



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



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

METODY SPM ZALOŽENÉ NA SONDÁCH VYROBENÝCH Z KŘEMENNÉHO REZONÁTORU

SPM METHODS BASED ON THE QUARTZ RESONATOR PROBES

DIZERTAČNÍ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. PAVEL WERTHEIMER

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. TOMÁŠ ŠIKOLA, CSc.

Abstrakt

Dizertační práce je zaměřena na vývoj systémů mikroskopů s rastrující sondou, zejména na vývoj a implementaci technologie sond založených na křemenných rezonátorech. Sondy založené na křemenných rezonátorech mají v porovnání s běžnými křemíkovými cantilevery několik výhod. Jsou to především jejich speciální mechanické parametry a možnost elektrického vyčítání signálu odpovídajícího průhybu raménka. Díky elektrickému vyčítání lze sondy založené na křemenných rezonátorech snadno implementovat i do komplexnějších SPM aparatur. Práce pojednává o vývoji elektroniky univerzálního, jednoduše upravitelného řídicího systému pro měření SPM. Systém obsahuje komerční řídicí a oscilační jednotku, ostatní elektronické prvky (např. VN zesilovač a předzesilovače signálů pro měření SPM) jsou předmětem vývoje popsaného v této dizertační práci. Dále je v práci prezentován vývoj systému mikroskopu UHV LT SPM se sondou qPlus, který byl uskutečněn na Universität Hamburg. V rámci jeho vývoje byl navržen předzesilovač určený pro práci na teplotách kapalného helia. Třetím tématem dizertační práce je implementace technologie qPlus do mikroskopu UHV VT SPM určeného pro práci v UHV komoře s elektronovým rastrovacím mikroskopem. Navrženy byly sondy qPlus a univerzální předzesilovač pro zpracování signálů z křemenných rezonátorů. Na všech vyvinutých systémech byla provedena testovací měření.

Summary

The thesis is focused on development of scanning probe microscope systems, especially development and implementation of quartz resonator probes. The quartz resonator probes, compared to the standard silicon cantilevers, have several advantages. It is in particular their mechanical properties and possibility of direct electrical readout of the deflection signal. Due to the fact, the probes are easy to implement even into more complex SPM systems. The thesis deals with development of universal and open SPM control system electronics. The electronics consist of the commercial SPM control and oscillation units, the development of the other electronic parts (such as the high voltage amplifier and the preamplifier units) is described in the thesis. Further, the thesis reports on development of the qPlus UHV LT SPM microscope system that was carried out at Universität Hamburg. Part of it was development of the qPlus preamplifier able to operate at liquid helium temperature. The third topic of the thesis is the implementation of qPlus technology into the UHV VT SPM microscope suitable to operate in situ with a scanning electron microscope. The qPlus sensors and the universal UHV preamplifier were designed and manufactured. Test measurements were conducted on all of the developed systems.

Klíčová slova rastrovací sondová mikroskopie, mikroskop qPlus, křemenná ladicí vidlička, sonda qPlus, elektronika SPM, předzesilovač

Keywords

scanning probe microscopy, qPlus microscope, quartz tuning fork, qPlus sensor, SPM electronics, preamplifier

WERTHEIMER, P. *Metody SPM založené na sondách vyrobených z křemenného rezonátoru*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 90 s. Vedoucí doktorské disertační práce prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.

Prohlašuji, že jsem předloženou dizertační práci vypracoval samostatně pod odborným vedením mého školitele a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené dizertační práce dále prohlašuji že v souvislosti s vytvořením této práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

Ing. Pavel Wertheimer

Na tomto místě bych rád poděkoval prof. RNDr. Tomáši Šikolovi, CSc. za odborné vedení a podporu po celou dobu mého doktorského studia, Ing. Davidu Škodovi, Ph.D., RNDr. Libuši Dittrichové, Dr. a prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D. za četné konzultace a rady. Dále bych chtěl poděkovat kolegům Ing. Zdeňku Nováčkovi, Ph.D., Ing. Daliboru Šulcovi, Ing. Michalu Paverovi a Ing. Janu Neumanovi, Ph.D. za spolupráci, četné nápady a připomínky. Dík patří také moji rodině a přátelům za jejich podporu.

Ing. Pavel Wertheimer

Obsah

Obsah	1
Úvod	3
1 Rastrovací sondová mikroskopie	5
1.1 Rastrovací tunelovací mikroskopie	6
1.1.1 Režimy měření STM	7
1.2 Mikroskopie atomárních sil	8
1.2.1 Statický mód AFM	8
1.2.2 Dynamický mód AFM	11
2 Sondy založené na křemenném rezonátoru	17
2.1 Vlastnosti sond pro dynamický mód AFM	17
2.2 Křemenná ladicí vidlička	20
2.3 Sonda qPlus	22
2.4 Sonda Akiyama	23
3 Technologie SPM	25
3.1 Hardware mikroskopu	25
3.1.1 Makroposuv	25
3.1.2 Skener	26
3.1.3 Tlumení mechanických vibrací	27
3.1.4 Sonda	28
3.2 Elektronika	29
3.2.1 Řídicí jednotka	30
3.2.2 Oscilační jednotka	31
3.2.3 Vysokonapěťový zesilovač	31
3.2.4 Předzesilovače měřených signálů	31
3.3 Řídicí software	32
4 Vývoj elektroniky pro řízení rastrovacího sondového mikroskopu	33
4.1 Řídicí jednotka	34
4.2 Vysokonapěťový zesilovač a napěťový zdroj	34
4.3 Kombinovaný předzesilovač STM/AFM – optická detekce	38
4.4 Oscilační jednotka	41
4.5 Kombinovaný předzesilovač STM/AFM – piezoelektrické sondy	42
5 Vývoj systému SPM se sondou qPlus na Universität Hamburg	45
5.1 Mikroskop	45
5.1.1 Hardware	46
5.1.2 Elektronika a software	49
5.2 Testovací měření	54

6 Implementace technologie qPlus do UHV VT SPM systému na VUT	57
6.1 Mikroskop SPM	58
6.2 UHV předzesilovač	59
6.2.1 Návrh elektroniky UHV předzesilovače	60
6.2.2 Transimpedanční zesilovače	62
6.2.3 Výroba předzesilovače	63
6.2.4 Testování vyvíjeného UHV předzesilovače	65
6.3 Sonda qPlus	66
6.3.1 Konstrukce sondy qPlus	66
6.3.2 Výroba sondy qPlus	67
6.3.3 Testy vyrobených sond qPlus	68
6.4 Testy mikroskopu UHV VT SPM se sondou qPlus	70
6.4.1 Testovací měření při atmosférických podmínkách	71
6.4.2 Testovací měření se sondou qPlus ve vysokém vakuu	75
Závěr	79
Literatura	83
Seznam použitých zkratk a symbolů	89

Úvod

Rastrovací sondová mikroskopie (Scanning Probe Microscopy¹ – SPM) je poměrně nová mikroskopická technika, která získává zvětšený obraz zaznamenáváním dat při rastrování sondou v blízkosti povrchu vzorku. Tato data postupně vyplňují dvourozměrnou matici – vzniká obraz. Hodnoty v této matici odpovídají velikosti měřené veličiny. Takto se měří např. topologie povrchu vzorku. Obraz, který techniky SPM poskytují, je zobrazením v přímém prostoru (nikoli v reciprokém jako je tomu u difrakčních metod). Běžně používané velikosti zorného pole se pohybují v řádech od stovek mikrometrů až po jednotky nanometrů. Mikroskopy SPM se řadí mezi zobrazovací metody s nejvyšším rozlišením (především vertikálním, ale i laterálním), dokáží např. zobrazit i struktury v rámci jednoho atomu [1].

Prvním realizovaným zástupcem SPM byl v roce 1982 *rastrovací tunelovací mikroskop* (Scanning Tunneling Microscope – STM²), zkonstruoval jej výzkumný tým IBM v Žürichu, který vedl Gerd Binnig a Heinrich Rohrer [2]. Oba zmínění vědci za tento vynález dostali v roce 1986 Nobelovu cenu za fyziku. Sondou mikroskopu STM tvoří miniaturní elektricky vodivý ostrý hrot, na jehož špičce je v ideálním případě pouze jediný atom. Snímanou veličinou je elektrický proud, který prochází (tuneluje) z povrchu vodivého vzorku na hrot přes izolující vrstvičku (ve většině případů vakuová nebo vzduchová mezera). Skutečnost, že snímanou veličinou je přímo elektrický signál (i když velice slabý) činí konstrukci mikroskopu relativně jednoduchou, což je důvod, proč právě STM byl prvním postaveným mikroskopem SPM.

V průběhu osmdesátých let došlo k velkému rozvoji na poli SPM, který pokračuje až doposud. V rámci tohoto vývoje se podařilo dosáhnout významných výsledků, jako je např. zobrazování povrchu a krystalových struktur na povrchu u některých látek s atomárním rozlišením [3, 4, 5], či manipulace s jednotlivými atomy a vytváření atomárních struktur na povrchu vzorku [6]. Hlavním přínosem tohoto rozvoje jsou však objevy nových technik a sond pro měření SPM. V dnešní době se počet známých technik rozrostl na několik desítek [7]. Mezi nejpoužívanější a nejobsáhlejší techniky SPM patří především STM a *mikroskopie atomárních sil* (Atomic Force Microscopy – AFM), oběma se bude tato práce zabývat.

Předmětem této dizertační práce je vývoj mikroskopů SPM na Ústavu fyzikálního inženýrství (ÚFI) na Fakultě strojního inženýrství, VUT v Brně. Konkrétněji na vývoj technologie mikroskopů SPM a implementaci technik STM a AFM se zaměřením na sondy založené na křemenných rezonátorech. Cíle jsou rozděleny do tří celků podle konkrétních řešených projektů a podrobněji budou rozebrány v následujících odstavcích.

První projekt se zabývá vývojem univerzálního řídicího systému pro experimenty SPM. Řídicí systém je vyvíjen jako univerzální a použitelný pro jakýkoli mikroskop SPM, jeho součástí jsou veškeré potřebné prvky jako řídicí jednotka, vysokonapěťový zesilovač, na-

¹I v dnešní době, 30 let po objevu SPM mikroskopu, je pro používání a interpretaci naměřených dat nutností dostatečná znalost problematiky, a protože veškeré používané názvosloví pochází z vědecké (anglofonní) sféry, budou proto v této práci některé technické termíny a zkratky uváděny v angličtině.

²Zkratka STM se používá pro *Scanning Tunneling Microscope* i *Scanning Tunneling Microscopy*, tedy pro rastrovací tunelovací mikroskop (zařízení) i rastrovací tunelovací mikroskopii (techniku) respektive. Stejně tak se používají i ostatní podobné zkratky, např. SPM, AFM, atd.

ÚVOD

pájecí jednotka, oscilační jednotka, předzesilovače měřených signálů apod. Celý systém je budován s důrazem na univerzálnost a jednoduchou upravitelnost pro použití s různými mikroskopy SPM a na měření různých technik SPM. Systém je vyvíjen a provozován na ÚFI.

Druhý projekt se zabývá vývojem mikroskopu qPlus AFM/STM vhodného pro měření v ultravysokém vakuu (Ultra High Vacuum – UHV), nízkých teplotách (kapalného helia) a silných magnetických polích. Vývoj tohoto mikroskopu probíhal na univerzitě v Hamburku (Universität Hamburg, Německo) a bude dále používán na univerzitě v Nijmegenu (Radboud Universiteit Nijmegen, Nizozemsko) ve skupině Prof. A. Khajetoorianse.

Třetím projektem je vývoj a implementace technologie qPlus do mikroskopu SPM vhodného pro simultánní měření s rastrovacím elektronovým mikroskopem v podmínkách UHV s možností chlazení vzorku průtokovým kryostatem. Mikroskop je vyvíjen na ÚFI³. V rámci implementace byl vyvinut předzesilovač vhodný pro práci v UHV (zabudovaný přímo v těle mikroskopu).

Dizertační práce je rozdělena na teoretickou a praktickou část. Teorie je popsána v prvních třech kapitolách. Praktická část je rozdělena opět podle jednotlivých projektů, taktéž do tří kapitol seřazených chronologicky podle data jejich uskutečnění.

³Na projektech vyvíjených na ÚFI spolupracuje celá skupina mikroskopie atomárních sil, jmenovitě: Tomáš Šíkola, Jan Neuman, Zdeněk Nováček, Dalibor Šulc a Michal Pavera.

1. Rastrovací sondová mikroskopie

Mikroskopie rastrující sondou je vedle mikroskopie optické a elektronové jedním ze tří nejrozsáhlejších a nejrozšířenějších odvětví současné mikroskopie. Principiálně se však od dvou předchozích velice odlišuje. Základem technologie SPM je interakce mezi zkoumaným vzorkem (jeho povrchem) a sondou coby nástrojem mikroskopu. Tato interakce je zkoumána v tzv. blízkém poli, tzn. že vzdálenost vzorku a sondy je menší než 100 nm. Při takovémto vzájemném přiblížení odpadají problémy, které omezují rozlišení mikroskopie dalekého pole, což je především difrakce. Nevýhodou však je, že v blízkém poli můžeme o vzorku získat pouze lokální informaci, takže pro získání celého dvourozměrného obrazu musíme sondou nad povrchem vzorku rastrovat a zaznamenávat data postupně v každém bodě rastru.

V závislosti na typu snímané interakce (fyzikální veličiny) nebo na konstrukci sondy rozlišujeme různé techniky mikroskopie SPM. Od vzniku SPM v roce 1982 až do současnosti se jejich počet velice rozrostl, hlavními zástupci však stále zůstávají rastrovací tunelovací mikroskopie a mikroskopie atomárních sil. Měřenou interakcí u AFM jsou síly atomárního původu působící mezi ostrým hrotem a vzorkem.

Jako další příklady měřených interakcí a z toho vyplývajících technik SPM mohou být uvedeny následující metody:

- měření šumového tunelovacího proudu (bez použití předpětí) – Scanning Noise Microscopy (SNM),
- měření kapacity mezi sondou a vzorkem – Scanning Capacitance Microscopy (SCM),
- měření STM se zmagnetovaným hrotem – Spin-Polarized Scanning Tunneling Microscopy (SP-STM),
- měření lokální teploty/tepelné vodivosti – Scanning Thermal Microscopy (SThM),
- měření světelného signálu v blízkém poli – Scanning Near-Field Optical Microscopy (SNOM), atd.

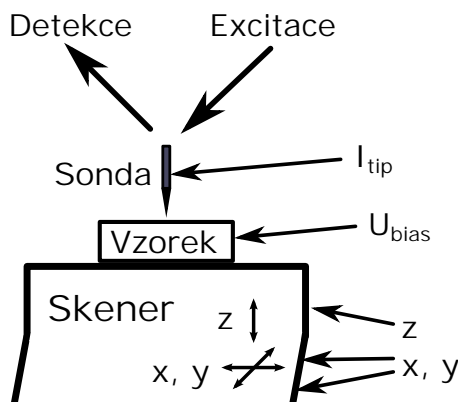
a dále metody podobné AFM, neboli metody rastrovací silové mikroskopie (Scanning Force Microscopy – SFM):

- měření laterálních (atomárních) sil – Lateral Force Microscopy (LFM),
- měření elektrostatických sil – Electrostatic Force Microscopy (EFM),
- měření magnetických sil – Magnetic Force Microscopy (MFM),
- měření povrchového potenciálu – Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM) atd.

Mikroskopy SPM se podle měřené techniky mohou lišit jak v konstrukci, tak použitou měřicí elektronikou. Na obrázku 1.1 je znázorněno obecné schéma mikroskopu SPM, konkrétní mikroskopy pak podle měřené techniky některé prvky nevyužívají. Měřený vzorek je umístěn na skeneru, který umožňuje pohyb do stran (použit pro rastrování) a pohyb vertikální (směr k/od vzorku). Na vzorek může být přiloženo napětí (tzv. předpětí – bias

1.1. RASTROVACÍ TUNELOVACÍ MIKROSKOPIE

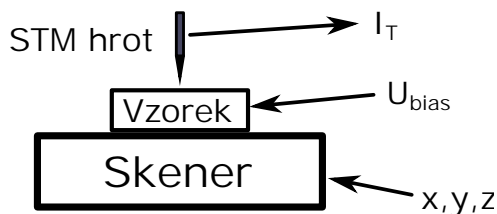
voltage U_{bias}) a můžeme měřit proud I_{tip} procházející elektrickým obvodem hrot-vzorek. Samotná sonda může být excitována a odezva na sondě detekována, konkrétní typ excitace a detekce se může velice odlišovat. Závisí na užití technice SPM a na typu sondy, více bude uvedeno u jednotlivých technik dále.



Obrázek 1.1: Obecné schéma mikroskopu SPM se všemi použitelnými prvky, konkrétní typy mikroskopů (podle měřené techniky, či použité sondy) nemusí vždy využít všechny.

1.1. Rastrovací tunelovací mikroskopie

Jak už bylo uvedeno, STM je technicky nejjednodušší technika měření SPM. Na obrázku 1.2 je schéma mikroskopu STM. Kromě skeneru, který je pro všechna měření SPM nezbytný, potřebujeme přiložit předpětí na vzorek a měřit tunelovací proud procházející přes hrot do vzorku. Právě tunelovací proud je pro STM měřená interakce. Z uvedeného vyplývá největší omezení mikroskopie STM – oba, vzorek i hrot, musí být *vodivé*.



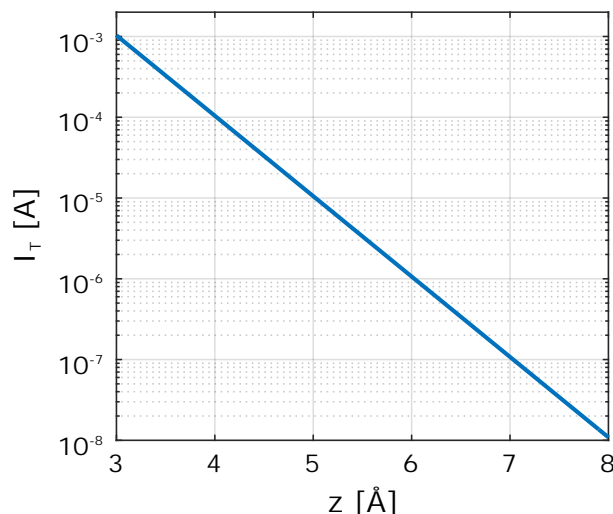
Obrázek 1.2: Obecné schéma mikroskopu STM.

Při měření se hrot pohybuje těsně nad povrchem vzorku, takže mezi nimi zůstává malá izolující mezera. Avšak při dostatečném přiblížení (v řádu desetin nanometrů, označovány též jako angströmy Å) mohou díky tunelovému jevu přes mezeru (potenciálová bariéra) procházet elektrony a vytvářet tunelovací proud. Velikost tunelovacího proudu I_T je závislá na střední výšce potenciálové bariéry ϕ a vzdálenosti hrot-vzorek z :

$$I_T \propto \exp(-K\phi^{-1/2}z) \quad (1.1)$$

kde $K = 1,025 \text{ Å}^{-1} \text{eV}^{-1/2}$ je konstanta [8]. Díky vysoké strmosti exponenciální závislosti tunelovacího proudu na vzdálenosti z (obr. 1.3) může STM dosahovat vysokého rozlišení,

na hodnotě tunelovacího proudu se totiž podílí jen dva nejbližší body na hrotu a vzorku. Pro velikost bariéry $\phi = 5 \text{ eV}$ (výstupní práce zlata [7]) se při změně z o 1 \AA mění velikost tunelovacího proudu o 1 řád. Velikost tunelovacího proudu závisí mimo jiné na použitém předpětí a bývá v řádu $0,1 \text{ nA}$.



Obrázek 1.3: Graf závislosti velikosti tunelovacího proudu na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku podle rovnice 1.1 pro $\phi = 5 \text{ eV}$.

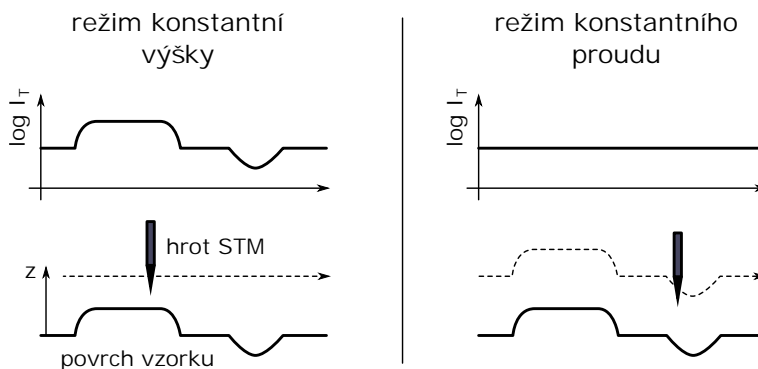
1.1.1. Režimy měření STM

Podle způsobu použití měřeného tunelovacího proudu rozlišujeme dva režimy měření STM (obr. 1.4). Při prvním způsobu nazývaném *režim konstantní výšky* je sonda při rastrování držena v konstantní absolutní výšce, tzn. že vzdálenost hrotu a vzorku z se může měnit podle topografie vzorku. Při změně vzdálenosti z se mění velikost tunelovacího proudu, jeho hodnota je zaznamenávána v každém bodě rastru a tvoří výsledný obraz. Režim konstantní výšky je vhodný pro vzorky s rovným, nebo jen mírně zvlněným povrchem. Pokud je povrch vzorku členitý, hrozí náraz hrotu do vzorku, při kterém může dojít k poškození obou. Nejčastěji se režim konstantní výšky používá pro dosažení atomárního rozlišení na atomárně rovných plochách.

Druhým režimem STM je tzv. *režim konstantního proudu*. Měření v tomto režimu je mírně komplikovanější, neboť abychom dosáhli konstantního proudu, je potřeba regulovat vzdálenost hrotu a vzorku z tak, aby hodnota měřeného tunelovacího proudu zůstávala konstantní. Při měření STM v režimu konstantního proudu je zaznamenávanou veličinou absolutní poloha z hrotu vůči vzorku. Výsledný obraz bývá označován „topografie“ vzorku. Měření v tomto režimu je obvyklejší, neboť je schopné zobrazovat i povrchy s velkou členitostí.

Analogicky k těmto dvěma režimům existují obdobné režimy i u dalších technik SPM, např. režim konstantní výšky a režim konstantní síly u měření AFM.

1.2. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



Obrázek 1.4: Srovnání režimů měření STM. Nahoře průběhy tunelovacího proudu v závislosti na pohybu hrotu, přerušovaná čára znázorňuje trajektorii pohybu hrotu.

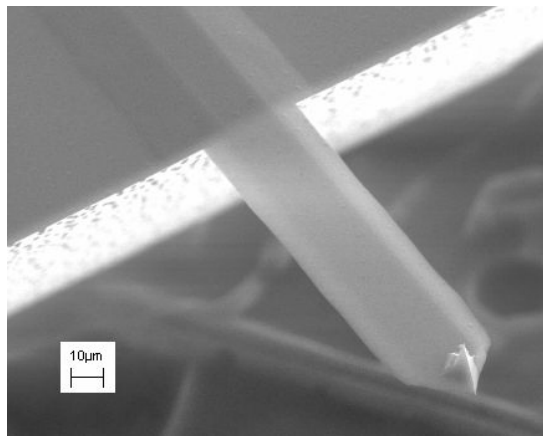
1.2. Mikroskopie atomárních sil

První mikroskop atomárních sil byl sestaven v roce 1985 přibližně 3 roky po prvním STM, opět se tomu událo pod vedením G. Binniga, tentokrát již však na Stanfordově univerzitě v Kalifornii [9]. Měřenou interakcí hrotu a vzorku jsou u AFM síly atomárního původu, případně veličina úměrná těmto silám. Dnes rozlišujeme dva základní módy měření AFM - statický mód AFM (Static AFM) a dynamický mód AFM (Dynamic AFM). Při dynamickém módu AFM, na rozdíl od statického, je sonda vybudena k mechanickým kmitům, takže hrot nad vzorkem v průběhu měření osciluje. Princip AFM bude vysvětlen na jednodušší statické verzi.

1.2.1. Statický mód AFM

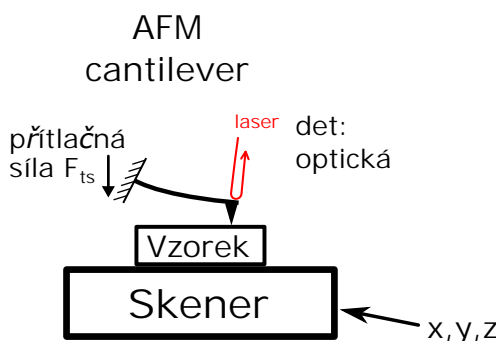
Statický mód AFM také často bývá označován jako kontaktní AFM (Contact AFM). Při kontaktním AFM opět rastrujeme přes povrch vzorku, v tomto případě však zaznamenáváme sílu působící mezi hrotem sondy a zkoumaným vzorkem, v ideálním případě mezi jediným čelním atomem hrotu a jediným atomem povrchu vzorku. Abychom mohli získávat data o této síle, musíme ji pomocí pružiny převést na deformaci, tak jako je tomu například u vah. Pružinou v případě AFM je tzv. *raménko* (cantilever) – miniaturní listová pružinka, na jedné straně je vetknuta a na druhé straně má hrot (viz obr. 1.5). Síla působící na hrot způsobí prohnutí raménka, které již snímat můžeme, a to hned několika způsoby [7, odst. 3.1.1]. První mikroskop AFM G. Binniga využíval pro snímání průhybu raménka princip STM. K opačné straně vodivého raménka, než byl přichycen hrot AFM, byl přiblížen vodivý hrot tak, aby procházel tunelovací proud. Malé vychýlení raménka způsobilo změnu tunelovacího proudu. Nevýhodou v tomto případě bylo, že měření AFM ovlivňovaly atomární síly mezi cantileverem a hrotem STM. Dnes se pro snímání výchylky používají převážně optické metody – odraz laserového paprsku od raménka (beam deflection) a interferometrické snímání. Obě tyto metody dokáží rozpoznat průhyb raménka v řádu desetin nm [11, 12].

Na obrázku 1.6 je znázorněno schéma mikroskopu pro měření kontaktního AFM. Excitací sondy je v tomto případě přitlačení hrotu upevněného na konci cantileveru ke vzorku



Obrázek 1.5: Snímek raménka pro měření AFM, pořízen elektronovým mikroskopem. Vytvořil Kristian Møhlhave [10].

definovanou silou F_{ts} , jejíž velikost můžeme detekovat opticky v podobě míry prohnutí cantileveru.



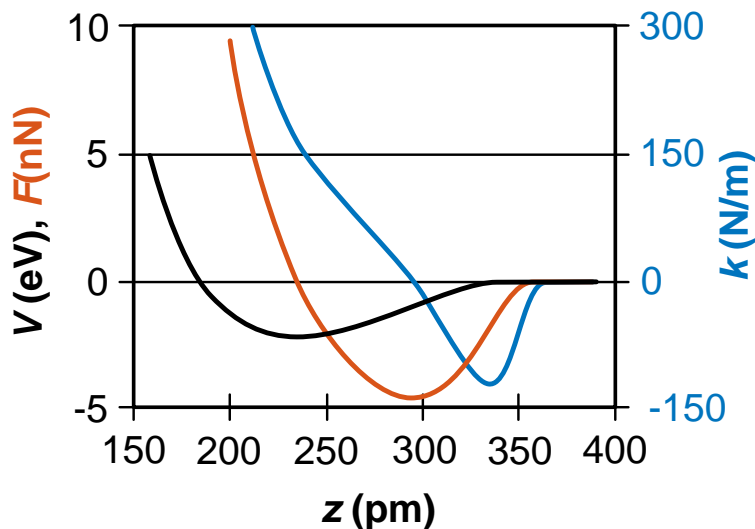
Obrázek 1.6: Schéma kontaktního měření AFM.

Existují různé druhy sil působících mezi atomy, každý druh síly má své charakteristické vlastnosti, především se jedná o velikost a dosah. Od sil elektrostatických a magnetických (dosah v řádu 100 nm, relativně slabších), přes síly Van der Waalsovy až po tzv. síly krátkého dosahu (např. chemické vazby; dosah cca 1 nm, poměrně silné) [7]. V grafu (obr. 1.7) je pro lepší představu znázorněna velikost vazebné síly mezi dvěma atomy křemíku v závislosti na jejich vzdálenosti.

Obecně můžeme říct, že síly, které drží atomy na svých pozicích, jsou relativně velice malé – v řádu 10^{-7} N až 10^{-12} N [9]. Pokud tedy nechceme při měření vzorek modifikovat ani ovlivňovat, musí být síla mezi hrotem AFM a vzorkem ještě (řádově) menší. Zároveň však musí být dostatečně velká, aby způsobila průhyb raménka takový, jaký odměřování jednoznačně rozpozná. Díky rozvoji technologie MEMS (Micro-electro-mechanical systems) jsou dnes křemíková raménka produkována průmyslově ve velkých počtech, jejich rozměry jsou v řádu mikrometrů a není problém je upravit tak, aby raménko mělo požadované mechanické vlastnosti.

Hrot AFM je ovlivňován současně *všemi* silami, v jejichž dosahu se nachází. Při přiblížování hrotu k povrchu vzorku (viz obr. 1.10) nejprve převládají přitažlivé síly delšího dosahu, poté přitažlivé síly krátkého dosahu, které nakonec přecházejí ve velmi silné odpudivé síly. Počáteční přitažlivé síly mohou, zejména při použití měkkých ramének, způsobit

1.2. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL

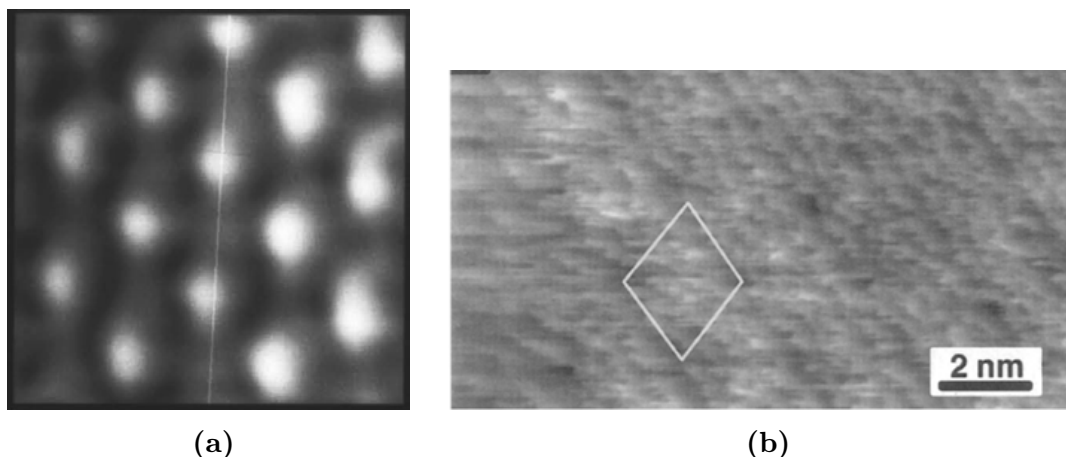


Obrázek 1.7: Graf vazebné energie V mezi dvěma atomy křemíku podle Stillinger-Webera [13]. V grafu je dále znázorněna vazebná síla $F = -\partial V/\partial z$ a tuhost vazby mezi atomy $k = \partial^2 V/\partial z^2$. Převzato z [14].

vat problém tzv. přiskočení hrotu do kontaktu [7], při kterém hrot narazí na povrch vzorku a může tak znehodnotit jednak zkoumané nanostruktury na povrchu vzorku, ale hlavně zničit atomárně ostrou špičku hrotu, důležitou pro získání dobrého laterálního rozlišení. Proto pro docílení vyššího rozlišení snímané atomární síly není dostačující prosté snižování tuhosti raménka. Tuhost běžně prodávaných ramének pro kontaktní AFM je v rozmezí 0,01 N/m až 1 N/m [15]. Uvážíme-li použití optického snímání průhybu raménka, pak násobením hodnoty jeho rozlišení tuhostí raménka dostaneme přibližnou hodnotu přitlačné síly $F_{TS} \approx 10^{-11}$ N. Přitlačná síla je tedy malá, avšak od slabších atomárních sil se příliš neliší, což znamená, že při přitlačení hrotu na povrch vzorku může docházet k deformaci či dokonce narušení atomární struktury jak vzorku, tak hrotu [16]. Kontaktní AFM proto není univerzálně použitelné.

Měření kontaktního AFM může, tak jako tomu je u STM (odst. 1.1.1), probíhat ve dvou režimech. Režim konstantní výšky – tento režim probíhá obdobně jako režim konstantní výšky u STM. Rozdílem je, že zaznamenávanou veličinou je průhyb raménka. Druhý režim kontaktního AFM je režim konstantní síly – vzdálenost hrotu a vzorku je zpětnovazebně řízena tak, aby prohnutí cantileveru bylo konstantní po celou dobu měření. Zaznamenáváme profil, po kterém se pohybuje hrot. Obrázek bývá označován jako topografie. Je však dobré si uvědomit, že se vždy nemusí jednat o topografii povrchu v pravém slova smyslu, například pokud se na povrchu vzorku nacházejí atomy různých prvků, i velikost silové interakce těchto atomů v závislosti na vzdálenosti od hrotu může být různá.

Roku 1991 se podařilo pořídit první snímky s atomárním rozlišením pomocí kontaktního AFM [17]. Jako vzorek sloužil inertní povrch krystalu KBr, obr. 1.8 vlevo. Výzvou však pro AFM zůstávalo atomární rozlišení povrchu křemíku (111). Zpočátku se to kvůli reaktivnosti křemíku spojené s velkými silami mezi hrotem a vzorkem jevílo jako nemožné [19]. Podařilo se to až díky použití AFM hrotu potaženého vrstvou PTFE (polytetrafluore-



Obrázek 1.8: (a) první obrázek pořízený kontaktním AFM s atomárním rozlišením. Vzorkem je krystal KBr(001). Mikroskop byl umístěn v ultravysokém vakuu (Ultra-High Vacuum - UHV) a chlazen kapalným heliem. Snímání průhybu raménka bylo řešeno technologií STM. Velikost pole $1,3 \text{ nm} \times 1,3 \text{ nm}$. Převzato z [17].

(b) první snímek krystalu křemíku (111) s atomárním rozlišením pořízený kontaktním AFM. Rámeček na povrchu vyznačuje elementární buňku povrchové rekonstrukce 7×7 . Převzato z [18].

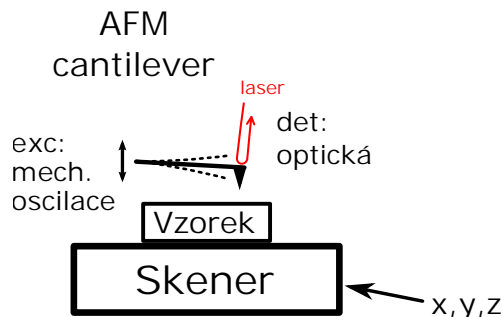
thylenu) [18] (výsledný snímek je na obr. 1.8 vpravo), avšak ve stejné době již dosahovalo mnohem lepších a opakovatelnějších výsledků bezkontaktní AFM [20].

Problémy vyvstávající z kontaktu hrotu a vzorku, ke kterým patří například větší přitlačné síly, silné chemické vazby s povrchovými atomy, nebo vliv laterálních (třecích) sil při rastrování hrotu po povrchu vzorku, dělají kontaktní AFM experimentálně složitým [19]. Kontaktní AFM se dnes využívá už jen ve speciálních případech, například pro měření FMM (Force Modulation Microscopy) nebo pro mikroskopii laterálních sil (Lateral Force Microscopy – LFM) [7].

1.2.2. Dynamický mód AFM

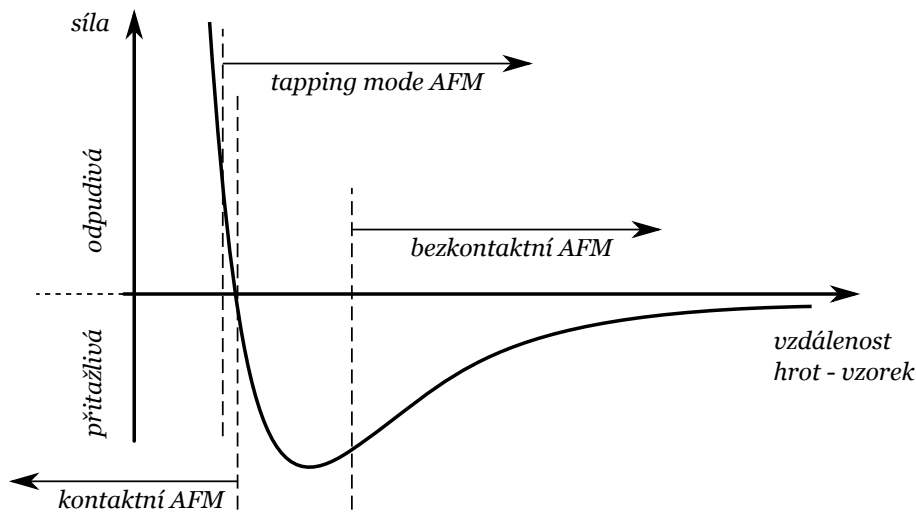
Schéma mikroskopu pro měření v dynamickém módu AFM je na obr. 1.9. Při měření v dynamickém módu AFM je raménko i s hrotem rozkmitáváno na určité budící frekvenci f_b . To se děje z důvodu užití technologie lock-in zesilovačů [21], která umožňuje měřit velmi malé signály. V našem případě se jedná o malé meziatomární síly, působící mezi hrotem a vzorkem. Při této metodě měření můžeme zaznamenat i menší silová působení, než jaké zvládne kontaktní AFM. Silová působení, která nám dynamický mód AFM umožňuje měřit, jsou tak malá, že můžeme hrot (v porovnání s kontaktním AFM) dokonce mírně oddálit od vzorku. Podle toho, jakou měrou hrot od vzorku oddálíme a podle velikosti amplitudy kmitů hrotu, rozlišujeme dva módy dynamického AFM (obr. 1.10), a to čistě bezkontaktní mód (za použití malých amplitud $< 10 \text{ nm}$) a tzv. tapping mód (amplitudy v řádu 10 až 100 nm). Bezkontaktní AFM (non-contact AFM) měříme v režimu přitažlivých atomárních sil, při měření tapping AFM (tapping AFM) se hrot v rámci kmitů dostává až do oblasti odpudivých atomárních sil, do oblasti, ve které se

1.2. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



Obrázek 1.9: Schéma dynamického měření AFM, excitací sondy je mechanické harmonické buzení, detekována je aktuální výchylka cantileveru.

měří kontaktní AFM. Možnost snímání menších sil a rastrování ve větší vzdálenosti s sebou přináší několik výhod - především nižší míru ovlivnění atomární struktury (vzorku i hrotu) a vyloučení vlivu laterálních sil.



Obrázek 1.10: Zjednodušený graf průběhu síly působící mezi hrotem AFM a povrchem zkoumaného vzorku v závislosti na jejich vzájemné vzdálenosti. Vyznačeny jsou oblasti, ve kterých jsou měřeny jednotlivé módy AFM.

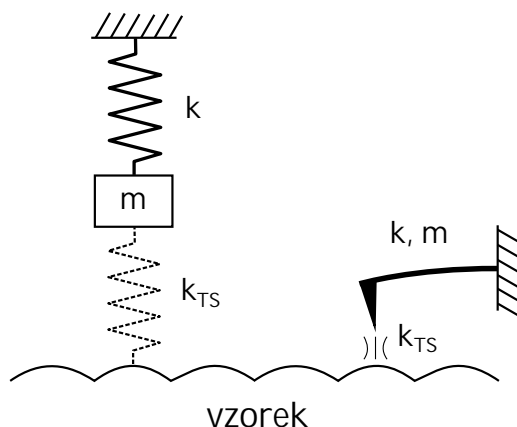
Vzhledem k oscilacím hrotu nemůžeme již brát za měřenou veličinu sílu, jako tomu bylo v případě kontaktního AFM. Po délce trajektorie pohybu hrotu se mění i měřené síly (obr. 1.7). Veličinou, která vibrace ovlivňuje, je tuhost silové vazby mezi hrotem a povrchem vzorku k_{TS} . Vycházíme z modelu jednoduchého oscilátoru, viz obr. 1.11. Vlastní frekvenci f_0 volného raménka můžeme vypočítat pomocí vztahu:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}},$$

kde k a m jsou ekvivalentní tuhost, resp. hmotnost raménka. Při přiblížení hrotu ke vzorku se k vlastní tuhosti raménka připočte tuhost této silové vazby k_{TS} , což způsobí změnu rezonanční frekvence o Δf :

$$\Delta f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k + k_{TS}}{m}} - f_0.$$

Dalším problémem je skutečnost, že i tuhost k_{TS} se po délce pohybu hrotu mění. Problém to však není při pořizování experimentálních dat, ale spíše pro jejich správnou interpretaci a teorii bezkontaktního AFM jako takovou [22].

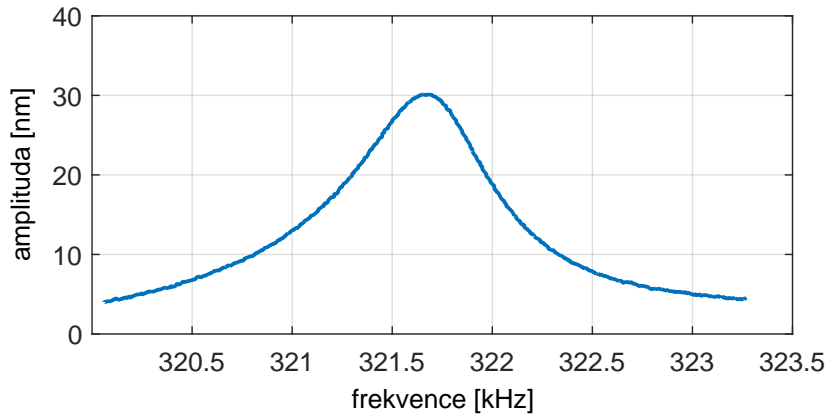


Obrázek 1.11: Schéma mechanického oscilátoru (vlevo), jakožto ekvivalentu raménka (vpravo). Veličiny k, m jsou mechanické konstanty raménka. Při přibližování hrotu k povrchu vzorku začíná postupně působit tuhost k_{TS} silové vazby mezi hrotem a vzorkem.

Ač se bezkontaktní AFM, v porovnání s kontaktní, jeví jako složitější, bez komplikací vyvstávajících z kontaktu hrotu a vzorku a vzhledem k možnostem dnešních technologií a digitálního zpracování, je v konečném důsledku získání kvalitnějších experimentálních dat jednodušší [19]. Naopak složitější je experimentální data poté správně interpretovat.

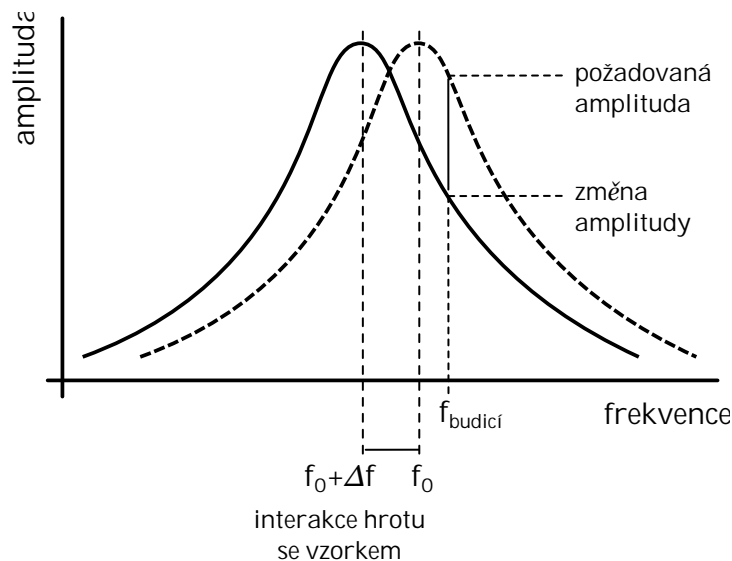
Existují dvě základní metody měření bezkontaktním AFM: *amplitudová modulace* (amplitude-modulation – AM-AFM) a *frekvenční modulace* (frequency-modulation – FM-AFM). Raménko, jakožto listová pružinka, má vlastní rezonanční frekvenci f_0 , kterou lze například dobře rozeznat v amplitudově frekvenční charakteristice (A-f charakteristika, obr. 1.12) raménka. Při AM-AFM je raménko buzeno na konstantní frekvenci, která je shodná nebo blízká vlastní frekvenci raménka. Při interakci hrotu se vzorkem se změni i rezonanční frekvence raménka – dojde k posunu celé amplitudově frekvenční charakteristiky. Raménko je však stále buzeno na konstantní frekvenci, takže dojde ke změně amplitudy kmitů (viz obr. 1.13). AM-AFM tedy zaznamenává změnu amplitudy kmitů raménka. Tato změna však nenastane okamžitě po změně velikosti interakce hrotu a vzorku, časová konstanta tohoto procesu $\tau_{AM} \approx 2Q/f_0$ je závislá na Q -faktoru raménka a na jeho vlastní frekvenci f_0 [19]. Q -faktor (quality factor) oscilátoru je vyjádřen jako poměr energie, která zůstane v průběhu kmitů na rezonanční frekvenci zachována ku energii, která je disipována (více viz. 2.1). Jinými slovy, hodnota Q odpovídá kvalitě oscilátoru: čím větší hodnota Q je, tím déle vydrží oscilátor kmitat bez dodávání energie z vnějšku a také tím

1.2. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



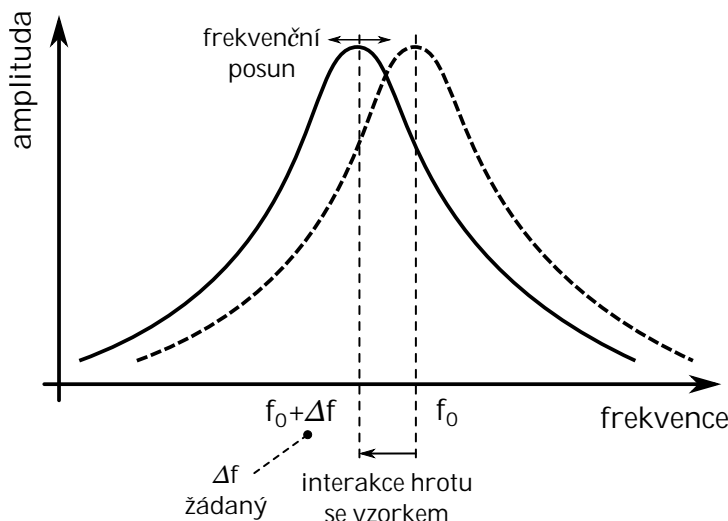
Obrázek 1.12: Rezonanční křivka AFM raménka na vzduchu. Rezonanční frekvence je 321,68 kHz, odhad Q faktoru ≈ 630 . Jedná se o raménko *MPP-11100-10* firmy *Bruker*, údaje udávané výrobcem: rezonanční frekvence ≈ 300 kHz, tuhost raménka 40 N/m, délka raménka 125 μm , šířka 35 μm .

méně energie je třeba pro udržení kmitů s konstantní amplitudou. Pro raménka s vysokým Q (což nastává hlavně u experimentů v UHV, kde kmity nejsou tlumeny okolním vzduchem) může být tato změna relativně pomalá, což výrazně prodlužuje dobu celého měření.



Obrázek 1.13: Znázornění metody amplitudové modulace pro měření dynamického AFM. Čárkovaně je vyznačena rezonanční křivka volného raménka, plná čára znázorňuje rezonanční křivku raménka po přiblížení hrotu ke vzorku. Při přiblížení hrotu dojde ke změně amplitudy (amplitude shift) kmitů, zpětná vazba pak vzájemnou vzdálenost hrotu a vzorku upraví tak, aby nastavená požadovaná amplituda (amplitude set point) zůstala konstantní.

Při FM-AFM je raménko vždy buzeno na rezonanční frekvenci. Při změně interakce mezi hrotem AFM a vzorkem se opět celá A-f charakteristika posouvá, tentokrát je však změněna i budicí frekvence raménka tak, aby odpovídala nové rezonanční frekvenci, viz obr. 1.14. FM-AFM tedy zaznamenává změnu rezonanční frekvence. Časová konstanta změny rezonanční frekvence $\tau_{\text{FM}} \approx 1/f_0$ je nepřímo úměrná vlastní frekvenci raménka f_0 , dá se tedy říct, že je prakticky (v rámci rychlosti snímání) okamžitá [19].



Obrázek 1.14: Znázornění FM-AFM. Čárkovaně je vyznačena rezonanční křivka volného raménka, plná čára je rezonanční křivka raménka po přiblížení hrotu ke vzorku. Raménko kmitá na nastavené frekvenci $f_0 + \Delta f$ (nastavujeme požadovaný frekvenční posun Δf set point). Zpětnovazební regulátor udržuje vzdálenost hrotu od vzorku tak, aby rezonanční frekvence vždy odpovídala frekvenci nastavené.

Experimentální výbava potřebná pro dynamickou AFM je oproti statické komplikovanější. Kromě hardwarové úpravy – přidání aktuátoru pro mechanické buzení raménka – jsou nutné změny v elektronice mikroskopu. Už samotné snímání průhybu raménka musí nyní umět vyčítat změny na frekvencích stejných jako je vlastní frekvence raménka (řádově desítky kHz až jednotky MHz). K řídicí elektronice musí být přidán modul pro analýzu frekvenční odezvy raménka – v případě AM-AFM lock-in zesilovač, který vyhodnocuje změnu amplitudy signálu na referenční frekvenci. V případě FM-AFM musí být přidán fázový závěs (Phase Locked Loop – PLL), který podle změny fáze signálu vyhodnocuje míru změny rezonanční frekvence raménka a zajišťuje regulaci budicí frekvence tak, aby raménko kmitalo vždy na aktuální rezonanční frekvenci. V dnešní době jsou díky dostupnosti digitálních forem zpracování signálu a jejich snazší implementaci používány obě metody, přičemž AM-AFM je používána spíše při měřeních na vzduchu a se sondami s nízkým Q -faktorem. Zatímco FM-AFM je více používána ve vědecké sféře při měřeních v UHV a nebo se sondami s vysokým Q . V této práci je pro měření AFM využívána frekvenční modulace, proto dále bude pod označením dynamická AFM myšlena FM-AFM.

2. Sondy založené na křemenném rezonátoru

Kromě běžných křemíkových ramének se pro měření v módu dynamické AFM využívají také speciální sondy založené na křemenných rezonátorech. Průkopníkem je na tomto poli Franz Josef Giessibl, který se začal těmito sondami zabývat mezi prvními [22]. K jejich výrobě se používají průmyslově vyráběné křemenné rezonátory používané v elektronice jakožto zdroje přesné frekvence. Požadavky na parametry křemenných rezonátorů a sond pro AFM, jako jsou stabilita rezonanční frekvence a vysoké Q , jsou si velice podobné. Rezonátory fungují na základě piezoelektrických vlastností křemene. Rezonátor vyrobený z monokrystalu křemene mechanicky kmitá na vlastní frekvenci, takže na některých místech vzniká přetvoření a díky piezoelektrickému efektu elektrický náboj. Proto jsou na jeho povrchu napařeny elektrody, které náboj sbírají, a generují tak periodický elektrický signál s přesnou frekvencí. Sondy vyrobené z křemenných rezonátorů se od komerčních křemíkových cantileverů odlišují tvarem i materiálem, takže i jejich mechanické vlastnosti jsou jiné.

Nevýhodou sond vyrobených z křemenných rezonátorů ve srovnání s běžnými komerčně dostupnými cantilevery je nutnost jejich ruční výroby. Sonda vzniká přilepením atomárně ostrého hrotu na tělo rezonátoru nejčastěji na místo, kde je při vlastních kmitech rezonátoru největší výchylka. Většinou si uživatel vyrábí sondy svépomocí, ale existují i firmy nabízející jejich výrobu na zakázku (například *NaugaNeedles LLC*). Některé firmy (např. firma *Omicron NanoTechnology GmbH*) dodávají hotové senzory ke svým komerčním SPM mikroskopům. Naopak výhodou křemenných sond je jejich piezoelektrický princip, který umožňuje elektronické vyčítání výstupního signálu, což zjednodušuje hardware mikroskopu – není potřeba optické či jiné detekce prohnutí cantileveru.

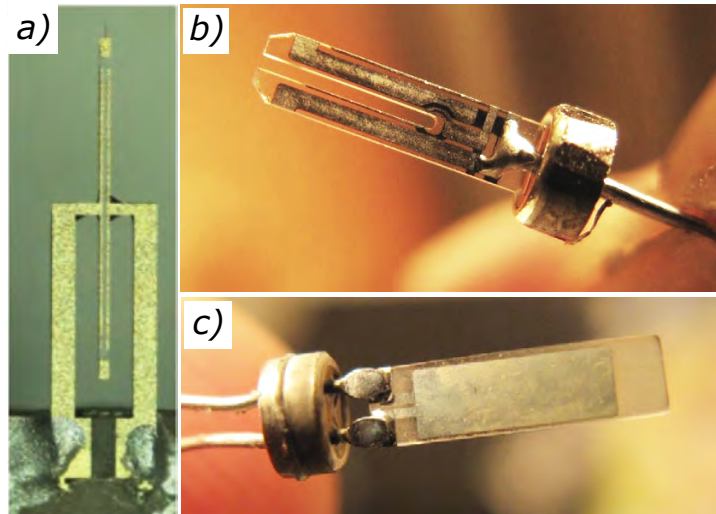
Existuje více typů rezonátorů, které se pro výrobu sond používají. Nejčastěji je používána tzv. ladicí vidlička pro svou geometrii a mechanické vlastnosti (bude rozebráno dále). Poměrně často bývá využíván i jehličkový (needle) rezonátor, který pracuje na vyšší frekvenci (≈ 1 MHz) a dovoluje tak větší rychlosti rastrování [23]. Na jeho základě pracuje i miniaturní komerčně dostupný KolibriSensorTM firmy *SPECS GmbH* [24]. Publikováno bylo i použití velmi „rychlého“ destičkového rezonátoru (AT-cut resonator) pracujícího na frekvenci 5 MHz [25]. Všechny vyjmenované typy rezonátorů jsou na obr. 2.1.

2.1. Vlastnosti sond pro dynamický mód AFM

Parametry, které se u sond používaných pro dynamické AFM určují, jsou především základní rezonanční frekvence f_0 , tuhost k a Q -faktor. Každý z nich hraje při měření AFM roli, jejich vlivem se bude zabývat tato podkapitola.

Základní vlastní frekvence sondy f_0 je její nejnižší rezonanční frekvence. Mechanické kmity sondy na frekvenci f_0 jsou nejméně tlumeny, a proto bývá frekvence f_0 pro měření dynamického AFM používána nejčastěji. Hodnota vlastní frekvence sondy nejvíce ovlivňuje maximální možnou rychlost rastrování během měření. Nad každým bodem obrázku AFM musí sonda setrvat po dobu, která je nepřímo úměrná f_0 (jak bylo popsáno v pod-

2.1. VLASTNOSTI SOND PRO DYNAMICKÝ MÓD AFM



Obrázek 2.1: Různé typy křemenných rezonančních krystalů používaných pro výrobu SPM senzorů: a) jehličkový rezonátor (needle), převzato z [23]; b) ladicí vidlička (tuning fork), zdroj [26]; c) destičkový rezonátor (AT-cut resonator), zdroj [26]. Délka všech rezonátorů je přibližně 3 mm.

kapitole 1.2.2), takže v zásadě je pro měření AFM vhodná co největší hodnota f_0 . Ve skutečnosti však záleží také na způsobu detekce výchylky cantileveru, některé metody detekce totiž trpí modrým šumem [19], jehož důsledkem je nízký odstup signálu od šumu pro příliš vysoké vlastní frekvence.

Q -faktor, neboli faktor kvality oscilátoru (kmitající sondy) označovaný Q , je poměr energie oscilátoru, která zůstane v rámci jednoho kmitu na rezonanční frekvenci zachována E_{osc} , ku energii, která je v rámci jednoho kmitu disipována, ΔE_{kmit} :

$$Q = 2\pi \frac{E_{osc}}{\Delta E_{kmit}}. \quad (2.1)$$

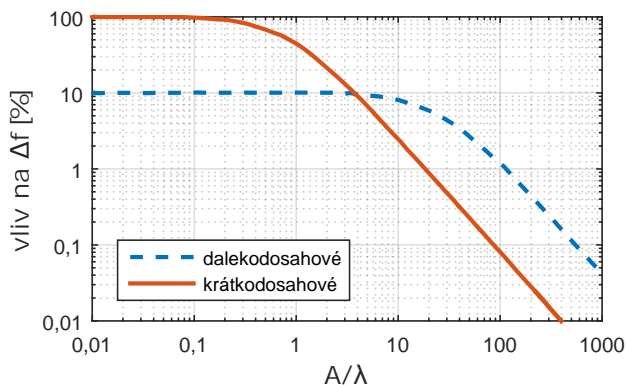
Kvalitu oscilátoru můžeme také chápat jako míru konstantnosti přesné rezonanční frekvence. Čím větší je hodnota Q , tím je maximum rezonanční křivky užší a vyšší. Jinými slovy, zvyšuje se amplituda kmitů rezonátoru na rezonanční frekvenci a kmitů na frekvencích blízkých rezonanční frekvenci se naopak potlačují. Když je rezonátor buzen na svojí vlastní rezonanční frekvenci, jsou fluktuace jeho aktuální frekvence kmitů (frekvenční šum) tím menší, čím je hodnota Q vyšší. Takže pro měření v dynamickém módu AFM, při kterém sledujeme rezonanční frekvenci sondy, nebo spíše vliv interakcí hrotu se vzorkem na její hodnotu, je vhodné použít sondu s co největší hodnotou Q [14].

Hodnota tuhosti sondy k udává velikost síly, kterou cantilever klade vůči nucenému prohnutí. U běžných průmyslově vyráběných cantileverů pro dynamickou AFM se hodnota k pohybuje přibližně v rozmezí 2 N/m až 200 N/m. Při použití sondy s příliš nízkou hodnotou tuhosti může i v dynamickém AFM docházet k podobným problémům jako u kontaktního AFM – přiskočení do kontaktu. Při měření dynamickém módu AFM je problém mírně odlišný, v tomto případě raménko kmitá na rezonanční frekvenci a interakce hrotu se vzorkem kmitání narušuje. V případě, že potenciál vazby vznikající mezi hrotem a vzorkem je podobný nebo dokonce větší nežli energie kmitajícího cantileveru $E_{osc} =$

2. SONDY ZALOŽENÉ NA KŘEMENNÉM REZONÁTORU

$\frac{1}{2}k A^2$ (kde A je amplituda kmitů), může být narušení kmitů natolik velké, že měřené veličiny nepůjdou z průběhu výchylky cantileveru určit či dojde k úplnému zastavení kmitů. F. J. Giessibl v [27] srovnává hodnotu energie E_{osc} kmitající sondy pro různé velikosti amplitudy při zachování konstantní vzdálenosti dolní úvrati kmitajícího hrotu od vzorku s energií vazby hrotu se vzorkem V_{morse} určenou podle Morseho potenciálu [28]. Běžné cantilevery s hodnotou k v řádu desítek N/m (což jsou typické hodnoty pro průmyslově vyráběné křemíkové cantilevery) splňují podmínku energetické nerovnováhy: $E_{osc} > V_{morse}$ při amplitudách kmitů v řádu jednotek nm. To znamená, že kmity běžných cantileverů při přibližování hrotu ke vzorku zůstávají stabilní pro amplitudy kmitů v řádu jednotek nanometrů a více.

Zároveň však F. J. Giessibl v [19] uvádí, že velikost amplitudy kmitů (opět při zachování konstantní vzdálenosti dolní úvrati kmitajícího hrotu od vzorku) ovlivňuje citlivost sondy na různé síly podle délky jejich dosahu. Sonda je nejcitlivější na ty síly, jejichž délka dosahu přibližně odpovídá velikosti amplitudy, se kterou aktuálně hrot kmitá. Za předpokladu, že atomární síly jsou složeny ze slabších sil delšího dosahu a silnějších sil krátkého dosahu (viz sekce 1.2.1), je výhodné mít možnost libovolně měnit amplitudu mechanických kmitů sondy, a tím volit složku atomárních sil, na kterou je měření dynamického AFM citlivé. Například pro měření silnějších atomárních sil s krátkým dosahem (≈ 100 pm) je ideální volit podobnou hodnotu amplitudy kmitů sondy. Kromě získání větší citlivosti na krátkodosahové síly se tím také sníží míra vlivu sil s delším dosahem (viz obr. 2.2) [14].



Obrázek 2.2: Srovnání relativního příspěvku atomárních sil s krátkým a dlouhým dosahem do výsledného posunutí rezonanční frekvence Δf , v závislosti na amplitudě A kmitů sondy AFM vztahované k délce λ dosahu sil s krátkým dosahem, při zachování konstantní vzdálenosti dolní úvrati kmitajícího hrotu od vzorku. Převzato z [14].

Předcházející dva odstavce dávají do vzájemného vztahu hodnotu k tuhosti sondy a složku atomárních sil (respektive délku jejího dosahu), která je předmětem zamýšleného měření AFM v dynamickém módu. Vhodná hodnota tuhosti sondy umožňuje stabilní kmity sondy s velikostí amplitudy kmitů odpovídající délce dosahu aktuálně měřené atomární síly. Pro síly s delším dosahem je vhodné volit sondy s tuhostí v řádu desítek N/m a pro síly s krátkým dosahem sondy s tuhostí v řádu stovek až tisíců N/m. Pokud by

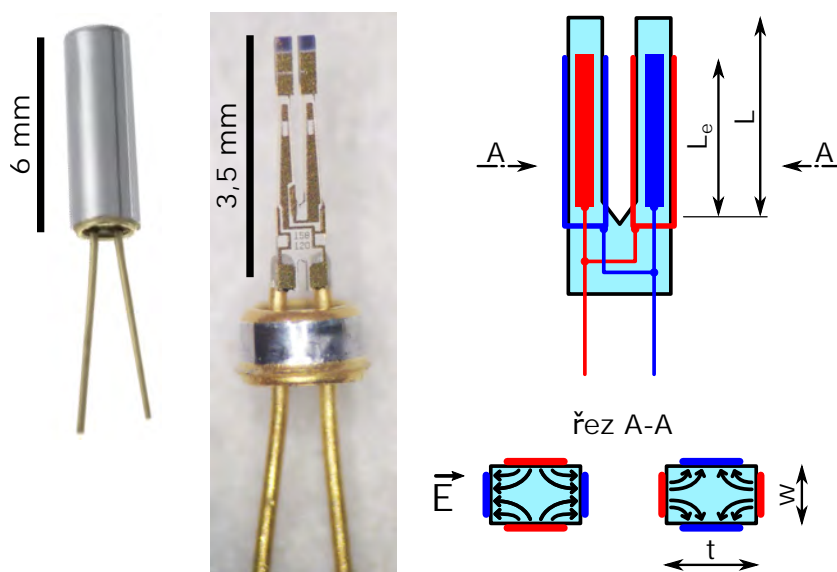
2.2. KŘEMENNÁ LADICÍ VIDLIČKA

tuhost byla až příliš velká, mohlo by hrozit, že i při kmitech s malou amplitudou nebude sonda dostatečně citlivá na měření atomárních sil [29].

Kromě velikosti hodnot jednotlivých parametrů však velice záleží i na udržení jejich konstantnosti během měření. Abychom byli schopni správně interpretovat naměřená data, musí být zajištěno, že změny měřené interakce (mezi hrotem a vzorkem) nejsou způsobeny změnami parametrů sondy v průběhu měření.

2.2. Křemenná ladicí vidlička

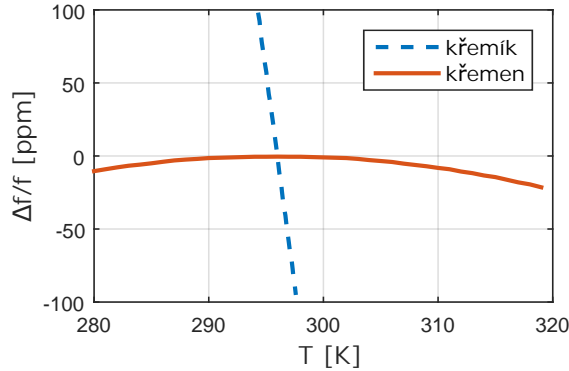
Křemenná ladicí vidlička (Quartz Tuning Fork – QTF) je rezonátor, který využívá tvaru ladičky, tvaru s vysokou symetrií, typově se jedná o dvojitý vázaný oscilátor. Díky vysoké symetrii QTF dosahuje vysokých hodnot Q -faktoru (desítky tisíc). V elektronice se využívá zejména jako zdroj přesné frekvence pro měření času – nejrozšířenější pro tento účel jsou QTF s frekvencí 2^{15} Hz neboli 32,768 kHz, která je výhodná pro digitální zpracování. Průmyslově se však vyrábí i vidličky s vyššími rezonančními frekvencemi s hodnotami přibližně až do 100 kHz. Na obr. 2.3 jsou fotografie QTF a schéma rozmístění a zapojení elektrod. Při základní vlastní frekvenci vidličky kmitají ramena proti sobě. V tomto módu dosahuje vidlička nejvyšších hodnot Q a je také nejméně ovlivňována vnějšími otřesy a rázy. To je výhodné pro použití v přenosných zařízeních, například v náramkových hodinkách, pro které byl rezonátor QTF vyvíjen především.



Obrázek 2.3: Křemenná ladicí vidlička, typ *E158* (firmy *Micro Crystal AG*), používaná pro výrobu AFM sond na ÚFI. Vlevo fotografie QTF v kovovém pouzdře a otevřené. Vpravo nákres vidličky s označením jednotlivých rozměrů a se schematickým znázorněním elektrod a jejich zapojení. Ve zvětšeném řezu A–A je naznačeno elektrické pole vznikající v raménkách při kmitání.

2. SONDY ZALOŽENÉ NA KŘEMENNÉM REZONÁTORU

Materiál, ze kterého jsou vidličky vyráběny, je monokrystal křemene SiO_2 . Použit je speciální přířez označovaný: $X + 5^\circ$, díky tomu mají vidličky výbornou stabilitu vlastní frekvence kolem teploty 25°C (obr. 2.4).



Obrázek 2.4: Graf změny rezonanční frekvence v závislosti na teplotě pro křemíkový cantilever v krystalografické orientaci $[110]$ a pro křemennou ladící vidličku vyrobenou z přířezu $X + 5^\circ$. Převzato z [19].

Vysoká hodnota Q vidličky je pro měření v dynamickém módu AFM velice výhodná, skrývá však jedno úskalí – je silně závislá na symetrii rezonátoru. Při výrobě sondy (nalepením hrotu na jedno z ramen) je však symetrie narušována. Dle [30] hodnota Q -faktoru volné vidličky rychle klesá s hmotností přidanou na jedno z ramen a to už od nízkých hodnot $\approx 1\%$ hmotnosti ramene vidličky. Pro měření v dynamickém módu AFM je vhodná co nejvyšší hodnota Q , její snížení po přilepení hrotu na jedno z ramen však ještě není natolik kritické. Horší vlastností v tomto ohledu je *velká strmost* závislosti hodnoty Q na přidané hmotnosti. Při měření AFM je totiž sonda přiblížena k povrchu vzorku, přičemž síly působící mezi hrotem a vzorkem ovlivňují jen jedno z ramen vidličky – jsou vzhledem k rezonátoru nesymetrické. Při měření s volnou vidličkou tedy hrozí změny hodnoty Q sondy v průběhu měření, v závislosti na velikosti interakce mezi hrotem a vzorkem.

Elektrický signál křemenných vidliček vzniká na základě piezoelektrického efektu, takže je úměrný mechanickému přetvoření křemenné vidličky. Vznikající náboj je sbírán na elektrodách, jejich rozmístění a zapojení (obr. 2.3) je uzpůsobeno pro maximální zisk signálu při základním tvaru kmitání vidličky. Signál QTF je střídavý náboj vznikající mezi elektrickými vývody rezonátoru. Při uvážení, že krystalový rezonátor má vlastní kapacitu C , můžeme říct, že na elektrických vývodech vzniká střídavý napěťový signál podle $U = q/C$. Obvykle je pro vyčítání používán proudový zesilovač – vývody rezonátoru jsou zkratovány a měřen je zkratový proud. Velikost náboje závisí na velikosti přetvoření, dá se tedy říct, že určité konstantní amplitudě kmitání odpovídá konstantní amplituda náboje Q_{konst} . Velikost zkratového proudu pak závisí na velikosti odporu R_z a kapacity C_z , kterou vidličku zatěžujeme, podle $I = Q_{konst}/(R_z C_z)$. Pro maximalizaci měřeného proudu musíme zátěž minimalizovat. Tuto zátěž tvoří především kapacita samotné vidličky, odpor a kapacita přívodních vodičů a vstupní impedance předzesilovače. Za účelem eliminace zátěže vodiči bývá předzesilovač umístěn co nejbližší samotné sondy, často přímo přímo v UHV komoře u mikroskopu [14].

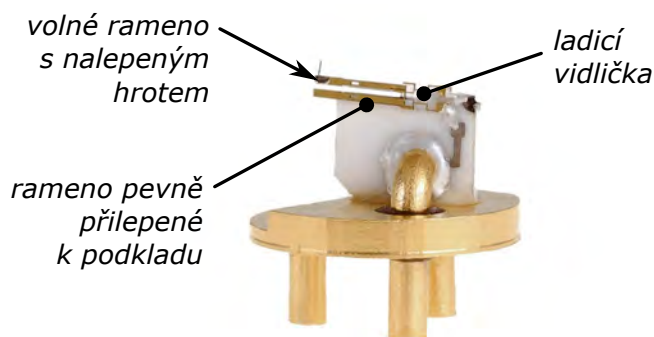
2.3. SONDA QPLUS

Kvůli imunitě vidličky vůči vnějším otřesům není možné sondy vyrobené z QTF budit mechanicky, tak jako běžné cantilevery. Buzení volných vidliček bývá elektrické, stejně jako u vyčítání se využívá piezoelektrického efektu. Na vývody je přiloženo budicí střídavé napětí – výstupním signálem, kterému odpovídá prohnutí ramének, je protékající střídavý proud.

Z uvedených parametrů je vidět vhodnost použití sondy vyrobené z volné QTF v porovnání s běžnými křemíkovými cantilevery. Rezonanční frekvence přibližně od 30 do 100 kHz je stejná jako rezonanční frekvence „pomalejších“ cantileverů (rozmezí f_0 u komerčních cantileverů je obvykle od 10 do 500 kHz). Stále však umožňuje poměrně rychlá měření AFM s hodnotami v řádu tisíců pixelů za sekundu. Q -faktor vidličky je i po nalepení hrotu na jedno z ramen poměrně vysoký, může dosahovat až o řád vyšších hodnot oproti běžným cantileverům. Hodnota Q u senzorů vyráběných na ÚFI měřená na vzduchu dosahuje hodnot ≈ 5000 . Hodnota tuhosti u QTF je řádově vyšší oproti cantileverům a umožňuje jednodušší měření silnějších atomárních interakcí s kratším dosahem. Nevýhodou je možná nekonzistentnost hodnoty Q -faktoru senzoru v průběhu měření (především při měření silnějších interakcí) a s tím spojené komplikace při vyhodnocování měření a získávání absolutních měřených hodnot.

2.3. Sonda qPlus

Sonda qPlus vychází z křemenné ladicí vidličky, svou konstrukcí řeší problém nekonzistence Q -faktoru senzorů vyrobených z volné QTF. Senzory qPlus vynalezl F. J. Giessibl v roce 1998 [31] a od té doby se se svou skupinou věnuje zdokonalování jejich technologie i jejich aplikace v SPM – doposud věnoval jejich problematice desítky vědeckých publikací. Technologie qPlus je dnes implementována do mnoha vědeckých měřicích systémů po celém světě, včetně systémů komerčních.



Obrázek 2.5: Sonda qPlus vyrobená firmou *Omicron NanoTechnology GmbH* pro jejich vlastní mikroskopy. Zdroj [32].

Svým uspořádáním sonda qPlus řeší problém narušování symetrie v průběhu měření, který se projevuje u sond vyrobených z volné QTF. Svou konfigurací sonda qPlus totiž symetrii volné vidličky úplně ruší. Vidlička je přilepena jedním ze svých ramen k tuhému a hmotnému podkladu, druhé zůstává volné, obr. 2.5. V této konfiguraci tak již nemůže být brána jako vidlička – přilepené rameno je nehybně fixováno, takže se při měření nijak neuplatňuje. Druhé rameno může naopak volně kmitat – plní funkci cantileveru. Hrot

2. SONDY ZALOŽENÉ NA KŘEMENNÉM REZONÁTORU

pro měření AFM je přilepen na konec volného ramene. Většina parametrů sondy qPlus zůstává stejná jako u volné QTF, ale topologie je zjednodušena – typově je sonda qPlus mechanický oscilátor s jedním stupněm volnosti, což může oproti volné QTF zjednodušit úlohu interpretace naměřených dat.

Hodnota Q -faktoru sondy zrušením symetrie sice klesne, oproti tomu se stane konzistentní vzhledem k silovým interakcím působícím na hrot sondy. Hodnota Q -faktoru sondy qPlus je však stále v porovnání s křemíkovými cantilevery poměrně vysoká ≈ 3000 na vzduchu [23].

Z teorie prutů je možné analyticky vypočítat přibližnou hodnotu tuhosti sondy qPlus (raménka vidličky) z obr. 2.3 podle [33]:

$$k = \frac{1}{4} E_{\text{quartz}} w \frac{t^3}{L^3} \quad (2.2)$$

kde $w = 120 \mu\text{m}$ je tloušťka křemenného substrátu, ze kterého je vidlička vyrobena, $t = 207 \mu\text{m}$ je výška ramene vidličky, $L = 2235 \mu\text{m}$ je délka ramene vidličky a $E_{\text{quartz}} = 78,7 \text{ GPa}$ je Youngův modul křemene. Výsledná hodnota k je přibližně 1900 N/m , což je hodnota vhodná i pro měření dynamického AFM s malými amplitudami v řádu 10 pm .

Nevýhodou sondy qPlus je vysoká závislost jejích parametrů na tuhosti připevnění vidličky k podkladu a dokonce i tuhosti lepené vazby mezi raménkem a hrotem [33]. Jako podklad bývá použit nevodivý materiál s vysokou tuhostí, nejčastěji se jedná o destičky z keramických materiálů jako jsou: alumina, *Macor*® či *Shapal Hi-M Soft*™. Pro lepení se používají dvousložková epoxidová lepidla nanášená v co nejtenčích vrstvách. Jako příklad velké závislosti hodnoty Q na použitém materiálu podložky mohou být uvedeny hodnoty sond qPlus vlastní výroby testovaných na ÚFI:

- laminát ze skelné tkaniny (FR4) tloušťky $0,4 \text{ mm}$, $Q \approx 150$,
- alumina tloušťky $0,625 \text{ mm}$, $Q \approx 1700$.

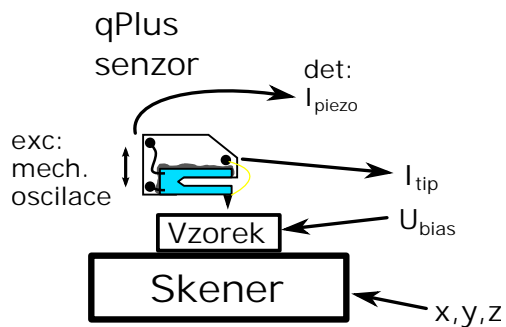
Změna oproti volné QTF je také v možnostech buzení sondy. Jelikož je zrušena symetrie QTF, sonda je citlivá na vnější vibrace a umožňuje mechanické buzení kmitání stejně jako tomu je u běžných cantileverů. Také elektrické buzení je stále možné, sonda je v tomto ohledu univerzální.

Jelikož výroba senzorů qPlus probíhá svépomocí, je možné použití hrotů z libovolných materiálů. Často jsou používány hroty kovové, neboť jejich výroba je dobře známa z technologie STM [34, 35]. Hrot je možné pomocí tenkého (průměr $25 \mu\text{m}$) zlatého drátku nakontaktovat a za předpokladu zkoumání vodivého vzorku je možné spolu s AFM simultánně měřit tunelovací proud [36, 37]. Schéma měření se sondou qPlus je na obr. 2.6.

2.4. Sonda Akiyama

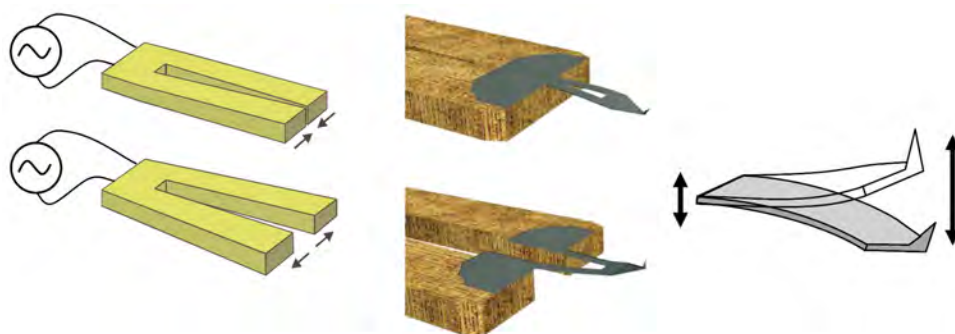
Dalším typem sondy založené na křemenné ladicí vidličce je komerčně vyráběná sonda Akiyama (*Akiyama-Probe*). Svou konstrukcí se snaží zachovávat vysokou symetrii volné vidličky. Na konec volné vidličky je upevněn křemíkový cantilever speciálně upravený tak, aby mohl být připevněn mezi obě ramena vidličky. Elektrickým buzením vidličky

2.4. SONDA AKIYAMA



Obrázek 2.6: Schéma měření se sondou qPlus.

je rozkmitáván křemíkový cantilever (obr. 2.7). Při kmitání jsou obě ramena zatěžována stejnou měrou, z mechanického hlediska se však jedná o složitější systém s více stupni volnosti[38].



Obrázek 2.7: Princip sondy Akiyama. Kmity vidličky jsou transformovány v kmity křemíkového cantileveru v kolmém směru. Převzato z [39].

3. Technologie SPM

Tato kapitola je zaměřena na základy technologie používané při měření SPM a bude tak tvořit spojení mezi teoretickou a praktickou částí dizertační práce. Vysvětlena budou některá technická řešení jednotlivých prvků mikroskopu SPM. Prvky mikroskopu SPM lze rozdělit do tří hlavních skupin: *hardware* (tělo mikroskopu), *elektronika* (pro zpracování analogových signálů a pro řízení procesu měření) a *software* (uživatelské rozhraní a firmware elektronických řídicích jednotek). Vysvětleny budou především ty části, kterými se zabývá tato práce, tj. sonda a elektronika mikroskopu SPM.

Dostatečně přesné udržování a řízení vzájemné polohy hrotu sondy a vzorku je nezbytné pro dosažení požadovaného rozlišení mikroskopu SPM. Pro snímky s atomárním rozlišením je potřeba udržet tuto vzájemnou polohu v rámci 1 pm. Nechtěné změny vzájemné polohy hrotu a vzorku mohou být způsobeny vnějším rušením a nebo špatným designem hardwaru či elektroniky. Vnější rušení může být taktéž mechanického či elektronického původu, jeho minimalizace hlavní součástí návrhu každého systému SPM.

3.1. Hardware mikroskopu

Design těla mikroskopu se liší pro každý typ mikroskopu SPM. Závisí na módech SPM, ve kterých je mikroskop schopen měřit, na prostředí ve kterém je použit (na vzduchu, v UHV, při nízké teplotě, v magnetickém poli, atd.), ale také na typu použité sondy a na metodě vyčítání jejího signálu. Obecně je však vždy potřeba vyřešit několik technických problémů: makroskopický příjezd sondy ke vzorku, rastrování se sondou či vzorkem (mikroskopický či spíše nanoskopický pohyb), držáky pro vzorek a sondu včetně aparátu pro buzení sondy a pro vyčítání signálu sondy.

Design hardwaru mikroskopu musí mimo jiné dodržovat několik pravidel pro docílení minimálního teplotního driftu a pro minimalizaci vnějšího mechanického rušení. Teplotní drift je změna vzájemné polohy sondy a vzorku vlivem změny okolní teploty. Teplotní drift vzniká na základě teplotní roztažnosti materiálů a jeho potlačení lze docílit symetrickým designem mikroskopu jak ve smyslu geometrie těla mikroskopu, tak i ve smyslu použitých materiálů. Mechanické rušení je způsobeno různými typy mechanických vibrací. Nejvíce se však projevují vibrace budov přenášené do systému SPM přes nosnou konstrukci a akustické vibrace (nejde-li o mikroskopy používané ve vakuu). Více v odst. 3.1.3.

3.1.1. Makroposuv

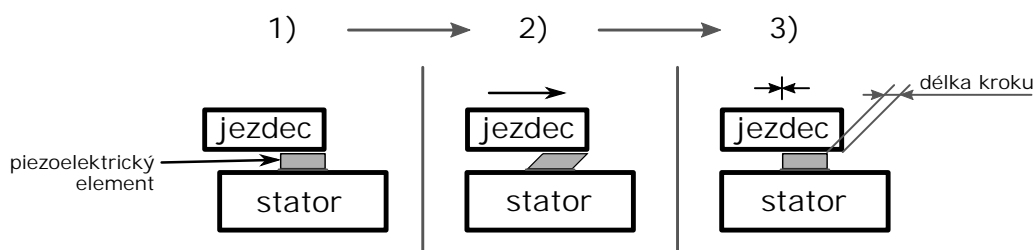
Makroposuv mikroskopu SPM slouží k polohování měřeného vzorku a sondy vůči sobě. Především pak zajišťuje příjezd sondy ke vzorku z pozice pro výměnu vzorku či sondy do pozice, při níž se sonda dostává do blízkého pole vzorku. Vzdálenost sondy a vzorku při jejich výměně musí být dostatečně velká, aby umožnila manipulaci s nimi, její velikost obvykle bývá několik milimetrů.

Pro výrobu makroposuvů mikroskopu SPM jsou nejčastěji používány piezoelektrické krokové aktuátory, nebo pohybové šrouby s krokovými elektrickými motory. Existuje více typů krokových piezoaktuátorů, vysvětlen bude princip piezoelektrického krokového mo-

3.1. HARDWARE MIKROSKOPU

toru typu slip-stick, který je použit v mikroskopu SPM vyvíjeném na univerzitě v Hamburku, viz kapitola 5.

Krokový piezoelektrický motor typu slip-stick je složen z jezdce (pohybující se části) a statoru, které jsou vůči sobě přitlačeny přes střížný¹ piezoelektrický element. Piezoelement je jednou ploškou přilepen ke statoru tak, aby nebylo zabráněno jeho vychýlování. Princip pohybu v rámci jednoho kroku slip-stick aktuátoru je zobrazen na obr. 3.1. Na začátku (fáze 1) je jezdec v klidu a piezoelement není vychýlen. Ve druhé fázi kroku je piezoelement pomalu vychýlován a s ním se pohybuje i jezdec. Dokončení kroku nastává ve třetí fázi kdy je piezoelement skokově vrácen do své původní polohy, ale jezdec zůstává díky setrvačné síle na nové pozici. Další pohyb je uskutečněn opakováním celého postupu – krokováním.



Obrázek 3.1: Princip piezoelektrického aktuátoru typu slip-stick. Jeden krok aktuátoru probíhá ve třech fázích. Popis je v textu.

Výhody aktuátoru typu slip-stick jsou především: možnost použití v UHV (záleží na použitých materiálech), variabilní délka kroku (lze upravit regulací velikosti vychýlky piezoelementu) a jednoduchost ovládání.

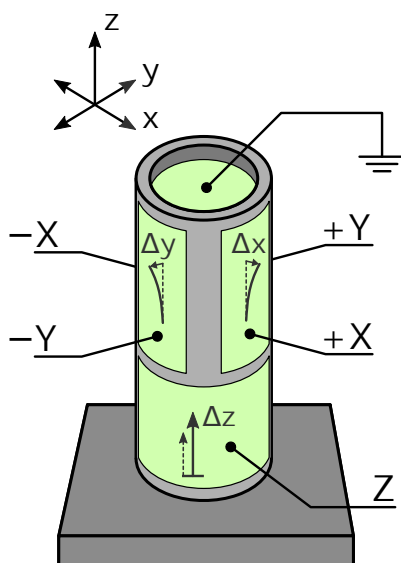
3.1.2. Skener

Jednotka skeneru mikroskopu slouží k mikroskopickému pohybování sondy SPM vůči měřenému vzorku a především je používán k rastrování. Technických řešení jednotky skeneru je více, nejčastěji jsou založeny na piezoelektrických elementech. Vysvětlen bude princip piezoelektrického trubkového skeneru, který je používán ve všech mikroskopech SPM, o kterých pojednává tato dizertační práce. Rozsah skeneru v laterálních osách (x a y) určuje velikost maximálního zorného pole mikroskopu. Používají se skenery s rozsahy v řádech od $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ (vhodné pro zkoumání povrchových struktur s rozměry v řádu 100 nm) až po $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ (vhodné pro zkoumání atomů a atomárních struktur).

Trubkový piezoelektrický skener je, jak naznačuje jeho označení, vyroben z piezoelektrického materiálu a má tvar trubičky. Na vnější a vnitřní ploše má naneseny elektrody a polarizován je takovým způsobem, že pokud na tyto elektrody přiložíme elektrické napětí, skener se protáhne či zkrátí podle polarity přiloženého napětí v axiálním směru. Návrh trubkového skeneru je na obr. 3.2. Skener je v mikroskopu umístěn tak, aby jeho axiální směr byl shodný s osou z . Aby bylo možné skener vychýlit i do směrů laterálních, je jeho vnější elektroda rozdělena na několik částí. Dolní část vnější elektrody zůstává po obvodě

¹Obyčejně se jedná o malé destičky z piezomateriálu které po přiložení napětí na jejich elektrody vykonají střížný pohyb – dvě protilehlé plošky destičky se vůči sobě paralelně posunou a dojde ke zkosení geometrie destičky.

trubičky vcelku a je používána pro vychylování v ose z . Horní část vnější elektrody je rozdělena na čtyři stejné díly, čímž vzniknou dvě protilehlé dvojice elektrod. Jedna dvojice je používána pro vychylování trubičky v ose x , druhá v ose y .



Obrázek 3.2: Náčrtek trubkového piezoelektrického skeneru.

Elektrické zapojení skeneru je následující. Vnitřní elektroda skeneru je připojena na nulový potenciál. Dolní vnější elektroda je připojena na vysokonapěťový signál Z , napětí na elektrodě způsobí prodloužení či zkrácení dolní části skeneru o Δz . Na jednu dvojici protilehlých horních elektrod je připojen signál $+X$ a $-X$. Vysokonapěťové signály $+X$ a $-X$ mají stejné průběhy, ale jeden je vůči druhému invertován. Vzniklé elektrické pole způsobuje vyhnutí horní části trubičky do strany ve směru osy x , takže horní konec trubičky se vychýlí o Δx . Stejně tak je připojena druhá dvojice horních elektrod na signály $+Y$ a $-Y$ a vychýlení Δy je ve směru osy y .

Rozsah skeneru určují: rozměry trubičky skeneru, piezoelektrická konstanta materiálu, ze kterého je skener vyroben a maximální přípustné napětí, které lze na elektrody skeneru přiložit. Běžně používané skenery mají maximální přípustné napětí v rozmezí ± 250 V až ± 350 V a rozměry: průměr trubičky několik milimetrů, tloušťku stěny do 1 mm a výšku v řádu centimetrů. Další vlastnosti těchto skenerů jsou popsány v literatuře [7, odst. 1.2.2].

3.1.3. Tlumení mechanických vibrací

Tlumení vnějších mechanických vibrací je důležitou součástí designu hardwaru mikroskopu. Tlumicí systém minimalizuje přenos mechanických vibrací do zařízení mikroskopu SPM. Nejsilnějšími zdroji mechanického rušení jsou vibrace budov a akustické vibrace. Typické hodnoty frekvencí mechanických vibrací budov jsou v rozmezí 10 Hz až 100 Hz s amplitudami v řádu desetin mikrometrů.

Původ mechanických vibrací budov je různý, především jsou však spojeny s provozem elektrických strojů. Do měřicího systému mikroskopu SPM se vibrace dostávají nosnou konstrukcí mikroskopu. Celkový útlum vnějších mechanických vibrací je nejvíce určován dvěma aspekty:

3.1. HARDWARE MIKROSKOPU

- tuhostí mechanické smyčky mezi sondou a vzorkem mikroskopu a
- tlumicími prvky zakomponovanými do nosné konstrukce systému mikroskopu.

Tlumicí prvky, které lze zakomponovat do nosné konstrukce systému mikroskopu, jsou dvojího typu: pasivní a aktivní. Pasivní tlumení je založeno na principu mechanického oscilátoru s rezonanční frekvencí naladěnou co nejnižší a s co nejnižším Q -faktorem, což eliminuje zesílení přenosu mechanických vibrací kolem rezonanční frekvence. V praxi se pasivní tlumení skládá z pružného prvku s nízkou tuhostí, na kterém je umístěna hmotná základna mikroskopu SPM. Jako pružné prvky jsou používány: gumová lana, pneumatické válce, apod. Jako hmotná základna slouží například samotná nosná konstrukce systému mikroskopu SPM nebo bývají přidány žulové bloky, apod. Pasivní tlumicí prvky přenášejí mechanické vibrace na nízkých frekvencích (přibližně až po svou vlastní rezonanční frekvenci), ale potlačují vibrace na vyšších frekvencích. Rezonanční frekvence pasivních tlumicích prvků bývá pod hodnotu 10 Hz.

Aktivní tlumení je zařízení, které zamezuje přenosu vibrací dále do systému podobně jako tlumení pasivní. Součástí aktivního tlumení je snímač pro měření mechanických vibrací a aktuátor, který je řízen tak, aby zaznamenané vibrace eliminoval. Aktivní tlumicí prvky v porovnání s pasivními lépe potlačují vibrace na nižších frekvencích, avšak na vyšších frekvencích může velikost jejich útlumu opět klesat.

Skládáním jednotlivých tlumicích prvků do série se velikost jejich útlumu sčítá, čehož se při návrhu hardwaru systému mikroskopu využívá. Pro dosažení maximálního útlumu vibrací je důležitá také vysoká tuhost mechanické smyčky mezi sondou a vzorkem, více je uvedeno v [40].

3.1.4. Sonda

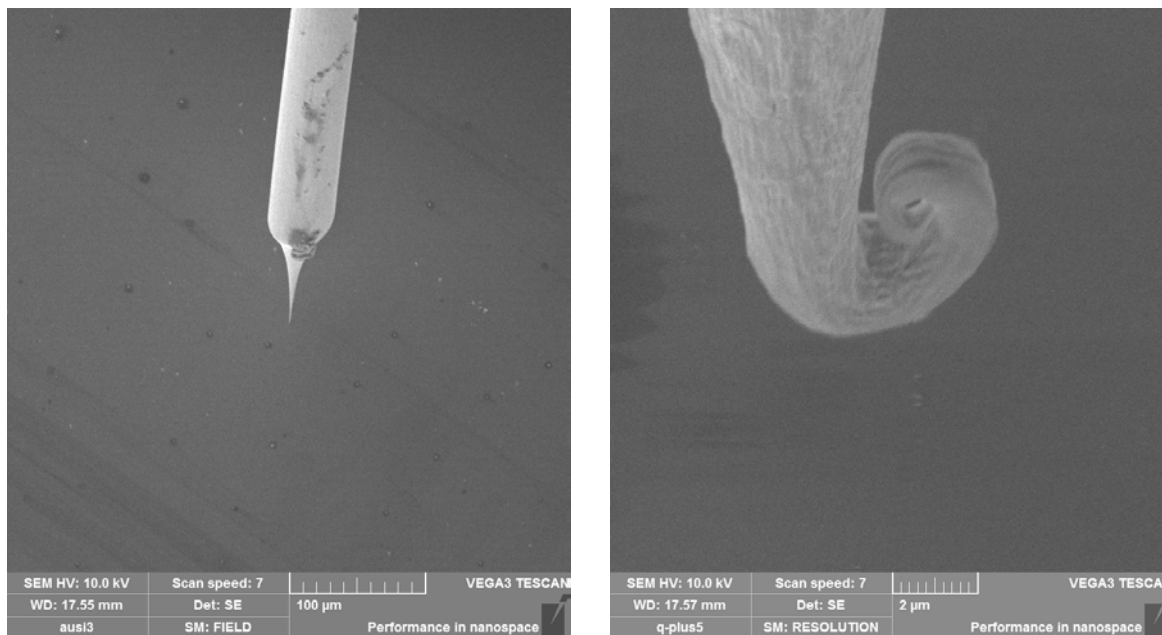
Speciální mechanickou součástí mikroskopu je sonda SPM. Její konstrukce i samotná sonda SPM se liší pro každou techniku rastrovací sondové mikroskopie. Společným základem všech sond SPM je ostrý hrot. Zmíněn zde bude především způsob přípravy hrotů používaných v této práci (kapitoly 5 a 6).

Pro měření lokálních interakcí v co největším rozlišení je důležité zajistit dostatečnou ostrost hrotu sondy [7, kap. 6]. Hroty používané v této práci jsou vyrobeny z drátků ze slitiny PtIr (platina-iridium) z wolframu a dále z krystalu saříru. Každý z hrotů je připravován jinou metodou.

Platino-iridiové hroty používané pro testování mikroskopů v módu STM byly připravovány stříháním štípacími kleštěmi. Hroty připravené touto metodou jsou při STM schopny dosahovat atomárního rozlišení. Jejich poměr dosažených parametrů k náročnosti výroby je činí nejpoužívanějšími hroty při jednoduchých testech a předvádění parametrů mikroskopu STM. Jejich nevýhodou však je rozdílnost geometrie každého jednoho hrotu a nepředvídatelnost jeho tvaru.

Dalším používaným hrotem byl elektrochemicky leptaný hrot z wolframového drátku. Proces elektrochemického leptání hrotu v roztoku KOH zajišťuje vysokou ostrost hrotu (průměr zakončení špičky hrotu je v řádu 10 nm), opakovatelnost výroby a předvídatelný tvar geometrie špičky hrotu [41]. Nevýhodou hrotů z wolframu je jejich chemická nestálost,

na vzduchu oxidují, což způsobuje problémy především při měření STM. Elektrochemicky leptané wolframové hroty používané na ÚFI jsou na obr. 3.3.

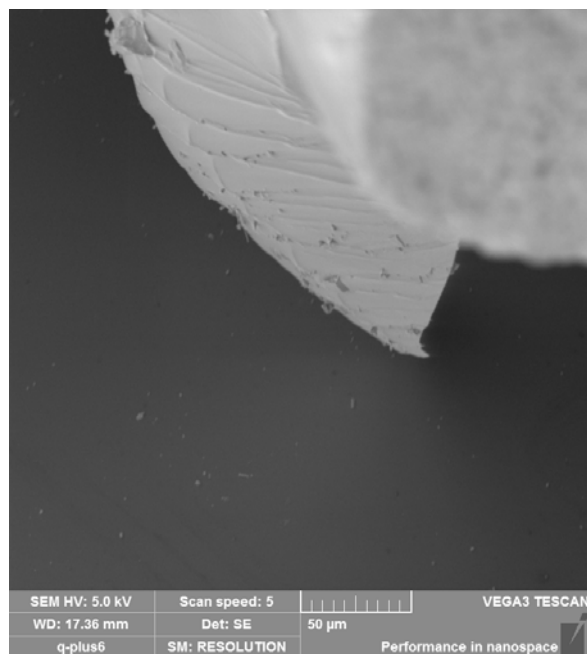


Obrázek 3.3: Snímky wolframových hrotů vyrobených na ÚFI pořízené rastrovacím elektronovým mikroskopem. Vlevo hrot při měření AFM v dynamickém módu. Vpravo detail znehodnocené špičky hrotu po nechtěném kontaktu se vzorkem.

Safírové hroty jsou nevodivé a lze je použít pouze pro měření AFM. Jejich výhodou je jednoduchost přípravy a odolnost proti mechanickému poškození (např. při nechtěné srážce hrotu s měřeným vzorkem) díky tvrdosti tohoto materiálu. Safírové hroty používané v kapitole 6 pro měření se senzory qPlus byly vyráběny rozdrčením většího kusu krystalu safíru pomocí kleští na miniaturní střepy o velikostech několika desetin milimetru. Střep safíru s vhodným makroskopickým tvarem je poté přilepen pomocí epoxidového (popřípadě sekundového) lepidla na konec volného raménka sondy qPlus. Detail safírového hrotu nalepeného na sondě qPlus je na obr. 3.4. Nevýhodou safírových hrotů je malá ostrost špičky v porovnání s leptanými wolframovými hroty.

3.2. Elektronika

Jednotlivé prvky dnešních elektronických systémů pro řízení mikroskopu SPM lze rozdělit na dva typy: analogové a digitální. Digitální prvky systému jsou především SPM kontrolér, řídicí PC a v některých řídicích systémech SPM oscilační jednotka. Analogová část elektroniky systému SPM zajišťuje propojení mezi digitálními prvky a hardwarem mikroskopu. Jejím hlavním úkolem je úprava a zesílení měřených a řídicích signálů. Blíže popsány budou jednotky, které jsou vyvíjeny v kapitole 4.



Obrázek 3.4: Snímek safírového hrotu pořízený rastrovacím elektronovým mikroskopem.

3.2.1. Řídicí jednotka

Řídicí jednotka systému SPM (nazývaná také SPM kontrolér) je základní jednotkou, která řídí celý proces experimentu v reálném čase. Kontrolér SPM má několik analogových a digitálních vstupů a výstupů. Digitálně je propojena s řídicím PC, popřípadě s kontroléry krokových makroposuvů, atp. K analogovým vstupům jsou připojeny signály měřené a analogovými výstupy jsou generovány signály řídicí. SPM kontrolér se stará především o:

- generování řídicích signálů pro skener – což jsou rastrovací signály a případně signály pro volné polohování sondy po ploše vzorku,
- zpětnovazebné řízení vertikální polohy skeneru v závislosti na velikosti měřené interakce hrotu se vzorkem,
- zaznamenávání měřených dat – každý měřený signál včetně vertikální polohy skeneru lze zaznamenávat do samostatného kanálu,
- komunikace s řídicím PC – na kterém jsou nastavovány veškeré parametry SPM experimentu a zobrazována měřená data.

V poslední době je dostupných čím dál tím více komerčně vyráběných systémů od různých firem. Od kompletních řešení zahrnujících veškerý elektronický hardware a software pro PC, které nabízí například firmy *SPECS Zurich GmbH* (dříve Nanonis) nebo *RHK Technology, Inc.*, až po částečná řešení např. od firmy *Soft dB, Inc.* – SPM kontrolér spolupracující s opensource softwarem GXSM [42].

3.2.2. Oscilační jednotka

Oscilační jednotka systému SPM je určena pro zpracování periodických signálů, jako jsou například měřené a budící signály sondy při měření dynamického AFM. Oscilační jednotka obvykle obsahuje digitálně řešený lock-in zesilovač popřípadě i jednotku fázového závěsu (Phase-Locked Loop – PLL). Jejím hlavním úkolem je zjišťovat parametry vstupních periodických signálů a případně podle toho řídit signály výstupní. V počátcích dynamických měření byly oscilační jednotky řešeny analogově [43, 44], avšak v dnešní době s nástupem výkonných signálových procesorů jsou řešeny digitálně.

Oscilační jednotka funguje podobně jako SPM kontrolér – je připojena k řídicímu PC, ze kterého je ovládána a přes analogové vstupy a výstupy k měřicímu systému SPM. V moderních komerčních řídicích systémech SPM jsou SPM kontrolér a oscilační jednotka spojeny do jednoho zařízení.

3.2.3. Vysokonapěťový zesilovač

Vysokonapěťový zesilovač (VN zesilovač) v řídicím systému SPM slouží jako rozhraní mezi SPM kontrolérem a piezoelektrickým skenerem mikroskopu SPM. Jedná se o analogovou jednotku, která zesiluje nízkonapěťové signály SPM kontroléru na vysokonapěťové, které napájí piezoelektrické aktuátory.

U jednotky vysokonapěťového zesilovače je důležitý především nízký šum výstupního signálu. Piezoelektrické trubkové skenery běžných rozměrů (tak jako byly popsány v odst. 3.1.2) mají elektromechanickou konstantu prodloužení v ose z přibližně 5 pm/mV. To znamená, že i malé zvlnění výstupního vysokonapěťového signálu zesilovače může ovlivnit měření SPM. Jako příklad lze uvést závislost tunelovacího proudu na vzdálenosti hrotu a vzorku, kde s každým pikometrem vzdálenosti roste či klesá měřený tunelovací proud přibližně o jeden řád (viz odst. 1.1). Pro měření s vysokým (atomárním) rozlišením mívají jednotky VN zesilovače navíc přepínač velikosti zesílení, což umožňuje využít celý dynamický rozsah analogových výstupů SPM kontroléru i na menší velikost zorného pole.

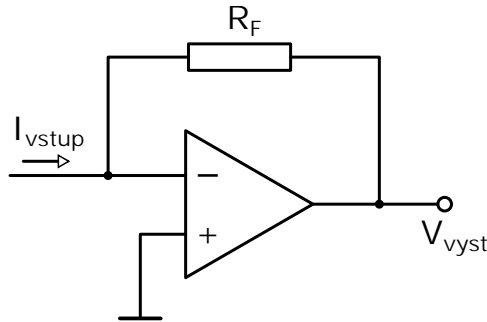
3.2.4. Předzesilovače měřených signálů

Předzesilovače v technologii SPM jsou používány jako první stupeň zesílení mnohdy velice malých měřených signálů. Jednotka předzesilovače má za úkol transformovat měřený signál na napěťový signál s parametry vhodnými pro připojení k jednotce SPM kontroléru (či k oscilační jednotce). Každý mód či sonda SPM (v závislosti na povaze výstupního signálu) vyžaduje jiný typ předzesilovače. Častým úkolem však je zesílení malých vysokoimpedančních proudových signálů. Stejný úkol je řešen při zpracování tunelovacího proudu, výstupního proudu z QTF, či při zpracování signálu z fotodiody. Všechny tyto problémy jsou řešeny v praktické části této dizertační práce v kapitole 4. Elektrický obvod používaný pro zpracování malých proudů se nazývá transimpedanční zesilovač a jeho základní vlastnosti budou rozebrány dále.

Transimpedanční zesilovač je elektronický obvod převádějící proudový signál na signál napěťový. Transimpedanční zesilovač má velmi vysokou vstupní impedanci, takže je vhodný pro zpracování vysokoimpedančních signálů. Jednoduchou realizací transimpe-

3.3. ŘÍDICÍ SOFTWARE

dančního zesilovače je zapojení s operačním zesilovačem ukázané na obr. 3.5. Výstupní napětí V_{vyst} takto zapojeného zesilovače je oproti vstupnímu proudu I_{vstup} invertované a jeho zesílení je úměrné zpětnovazebnímu rezistoru R_F : $V_{vyst} = -R_F I_{vstup}$.



Obrázek 3.5: Schéma transimpedančního zesilovače.

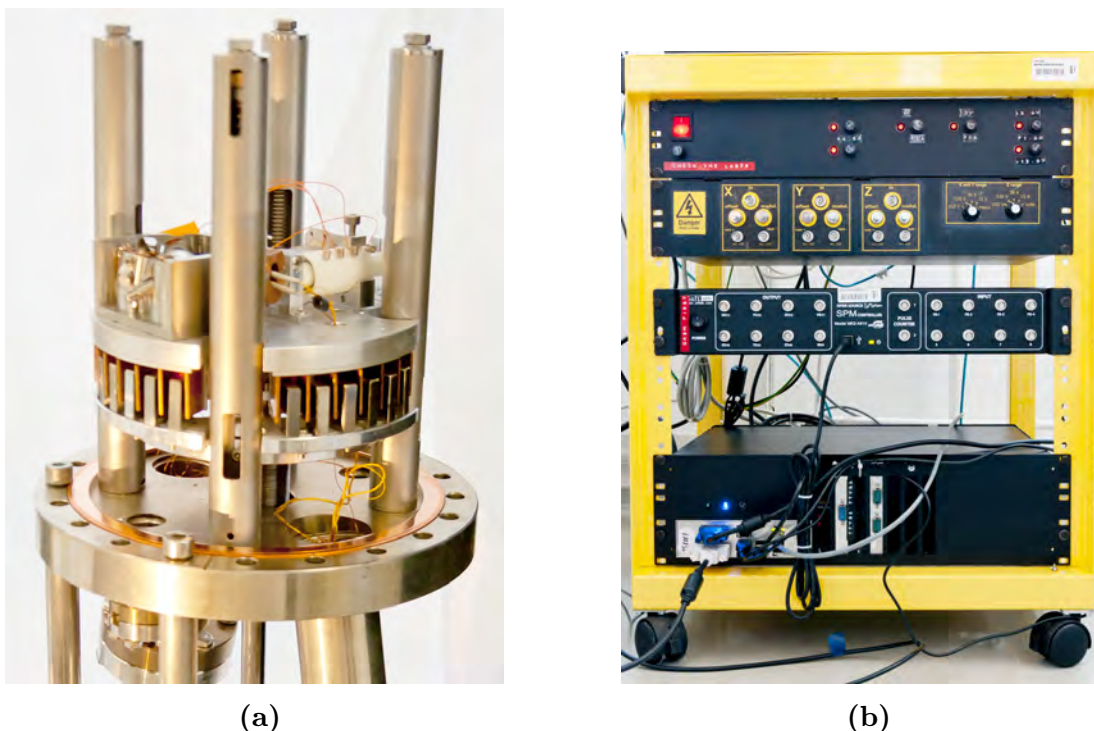
S uvážením, že měřené proudy při experimentech SPM jsou velice malé (např. několik pikoampér v případě tunelovacího proudu pro měření STM), nabývá hodnota zesílení transimpedančních předzesilovačů řádu 10^8 V/A až 10^{10} V/A. Tyto hodnoty naznačují, že se jedná o poměrně speciální použití operačního zesilovače. Proto musí operační zesilovače používané pro konstrukci transimpedančních zesilovačů dosahovat odpovídajících parametrů. Jedním z kritérií je nízká hodnota vstupního klidového proudu, ideálně < 1 pA, aby se do měření nevnášela systematická chyba. Pokud je transimpedanční zesilovač používán v dynamických aplikacích, pak je důležité široké pásmo frekvenční propustnosti takové, aby frekvence měřeného signálu byla i při použitém zesílení stále v pásmu propustnosti, nebo alespoň blízko něj. Za pásmem propustnosti zesilovače totiž klesá jeho zesílení přibližně o jeden řád na frekvenční dekádu. Kvůli minimalizaci šumu výstupního signálu by zároveň mělo jít o precizní nízkošumové operační zesilovače. Jelikož parametry a chování operačních zesilovačů v takto speciálních aplikacích jsou špatně předvídatelné, výběr vhodného typu operačního zesilovače často probíhá jejich experimentálním srovnáním.

3.3. Řídicí software

Software pro řízení mikroskopu SPM běží na řídicím PC. V jeho grafickém rozhraní lze ovládat veškeré prvky prováděného experimentu SPM, jako jsou: nastavení koeficientů zpětné vazby regulátoru vertikální osy z skeneru, nastavení hodnoty žádané veličiny pro zpětnou vazbu, nastavení předpětí na vzorku, nastavení velikosti zorného pole a rozlišení měřeného snímku, atd. Řídicí program také průběžně zobrazuje měřená data a je schopen jednoduchého zpracování měřených dat. Řídicí software úzce spolupracuje s SPM kontrolérem, a musí proto být zajištěna jejich vzájemná kompatibilita. Řídicí software u komerčních řídicích systémů SPM bývá dodáván jako jejich součást. Alternativou ke komerčním systémům SPM je open-source projekt GXSM. Součástí GXSM je řídicí software a firmwarem pro kontrolér SPM, který je psán pro digitální měřicí jednotky firmy *Soft dB, Inc.*. Software GXSM je používán i na ÚFI.

4. Vývoj elektroniky pro řízení rastrovacího sondového mikroskopu

První část prací na vývoji mikroskopu SPM na VUT byla zaměřena na návrh a realizaci nového řídicího systému a další elektroniky nezbytné pro provoz mikroskopu. Systém byl navrhován pro UHV SPM mikroskop vyvinutý na VUT v rámci dizertační práce Filipa Lopoura z roku 2005 [45]. Systém je však koncipován jako univerzální a modulární, tedy lehce doplňitelný či přepracovatelný pro další mikroskopy SPM na VUT vyvíjené či provozované, např. UHV VT¹ STM systém vyvíjený na VUT a UHV VT SPM mikroskop určený pro současné měření s rastrovacím elektronovým mikroskopem (Scanning Electron Microscope – SEM) taktéž vyvíjený na VUT (více bude popsán v kapitole 6). Na řídicím systému spolupracovala celá skupina AFM na Ústavu fyzikálního inženýrství.



Obrázek 4.1: Fotografie UHV SPM mikroskopu (a) vyvinutého na VUT a fotografie elektroniky vyvíjeného řídicího systému SPM (b) v pojízdném „racku“ (stav z konce roku 2012).

Mikroskop UHV SPM (obr. 4.1a) je schopný pracovat v základních módech měření SPM – STM a kontaktní AFM. Pro měření kontaktní AFM jsou použity komerčně vyráběné křemíkové cantilevery, jejich průhyb je detekován opticky, pomocí pozičně citlivého fotodetektoru (Position Sensitive Photo Detector – PSPD), na který dopadá laserový sva-

¹Zkratka VT označuje mikroskopy s proměnnou teplotou (Variable Temperature – VT) vzorku, často však bývá na téže teplotě udržována i sonda mikroskopu.

4.1. ŘÍDICÍ JEDNOTKA

zek odražený od konce cantileveru. Mikroskop má piezoelektrický trubkový skener (viz oddíl 3.1.2).

Ze zmíněných technických specifikací mikroskopu vyplývají požadavky na elektroniku systému, především pak na analogovou elektroniku zpracovávající signály mezi řídicí jednotkou a hardwarem mikroskopu, v následujících kapitolách bude veškerá elektronika popsána podrobněji. Na obr. 4.1b je fotografie vyvíjeného řídicího systému používaného s mikroskopem UHV SPM, ve stavu z konce roku 2012.

4.1. Řídicí jednotka

Základem elektroniky mikroskopu je řídicí jednotka. Protože se jedná o poměrně složitou elektronickou jednotku, která musí spolupracovat s neméně složitým řídicím softwarem, bylo přistoupeno ke koupi komerční jednotky namísto dlouhodobého vývoje jednotky vlastní. Při jejím výběru bylo bráno v potaz několik faktorů, především otevřenost a zpracovanost systému včetně dostupného softwaru a cena. Jako nejvhodnější byla vybrána jednotka *MK2-A810* firmy *Soft dB inc.*

Řídicí jednotka je vytvořena pro open-source projekt *GXSM*, což je software pro řízení experimentů SPM. Otevřenost projektu umožňuje úpravy softwaru/funkčnosti podle specifických potřeb každého mikroskopu a vyhovuje tak nejdůležitějšímu hledisku při vývoji univerzálního modulárního řídicího systému SPM, open-source software je navíc bezplatný.



Obrázek 4.2: Fotografie SPM řídicí jednotky *MK2-A810* firmy *Soft dB Inc.*, používaná na ÚFI FSI VUT.

Samotná jednotka se skládá z analogové a digitální části. Jádrem digitální části je digitální signálový procesor 5502 firmy *Texas Instruments Inc.*, na kterém běží firmware *GXSM*. Procesor se spolu s programovatelným hradlovým polem stará o řízení měření v reálném čase - rastrování, sběr dat a komunikaci s řídicím PC. Analogová část provádí analogově-digitální a digitálně-analogové převody s 16bitovým rozlišením se vzorkovací frekvencí 150 kHz. Dynamický rozsah analogových vstupů a výstupů je standardní: $\pm 10V$ [46].

4.2. Vysokonapěťový zesilovač a napěťový zdroj

Vysokonapěťový zesilovač (VN zesilovač) funguje jako mezistupeň pro zesílení signálů rastrování, které generuje řídicí jednotka, na vysokonapěťový signál schopný budit trubkový skener. Napěťový zdroj je univerzální napájecí jednotka pro veškerou elektroniku mikroskopu, zahrnující několik napěťových výstupů včetně vysokého napětí.

4. VÝVOJ ELEKTRONIKY PRO ŘÍZENÍ RASTROVACÍHO SONDOVÉHO MIKROSKOPU

Piezelektrické trubkové skenery jsou obvykle konstruovány pro budicí napětí v rozmezí ± 250 V až ± 350 V. Abychom byli schopni využít celý rozsah skeneru, je třeba signály z řídicí jednotky zesílit přibližně $35\times$. Zesílení signálu na vysoká napětí je možno řešit komerční jednotkou, z důvodů jednoduchosti úprav zesilovače a finančních však bylo přistoupeno k vývoji zesilovače vlastního. Navržený koncept elektroniky zesilovače využívá integrovaných obvodů vysokonapěťových operačních zesilovačů firmy *Apex Microtechnology, Inc.*, konkrétně zesilovače *PA94*. Principem funkce je integrovaný obvod *PA94* podobný klasickému operačnímu zesilovači, avšak dynamický rozsah výstupu je až ± 400 V, při výstupním proudu 100 mA. Jednotka VN zesilovače byla navrhována a vyráběna ve dvou verzích. V pořadí druhý exemplář byl vyvinut později a jeho návrh byl upraven podle poznatků získaných při práci s prvním. Veškeré informace zde uvedené se budou týkat druhé verze VN zesilovače.

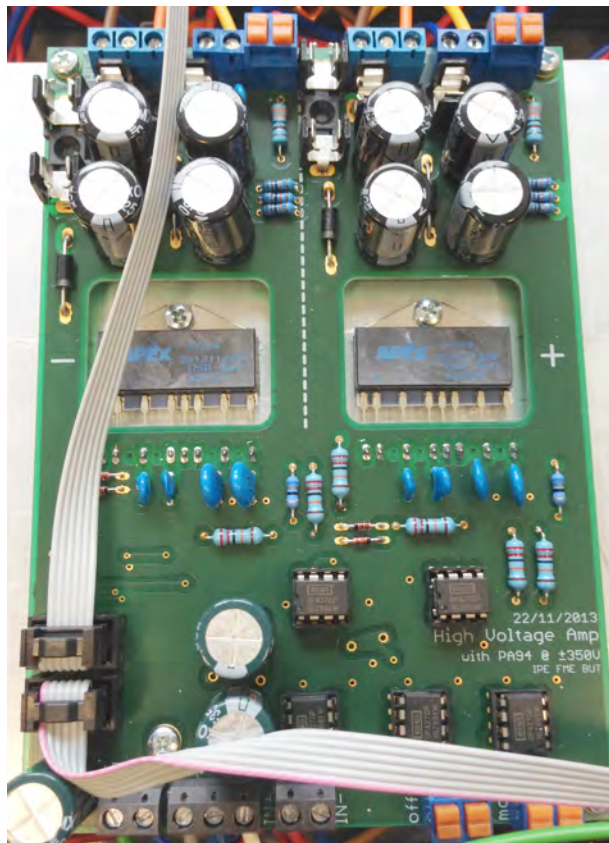


Obrázek 4.3: Fotografie VN zesilovače vlastní výroby. Čelní panel (nahore) se vstupy, monitorovacími výstupy a přepínači zesílení. Zadní panel (dole) s vysokonapěťovými konektory (vstupní a výstupní).

VN zesilovač je složen ze tří identických VN modulů (obr. 4.4), každý ovládá jednu ze tří os (*X*, *Y*, nebo *Z*) skeneru. VN modul lze rozdělit do několika funkčních bloků, viz obr. 4.5. Signálové vstupy VN zesilovače dokáží pracovat se signály s dynamickým rozsahem ± 10 V (takže je plně kompatibilní s řídicí jednotkou). Každý modul má tři diferenciální vstupy – kromě hlavního signálového vstupu (pro signály ovládající rastrování skeneru) je zde vstup pro offset (posunutí zorného pole v rámci rozsahu skeneru) a vstup pro modulaci hlavního signálu. Zesilovač má přepínatelné zesílení: $35\times$, $20\times$, $10\times$ a $3\times$, takže je možné využít plné rozlišení (16-bit) řídicí jednotky i při menších zorných polích, například při detailnějším zkoumání menších struktur. Zesílení může být přepnuto i na volbu *auto*, při které je možné zesílení přepínat softwarově přes D-sub konektor umístěný na zadní straně VN zesilovače. Softwarové přepínání funguje pomocí logických signálů na 5V úrovni.

Signál offsetu pro posunutí zorného pole bývá v průběhu měření konstantní a je opatřen filtrem typu dolní propust, za účelem snížení vysokofrekvenčního šumu. Offsetový signál je vždy zesílen $35\times$ bez ohledu na polohu přepínače zesílení, takže i při nejmenším zesílení nastaveném na VN zesilovači je možné měřit při kraji rozsahu skeneru.

4.2. VYSOKONAPĚŤOVÝ ZESILOVAČ A NAPĚŤOVÝ ZDROJ



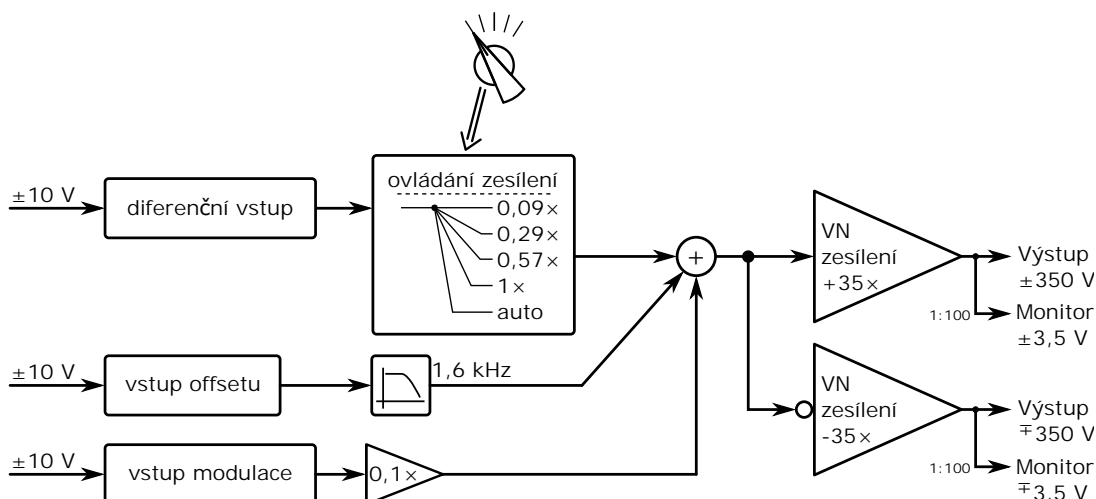
Obrázek 4.4: Fotografie VN modulu vlastní výroby. Jednotka VN zesilovače obsahuje tři VN moduly, každý pro ovládání jedné osy skeneru.

Poslední vstup je určen pro modulaci výstupního napětí, jeho zesílení je vždy $3,5\times$ opět bez ohledu na polohu přepínače zesílení. Modulace signálu může být použita například pro měření s lock-in zesilovačem.

Každý VN modul má dva vysokonapěťové výstupy, jeden neinvertovaný a druhý invertovaný, tak aby bylo možné VN zesilovač přímo propojit s trubkovým skenerem. Výstupy mají dynamický rozsah ± 350 V. Každý vysokonapěťový výstup má i monitorovací výstup, tvořený jednoduchým napěťovým děličem s poměrem 1 : 100. VN zesilovač je napájen z napěťového zdroje univerzálním konektorem, který sdružuje všechna potřebná napájecí napětí. VN zesilovač je použitelný pro většinu běžných skenerů založených na piezoelektrickém jevu.

Napěťový zdroj funguje jako univerzální napájecí jednotka pro veškeré elektronické komponenty systému vlastní výroby, především pro VN zesilovač a signálové předzesilovače. Vzhledem k tomu, že zdroj poskytuje napájení analogovým obvodům, byl při vývoji kladen důraz na nízké zvlnění a nízký šum výstupních napětí – z tohoto důvodu byla použita technologie dvoucestného usměrnění střídavého napětí ze síťového transformátoru a následně lineární regulace výstupních napětí, pomocí integrovaných obvodů lineárních regulátorů napětí s pevným či proměnným výstupním napětím. Za účelem snížení zvlnění výstupních napětí byly pro usměrňovací diodový můstek použity diskrétní rychlé diody s paralelně připojeným kondenzátorem pro filtraci napěťových špiček vznikajících

4. VÝVOJ ELEKTRONIKY PRO ŘÍZENÍ RASTROVACÍHO SONDOVÉHO MIKROSKOPU



Obrázek 4.5: Funkční schéma VN modulu pro ovládání jedné osy trubkového skeneru. Modul je součástí VN zesilovače vlastní výroby. Modul má tři vstupy s dynamickým rozsahem ± 10 V. První (hlavní) vstup je určen pro zesilovaný signál rastrování, pomocí mechanického přepínače je možné volit jeho zesílení. Dále je zde vstup pro offset (posun zorného pole v rámci rozsahu skeneru) s filtrem typu dolní propust a vstup pro modulaci hlavního signálu (např. pro měření s lock-in zesilovačem). Všechny tři vstupní signály jsou poté sečteny a zesíleny na vysoké napětí vhodné pro ovládání piezo-elektrických skenerů. Pro ovládání piezo-elektrických trubkových skenerů je přidán invertovaný VN výstup. Oba výstupy mají možnost připojení monitorů výstupního napětí.

při překlápění diod z propustného do závěrného směru. Pro pokrytí veškerých potřeb má zdroj šest výstupních napěťových úrovní: ± 350 V, $\pm 13,6$ V, $+12$ V a $+5$ V.

Jádrem napěťového zdroje je síťový toroidní transformátor s několika výstupy a vstupy (obr. 4.7) vyrobený na zakázku se speciální úpravou pro audio provoz, tj. přídavné stínění mezi primárním a sekundárním vinutím a magnetické stínění celého transformátoru. Transformátor byl vyroben firmou *ELEKTRO-KARBAN s.r.o.*

Vysokonapěťový výstup je určen pro napájení VN zesilovače a dalších piezoelektrických prvků, může tak být navržen na malé kontinuální proudy a je také jediný, který není lineárně regulován, ale pouze dvoucestně usměrněn a vyhlazen filtračními kondenzátory. Dimenzován je na 350 V a maximální kontinuální proud 100 mA, při použití filtračních kondenzátorů s celkovou kapacitou 1 mF je celkové zvlnění přibližně 300 mV. Za filtračními kondenzátory ještě následuje filtrace RC členem (s časovou konstantou cca $1,1 \mu\text{s}$). Filtraci zvlnění napájecího napětí provádí i vysokonapěťový operační zesilovač použitý v koncovém stupni VN zesilovače. Jelikož VN výstup zdroje není regulován, jsou pro nastavení správného výstupního napětí použity další přidané výstupy toroidního transformátoru. Správnou volbou kombinace použitých vývodů primárního vinutí i sekundárního VN vinutí lze hodnotu výstupního napětí poměrně přesně nastavit.

Výstup $\pm 13,6$ V je určen pro napájení nízkonapěťových analogových obvodů, hladina $\pm 13,6$ V byla volena kvůli kompatibilitě s 12V olovenými akumulátorovými články. 13,6 V

4.3. KOMBINOVANÝ PŘEDZESILOVAČ STM/AFM – OPTICKÁ DETEKCE



Obrázek 4.6: Fotografie napěťového zdroje vlastní výroby. Otevřená jednotka s čelním panelem (nahore), na kterém jsou umístěny kontrolní LED a tavné pojistky jednotlivých napěťových výstupů a hlavní vypínač. Zadní panel (dole) s vysokonapěťovým konektorem pro napájení VN zesilovače, dalšími výstupy pro napájení analogových obvodů a vstupem napájecího síťového kabelu.

je tzv. udržovací napětí² 12V olověného akumulátoru. Akumulátory mohou být kontinuálně paralelně připojeny k systému a v případě potřeby (pro měření s největším rozlišením) je odpojen napěťový zdroj, takže nízkonapěťové analogové obvody jsou napájeny z akumulátorů.

Výstupy 12 V a 5 V jsou použity pro napájení analogově-logických (příp. čistě logických) obvodů, např. pro obvody přepínající zesílení, atp. Tyto napěťové výstupy zvyšují univerzálnost celého systému a jsou připraveny pro použití s nově vyvíjenými elektronickými obvody nutnými pro další metody SPM.

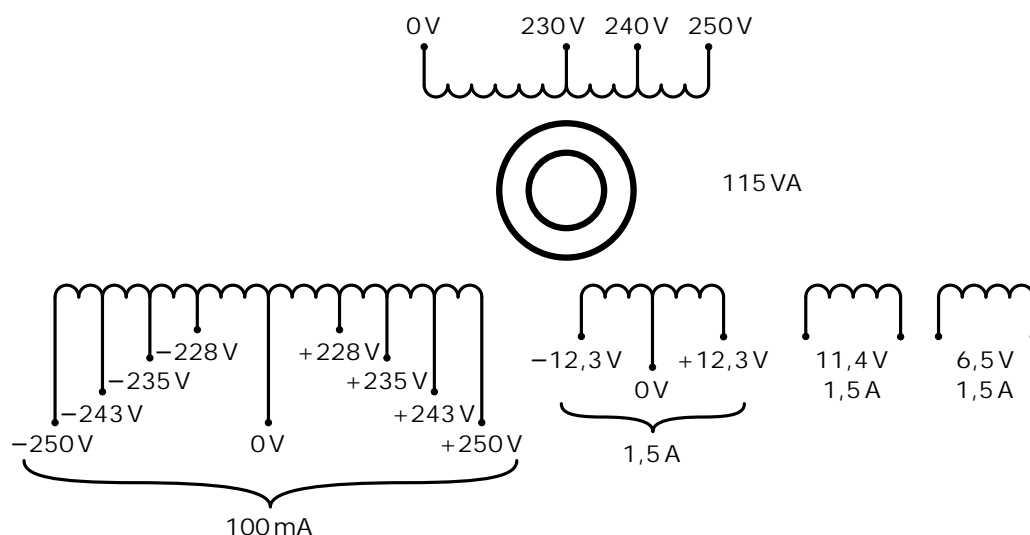
Elektronická schémata všech navrhovaných obvodů jsou v příloze dizertační práce.

4.3. Kombinovaný předzesilovač STM/AFM – optická detekce

Předzesilovač je určen pro použití s UHV SPM mikroskopem vyvinutým na VUT (obr. 4.1a). Jedná se o komplexní jednotku zahrnující v sobě transimpedanční zesilovač tunelovacího proudu pro měření STM; transimpedanční zesilovače proudu z diod čtyřkvadrantového

²Napětí, na kterém může být baterie připojena kontinuálně, přičemž se pomalu nabíjí či udržuje v nabitém stavu.

4. VÝVOJ ELEKTRONIKY PRO ŘÍZENÍ RASTROVACÍHO SONDOVÉHO MIKROSKOPU



Obrázek 4.7: Schéma navrženého toroidního transformátoru. Primární vinutí je na horní polovině obrázku, sekundární na dolní. Uváděny jsou efektivní hodnoty střídavých napětí. Nadbytečné vývody na primárním vinutí a sekundárním VN vinutí jsou použity k nastavení správné hodnoty VN napětí na výstupu zdroje. Hodnoty nízkých střídavých napětí sekundárního vinutí jsou mírně naddimenzovány kvůli úbytku napětí na lineárních regulátorech napětí.

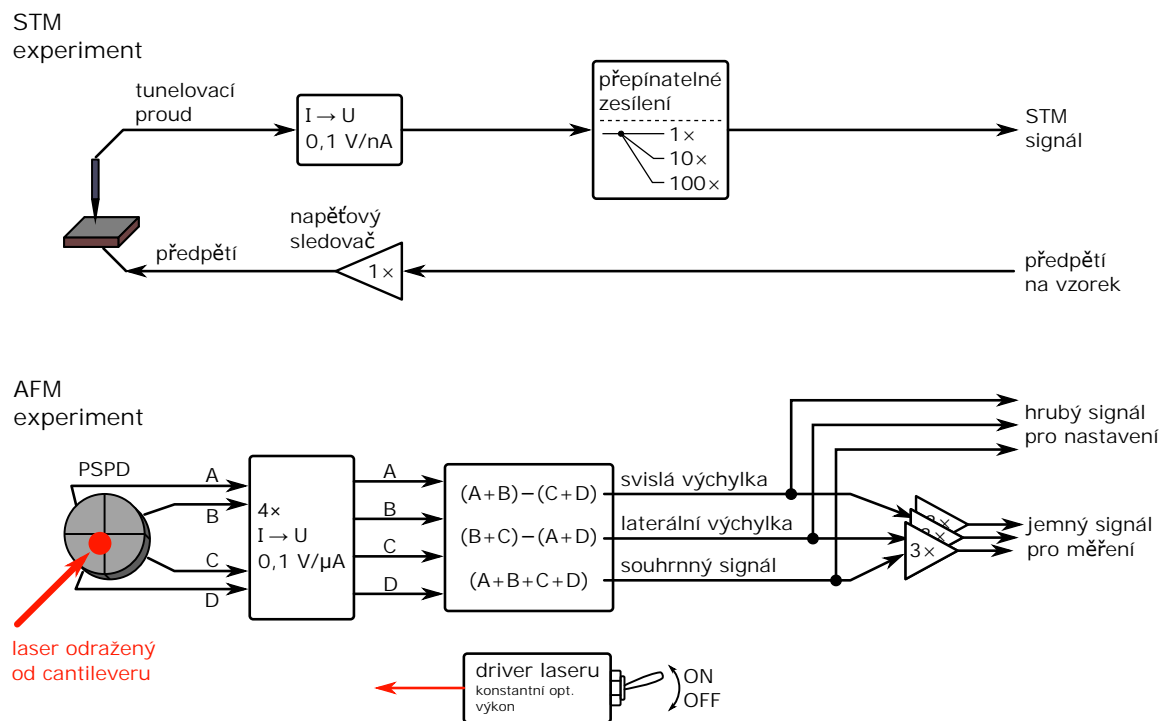
PSPD senzoru a následné analogové zpracování těchto signálů a také driver pro buzení polovodičového laseru použitého k detekci prohnutí cantileveru při měření AFM. Jelikož zesilované signály mají charakter velmi slabých proudů (řádově nA) a jsou snadno zarušitelné, je celý předzesilovač umístěn co nejbližší UHV komory, ve které je mikroskop umístěn, konkrétně na UHV průchodku. Elektronické obvody předzesilovače jsou umístěny v duralové krabici, která je konektorem přímo spojena s vakuovou průchodkou, viz obr. 4.8.



Obrázek 4.8: Fotografie kombinovaného STM/AFM předzesilovače vlastní výroby, je určen pro měření s mikroskopem UHV SPM vyvinutém na VUT.

4.3. KOMBINOVANÝ PŘEDZESILOVAČ STM/AFM – OPTICKÁ DETEKCE

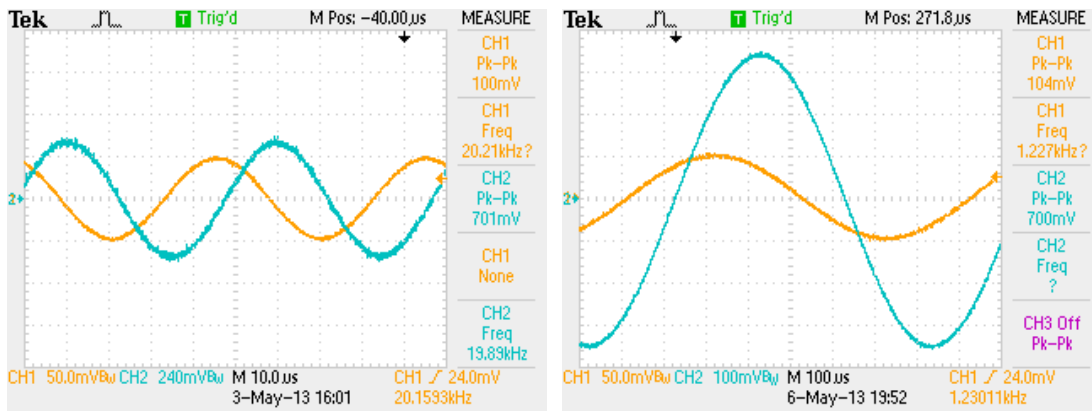
Na obr. 4.9 je znázorněno funkční schéma vyvíjeného předzesilovače. Tunelovací proud je zesílen nejprve transimpedančním zesilovačem a následně druhým stupněm (napětovým zesilovačem) s volitelným zesílením, takže celkové zesílení lze přepínat mezi hodnotami: 0,1 V/nA, 1 V/nA, nebo 10 V/nA. Pro impedanční oddělení signálu předpětí, které je přikládáno na vzorek, je použit napětový sledovač. Paprsek laseru po jeho správném nastavení (po odrazu od cantileveru) vytváří na senzoru PSPD stopu, jejíž poloha odpovídá aktuálnímu prohnutí cantileveru. Zpracováním proudových signálů ze senzoru PSPD, které je realizováno analogově, generujeme výstupní napětové signály. Výstupní signály jsou úměrné pohnutí cantileveru ve vertikálním směru (k a od vzorku) a laterálnímu průhybu (kroucení cantileveru). Třetí výstupní signál je součtový signál ze všech kvadrantů senzoru PSPD, který může být použit pro normování předešlých dvou signálů. Celá trojice výstupních signálů je vyvedena nezesílená (pro účely nastavování laserového svazku) a 3× zesílena pro účely samotného měření AFM.



Obrázek 4.9: Funkční schéma předzesilovače pro mikroskop UHV SPM vyvinutého na VUT. Předzesilovač je určený pro měření STM a kontaktního AFM. Podrobný popis je v textu.

Byly provedeny jednoduché srovnávací testy STM části předzesilovače. Pomocí funkčního generátoru a osciloskopu byla zjišťována šířka pásma zesilovače. Srovnání byla provedena s komerčním transimpedančním zesilovačem firmy *FEMTO Messtechnik GmbH* typ *DLPCA-200*. Nastavené zesílení bylo 1 V/nA, přičemž šířka pásma předzesilovače vlastní výroby byla cca 20 kHz a zesilovače *FEMTO* 1,2 kHz. Na obr. 4.10 jsou vyobrazeny obrazovky osciloskopu při měření. Z grafů je možné i lehké srovnání kvality signálů – na výstupním signálu zesilovače vlastní výroby je patrná vyšší úroveň rušení, což je v souladu s jeho větší šířkou pásma.

4. VÝVOJ ELEKTRONIKY PRO ŘÍZENÍ RASTROVACÍHO SONDOVÉHO MIKROSKOPU



Obrázek 4.10: Obrazovky osciloskopu při srovnávacím měření šířky pásma STM předzesilovače vlastní výroby (vlevo) a komerčního zesilovače *FEMTO DLPCA-200* (vpravo). Žlutý (kanál 1) je budicí signál, modrý (kanál 2) je výstupní signál. Budicí signál byl proud sinusového průběhu s amplitudou 0,5 nA. Zesílení bylo nastaveno na 1 V/nA, obrazovky jsou zachyceny v okamžiku dosažení hranice šířky pásma.

4.4. Oscilační jednotka

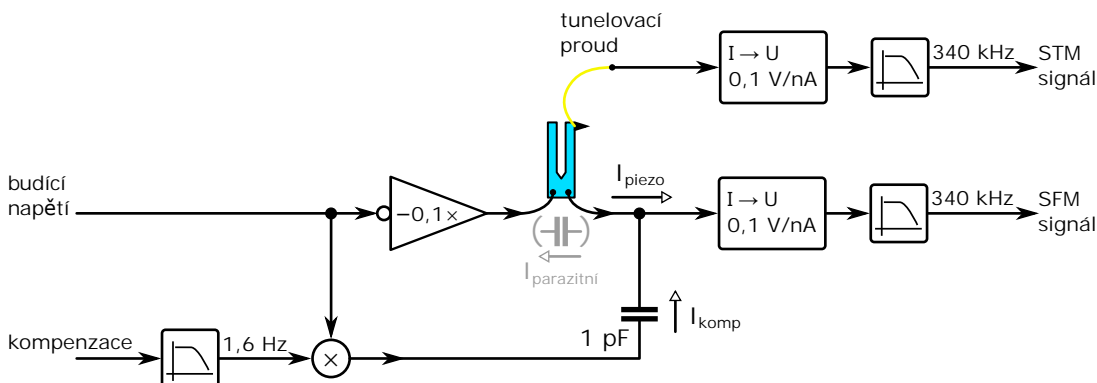
Oscilační jednotka v měřicím systému SPM je nutná pro dynamická měření a dále ji lze využít pro měření různých typů spektroskopií. Jelikož se jedná o konstrukčně složitou elektronickou jednotku spolupracující s řídicím počítačem (podobně jako jednotka řídicí) bylo přistoupeno ke koupi jednotky komerční. Důležitým faktorem při výběru byla opět univerzálnost zařízení a jeho široké možnosti úprav pro měření různých technik SPM. Vybrána byla jednotka *HF2LI* firmy *Zurich Instruments AG*. Jedná se o velice komplexní jednotku zahrnující dva lock-in zesilovače, dvě PLL jednotky (s frekvenčním rozsahem $0,8 \mu\text{Hz} \div 50 \text{MHz}$) a čtyři PID regulátory. Řídicí software oscilační jednotky dovoluje uživateli skriptování, což zjednodušuje použití v různých SPM systémech. Cena této jednotky se pohybuje okolo 750 000 Kč. Fotografie jednotky je na obr. 4.11.



Obrázek 4.11: Fotografie oscilační jednotky *HF2LI* firmy *Zurich Instruments AG* používané na VUT.

4.5. Kombinovaný předzesilovač STM/AFM – piezoelektrické sondy

Další jednotka předzesilovače byla vyvinuta pro použití s nově vyvíjenými SPM mikroskopy na VUT. Celý systém rozšiřuje o možnost měřit další techniky SPM, především techniky založené na sondách vyrobených z křemenných ladicích vidliček. Sondy založené na křemenných ladicích vidličkách se používají pouze pro dynamická měření rastrovací silové mikroskopie (Scanning Force Microscopy – SFM) a na kombinovaná měření SFM a STM.

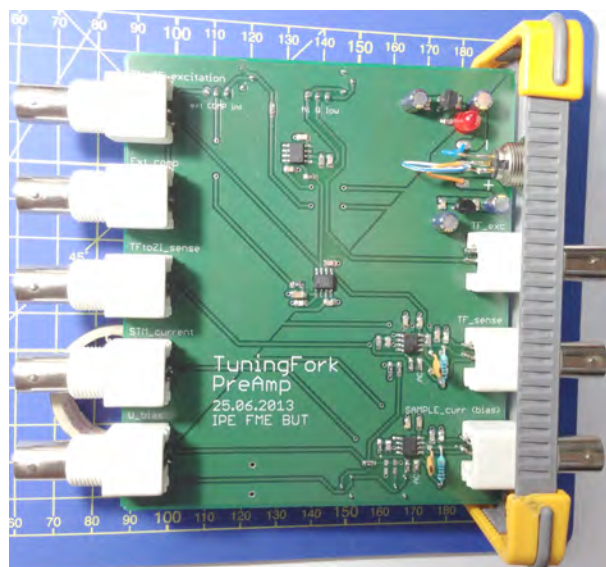


Obrázek 4.12: Funkční schéma předzesilovače vlastní výroby pro techniky SPM založené na sondách vyrobených z křemenných ladicích vidliček.

Na obr. 4.12 je funkční schéma předzesilovače. Primárně je předzesilovač určený pro senzory vyrobené z volných křemenných vidliček, takže je nutné, aby jeho součástí bylo i elektronické buzení mechanického kmitání senzoru. Signál buzení je v předzesilovači invertován a $10\times$ zeslaben. Na buzení senzorů stačí velice malá napětí (v řádu jednotek mV), takže zeslabení signálu až v jednotce předzesilovače přispívá ke snížení zarušení budícího signálu. Invertování signálu umožňuje kompenzaci vlastní kapacity ladicí vidličky a přívodních kabelů (viz dále). Přes kapacitu vidličky teče střídavý parazitní proud I_{parazit} , který se přičítá do měřeného piezoelektrického proudového signálu I_{piezo} , a tak jej ovlivňuje. Parazitní proud můžeme kompenzovat přičítáním dalšího tzv. kompenzačního proudu I_{komp} , který je do výstupního proudového signálu injektován přes malý keramický kondenzátor (1 pF). Kompenzační proud je odvozen od budícího signálu, má však jinou amplitudu vznikající analogovým násobením s konstantním signálem kompenzace. Signál kompenzace určuje míru kompenzace, kterou je potřeba před každým měřením nastavit. V praxi je signál kompenzace generován přímo oscilační jednotkou na jednom z analogových výstupů, jeho velikost manuálně nastavuje operátor. Vzhledem k tomu, že signál kompenzačního proudu není vzhledem k budícímu napětí invertován, setkává se s parazitním proudem v protifázi a nuluje jej.

Výstupní střídavý proud ze senzoru I_{piezo} je dále zpracováván stejným způsobem jako tunelovací proud. Zesíleny jsou transimpedančním zesilovačem s celkovým zesílením $0,1 \text{ V/nA}$. Pro obvod transimpedančního zesilovače je použit operační zesilovač AD823. Fotografie osazené desky plošných spojů předzesilovače je na obr. 4.13.

4. VÝVOJ ELEKTRONIKY PRO ŘÍZENÍ RASTROVACÍHO SONDOVÉHO MIKROSKOPU



Obrázek 4.13: Fotografie osazené desky plošných spojů předzesilovače STM/AFM vlastní výroby pro sondy založené na křemenném rezonátoru.

5. Vývoj systému SPM se sondou qPlus na Universität Hamburg

Další kapitola praktické části dizertační práce bude věnována vývoji systému pro měření SFM/STM (i simultánně) s qPlus sondou, určeného pro měření v UHV za nízkých teplot a v silných magnetických polích, jedná se o projekt, který vede Prof. Alexander A. Khajetoorians, toho času na univerzitě v Hamburku (Universität Hamburg, Institut für Angewandte Physik, Jungiusstr. 11, D-20355 Hamburg; dále jen UHH) v SPM skupině Prof. Rolanda Wiesendangera. Práce autora na projektu zahrnují vývoj mikroskopu, implementaci technologie qPlus, výrobu a zprovoznění pro testy v lážňovém kryostatu na kapalném heliu. Práce na projektu probíhaly při autorově půlročním studijním pobytu na UHH.

5.1. Mikroskop

Na UHH nebyla doposud technologie qPlus používána, takže celý systém bylo potřeba navrhnout od základů. Aby mohlo být přistoupeno k řešení problematiky qPlus bez zdlouhavého vývoje nového těla mikroskopu, bylo využito designu mikroskopu STM, který je na univerzitě v Hamburku již dlouhou dobu používán a velice dobře zvládnut (obr.5.1). S výhodou je tak využito elektrického snímání prohnutí raménka senzoru qPlus a s tím spojené jednoduché hardwarové implementace. Při úpravách však je dbáno na to, aby zůstaly zachovány původní vlastnosti mikroskopu – možnost měření v ultravysokém vakuu, v silném magnetickém poli a za nízkých teplot [47, 48].



Obrázek 5.1: Fotografie těla STM mikroskopu používaného na univerzitě v Hamburku.

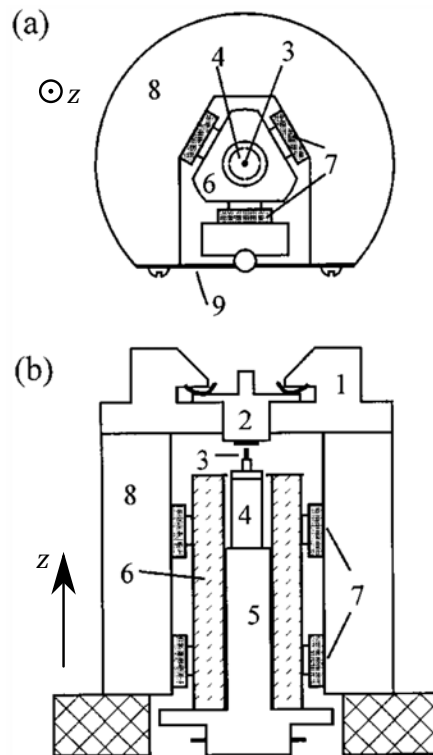
Dále musela být navržena samotná sonda qPlus a systém řízení mikroskopu, včetně veškeré potřebné elektroniky. Systém pro měření dynamického AFM je na UHH používán a stejný základ je použit i pro nový mikroskop. Nově však jsou navrženy a vyrobeny předzesilovače potřebné pro sondu qPlus i pro měření STM. Hlavní účel vývoje tohoto

5.1. MIKROSKOP

mikroskopu na univerzitě v Hamburku je měření nevodivých vzorků a MExFM (Magnetic Exchange Force Microscopy) [49].

5.1.1. Hardware

Hardware mikroskopu je založen na tzv. „Pan designu“, pojmenovaném podle S. H. Pana, který jej vytvořil [50]. Koncept designu je založen na velice tuhém a robustním válcovém těle mikroskopu s makroposuvem v ose z (příjezd ke vzorku) umístěným uvnitř. Design je velice symetrický, což má dobrý vliv na snižování teplotního driftu. Dalšími prvky umístěnými v těle mikroskopu jsou trubkový piezoelektrický skener pro rastrování a držáky vzorku a sondy. Makroskopický příjezd je řešen pomocí krokového piezoelektrického posuvu typu slip-stick. Schéma mikroskopu podle S. H. Pana je na obr. 5.2. Design mikroskopu STM používaného na UHH (obr. 5.1) je založen na totožném konceptu. Změněn je pouze držák vzorku a celkové velikosti mikroskopu jsou upraveny tak, aby mikroskop bylo možné použít v kryostatů používaném na UHH.



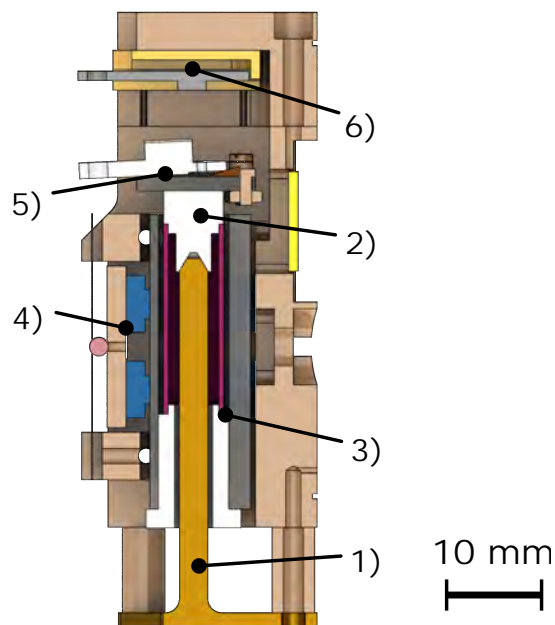
Obrázek 5.2: Schéma mikroskopu podle Pan designu: (a) pohled shora, (b) pohled z boku, průměr těla mikroskopu je přibližně 38 mm. Makroposuv v ose z zajišťuje krokový piezo-motor. (1) Držák paletky vzorku, (2) vzorek, (3) STM hrot, (4) skener, (5) držák skeneru, (6) safírový krystal (slouží jako pohyblivá část krokového makroposuvu), (7) stříhové piezoelementy (aktuátory krokového makroposuvu), (8) tělo mikroskopu, (9) listová přítlačná pružina (tlačí safírový krystal proti piezoelementům). Převzato z [50].

5. VÝVOJ SYSTÉMU SPM SE SONDOU QPLUS NA UNIVERSITÁT HAMBURG

Nový mikroskop qPlus vychází svou konstrukcí z mikroskopu STM. Stejný zůstává držák vzorku, což zajišťuje kompatibilitu se stávajícím systémem palettek. Na skener bude umístěn nově navrhovaný držák sondy qPlus, adekvátně k rozměrům držáku sondy musí být zvětšeny rozměry vnitřní kapsy v těle mikroskopu. Umístění sondy qPlus na skener s sebou nese výhodu v podobě buzení sondy modulací z polohy skeneru, takže není třeba řešit konstrukci zvláštního budicího piezoelementu. Hlavními designovými úpravami jsou přidání podpory skeneru pro *in situ* výměnu sondy qPlus a návrh nového držáku sondy qPlus.

Podpora trubkového skeneru

Při výměně sondy qPlus v UHV komoře je na skener vyvíjena poměrně velká síla ve směru kolmém na osu skeneru. Namáhání v tomto směru může mít za následek zlomení skeneru. Přidaná podpora skeneru má za úkol přenášet silové namáhání přímo na tělo mikroskopu [51]. Jedná se o malou kónicky zakončenou tyčinku, připevněnou k tělu mikroskopu, která prochází středem skeneru v jeho ose, viz obr. 5.3. Pokud je držák sondy qPlus v krajní poloze makroposuvu vzdálenější od vzorku (v poloze pro výměnu sondy), dosedá na kónické zakončení podpory. Podpora je vyrobena z fosfor-bronzu, tak jako celé tělo mikroskopu.



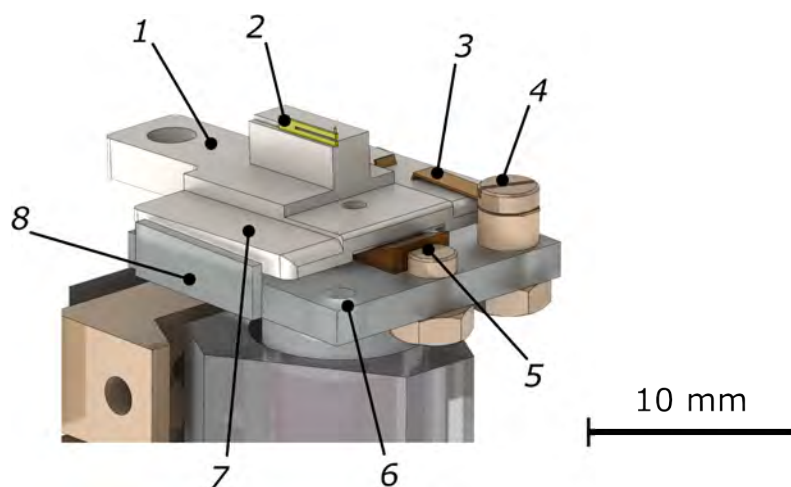
Obrázek 5.3: Nově navržený design mikroskopu v podélném řezu – kónicky zakončená podpora (1) skeneru procházející jeho středem a protikus (2) s dosedací plochou. Podpora prochází středem skeneru (3), který je sevřen mezi piezoelementy (4) makroposuvu. Na vložce skeneru je přilepen držák sondy qPlus (5). V hlavě mikroskopu se nachází držák vzorku (6).

5.1. MIKROSKOP

Držák sondy qPlus

Abychom umožnili *in situ* výměnu sondy, musel být navržen nový držák. Držák sondy qPlus byl navržen pro stejnou šířku paletky, jako má paletka pro vzorek, můžeme tak využít jeden zásobník pro obojí. Na držáku je potřeba navrhnout tři elektrické kontakty (dva pro QTF a jeden pro tunelovací proud). Jelikož je držák sondy qPlus umístěn na skeneru, neměla by jeho hmotnost být (z důvodu zachování dynamiky skeneru) příliš vysoká.

Design nového držáku je na obr. 5.4, základní destička je vyrobena ze safíru, jelikož má výbornou tepelnou vodivost a vyhovuje kritériím provozu mikroskopu (je UHV kompatibilní a nemagnetický). Elektrické kontakty jsou tvořeny listovými pružinkami, které zároveň sondu qPlus v držáku zajišťují mechanicky. Pružinky jsou vyrobeny z berylliové mědi, která si uchovává pružnost i za nízkých teplot. Třetí kontakt je tvořen malým klínkem, na který najede paletka s qPlus senzorem při zasunutí do držáku, vyroben je z fosfor-bronzu a pozlacen.



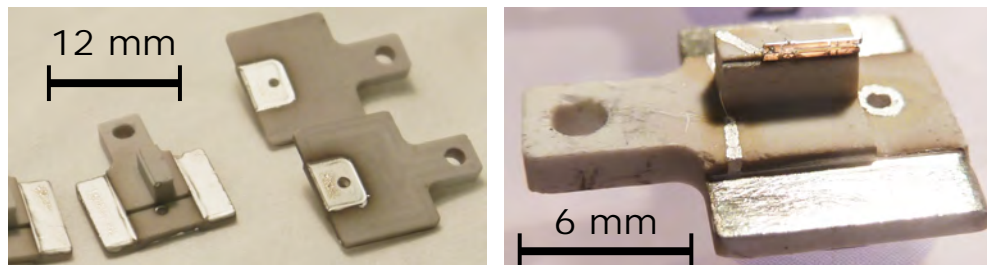
Obrázek 5.4: Model nového držáku qPlus senzoru: nosič qPlus senzoru (1) s nalepenou QTF (2) se zasouvá do safírového držáku (8), dosedací plocha safíru je leštěna pro snížení třecí síly při vkládání senzoru. Kontakty jsou tvořeny listovými pružinkami (3), které jsou k základní destičce fixovány pomocí miniaturních šroubků (4). Otvor (6) je připraven pro druhý kontakt (kvůli přehlednosti zde není vyobrazen). Kluzný kontakt (7) na nosiči sondy qPlus je pokoven. Třetí kontakt (5) pro tunelovací proud je tvořen malým klínkem, sonda qPlus je na něj v průběhu zasouvání do držáku nasunuta.

Senzor qPlus

Abychom předešli náročné výrobě senzorů, bylo využito služeb firmy *NaugaNeedles LLC*, která provádí lepení senzorů na nosiče dodané zákazníkem. Nosič byl navržen z materiálu *Shapal Hi-M Soft™*, jedná se o obrobitelný keramický materiál, který má poměrně vysokou tepelnou vodivost (pro lepší a rovnoměrnější rozložení teploty mikroskopu) a pevnost. Jako keramika je také nevodivý, takže elektrody potřebné pro nakontaktování

5. VÝVOJ SYSTÉMU SPM SE SONDOU QPLUS NA UNIVERZITĚT HAMBURG

senzoru samotného mohou být naneseny přímo na nosič. Elektrody jsou zhotoveny ručním nanášením stříbrné pasty s označením C8728A firmy *Heraeus Holding GmbH*. Pastu je potřeba vypalovat při 850 °C, po vypálení tvoří souvislý mechanicky odolný kovový film. Senzor qPlus používaný v mikroskopu na UHH je na obr. 5.5.



Obrázek 5.5: Vlevo nově navržené nosiče sondy qPlus při jejich přípravě. Vpravo hotová sonda qPlus vyrobená firmou NaugaNeedles používaná v mikroskopu na univerzitě v Hamburku.

Výroba mikroskopu

Celý mikroskop byl na univerzitě v Hamburku také vyroben a sestaven. Veškeré použité součástky jsou kompatibilní s podmínkami, ve kterých je mikroskop provozován, použity byly například titanové šroubky, rubínové kuličky, měděné či manganinové drátky potažené *Kaptonem*[®], speciální dvousložková lepidla firmy *Epoxy Technology Inc.* a speciální bezolovnatá pájka pro elektrické spoje se složením Sn96,5Ag3Cu0,5. Funkční součásti, jako například piezo-stacky¹ makroposuvu nebo jednotka skeneru (obr. 5.6), byly vyráběny svépomocí. V průběhu výroby byly otestovány zvláště na vysokonapěťovou pevnost, měřena hodnota kapacity a akusticky ověřována funkčnost piezoprvků. Sestavený mikroskop je na obr. 5.7.

5.1.2. Elektronika a software

Pro řízení SPM měření na UHH je převzato schéma využívající systém firmy *Nanonis*, který je na Institutu aplikované fyziky v Hamburku běžně používaný. Můžeme tak využít zkušeností s jeho používáním a snadnou dostupností jeho komponent. Nově však musí být navrženo řešení pro zesílení elektrického signálu z QTF.

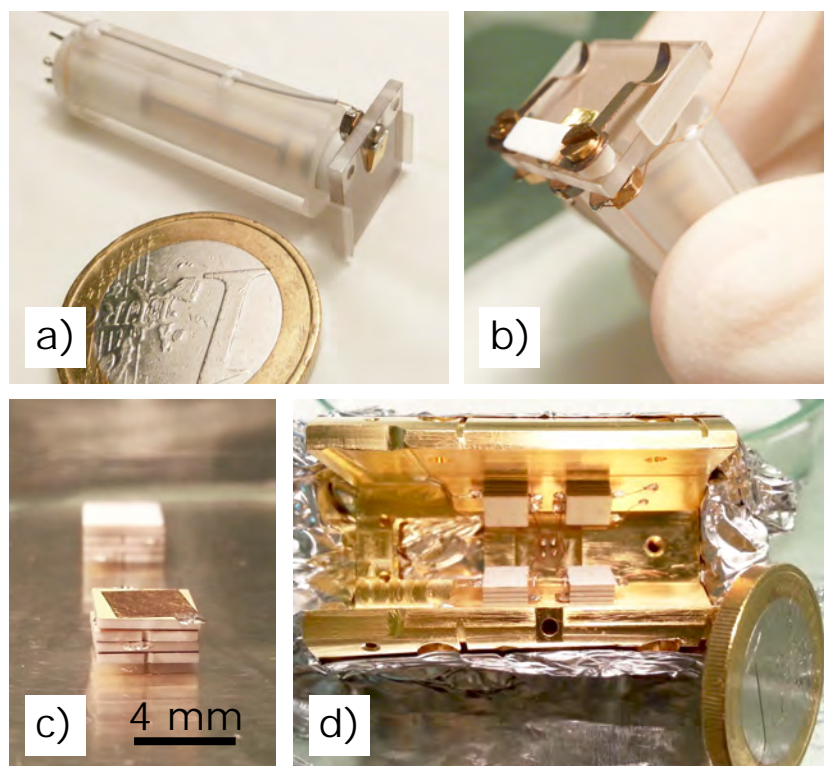
Řídicí elektronika mikroskopu

Řídicí systém SPM firmy *Nanonis*² [52] se sestává z řídicího počítače napojeného na real-time kontrolér. Na počítači je nainstalován ovládací program celé sestavy *Nanonis SPM Control System*, ten slouží pro nastavení všech parametrů měření a zobrazování měřených dat. Řídicí program zvládá i jednoduché zpracování naměřených dat, jako je přeskalování dat, sjednocení výšky profilu jednotlivých řádků rastru, atd. Průběh samotného měření

¹Piezo-stack je piezoelektrický aktuátor vyrobený slepením více malých piezoelektrických destiček. Jejich uspořádání a elektrické zapojení umožňuje dosažení větších výchylek.

²Firma *Nanonis* byla odkoupena společností *SPECS Zurich GmbH*. Řídicí systém je však stále nazýván původním jménem.

5.1. MIKROSKOP



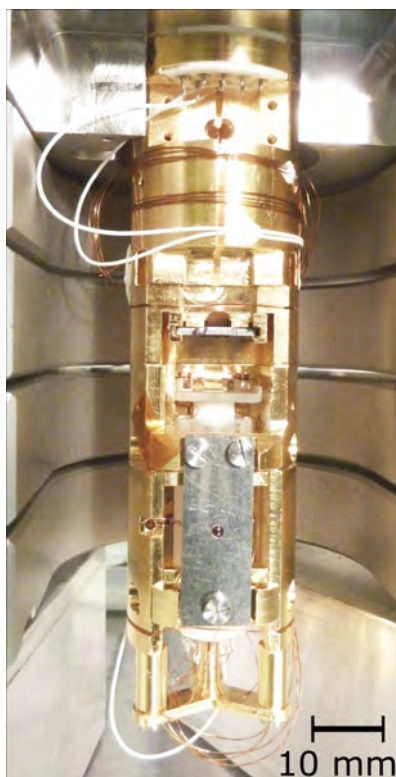
Obrázek 5.6: Výroba funkčních součástí mikroskopu qPlus na UHH. (a) jednotka skeneru v safírovém krystalu, který slouží jako pohyblivá část makroposuvu. (b) kompletní držák sondy qPlus včetně kontaktů a připojených vodičů. (c) výroba piezo-stacků pro makroposuv a jejich lepení a kontaktování v těle mikroskopu (d).

řídí real-time kontrolér, na něj jsou napojeny další jednotky – analogově-digitální (převádí analogové vstupní signály na digitální a naopak digitální výstupy na analogové signály), vysokonapěťový zesilovač (vytváří vysokonapěťové signály pro piezo-skener a makroposuv) a kontrolér oscilací (obsahuje lock-in zesilovače a PLL). Většina zpracování signálů probíhá digitálně, což snižuje výsledný šum celé sestavy, analogově jsou řešeny pouze nutné procesy - vstupní filtry a předzesilovače. Fotografie řídicí elektroniky je na obr. 5.8.

Předzesilovač signálu ladicí křemenné vidličky

Signál z oscilující křemenné ladicí vidličky má podobu velice slabého střídavého proudu v řádu desítek pA až jednotek nA. Pro jeho zesílení se používá transimpedanční zesilovač. Zesílení je vhodné provést co nejbližše samotného senzoru, jednak z hlediska minimalizace rušení, ale hlavně kvůli minimalizaci kapacitní zátěže QTF senzoru v podobě delších přívodních vodičů. Senzor, respektive mikroskop, je určen pro měření v podmínkách UHV na teplotách kapalného helia a v silném magnetickém poli. Aby předzesilovač mohl být umístěn blízko senzoru, musí s tímto prostředím být kompatibilní. Běžně používané integrované obvody založené na křemíkových polovodičích však nejsou schopny v těchto podmínkách správně pracovat. Nízké teploty v polovodičích způsobují zamrzání nosičů náboje a silné magnetické pole dává vzniknout Hallovu jevu a ovlivňuje vlastnosti polovodičových přechodů.

5. VÝVOJ SYSTÉMU SPM SE SONDOU QPLUS NA UNIVERSITĚT HAMBURG



Obrázek 5.7: Nový mikroskop s qPlus sondou navržený a sestavený na univerzitě v Hamburku, umístěný v testovacím přípravku a připravený pro měření.



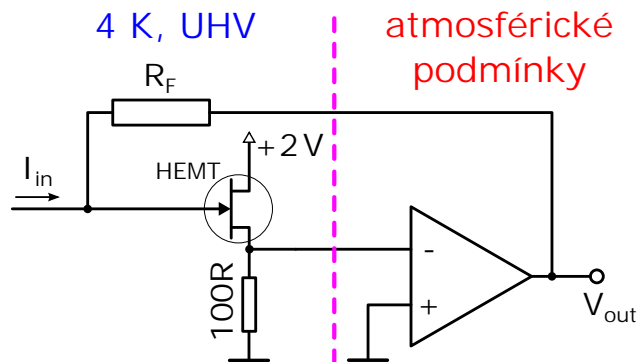
Obrázek 5.8: Fotografie řídicího systému firmy Nanonis, používaný pro měření s mikroskopem qPlus na UHH.

Vzhledem k náročným podmínkám provozu bylo přistoupeno k vývoji vlastního předzesilovače. Byly vybrány dva různé koncepty elektroniky transimpedančního předzesilovače.

5.1. MIKROSKOP

vače, oba budou vyvinuty a testovány. Elektronický obvod sestavený podle prvního konceptu se skládá ze dvou částí – jedna část je upevněna přímo na těle mikroskopu, na nízké teplotě (kapalného helia) a druhá na elektrické průchodce z UHV komory, dále bude uváděn jako „HEMT předzesilovač“. Elektronický obvod sestavený podle druhého konceptu je celý umístěn v UHV komoře, ale dále od mikroskopu, takže pracuje na vyšší teplotě, dále uváděn jako „Si předzesilovač“.

HEMT předzesilovač (schéma zapojení na obr. 5.9) má svůj název podle použité součástky HEMT (High-electron-mobility transistor). Tento tranzistor je vyroben na bázi polovodiče GaAs a obvykle se používá ve vysokofrekvenční elektronice, kde je schopen zesilovat signály s frekvencemi v řádu GHz. V našem případě využíváme toho, že je schopen pracovat na nízkých teplotách a při správné topologické orientaci i v silném magnetickém poli s hodnotami až do 10 T [30]. Elektronický design je převzat z [53]. První část předzesilovače, kterou tvoří tranzistor HEMT zapojený jako emitorový sledovač, je na malé desce plošných spojů vložena přímo do těla mikroskopu. Takovéto uspořádání umožňuje velmi krátké přívodní vodiče z QTF, cca 25 mm, což ve spojení s emitorovým sledovačem, který má velmi vysokou vstupní impedanci, snižuje zátěž signálu QTF na minimum. Napěťové zesílení tohoto stupně je sice mírně menší než jedna, ale jeho výstupní impedance je řádově menší než výstupní impedance z QTF, takže signál je hůře zarušitelný. Druhou část HEMT předzesilovače tvoří operační zesilovač, který signál zesiluje a vytváří pracovní bod emitorového sledovače. Celkové zesílení předzesilovače určuje zpětnovazební rezistor R_F , při použití hodnoty $R_F = 100 \text{ M}\Omega$ je zesílení 10^8 V/A . Výhodné je umístit zpětnovazební rezistor do nízkých teplot, kvůli redukci tzv. Johnsonova teplotního šumu [54].



Obrázek 5.9: Zjednodušené schéma transimpedančního zesilovače s transistorem HEMT. Levá část je upevněna v těle mikroskopu v UHV komoře na teplotách tekutého helia, pravá část je umístěna mimo komoru.

Si předzesilovač je založen na jednoduchém obvodu transimpedančního zesilovače s běžným operačním zesilovačem (viz odstavec 3.2.4). Umístěn je uvnitř UHV komory, tentokrát však dále od mikroskopu na tepelném štítu dusíkové části kryostatu. Délka přívodních vodičů je v tomto případě cca 40 cm. Navzdory delším přívodním vodičům však s sebou toto umístění předzesilovače nese několik výhod. Magnetické pole je zde řádově nižší, provozní teplota odpovídá teplotě kapalného dusíku ($\approx 77 \text{ K}$) a pro samotný elektrický obvod zde není zásadní prostorové omezení. Základní teplota je pro práci kře-

5. VÝVOJ SYSTÉMU SPM SE SONDOU QPLUS NA UNIVERSITÁT HAMBURG

míkových polovodičů stále nízká, avšak s přihlédnutím na klidový proud součástkami, který způsobuje jejich ohřev, by měla teplota být dostačující [14] – funkčnost a provedení tohoto řešení je předmětem testů. Koncept Si předzesilovače je založen na běžném operačním zesilovači v základním zapojení – transimpedanční zesilovač a celkové zesílení tak opět určuje rezistor R_F .

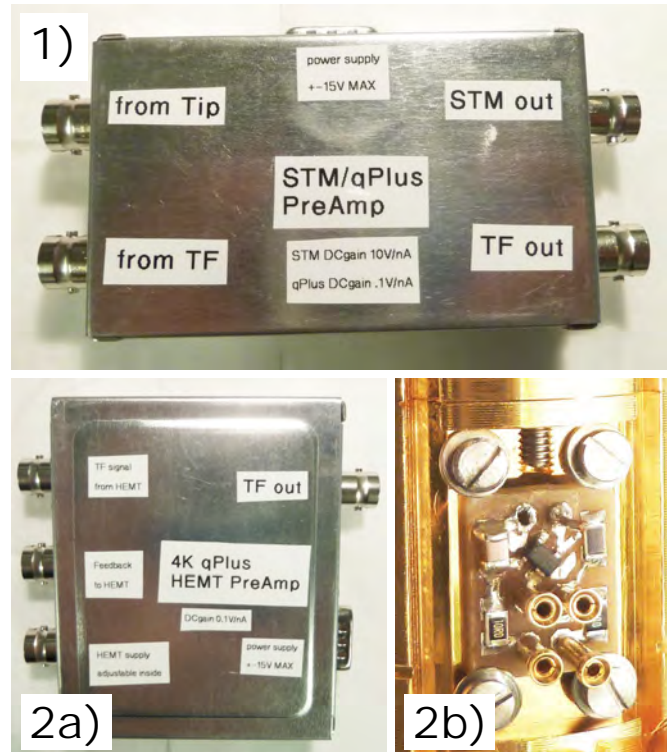
Předzesilovač tunelovacího proudu STM

Předzesilovač tunelovacího proudu STM je založen na totožném obvodu jako Si předzesilovač pro QTF, opět je potřeba zesílit velice slabý proud. Vzhledem k tomu, že v případě Si předzesilovače nejsme nijak zvláště omezeni prostorem, je na jeho desku plošných spojů (DPS) umístěn i předzesilovač STM. Umožňuje to opět zkrátit přívodní vodiče, umístit zpětnovazebný rezistor do nízkých teplot a eventuálně vylepšit poměr signál-šum.

Kromě vyrobeného zesilovače pro STM je pro testování mikroskopu k dispozici i komerční transimpedanční zesilovač *DLPCA-200* firmy *FEMTO Messtechnik GmbH*.

Výroba předzesilovačů

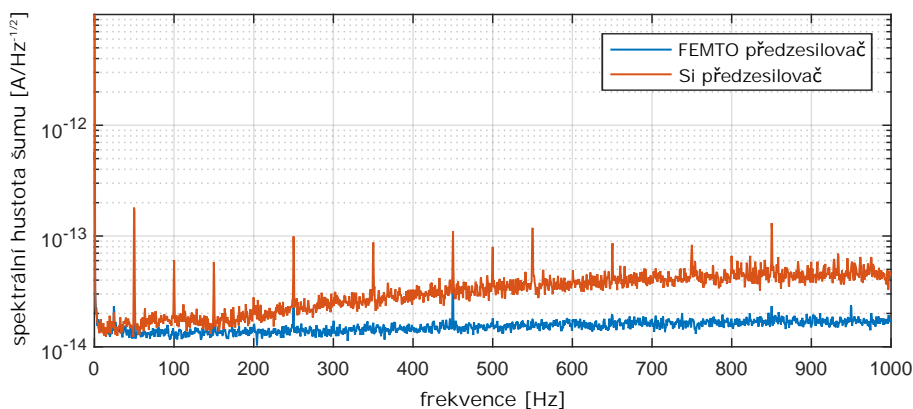
Oba předzesilovače byly během studijní stáže navrženy a vyrobeny. Elektrické schema a design desek plošných spojů byl vytvořen v programu *Eagle*. DPS byly vyrobeny na zakázku, poté bylo provedeno jejich osazení elektrickými součástkami a pro testování byly zabudovány do kovových krabiček obr. 5.10.



Obrázek 5.10: Fotografie vyrobených předzesilovačů, (1) Si předzesilovač, (2a) venkovní část HEMT předzesilovače, (2b) 4K část HEMT předzesilovače zasazená do těla mikroskopu s qPlus sondou.

5.2. Testovací měření

Na sestaveném mikroskopu byla provedena testovací měření. Jako první byl proveden test Si předzesilovače vlastní výroby srovnávacím měřením šumu výstupního signálu STM s komerčním zesilovačem *DLPCA-200* firmy *FEMTO Messtechnik GmbH*. Při srovnávacím měření byly vstupy předzesilovačů připojeny na hrot sondy qPlus. Testování probíhalo se zesílením 0,1 V/nA pro oba předzesilovače. Spektrální hustota šumu byla měřena pomocí softwaru pro řízení SPM měření. Srovnání naměřených spektrálních hustot výstupního napětí předzesilovačů přepočítaných na spektrální hustotu šumu tunelovacího proudu je na obr. 5.11.



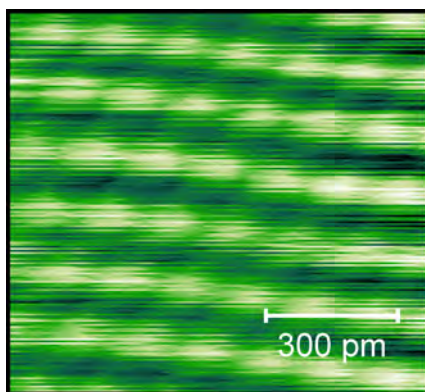
Obrázek 5.11: Srovnání spektrálních hustot šumu výstupního signálu předzesilovače FEMTO (komerční) a Si předzesilovače (vlastní výroba) přepočítaných na velikost tunelovacího proudu. Průběh spektrální hustoty šumu u vyráběného Si předzesilovače je vyšší a navíc obsahuje špičky na síťové frekvenci (50 Hz) a vyšších harmonických frekvencích, přes to dosahuje poměrně nízké hranice šumu $\approx 40 \text{ fA}/\sqrt{\text{Hz}}$.

Dále byla provedena testovací měření SPM na grafitovém vzorku HOPG (Highly Ordered Pyrolytic Graphite). Pro měření byly použity qPlus senzory od firmy *NaugaNeedles*, které mají leptané hroty ze slitiny platiny a iridia. Podle údajů výrobce je poloměr špičky hrotu zhruba 500 nm. Mikroskop byl při těchto měřeních umístěn na vzduchu, v tlumicím loži umístěném na stole v laboratoři postavené na vlastních mechanicky odizolovaných základech. Před měřením byla provedena pouze hrubá kalibrace skeneru, takže měřítka u snímků jsou pouze orientační.

Nejprve byl mikroskop testován v jednodušším STM módu, ladicí vidlička sondy qPlus nebyla zapojena. S hrotem umístěným na konci křemenného raménka bylo dosaženo zobrazení povrchu HOPG s atomárním rozlišením, výsledný snímek je na obr. 5.12.

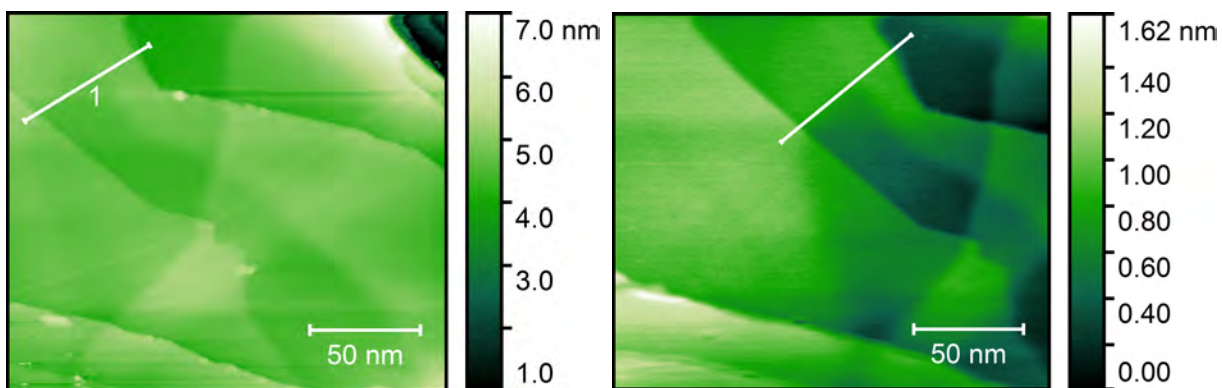
Poté bylo přistoupeno k měření FM-AFM na stejném vzorku se stejnou sondou. Naměřené snímky jsou na obr. 5.13, vlevo je snímek STM pořizený pro srovnání a vpravo je FM-AFM snímek pořizený bezprostředně po snímku STM na stejném místě. Mezi snímky je patrný posun, který má pravděpodobně původ v rozdílné poloze virtuální špičky STM a AFM hrotu. Na snímku STM jsou lépe rozeznatelné detaily – na obr. 5.14 jsou zobrazeny profily ze snímků STM i FM-AFM pro srovnání. V profilech jsou patrné dva atomární

5. VÝVOJ SYSTÉMU SPM SE SONDOU QPLUS NA UNIVERSITÁT HAMBURG



Obrázek 5.12: Atomární struktura HOPG zobrazená nově navrženým qPlus mikroskopem v STM módu (původní data bez úprav). Parametry měření: napětí na vzorku 26 mV, setpoint tunelovacího proudu 1 nA, rychlost rastrování 31 nm/s.

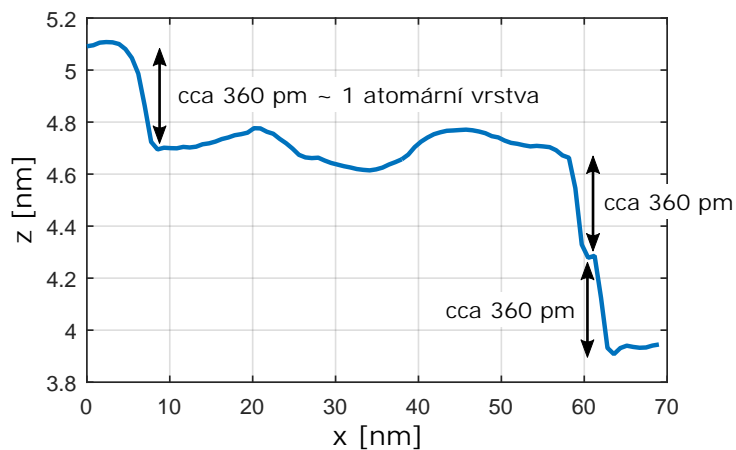
schody (jednoduchý a dvojitý), jejich velikost neodpovídá teoretické hodnotě 335 pm [55], což je způsobeno nepřesnou kalibrací skeneru.



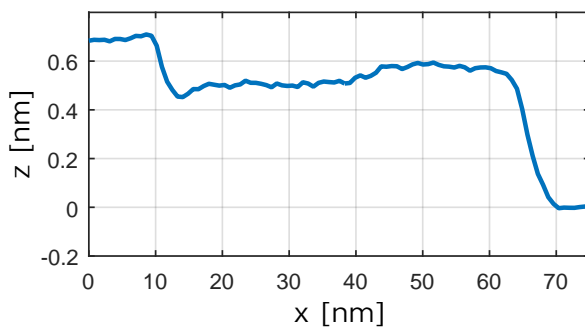
Obrázek 5.13: Atomární terasy na HOPG zobrazené nově navrženým mikroskopem qPlus. Vlevo snímek v STM módu (původní data bez úprav). Parametry STM měření: napětí na vzorku 250 mV, setpoint tunelovacího proudu 91 pA, rychlost rastrování 197 nm/s. Vpravo snímek v FM-AFM módu (původní data bez úprav). Měření bylo provedeno bezprostředně po STM na stejném místě na vzorku. Parametry měření: napětí na vzorku 250 mV, setpoint frekvenčního posunu -4 Hz, rychlost rastrování 197 nm/s. Parametry qPlus senzoru: rezonanční frekvence 11,89 kHz, ostatní parametry nebyly určeny.

Testovací měření dokazují funkčnost navrženého řešení při atmosférických podmínkách. Dále bude potřeba otestovat funkčnost mikroskopu v podmínkách UHV za nízkých teplot včetně obou jednotek předzesilovačů. Systém bude rovněž testován v magnetickém poli. Na projektu pracuje dále Prof. A. A. Khajetoorians se svou skupinou. Celý systém byl přesunut na univerzitu v Nijmegenu (Radboud Universiteit v Nizozemí), kde Prof. Khajetoorians přijal pozici vedoucího celé skupiny SPM.

5.2. TESTOVACÍ MĚŘENÍ



(a)



(b)

Obrázek 5.14: (a) výškový profil 1 ze snímku STM (obr. 5.13 vlevo). Vlevo je patrný jednoduchý schod a vpravo dvojitý. Velikosti atomárních schodů neodpovídají teoretické hodnotě 335 pm z důvodu nepřesné kalibrace skeneru. (b) profil vyznačený ve snímku FM-AFM (obr. 5.13 vpravo) ze stejného místa vzorku.

6. Implementace technologie qPlus do UHV VT SPM systému na VUT

Poslední kapitola této dizertační práce je věnována implementaci technologie qPlus a dalších metod SPM založených na křemenných rezonátorech do mikroskopu vyvíjeného na ÚFI v rámci projektu AMISPEC¹ (Advanced Microscopy and Spectroscopy Platform for Research and Development in Nano and Microtechnologies). Jedná se o mikroskop UHV VT SPM uzpůsobený pro simultánní měření s rastrovacím elektronovým mikroskopem (Scanning Electron Microscope – SEM) a dalšími technikami přípravy a analýzy vzorku.

Mikroskop je předmětem dlouhodobého vývoje, na němž se autor podílel především vývojem řídicí elektroniky mikroskopu a elektroniky pro zpracování signálů (jak je popsáno v kapitole 4 a dále v této kapitole) a vývojem sond qPlus.

Zadané specifikace mikroskopu SPM jsou:

- provoz v UHV
- techniky SPM: STM, AFM, KPFM, MFM,
- sondy: piezorezistivní cantilevery, qPlus sonda, Akiyama-Probe,
- simultánní měření stejného místa jako SEM,
- variabilní teplota vzorku 20 K až 700 K,
- odměřování polohy vzorku,
- možnost použití dalších technik pro přípravu a analýzu vzorku.

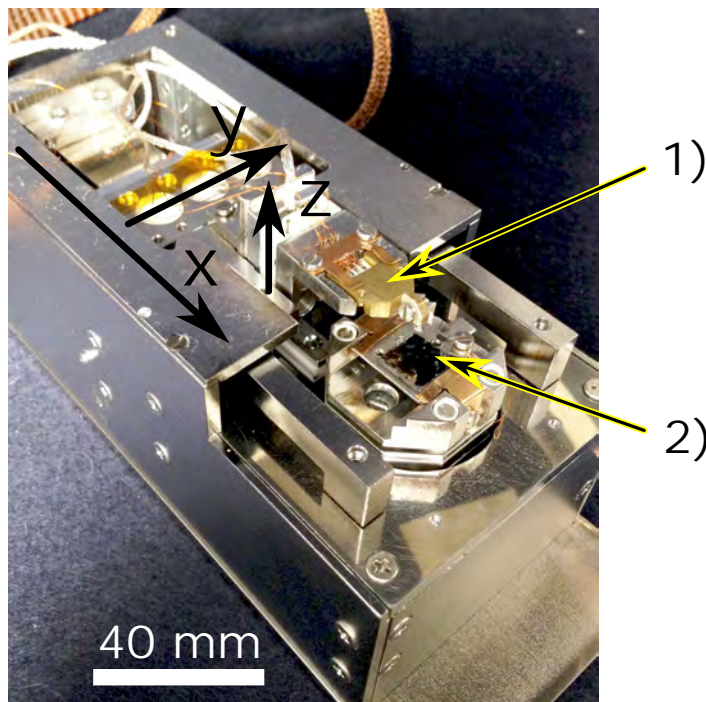
Pro vyčítání signálu z běžných cantileverů optickou cestou je počítáno se zavedením vláknového interferometru do UHV komory. Implementace interferometru do systému je předmětem dizertační práce D. Šulce. Nízké teploty jsou dosahovány pomocí průtokového heliového kryostatu, který je vyvíjen na Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky (ÚPT). Požadavek na možnost použití dalších technik přípravy a analýzy vzorku (jako například fokusovaný iontový svazek, systém pro vstřikování plynů (Gas Injection System – GIS), atd.) z praktického hlediska znamená možnost odsunutí měřící hlavy mikroskopu stranou a zajištění přístupu těchto technik ke vzorku.

Dosavadní práce na projektu zahrnují vývoj řídicího systému včetně oscilační jednotky a výrobu dvou prototypů mikroskopu. První prototyp je určen pro potvrzení funkčnosti konceptu a testování celého systému na vzduchu. Byl úspěšně testován v módech STM a FM-AFM se sondou založenou na volné křemenné vidličce. Aktuálně je v provozu druhý prototyp mikroskopu, který je určen pro testy mikroskopu v UHV a později i za nízkých teplot. Obsahuje již většinu konstrukčních prvků a součástí, které budou použity i pro finální kus. Na druhém prototypu také probíhá vývoj dalších technik SPM.

¹Projekt AMISPEC je součástí programu Centra kompetence Technologické agentury ČR (číslo projektu: TE01020233).

6.1. Mikroskop SPM

Design hardwaru mikroskopu je vyvíjen především v rámci dizertační práce M. Pavery. Hlavními prvky mikroskopu jsou makroposuvy založené na slip-stick piezomotorech firmy *SmarAct GmbH*, které pohybují měřicí hlavou, na které je umístěna SPM sonda. Všechny osy makroposuvů mají integrované odměřování a jejich rozsahy jsou přibližně: 40 mm v ose x , ve které měřicí hlava odjíždí/přijíždí ke vzorku; 25 mm v ose y a 12 mm v ose z , což je makroskopický příjezd hrotu k povrchu vzorku. Na obr. 6.1 je fotografie druhého prototypu mikroskopu s popisem jeho prvků.



Obrázek 6.1: Fotografie druhého prototypu určeného pro testování v UHV. V zadní části mikroskopu jsou umístěny aktuatory makroposuvů – vyznačeny jsou jednotlivé osy. V ose x je možné odsunout měřicí hlavu (1) stranou. Těleso skeneru se vzorkem (2) je pevně spojeno s rámem mikroskopu.

Dalším prvkem je skener, jedná se o komerčně vyráběný skener firmy *Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG* s rozsahem $5\ \mu\text{m}$ v každé ose a s kapacitním odměřováním polohy a zpětnou vazbou. Jednotka skeneru je připevněna k rámu a nese zkoumaný vzorek. Mezi skenerem a držákem vzorku, který bude tepelně spojen s tepelným výměníkem kryostatu, bude umístěna tepelná izolace. Pro uchycení vzorku je použit systém paletek. Kvůli použití více typů sond se systém jejich uchycení skládá z držáku nosiče sondy a nosiče sondy. Nosič sondy je přizpůsoben každému konkrétnímu typu sondy, viz obr. 6.2. Nosič sondy qPlus má v sobě zabudován piezoaktuátor určený k mechanickému buzení sondy.

Systém řídicí elektroniky mikroskopu je založen na systému popsaném v kapitole 4. Použití komerčních makroposuvů a skeneru do něj dále vnáší několik změn. Všechna komerční polohovací zařízení byla dodána s vlastními řídicími jednotkami, které kromě ovlá-

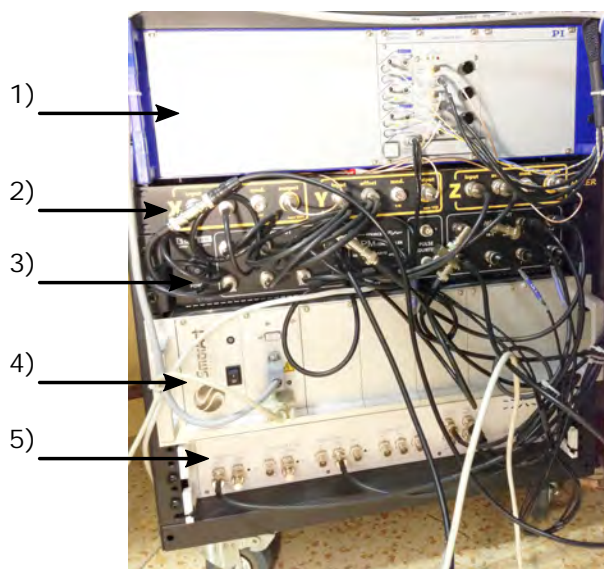
6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT



20 mm

Obrázek 6.2: Fotografie tří typů nosiče sondy. (a) nosič hrotu pro STM, (b) nosič sondy vyrobené z volné vidličky QTF a (c) nosič sondy qPlus. Ve všech případech je sonda připevněna v nosiči.

dání pohybu také vyčítají polohu ze senzorů a jsou schopny ji zpětnovazebně řídit. Tyto jednotky byly implementovány do systému a jsou ovládány řídicím počítačem. Do systému je přidána i nově vyvinutá a vyrobená jednotka pro analogové zpracování vstupních signálů pro skener. Úkolem jednotky je zpracování rastrovacích signálů SPM kontroléru a přidání možnosti jejich modulace. Funkčně kopíruje nízkonapěťovou část vysokonapěťového zesilovače popsaného v podkapitole 4.2. Fotografie celého řídicího systému včetně nově vyvinuté jednotky je na obr. 6.3.



Obrázek 6.3: Fotografie řídicího systému mikroskopu UHV VT SPM. (2) je nově vyvinutá analogová jednotka zpracovávající signály mezi SPM kontrolérem (3) a komerční jednotkou pro ovládání skeneru (1). (4) je komerční jednotka pro ovládání makroposuvů a (5) je oscilační jednotka HF2LI.

6.2. UHV předzesilovač

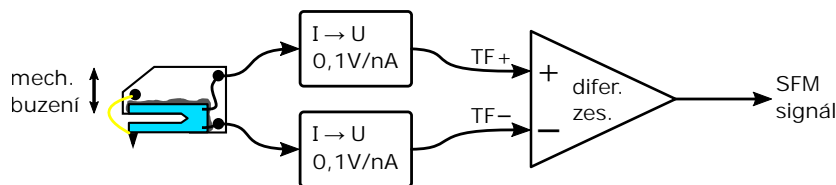
Kvůli použití sond založených na křemenném rezonátoru, bylo rozhodnuto pro vývoj nového předzesilovače vhodného pro použití v UHV podmínkách. Předzesilovač je umístěn v těle mikroskopu, což redukuje délku přívodních vodičů a tedy i kapacitní zátěž sondy.

6.2. UHV PŘEDZESILOVAČ

Nový předzesilovač je navíc koncipován jako univerzální předzesilovač pro veškeré sondy založené na křemenných rezonátorech včetně volných QTF, qPlus sensorů o různých rezonančních frekvencích a sensorů založených na jehličkovém rezonátoru (pracujícím na frekvenci ≈ 1 MHz). Předzesilovač je kombinovaný s předzesilovačem pro STM nutným pro měření tunelovacího proudu.

6.2.1. Návrh elektroniky UHV předzesilovače

Sondy, se kterými bude předzesilovač použit, se dají podle principu použití rozdělit na dvě skupiny – sondy buzené elektricky (založené na volné QTF a jehličkovém rezonátoru, lze použít i pro sondu qPlus) a sondy buzené mechanicky (qPlus sonda). Každý z principů používá svoji část obvodu předzesilovače, mezi kterými lze přepínat. Obvod předzesilovače pro sondy buzené elektricky je založen na obvodu popsáném v podkapitole 4.5 a obvod předzesilovače pro mechanicky buzené sondy je založen na obvodu popsáném F. J. Giessiblem v [14], který je schematicky znázorněn na obr. 6.4. Kromě obvodů předzesilovačů je vyvíjená jednotka doplněna navíc o předzesilovač pro tunelovací proud, napěťovým sledovačem s filtrem typu dolní propust pro předpětí na vzorku a obvodem zmenšujícím napěťový signál pro buzení piezoaktuátoru mechanického buzení sondy.



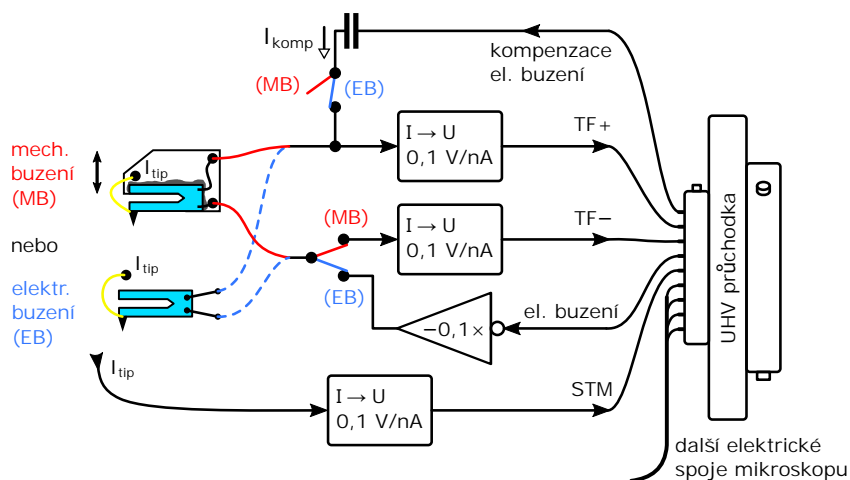
Obrázek 6.4: Schematicky znázorněný obvod předzesilovače pro sondu qPlus podle [14]. Každý z kanálů QTF je zesílen vlastním transimpedančním zesilovačem a následně jsou signály zesíleny diferenčním zesilovačem. F. J. Giessibl používá toto zapojení i pro nízkoteplotní měření SPM. Transimpedanční zesilovače bývají umístěny co nejbližše sondy qPlus (v UHV komoře, popřípadě i na nízkých teplotách), diferenční zesilovač je umístěn vně.

Koncept vyvíjeného obvodu předzesilovače je rozdělen na dvě části i z hlediska umístění – první část zahrnující transimpedanční stupeň je umístěna v těle mikroskopu (v podmínkách UHV), druhá část je umístěna na elektrické průchodce z UHV komory. Délka přívodních vodičů ke křemenné sondě je díky tomuto řešení snížena přibližně na 150 mm.

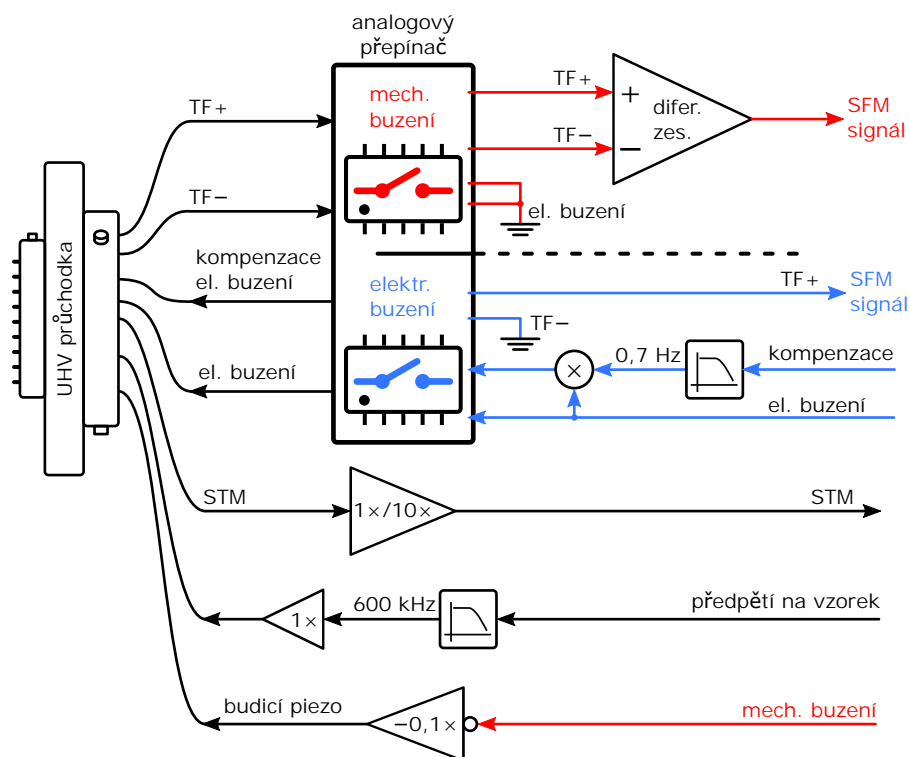
Na obr. 6.5 je schematické znázornění UHV části vyvíjeného předzesilovače. Počet prvků UHV části obvodu je redukován na minimum kvůli omezení vlivu elektronických součástek na vnitřní prostředí UHV komory, ať už nadbytečným plyněním, či ohřevem okolní aparatury. Prvky přítomné v UHV části předzesilovače jsou transimpedanční zesilovače pro oba kanály křemenné vidličky a pro tunelovací proud a dále prvky potřebné pro elektrické buzení sond: obvod snižující napěťovou úroveň budicího signálu a kompenzační kondenzátor. Bližší vysvětlení principu elektronického buzení je v podkapitole 4.5.

Schematické znázornění vnější části předzesilovače je na obr. 6.6. Na vstupu této části předzesilovače jsou polovodičové přepínací prvky, které umožňují přepínat mezi mechanickým a elektrickým buzením sondy. Polovodičové spínače byly vybrány kvůli zjednodušení

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT



Obrázek 6.5: UHV část vyvíjeného předzesilovače. Červeně jsou naznačeny elektrické cesty při použití mechanického buzení sondy, modře při použití elektrického buzení sondy.



Obrázek 6.6: Část nově vyvíjeného předzesilovače umístěná vně komory UHV. Červeně jsou naznačeny elektrické cesty při použití mechanického buzení sondy, modře při použití elektrického buzení sondy.

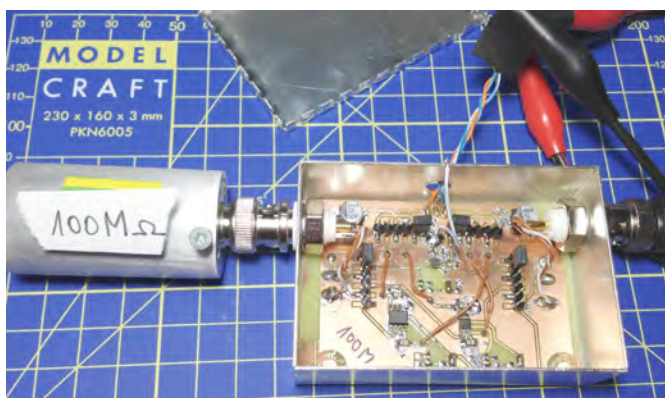
přepínání mezi jednotlivými obvody – i složitější změny v obvodu lze provést jedním mechanickým spínačem (popřípadě logickým signálem). V případě mechanického buzení je signál z obou kanálů sondy qPlus přiveden na vstup diferenčního zesilovače, výstupem je signál odpovídající aktuální výchylce raménka sondy. Pokud je sonda buzena mechanicky, není třeba obvodu kompenzujícího budící napětí. V případě elektrického buzení sondy je

6.2. UHV PŘEDZESILOVAČ

výstupem signál z jednoho kanálu sondy a na druhý je přiváděno budicí napětí. Kompenzace je řešena stejně jako v případě předzesilovače popsaného v podkapitole 4.5. Vnější část předzesilovače zahrnuje i další nezbytné prvky jako jsou: zesilovač s měnitelným zesílením pro signál tunelovacího proudu, prvky upravující signál předpětí přiváděného na vzorek, zesilovač pro napájení piezoaktuátoru pro mechanické buzení sondy a další podpůrné prvky jako jsou lineární regulátory napájecího napětí všech použitých analogových obvodů, atp. První prototyp předzesilovače, který je vyroben a nyní testován společně s mikroskopem, obsahuje navíc i třetí možnost zapojení obvodu předzesilovače v módu, kdy výstupním SFM signálem je signál pouze z jednoho kanálu křemenného rezonátoru, druhý je uzemněn a sonda je buzena mechanicky. Tento třetí mód zapojení umožňuje srovnání jednotlivých částí elektrického obvodu při vývoji předzesilovače. Podrobná elektrická schémata jsou v příloze dizertační práce.

6.2.2. Transimpedanční zesilovače

Před přikročením k výrobě prototypu předzesilovače, byly testovány tři typy operačních zesilovačů vhodných pro použití v obvodu transimpedančního zesilovače, který je použit v UHV části předzesilovače. Tyto testy byly provedeny za účelem výběru operačního zesilovače schopného práce na vyšších frekvencích (až do 1 MHz v případě senzoru založeného na jehličkovém rezonátoru) a při potřebných zesíleních dosahujících řádu 10^8 . Vybrány byly tři typy operačních zesilovačů: AD823 a AD8652 firmy *Analog Devices, Inc.* a OPA657 firmy *Texas Instruments Inc.*. Ve všech případech se jedná o precizní operační zesilovače s nízkým vstupním klidovým proudem a velkou šířkou frekvenčního pásma.



Obrázek 6.7: Fotografie DPS pro testování operačních zesilovačů. DPS je umístěna v kovové krabici za účelem snížení vnějšího rušení.

Pro testy byla vytvořena deska plošných spojů jejíž design dovoluje použití všech tří operačních zesilovačů za stejných podmínek. Zesilovače byly zapojeny v transimpedanční konfiguraci se zesílením $0,1 \text{ V/nA}$ (zpětnovazebný rezistor velikosti $100 \text{ M}\Omega$), tedy ve stejném zapojení jako se používá v SPM předzesilovačích. Na vyrobené DPS (fotografie na obr. 6.7) byly provedeny srovnávací testy operačních zesilovačů. Při testech byl na vstup transimpedančního zesilovače přiveden proudový signál harmonického průběhu z funkčního generátoru přes sériově zapojený rezistor o velikosti $100 \text{ M}\Omega$. Velikosti sériového a

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT

zpětnovazebního rezistoru jsou shodné, takže v ideálním případě by měl průběh výstupního napětí z transimpedančního zesilovače odpovídat průběhu napětí nastavenému na funkčním generátoru. Měření signálu probíhalo na osciloskopu, zaznamenány byly průběhy signálu z funkčního generátoru (vstupní signál) a výstupního signálu z testovaného transimpedančního zesilovače.

Nejdříve byly změřeny šíře frekvenčního pásma pro pokles signálu o 3 dB, tj. pokles amplitudy výstupního signálu na $\approx 71\%$ původní hodnoty. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v následující tabulce.

op. zesilovač	šířka pásma
AD823	3,5 kHz
AD8652	5 kHz
OPA657	20 kHz

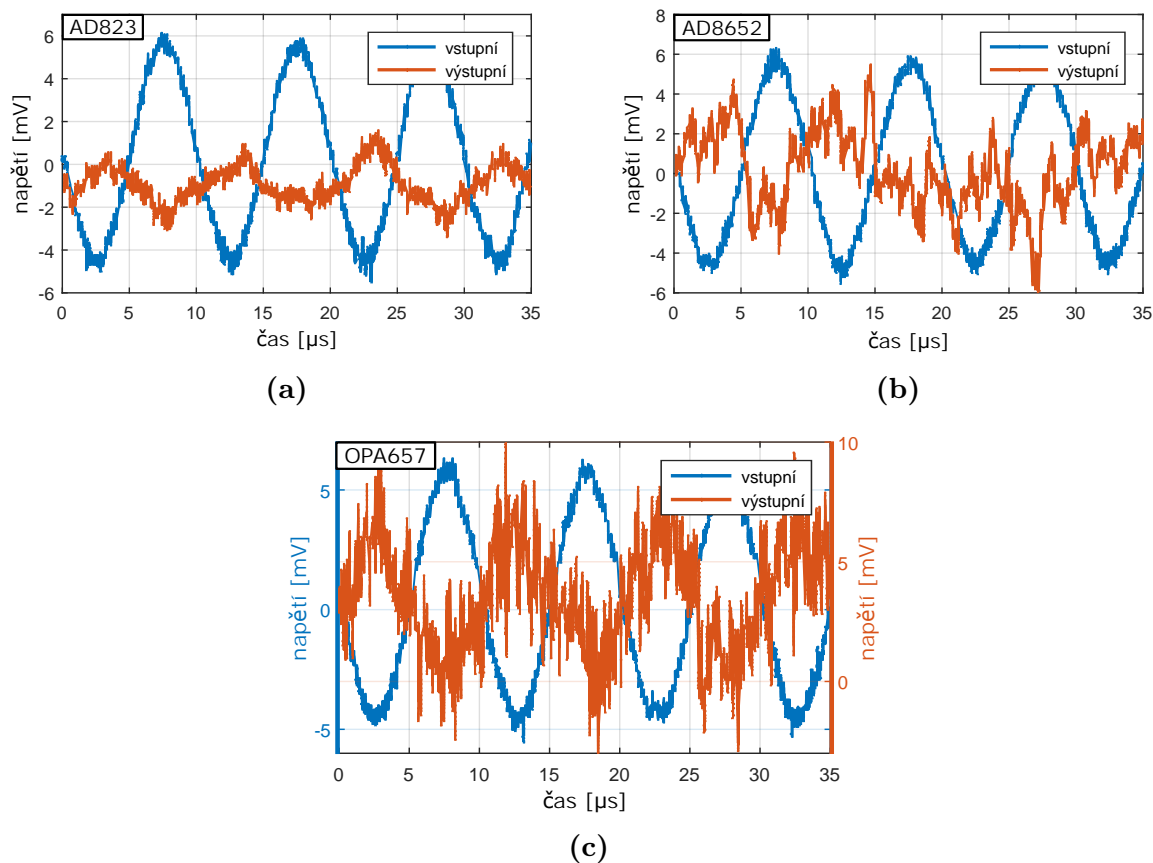
Transimpedanční zesilovače je možné použít i za hranicí šířky frekvenčního pásma, avšak jejich zesílení klesá se stoupající frekvencí signálu. Vzhledem k tomu, že při měření dynamického SFM v módu FM-AFM je změna frekvence zesilovaného signálu velice malá (max. v řádu desítek Hz), nekonstantnost zesílení se neprojeví. Avšak pro senzory s příliš velkou rezonanční frekvencí v porovnání s šíří frekvenčního pásma transimpedančního zesilovače již zesílení nemusí být dostatečné.

Pro porovnání kvality signálu byly pořízeny záznamy průběhu výstupního signálu při harmonickém vstupním signálu o frekvenci 100 kHz a velikosti amplitudy 5 mV, což odpovídá amplitudě vstupního proudu o velikosti 50 pA. Zaznamenané průběhy signálů jsou v grafech na obr. 6.8. Pro všechny transimpedanční zesilovače je frekvence 100 kHz za hranicí šířky frekvenčního pásma, ale odpovídá hodnotě rezonanční frekvence některých rychlejších QTF. Ze zaznamenaných průběhů je patrný šum a zkreslení výstupních signálů. Největšího zesílení dosahuje operační zesilovač OPA657 (přibližně 0,06 V/nA), operační zesilovač AD823 dosahuje zesílení přibližně 0,02 V/nA. Zesílení operačního zesilovače AD8652 nebylo určeno jelikož jeho výstupní signál je velice zkreslen. Poměr signálu ku šumu u zesilovačů AD823 a OPA657 je přibližně stejný a s přihlédnutím k celkovému zesílení a k šíří frekvenčního pásma zesilovačů byl pro použití v jednotce vyvíjeného předzesilovače vybrán operační zesilovač OPA657. Vybraný operační zesilovač je navíc vyráběn v miniaturním pouzdře SOT-23(5) určeném pro povrchovou montáž (surface mount device – SMD). Malé rozměry součástky jsou výhodné pro použití v UHV, plocha jejího povrchu je přibližně 12× menší nežli plocha povrchu běžně používaného pouzdra DIP8 s drátovými vývody.

6.2.3. Výroba předzesilovače

Pro první prototyp předzesilovače byly navrženy desky plošných spojů obou částí – UHV i vnější. DPS pro UHV část předzesilovače je navrhována z keramického UHV kompatibilního materiálu Al_2O_3 (označovaného triviálním názvem Alumina). Při jejím návrhu byla brána v potaz speciální technická kritéria, udávaná firmou *SEANT Technology s.r.o.*, která výrobu DPS z tohoto materiálu provádí. Obě DPS prvního prototypu předzesilovače však byly vyrobeny z běžně používaného materiálu FR4, s vrstvou mědi pro elektrické spoje a s povrchovou úpravou chemicky nanášeného zlata. Výrobu na zakázku provedla

6.2. UHV PŘEDZESILOVAČ



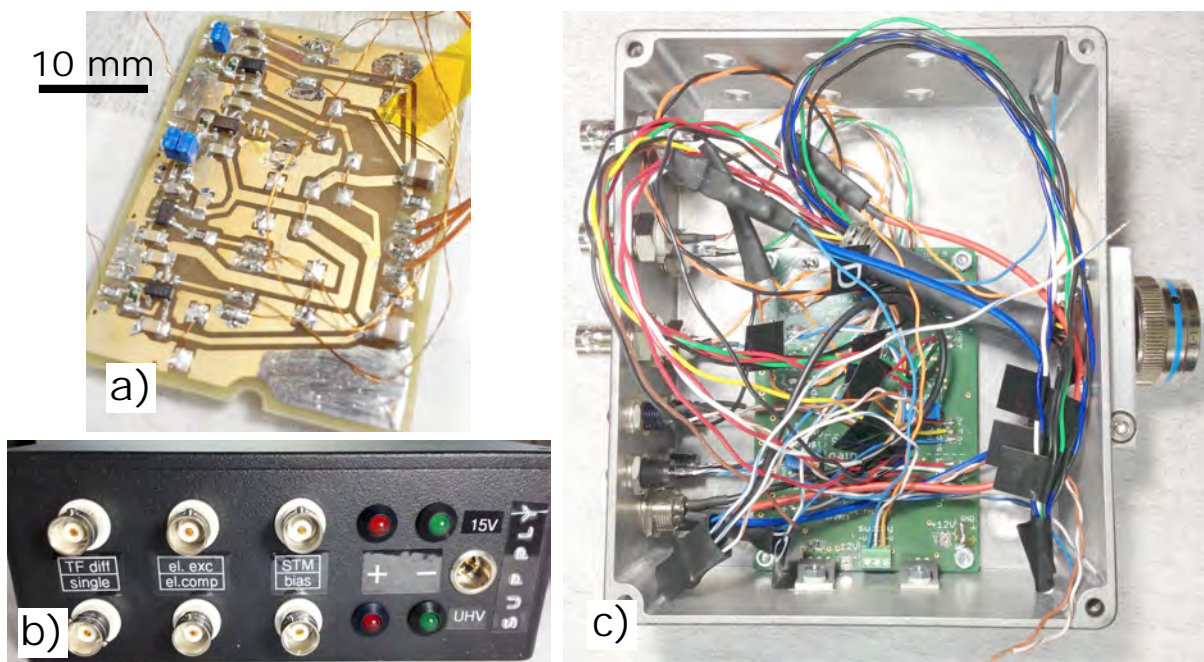
Obrázek 6.8: Průběhy vstupních (modrá) a výstupních (červená) signálů při testech operačních zesilovačů zaznamenány pomocí digitálního osciloskopu. Měření bylo provedeno s harmonickým signálem na frekvenci 100 kHz. Testované operační zesilovače jsou (a) AD823, (b) AD8652 a (c) OPA657.

firma *Gatema s.r.o.*. DPS v tomto provedení je možné používat ve vysokém vakuu, jaké je v komorách rastrovacích elektronových mikroskopů, kde bude probíhat velká část testování vyvíjeného mikroskopu.

Osazení vyrobených DPS bylo provedeno autorem. Deska plošných spojů UHV části mikroskopu byla osazena za použití speciální bezolovnaté pájky se složením Sn96,5Ag3,0Cu0,5, která je podle [56] vhodná pro podmínky UHV. Použité elektronické součástky pro UHV část předzesilovače jsou vždy typu SMD, propojky jsou řešeny pomocí čistých měděných drátků a přepínače jsou vytvořeny z miniaturních zlacených kolíků s roztečí 1,27 mm. Kolíky jsou spojovány zkratovací propojkou (jumprem). Zkratovací propojky jsou vyráběny s plastovým obalem, který však lze pro použití v UHV odstranit. Osazená DPS se všemi prvky je na fotografii obr. 6.9a.

DPS vnější části předzesilovače je umístěna v kovové krabici, která je bajonetovým konektorem připojována přímo na elektrickou průchodku z UHV komory. Fotografie vnější části předzesilovače jsou na obr. 6.9b, c. Lineární regulátory napájecího napětí v předzesilovači umožňují pro napájení použít libovolný symetrický zdroj s napětím v rozmezí ± 12 V až ± 35 V. Napájení lze realizovat například i pomocí olověných akumulátorů, což

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT



Obrázek 6.9: Fotografie prototypu vyvíjeného předzesilovače. (a) UHV část před vložením do těla mikroskopu. (b) čelní panel a osazená a zapojená DPS vnější části předzesilovače v krabičce (c).

eliminuje šum vnášený do systému síťovými zdroji a může pomoci při redukci zemních smyček.

6.2.4. Testování vyvíjeného UHV předzesilovače

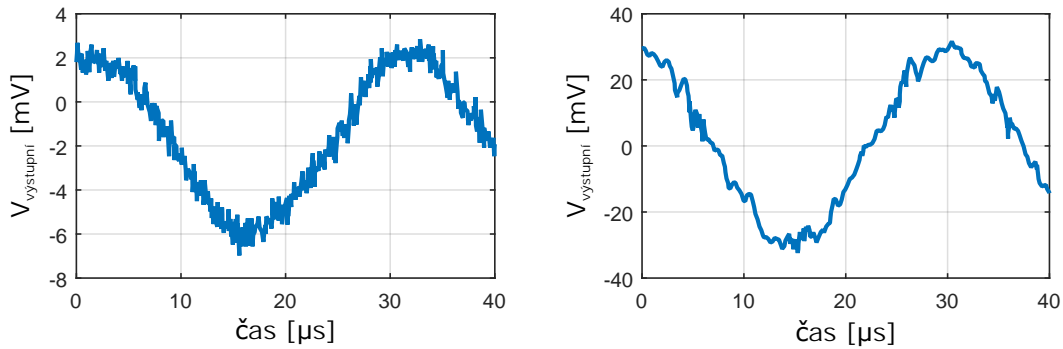
Před sestavením a uvedením předzesilovače do provozu byly jeho části zkontrolovány samostatně. Prototyp nového předzesilovače byl testován a porovnáván s předzesilovačem STM/AFM pro piezoelektrické sondy popsáným v podkapitole 4.5.

Dosavadní testy prototypu předzesilovače byly provedeny v módu elektrického buzení křemenného rezonátoru. Na obr. 6.10 je přímé srovnání předzesilovače z podkapitoly 4.5 s nově postaveným předzesilovačem. Testování bylo provedeno pomocí oscilační jednotky HF2LI popsané v podkapitole 4.4. Místo sondy byla připojena volná křemenná vidlička typu E158 na vzduchu. Vidlička je buzena napětím s harmonickým průběhem o amplitudě 5 mV a frekvencí rovnou vlastní frekvenci vidličky, tj. $\approx 32,75$ kHz. Buzení QTF i vyčítání výstupního signálu předzesilovačů zajišťuje jednotka HF2LI.

Ze zaznamenaných průběhů výstupních signálů je patrné, že nový předzesilovač dosahuje přibližně $6\times$ většího zesílení signálu ladicí vidličky oproti staršímu typu předzesilovače (z podkapitoly 4.5), který byl založen na operačním zesilovači AD823. Jednotka HF2LI umožňuje měřit i celkové harmonické zkreslení signálu (Total Harmonic Distortion – THD), které je u obou předzesilovačů přibližně stejné a dosahuje hodnoty $\approx 8,3$ %.

Byl zjištěn poměrně velký vliv zvlnění napájecího napětí na kvalitu výstupního signálu nového předzesilovače. Ve všech následujících měřeních jsou pro napájení jednotky předzesilovače použity olověné akumulátory. Další testy předzesilovače probíhají v rámci testů

6.3. SONDA QPLUS



Obrázek 6.10: Průběhy výstupních napětí předzesilovačů – vlevo předzesilovače z kapitoly 4.5, vpravo z nově vyrobeného. Signál je měřen na volné QTF typu E158, která je elektricky buzena napětím s harmonickým průběhem o amplitudě 5 mV a frekvencí shodnou s vlastní frekvencí QTF.

vyráběných sond qPlus a při testovacích měřeních AFM. Finální verze předzesilovače je stále ve vývoji a nedostatky zjištěné u prototypu budou průběžně odstraňovány.

6.3. Sonda qPlus

Následující podkapitola je věnována vývoji a výrobě sondy qPlus pro vyvíjený mikroskop. Hlavními aspekty při jejím vývoji jsou mechanický design sondy, postup výroby sondy a příprava hrotu sondy.

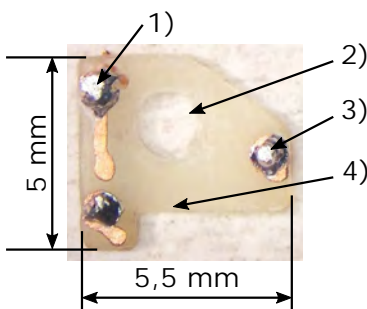
Zamýšlené použití vyvíjeného mikroskopu v komoře elektronového mikroskopu s možností současného měření oběma metodami do značné míry ovlivňuje design sondy qPlus. Sonda musí být dostatečně malá, aby co nejméně zasahovala do zorného pole elektronového mikroskopu a umožnila příjezd vzorku k jeho objektivu.

6.3.1. Konstrukce sondy qPlus

Hlavními součástmi sondy jsou základní destička, křemenná vidlička, hrot a případně drátek pro nakontaktování vodivého hrotu. Základní destička tvoří tuhou základnu sondy, na kterou je lepena QTF a zajišťuje elektrické spojení vidličky a hrotu s nosičem sondy. Obr. 6.11 je fotografie navrženého a vyrobeného prototypu základní destičky senzoru. Vyznačeny jsou elektrické kontakty (1) s elektrodami, které spojují elektrické vývody vidličky s nosičem sondy, montážní otvor (2), přes který je sonda šroubkem mechanicky fixována k nosiči sondy, elektrický kontakt pro připojení hrotu (3) a pravouhlé vybrání (4), které umožňuje přilepit základnu vidličky a zanechat přitom volné jedno raménko. Fixace vidličky i se základnou eliminuje další módy, na kterých by mohla vidlička kmitat a zlepšuje tuhost vazby mezi vidličkou a podkladem.

První prototyp destičky je vyroben z materiálu FR4 používaného v elektrotechnice pro výrobu DPS. Důvodem použití je dostupnost litografických technik pro výrobu DPS a možnost výroby prototypu svépomocí. Kromě prvního prototypu bylo později připraveno i několik vzorků destiček vyrobených z UHV kompatibilní aluminu firmou *SEANT*

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT



Obrázek 6.11: Fotografie vyrobeného prototypu základní destičky navrhované sondy qPlus. Bližší popis se nachází v textu.

Technology s.r.o.. Keramické materiály z aluminy jsou hůře opracovatelné, avšak mají vyšší tvrdost a tuhost oproti FR4. Mechanické vlastnosti základní destičky mohou mít vliv na mechanické vlastnosti celého senzoru qPlus (viz podkapitola 2.3).

Křemenná ladicí vidlička používaná pro výrobu senzorů je získávána rozebráním křemenného rezonátoru DS26 firmy *Micro Crystal AG* tak, jak bylo popsáno v podkapitole 2.2. QTF nese označení E158 a je používána v mnoha vědeckých skupinách včetně skupiny F. J. Giessibla [14]. Její parametry jsou známé a jsou velice dobře popsány v mnoha vědeckých publikacích.

Hroty používané pro stavbu senzorů qPlus jsou předmětem vlastní výroby. Pro první testy mikroskopu jsou používány hroty safírové a hroty z wolframu.

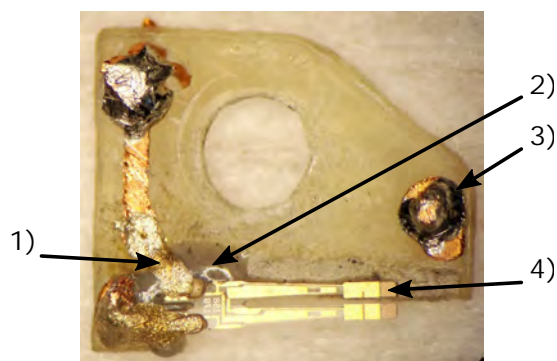
6.3.2. Výroba sondy qPlus

Postup výroby sondy je zřejmý, avšak důležitým krokem je lepení vidličky k základní destičce. Tuhost této vazby má zásadní vliv na mechanické vlastnosti sondy qPlus a především na hodnotu Q -faktoru [27, 33]. Dobrých výsledků bylo dosaženo při použití dvousložkového epoxidového lepidla *J-B Weld* [57]. Stejně lepidlo je používáno pro výrobu senzorů na ÚFI. Tužší vazby je dosahováno při použití minimální vrstvy lepidla mezi spojovanými součástmi. Tuhost zvyšuje maximalizace styčné plochy mezi lepenými součástmi, důležitá je proto ostrá hrana základní destičky. Vidličku je nutné kvůli ponechání dostatečné vůle pro kmitání volného raménka lepit na samý okraj destičky. Ostrá hrana destičky zachová velkou styčnou plochu lepeného spoje s fixovaným raménkem. Použité lepidlo musí být nevodivé, aby nezkratovalo elektrody křemenné vidličky. Celý proces výroby probíhá pod stereomikroskopem za použití miniaturních pinzet, přípravků a hrotů pro nanášení lepidla apod.

Elektrické nakontaktování vidličky probíhá v druhém kroku po vytvrzení lepidla spojujícího vidličku s podložkou. Pro vytvoření vodivých cest mezi elektrodami vidličky a elektrodami na základní destičce je používáno vodivé epoxidové lepidlo *H20E* firmy *Epoxy Technology, Inc.* Před nanášením vodivého lepidla je vhodné kolem kontaktních míst na vidličce nanést vrstvu nevodivého lepidla, abychom zamezili nechtěnému zkratu elektrod vidličky. Vyrobená sonda qPlus připravená pro základní testování je na obr. 6.12.

Dalším krokem je lepení hrotu a popřípadě miniaturního drátku pro jeho elektrické spojení. Hrot je vhodné lepit na čelo volného raménka vidličky, případně na jeho spodní hranu tak, aby mechanické zatížení vidličky bylo v ose symetrie. První použité hroty jsou

6.3. SONDA QPLUS



Obrázek 6.12: Fotografie sondy qPlus před nalepením hrotu připravená pro základní testy jejích mechanických vlastností. (1) elektrické spojení elektrod QTF a základní destičky vytvořené vodivým epoxidovým lepidlem. (2) přídavná krycí vrstva nevodivého lepidla, (3) elektroda připravená pro elektrické kontaktování hrotu a (4) fixované raménko přilepené na okraji základní destičky.

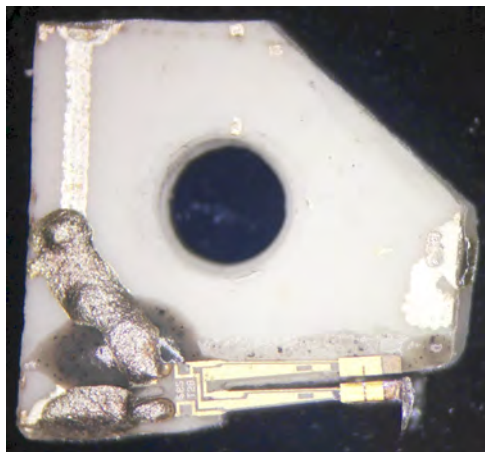
vyrobeny ze safíru. Důvodem pro jejich použití je jednoduchost jejich přípravy a trvanlivost plynoucí z vysoké tvrdosti safíru. Dále byly použity wolframové hroty připravené elektrochemickým leptáním. Pro kontaktování hrotu je použit miniaturní zlatý drátek o průměru $25\ \mu\text{m}$.

6.3.3. Testy vyrobených sond qPlus

V průběhu výroby i na hotových sondách byly provedeny testy mechanických vlastností především hodnoty rezonanční frekvence, Q -faktoru a elektromechanické citlivosti sondy. Při testech byla sonda umístěna v mikroskopu v držáku sondy. Signál sondy byl zesílen pomocí vyvinutého předzesilovače v módu elektrického buzení sondy. Buzení sondy a vyčítání signálů bylo prováděno pomocí oscilační jednotky HF2LI.

V průběhu výroby senzoru qPlus jsou po nalepení vidličky k podkladu (a před lepením hrotu) prováděna měření hodnoty Q -faktoru. Důvodem těchto průběžných měření je vyřazení vadných či špatně přilepených vidliček. V praxi se osvědčilo vyřadit senzory s hodnotou Q -faktoru menší než 100. Při měření byl také patrný efekt tuhnutí lepidla, kdy po nalepení byl v řádu dnů pozorován nárůst hodnoty Q -faktoru. V rámci měření hodnot Q -faktoru byl pozorován velký rozdíl hodnot v závislosti na materiálu základní destičky. Zkoušeny byly dva vzorky: materiál FR4 a keramický materiál na bázi aluminy, jak již bylo uvedeno v podkapitole 2.3. Mezi hodnotami Q -faktoru je u těchto materiálů řádový rozdíl. Kromě rozdílné tuhosti zkoušených materiálů se v tomto může uplatnit i rozdílná ostrost hrany destiček. Na tužším keramickém materiálu je manuální příprava kvalitní ostré hrany o mnoho snazší. Dále v této práci budou používány pouze sondy qPlus se základními destičkami z keramického materiálu. Sonda qPlus vyrobená na ÚFI je na obr. 6.13.

Měřena byla i hodnota rezonanční frekvence senzorů. Vlastní frekvence křemenné vidličky v evakuovaném pouzdře je od výroby naladěna na hodnotu 32 768 Hz, po otevření pouzdra byl pozorován poměrně konstantní pokles rezonanční frekvence vidličky přibližně o 13 Hz na hodnotu 32 755 Hz. Přilepením vidličky na základní destičku v konfiguraci qPlus



Obrázek 6.13: Fotografie kompletní finální verze sondy qPlus vyrobené na ÚFI, sonda je nalepena na keramické destičce z aluminu a na konci volného raménka má přilepen safírový hrot.

dojde k nárůstu hodnoty rezonanční frekvence na ≈ 33 kHz. Nalepení hrotu na konec volného raménka způsobí poměrně velký pokles rezonanční frekvence. Velikost poklesu závisí na hmotnosti nalepeného hrotu a množství lepidla, kterým je hrot přilepen. V případě hmotnějších hrotů (např. větších krystalků safíru) může rezonanční frekvence klesnout až ke 20 kHz či ještě níže. Mírná změna hodnoty rezonanční frekvence byla pozorována i při umístění sondy qPlus do vysokého vakua (při testech mikroskopu v komoře elektro-nového mikroskopu), po vyčerpání komory byl nárůst hodnoty vlastní frekvence sondy menší než 20 Hz.

Další zjišťovanou veličinou je elektromechanická citlivost sondy qPlus, tedy závislost amplitudy výstupního napětí předzesilovače na amplitudě mechanických kmitů volného raménka sondy. Pro její zjištění existuje několik metod [58, 59]. Použita bude metoda využívající termálního buzení sondy. F. J. Giessibl [60] uvádí, že podle ekvipartičního teorému lze vypočítat velikost amplitudy A_{th} termálních kmitů oscilátoru, tedy i raménka sondy qPlus:

$$A_{th} = \sqrt{\frac{Tk_B}{k}}, \quad (6.1)$$

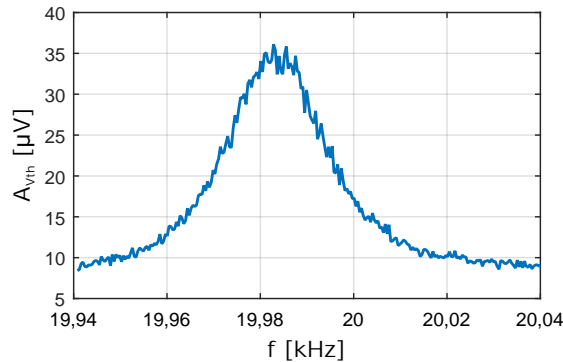
kde T je termodynamická teplota, k_B Boltzmannova konstanta a k je tuhost sondy. Pro pokojovou teplotu $T = 300$ K, a tuhost raménka $k = 1900$ N/m vychází velikost amplitudy kmitů $A_{th} \approx 1,47$ pm. Tato teoretická hodnota je srovnávána s experimentálně změřenou amplitudou A_{Vth} výstupního signálu z předzesilovače.

V grafu na obr. 6.14 je vykresleno napěťové spektrum výstupního signálu předzesilovače, kdy na vstupu je připojena sonda qPlus, ale není elektricky ani jiným způsobem buzena. Jedná se tedy o spektrální obraz teplotního šumu signálu vidličky zesílený předzesilovačem. Hodnota amplitudy A_{Vth} výstupního signálu předzesilovače na rezonanční frekvenci senzoru qPlus je ≈ 35 μ V. Hodnotu citlivosti S_V senzoru qPlus tedy můžeme určit jako $S_V = A_{Vth}/A_{th}$, pro uvedené hodnoty je $S_V \approx 23,8$ μ V/pm.

Elektromechanickou citlivost senzoru je potřeba určovat zvlášť pro každý vyrobený kus sondy qPlus. Důvodem je především různost rezonančních frekvencí senzorů. Do citlivosti je totiž započítáno i zesílení předzesilovače a to není s frekvencí konstantní (většina sen-

6.4. TESTY MIKROSKOPU UHV VT SPM SE SONDOU QPLUS

zorů má svoji rezonanční frekvenci za hranicí šířky frekvenčního pásma předzesilovače). Hodnota zjištěné citlivosti bude v budoucnu ověřována i jinými metodami, např. pomocí tunelovacího proudu měřeného při kmitech v dostatečné blízkosti vzorku [58].



Obrázek 6.14: Graf termálního spektra signálu senzoru qPlus zesíleného předzesilovačem. Spektrum je získáno pomocí oscilační jednotky HF2LI.

6.4. Testy mikroskopu UHV VT SPM se sondou qPlus

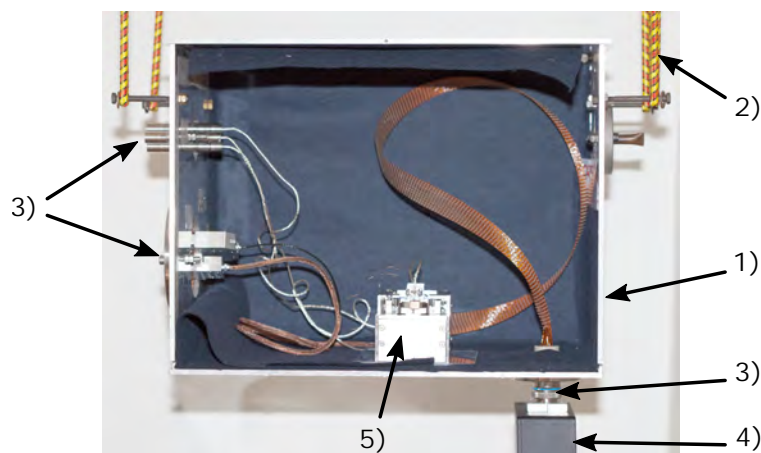
V rámci realizace systému UHV VT SPM na ÚFI byla provedena měření s qPlus sondou. Jako vzorky byly použity vysoce orientovaný pyrolytický grafit (Highly Ordered Pyrolytic Graphite – HOPG) a vzorek vytvořený v rámci dizertační práce J. Neumana [61]. Vzorek byl vyroben následujícím postupem: na vrstvu oxidu křemičitého byla nadeponována 12 nm silná vrstva zlata a následně žíhána při teplotě 1 000 °C po dobu 10 hodin za atmosférických podmínek. Při tomto procesu se na povrchu vzorku vytvořily krystalky zlata a modifikoval se povrch vzorku. Na povrchu oxidu křemičitého vznikly objekty ve tvaru kráterů, které jsou po odstranění zlatých krystalků dobře pozorovatelné. Kráterovité objekty mají průměr od několika desítek po stovky nanometrů a jejich hloubka je v řádu jednotek nanometrů. Jejich rozměry (především hloubka) je činí dobrými testovacími vzorky pro mikroskopy AFM. Hroty použité při testovacích měřeních byly vyrobeny z wolframu elektrochemickým leptáním a safíru, které byly použity ve většině uváděných měření.

Testy mikroskopu proběhly ve dvou prostředích, nejprve v atmosférických podmínkách v laboratoři na ÚFI FSI a poté v komoře s mikroskopem SEM *Vega3 GM* v podmínkách vysokého vakua při tlaku $< 10^{-3}$ Pa ve společnické firmě *TESCAN Brno*.

Veškeré testy proběhly v módu elektrického buzení sondy qPlus. Měřeny byly metody STM a FM-AFM v režimech konstantního proudu, respektive frekvenčního posunu. Při FM-AFM byla v samostatné zpětnovazební smyčce řízena amplituda kmitů sondy, velikost aktuálního budícího signálu byla zaznamenávána do samostatného vyčítacího kanálu, který lze považovat za zobrazení disipace energie v interakci mezi hrotem a vzorkem.

6.4.1. Testovací měření při atmosférických podmínkách

Testy mikroskopu při atmosférických okolních podmínkách probíhaly na ÚFI. Pro mikroskop byla zhotovena speciální platforma (obr. 6.15). Platformu tvoří rozebiratelný kovový box zavěšený pomocí přibližně 1,5 m dlouhých gumových lan na kovové konzole přišroubované do stěny laboratoře v přízemí budovy A2 Fakulty strojního inženýrství. Kovový uzavíratelný box slouží jako elektromagnetické stínění mikroskopu a také jako izolace akustických vibrací z tohoto důvodu je navíc vyložena vlněnou plstí. Zavěšení boxu na gumová lana funguje jako účinné pasivní tlumení vibrací budovy. Na box lze připevnit elektronické UHV průchodky, takže elektronické zapojení mikroskopu zůstává stejné po celou dobu provozu mikroskopu.

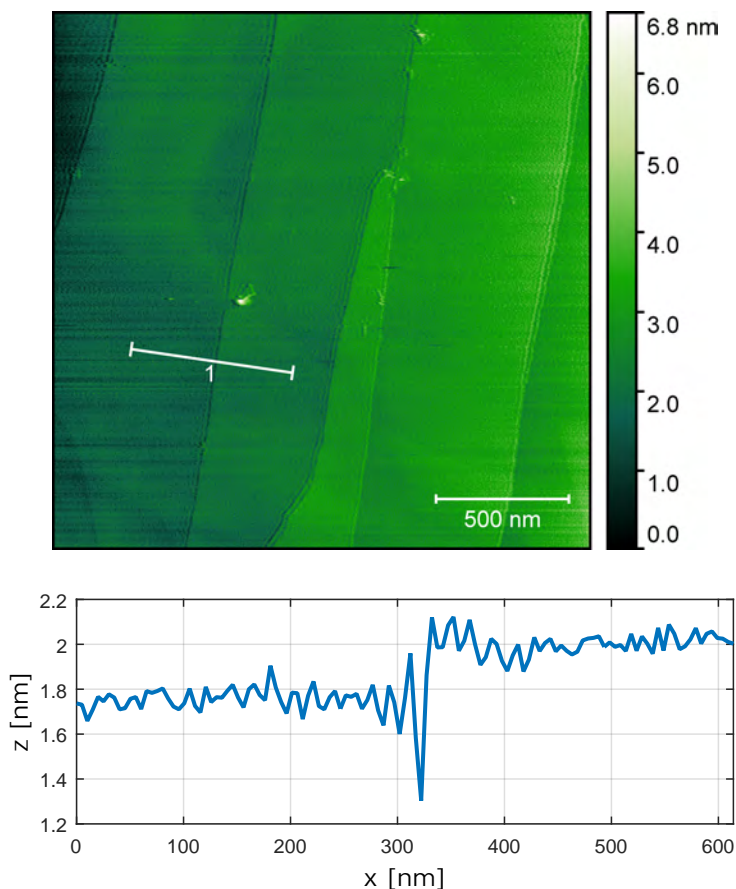


Obrázek 6.15: Fotografie platformy pro měření SPM v atmosférických podmínkách umístěná na ÚFI. V otevřeném (na obrázku) kovovém boxu (1) je umístěn druhý prototyp mikroskopu UHV VT SPM (5). Box je zavěšen na gumových lanech (2). Na boxu jsou připevněny elektronické UHV průchodky (3) a připojen je vyvíjený předzesilovač (4).

První snímky měřené na druhém prototypu mikroskopu s novým UHV předzesilovačem byly provedeny v módu STM. STM patří k technicky nejjednodušším módům SPM, a bývá tak často pro prvotní zkoušky SPM systémů voleno. Pro tyto testy byl zvolen vzorek HOPG a hrot ze slitiny PtIr připravený stříháním drátku. Vzorek i hrot byly voleny vzhledem k jednoduchosti přípravy. Povrch HOPG lze snadno pomocí lepicí pásky štěpit po atomárních vrstvách a připravit tak čistý povrch před každým měřením. Stříháním PtIr drátku lze jednoduše připravit hroty pro STM dostatečné pro docílení atomárního rozlišení na vzorku HOPG.

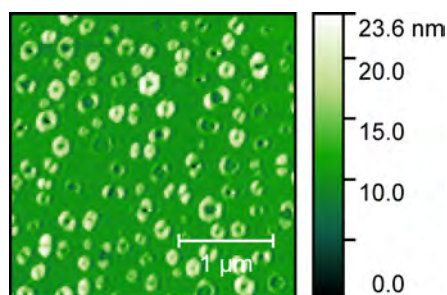
Naměřený snímek STM je na obr. 6.16. Na snímku jsou patrné atomární terasy a z profilu 1 lze určit jejich výšku, která je podobná výšce jedné atomární vrstvy grafitu 3,4 nm. Přesná kalibrace skeneru nebyla provedena, proto rozměry měřených struktur vzorku jsou mírně odlišné od teoretických rozměrů. Zobrazení atomárních schodů je velice dobře rozeznatelné, avšak v obrázku je patrný také šum viditelný i v profilu 1. V průběhu měření bylo zjištěno, že se jedná o elektrický šum pocházející pravděpodobně od špatně kompenzovaného transimpedančního zesilovače pro tunelovací proud. Obvod předzesilovače bude

6.4. TESTY MIKROSKOPU UHV VT SPM SE SONDOU QPLUS



Obrázek 6.16: Testovací měření STM na mikroskopu UHV VT SPM na vzduchu. Vzorek je HOPG a hrot stříhaný PtIr drátek. Nahoře je snímek topografie povrchu a dole profil označený číslem 1 v obrázku topografie. Parametry měření: předpětí na vzorku 90 mV a velikost tunelovacího proudu 3,1 nA.

podroben dalším testům a úpravám. Měření v módu STM však ukázalo správnou funkci celého systému.

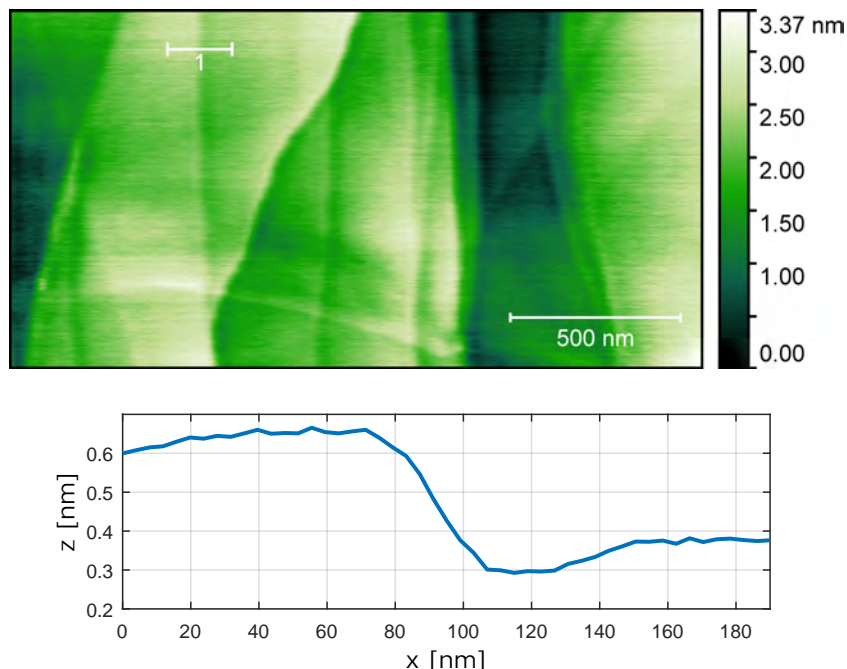


Obrázek 6.17: FM-AFM snímek povrchu vzorku z oxidu křemičitého s útvary ve tvaru kráterů. Použita byla sonda qPlus se safírovým hrotem. Parametry měření/sondy jsou: $f_0 = 19,99$ kHz, $Q \approx 1800$, $\Delta f = +12$ Hz, $k = 1900$ N/m.

Dále bylo přistoupeno k měření v módu FM-AFM pomocí sondy qPlus se safírovým hrotem. Jako první byl měřen vzorek s útvary ve tvaru kráterů na oxidu křemičitém,

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT

výsledek měření je na obr. 6.17. Snímek byl zachycen pouze v poměrně malém rozlišení, avšak objekty na povrchu vzorku jsou dobře prokresleny a dosažené vertikální rozlišení je menší než 1 nm. Laterální rozlišení je v řádu desítek nanometrů, což je způsobeno neostrým a pravděpodobně i několikanásobným hrotem. Měření však ukazuje správnou funkci celého systému v FM-AFM módu a ukazuje funkčnost zvoleného konceptu sondy qPlus.

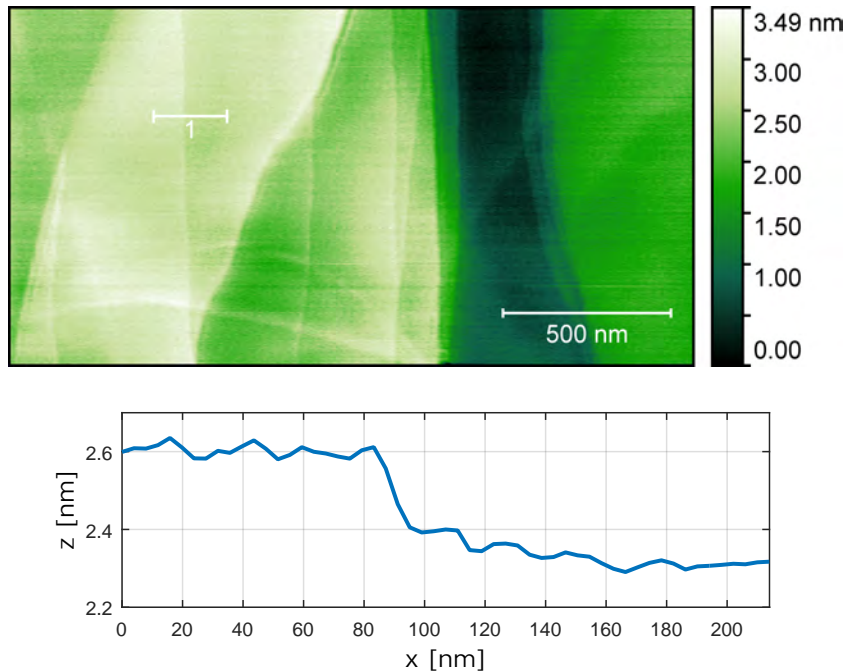


Obrázek 6.18: Snímek povrchu HOPG v režimu FM-AFM s qPlus sondou se safírovým hrotem. Nahoře je zaznamenána topografie, dole výškový profil po úsečce označené 1 v snímku topografie. Parametry měření/sondy: $\Delta f = +15$ Hz, $f_0 = 27,344$ kHz, $Q \approx 1500$, $k = 1900$ N/m.

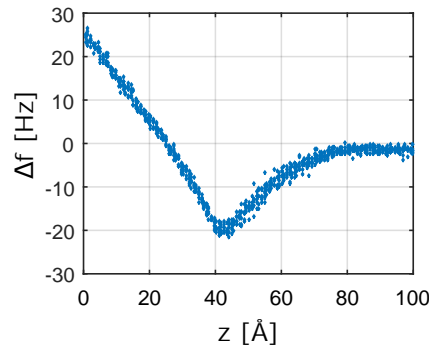
Další zhotovené snímky jsou na obr. 6.18 a obr. 6.19. Oba snímky jsou opět měřeny v režimu FM-AFM se sondou qPlus se safírovým hrotem. Zkoumaným vzorkem byl v tomto případě grafit HOPG. Snímky 6.18 a 6.19 byly měřeny stejnou sondou na stejném místě na povrchu vzorku, rozdíl mezi snímky je v použití různých parametrů měření. Snímek 6.18 byl měřen s kladným frekvenčním posunem o hodnotě +15 Hz, tedy v režimu odpuzivých sil. Oproti tomu snímek 6.19 byl měřen v režimu přitažlivých sil s nastaveným frekvenčním posunem $\Delta f = -10$ Hz. Snímky zobrazují dobře rozlišitelné atomární terasy. Pod oběma snímky jsou extrahované výškové profily, které zobrazují výšku atomárních schodů. V obou případech je výška atomárního schodu přibližně 320 pm, kvůli nepřesné kalibraci skeneru neodpovídá hodnota teoretické velikosti 335 pm. Vertikální rozlišení je v obou případech obdobné a dosahuje hodnot v řádu setin nanometrů. Rozdílné je však rozlišení laterální, ač byl použit identický hrot. Snímek měřený v režimu přitažlivých sil má ostřeji vykresleny kontury jednotlivých schodů.

Na obr. 6.20 je graf průběhu hodnoty frekvenčního posunu v závislosti na vzájemné vzdálenosti hrotu a vzorku. Měření proběhlo se stejnou sondou, vzorkem i se stejnými parametry jako při měření předchozího snímku 6.19. Průběh byl měřen při vzdalování hrotu

6.4. TESTY MIKROSKOPU UHV VT SPM SE SONDOU QPLUS



Obrázek 6.19: Snímek povrchu HOPG v režimu FM-AFM s qPlus sondou se sařírovým hrotem. Nahoře je zaznamenána topografie, dole výškový profil po úsečce označené 1 na snímku topografie. Zobrazen je stejný výřez jako na snímku 6.18. Parametry měření/sondy: $\Delta f = -10$ Hz, $f_0 = 27,344$ kHz, $k = 1900$ N/m a amplituda kmitů hrotu $A \approx 178$ pm.



Obrázek 6.20: Graf závislosti frekvenčního posunu Δf na vertikální vzdálenosti hrotu a vzorku. Měřeno při stejných parametrech jako snímek 6.19.

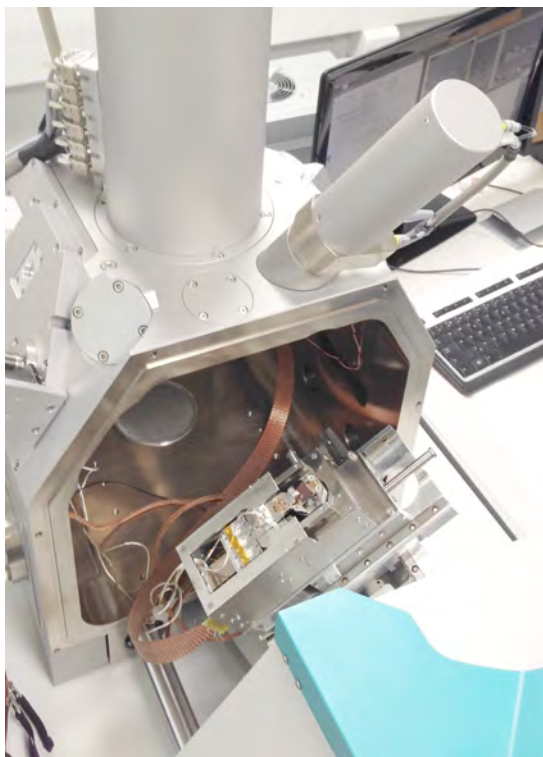
od vzorku. Naměřený průběh je velice podobný s daty uvedenými v odborném článku D. Wastla [62], pojednávajícím o měření grafenových povrchů se sondou qPlus se sařírovým hrotem, tedy s podobným uspořádáním experimentu. To potvrzuje funkčnost navrženého konceptu měření se sondou qPlus. V grafu 6.20 je vidět poměrně velký šum ve frekvenčním posunu, který ovlivňuje kvalitu měřených snímků. Měření v režimu přitažlivých sil je v důsledku tohoto šumu nestabilní. Původ šumu ve frekvenčním posunu je pravděpodobně v elektronice UHV předzesilovače, jeho zkoumání bude předmětem budoucích prací.

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT

Testy mikroskopu se sondou qPlus v režimu AFM prokázaly funkčnost celého systému. Naměřená data dosahují atomárního rozlišení ve vertikálním směru v obou zkoušených módech STM i FM-AFM. Měření FM-AFM bylo provedeno i v režimu přitažlivých sil. Zjištěny byly nedostatky spojené především s elektronikou vyvíjeného předzesilovače UHV. Laterální rozlišení mikroskopu bylo omezeno nedostatečnou ostroostí použitých hrotů.

6.4.2. Testovací měření se sondou qPlus ve vysokém vakuu

Před rozebráním mikroskopu UHV VT SPM kvůli plánovaným úpravám a testům elektroniky bylo využito možnosti testování mikroskopu a měření v podmínkách vysokého vakua. Testování probíhalo ve firmě TESCAN Brno, která je jedním z partnerů spolupracujících na vývoji celé UHV aparatury v rámci projektu AMISPEC.

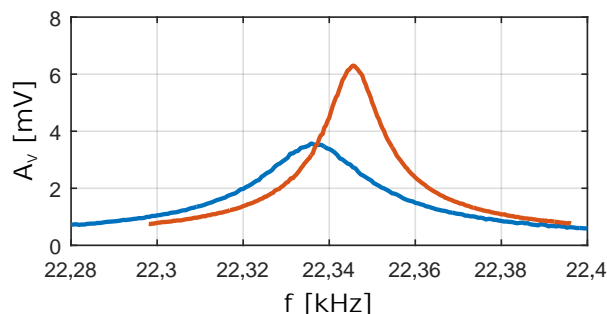


Obrázek 6.21: Fotografie druhého prototypu mikroskopu UHV VT SPM při testech ve vysokovakuové komoře elektronového mikroskopu VEGA3.

Mikroskop byl připevněn na manipulátor do komory rastrovacího elektronového mikroskopu Vega3 GM (na fotografii obr. 6.21), kde kromě měření samotného byly testovány i mechanické parametry a funkce mikroskopu. Komora mikroskopu SEM byla umístěna na stole s pneumatickým tlumením mechanických vibrací, avšak jeden z pneumatických válců tlumicího systému nebyl toho času funkční a vakuová komora (tedy i celá aparatura s mikroskopy) byla *de facto* v přímém kontaktu s podlahou laboratoře, nacházející se v prvním patře budovy. Vliv mechanických vibrací byl pozorován u veškerých měření SPM. Dalším nepříznivým vlivem byla poměrně vysoká hodnota teplotního driftu, v řádu desítek až stovek angströmů za sekundu, která se postupně s časem zmenšovala. Teplotní

6.4. TESTY MIKROSKOPU UHV VT SPM SE SONDOU QPLUS

drift je patrný i ve snímcích. Způsobuje deformaci a roztažení tvarů zkoumaných objektů v jednom směru.



Obrázek 6.22: Rezonanční křivka sondy qPlus na vzduchu (modrá) a ve vysokém vakuu (červená).

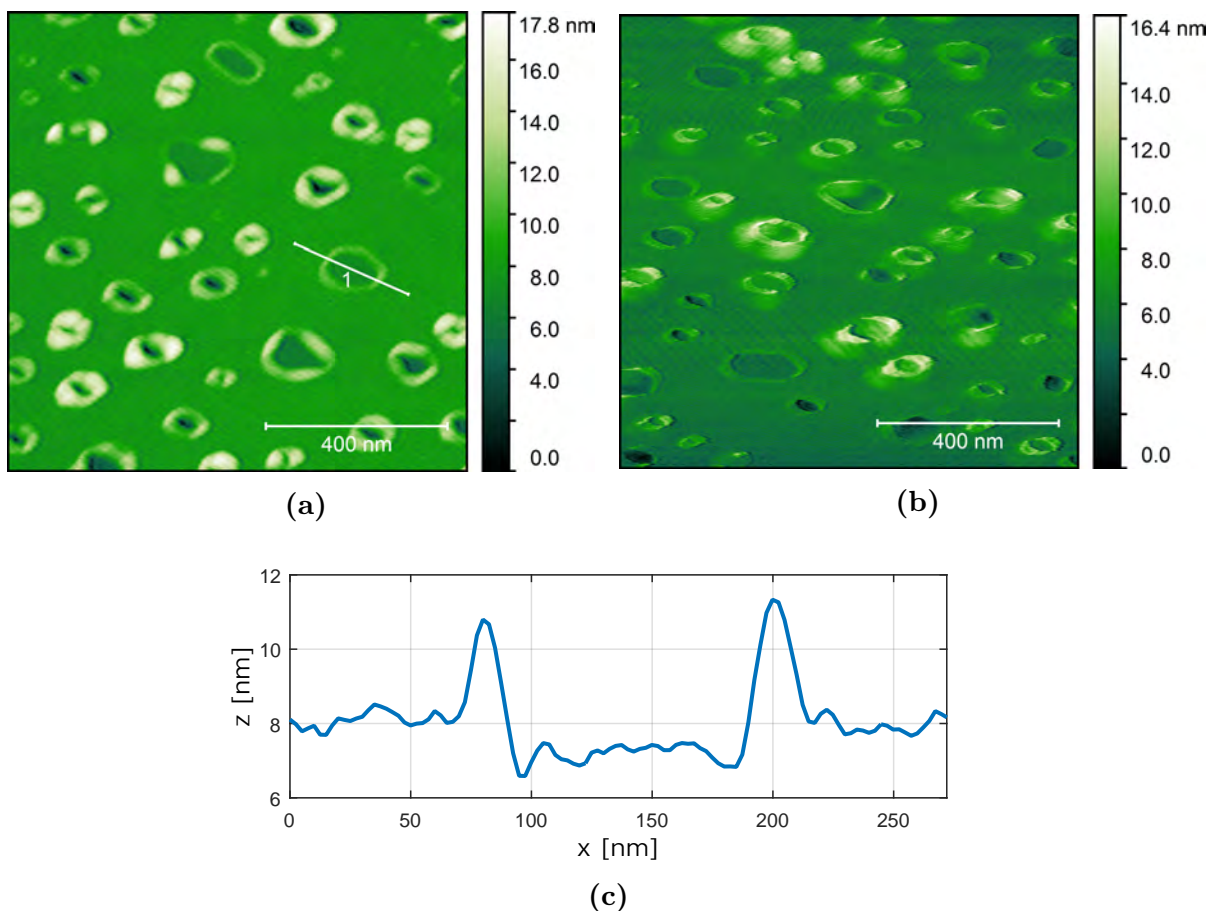
Největší vliv vysokého vakua byl pozorován na vlastnostech senzoru qPlus. Graf rezonanční křivky senzoru na vzduchu a ve vysokém vakuu je na obr. 6.22. Po vyčerpání komory byl patrný mírný nárůst hodnoty rezonanční frekvence (v tomto případě přibližně o 8 Hz), nárůst amplitudy kmitů (amplituda budicího napětí byla ponechána konstantní) přibližně $1,8\times$ a nárůst hodnoty Q -faktoru přibližně $1,9\times$.

Výsledné snímky jsou na obr. 6.23, měřen byl vzorek z oxidu křemičitého. V obrázcích je patrné rušení od mechanických vibrací v podobě diagonálních pruhů. Změny v jejich struktuře a náklonu jsou způsobeny změnami rychlosti rastrování v průběhu měření. Snímek (a) je měřen sondou se safírovým hrotem, vyznačen je profil 1, zobrazený v (c). Snímek (b) je měřen sondou s leptaným wolframovým hrotem, na snímku je patrná deformace měřených struktur způsobená teplotním driftem. Rozdíly v použitých hrotech jsou patrné především v laterálním rozlišení snímků. Z obrázků je patrné že špička wolframového hrotu je ostřejší – hrany objektů se jeví ostré, což je dobře vidět především u nižších struktur. Kolem vyšších struktur se však objevuje halo, což je pravděpodobně způsobeno malou výškou ostrého zakončení špičky.

Testovací měření byla provedena i na vzorku HOPG se sondou qPlus s leptaným wolframovým hrotem. Na snímcích je velice patrné rušení od mechanických vibrací, proto zde nejsou zařazeny. Rozlišitelné byly dvojité atomární schody s výškou 0,68 nm.

Celkově bylo dosaženo podobných výsledků jako při měření na vzduchu. Vertikální rozlišení dosahuje hodnot pod 1 nm. Navíc byla sonda qPlus úspěšně testována i s elektrochemicky leptaným wolframovým hrotem. Obecně lze říci, že příprava hrotu leptáním umožňuje vyrábět hroty s menší hmotností oproti hrotům ze střepů safíru. Sondy qPlus si tak zachovávají vyšší rezonanční frekvenci. Testy neprokázaly žádné problémy vycházející z použití mikroskopu v komoře s mikroskopem SEM ani z použití mikroskopu ve vysokém vakuu.

6. IMPLEMENTACE TECHNOLOGIE QPLUS DO UHV VT SPM SYSTÉMU NA VUT



Obrázek 6.23: Snímky povrchu vzorku z oxidu křemičitého v režimu FM-AFM s qPlus sondou se safírovým hrotem (a) a s leptaným wolframovým hrotem (b). Graf (c) je výškový profil označený číslem jedna v (a). Měřeno ve vysokém vakuu ($< 10^{-3}$ Pa). Parametry měření v (a): $\Delta f = -5$ Hz, $f_0 = 22,170$ kHz, $k = 1900$ N/m, $Q = 2300$ a amplituda kmitů hrotu $A \approx 150$ pm. Parametry měření v (b): $\Delta f = -5$ Hz, $f_0 = 26,596$ kHz, $k = 1900$ N/m, $Q = 2100$ a amplituda kmitů hrotu $A \approx 150$ pm.

Závěr

Dizertační práce vznikala především na Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství VUT ve skupině AFM pod vedením prof. Tomáše Šikoly a na univerzitě v Hamburku (Universiät Hamburg) v SPM skupině Prof. Rolanda Wiesendangera, kde autor strávil 7 měsíců na studijní stáži v průběhu doktorského studia. Práce se zabývá mikroskopií s rastrující sondou se zaměřením na techniky využívající senzory vyrobené z křemenných rezonátorů, především pak sondu qPlus.

Autor ve skupině AFM na ÚFI pracoval na vývoji elektroniky univerzálního řídicího systému SPM. Dále spolupracoval na vývoji mikroskopu UHV VT SPM určeného pro práci v UHV komoře simultánně s mikroskopem SEM, který je vyvíjen v rámci projektu AMISPEC. Do zmíněného mikroskopu implementoval technologii sond qPlus a provedl testování navrženého řešení. Autorova práce v SPM skupině na univerzitě v Hamburku probíhala na projektu vývoje nového SPM systému se sondou qPlus vhodného pro použití v UHV při teplotách kapalného helia a v silných magnetických polích. Autor provedl návrh nového těla mikroskopu SPM, návrh designu sondy qPlus a návrh elektroniky pro měření se sondou qPlus. Nový mikroskop byl také realizován a úspěšně testován v atmosferických podmínkách v módu STM i AFM.

V první fázi byl vyvinut *univerzální* řídicí systém pro měření metod SPM. Univerzalita systému je míněna jednak ve smyslu možnosti využití s různými typy SPM mikroskopů, ale také ve smyslu rozmanitosti technik SPM, které je systém schopen měřit. Celý systém byl navíc navrhován tak, aby byl otevřený a jednoduše upravitelný či rozšiřitelný v případě použití pro budoucí projekty zahrnující nové typy mikroskopů a technik SPM.

Řídicí systém je složen z několika elektronických jednotek, přičemž komplexnější digitální/analogové jednotky komunikující s řídicím počítačem byly zakoupeny. Konkrétně se jednalo o řídicí jednotku SPM *MK2-A810* (firmy *SoftdB*) spolupracující s open-source softwarem *GXSM* a o oscilační jednotku *HF2LI* (firmy *Zurich Instruments*). Ostatní jednotky (z většiny analogové) byly na ÚFI vyvinuty, zhotoveny a otestovány. Jedná se o: jednotku univerzálního napěťového zdroje (zahrnujícího i vysoké napětí pro provoz piezokeramických prvků), jednotku vysokonapěťového zesilovače schopného ovládat piezoelektrické skenery (především trubkové), kombinovaný předzesilovač pro tunelovací proud a pro kontaktní AFM (s optickou detekcí pomocí senzoru PSPD) a kombinovaný předzesilovač pro tunelovací proud a pro sondy SPM založené na křemenných ladicích vidličkách. V takovéto konfiguraci je systém schopen měřit většinu základních technik SPM jako jsou: STM a příbuzné, statické i dynamické techniky SFM a také spektroskopická měření.

Řídicí systém byl využit pro práci s mikroskopy vyvíjenými na VUT. Prvním byl mikroskop UHV SPM, v němž nahradil zastaralou měřicí jednotku a stal se součástí systému mikroskopu. Dále byl řídicí systém využit při testech na prvním prototypu mikroskopu UHV VT SPM určeného pro simultánní měření s mikroskopem SEM. Pro práci s druhým prototypem mikroskopu byl řídicí systém upraven a doplněn o nové prvky. Nové jsou zakoupené řídicí jednotky pro ovládání komerčních součástí skeneru a makroposuvů. Nově je vyvinuta a vyrobena jednotka pro offset a modulaci signálů pro ovládání skeneru. Takto upravený systém bude využit i s finální verzí vyvíjeného mikroskopu UHV VT SPM. Zatím poslední využití původního vyvinutého řídicího systému je pro testování a

ZÁVĚR

první měření s dalším na ÚFI vyvíjeným mikroskopem UHV VT STM. Mikroskop bude s řídicím systémem provozován i nadále po ukončení vývoje mikroskopu.

Práce, které probíhaly ve skupině SPM na univerzitě v Hamburku, byly vedeny prof. Alexanderem Khajtooriansem. Navržen byl nový systém SPM s technologií qPlus do té doby na UHH nepoužívanou. Vyvinut a vyroben byl nový mikroskop UHV LT SPM založený na konstrukci mikroskopu UHV LT STM vyvinutém a používaném na UHH. Jeho vývoj zahrnoval návrh nového těla mikroskopu, návrh držáku sondy qPlus, návrh mechanické podpory skeneru pro *in situ* výměnu sondy a návrh samotné sondy qPlus. Kromě mikroskopu byly navrženy a vyrobeny dvě varianty UHV předzesilovače pro sondy qPlus, přičemž jedna z verzí předzesilovače byla určena pro práci v nízkých teplotách přímo v těle mikroskopu. Mimo jiné byly provedeny přípravné práce na kryostatu UHV LT SPM systému.

Po vyrobení všech součástí systému byla provedena testovací měření na vzduchu. Aparatura byla testována v módech STM a AFM. STM byla měřena pomocí qPlus sondy s leptaným hrotem se slitiny PtIr (sonda nebyla buzena ke kmitům). Na povrchu vzorku HOPG bylo dosaženo atomárního rozlišení. Testovací měření v módu AFM bylo provedeno se stejným hrotem i vzorkem. Dosaženo bylo zobrazení atomárních teras o výšce jedné atomární vrstvy, tedy 335 pm.

Na konci roku 2014 byl prof. Khajtoorian přijat na místo vedoucího skupiny SPM na univerzitě v Nijmegenu (Nizozemí). Vyvíjený systém mikroskopu s qPlus sondou byl převezen tamtéž a jeho vývoj zde probíhá dále již bez účasti autora dizertační práce. V novém místě byly hlavní práce soustředěny na další testování mikroskopu a především UHV LT předzesilovače. Další úpravy probíhají na kryostatu a UHV komoře, které jsou přizpůsobovány pro provoz nového mikroskopu. Ve skupině profesora Khajtoorianse jsou používány především mikroskopy STM, nově vyvíjený systém tak rozšíří možnosti o měření nevodivých vzorků. Zamýšleny jsou například testy měření techniky MExFM (Magnetic Exchange Force Microscopy), pro které má sonda qPlus vhodné parametry.

Třetím tématem praktické části dizertační práce je implementace technologie sond založených na křemenných rezonátorech do systému UHV VT SPM schopného simultánního měření s mikroskopem SEM. Mikroskop UHV VT SPM je vyvíjen na ÚFI v rámci projektu AMISPEC.

V rámci této části byl navržen a vyroben prototyp UHV předzesilovače. Předzesilovač je složen ze dvou částí – UHV část je vložena přímo do těla mikroskopu, čímž je minimalizován vliv vnějšího rušení na citlivé a slabé signály experimentů SPM. Druhá část předzesilovače určená k dalšímu zpracování signálů je připojena k elektrické průchodce z UHV komory. Předzesilovač je uzpůsoben pro měření STM a dynamického módu AFM s křemennými sondami buzenými jak elektricky, tak i mechanicky.

Dále byly vyvinuty a vyrobeny sondy qPlus vhodné pro použití v mikroskopu UHV VT SPM. Byla navržena základní destička senzoru a postup výroby sondy. Sondy byly otestovány a určeny jejich parametry důležité pro vyhodnocování provedených měření. Dosažená hodnota Q -faktoru sond na vzduchu byla přibližně 1700. Byly zjištěny a porovnány parametry sondy na vzduchu a ve vysokém vakuu. Veškeré zkoušky a měření se sondami qPlus probíhaly v módu elektrického buzení sondy kvůli zachování kompatibility s paralelně probíhajícími měřeními se sondami vyrobenými z volných křemenných vidliček.

Byla provedena testovací měření v módech STM a FM-AFM s nově vyrobenými sondami a UHV předzesilovačem. Měření byla provedena na vzduchu a také ve vysokém vakuu v komoře s mikroskopem SEM. Testovací měření mikroskopu prokázala uspokojivé výsledky, jak při STM na vzorku HOPG, tak při FM-AFM na vzorku se strukturami z oxidu křemičitého a také na HOPG. Ve vertikálním směru bylo dosaženo atomárního rozlišení na vzorku HOPG. Při testech byla také zjištěna poměrně vysoká hladina elektrického šumu pocházející pravděpodobně z STM části UHV předzesilovače.

Nadcházející dílčí úkoly autora na mikroskopu UHV VT SPM jsou především zkoušky mikroskopu s qPlus sondou v módu mechanického buzení s diferenčním vyčítáním signálu sondy, pro které je již vše připraveno. Následně testy a úpravy nedostatků UHV předzesilovače. Dále testy simultánního měření FM-AFM a STM a dalších pokročilých technik SPM specifikovaných v zadání projektu AMISPEC. Rovněž výroba konečné verze UHV předzesilovače, především jeho UHV kompatibilní části s DPS vyrobenou z destičky aluminové keramiky. V poslední fázi projektu budou zkoušeny další typy sond založené na křemenném rezonátoru. Ukončení vývoje mikroskopu UHV VT SPM v rámci projektu AMISPEC je plánováno na konec roku 2016.

Literatura

- [1] F. J. Giessibl, S. Hembacher, H. Bielefeldt, and J. Mannhart. Subatomic features on the silicon (111)-(7×7) surface observed by atomic force microscopy. *Science*, 289(5478):422–425, 2000.
- [2] G. Binnig and H. Rohrer. Scanning tunneling microscopy. *Helvetica Physica Acta*, 55:726–735, 1982.
- [3] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel. 7×7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space. *Physical Review Letters*, 50(2):120–123, 1983.
- [4] F. J. Giessibl. Atomic resolution of the silicon (111)-(7×7) surface by atomic force microscopy. *Science*, 267(5194):68–71, 1995.
- [5] Shirley Ch. Imaging atoms and molecules on surfaces by scanning tunnelling microscopy. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(46):464001, 2011.
- [6] D. M. Eigler and E. K. Schweizer. Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope. *Nature*, 344(6266):524–526, 1990.
- [7] E. Meyer, H. J. Hug, and R. Bennewitz. *Scanning Probe Microscopy: The Lab on a Tip*. Advanced Texts in Physics. Springer, 2004.
- [8] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 49(1):57–61, 1982.
- [9] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930–933, Mar 1986.
- [10] K. Mølhav. Obrázek cantileveru pro afm. online, 2006. [cit. 2015-08-19]. http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Typical_AFM_cantilever.jpg.
- [11] D. Rugar and P. Hansma. Atomic force microscopy. *Print edition*, 43(10):23–30, 1990.
- [12] S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, Matt Longmire, and John Gurley. An atomic-resolution atomic-force microscope implemented using an optical lever. *Journal of Applied Physics*, 65(1):164–167, 1989.
- [13] F. H. Stillinger and T. A. Weber. Computer simulation of local order in condensed phases of silicon. *Phys. Rev. B*, 31:5262–5271, Apr 1985.
- [14] F. J. Giessibl. Principles and applications of the qplus sensor. In S. Morita, F. J. Giessibl, and R. Wiesendanger, editors, *Noncontact Atomic Force Microscopy*, NanoScience and Technology, pages 121–142. Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [15] NT-MDT. Contact probes – nt-mdt tips. online, 1998 – 2015. [cit. 2015-08-24]. <http://www.ntmdt-tips.com/products/group/contact>.

LITERATURA

- [16] W. A. Hofer, A. J. Fisher, R. A. Wolkow, and P. Grütter. Surface relaxations, current enhancements, and absolute distances in high resolution scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 87:236104, Nov 2001.
- [17] F. J. Giessibl and G. Binnig. Investigation of the (001) cleavage plane of potassium bromide with an atomic force microscope at 4.2 k in ultra-high vacuum. *Ultra-microscopy*, 42–44, Part 1(0):281 – 289, 1992.
- [18] L. Howald, R. Lüthi, E. Meyer, P. Güthner, and H.-J. Güntherodt. Scanning force microscopy on the si (111) 7 x 7 surface reconstruction. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 93, Issue 3:267 – 268, 1994.
- [19] F. J. Giessibl. Advances in atomic force microscopy. *Rev. Mod. Phys.*, 75:949–983, Jul 2003.
- [20] F. J. Giessibl. Atomic resolution of the silicon (111)-(7x7) surface by atomic force microscopy. *Science*, 267(5194):68–71, 1995.
- [21] Lock-in amplifier. online. [cit. 2015-08-22]. http://en.wikipedia.org/wiki/Lock-in_amplifier.
- [22] F. J. Giessibl. Principle of nc-afm. In S. Morita, R. Wiesendanger, and E. Meyer, editors, *Noncontact Atomic Force Microscopy*, NanoScience and Technology, pages 11–46. Springer Berlin Heidelberg, 2002.
- [23] F.J. Giessibl, F. Pielmeier, T. Eguchi, T. An, and Y. Hasegawa. Comparison of force sensors for atomic force microscopy based on quartz tuning forks and length-extensional resonators. *Physical Review B*, 84(12):125409, September 2011.
- [24] SPECS GmbH. Kolibri-sensor. online. [cit. 2015-09-02]. http://www.specs.de/cms/front_content.php?idcat=246.
- [25] J. C. Acosta, J. Polesel-Maris, and F. Thoyer. Gentle and fast atomic force microscopy with a piezoelectric scanning probe for nanorobotics applications. *Nanotechnology*, 24(6):065502, February 2013.
- [26] Crystal oscillator. online. [cit. 2015-08-22]. http://en.wikipedia.org/wiki/Crystal_oscillator.
- [27] F. J. Giessibl, S. Hembacher, M. Herz, Ch. Schiller, and J. Mannhart. Stability considerations and implementation of cantilevers allowing dynamic force microscopy with optimal resolution: the qPlus sensor. *Nanotechnology*, 15(2):S79–S86, 2004.
- [28] P. M. Morse. Diatomic Molecules According To the Wave. Mechanics. Ii. Vibrational Levels, 1929.
- [29] F. J. Giessibl, H. Bielefeldt, S. Hembacher, and J. Mannhart. Calculation of the optimal imaging parameters for frequency modulation atomic force microscopy. *Applied Surface Science*, 140(3-4):352–357, 1999.

- [30] J. Rychen. *Combined Low-Temperature Scanning Probe Microscopy and Magneto-Transport Experiments for the Local Investigation of Mesoscopic Systems*. Dizertační práce, ETH Zürich, 1971.
- [31] F. J. Giessibl. High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork. *Applied Physics Letters*, 73(26):3956–3958, 1998.
- [32] Omicron NanoTechnology GmbH. Low temperature spm. online. [cit. 2014-10-22]. <http://www.omicron.de/en/products/low-temperature-spm/instrument-concept>.
- [33] J. Falter, M. Stieffermann, G. Langewisch, P. Schurig, H. Hölscher, H. Fuchs, and A. Schirmeisen. Calibration of quartz tuning fork spring constants for non-contact atomic force microscopy: direct mechanical measurements and simulations. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 5:507–516, 2014.
- [34] I. Ekvall, E. Wahlstrom, D. Claesson, H. Olin, and E. Olsson. Preparation and characterization of electrochemically etched W tips for STM. *Doktorsavhandlingar vid Chalmers Tekniska Hogskola*, 10(1638):11–18, 2000.
- [35] M. Iwami, Y. Uehara, and S. Ushioda. Preparation of silver tips for scanning tunneling microscopy imaging. *Review of Scientific Instruments*, 69(11):4010 – 4011, 1998.
- [36] M. Herz, Ch. Schiller, F. J. Giessibl, and J. Mannhart. Simultaneous current-, force-, and work-function measurement with atomic resolution. *Applied Physics Letters*, 86(15):153101, 2005.
- [37] Z. Majzik, M. Setvín, A. Bettac, A. Feltz, V. Cháb, and P. Jelínek. Simultaneous current, force and dissipation measurements on the *si*(111) 7×7 surface with an optimized qplus afm/stm technique. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 3:249–259, 2012.
- [38] T. Akiyama, U. Staufer, and N. F. De Rooij. Self-sensing and self-actuating probe based on quartz tuning fork combined with microfabricated cantilever for dynamic mode atomic force microscopy. *Applied Surface Science*, 210(1-2 SPEC.):18–21, 2003.
- [39] Nanosensors akiyama-probe. online. [cit. 2015-08-31]. <http://www.akiyamaprobe.com/features/working-principle/>.
- [40] D. W. Pohl. Some design criteria in scanning tunneling microscopy. *IBM Journal of Research and Development*, 30(4):417–427, July 1986.
- [41] A. I. Oliva, A. Romero G., J. L. Pena, E. Anguiano, and M. Aguilar. Electrochemical preparation of tungsten tips for a scanning tunneling microscope. *Review of Scientific Instruments*, 67(5):1917, 1996.
- [42] P. Zahl, T. Wagner, R. Möller, and A. Klust. Open source scanning probe microscopy control software package gxsm. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 28(3):C4E39–C4E47, 2010.

LITERATURA

- [43] Y. Martin, C. C. Williams, and H. K. Wickramasinghe. Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Åscale. *Journal of Applied Physics*, 61(10):4723–4729, 1987.
- [44] T. R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, and D. Rugar. Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal of Applied Physics*, 69(2):668, 1991.
- [45] F. Lopour. *Development and application of an UHV SPM microscope*. Dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2005.
- [46] Open source spm controller. online. [cit. 2015-08-20]. <http://www.softdb.com/dsp-products-MK2-A810.php>.
- [47] A. Wachowiak. *Aufbau einer 300mK-Ultrahochvakuum-Rastertunnelmikroskopie-Anlage mit 14 Tesla Magnet und spinpolarisierte Rastertunnelspektroskopie an ferromagnetischen Fe-Inseln*. Dizertační práce, Universität Hamburg, Institut für Angewandte Physik, 2003.
- [48] J. B. R. Wiebe. *Aufbau einer 300mK-Ultrahochvakuum- Rastertunnelmikroskopie-Anlage mit 14T-Magnet und Untersuchung eines stark ungeordneten zweidimensionalen Elektronensystems*. Dizertační práce, Universität Hamburg, Institut für Angewandte Physik, 2003.
- [49] A. Schwarz, U. Kaiser, R. Schmidt, and R. Wiesendanger. Magnetic exchange force microscopy. In S. Morita, F. J. Giessibl, and R. Wiesendanger, editors, *Noncontact Atomic Force Microscopy*, NanoScience and Technology, pages 275–286. Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [50] S. H. Pan, E. W. Hudson, and J. C. Davis. 3He refrigerator based very low temperature scanning tunneling microscope. *Review of Scientific Instruments*, 70(2):1459–1463, 1999.
- [51] M. Liebmann, A. Schwarz, S. M. Langkat, and R. Wiesendanger. A low-temperature ultrahigh vacuum scanning force microscope with a split-coil magnet. *Review of Scientific Instruments*, 73(10):3508–3514, 2002.
- [52] Nanonis. Nanonis products - nanonis spm controller. online, 2014. [cit. 2014-03-29]. <http://www.specs-zurich.com/en/SPM-Control-System-Base-Package.html>.
- [53] C. H. Yang, T. H. Chang, M. J. Yang, and W. J. Moore. A low noise transimpedance amplifier for cryogenically cooled quartz tuning fork force sensors. *Review of Scientific Instruments*, 73(7):2713–2716, 2002.
- [54] J. B. Johnson. Thermal agitation of electricity in conductors. *Phys. Rev.*, 32:97–109, Jul 1928.
- [55] D. E. Sands. *Introduction to Crystallography*. Dover Books on Chemistry. Dover Publications, 2012.

- [56] D. Sigg. Printed circuit boards for ultra high vacuum. online, 2006. [cit. 2015-08-13]. <http://www.ligo-wa.caltech.edu/~daniel.sigg/protel/MiniMirror/LEMOAdapter/doc/T060280-00.pdf>.
- [57] G. M. King, J. S. Lamb, and G. Nunes. Quartz tuning forks as sensors for attractive-mode force microscopy under ambient conditions. *Applied Physics Letters*, 79(11):1712, 2001.
- [58] G. H. Simon, M. Heyde, and H. P. Rust. Recipes for cantilever parameter determination in dynamic force spectroscopy: spring constant and amplitude. *Nanotechnology*, 18(25):255503, June 2007.
- [59] F. J. Giessibl. Atomic resolution on Si(111)-(7×7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork. *Applied Physics Letters*, 76(11):1470, 2000.
- [60] J. Welker, F. de Faria Elsner, and F. J. Giessibl. Application of the equipartition theorem to the thermal excitation of quartz tuning forks. *Applied Physics Letters*, 99(8):-, 2011.
- [61] J. Neuman. *Aplikace rastrovací sondové mikroskopie pro výzkum ultratenkých vrstev a nanostruktur*. Dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014.
- [62] D. S. Wastl, A. J. Weymouth, and F. J. Giessibl. Atomically resolved graphitic surfaces in air by atomic force microscopy. *ACS Nano*, 8(5):5233–5239, 2014.

Seznam použitých zkratk a symbolů

AFM	Atomic Force Microscopy
AM-AFM	Amplitude Modulation Atomic Force Microscopy
AMISPEC	Advanced Microscopy and SPECTroscopy Platform for Research and Development in Nano and Microtechnologies
DPS	deska plošných spojů
EFM	Electrostatic Force Microscopy
FM-AFM	Frequency Modulation Atomic Force Microscopy
FMM	Force Modulation Microscopy
GIS	Gas Injection System
GXSM	Gnome X Scanning Microscopy
HEMT	High-electron-mobility transistor
HOPG	Highly Ordered Pyrolytic Graphite
KPFM	Kelvin Probe Force Microscopy
LED	Light-Emitting Diode
LFM	Lateral Force Microscopy
MEMS	Micro-electro-mechanical systems
MExFM	Magnetic Exchange Force Microscopy
MFM	Magnetic Force Microscopy
PC	Personal Computer
PID	proporcionálně-integračně-derivační
PLL	Phase Locked Loop
PSPD	Position Sensitive Photo Detector
PTFE	polytetrafluorethylen
QTF	Quartz Tuning Fork
SCM	Scanning Capacitance Microscopy
SEM	Scanning Electron Microscope
SFM	Scanning Force Microscopy

SMD	Surface Mount Device
SNM	Scanning Noise Microscopy
SNOM	Scanning Near-Field Optical Microscopy
SPM	Scanning Probe Microscopy
SP-STM	Spin-Polarized Scanning Tunneling Microscopy
SThM	Scanning Thermal Microscopy
STM	Scanning Tunneling Microscopy
THD	Total Harmonic Distortion
UHH	Universität Hamburg
UHV	Ultra High Vacuum
ÚFI	Ústavu fyzikálního inženýrství na Fakultě strojního inženýrství, VUT v Brně
ÚPT	Ústav přístrojové techniky Akademie věd České republiky
VN	vysoké napětí (vysokonapěťový)
VT	Variable Temperature
VUT	Vysoké učení technické v Brně