



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**IMPLEMENTACE OHŘEVU VZORKU DO
MIKROSKOPU ATOMÁRNÍCH SIL**

IMPLEMENTATION OF SAMPLE HEATING INTO ATOMIC FORCE MICROSCOPE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Marek Patočka

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.

BRNO 2022

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Marek Patočka**
Studijní program: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Studijní obor: bez specializace
Vedoucí práce: **doc. Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.**
Akademický rok: 2021/22

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Implementace ohřevu vzorku do mikroskopu atomárních sil

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

In-situ a in-operando mikroskopie významně posunuje možnosti moderních mikroskopů. Procesy, které jsou vědecky zajímavé, probíhají za zvýšených teplot a parciálních tlaků. Tématem bakalářské práce bude implementace mikroelektromechanického čipu (MEMS) do AFM mikroskopu Litescope. Důraz bude kladen na testování vyvinutého konstrukčního řešení a na provedení vhodného experimentu prokazujícího jeho možnosti.

Cíle bakalářské práce:

1. Vyvinout a implementovat MEMS čip do Litescope AFM, což bude umožňovat měření za zvýšené teploty.
2. Navrhnout a provést experiment demonstrující možnosti navrženého řešení.

Seznam doporučené literatury:

MELE, L., S. KONINGS, P. DONA, F. EVERTZ, Ch. MITTERBAUER, P. FABER, R. SCHAMPERS a J. R. JINSCHK. A MEMS-based heating holder for the direct imaging of simultaneous in-situ heating and biasing experiments in scanning/transmission electron microscopes. 2016, Microscopy Research and Technique. 79(4), 239-250

ROOBOL, S. B., M. E. CAÑAS-VENTURA, M. BERGMAN, et al. The ReactorAFM: Non-contact atomic force microscope operating under high-pressure and high-temperature catalytic conditions. Review of Scientific Instruments. 2015, 86(3).

WU, Y. a N. LIU. Visualizing Battery Reactions and Processes by Using In Situ and In Operando Microscopies. Chem. 2018, 4(3), 438-465.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2021/22

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Cílem této práce je implementace ohřevu vzorku do mikroskopu atomárních sil. Ohřev je prováděn pomocí mikroelektromechanického čipu vybaveného topnou spirálou, který je implementován do mikroskopu LiteScope. Práce popisuje elektronický a mechanický návrh celého zařízení. Aby byla prokázána praktičnost řešení, byly provedeny experimenty demonstrující jeho funkčnost. Zvýšená pozornost byla věnována určení potenciálu využití zařízení na poli materiálových věd a mikroskopie magnetických sil.

Klíčová slova

Ohřev vzorku, mikroskopie atomárních sil, mikroskopie magnetických sil, LiteScope, μ Heater

Abstract

The aim of this bachelor thesis is an implementation of a sample heating device into an atomic force microscope. The heating is performed by a Micro-Electro-Mechanical chip equipped with a heating element, which is implemented into the LiteScope microscope. The thesis describes electrical and mechanical design of the device. Proof-of-concept experiments were also conducted in order to prove functionality of the solution. Increased attention was devoted to determination of heater's potential for use in the fields of material sciences and magnetic force microscopy.

Keywords

Sample heating, atomic force microscopy, magnetic force microscopy, LiteScope, μ Heater

Bibliografická citace

PATOČKA, Marek. *Implementace ohřevu vzorku do mikroskopu atomárních sil*. Brno, 2022. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/140783>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Miroslav Kolíbal.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že tato práce je mým původním dílem a zpracoval jsem ji samostatně pod vedením doc. Miroslava Kolíbala s použitím informačních zdrojů uvedených v seznamu.

V Brně dne

.....

Marek Patočka

Poděkování

Děkuji svému vedoucímu, doc. Miroslavu Kolíbalovi, za odborné rady, podporu a trpělivost. Také děkuji Bc. Vojtěchu Mahelovi za pomoc s přípravou vzorků. Dále děkuji společnostem Thermo Fisher Scientific a NenoVision za poskytnutí přístrojů, vybavení a zázemí.

Obsah

Úvod	10
1 Teoretická část	11
1.1 Mikroskopie atomárních sil	11
1.1.1 LiteScope	11
1.1.2 Mikroskopie magnetických sil	12
1.2 Elektronová mikroskopie	13
1.2.1 Fokusevaný iontový svazek.....	14
1.2.2 Systém vstřikování plynů	16
1.3 Čtyřbodové měření odporu	16
1.4 μ Heater.....	17
1.5 Chování oceli C45 za zvýšené teploty	19
2 Experimentální část.....	21
2.1 Prototypové zapojení	21
2.2 Měření deformace membrány μ Heateru za zvýšené teploty	22
2.3 Měření topografie se skokovými změnami teploty	25
2.4 Měření MFM na oceli C45 za zvýšené teploty	25
2.4.1 Výroba vzorku	25
2.4.2 Výsledky měření.....	26
2.5 Měření MFM na vzorku železa.....	29
3 Praktická část.....	32
3.1 Elektrické zapojení	32
3.2 Konstrukce držáku	33
3.3 Kalibrace	36
Závěr	37
Použité informační zdroje.....	38
Seznam použitých zkratk	40
Seznam použitého software	41
Příloha 1: Data z měření průhybu membrány.....	42
Příloha 2: Porovnání s objemovým ohřevem vzorku	43
Příloha 3: Výkresy	44

Úvod

V dnešní době je velká pozornost věnována fyzikálním procesům probíhajícím za zvýšené teploty (například chemická depozice z plynné fáze, katalytické reakce, ...). Pro jejich pozorování je však zapotřebí speciální vybavení. Změna teploty vzorku v mikroskopu s sebou také přináší řadu technických obtíží komplikujících provoz aparatury. Například piezo skenery používané v rastrovací sondové mikroskopii jsou velmi citlivé na změny teploty, které mohou způsobit deformaci výsledného obrazu. Měření, kde je možné se s tímto efektem setkat, je uvedeno v Příloze 2.

V této práci se zabývám implementací jednoho z řešení ohřevu vzorku, kterým je mikroelektromechanický čip s topnou spirálou, do mikroskopu atomárních sil LiteScope, který je určený pro integraci do elektronového mikroskopu. Tento čip má výhodu zanedbatelného výkonu, který nemění teplotu piezo skenerů v LiteScope.

V experimentální části práce uvádím výsledky získané přizpůsobením staršího systému zapojení čipu určeného pro elektronové mikroskopy. Tyto experimenty prokazují možnosti použité koncepce ohřevu.

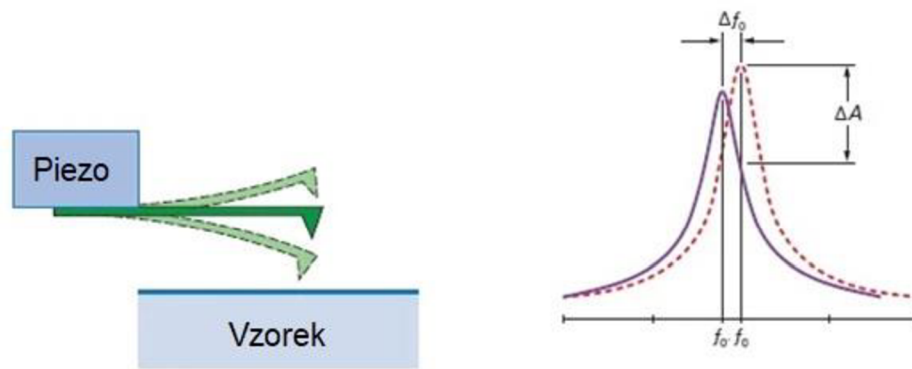
Zkušenosti získané v experimentální části využívám v praktické části, kde popisuji vytvoření nového zapojení navrženého přímo pro LiteScope, které může po proškolení operativně používat i běžný uživatel.

1 Teoretická část

1.1 Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (AFM) je zobrazovací technika rastrovací sondové mikroskopie (SPM). Zaznamenává topografii vzorku pomocí ostrého hrotu, kterým rastruje po povrchu [1].

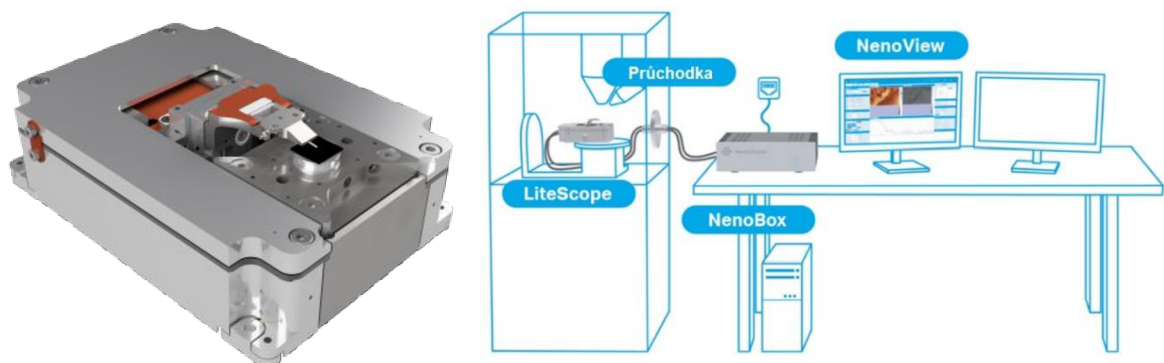
Dnešní AFM mikroskopy, včetně LiteScope popsaného v kapitole 1.1.1, obvykle pracují v poklepovém režimu (tzv. *tapping mode*) znázorněném na Obrázku 1, při kterém sonda kmitá v blízkosti povrchu. Řídicí systém mikroskopu poté vertikálním posuvem skeneru či sondy udržuje konstantní vzdálenost hrotu od povrchu pomocí zpětné vazby. Tento posuv poté odpovídá změřené topografii. Sledovanou veličinou určující blízkost sondy a povrchu může být posuv rezonanční frekvence sondy, fázový posuv kmitání sondy vůči budící síle, nebo změna amplitudy [1].



Obrázek 1: Princip poklepového režimu, sonda se nechá kmitat v blízkosti povrchu vzorku, původní (červená) závislost amplitudy výchylky sondy na frekvenci buzení se změní na novou (fialovou), která má maximum při jiné frekvenci f_0 posunuté o Δf_0 [4].

1.1.1 LiteScope

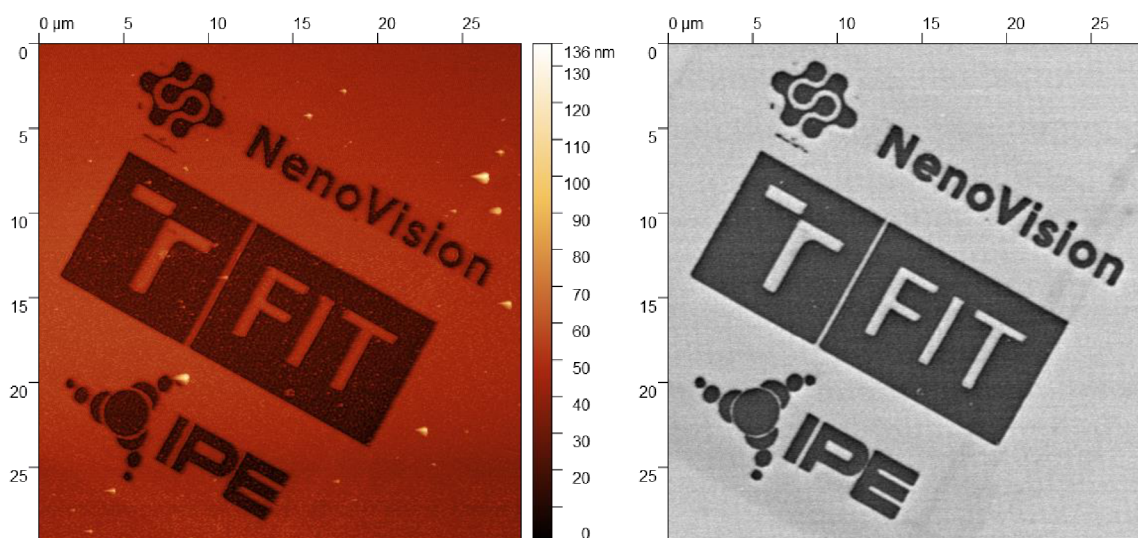
LiteScope je AFM mikroskop určený k integraci do rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM). Samotné zařízení je ovládáno pomocí prohlížečového rozhraní NenoView v počítači, který je wi-fi sítí či kabelem s koncovkami RJ-25 připojen ke kontrolní jednotce NenoBox. Ta je pomocí kabelů přes průchodku ve stěně elektronového mikroskopu připojena k samotnému LiteScope (viz Obrázek 2) [1].



Obrázek 2: Mikroskop LiteScope a jeho schéma zapojení při integraci v SEM [1, 3].

Je tak možné mít velmi dobrý přehled o poloze AFM sondy na vzorku díky elektronovému mikroskopu a zároveň snímat přesnou topografii pomocí LiteScope. Obvykle je použit pokleповý režim, jehož princip je znázorněn na Obrázku 1. Snímanou veličinou je rozdíl v rezonanční frekvenci sondy (resp. jejího nosníku) [4].

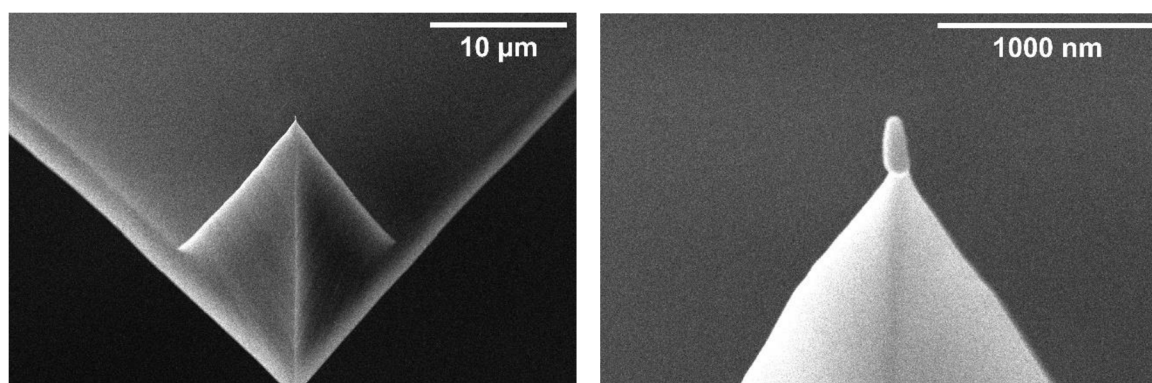
Výhodou LiteScope je možnost použití technologie CPEM (korelativní AFM a SEM mikroskopie). Stejná část vzorku je při ní zkoumána pomocí AFM sondy a elektronového svazku. Sonda i svazek zůstávají fixní a pomocí piezomotorů se pohybuje uložení vzorku. Výsledná data je pak v prostředí NenoView možné složit do jednoho snímku. Příklad korelovaného měření se nachází na Obrázku 3.



Obrázek 3: Topografie měřená pomocí AFM (vlevo), snímek z detektoru sekundárních elektronů (vpravo) zarovnaný technologií CPEM.

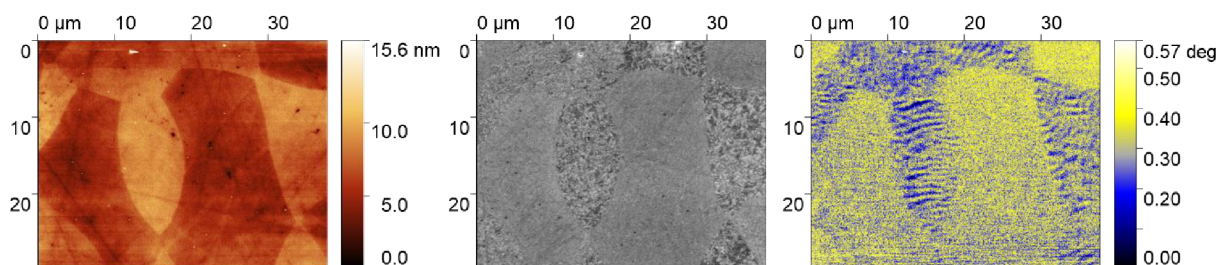
1.1.2 Mikroskopie magnetických sil

LiteScope také umožňuje použít některou z četných přidružených technik SPM. V této práci je využita mikroskopie magnetických sil (MFM). Při ní se používá sonda, která má na svém hrotu připevněný zmagnetizovaný nanodrátek. Fotografie této sondy se nachází na Obrázku 4.



Obrázek 4: Hrot MFM sondy (vlevo), detail na nanodrátek snímající magnetickou sílu připevněný ke špičce hrotu (vpravo).

Samotné měření probíhá tím způsobem, že sonda nejprve standardně změří topografii řádku, poté vyjede výše nad vzorek a v konstantní vzdálenosti od povrchu provede druhé měření po stejné trajektorii (tzv. *second pass*). Při něm se snímá magnetická síla vyvolaná přitažlivou nebo odpudivou interakcí mezi nanodrátlem a povrchem [6]. Měřenou veličinou je zde změna fáze kmitání sondy. Ukázkové měření se nachází na Obrázku 5.



Obrázek 5: Ukázkové měření MFM na vzorku duplexní oceli, která je složena ze dvou fází s různými magnetickými vlastnostmi. Vlevo se nachází AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM pořízený zpětně odraženými elektrony, vpravo signál MFM.

Magnetizace vzorku musí být taková, že vektor magnetické indukce směřuje kolmo z nebo do materiálu (tzv. *out-of-plane* magnetizace). Pokud je magnetizace orientovaná rovnoběžně s povrchem (*in-plane*), není magnetická síla pociťovaná hrotem schopna významně ovlivnit frekvenci kmitání sondy a mikroskop ji tím pádem má potíže zachytit. Nicméně i v případě *in-plane* magnetizace je možné získat hodnotné výsledky, například při pozorování materiálu složeného ze zrn, která jsou zmagnetizovaná rozdílnými směry. Pak budeme detekován signál na okrajích zrn, kde se vektory magnetizace překlápí [6].

MFM bohužel poskytuje pouze informaci o relativním rozložení magnetizace na povrchu vzorku. Přepočítání detekovaného posuvu fáze na absolutní velikost magnetické indukce je matematicky i fyzikálně velmi komplikovaný a tato technologie není v mikroskopu LiteScope zatím zcela zvládnuta. Detekce absolutní hodnoty magnetické indukce u povrchu vzorku je tedy mimo rozsah této práce. Stále je však možné získat informace o rozložení magnetických domén.

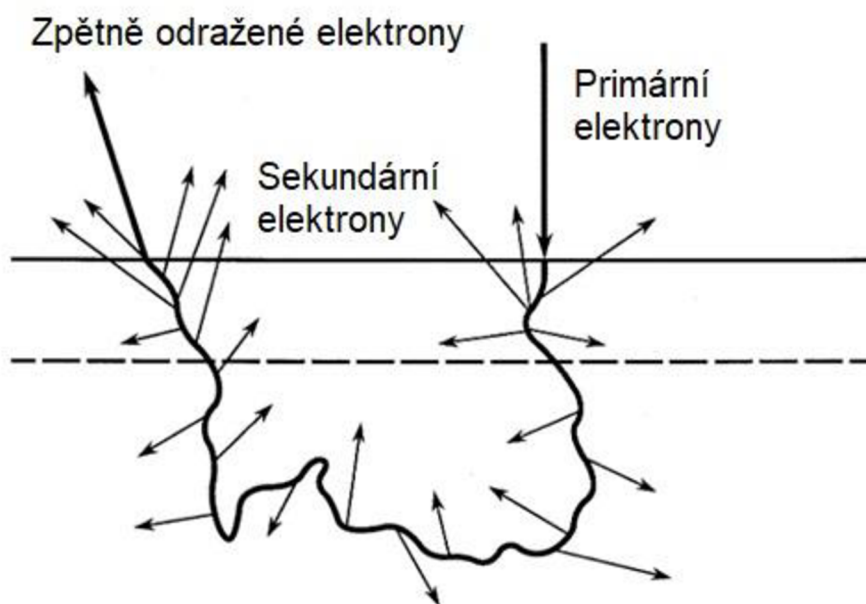
Dalším problémem při měření MFM je tzv. *cross-talk* mezi topografií a magnetickou silou. Mezi blízkými povrchy (hrotem a vzorkem) působí i další síly, které nejsou magnetického původu. Mikroskop je však není schopen rozlišit, takže pokud není vzdálenost mezi hrotem a povrchem konstantní, objeví se v MFM kanálu i kontury povrchu. Proto pokud se v kanálu MFM nachází data korelovaná s topografií, může jít o *cross-talk*, jestliže korelace není způsobena např. hranicemi mezi různými zrny či složením, jak je tomu na Obrázku 5. Tento problém je obzvláště častý při měření drsných povrchů, neboť výška hrotu nad vzorkem při druhém přejezdu je určována od topografie změřené při prvním přejezdu, jež u drsných vzorků nebývá přesná [7].

1.2 Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie je zobrazovací technika, která využívá k zobrazení objektu svazek primárních elektronů dopadajících na vzorek. Existuje více typů elektronů (viz Tabulka 1 a Obrázek 6) vracejících se ze vzorku, které můžeme detekovat pomocí detektorů.

Tabulka 1: Typy elektronů obvykle pozorovaných v SEM [7].

Typ elektronů	Vlastnosti a využití
Sekundární (SE)	Sekundární elektrony jsou elektrony vyražené z orbitalů atomů vzorku nepružnými srážkami s primárními elektrony. Konvenčně se definují jako elektrony vylétávající ze vzorku s energií menší než 50 eV, ačkoliv tato definice zahrnuje i malou část zpětně odražených elektronů. V SE dobře vyniká struktura povrchu.
Zpětně odražené (BSE)	Zpětně odražené elektrony jsou primární elektrony, které byly rozptýleny na atomech vzorku zpět k detektoru. Odrazivost roste s protonovým číslem, a proto BSE poskytují dobrý materiálový kontrast.

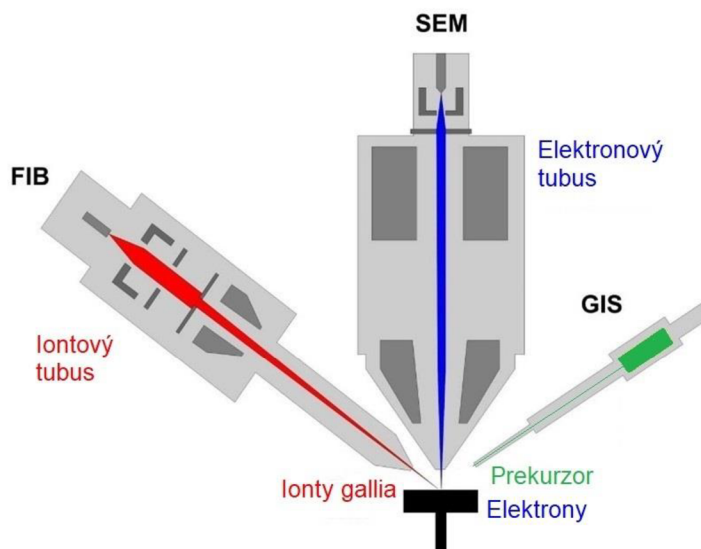


Obrázek 6: Ilustrace životního cyklu primárního elektronu, který po dopadu na vzorek absolvuje množství pružných a nepružných srážek a opustí vzorek jako odražený elektron (BSE), při nepružných srážkách se vytváří sekundární elektrony (SE), z nichž některé také opustí vzorek [7].

Pozorování nacházející se v této práci, u kterých není uvedeno jinak, jsou provedena pomocí sekundárních elektronů.

1.2.1 Fokusevaný iontový svazek

Do elektronového mikroskopu může být integrována technologie fokusovaného iontového svazku (FIB). Tvoří ji samostatný tubus uložený na straně mikroskopu skloněný vůči ose elektronového tubusu (viz Obrázek 7).

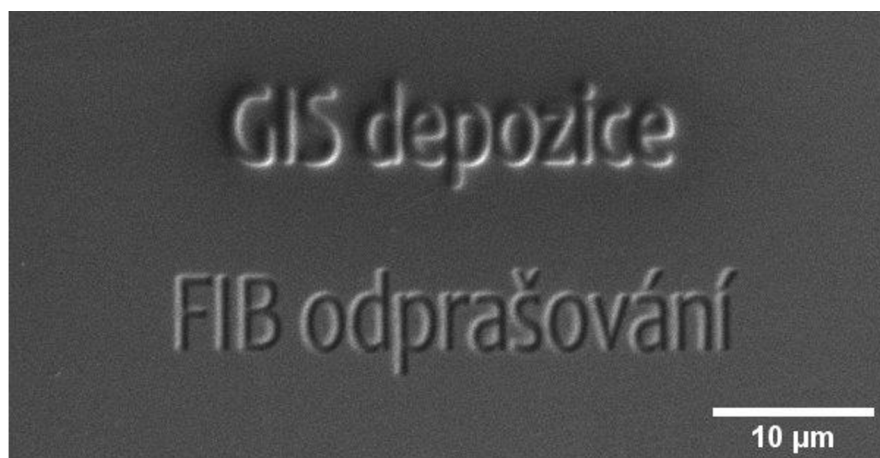


Obrázek 7: Schéma elektronového mikroskopu vybaveného technologiemi FIB a GIS [9].

FIB umožňuje precizně obrábět vzorek soustavným proudem iontů gallia. Ionty se vytvářejí uvnitř tubusu autoemisí, následně jsou urychleny vysokým napětím a fokusovány na vybranou oblast vzorku, kde odprašují atomy materiálu. Tento proces lze přirovnat k přesnému frézování. Příklad struktury vyrobené iontovým svazkem se nachází na Obrázku 8 [9].

Alternativně je možné extrahovat ionty z plazmy obsahujícího např. ionty argonu nebo xenonu. Tato technologie se označuje jako plazmový FIB (PFIB).

Dopadající ionty ze vzorku také vyráží elektrony, které je možné pozorovat pomocí detektorů SE. Detekcí těchto elektronů byl pořízen Obrázek 8. Paralelní nedestruktivní pozorování obrábění je dále možné elektronovým svazkem [9]. Mikroskop Versa 3D DualBeam použitý v této práci pracuje s ionty gallia a nabízí maximální urychlovací napětí 30 kV a maximální proud iontů 65 nA.



Obrázek 8: Příklad využití technologií GIS (nahore) a FIB (dole), nápisy vzniklé depozicí a odprašováním jsou vytvořené na 30 nm tlusté vrstvě zlata na křemíku. Snímek byl pořízen detekcí sekundárních elektronů produkovaných dopadajícími ionty.

1.2.2 Systém vstřikování plynů

Další často používaná technologie je systém vstřikování plynů (GIS), který umožňuje do vakua mikroskopu napustit malé množství takzvaného *prekurzoru* obsahujícího prvek, který chceme deponovat na vzorek (v mikroskopu Versa jde o platinu). Molekuly prekurzoru pak adsorbují na povrchu vzorku, kde jsou drženy van der Waalsovými silami. Elektrony o vhodné energii (obvykle SE) jsou schopné rozbít molekuly prekurzoru a uvolnit atom deponovaného prvku, který pak na povrchu postupně vytváří nově deponované vrstvy [9]. Struktura vytvořená technologií GIS je na Obrázku 8.

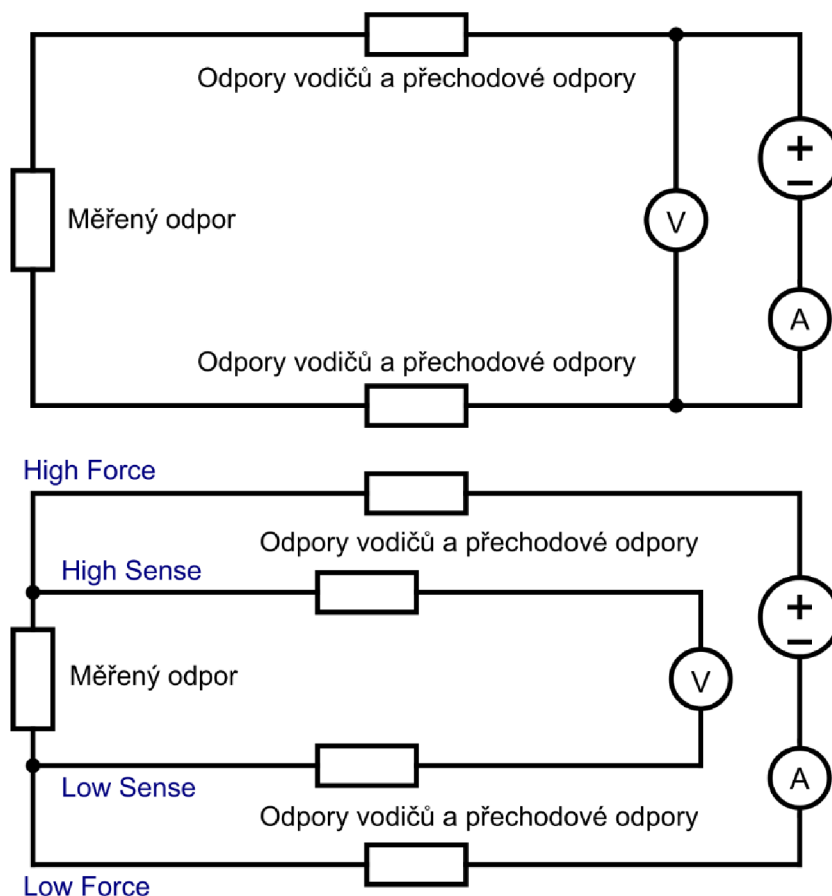
Elektrony nutné k disociaci molekul *prekurzoru* je možné získat dvěma způsoby. První možností je využití elektronového svazku a jím produkovaných sekundárních elektronů, druhou pak ozařování vzorku ionty a disociace *prekurzoru* elektrony uvolněnými při jejich dopadu. Tyto metody jsou označovány po řadě jako EBID a IBID (depozice indukovaná elektronovým/iontovým svazkem). EBID je významně pomalejší, ale při jeho použití nedochází k odprašování atomů vzorku. Proti tomu IBID umožňuje velmi rychlou depozici, ale při jeho nesprávném nastavení dochází naopak k odebrání materiálu místo jeho přidávání [9].

GIS je prakticky realizován jako přídavný modul integrovaný do elektronového mikroskopu (viz Obrázek 7). Po jeho aktivaci se do komory vsune kapilára vedoucí do zásobníku s *prekurzorem* v pevném skupenství, který se ohřívá a vypařuje.

1.3 Čtyřbodové měření odporu

Čtyřbodové měření odporu (anglicky *Remote sensing*) se používá pro zpřesnění měření hodnoty odporu vzdáleného odporového prvku. Pokud by takové měření bylo provedeno měřením napětí a proudu na zdroji, došlo by k vytvoření chyby způsobené přechodovými odpory mezi jednotlivými prvky obvodu a odpory jednotlivých vodičů.

Při čtyřbodovém měření se zjišťuje přesně (v rámci přesnosti měřících přístrojů) napětí na měřeném odporu a proud jím procházející. Z Ohmova zákona je pak spočtena hodnota měřeného odporu. Zapojení se nachází na Obrázku 9.

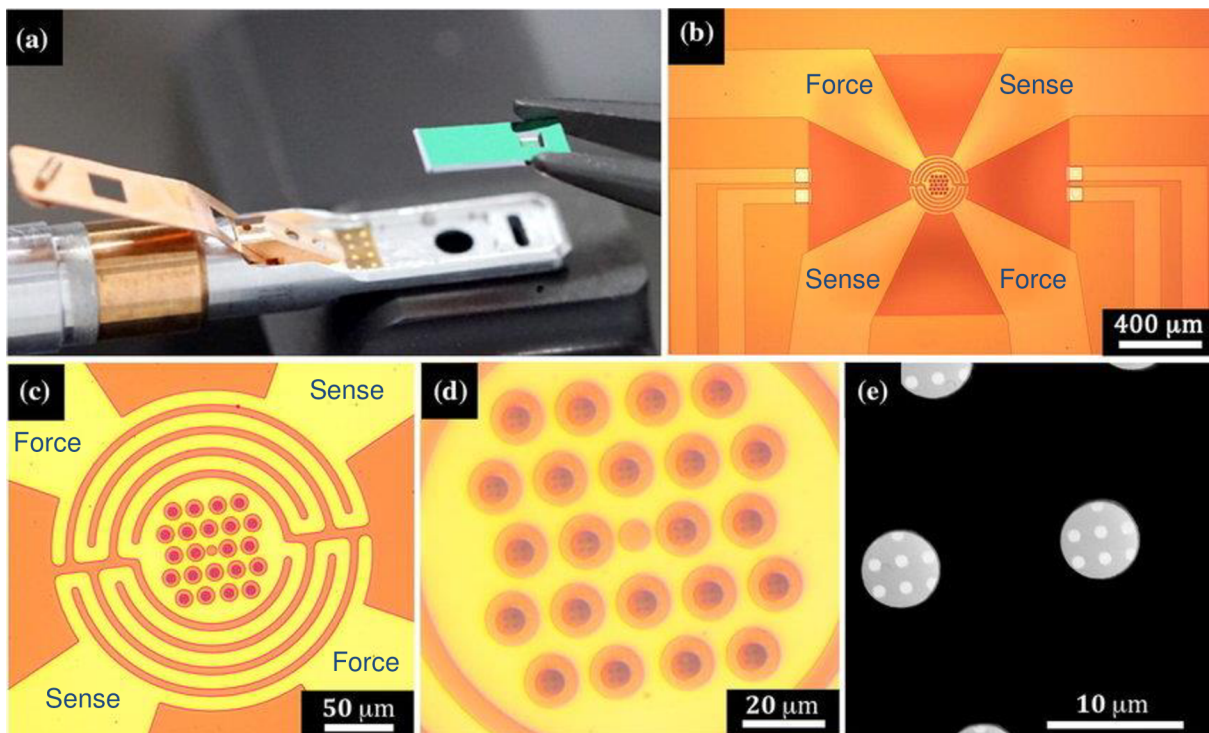


Obrázek 9: Dvoubodové (nahore) a čtyřbodové (dole) měření odporu. Modře jsou uvedena obvykle používaná označení vodičů. Orientace proudu je libovolná, a tedy i vodiče *Low* a *High* jsou zaměnitelné.

1.4 μ Heater

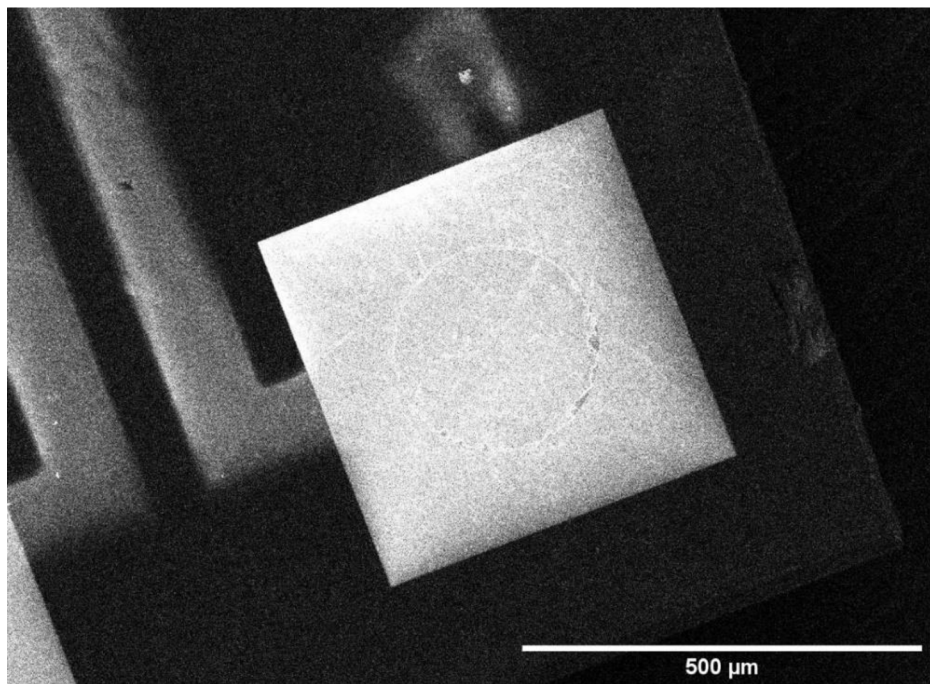
μ Heater (zkráceně z *MicroHeater*) je označení pro mikroelektromechanický (MEMS) čip používaný k rychlému ohřevu vzorků o malých rozměrech. Čip obsahuje malou plochu o průměru zhruba $100\ \mu\text{m}$, kterou je možné ohřát až na $1200\ \text{°C}$. Maximální rychlost ohřevu je $10^4\ \text{°C/s}$. Ohřívaná plocha a její okolí jsou umístěny na tenké membráně [11]. Fotografie technologicky významných částí čipu se nachází na Obrázku 10.

Typickými vzorky jsou částice různých prášků, nanočástice, lamely pro transmisní elektronové mikroskopy (TEM) a malé objemové vzorky. Příkladem objemového vzorku je blok vytvořený ze zkoumaného materiálu (případně mající námi zkoumaný povrch) o rozměrech až $50 \times 50 \times 50\ \mu\text{m}^3$ vyrobený pomocí FIB. μ Heater má také ve svém středu malá okénka průhledná pro elektrony určená pro pozorování v TEM [11].



Obrázek 10: μ Heater, (a) vkládání čipu do modulu určeného pro SEM nebo TEM, (b) – (d) detail na oblast s topnou spirálou a vyznačenými kontakty pro napájení (*Force*) a měření napětí (*Sense*), (e) detail na okénka pro TEM [13].

Ke spojení s řídicím obvodem slouží osm vodivých čtvercových plošek o rozměrech $0,45 \times 0,45 \text{ mm}^2$ (viz Obrázek 11). Polovina z nich je využita ke čtyřbodovému zapojení ohřívací soustavy a druhá polovina pro případné přivedení napětí na vzorky.



Obrázek 11: Vodivá ploška určená pro nakontaktování μ Heateru k řídicímu obvodu.

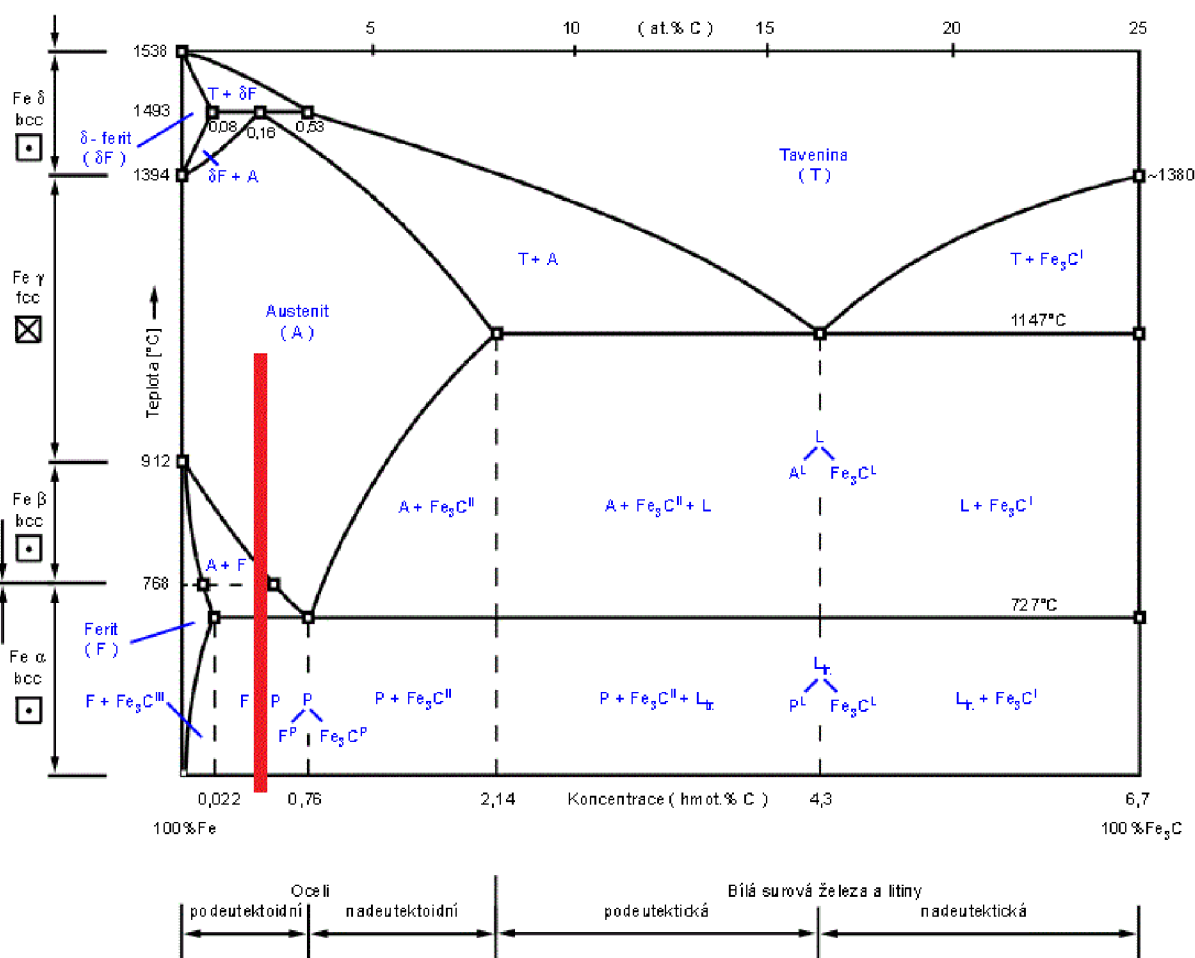
Samotný ohřev je realizován joulovým teplem. Ploška pro vzorek se nachází uprostřed malé topné spirály. Ta je připojena ke zdroji elektrického proudu. Aby bylo možné zjistit teplotu středu spirály a vzorku, je měřen odpor spirály pomocí čtyřbodového měření (viz kapitola 1.3). Změřená hodnota odporu R je následně přepočtena na teplotu. K tomu je ještě potřeba znát odpor spirály R_0 za referenční teploty $T_0 = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ a teplotní koeficient rezistivity α . Tyto hodnoty poskytuje výrobce čipu. Vzorec pro přepočet je následující [12]:

$$T(R) = \frac{R - R_0}{\alpha R_0} + T_0.$$

V článku [12] bylo zjištěno, že rozložení teploty po středu spirály je téměř homogenní. Po oblasti, kde se vyskytují okénka pro TEM, byl naměřen při ohřevu na $1045 \text{ }^\circ\text{C}$ rozdíl teplot pouze $12 \text{ }^\circ\text{C}$.

1.5 Chování oceli C45 za zvýšené teploty

Součástí praktické části této práce je měření MFM na malém bloku oceli. Chování nelegovaných (uhlíkových) ocelí a bílých litin při změně teploty popisuje binární diagram metastabilní soustavy železo-cementit ($\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{C}$), který je uveden na Obrázku 12.



Obrázek 12: Fe- Fe_3C diagram, červená čára označuje ocel C45 v teplotním rozsahu relevantním pro tuto práci, oblast čistého feritu (F) a peritektická přeměna δ -feritu jsou na ose koncentrace pro názornost zobrazeny v jiném (nelineárním) měřítku než zbytek diagramu [14].

Ocel C45 obsahuje 0,40 až 0,50 % uhlíku, 0,60 až 0,80 % manganu a zanedbatelné množství dalších prvků. Chování této oceli tedy dobře popisuje Fe-Fe₃C diagram v oblasti podeutektoidních ocelí [15].

Při ohřívání vzorku oceli C45 dochází k pozorovatelným (pomocí technik použitých v této práci) změnám ve struktuře v intervalu teplot (500 ÷ 600) °C, od kterého probíhá v oceli žihání bez překrytí (nemění se mřížka materiálu, ale mění se velikost a tvar zrn). Od 727 °C se objeví vznikající zrna austenitu v do té doby dominantním perlitu. Austenit je narozdíl od perlitu, který obsahuje feromagnetický α -ferit, paramagnetický. Při dalším ohřevu se na teplotě 768 °C α -ferit stává paramagnetickým a začíná se označovat jako β -ferit [15].

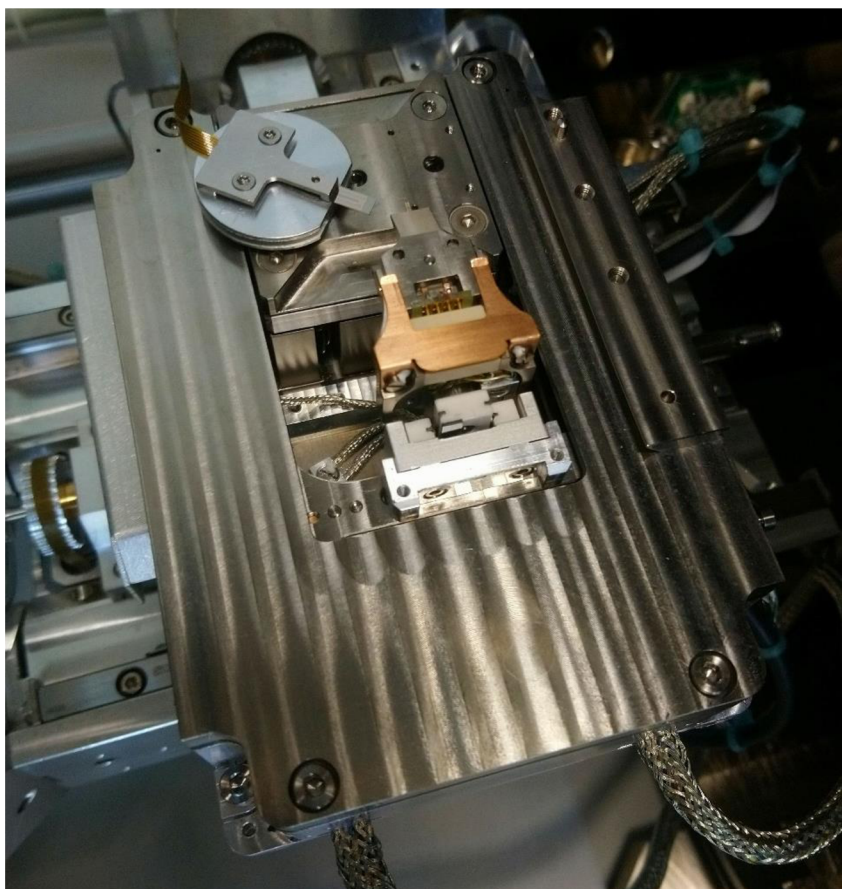
2 Experimentální část

Neboť LiteScope a μ Heater nikdy nebyly použity společně, nejprve jsem provizorně sestavil prototypové zapojení popsané v kapitole 2.1, které mi umožnilo zjistit, jak dobře tyto technologie fungují dohromady a jaké problémy z jejich kombinace mohou vzejít. Pomocí tohoto zapojení jsem také provedl několik měření s narůstající složitostí, která demonstrují možnosti této kombinace. Výsledky těchto experimentů jsou popsány v kapitolách 2.2, 2.3 a 2.4.

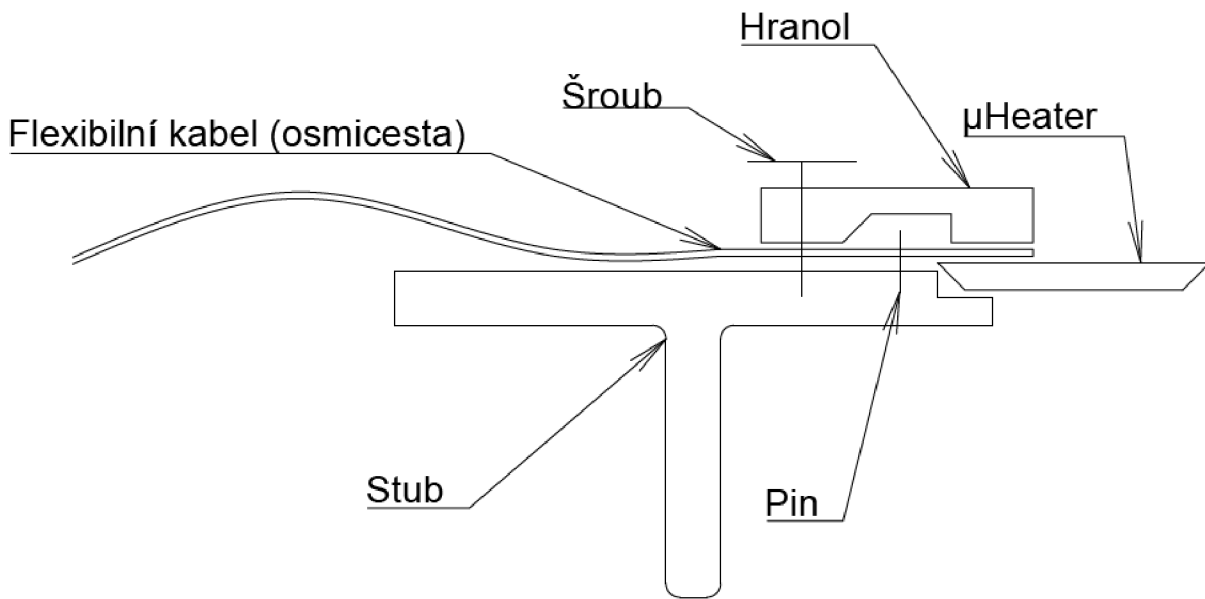
Všechny poznatky získané prací s prototypovou verzí zařízení mi pomohly k navržení nového systému popsaného v kapitole 3, který jsem použil k realizaci měření uvedeného v kapitole 2.5.

2.1 Prototypové zapojení

K testování jsem použil řešení dříve používané ve společnosti Thermo Fisher Scientific pro práci v SEM, jehož fotografie je na Obrázku 13 a schéma na Obrázku 14. K mechanickému uchycení čipu v mikroskopu slouží tzv. stub, do kterého byla vyfrézována krátká drážka určená pro vložení μ Heateru. Z horní strany se ke stubu pomocí dvou šroubů přichycuje hranol, který k μ Heateru přitiskne flexibilní kabel s osmi vývody používanými pro spojení vodivých plošek na čipu (na Obrázku 11) se zbytkem napájecího obvodu. Správná poloha kabelu je zajištěna malým pinem zasazeným ve stubu, který se provléká otvorem v kabelu.



Obrázek 13: Prototypový držák s μ Heaterem v LiteScope před nájezdem sondy na vzorek.



Obrázek 14: Schéma prototypového držáku μ Heateru.

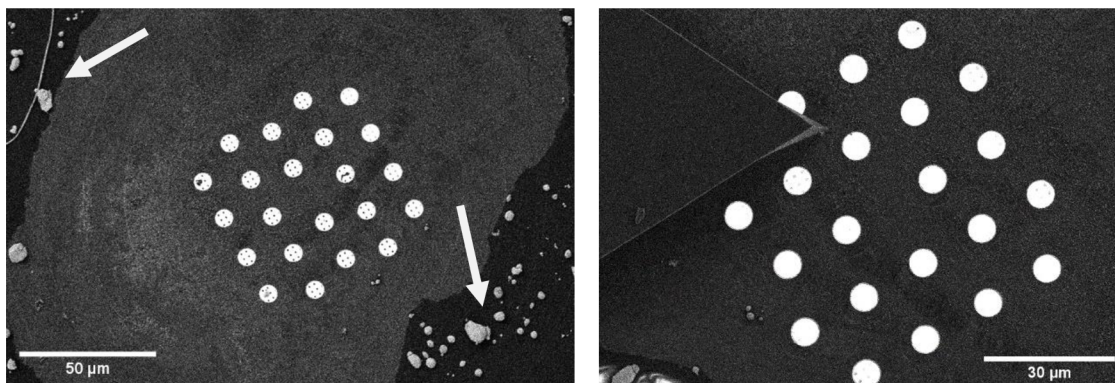
Samotný flexibilní kabel je na druhém konci vybaven malou kruhovou destičkou s devíti zdičkami. Zdičky rozmístěné po obvodu destičky jsou spojeny s jednotlivými drahami vedoucími k μ Heateru, zdička uprostřed destičky je volná.

Pro testovací účely jsem do zdiček, se kterými jsou spojeny kontakty *force* a *sense* MEMS čipu, přímo napájel čtyři vodiče. Ty jsem na druhém konci spájel s průchodkou ve stěně mikroskopu. Zvolenou průchodkou byla DBEE 102 Z059-139 od Fischer Connectors. Ta má z hermetické strany vývody do desky plošných spojů (PCB), které jsou prakticky realizované jako pozlacené piny. Na ně jsem vodiče přímo připájel. Tato metoda je nestandardní, ale zde poskytla vhodnou kombinaci pevnosti spoje a možnosti jej operativně upravovat. Na druhou stranu bylo nutné sestavu vkládat do mikroskopu jako celek otvorem pro přírubu.

Na vnější straně jsem k průchodce připojil kabel se zástrčkou S 102 Z059-140+ (opět produkovanou firmou Fischer Connectors), který vodiče *force* vyvedl ke stabilizovanému zdroji KEITHLEY 2200-32-3 a vodiče *sense* do voltmetru. Vzhledem k nízkému rozlišení a relativní přesnosti měření proudu při jeho nízkých hodnotách je vypočtená teplota důvěryhodná až okolo hodnoty 200 °C.

2.2 Měření deformace membrány μ Heateru za zvýšené teploty

První experiment provedený s tímto zapojením bylo měření průhybu membrány čipu za ohřevu. Při zvýšení teploty dojde k deformaci membrány, kterou je možné měřit pomocí LiteScope. Čip, na kterém jsem měření provedl, byl již dříve použitý a pokrytý tenkou vrstvou zlata, což lze vidět na Obrázku 15.



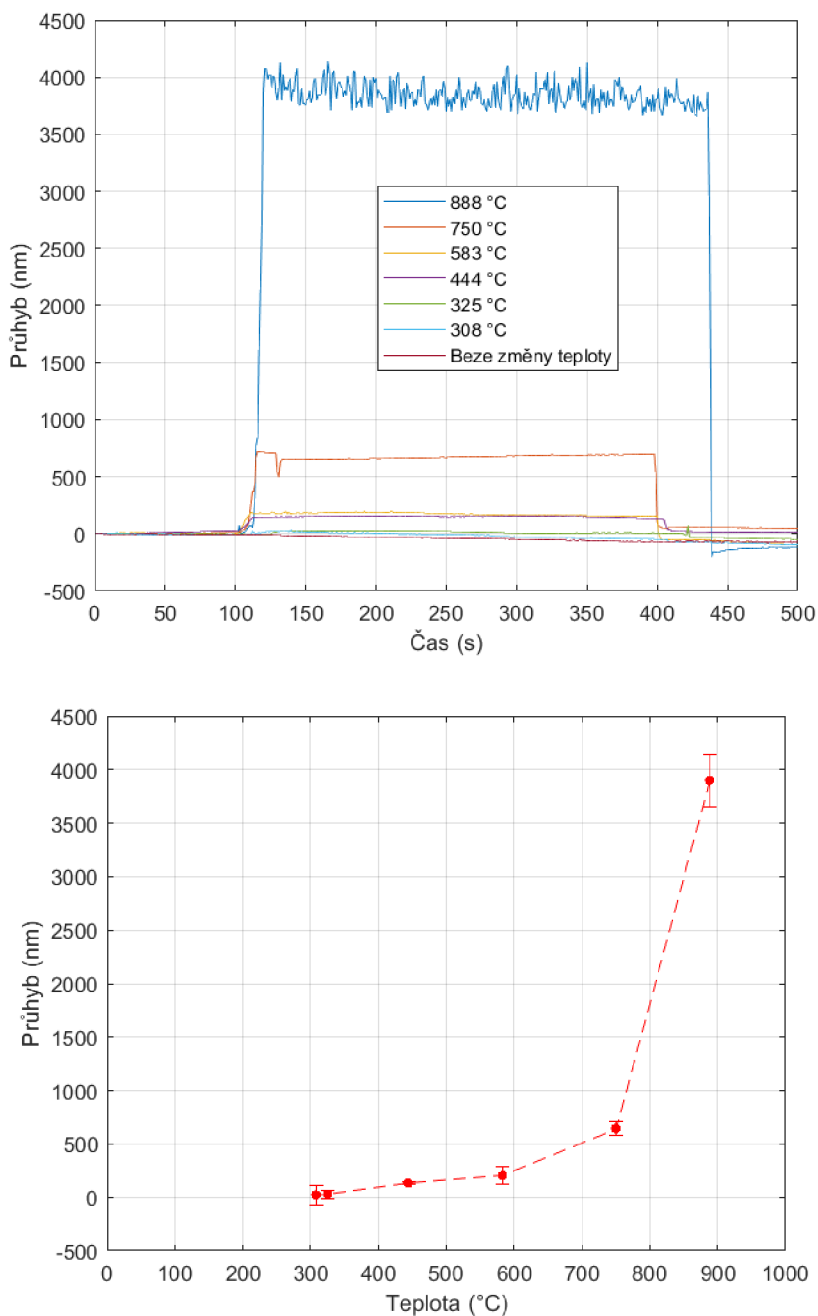
Obrázek 15: Střed topné spirály použitého μ Heateru před (vlevo) a po (vpravo) nájezdu hrotu. Světle šedá část na snímcích je oblast pokrytá zlatem. Na levém snímku se nacházejí neroztavené částice zlata označené šipkami.

Po nájezdu hrotu na vzorek jsem vybral bod, jehož průhyb jsem chtěl sledovat. Zde šlo o čisté místo v části membrány s okénky pro TEM. Polohu hrotu jsem sledoval elektronovým mikroskopem. K jeho posuvu sloužily funkce *X-offset* a *Y-offset* v prostředí NenoView, které umožňují pomocí piezomotorů posunout vzorek takovým způsobem, že se hrot nachází přesně ve vybrané oblasti.

Dále jsem v NenoView spustil funkci *Z-spectroscopy*, která zaznamenává polohu hrotu na ose *z* v závislosti na čase. Minutu poté jsem na zdroji nastavil potřebný proud topnou spirálou, který způsobil ohřátí čipu na požadovanou teplotu, a tu jsem udržoval konstantní následující přibližně tři minuty. Následně jsem zdroj vypnul a sledoval, zda při chladnutí μ Heateru nedošlo k nečekané změně polohy sondy.

Nezpracovaná data z tohoto měření obsahuje Příloha 1. Výsledek měření po zarovnání počátečních hodnot do nulové hladiny se nachází na Obrázku 16. Prudké změny průhybu v oblasti konstantní zvýšené teploty (zřetelné hlavně pro teplotu 888 °C) mohou být způsobeny šumem, který je při tomto typu měření velmi složité potlačovat zpětnou vazbou. Samovolnou pomalou změnu průhybu membrány v oblasti s konstantní teplotou působí tzv. „drift“. Ten je důsledkem pomalého pohybu vzorku zapříčiněného nestabilitou piezomotorů ovládajících posuv vzorku. U AFM jde o běžný jev.

Na Obrázku 16 je také uveden graf závislosti průhybu na teplotě. Velikost průhybu je určena jako rozdíl průměrné polohy hrotu v čase se zapnutým ohřevem a bez něj. Měření není očištěno o vliv driftu, neboť jeho korektní odečtení od naměřené závislosti je velmi komplikované a u vyšších teplot je jeho vliv na výsledek zanedbatelný. Nejistota měření byla stanovena podle pravidla dvou sigma, které odpovídá 95% spolehlivosti.

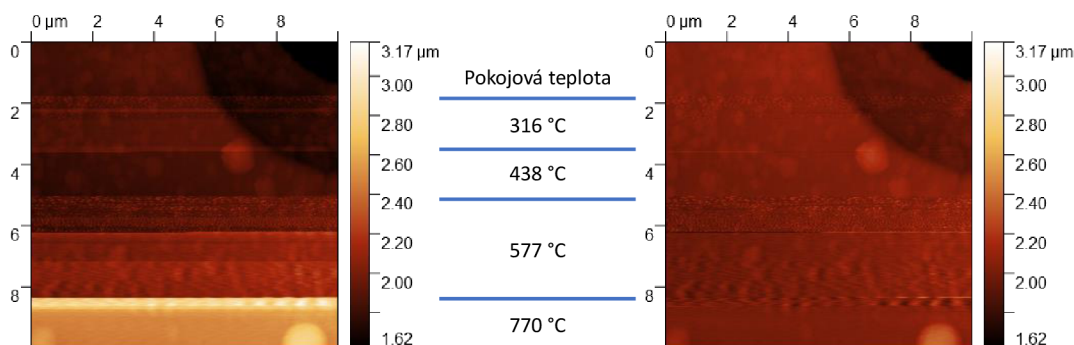


Obrázek 16: Časová závislost polohy hrotu na ose z (nahore) při měření průhybu membrány μ Heateru za různých teplot. Výsledný průhyb membrány v závislosti na teplotě (dole) stanovený s 95% spolehlivostí.

Z měření vzešlo několik hlavních zjištění. Zaprvé, průhyb membrány může velmi prudce růst s teplotou. Zadruhé, za zvýšené teploty může dojít ke zvýšení šumu v signálu, který je nutné kompenzovat nastavením zpětné vazby LiteScope.

2.3 Měření topografie se skokovými změnami teploty

V rámci testů jsem také provedl měření, při kterém jsem nechal mikroskop rastrovat po části čipu pokryté vrstvou zlata a při tom jsem několikrát zvýšil teplotu čipu. Jeho výsledek se nachází na Obrázku 17.



Obrázek 17: Měření topografie čipu při ohřevu za měnící se teploty před (vlevo) a po (vpravo) počítačovém srovnání řádků metodou *Align rows using various methods* → *Median* v programu Gwyddion. Na snímcích se vpravo nahoře nachází jedno z okének pro TEM. Kuličky vyskytující se ve zbytku pole jsou částice zlata. Světlé vodorovné pruhy na levé části obrázku jsou způsobeny zvyšujícím se průhybem membrány čipu za rostoucích teplot. Po vzorku bylo rastrováno shora dolů.

Při měření bylo nutné operativně měnit zpětnou vazbu mikroskopu, aby byl šum při měření co nejnižší. I tak je část měření pořízená za teploty 577 °C velmi nekvalitní. Postupné potlačení šumu změnou zpětné vazby je zřetelné po změně teploty z pokojové na 316 °C.

Pro další využití zařízení jsem si tím potvrdil hypotézu vyslovenou v části 2.2, tedy že za vyšší teploty vzroste množství šumu v signálu. Toto měření také zřetelně ukazuje prudkou změnu průhybu membrány za měnící se teploty. Ta je zřetelná na levém snímku na Obrázku 17, kde vytváří vodorovné pruhy, které jsou od shora dolů postupně světlejší, neboť průhyb membrány posouvá vzorek čím dál výš v souřadné soustavě mikroskopu.

2.4 Měření MFM na oceli C45 za zvýšené teploty

Cílem dalšího měření bylo demonstrovat možnosti ohřivacího modulu založeného na μ Heateru v součinnosti s mikroskopií magnetických sil, jejíž princip je popsán v kapitole 1.1.2.

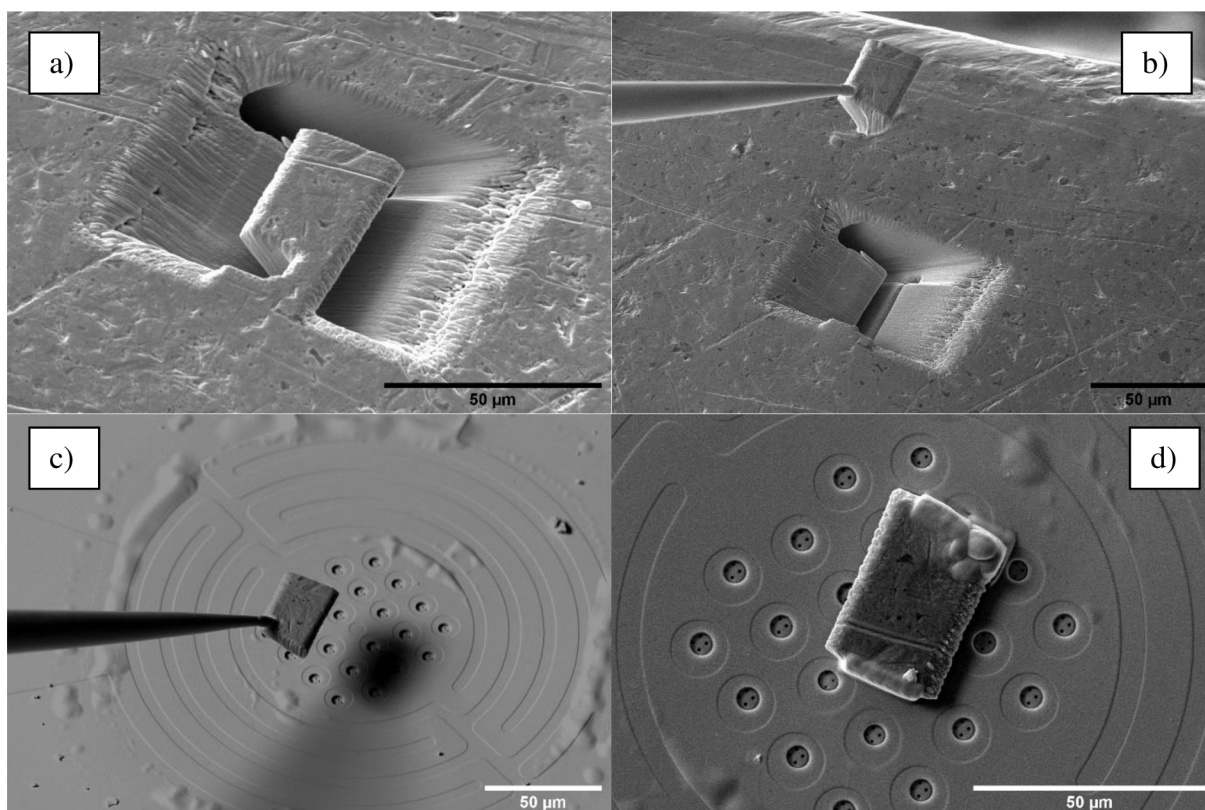
Neboť jde o demonstrační měření, zvolil jsem vzorek, který se při zvyšování teploty mění několika různými způsoby. Jde o malý objemový vzorek (kvádr) vyrobený z oceli C45, jejíž chování během ohřevu je popsáno v části 1.5.

2.4.1 Výroba vzorku

Jako zdroj oceli C45 jsem použil lehce dostupnou strojní součást, konkrétně šlo o pero těsné. Pero jsem nejprve zmagnetizoval přiložením magnetu, poté jsem ho založil do mikroskopu Versa.

Následoval výběr vhodného místa na povrchu pera, kde nebyla ocel příliš drsná a kde se nevyskytovaly vady povrchu (škrábance, nečistoty, ...). Zvolenou oblast jsem obráběl iontovým svazkem (viz kapitola 1.2.1), dokud jsem nevytvořil malý blok materiálu spojený se zbytkem vzorku krátkým můstkem (na Obrázku 18a).

V dalším kroku jsem k bloku připevnil manipulátor integrovaný v mikroskopu Versa (tzv. *EasyLift*) pomocí EBID (viz kapitola 1.2.1). To dovolilo přerušit můstek spojující již téměř hotový vzorek se zbytkem pera a jeho vytažení z materiálu (na Obrázku 18b).



Obrázek 18: Proces výroby malého objemového vzorku, a) vzorek po odprášení oceli na stranách, b) vzorek po připevnění k manipulátoru a vytažení ze zbytku materiálu, c) příjezd s manipulátorem k μ Heateru, d) vzorek po připevnění k μ Heateru pomocí depozice platiny technologií IBID.

Po vytažení bloku z objemu pera jsem pomocí FIB zarovnal jeho spodní stranu a technologií IBID (viz kapitola 1.2.1) jsem jej připevnil k ohřívané ploše na μ Heateru (Obrázky 18c a 18d).

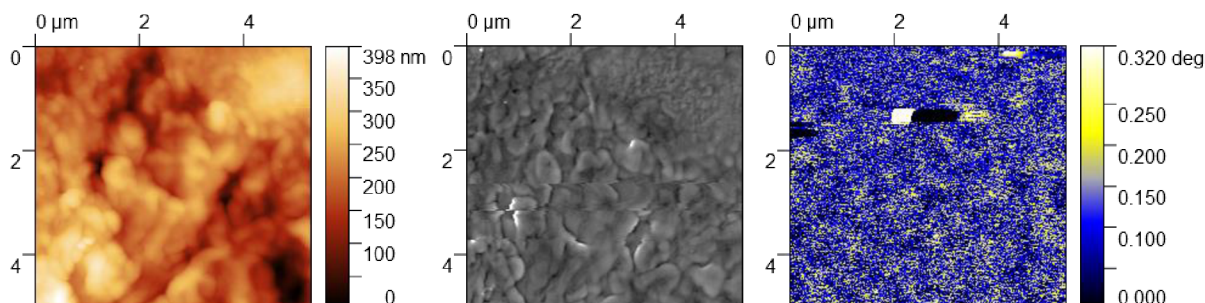
2.4.2 Výsledky měření

Čip jsem poté vložil do prototypového držáku popsaného v kapitole 2.1 a umístil jej do mikroskopu LiteScope ve Versa SEM. Následně jsem provedl testovací měření za pokojové teploty (viz Obrázek 19). Všechna měření jsem provedl na stejné pozici na vzorku. Mírný posuv polohy (méně než 1 μ m) mezi jednotlivými měřeními je způsoben mírně odlišným nastavením elektronového svazku a následným zarovnáním v CPEM.

Všechna měření v této části byla rastrována od horní části snímku ke spodní (tzv. metoda *top-down*). Při prvním přejezdu byla měřena topografie z AFM, ve druhém (*second-pass*) se sonda vzdálila od povrchu a měřila MFM. Ostře jasnější či tmavší části MFM snímku způsobují nárazy sondy do výstupků na povrchu vzorku a jde o nežádoucí artefakty.

U měření AFM topografie a MFM jsem vyrovnal řádky v programu Gwyddion a využil funkci *Correct horizontal scars* (interpolace nesprávně změřených částí řádků). U kanálu MFM jsem dále v histogramu změny fáze vybral interval, kde se nacházela měřená

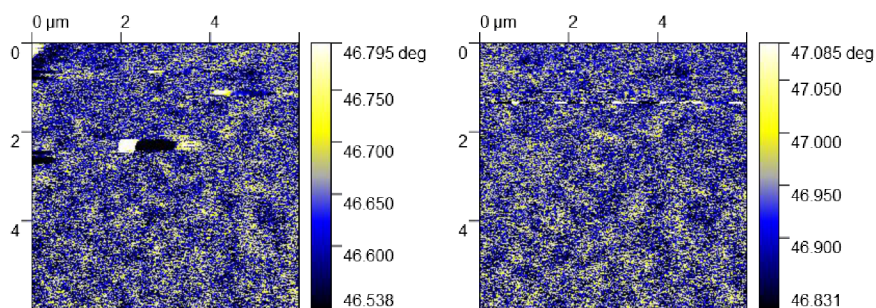
MFM data. Artefakty způsobené nárazem sondy do povrchu, které působí posuv fáze o desítky stupňů, jsem uměle snížil (zvýšil) na horní (dolní) hranici tohoto intervalu. Nakonec jsem u AFM topografie i v MFM kanálu posunul nejnižší měřenou hodnotu do nulové hladiny. U MFM je důvod této operace ten, že jsem měřil (z důvodů popsanych v kapitole 1.1.2) pouze relativní změnu magnetizace na různých místech vzorku.



Obrázek 19: Měření vzorku oceli za pokojové teploty, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM a vpravo snímek v kanálu MFM. V horní třetině se nachází artefakt vyvolaný nárazem sondy do vzorku.

Měření za pokojové teploty ukazuje, že povrch oceli je relativně členitý a obsahuje oblasti s různou strukturou povrchu. Z tohoto důvodu je možné očekávat za ohřevu zajímavé a výrazné změny.

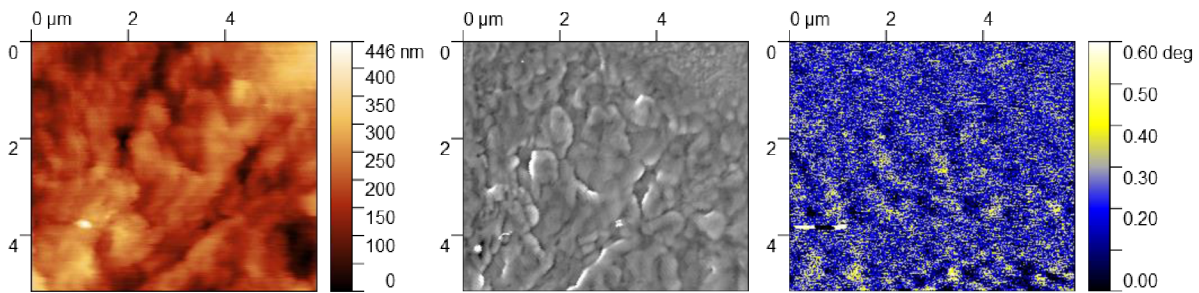
V MFM kanálu jsou vidět náznaky různých magnetických domén, jinak je však signál poměrně uniformní. Jak lze vidět na Obrázku 20, stejný vzor se objevil i při skenování opačným směrem (anglicky *retrace*), z čehož lze usoudit, že nešlo o náhodnou strukturu v šumu.



Obrázek 20: MFM měření v dopředném (vlevo) a zpětném (vpravo) směru. Zobrazené struktury se shodují, pouze snímek v dopředném směru je oproti zpětnému mírně posunutý doprava, což je běžný artefakt AFM mikroskopů způsobený hysterezi piezomotorů. Zobrazená plocha není zcela totožná s Obrázkem 19, neboť data nebyla zpracována procedurou CPEM (popsanou v kapitole 1.1.1), která snímky zarovnáává vzájemným ořezem. Obrázek 19 byl tedy získán vyříznutím ze zde uvedeného měření v dopředném směru (vlevo).

Po měření za pokojové teploty jsem zapnul zdroj a ohřál vzorek na 405 °C. Získaná data na Obrázku 21 se podle očekávání příliš nelišila od předchozího měření.

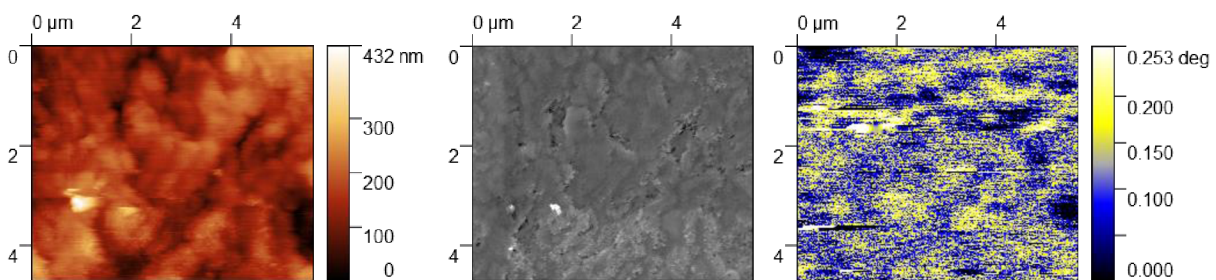
2.4 Experimentální část: Měření MFM na oceli C45 za zvýšené teploty



Obrázek 21: Měření za teploty 405 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM, vpravo MFM kanál.

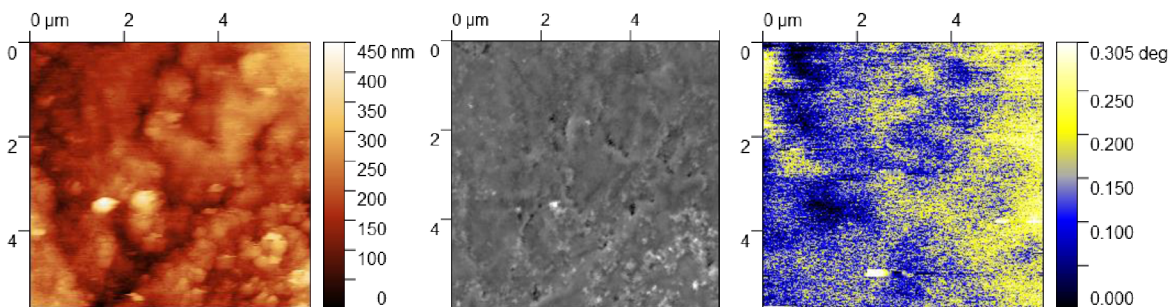
Při dalším ohřevu na teplotu 660 °C (viz Obrázek 22) byl již výsledek zajímavější. Dosáhl jsem totiž teploty žihání bez překrystalizace (viz kapitola 1.5), kdy sice ještě nedochází ke změně krystalové mřížky oceli, nicméně již dochází k změně velikosti krystalů (resp. jejich růstu díky difuzi atomů mezi nimi).

Topografie povrchu se příliš nezměnila, morfologie povrchu viditelná v SE je však velmi rozdílná oproti předchozímu měření. I kanál MFM ukazuje větší magnetické domény, ale měření vykazuje korelaci mezi topografií a MFM, takže u měření možná došlo ke *cross-talk* (viz kapitola 1.1.2).



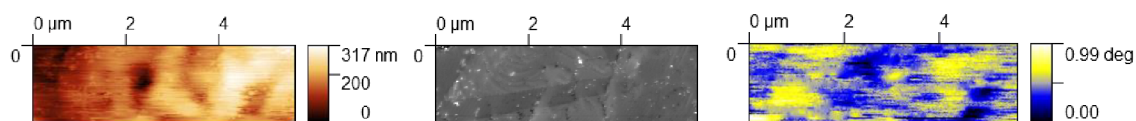
Obrázek 22: Měření za teploty 660 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM, vpravo MFM kanál. V MFM je zřetelné zvětšení magnetických domén oproti Obrázku 21. Nápadná shoda mezi topografií a MFM kanálem ukazuje na možnost *cross-talk*.

Následující měření (na Obrázku 23) jsem provedl těsně pod bodem vzniku β -feritu, při teplotě 755 °C. Při této teplotě byla již část vzorku tvořena paramagnetickým austenitem. Nečistoty na povrchu mohou být tvořeny galliem, které bylo implantováno do oceli při obrábění pomocí FIB. Gallium pak při ohřevu opouští ocel a hromadí se na povrchu.



Obrázek 23: Měření za teploty 755 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM, vpravo MFM kanál. Magnetické domény se od předchozího měření opět zvětšily.

Poslední měření (na Obrázku 24) jsem provedl na teplotě 880 °C, kdy byl vzorek již kompletně složen z austenitu.



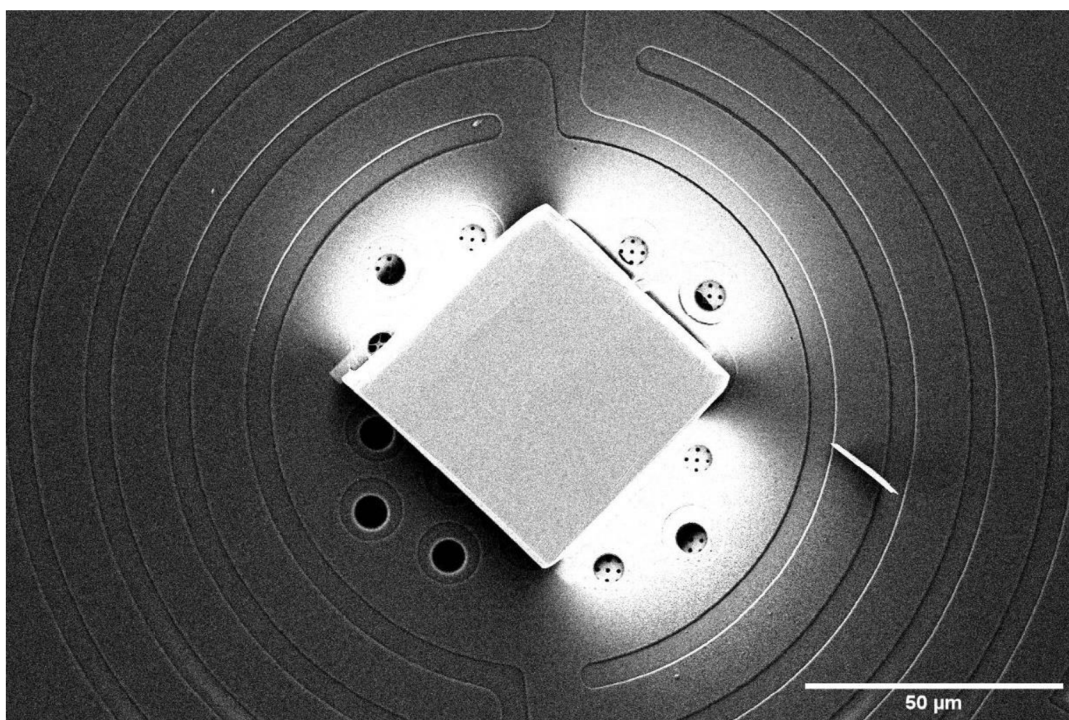
Obrázek 24: Měření za teploty 880 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM, vpravo MFM kanál. Povrch oceli se po překrystalizaci na austenit významně změnil. Měření opět vykazuje korelaci mezi topografií a MFM (*cross-talk*).

V kanálech topografie a SEM lze vidět, že struktura povrchu byla už zcela odlišná od předchozích měření. V MFM kanálu je stále vidět signál, který je však silně korelovaný s topografií (více než na Obrázku 22). Je tedy pravděpodobné, že nejde o magnetický signál, ale o *cross-talk*.

Experiment ukázal, že měření ohřívaného vzorku může přinést zajímavé výsledky. Obzvlášť v topografických datech je viditelná zajímavá změna při překrystalizaci. Vyhodnocení MFM dat se ukázalo být složitější obzvlášť kvůli příliš vysoké drsnosti povrchu vedoucí k výskytu fenoménu *cross-talk*.

2.5 Měření MFM na vzorku železa

Poslední měření jsem již provedl za použití nově vyvinutého držáku popsaného v kapitole 3 za účelem prokázání jeho funkčnosti. Měření jsem provedl na vzorku železa vyrobeném Bc. Vojtěchem Mahelem, který měl oproti oceli využitě v kapitole 2.4 významně hladší povrch. Blok byl také vyříznut pomocí PFIB, takže nebyl znečištěn galliem.

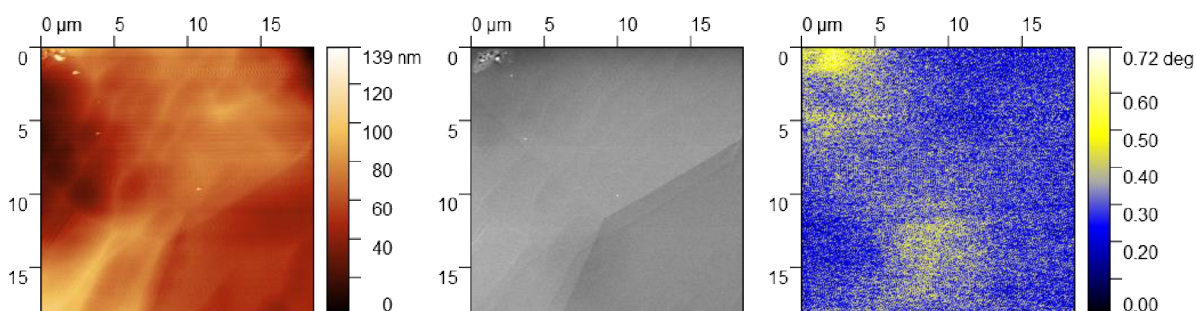


Obrázek 25: Blok železa použitý k měření za ohřevu.

2.5 Experimentální část: Měření MFM na vzorku železa

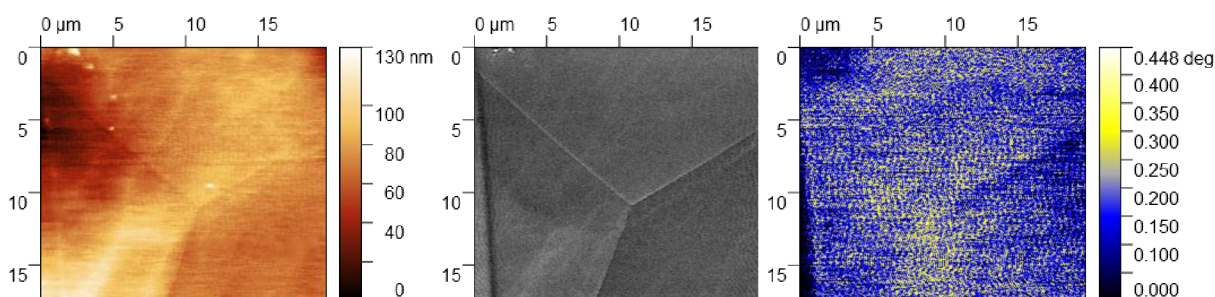
Získaná data byla zpracována stejným postupem jako měření v kapitole 2.4.

Nejprve jsem opět provedl měření za pokojové teploty.

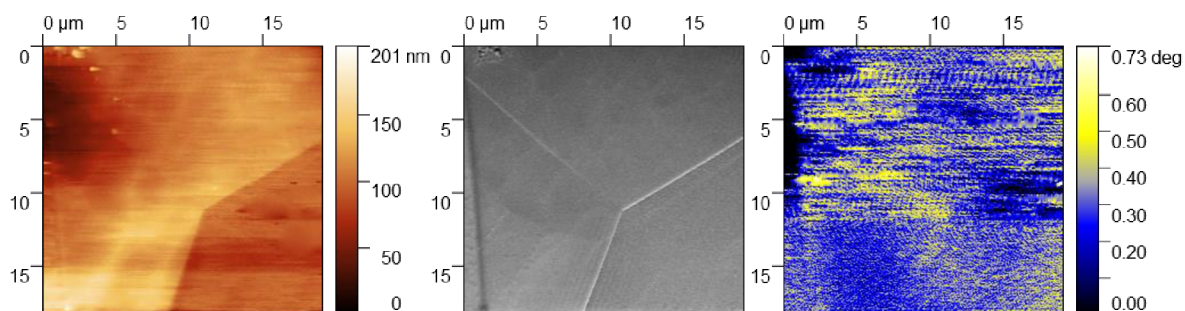


Obrázek 26: Měření bloku železa za pokojové teploty, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM a vpravo snímek v kanálu MFM.

Následující dvě měření (na Obrázcích 27 a 28) jsem provedl za teplot 500 °C a 700 °C, kdy podle diagramu na Obrázku 12 lze očekávat, že železo má stále feromagnetické vlastnosti a nemělo by dojít k významným změnám.

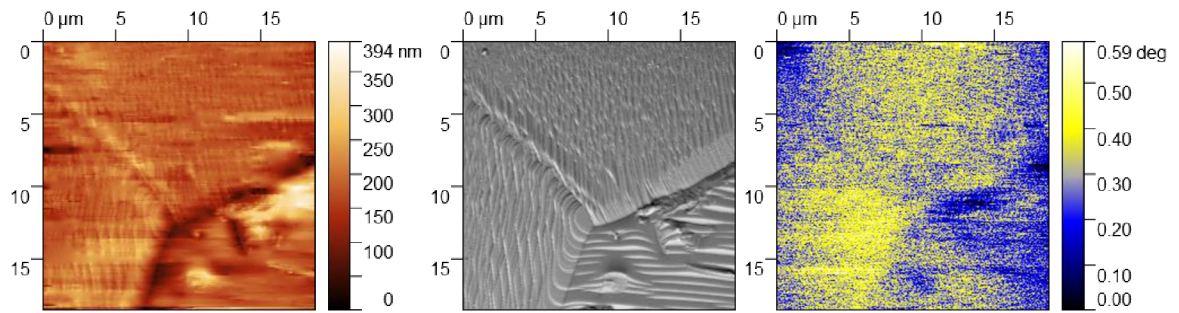


Obrázek 27: Měření za teploty 500 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM a vpravo snímek v kanálu MFM.



Obrázek 28: Měření za teploty 700 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM a vpravo snímek v kanálu MFM.

Po ohřevu na teplotu 925 °C (viz Obrázek 29) došlo rekrytalizaci a zhrubnutí povrchu (viz rozsah škály na Obrázku 29 vlevo). Železo také mělo ztratit své feromagnetické vlastnosti. Povrch však začal být v tuto chvíli tak členitý, že se výrazně projevil *cross-talk* a v kanálu MFM jsou rozeznatelné kontury povrchu.



Obrázek 29: Měření za teploty 925 °C, vlevo AFM topografie, uprostřed snímek ze SEM a vpravo snímek v kanálu MFM.

Měření prokázalo funkčnost nově navrženého držáku. Opět se také ukázalo, že pro měření MFM je potřeba hladký povrch, jinak může dojít ke *cross-talk* a vyhodnocení měření je pak komplikované i u jednoduššího systému, než je ocel.

3 Praktická část

Provedením měření popsaných v kapitolách 2.2, 2.3 a 2.4 jsem získal zkušenosti s používáním μ Heateru potřebné k návrhu zapojení vhodného pro použití v LiteScope. Zde popsané řešení je navrženo s ohledem na možnost rychlého zapojení, jednoduchost provedení a nízké výrobní náklady.

Funkčnost zapojení dokazuje realizace měření popsaného v kapitole 2.5.

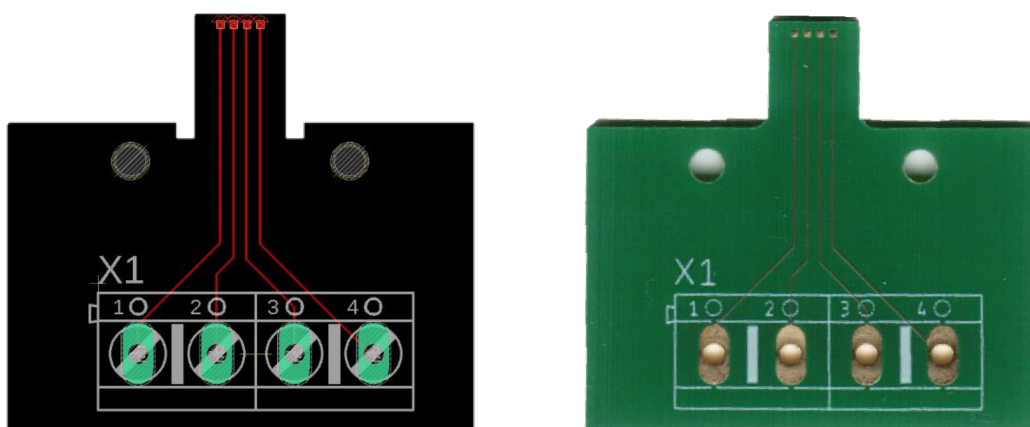
3.1 Elektrické zapojení

V prototypovém zapojení byl kontakt mezi čipem a zbytkem obvodu realizován pomocí flexibilního kabelu (viz kapitola 2.1). Toto řešení se ukázalo jako nevhodné, protože kontaktní plošky čipu (na Obrázku 11) mají velmi malé rozměry a kontakty kabelu na ně občas nedosedly správně. To způsobilo nefunkčnost zapojení a nutnost vložit celý μ Heater do držáku znovu.

Kabel byl na prototypovém zapojení uváděn do přesné polohy pomocí pinu ve stubu, který byl protahován dírou v kabelu. Nechtěná rotace okolo tohoto pinu však mohla způsobit nesprávné nakontaktování čipu. Toto řešení jsem vyhodnotil jako nevyhovující.

Při konstrukci nového provedení spoje jsem v programu Eagle navrhnul desku plošných spojů (PCB) vyobrazenou na Obrázku 30, která je vybavena čtyřmi pozlacenými vodivými ploškami (tzv. pady) pro spojení s kontakty μ Heateru určenými pro napájení (*force*) a měření napětí (*sense*). Pady na PCB se na kontaktní plošky čipu přitisknou z horní strany a tím vytvoří vodivý spoj. Aby se kontakt spolehlivě vytvořil, nanesl jsem přes šablonu na PCB tenkou vrstvu pájecí pasty, kterou jsem následně roztavil horkovzdušnou pistolí. Cín v pastě poté na padech vytvořil malé výstupky zabezpečující vodivý kontakt součástek.

Na další části PCB se nachází oboustranné otvory pro osazení čtyřpólové svorkovnice, jejíž jednotlivé póly jsou cestami na PCB spojeny s kontakty μ Heateru. Svorkovnice zajišťuje pohodlné spojení se zbytkem řídicího obvodu.



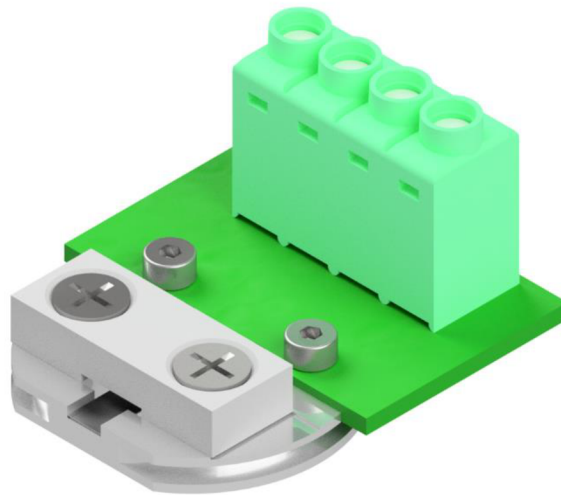
Obrázek 30: Návrh PCB v programu Eagle (vlevo) a vyrobené PCB (vpravo). Na horní části obrázku se nachází pocínované pady sloužící ke spojení PCB s kontakty μ Heateru, na spodní části jsou vyvrtány otvory pro osazení svorkovnice sloužící ke spojení se zbytkem obvodu. Otvory v horní části PCB jsou využity k přišroubování k držáku.

Ze svorkovnice je vyveden kabel zakončený zástrčkou S 102 A059-130+ od Fischer Connectors. Ta se zapojuje do průchodky WDE 102 ZA059-130 (opět od Fischer Connectors) ve stěně elektronového mikroskopu Versa. Z vnější části se do průchodky zapojuje kabel se zástrčkou S 102 Z059-140+, jenž byl již použit v prototypovém zapojení popsaném v části 2.1. I zde kabel slouží ke spojení průchodky se zdrojem a voltmetrem.

3.2 Konstrukce držáku

Ani držák popsaný v kapitole 2.1 není pro použití v LiteScope zcela vhodný. Proto jsem navrhl nový držák (Obrázky 31, 33, 34 a 35 a Příloha 3), který je stejně jako prototypová verze založený na upraveném stubu (Obrázek 32) a malém hranolu držícím μ Heater na místě.

Jak bylo zdůrazněno v kapitole 3.1, funkce nového zapojení spoleská na přitisknutí pocínovaných padů na kontaktní plošky μ Heateru. Proto musí být PCB seshora k čipu přitlačeno. Tuto funkci v novém držáku vykonává malý hranol, který je přišroubován k nově upravenému stubu. Mezi hranolem a stubem se nachází právě kontaktní plochy.



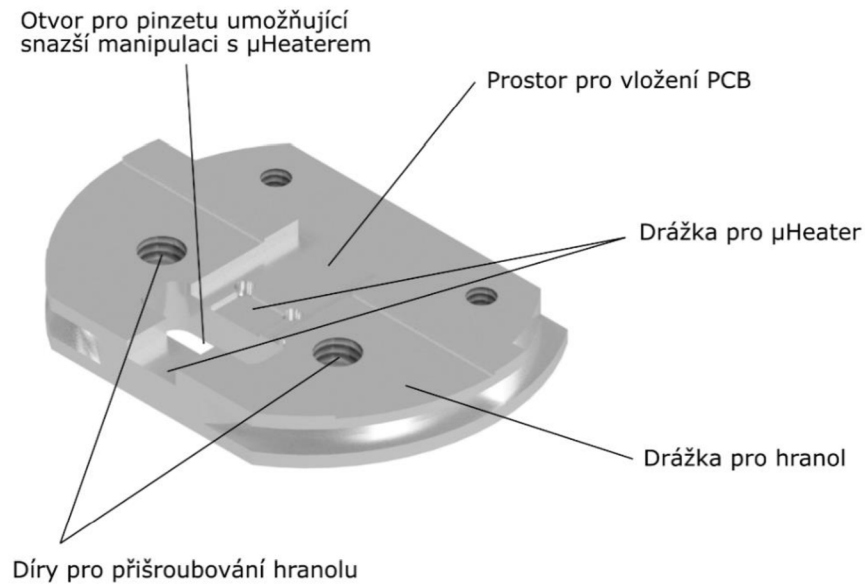
Obrázek 31: Model sestaveného vylepšeného držáku. Celková délka zařízení (viz Příloha 3) je 33 mm.

Z důvodu malých rozměrů kontaktních ploch čipu (čtverce o straně 0,45 mm) je nutné celý držák vyrábět s velmi přísnými tolerancemi. Důsledkem těchto vysokých požadavků na přesnost je pak snadné zprovoznění zařízení. Uživatelé pouze stačí vložit μ Heater a PCB do drážek pro ně vyfrézovaných bez nutnosti několikanásobného opakování procesu do vytvoření vodivého spoje.

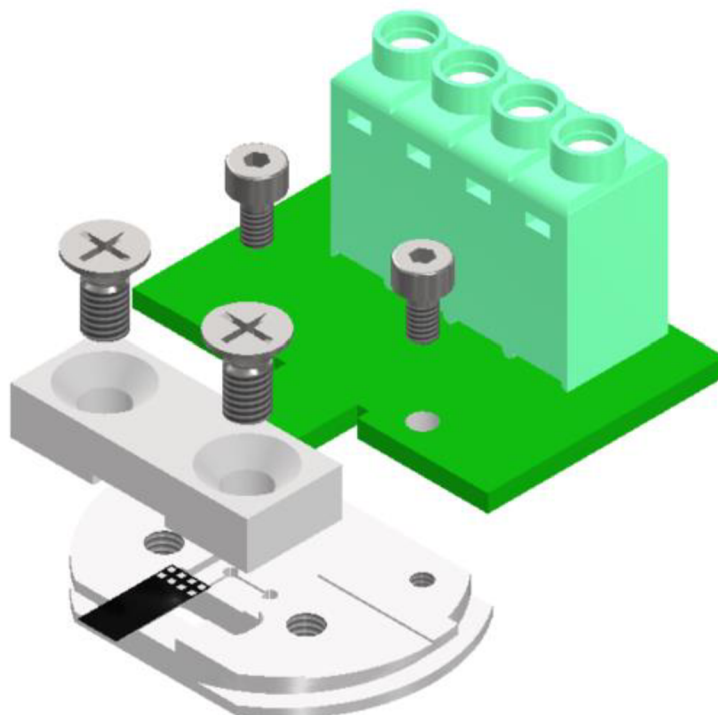
Konstrukční změny jsem učinil i na stubu. Neboť nově navrhovaný držák nebude používán v mikroskopu s detektorem rastrovací tunelovací mikroskopie (STEM), nemusí být pod ohřívanou plochou čipu volné místo a celý čip může být vložen v drážce vyfrézované ve stubu. To značně zvyšuje uživatelský komfort při instalaci, neboť je možné stub nejprve vložit do mikroskopu a poté na něj volně položit μ Heater bez nutnosti jej v drážce přidržovat pinzetou. Také nehrozí nebezpečí vypadnutí μ Heateru z drážky při šroubování hranolu ke stubu, neboť čip je v drážce stabilní i bez přišroubovaného hranolu.

3.2 Praktická část: Konstrukce držáku

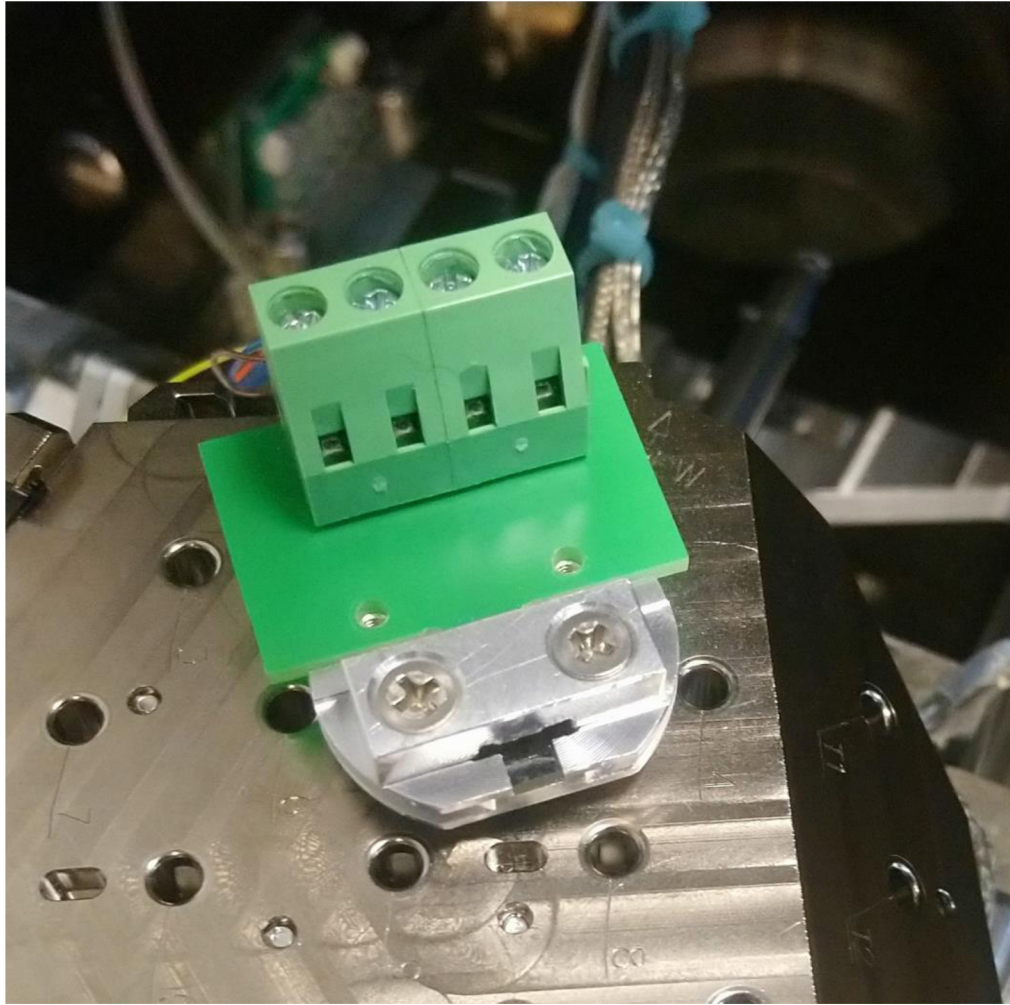
Dalším krokem je umístění PCB do drážky pro ně určené a přišroubování hranolu. Možné je i přišroubování PCB dvěma šrouby, tento krok však není nutný, upevnění pomocí hranolu je dostatečné.



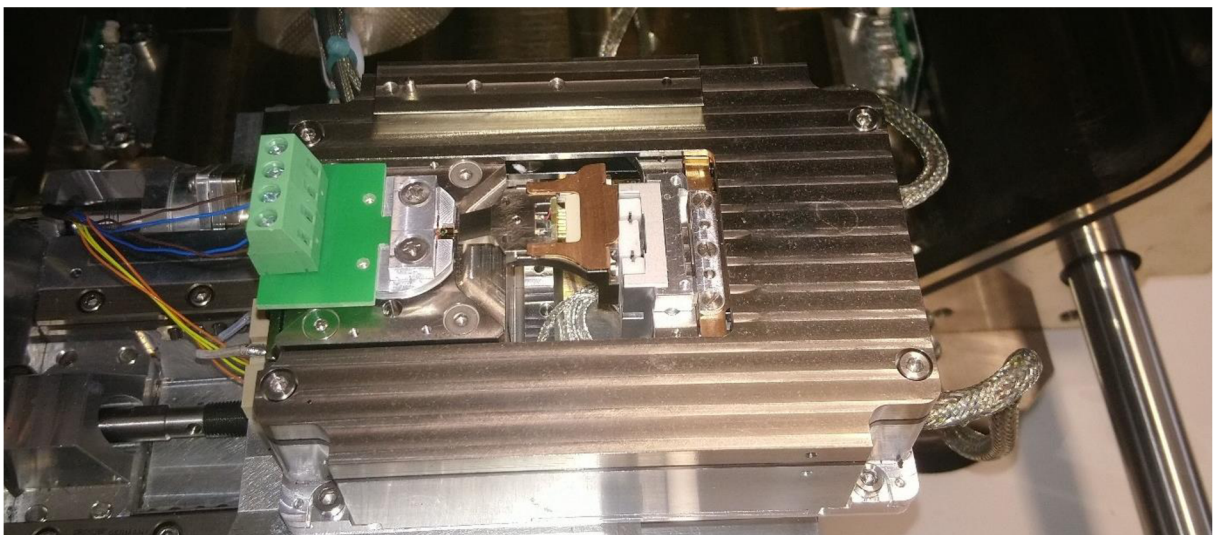
Obrázek 32: Model stubu pro nový držák.



Obrázek 33: Rozstřel sestavy nového držáku.



Obrázek 34: Nový držák ve Versa SEM. Nejsou použity šrouby pro přišroubování PCB ke stubu.

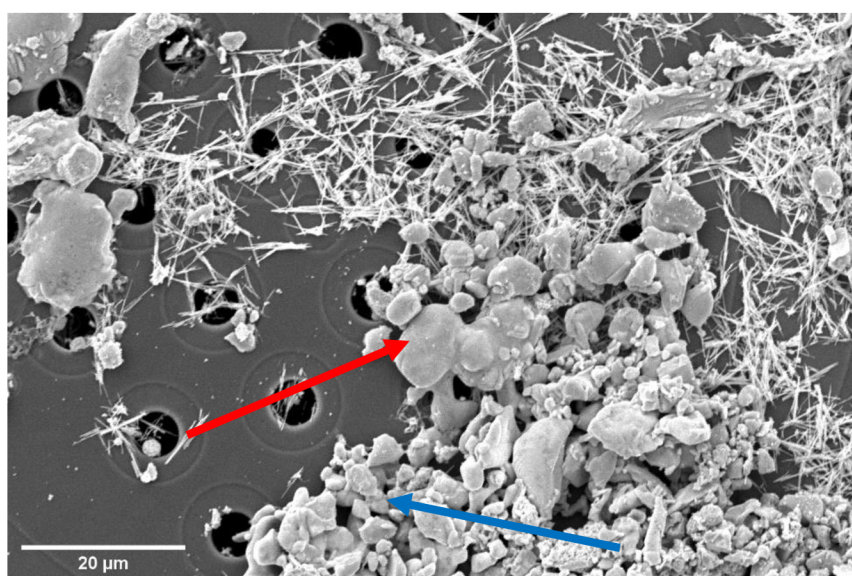


Obrázek 35: Nový držák nainstalovaný v LiteScope umístěném ve Versa SEM. Nejsou použity šrouby pro přišroubování PCB ke stubu.

3.3 Kalibrace

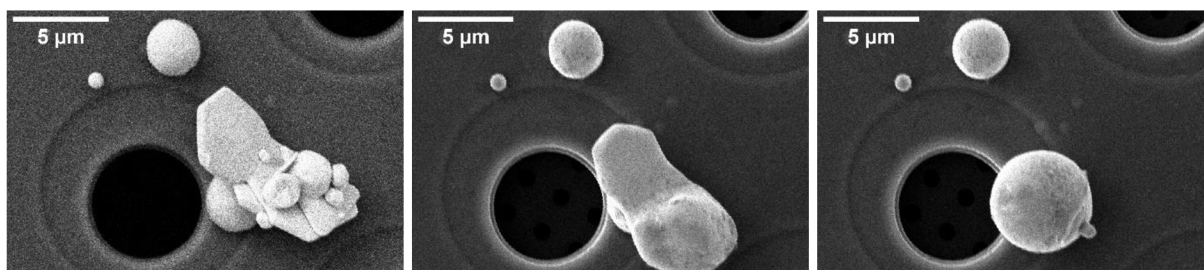
Abych ověřil správnost odečítané teploty, ohříval jsem dvě látky na teploty, při kterých vykazují změnu pozorovatelnou v SEM. Šlo o kalibrační pastu složenou z částic s ostrými okraji, u kterých při překročení teploty 621 °C dojde k zaoblení hran a o částice zlata, které tají při teplotě 1061 °C.

Při prvním měření s pastou došlo k morfologické přeměně (viz Obrázek 36) některých částic při zvýšení teploty z 586 °C na 618 °C (jde o nejmenší možný teplotní krok daný rozlišením zdroje proudu 0,1 mA). Přeměnou však prošly částice pouze na jedné části μ Heateru. To odpovídá tvrzení z článku [12] uvedenému v části 1.4, podle kterého teplota není stejná na celé ohřívané ploše, ale existuje na ní teplotní gradient několika stupňů Celsia. Při druhém měření se všechny částice zaoblily při změně teploty z 588 °C na 623 °C. Měřená teplota tedy není při teplotě okolo 600 °C významně nižší než skutečná.



Obrázek 36: Kalibrační pasta za teploty 618 °C podle čtyřbodového měření. Částice uprostřed spirály (červená šipka) prošly morfologickou přeměnou, částice na okraji (modrá šipka) nikoliv.

Při měření se zlatem došlo k roztavení sledovaného shluku částic při ohřevu z 1061 °C na 1130 °C. Měřená teplota tedy okolo 1100 °C není významně vyšší než skutečná. Proces tání zlata je ukázán na Obrázku 37.



Obrázek 37: Zlato za nízké teploty (vlevo) a za teplot 1061 °C (uprostřed) a 1130 °C (vpravo) podle čtyřbodového měření.

Závěr

Předložená práce se zabývá implementací ohřevu vzorků pomocí mikroelektromechanického čipu μ Heater do mikroskopu atomárních sil LiteScope. Prvním cílem práce bylo zprovoznění prototypového zapojení μ Heateru. S tímto zapojením jsem provedl několik pokusů demonstrujících možnosti celé koncepce. Kromě jednoduchých experimentů, jako bylo měření topografie topné spirály pokryté zlatými částicemi, jsem provedl i náročnější měření mikroskopie magnetických sil na bloku oceli. Měření topografie ohřívaného vzorku prokázalo, že je možné dojít touto metodou k použitelným výsledkům a pozorovat zajímavé jevy jako přeměny oceli. Zařízení tedy může mít využití v materiálových vědách. Měření mikroskopie magnetických sil se ukázalo být složitější, neboť bylo nutné jej provádět na hladkých površích. U drsných povrchů docházelo k fenoménu *cross-talk*, při kterém změna vzdálenosti sondy od povrchu způsobila vliv jiných než magnetických sil na výsledek experimentu.

V rámci práce jsem také navrhl nové zapojení určené přímo pro LiteScope využívající desku plošných spojů a upravený stub (držák vzorků). Celé zařízení je kompatibilní s elektronovým mikroskopem. Jeho funkčnost jsem demonstroval praktickou realizací měření mikroskopie magnetických sil na bloku železa.

Zkonstruované zařízení má potenciál dalšího využití například na poli pokročilých technik rastrovací sondové mikroskopie. Na čipu je možné chemickou depozicí z plynné fáze vytvářet vrstvy zajímavých materiálů (např. grafenu) a okamžitě měřit jejich vlastnosti mikroskopem LiteScope. Není tedy nutné přenášet vzorky mezi zařízeními a vystavovat je atmosféře. Díky existenci LiteScope vybaveného otočným držákem vzorků je také možné vzorek v jednom elektronovém mikroskopu vyrobit fokusovaným iontovým svazkem a okamžitě ho začít zkoumat v LiteScope za zvýšené teploty.

Použité informační zdroje

- [1] HÖLSCHER, Hendrik. *Encyclopedia of Nanotechnology: AFM, Tapping Mode*. 2012 Edition. Dordrecht: Springer, 2012. Dostupné z: doi.org/10.1007/978-90-481-9751-4_33
- [2] LiteScope 2.0: AFM designed for integration into SEM. *NenoVision* [online]. Brno [cit. 2021-12-18]. Dostupné z: www.nenovision.com/runtime/cache/brochure-litescope-e67f47ddaa313a05fc2e74bd2e587c08.pdf
- [3] LiteScope. *NenoVision* [online]. Brno [cit. 2021-12-18]. Dostupné z: www.nenovision.com/runtime/cache/product/litescope2-render-1e711463f9e4ac056a61667d65f25d23.png
- [4] AFM-in-SEM LiteScope™: Measurement modes. *NenoVision* [online]. Brno [cit. 2021-12-18]. Dostupné z: www.nenovision.com/runtime/cache/measurement-modes-litescope-36e6bc48e6921b7631dfb730c3b3ba1c.pdf
- [5] Bruker Nano Surfaces. Fundamentals of Contact Mode and TappingMode Atomic Force Microscopy. *AZoNano* [online]. Manchester, Figure 6 [cit. 2021-12-18]. Dostupné z: www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3010
- [6] Magnetic Force Microscopy (MFM): Mode Notes. *Park Systems* [online]. Suwon, Korea: Research Application Technology Center [cit. 2021-12-20]. Dostupné z: https://www.parksystems.com/images/spmmodes/standard/ModeNote_MFM_Park_Systems.pdf
- [7] CAO, Yongze, Yue ZHAO, Pawan KUMAR, Satoru YOSHIMURA a Hitoshi SAITO. Magnetic domain imaging of a very rough fractured surface of Sr ferrite magnet without topographic crosstalk by alternating magnetic force microscopy with a sensitive FeCo-GdO_x superparamagnetic tip. *Journal of Applied Physics*. 2018, **123**(22), 1. Dostupné z: [doi:10.1063/1.5017104](https://doi.org/10.1063/1.5017104)
- [8] GOLDSTEIN, Joseph, Dale NEWBURY, David JOY, Charles LYMAN, Patrik ECHLIN, Eric LIFSHIN, Linda SAWYER a Joseph MICHAEL. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. THIRD EDITION. New York: Springer Science + Business Media, 2003, 75 – 77, 88 – 89, 92 – 93. ISBN 978-1-4615-0215-9.
- [9] RIGORT, Alexander a Jürgen M. PLITZKO. Cryo-focused-ion-beam applications in structural biology. *Archives of Biochemistry and Biophysics*. 2015, 1 September 2015, **518**, 122 – 130 [cit. 2021-12-22]. ISSN 0003-9861. Dostupné z: [doi:10.1016/j.abb.2015.02.009](https://doi.org/10.1016/j.abb.2015.02.009)
- [10] Scientific Overviews: Why using a GIS? *Orsay Physics: Tescan Orsay Holding* [online]. Fuveau [cit. 2021-12-28]. Dostupné z: <https://www.orsayphysics.com/what-is-gis#>
- [11] μ Heater: DATASHEET. *ThermoFisher* [online]. 2017 [cit. 2022-01-25]. Dostupné z: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Datasheets/MicroHeater-Datasheet.pdf>
- [12] MELE, Luigi, Stan KONINGS, Pleun DONA, Francis EVERTZ, Christoph MITTERBAUER, Pybe FABER, Ruud SCHAMPERS a Joerg R. JINSCHKE. A

MEMS-based heating holder for the direct imaging of simultaneous in-situ heating and biasing experiments in scanning/transmission electron microscopes. *Microscopy Research and Technique*. 2016, **79**(4), 239 – 250. Dostupné z: doi:10.1002/jemt.22623

- [13] VIJAYAN, Sriram, Benjamin A. BEDARD, Matthew A. GLEASON, Hannah R. LEONARD, Danielle L. COTE a Mark AINDOW. Studies of thermally activated processes in gas-atomized Al alloy powders: in situ STEM heating experiments on FIB-cut cross sections. *Journal of Materials Science*. 2019, **54**(13), 9921-9932. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-019-03562-0
- [14] PACAL, Bohumil a Pavel DOLEŽAL. *Struktura a vlastnosti slitin metastabilní soustavy železo - karbid železa (Fe-Fe₃C)* [online]. Brno [cit. 2022-02-24]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/svms/index.htm>.
- [15] PTÁČEK, Luděk a kol. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, 13 – 18, 83 – 85, 142. ISBN 80-7204-248-3.

Seznam použitých zkratek

AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i> Mikroskopie atomárních sil
BSE	<i>Backscattered Electrons</i> Zpětně odražené elektrony
CPEM	<i>Correlative Probe and Electron Microscopy</i> Korelativní sondová a elektronová mikroskopie
EBID	<i>Electron Beam Induced Deposition</i> Depozice indukovaná elektronovým paprskem
FIB	<i>Focused Ion Beam</i> Fokusovaný iontový svazek
GIS	<i>Gas Injection System</i> Systém vstříkování plynů
IBID	<i>Ion Beam Induced Deposition</i> Depozice indukovaná iontovým paprskem
MEMS	<i>Micro-Electro-Mechanical System</i> Mikroelektromechanický systém
MFM	<i>Magnetic Force Microscopy</i> Mikroskopie magnetických sil
PCB	<i>Printed Circuit Board</i> Deska plošných spojů
PFIB	<i>Plasma FIB</i> Plasmový FIB
SE	<i>Secondary electrons</i> Sekundární elektrony
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i> Rastrovací elektronová mikroskopie
SPM	<i>Scanning Probe Microscopy</i> Rastrovací sondová mikroskopie
STEM	<i>Scanning Tunneling Electron Microscope</i> Rastrovací tunelovací elektronová mikroskopie
TEM	<i>Transmission electron microscopy</i> Transmisní elektronová mikroskopie

Seznam použitého software

NenoView

Gwyddion

ImageJ

circuit-diagram.org

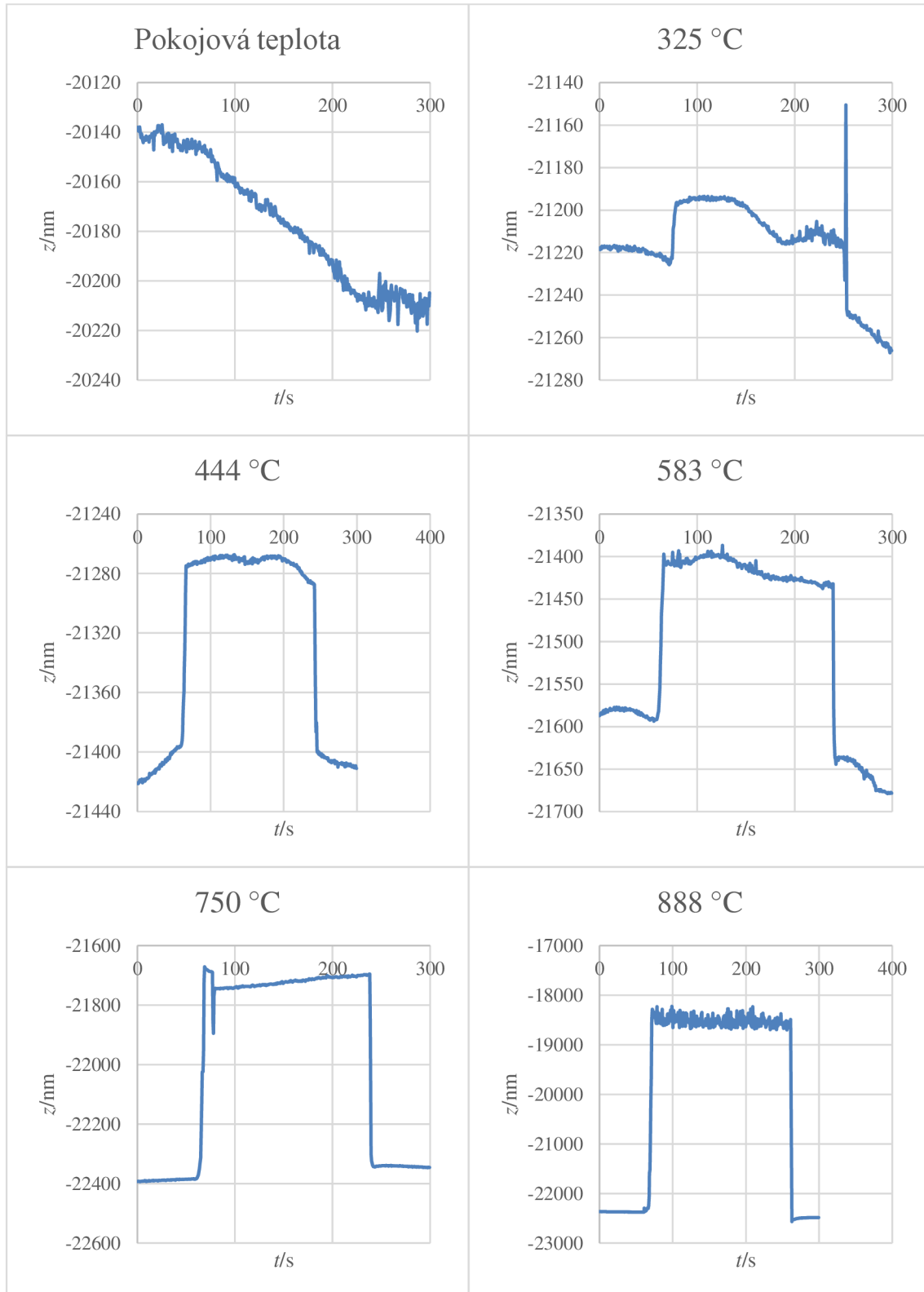
Autodesk Inventor 2021 (byla použita upravená šablona výkresu Ústavu konstruování FSI VUT)

Autodesk Eagle 9.6.2

Autodesk AutoCAD 2021

Příloha 1: Data z měření průhybu membrány

Následující grafy ukazují nezpracovaná data z měření polohy hrotu na membráně při ohřevu podle experimentu popsaneho v části 2.2. V záhlaví grafů jsou uvedeny teploty ohřevu.

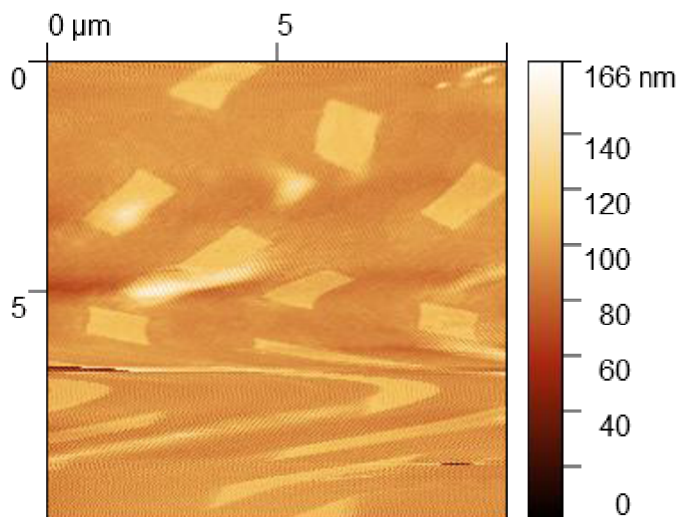


Příloha 2: Porovnání s objemovým ohřevem vzorku

Pro ohřev vzorku existuje i alternativní přístup, kterým je ohřev celé plochy určené pro jeho umístění. Výhodou je snadná příprava vzorku, neboť ohřívaná plocha má pro účely SPM téměř neomezenou plochu. Proti tomu střed topné spirály μ Heateru má průměr pouze 100 μm . Při použití objemového ohřevu je také snazší implementovat do jednoho zařízení i možnost chlazení.

Velkou nevýhodou je však ovlivnění teploty těla samotného mikroskopu. μ Heater zahřívá své okolí tepelným výkonem několika desítek mW, který je zanedbatelný proti jiné elektronice, kterou je mikroskop vybaven. Naproti tomu moduly objemového ohřevu velmi významně ovlivňují teplotu celého zařízení.

Změna teploty piezo skeneru pohybujícího vzorkem je u AFM mikroskopů závažným problémem. Způsobuje totiž jeho teplotní deformaci, která vede k pohybu vzorku, jenž není způsoben přivedením napětí na piezo (ovládací systém mikroskopu jej tedy není schopen určit) a zkresluje měření (viz Obrázek 38).

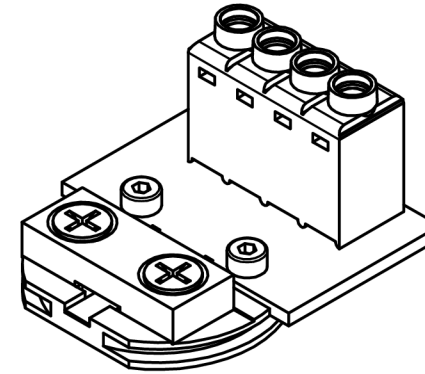
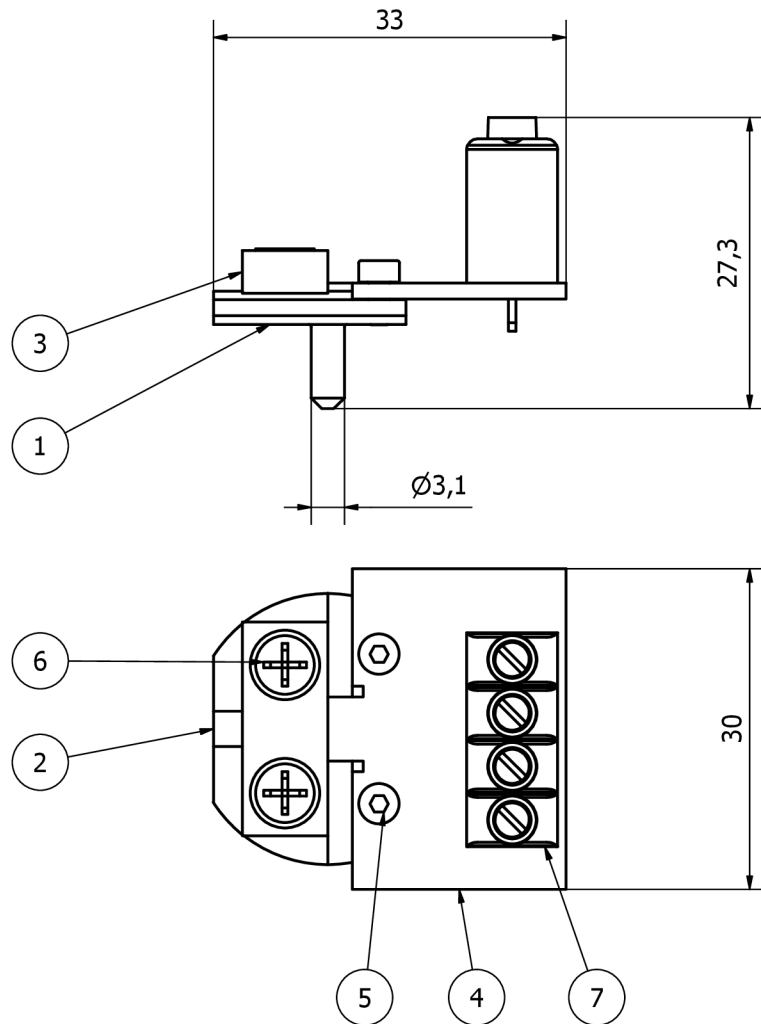


Obrázek 38: Měření referenčního vzorku se čtvercovými výstupky za měnící se teploty piezo skeneru.

Teplota vzorku při měření rostla od $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Teplota skeneru byla manuálně udržována v rozmezí $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (takto velký interval byl zvolen pro demonstrační účely, jemnější regulaci je možné jej zmenšit) výkonovým rezistorem. Jeho tepelná deformace závažně zkreslila výsledek.

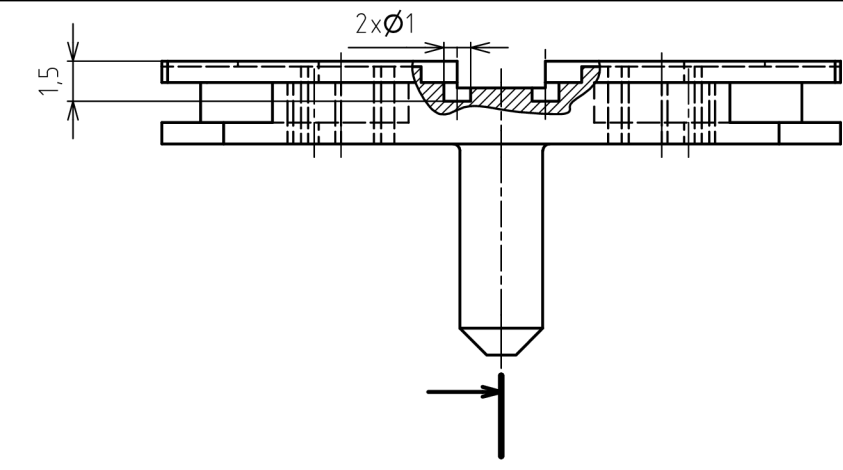
Snímek byl rastrován shora dolů.

Příloha 3: Výkresy

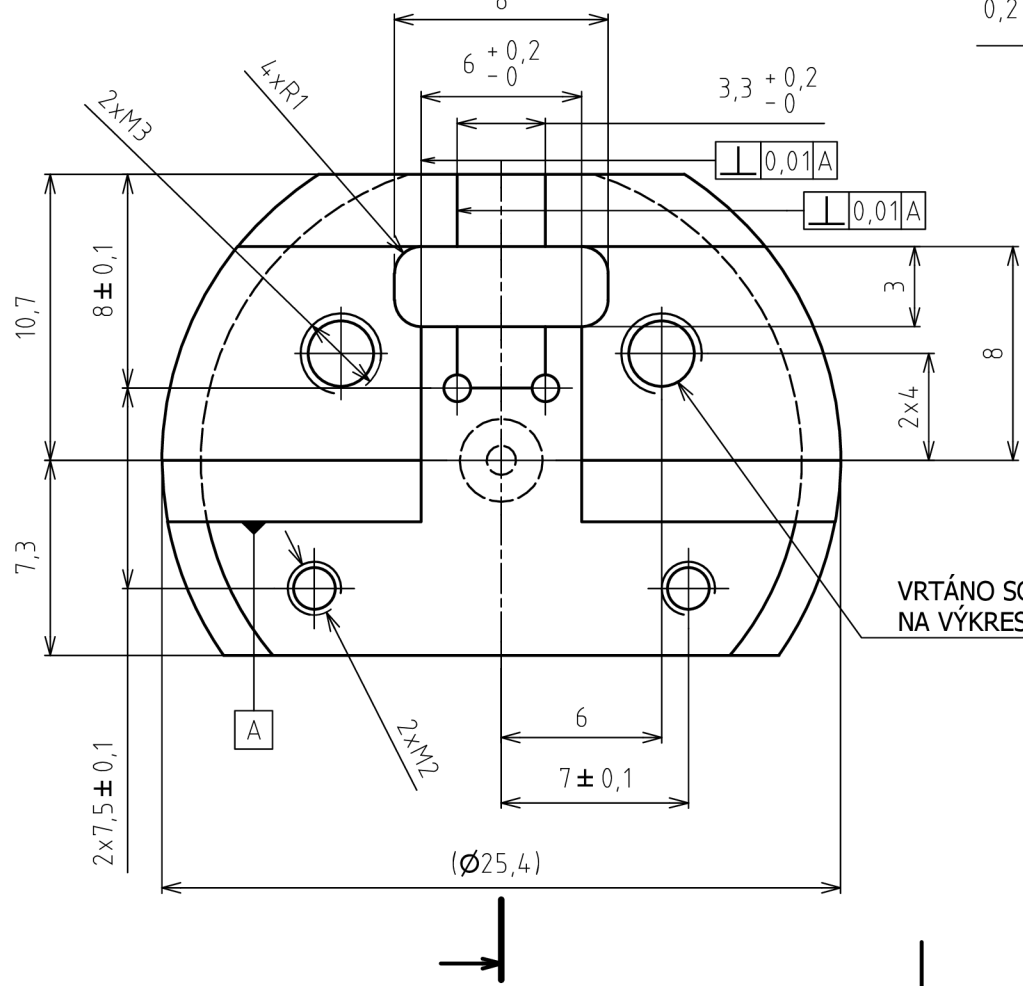
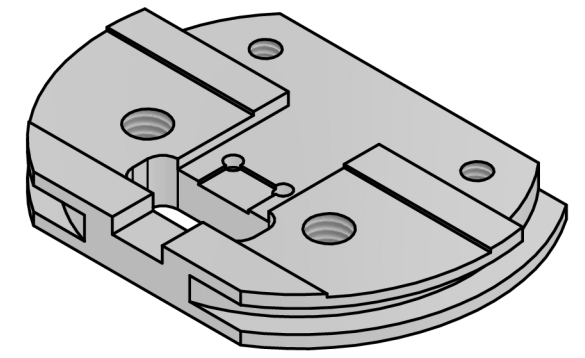
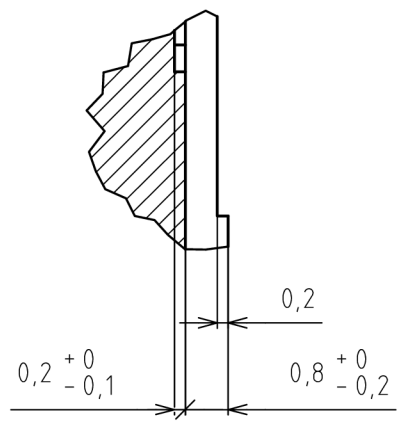


Číslo polož.	Název - označení	Polotovary	Hmot.	J	Množ.
7	SVORKOVNICE 4PÓLOVÁ 5 MM				1
6	ŠROUB SE ZÁPUŠT. HLAVOU M3 CSN EN ISO 7046-2 H M3x6				2
5	ŠROUB VNITŘNÍ ŠESTIHRAN M2 DIN EN ISO 4762 M2 x 4				2
4	PCB				1
3	HRANOL BP_216918_2	PL010x8 - 22 AW-1050			1
2	uHeater				1
1	UPRAVENÝ STUB BP_216918_1	Large SEM Pin Stub			1
Číslo polož.	Název - označení	Polotovary	Hmot.	J	Množ.
	Výkres - norma	Materiál			

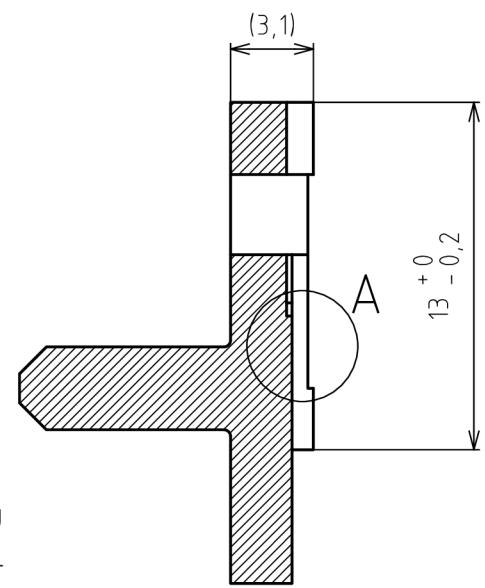
Drsnost povrchu	Hrany	Měřítko	Přesnost
		2 : 1	Promítání
			Sestava
Materiál	Polotovary	Hmotnost	Chráněno podle ISO 16016
	Druh dokumentu VÝKRES SESTAVENÍ	0,01 kg	
	Kreslil PATOČKA Marek	Název	Držák
	Schválil	Číslo dokumentu	BP_216918
	Datum vydání 05.05.2022		



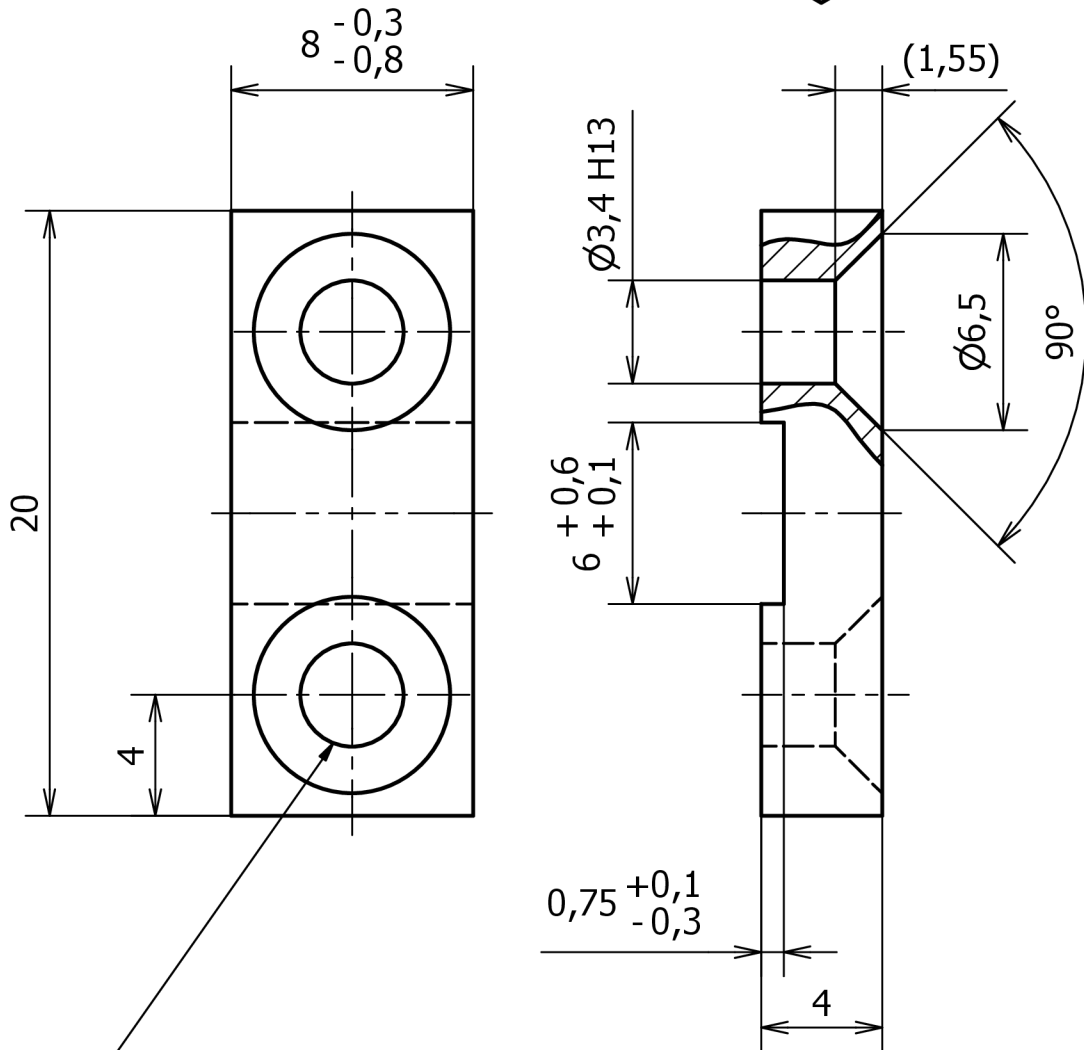
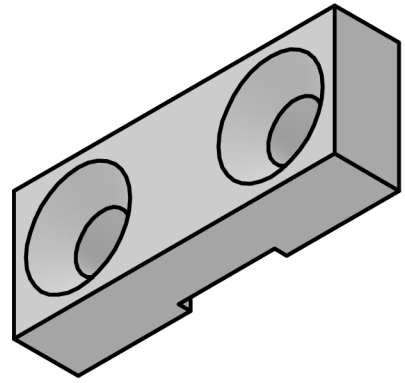
A (10 : 1)



VRTÁNO SOUČASNĚ S DÍROU
NA VÝKRESU BP_216918_2



Drsnost povrchu $\sqrt{Ra\ 3,2}$	Hrany -0.2 +0.2	Měřítko 5 : 1	Přesnost ISO 2768-mK Promítání $\begin{matrix} \text{E} \\ \text{C} \end{matrix}$ Sestava
Materiál	Polotovary Large SEM Pin Stub	Hmotnost 0,96 g	Chráněno podle ISO 16016
Druh dokumentu	VÝKRES SOUČÁSTI	Název	UPRAVENÝ STUB
Kreslil	PATOČKA Marek	číslo dokumentu	
Schválil		BP_216918_1	
Datum vydání	08.04.2022		List 1/1



VRTÁNO SOUČASNĚ S DÍROU NA VÝKRESU BP_216918_1

Drsnost povrchu 		Hrany 		Měřítka 4 : 1		Přesnost ISO 2768-mK Promítání	
Materiál AW-1050		Polotovár PLO10x8 - 22		Hmotnost 0,00 kg		Chráněno podle ISO 16016	
Druh dokumentu VÝKRES SOUČÁSTI		Název <h1 style="text-align: center;">HRANOL</h1>					
Kreslil PATOČKA Marek							
Schválil							
Datum vydání 08.04.2022		Číslo dokumentu <h2 style="text-align: center;">BP_216918_2</h2>		List 1/1			