hrot na ladičce. Jsou zde také vyznačena dvě místa, na kterých bylo vlákno na ladičku přilepeno.

### 4.2. Experimentální měřicí sestava SNOM

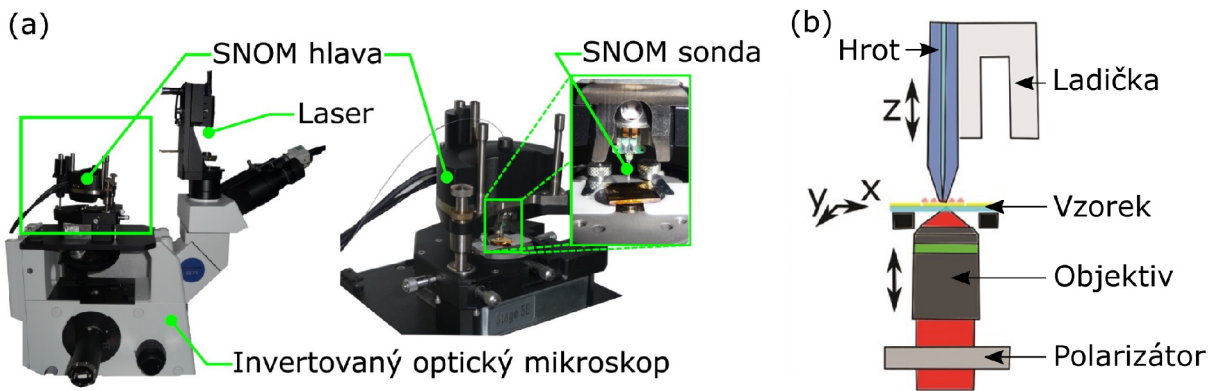
V této podkapitole budou popsány technické specifikace zařízení, které bylo použito při experimentálním měření interference SPP vln. Měření probíhalo na SNOM mikroskopu od firmy NT-MDT (typ NTEGRA Solaris), které je ukázáno na obrázku 4.2(a). Zařízení se skládá z invertovaného optického mikroskopu Olympus IX71, kterým prochází laserový



Obrázek 4.1: (a) Rezonanční ladička z křemenného krystalu, na kterou byly lepeny SNOM hroty. (b) Nalepený hrot na ladičce, zobrazení pomocí SEM.

svazek a pomocí kterého můžeme tento svazek dále fokusovat na vzorek objektivem se zvětšením  $60\times$  a  $NA = 0,9$ . Pro osvit vzorku byl použit He-Ne laser s vlnovou délkou  $632,8\text{ nm}$  a výstupním výkonem  $20\text{ mW}$ . Nad objektivem se pak nachází vzorek, kterým je možno horizontálně v rovině  $xy$  manuálně posouvat pomocí mikrometrických šroubů. Je tak možné měnit pozici plazmonických nanostruktur vůči osvětlujícímu laserovému svazku. Kolmo vzhledem k povrchu vzorku je umístěna ladička s přilepeným SNOM hrotem, která je usazena ve SNOM hlavě. Apertura hrotu tak kmitá podél roviny povrchu vzorku na rezonanční frekvenci přibližně  $190\text{ kHz}$ . Jedná se tedy o transmisní konfiguraci, jelikož osvit vzorku probíhá zespodu a signál blízkého pole je detekován shora. Druhý konec optického vlákna byl zaveden do PMT fotodetektoru (PMT, z angl. *PhotoMultiplier Tube*), pomocí kterého bylo možné získaný signál zesílit použitím  $1500\text{ V}$  a dále zpracovat na PC. Důležitou součástí je pak polarizátor, kterým lze upravovat polarizaci záření dopadající na vzorek a tím přímo ovlivňovat výsledný obrazec interference SPP, jak bylo vysvětleno v podkapitole 1.3 (str. 10). Schéma hlavních část mikroskopu je ukázáno na obrázku 4.2(b). Za účelem snížení vibrací je celý systém umístěn na žulové desce a aktivních piezotlumičích.

Nejdůležitější částí této sestavy je SNOM sonda, kterou bylo rastrováno nad povrchem vzorku ve výšce řádově desetin nanometrů [45]. Taková přesnost je možná díky piezoposuvu, který zajišťuje SNOM hlava. Ladička s vláknem je rozkmitána na rezonanční frekvenci a při přibližování hrotu k vzorku je měřena změna ve fázi kmitů i změna amplitudy. Toto pak slouží jako zpětná vazba pro upravování aktuální výšky hrotu nad vzorkem. Tímto procesem se zamezí srážce hrotu a vzorku, což by mělo za následek poškození nebo úplné zničení hrotu.



Obrázek 4.2: Experimentální měřicí sestava SNOM, na které byla měřena interference SPP vln. (a) Fotografie SNOM mikroskopu od firmy NT-MDT, převzato z [16]. (b) Schéma hlavních částí SNOM mikroskopu, převzato a upraveno z [18].

### 4.3. Měření SNOM

SNOM měření bylo prováděno pomocí zařízení NT-MDT (podkapitola 4.2), kde byly použity vlastní SNOM sondy s třemi různými velikostmi apertur: 50 nm, 100 nm, 200 nm. Účelem bylo změřit rozložení SPP interferenčního obrazce vzniklého na čtvercových nanostrukturách, který by měl být superpozicí dvou interferenčních obrazců odpovídající složce blízkého pole kolmé  $\mathbf{E}_\perp$  nebo rovnoběžné  $\mathbf{E}_\parallel$  s povrchem vzorku, jak bylo ukázáno v teoretické části této práce v podkapitole 1.3 (str. 10). Veškerá data byla zpracována pomocí programu Gwyddion<sup>1</sup>.

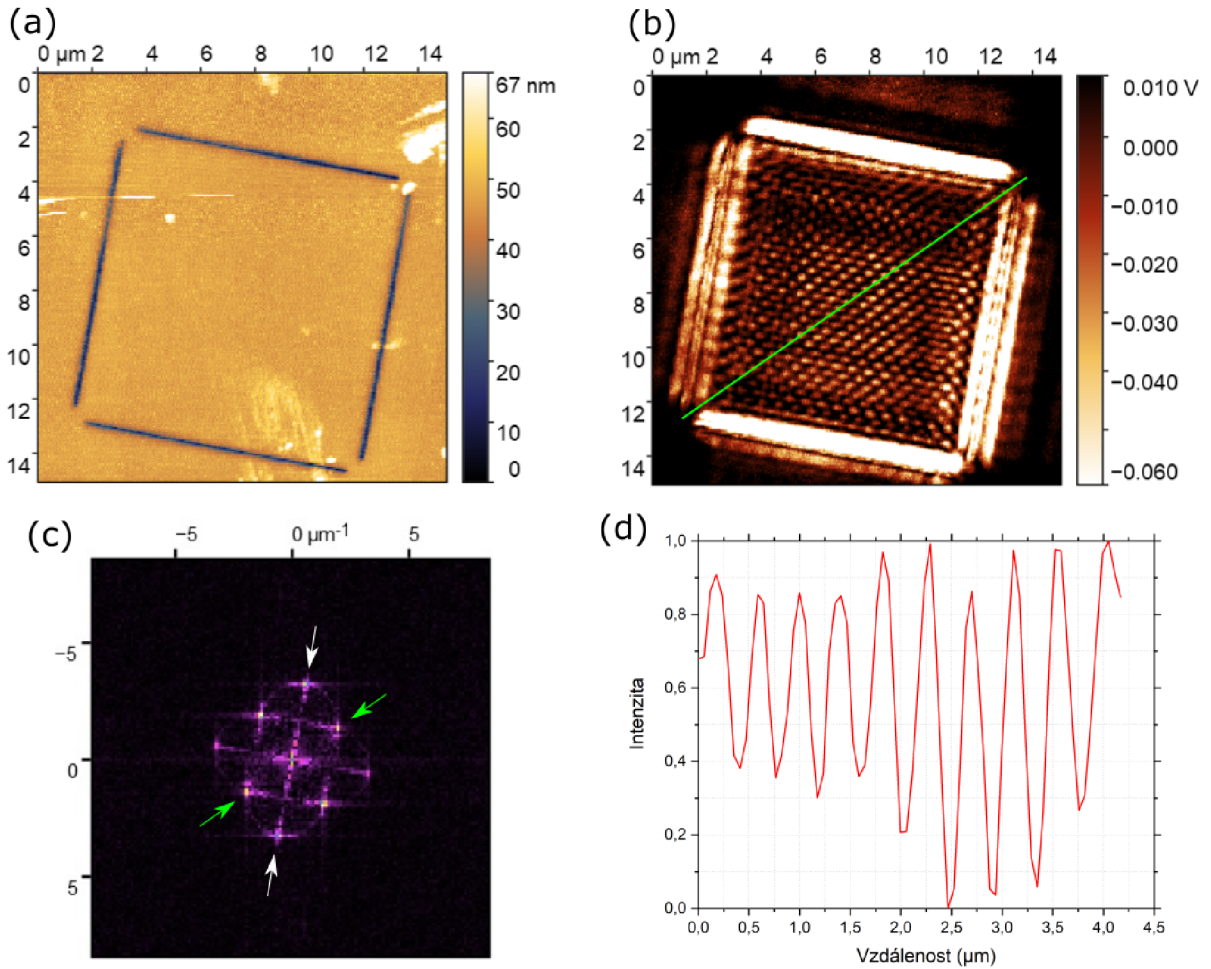
Nejprve budou prezentovány výsledky získané SNOM sondou s aperturou o velikosti 50 nm. Jednou z hlavních výhod SNOM je korelativní měření topografie a rozložení blízkého pole. Obrázek 4.3(a) proto ukazuje topografii interferenční čtvercové struktury a obrázek 4.3(b) pak odpovídá rozložení blízkého pole na této struktuře. Drobný posuv (standardně do 500 nm) mezi topografií a optickou odezvou je způsoben tím, že topografie je detekována nejnižším bodem SNOM sondy (tj. princip AFM detekce topografie), který nekoreluje se středem SNOM apertury. Avšak než přistoupíme ke zkoumání a hodnocení měření, nabízí se relevantní otázka, zda-li se skutečně jedná o blízké pole generované SPP interferencí.

Pro tento argument hovoří hned několik důkazů. Na první pohled je patrný interferenční obrazec vznikající pouze mezi drážkami a nikoliv mimo ně. Toto je první z důkazů, že se skutečně jedná o interferenci SPP vln a ne o difrakci na drážkách, neboť difrakce na drážce by vytvářela optický signál symetricky detekovatelný na obě strany drážek (tedy i mimo čtverec). To, že spatřujeme optický signál v pozici drážek, souvisí právě s vyzářením SPP vln do prostoru nad vzorek způsobeným rozptylem na hranách drážek. Tento efekt byl teoreticky popsán v podkapitole 1.3 (str. 10).

Druhým důkazem, že se jedná o SPP interferenci a blízké pole, je tvar interferenčního obrazce, který zřetelně vytváří kosočtvercový vzor vůči orientaci budících drážek. Tento vzor, jak bylo ukázáno v podkapitole 1.3 (str. 10), koresponduje s SPP interferencí kolmých složek elektrické intenzity  $\mathbf{E}_\perp$ . V případě detekce dalekého pole, a tedy difrakce od štěrbin, by byl vzniklý vzor čtvercový, a tudíž souhlasný s orientací drážek.

<sup>1</sup><http://gwyddion.net>

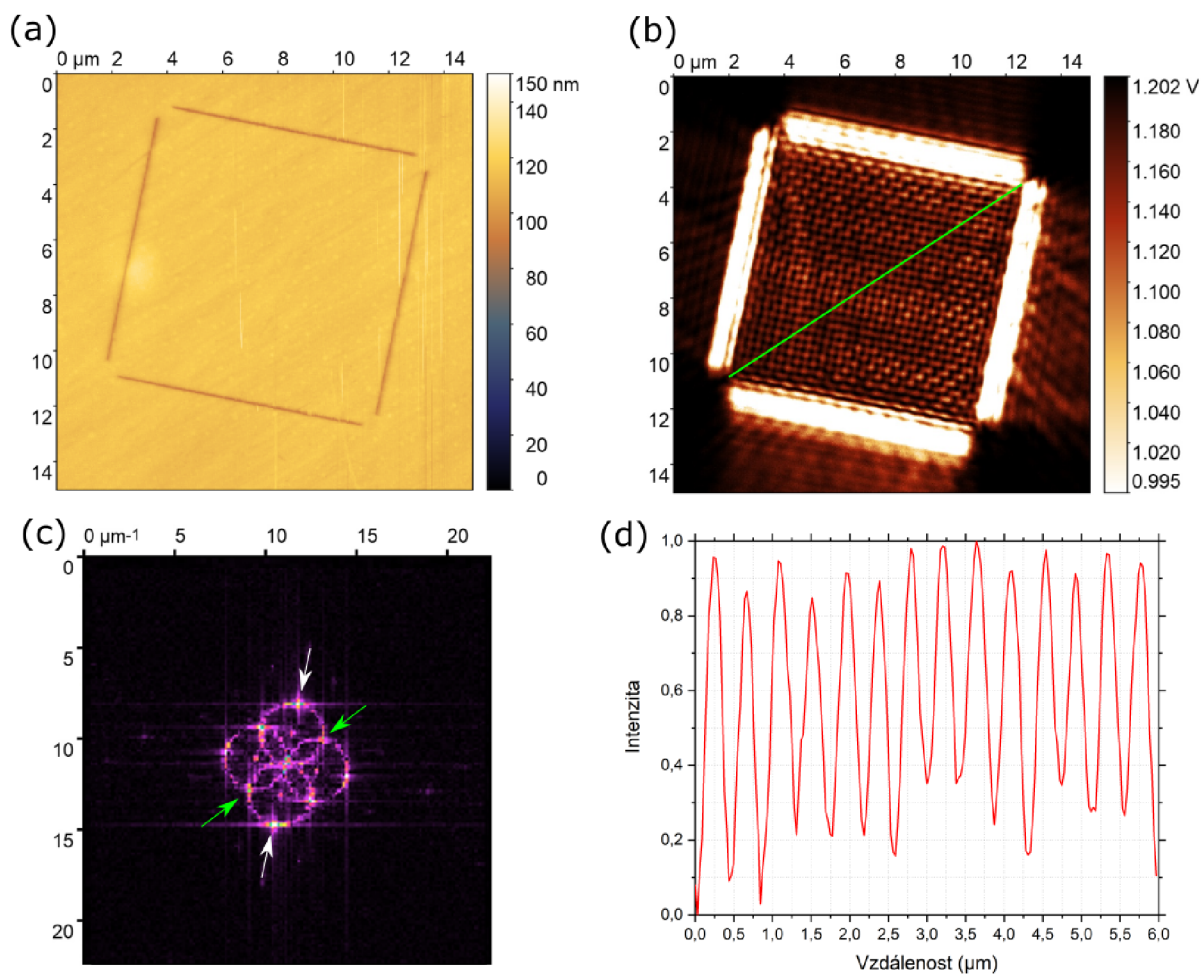




Obrázek 4.3: SNOM měření s hrotem o velikosti apertury 50 nm na čtvercové interferenční struktuře o délce strany 10  $\mu\text{m}$ . (a) Topografie povrchu. (b) Interferenční obrazec v blízkém poli. (c) Výsledek 2D FFT. (d) Znormovaný lineární intenzitní profil maxim, které se nacházejí blízko středu podél hlavní diagonály.

Třetím důkazem je poté kvantitativní analýza a určení vlnové délky SPP vln z naměřeného obrazce, která byla provedena dvěma nezávislými způsoby: průměrováním vzdáleností mezi jednotlivými maximy intenzity a z Fourierovy transformace. Pro určení vzdáleností mezi jednotlivými maximy byl vytvořen lineární intenzitní profil (průměrovaný přes pět sousedních čar) podél hlavní diagonály, která je na obrázku 4.3(b) označena zelenou čarou. Takto získané hodnoty intenzity byly znormovány a vyneseny do grafu na obrázku 4.3(d). Z rozdílů mezi sousedními maximy a následném zprůměrování byla zjištěna hodnota mezi maximy  $x = (429 \pm 7)$  nm, jež koresponduje s vlnovou délkou SPP  $\lambda_{\text{SPP}} = (607 \pm 9)$  nm. Tato hodnota velmi dobře souhlasí s teoretickou hodnotou 603 nm, která odpovídá zlaté vrstvě a vlnové délce použitého osvětlení 632,8 nm (He-Ne laser) [17].

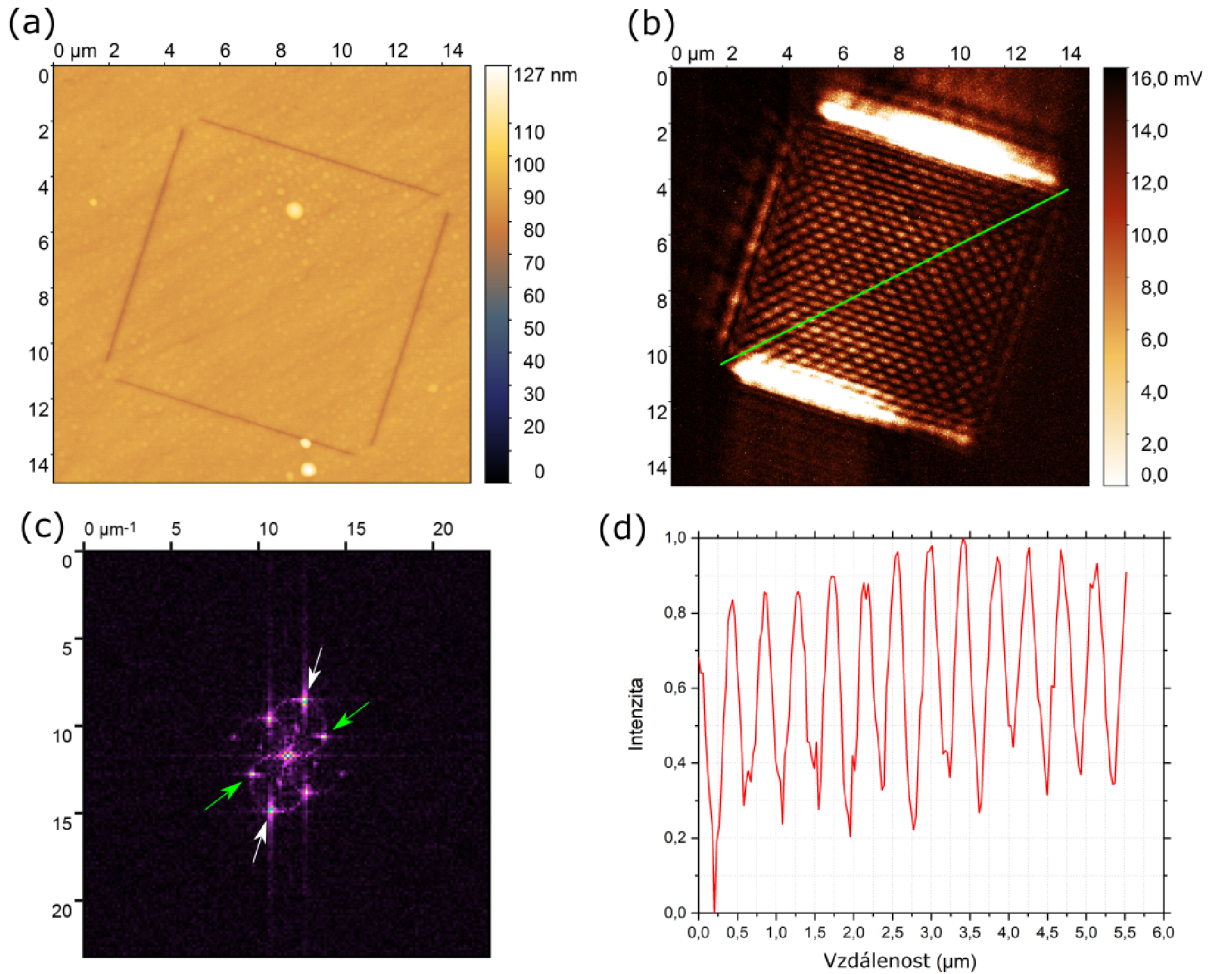
Určení periody prostorové modulace a následné určení vlnové délky SPP lze však statisticky lépe provést pomocí 2D Fourierovy transformace, která v sobě zahrnuje statistiku maxim interferenčního obrazce ve všech směrech. Fourierův obraz naměřeného interferenčního obrazce, který byl extrahován pomocí 2D rychlé Fourierovy transformace (FFT, z angl. *Fast Fourier Transform*), je zobrazeno na obrázku 4.7(c). Je zde vidět několik význačných maxim, které korespondují s prostorovými modulacemi v různých



Obrázek 4.4: SNOM měření s hrotem o velikosti apertury 100 nm na čtvercové interferenční struktuře o délce strany 10  $\mu\text{m}$ . (a) Topografie povrchu. (b) Interferenční obrazec v blízkém poli. (c) Výsledek 2D FFT. (d) Znormovaný lineární intenzitní profil maxim, které se nacházejí blízko středu podél hlavní diagonály.

směrech. Abychom byli konzistentní s výše popsanou kvantitativní analýzou, použijeme pro určení vlnové délky SPP dvě maxima (označeny zelenými šipkami), které odpovídají směru podél hlavní diagonály (tj. ve směru polarizace osvětlení). Z reciproké hodnoty těchto maxim a následné analýzy byla určena hodnota mezi maximy na hlavní diagonále  $x = (425 \pm 8) \text{ nm}$ , která koresponduje s vlnovou délkou SPP  $\lambda_{\text{SPP}} = (601 \pm 8) \text{ nm}$ . Tato statisticky přesnější hodnota tedy lépe odpovídá teoretické hodnotě 603 nm. Dále lze také z Fourierova obrazu použít i maxima označené bílými šipkami, které odpovídají prostoro-ové modulaci ve směru rovnoběžném s drážkami<sup>2</sup>. Analýzou těchto dvou maxim byla získána hodnota  $x' = (301 \pm 7) \text{ nm}$ , což dává  $\lambda_{\text{SPP}} = (602 \pm 8) \text{ nm}$ . Podstatné však je, že všechny tyto experimentální hodnoty jsou menší než vlnová délka použitého laseru a tedy se jistě jedná o interferenční obrazec složený z SPP vln. To, že je chyba všech měření prakticky identická, souvisí s faktem, že výsledný obraz měl při SNOM měření rozlišení  $(512 \times 512) \text{ px}^2$  pro pole o velikosti  $(15 \times 15) \mu\text{m}^2$ .

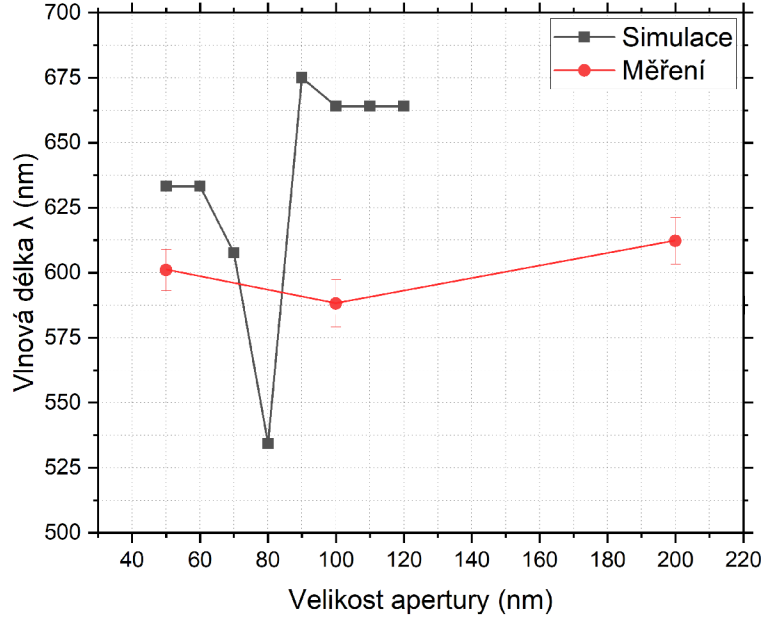
<sup>2</sup>Natočení interferenční struktury na obrázku 4.3(b) je shodné s natočením Fourierova obrazu na obrázku 4.3(c). Zelené šipky tak korespondují se směrem hlavní diagonály a bílé šipky ukazují ve směru rovnoběžném k levé a pravé drážce.



Obrázek 4.5: SNOM měření s hrotem o velikosti apertury 200 nm na čtvercové interferenční struktuře o délce strany  $10\ \mu\text{m}$ . (a) Topografie povrchu. (b) Interferenční obrazec v blízkém poli. (c) Výsledek 2D FFT. (d) Znormovaný lineární intenzitní profil maxim, které se nacházejí blízko středu podél hlavní diagonály.

Nyní se budeme zabývat měřením SNOM sondou s aperturou 100 nm. Měření probíhalo na čtvercové struktuře s délkou strany  $10\ \mu\text{m}$ , jejíž topografie je ukázána na obrázku 4.4(a). Výsledný interferenční obrazec je pak ukázán na obrázku 4.4(b), kde je zeleně opět vyznačena hlavní diagonála. Graf lineárního intenzitního profilu podél této diagonály je pak ukázán na obrázku 4.4(d). Touto metodou byla zjištěna vzdálenost mezi maximy  $x = (425 \pm 9)\ \text{nm}$  a  $\lambda_{\text{SPP}} = (601 \pm 8)\ \text{nm}$ . Na obrázku 4.4(c) je ukázán výsledek Fourierovy transformace, kde z maxim označených zelenými šipkami (hlavní diagonála) dostáváme  $x = (416 \pm 7)\ \text{nm}$  a  $\lambda_{\text{SPP}} = (588 \pm 9)\ \text{nm}$ . Z maxim označených bílými šipkami pak dostáváme  $x' = (300 \pm 7)\ \text{nm}$ , a tedy  $\lambda_{\text{SPP}} = (600 \pm 7)\ \text{nm}$ .

Třetí SNOM sonda, pomocí které jsme zkoumali rozložení blízkého pole mezi čtvercovými drážkami o délce strany  $10\ \mu\text{m}$ , měla průměr apertury 200 nm. Analogicky s předchozím je na 4.5(a) topografie povrchu, na 4.5(b) vzniklý interferenční obrazec, na 4.5(d) intenzitní profil maxim podél hlavní diagonály a na 4.5(c) výsledek Fourierovy transformace. Výsledné hodnoty pak z intenzitního profilu vychází jako  $x = (425 \pm 8)\ \text{nm}$  a  $\lambda_{\text{SPP}} = (601 \pm 8)\ \text{nm}$ . Z Fourierovy analýzy pro maxima označená zelenými šipkami dostáváme  $x = (432 \pm 7)\ \text{nm}$ , a tedy  $\lambda_{\text{SPP}} = (612 \pm 9)\ \text{nm}$ . Nakonec pro maxima označená



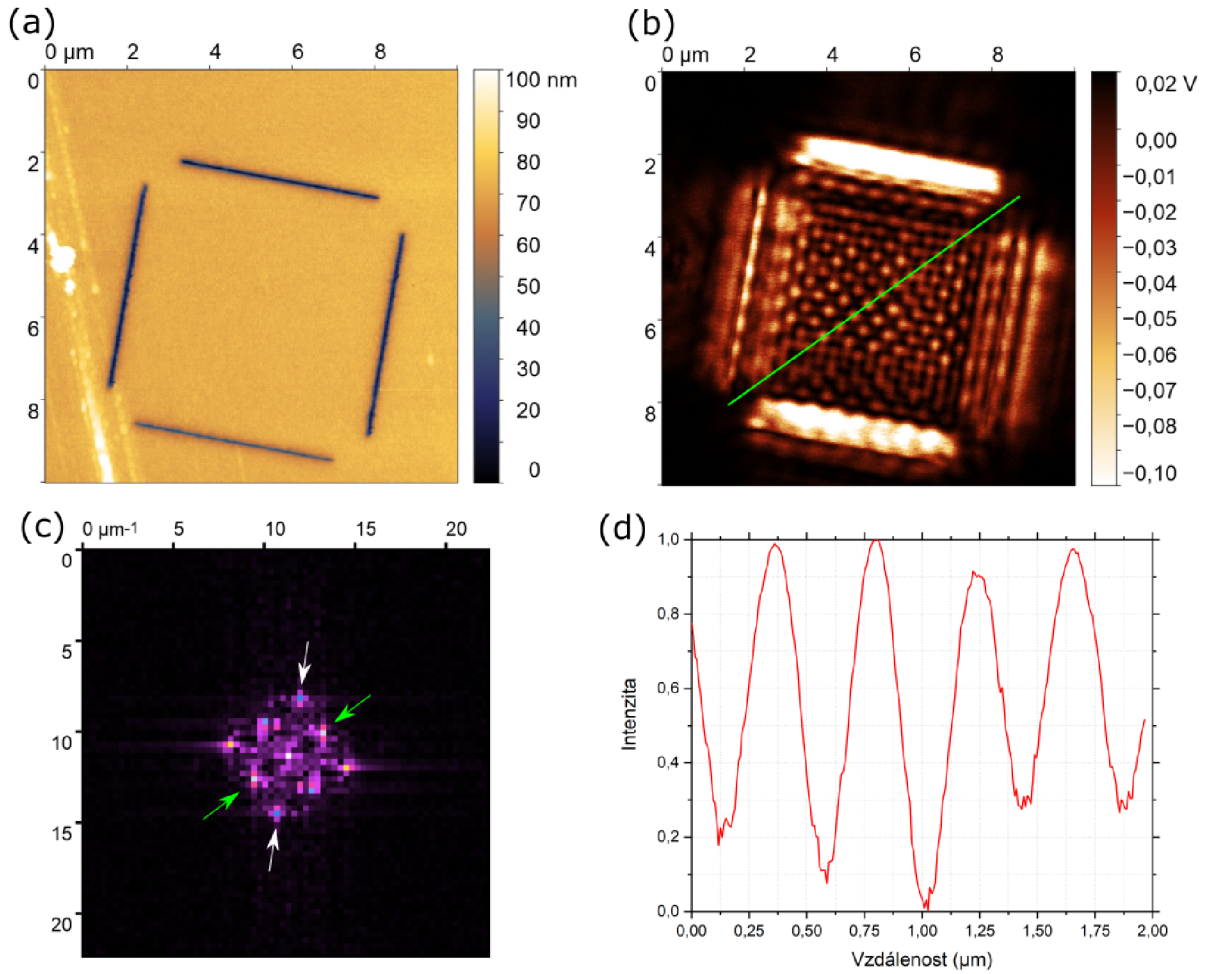
Obrázek 4.6: Simulace vs měření

bílými šipkami vychází  $x' = (301 \pm 8)$  nm, a tudíž  $\lambda_{\text{SPP}} = (603 \pm 8)$  nm. Artefakt<sup>3</sup>, že horní a dolní drážka svítí více než pravá a levá, souvisí s asymetrií detekce způsobenou se směrem rastrování SNOM hrotem, protože při změně směru rastrování z horizontálního na vertikální došlo i k záměně intenzivněji zářících drážek.

Jelikož měření probíhalo na třech hrotech s rozdílnou velikostí apertury, lze vypočítané vlnové délky  $\lambda_{\text{SPP}}$  vyneset do grafu na obrázku 4.6, kde námi naměřená data jsou červenou barvou. V tomto grafu jsou dále černou barvou vynesena data získaná ze simulace, která byla ukázána na obrázku 1.9(c) (str. 15), což byl graf citlivosti SNOM sondy na jednotlivé složky blízkého pole v závislosti na průměru apertury. Z hodnot získaných z této simulace lze vyčíst, že vlnová délka  $\lambda_{\text{SPP}}$  by se měla pro velikost apertury  $D_{kr} \approx 80$  nm zkrátit. Toto zkrácení vlnové délky SPP vlny je patrné i z našich měření, a to pro velikost apertury 100 nm. Výsledky měření tedy přibližně korespondují s teoretickou předpovědí. Jelikož se však jedná o pouhá tři měření, nelze tento výsledek experimentů považovat za potvrzení teorie. Navíc byly při měření použity tři různé hroty, které nemusely mít stejnou geometrii i tloušťkou zlaté vrstvy. Z tohoto důvodu lze tyto výsledky brát pouze jako orientační a bude potřeba provést další experimenty k ověření, nebo vyvrácení této teorie.

Pro studium vlnové délky SPP jsou vhodné námi dosud používané čtvercové interferenční struktury s délkou strany  $10 \mu\text{m}$ , jelikož na této ploše dojde ke vzniku dostatečného počtu interferenčních maxim pro získání statisticky přesné hodnoty  $\lambda_{\text{SPP}}$ . Jak bylo probíráno v podkapitole 1.4 (str. 13), určit citlivost SNOM hrotu na jednotlivé komponenty blízkého pole  $\mathbf{E}_{\perp}$  a  $\mathbf{E}_{\parallel}$  lze díky tomu, že výsledné obrazce jsou vzájemně posunuté. Tedy v centrálním středu čtvercové interferenční struktury se nachází minimum intenzity  $\mathbf{E}_{\perp}$ , zatímco na tom samém místě se nachází naopak maximum intenzity  $\mathbf{E}_{\parallel}$ . Pokud tedy bude SNOM sonda citlivější na jednu z těchto složek, můžeme v přesném středu čtverce detekovat právě jen maximum, nebo minimum této intenzity. K tomu je však potřeba znát přesný střed interferenční struktury. Kvůli zářivosti budících drážek toho lze jen velmi

<sup>3</sup>Z latinského *arte factus*, což znamená *uměle vytvořený*.



Obrázek 4.7: SNOM měření s hrotem o velikosti apertury 50 nm na čtvercové interferenční struktuře o délce strany 5  $\mu\text{m}$ . (a) Topografie povrchu. (b) Interferenční obrazec v blízkém poli. (c) Výsledek 2D FFT. (d) Znormovaný lineární intenzitní profil maxim, které se nacházejí blízko středu podél hlavní diagonály.

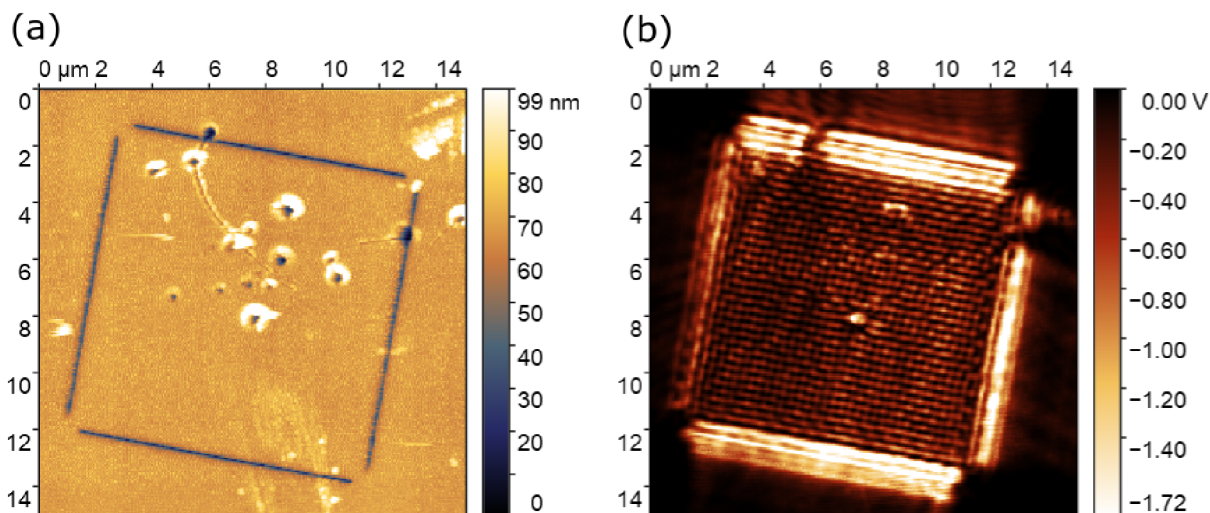
obtížně dosáhnout pomocí detekovaného interferenčního obrazce. Daleko přesnější je tedy určit centrální střed z měření topografie, která probíhá současně s měřením rozložení blízkého pole. Jelikož však jde pouze o určení maxima nebo minima intenzity v centru, stačí jen několik interferenčních maxim v okolí tohoto středu.

Toho lze dosáhnout použitím menší interferenční struktury o délce strany 5  $\mu\text{m}$ , k jejímuž měření byl použit opět hrot s aperturou o velikosti 50 nm. Topografie je ukázána na obrázku 4.7(a) a rozložení blízkého pole na této struktuře je vidět na obrázku 4.7(b). Graf lineárního intenzitního profilu maxim podél hlavní diagonály je ukázán na obrázku 4.7(d), ze kterého vyplývá vzdálenost mezi maximy  $x = (437 \pm 8)$  nm, a tedy  $\lambda_{\text{SPP}} = (618 \pm 8)$  nm. Byla také provedena Fourierova transformace, jejíž výsledek je ukázán na obrázku 4.7(c). Z maxim označených zelenou šipkou (odpovídající směru hlavní diagonály) byla určena vzdálenost mezi maximy  $x = (430 \pm 8)$  nm, z čehož plyne  $\lambda_{\text{SPP}} = (609 \pm 9)$  nm. Z maxim označených bílou šipkou pak vyplývá  $x' = (305 \pm 7)$  nm a  $\lambda_{\text{SPP}} = (610 \pm 8)$  nm.

Při porovnání interferenčního obrazce této struktury například s obrázkem 4.5(b) lze na první pohled vidět, že obrazec se skládá z menšího počtu intenzitních maxim. Díky tomu je však lépe zřetelný samotný střed interferenční struktury a lépe se určuje pozice

hlavní (i vedlejší) diagonály. Pro zjišťování citlivosti SNOM sondy na jednotlivé složky blízkého pole má tedy použití menších čtvercových struktur nesporné výhody. Z důvodu vyhlášení nouzového stavu vládou České republiky však nebylo možné provést všechna potřebná měření v plném rozsahu, a tak v této části byly uvedeny jen dosavadní výsledky bez uspokojivého závěru. Byl zde však také uveden podrobný návod, jak je možné potřebných výsledků dosáhnout. Nicméně z dosavadních měření lze vyvodit i další závěry, kterým se nyní budeme věnovat.

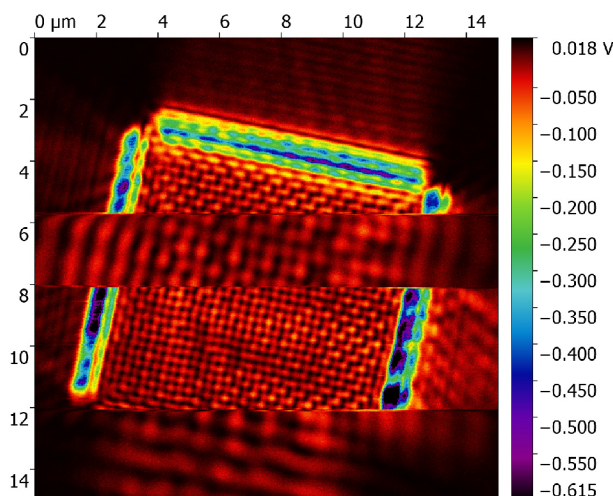
Všechna předchozí měření byla prováděna na zlaté vrstvě, která byla vytvořena IBS depozicí, a to především z důvodu snadnější přípravy vzorků, jak bylo popsáno v podkapitole 3 (str. 30). Při měření na monokrystalu zlata nedocházelo k žádné zjizvitelné odchylce výsledného interferenčního obrazce od zde prezentovaných výsledků, z čehož se dá usuzovat, že změna drsnosti povrchu, po kterém se šíří SPP vlny, není na vzdálenost do 10  $\mu\text{m}$  podstatným faktorem pro změnu interferenčního obrazce. Tato viditelná změna však nastala při přítomnosti větších povrchových nerovností, které jsou ukázány na obrázku 4.8(a). Tyto náhodně rozmístěné nečistoty s blíže nedefinovaným tvarem již měly zjizvitelný vliv na tvar výsledného interferenčního obrazce, který je ukázán na obrázku 4.8(b). Je zde vidět snížení intenzity záření horní a pravé budící drážky z důvodu přítomnosti nečistot přímo na těchto drážkách. Dále je přibližně v centru struktury vidět výrazná deformace interferenčního obrazce a v horní polovině čtverce je pak zřetelná změna periodicity interferenčních maxim z důvodu většího množství nečistot. Dá se tedy učinit závěr, že pro změnu interferenčního obrazce SPP vln je nutná přítomnost jednotlivých struktur o velikosti desítek nm.



Obrázek 4.8: Měření se SNOM sondou s aperturou o velikosti 50 nm na čtvercové interferenční struktuře o délce strany 10  $\mu\text{m}$ . Na této struktuře se nachází náhodně rozmístěné nečistoty s blíže nedefinovaným tvarem.

Pro zviditelnění rozdílu mezi blízkým a dalekým polem je možno během měření (tj. během rastrování) odjet hrotem o několik  $\mu\text{m}$  od povrchu vzorku. Prakticky to lze provést vypnutím zpětné vazby, což způsobí odjetí hrotu pomocí zatažení piezokeramického skeneru. Toto zapínání a vypínání zpětné vazby je možno provést i několikrát, jak je vidět na obrázku 4.9. Zde je na první pohled patrné, že při vypnutí zpětné vazby dojde ze zvětšení prostorové modulace detekovaného optického signálu o několik řádů a z poddifrakčního obrazce se tak stane klasický difrakční obrazec. Navíc je zde demonstrován interferenční

obrazec, který se získá, je-li čtvercová struktura osvětlena nepolarizovaným světlem, kdy je pozorován namísto kosočtvercového vzoru vzor čtvercový [16].



Obrázek 4.9: Srovnání blízkého a dalekého pole v průběhu rastrování pomocí opakovaného vypnutí a zapnutí zpětné vazby.

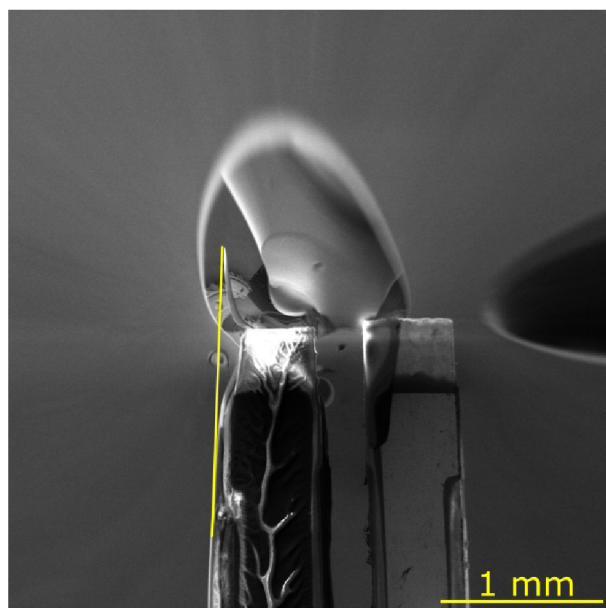
## 4.4. Zvětšování apertury

Citlivost SNOM sondy na jednotlivé složky blízkého elektromagnetického pole je závislá na velikosti apertury dané sondy, jak bylo diskutováno v kapitole 1.4 (str. 13). Jelikož citlivost sondy závisí také na tloušťce jejího pokovení a na její geometrii, je nutné změřit rozdílné interferenční obrazce jedinou SNOM sondou. Toho je principiálně možné dosáhnout tak, že po změření rozložení blízkého pole metodou SNOM je apertura na daném hrotu zvětšena pomocí metody FIB.

Při tomto kroku se postupuje obdobně jako při výrobě apertury v podkapitole 2.4 (str. 25), avšak nyní s tím rozdílem, že hrot je přilepen na rezonanční ladičce. Tento zdánlivý detail má však zcela zásadní vliv na možnost provedení tohoto kroku, kdy dochází k silnému nabíjení hrotu i ladičky z důvodu špatného odvodu přebytečného náboje, jak je ukázáno na obrázku 4.10.

Z tohoto důvodu tedy není možné provést zvětšení apertury na špičce SNOM sondy, která je přilepena na ladičce. Odlepení vlákna od ladičky však představuje nebezpečný krok, ve kterém může velice snadno dojít ke zničení hrotu. V tom případě by však po zvětšení apertury bylo potřeba vlákno opětovně nalepit na ladičku, což je opět proces, ve kterém i při opatrné manipulaci může dojít ke zničení hrotu. Do úvah o zvětšování apertury po změření rozložení blízkého pole je třeba zahrnout i skutečnost, že během rastrování dochází k opotřebování hrotu. Z tohoto důvodu je pro změření citlivosti SNOM sondy pro různé velikosti apertur nutné provádět jen malý počet nejnütnějších měření.

Z výše uvedených důvodů je tedy technická náročnost zvětšení apertury na jedné SNOM sondě velice vysoká. Proto se nabízí řešení, které zahrnuje použití dvou prakticky identických SNOM sond s různou velikostí apertury. Pokovovat hroty lze oba zároveň, čímž se docílí shodné tloušťky zlaté vrstvy na obou hrotech. Stěžejním je však opracování hrotů, díky kterému lze oba hroty upravit do podobného tvaru, a tím zajistit velice podobné fyzikální vlastnosti. Samotné měření pomocí SNOM by pak mělo probíhat nejlépe ve



Obrázek 4.10: SNOM sonda nalepená (zleva) na ladičce, zobrazení v SEM. Je zde vidět deformace obrazu vzniklá špatným odvodem přebytečného náboje. Žlutě je naznačen skutečný tvar nalepené sondy.

stejný den, tedy při zachování stejných vnějších podmínek, aby tak výsledky měření byly co nejméně ovlivněny okolními vlivy. Vytvoření takových dvou sond není jednoduché, avšak technologický postup výroby SNOM sond, který byl prezentovaný v této bakalářské práci, se nabízí jako klíčové řešení tohoto problému.



# Závěr

Tato bakalářská práce byla zaměřena na zkoumání interakce mezi SNOM hrotem a blízkým elektromagnetickým polem, což je stále diskutované téma, na které má vědecká komunita rozdílné názory.

V první kapitole byl podán detailní přehled jednotlivých SNOM technik se zaměřením na techniku c-SNOM, která byla použita při detekci blízkého pole při našich měřeních. Dále zde byl vysvětlen pojem SPP a byl uveden popis jeho šíření na rozhraní kovu a dielektrika. V další části jsme se pak věnovali různým způsobům vybuzení SPP s důrazem na rozptyl na drážkách, který byl použit při buzení SPP v experimentální části této studie, a u kterého byl vysvětlen princip šíření SPP skrz tuto drážku. Hlavní tématem rešeršní studie byl popis interference SPP vybuzených na čtveřici drážek a vznik různých interferenčních obrazců při detekci jednotlivých složek elektrické intenzity. Kapitola pak byla zakončena popisem interakce SNOM hrotu a blízkého elektromagnetického pole s podrobným vysvětlením důvodu získání různých interferenčních obrazců v závislosti na velikosti apertury.

V hlavní části této bakalářské práce jsme se zabývali výrobou vlastních SNOM sond s různým průměrem apertury. Podařilo se navrhnout a optimalizovat technologický postup výroby těchto hrotů, jehož jednotlivé kroky byly podrobně popsány – chemické leptání, opracování metodou FIB, pokovení metodou IBS, výroba apertury. Správné a precizní provedení všech těchto kroků mělo zásadní vliv na výslednou kvalitu vyrobených SNOM sond, které byly poté použity při měření interference SPP vln. Takto navržený a optimalizovaný technologický postup se ukázal jako velice efektivní při výrobě SNOM sond požadované vysoké kvality, přičemž důraz byl kladen především na opakovatelnost výroby, která je považována za stěžejní parametr pro rozšíření možností měření metodou SNOM v nejbližší budoucnosti. Kromě toho zde byly také popsány použité parametry pro iontové leptání metodou FIB, která byla optimalizována vzhledem k přesnější výrobě interferenčních drážek a SNOM apertury.

Dále se tato práce zabývala kvalitou připravovaných interferenčních nanostruktur a jejich vlivem na experimentální výsledky SNOM měření. Bylo zjištěno, že drsnost povrchu nehraje zásadní roli na rozložení SPP interferenčního obrazce a že případné nečistoty na povrchu vzorku či povrchové defekty hrají významnější roli. Navíc bylo ukázáno, že s přihlédnutím k nízké hodnotě imaginární složky dielektrické funkce použitého zlata a tedy i dostatečně dlouhé propagační délce SPP vln vzhledem k velikosti interferenčních nanostruktur lze použít pouze deponované zlato metodou IBS namísto monokrystalů zlata, jejichž příprava trvala dlouhou dobu a tím pádem jejich použití nepřinášelo žádné další zásadní výhody.

V závěru práce byly prezentovány výsledky měření SPP interferenčních obrazců pro jednotlivé SNOM hroty s rozdílnou velikostí apertury. Naměřené výsledky byly kvalita-

tivně a kvantitativně porovnány z daty získanými z numerických simulací (FDTD) a byla dokázána jejich velmi dobrá shoda. Pokusili jsme se zde také vyhodnotit experimentální určení citlivosti SNOM hrotů na jednotlivé komponenty blízkého elektromagnetického pole avšak bez prokazatelně jednoznačného výsledku. Bude tedy nutné získat v budoucnu více experimentálních dat, které snad pomohou tuto citlivost určit.

Závěrem lze tedy konstatovat, že předkládaná bakalářská práce splnila první tři definované cíle: (1) popsat rešeršní studií vzájemnou interakci SNOM hrotu a blízkého pole, (2) vyrobit a optimalizovat SNOM sondy s různými průměry apertur, (3) připravit čtvercové interferenčních nanostruktury pomocí metody FIB. Splnění posledního cíle nebylo možno dostatečně provést vzhledem k nedostatku experimentálních dat, který byl z velké části způsoben nouzovým stavem vyhlášeným vládou České republiky a tedy i příslušného zákazu vstupu do laboratoří.

# Literatura

- [1] SATTLER, Klaus D. *Handbook of nanophysics. 6, Nanoelectronics and nanophotonics*. 2011. ISBN 978-1-4200-7550-2.
- [2] BRONGERSMA, Mark L. a Pieter G. KIK. *Surface plasmon nanophotonics*. Dordrecht: Springer, 2007, 268 s. ISBN 978-1-4020-4349-9.
- [3] GAPONENKO, Sergey V. a Hilmi Volkan DEMIR. *Applied Nanophotonics*. Cambridge University Press, 2018. DOI: 10.1017/9781316535868. ISBN 9781107145504.
- [4] MASTERS, Barry R. Ernst Abbe and the Foundation of Scientific Microscopes. *Optics and Photonics News* [online]. 2007, 18(2), s. 18-23 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1364/OPN.18.2.000018. Dostupné z: <http://www.osa-opn.org/abstract.cfm?URI=opn-18-2-18>
- [5] NOVOTNY, Lukas a Bert HECHT. *Principles of nano-optics*. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2012, 564 s. ISBN 978-1-107-00546-4.
- [6] SYNGE, E. H. XXXVIII. A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* [online]. 1928, 6(35), s. 356–362 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1080/14786440808564615. ISSN 1941-5982. Dostupné z: <https://doi.org/10.1080/14786440808564615>.
- [7] ZAYATS, Anatoly a David RICHARDS. *Nano-optics and near-field optical microscopy*. Artech House, 2009.
- [8] ASH, E. A a G NICHOLLS. Super-resolution Aperture Scanning Microscope. *Nature* [online]. 1972, 237, s. 510–512 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1038/237510a0. ISSN 1476-4687. Dostupné z: <https://doi.org/10.1038/237510a0>
- [9] MASSEY, G. A. Microscopy and pattern generation with scanned evanescent waves. *Applied Optics* [online]. 1984, 23(5), s. 658-660 [cit. 2020-06-26]. DOI:10.1364/AO.23.000658. Dostupné z: <http://ao.osa.org/abstract.cfm?URI=ao-23-5-658>
- [10] POHL, D. W., W. DENK a M. LANZ. Optical stethoscopy: Image recording with resolution /20. *Applied Physics Letters* [online]. 1984, 44(651), s. 651–653 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1063/1.94865. ISSN 0003-6951. Dostupné z: <https://doi.org/10.1063/1.94865>

- [11] BETZIG, E., J. TRAUTMAN, T. HARRIS, J. WEINER, R. KOSTELAK a E. BETZIG. Breaking the diffraction barrier - Optical microscopy on a nanometric scale. *Science* [online]. 1991, 251(5000), s. 1468-1470 [cit. 2020-06-18]. ISSN 0036-8075. Dostupné z: <http://search.proquest.com/docview/25121035>
- [12] WU, Shi-fa. Review of near-field optical microscopy. *Frontiers of Physics in China* [online]. 2006, 1, s. 263–274 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1007/s11467-006-0027-7. ISSN 1673-3606. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s11467-006-0027-7>
- [13] VOBORNIK, Dušan a Slavenka VOBORNIK. Scanning Near-Field Optical Microscopy. *Bosnian Journal of Basic Medical Sciences* [online]. 2008, 8(1), s. 63–71 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.17305/bjbms.2008.3000. Dostupné z: <http://www.bjbms.org/ojs/index.php/bjbms/article/view/3000>
- [14] MAIER, Stefan Alexander. *Plasmonics: Fundamentals and Applications*. New York: NY: Springer US, 2007. DOI: 10.1007/0-387-37825-1. ISBN 9780387331508.
- [15] TUGCHIN, Bayarjargal N. et al. Plasmonic Tip Based on Excitation of Radially Polarized Conical Surface Plasmon Polariton for Detecting Longitudinal and Transversal Fields. *ACS Photonics* [online]. 2015, 2(10) [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1021/acsp Photonics. 5b00339. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/acsp Photonics.5b00339>
- [16] DVOŘÁK, Petr. *Nanofotonika*. [Disertační práce.] Brno: VUT, FSI, 2018. 181 s.
- [17] DVOŘÁK, Petr, Tomáš NEUMAN, Lukáš BRŽINEK, Tomáš ŠAMORIL, Radek KALOUSEK, Petr DUB, Peter VARGA a Tomáš ŠIKOLA. Control and Near-Field Detection of Surface Plasmon Interference Patterns. *Nano Letters* [online]. 2013, 13(6), s. 2558-2563 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1021/nl400644r. ISSN 1530-6984. Dostupné z: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/nl400644r>
- [18] DVOŘÁK, Petr, Zoltán ÉDES, Michal KVAPIL, et al. Imaging of near-field interference patterns by aperture-type SNOM – influence of illumination wavelength and polarization state. *Optics Express* [online]. 2017, 25(14), s. 16560-16573 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1364/OE.25.016560. ISSN 1094-4087. Dostupné z: <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=oe-25-14-16560>
- [19] HAWKES, Peter a John SPENCE. *Springer Handbook of Microscopy* [online]. Springer, 2019 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1007/978-3-030-00069-1. ISBN 978-3-030-00069-1. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/978-3-030-00069-1>
- [20] KAZANTSEV, D. V. et. al. Apertureless near-field optical microscopy. *Physics - Uspekhi* [online]. 2017, 60(3) [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.3367/ufne.2016.05.037817. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/article/10.3367/UFNe.2016.05.037817>
- [21] HILLENBRAND, R. a F. KEILMANN. Material-specific mapping of metal/semiconductor/dielectric nanosystems at 10 nm resolution by backscattering near-field optical microscopy. *Appl. Phys. Letters* [online]. 2002, 80(25), s. 25–27 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1063/1.1428767. ISSN 0003-6951. Dostupné z: <https://doi.org/10.1063/1.1428767>

- [22] WANG, Le a Xiaoji G XU. Scattering-type scanning near-field optical microscopy with reconstruction of vertical interaction. *Nature Communications* [online]. 2015, 6(8973), s. 8973 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1038/ncomms9973. ISSN 2041-1723. Dostupné z: <https://doi.org/10.1038/ncomms9973>
- [23] ROTENBERG, N. a L. KUIPERS. Mapping nanoscale light fields. *Nature Photonics* [online]. 2014, 8, s. 919–926 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1038/nphoton.2014.285. ISSN 1749-4893. Dostupné z: <https://doi.org/10.1038/nphoton.2014.285>
- [24] KITTEL, Charles. *Úvod do fyziky pevných látek*. Praha: Academia, 1985, 598 s.
- [25] ZHANG, Junxi, Lide ZHANG a Wei XU. Surface plasmon polaritons: physics and applications. *Journal of Physics D-applied Physics* [online]. 2012, 45(11) [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1088/0022-3727/45/11/113001. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/45/11/113001>
- [26] LI, Yongqian. *Plasmonic Optics: Theory and Applications* [online]. 2017. [cit. 2020-06-26]. ISBN 9781510607569. Dostupné z: <https://doi.org/10.1117/3.2263757>
- [27] IQBAL, Tahir. Propagation length of surface plasmon polaritons excited by a 1D plasmonic grating. *Current Applied Physics* [online]. 2015, 15(11), s. 1445-1452 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1016/j.cap.2015.08.009. ISSN 1567-1739. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cap.2015.08.009>
- [28] LAMPRECHT, B., J. R. KRENN, G. SCHIDER, et al. Surface plasmon propagation in microscale metal stripes. *Applied Physics Letters* [online]. 2001, 79(51), s. 51-53 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1063/1.1380236. ISSN 0003-6951. Dostupné z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1380236>
- [29] KRETSCHMANN, E. a H. RAETHER. Notizen: Radiative Decay of Non Radiative Surface Plasmons Excited by Light. *Zeitschrift für Naturforschung A* [online]. 1968, 23(12), s. 2135–2136 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1515/zna-1968-1247. Dostupné z: <https://www.degruyter.com/view/journals/zna/23/12/article-p2135.xml>
- [30] OTTO, Andreas. Excitation of nonradiative surface plasma waves in silver by the method of frustrated total reflection. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and nuclei* [online]. 1968, 216, s. 398–410 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1007/BF01391532. ISSN 0939-7922. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/BF01391532>
- [31] HECHT, B., D. W. POHL, L. NOVOTNY, H. BIELEFELDT a Y. INOUE. Local Excitation, Scattering, and Interference of Surface Plasmons. *Physical review letters* [online]. 1996, 77(9), s. 1889–1892 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1103/PhysRevLett.77.1889. Dostupné z: <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.77.1889>
- [32] ZIA, Rashid a Mark L. BRONGERSMA. Surface plasmon polariton analogue to Young’s double-slit experiment. *Nature Nanotechnology* [online]. 2007, 2, s. 426–429 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1038/nnano.2007.185. Dostupné z: <https://doi.org/10.1038/nnano.2007.185>

- [33] NEUMAN, Tomáš. *Studium vlastností povrchových plazmonových polaritonů pomocí rastrovací optické mikroskopie v blízkém poli*. [Bakalářská práce.] Brno: VUT, FSI, 2012, 62 s.
- [34] Thorlabs [online]. 2002 [cit. 2020-06-26]. Dostupné z: <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=630HP>
- [35] TURNER, Dennis R. *Etch procedure for optical fibers*. 1984. 4,469,554. Zapsáno 4.9.1984. Dostupné také z: <https://patentimages.storage.googleapis.com/38/a5/a6/74d6b770568455/US4469554.pdf>
- [36] KAUFMAN, H. R., J. J. CUOMO a J. M. E. HARPER. Technology and applications of broad-beam ion sources used in sputtering. Part I. Ion source technology. *Journal of Vacuum Science and Technology* [online]. 1982, 21(3), s. 725-736 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1116/1.571819. ISSN 0022-5355. Dostupné z: <http://avs.scitation.org/doi/10.1116/1.571819>
- [37] Kaufman foto. In: *IPE Immanuel* [online]. [cit. 2020-06-26]. Dostupné z: [http://immanuel.fme.vutbr.cz/Laboratory/wiki/index.php/File:Kaufman\\_foto.jpg](http://immanuel.fme.vutbr.cz/Laboratory/wiki/index.php/File:Kaufman_foto.jpg)
- [38] ŠAMOŘIL, Tomáš. *Aplikace fokusovaného iontového a elektronového svazku v nanotechnologiích*. [Disertační práce.] Brno: VUT, FSI, 2015, 126 s.
- [39] KUBÍNEK, Roman, Klára ŠAFÁŘOVÁ a Milan VŮJTEK. *Elektronová mikroskopie* [online]. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2011, 50 s. [cit. 2020-06-26]. ISBN 978-80-244-2739-3. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/pro-studenty/elektronova-mikroskopie>
- [40] RADHA, B. a G. U. KULKARNI. A Real Time Microscopy Study of the Growth of Giant Au Microplates. *Crystal Growth & Design* [online]. 2011, 11(1), s. 320–327 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1021/cg1015548. ISSN 1528-7483. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/cg1015548>
- [41] OLIVÍKOVÁ, Gabriela. *Depozice cínem dopovaného oxidu inditého a výzkum jeho optických vlastností*. [Bakalářská práce.] Brno: VUT, FSI, 2015, 47 s.
- [42] TOMPKINS, Harland G. a Eugene A. IRENE. *Handbook of Ellipsometry*. New York: William Andrew Publishing, 2005, 855 s. ISBN 0-8155-1499-9.
- [43] OLMON, Robert L., Brian SLOVICK, Timothy W. JOHNSON, David SHELTON, Sang-Hyun OH, Glenn D. BOREMAN a Markus B. RASCHKE. Optical dielectric function of gold. *Physical Review B* [online]. 2012, 86(23) [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1103/PhysRevB.86.235147. ISSN 1098-0121. Dostupné z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.86.235147>
- [44] FRIEDT, J.-M. a É. CARRY. Introduction to the quartz tuning fork. *American Journal of Physics* [online]. 2007, 75(5), s. 415-422 [cit. 2020-06-26]. DOI: 10.1119/1.2711826. ISSN 0002-9505. Dostupné z: <http://aapt.scitation.org/doi/10.1119/1.2711826>
- [45] *NTEGRA Solaris* [online]. 2007 [cit. 2020-06-26]. Dostupné z: [http://www.optophas.com/Brochure/nt%20mdt/98\\_ntegra\\_solaris.pdf](http://www.optophas.com/Brochure/nt%20mdt/98_ntegra_solaris.pdf)

# Seznam zkratek

AFM	Atomic Force Microscopy
a-SNOM	aperture-type Scanning Near-field Optical Microscopy
BSE	BackScattered Electrons
FIB	Focused Ion Beam
HV	High Vacuum
IBS	Ion Beam Sputtering
ITO	Indium Tin Oxide
nc-AFM	non-contact Atomic Force Microscopy
PMT	PhotoMultiplier Tube
SE	Secondary Electrons
SEM	Scanning Electron Microscopy
SNOM	Scanning Near-field Optical Microscopy
SPM	Scanning Probe Microscopy
SPP	Surface Plasmon Polariton
s-SNOM	scattering-type Scanning Near-Field Optical Microscopy