



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



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

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

DIZERTAČNÍ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. DALIBOR ŠULC

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. JIŘÍ SPOUSTA, Ph.D.

BRNO 2015

Abstrakt

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

Summary

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

Klíčová slova

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

Keywords

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

ŠULC, D. *Využití interferometrie ve VT UHV SPM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 88 s. Vedoucí doktorské disertační práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D. .

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. Dalibor Šulc

Na tomto místě bych rád poděkoval svému školiteli prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D. a řediteli ÚFI prof. RNDr. Tomáši Šikolovi, CSc. za odborné vedení, četné náměty a rady během mého doktorského studia.

Dále bych rád poděkoval kolegům z ÚFI, kteří se na vývoji rastrovacích sondových mikroskopů podíleli: Ing. Pavlu Wertheimerovi, Ing. Michalu Paverovi, Ing. Zdeňku Nováčkovi, Ph.D. a Ing. Janu Neumanovi, Ph.D.

Za připomínky a korektury této práce bych také rád poděkoval Ing. Davidu Škodovi, Ph.D. a RNDr. Libuši Dittrichové, Dr.

Velký dík patří i mým rodičům za jejich trvalou podporu.

Ing. Dalibor Šulc

Obsah

Úvod	3
1 Rastrovací sondová mikroskopie	5
1.1 Režimy zpětné vazby	6
1.1.1 Režim konstantní výšky	6
1.1.2 Režim konstantní interakce	6
1.1.3 Kombinovaný režim	7
1.2 Rastrovací tunelová mikroskopie	8
1.3 Mikroskopie atomárních sil	8
1.3.1 Silová spektroskopie	11
1.3.2 Kontaktní režim AFM	11
1.3.3 Bezkontaktní režim AFM	12
1.3.4 Poklepový režim AFM	13
1.3.5 Speciální režimy AFM	13
1.3.6 Vícepřechodové metody	13
2 Metody detekce výchylky raménka	15
2.1 Autodetekční systémy	15
2.1.1 Sondy z křemenných ladiček	15
2.1.2 Piezorezistivní měření	16
2.1.3 Piezoelektrické měření	16
2.2 Další detekční systémy	16
2.2.1 Měření pomocí odrazu laserového svazku	16
2.2.2 Měření tunelového proudu	17
2.2.3 Kapacitní měření	17
2.2.4 Interferometrické měření	17
3 Rastrovací sondový mikroskop	19
3.1 Řídicí elektronika	19
3.1.1 Stabilizovaný zdroj napětí	19
3.1.2 Ovládací jednotka skeneru	20
3.1.3 Řídicí jednotka	21
3.1.4 Předzesilovače pro měření interakce	22
3.1.5 Oscilační jednotka	23
3.2 Ovládací software	24
3.3 Hardware mikroskopu	24
3.3.1 Skener	25
3.3.2 Systém pro makroposuv	28
3.3.3 Přiblížení hrotu ke vzorku	28
3.3.4 Tlumení vibrací	29

OBSAH

4	Vývoj a výroba ovládací elektroniky pro systém UHV SPM VUT	31
4.1	Stabilizovaný zdroj napětí	32
4.2	Vysokonapěťový zesilovač pro skener	33
4.3	Zesilovač pro zpracování signálu z PSD	36
4.4	Řídicí jednotka a ovládací software	38
4.5	Měření a výsledky	42
5	Implementace interferometrického odměřování v systému Nanostencil	45
5.1	Mikroskop atomárních sil systému Nanostencil	47
5.2	Příprava a kompletace držáku sondy	47
5.3	Řídicí elektronika	50
5.4	Ovládací software	52
5.5	Měření a výsledky	53
6	Využití interferometrie v UHV SPM	57
6.1	Interferometry	57
6.1.1	Interference	58
6.1.2	Interferometrie	59
6.1.3	Základní typy interferometrů	61
6.2	Vláknové interferometry	63
6.2.1	Dostupné komerční systémy	63
6.3	Návrh a výroba vláknového interferometru	66
6.3.1	Zdroj světla	67
6.3.2	Optická část interferometru	68
6.3.3	Elektronická část interferometru	71
6.3.4	Zpracování získaných dat	72
6.4	Využití interferometru v SPM	73
6.4.1	Kalibrace piezokeramických prvků	73
6.4.2	Měření rozlišení interferometru a výchylky raménka AFM	75
	Závěr	81
	Seznam použitých zkratk a symbolů	87

Úvod

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

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

Rastrovací mikroskopy atomárních sil dokáží zobrazovat strukturu povrchu s rozlišením jednotlivých atomů. Rozlišení mikroskopu je určeno například prostředím, ve kterém zařízení operuje. V prostředí ultravysokého vakua ($< 10^{-7}$ Pa) v kombinaci s velmi nízkými teplotami (< 5 K) jsou dosahované výsledky obecně nejlepší. Za těchto podmínek mají snímky nejvyšší rozlišení a je možné opakovaně pořídit prakticky totožný snímek. Nicméně prostředí není jediný faktor, který přímo určuje rozlišení a kvalitu výsledku. Kromě konstrukce a konstrukčního uspořádání jednotlivých komponent je třeba také uvážit klíčovou úlohu elektronických obvodů, které zpracovávají měřené elektrické signály nebo obvody, které řídí rastrování nebo zpětnou vazbu.

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

První kapitola této práce je věnována obecnému popisu rastrovací sondové mikroskopie, jejím možnostem a omezením. Jsou zde popsány nejpoužívanější metody SPM, vysvětlen důvod použití a princip funkce zpětné vazby a uvedeny typy sond.

V druhé kapitole jsou popsány možnosti snímání výchylky raménka s měřicím hrotem. Jsou zde diskutovány jejich výhody, nevýhody a vhodnost použití pro určité konkrétní situace.

Volně navazující třetí kapitola obecně popisuje rastrovací sondový mikroskop jako modulární zařízení, skládající se z ovládacího softwaru, řídicí elektroniky a hardware mikroskopu. Modularita je pro vývoj rastrovacích mikroskopů výhodná, protože komponenty mohou být napříč různými typy mikroskopů sdíleny. Například piezokeramický trubkový skener vyžaduje stále stejnou ovládací jednotku, ať už je umístěn v ultravysokém vakuu, v nízkých teplotách či v laboratoři na stole. V závěru této části je pak popsán proces bezpečného přiblížení sond k povrchu vzorku.

Čtvrtá kapitola popisuje implementaci modulárního řešení obecně popsaného v předchozí části. Byla úspěšně nahrazena řídicí elektronika a ovládací software u již fungujícího

ÚVOD

mikroskopu. Detailně se věnuje vývoji vysokonapěťového zesilovače pro ovládání piezokeramického skeneru, zesilovače signálu prohnutí raménka sondy a zdroje stabilizovaného napětí. V této kapitole je také představen *open-source* projekt *GXSM*, který byl zaveden postupně pro všechny rastrovací sondové mikroskopy vyrobené na ÚFI FSI. V závěru je pak popsán použitý řídicí software a vývoj jeho doplňků, nezbytných pro provoz mikroskopu.

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

Pátá kapitola pojednává o práci autora v Centru funkčních materiálů v Národní laboratoři v Brookhaven¹, kde pracoval na implementaci komerčně dostupného interferometru do AFM v systému *Nanostencil*. Zde bylo potřeba vyřešit způsob kompletace držáku hrotu tak, aby optické vlákno z interferometru bylo přivedeno ke konci raménka a bylo schopno měřit jeho výchylku.

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

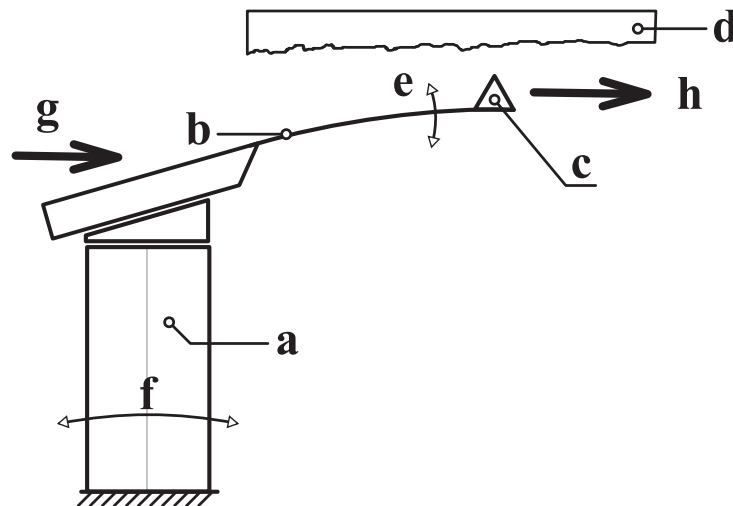
¹Center of Functional Nanomaterials, Brookhaven National Laboratory, Upton, New York.

1. Rastrovací sondová mikroskopie

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

Tím, že se pohybujeme v blízkém poli, není rozlišení striktně fyzikálně omezeno, jako například u optických mikroskopů, ale je limitováno spíše mechanickou stabilitou, kvalitou sondy a mírou elektrického šumu v měřeném signálu.

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



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

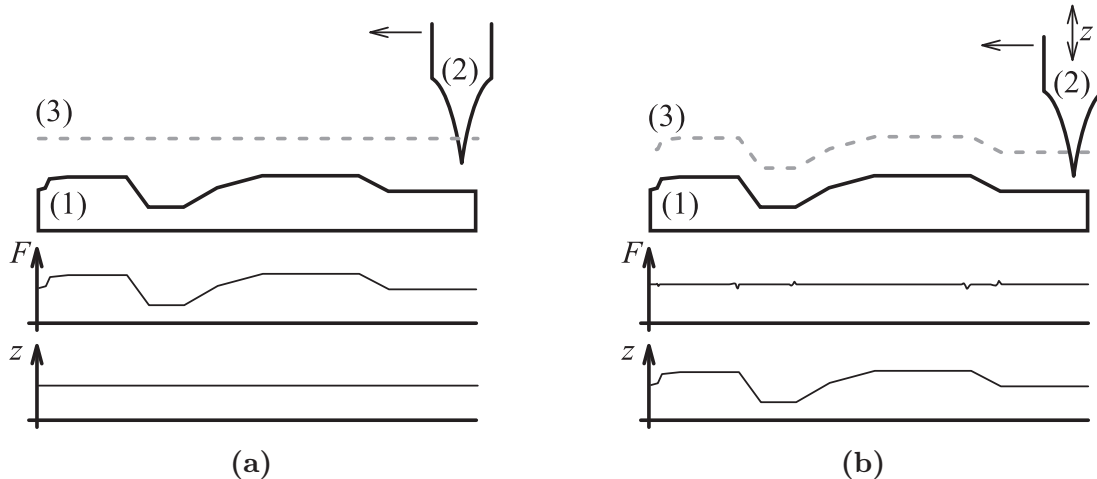
Typů rastrovacích sondových mikroskopů a režimů, ve kterých mohou pracovat, existuje mnoho. Všechny však můžeme popsat jedním obecným schematem, které je uvedeno na obrázku 1.1. Hrot (c) na raménku (b) se pohybuje v těsné blízkosti vzorku (d) pomocí skeneru (a). Hrot, pohybující se po nerovném povrchu,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

Ne všechny popsané součásti jsou při všech metodách a režimech použity. Jednotlivé typy sondových mikroskopů budou popsány detailněji dále.

1.1. REŽIMY ZPĚTNÉ VAZBY

1.1. Režimy zpětné vazby

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



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

1.1.1. Režim konstantní výšky

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

V případě měření topografie je nevýhodou tohoto režimu nutnost převádět velikost měřeného signálu na vzdálenost sondy od povrchu. Tato kalibrace není zcela přesná a může být i velmi problematická, například kvůli nelinearitě závislosti vzdálenosti na získávaném signálu.

Další nevýhodou je zvýšené riziko zničení hrotu. Pokud se při snímání dostane sonda do kontaktu s překážkou vyšší než je vzdálenost hrotu od vzorku, dojde pravděpodobně k poškození hrotu.

1.1.2. Režim konstantní interakce

U každé metody SPM představuje pojem *interakce* jinou fyzikální veličinu. Může to být tunelový proud, síla (přitažlivá, odpudivá nebo například magnetická), vodivost, atd. Princip režimu je ukázán na obrázku 1.2b, kde je vidět, jak hrot (2) kopíruje topografii vzorku (1). Výsledkem je pak konstantní signál interakce (protože u většiny sondových mikroskopů jde o silovou interakci, je v obrázku 1.2b označen F) a trajektorie hrotu odpovídá topografii vzorku.

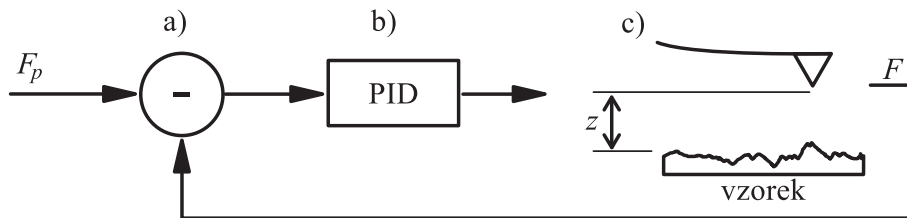
1. RASTROVACÍ SONDOVÁ MIKROSKOPIE

V režimu konstantní interakce je zapotřebí zpětnovazební řízení. V blokovém schématu (obrázek 1.3) je schématicky zakresleno zapojení zpětné vazby. Do systému vstupuje požadavek uživatele F_p , což představuje požadovanou velikost interakce (například přítlačnou sílu, tunelový proud, atd.). Tento signál je odečten (blok a) od aktuální hodnoty F a dále zpracován v regulátoru b). Regulátor se může skládat ze tří částí – proporční (P), integrační (I) a derivační (D).

Každý výrobce řídicí elektroniky implementuje regulátor jinak, nejčastěji se však využívá kombinace PI, tedy proporčně–integrační. Rychlost a chování zpětné vazby se pak nastavuje pomocí dvou konstant C_p, C_i , které vyjadřují míru zapojení jednotlivých částí regulátoru do regulace [11].

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

Do výsledného naměřeného záznamu se pak přenáší informace o aktuální pozici sondy (osa z), která přímo odpovídá topografii vzorku¹.



Obrázek 1.3: Schéma zapojení zpětné vazby. a) Výpočet regulační odchylky, b) regulátor, c) raménko s hrotem

Protože však zpětná vazba nemůže být nekonečně rychlá, nikdy nelze docílit naprosto konstantního signálu požadované interakce F_p . Tento signál je v ovládacím programu zobrazován pod názvem *error signal* a uživateli dává informaci o rychlosti zpětné vazby. Jelikož zpětná vazba nejhůře reaguje na prudké změny, jsou v *error signalu* vždy zvýrazněné především ostré hrany vzorku. To může být výhodné například pro přesnější odměření laterálních vzdáleností. Tento jev je zobrazen v obrázku 1.2b v signálu F , který by jinak měl mít konstantní průběh.

1.1.3. Kombinovaný režim

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

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

¹Pro jednoduchost neuvažujeme vzorky složené z více druhů materiálů, magnetické, atd. Jejich princip bude vysvětlen dále.

1.2. Rastrovací tunelová mikroskopie

Rastrovací tunelová mikroskopie (Scanning Tunneling Microscopy – STM) je nejstarší technika ze skupiny sondových rastrovacích mikroskopů [9]. Využívá proudu elektronů procházejícího nevodivou mezerou mezi hrotem a vzorkem, tzv. tunelového proudu. Z toho plyne největší omezení této metody – vzorek musí být vodivý a spolu s hrotem musí tvořit uzavřený elektrický obvod. Velikost tohoto proudu lze aproximovat vztahem

$$I = UA(U)e^{\left[-2s\sqrt{\frac{2m\phi}{\hbar^2}}\right]}, \quad (1.1)$$

kde U je napětí mezi hrotem a vzorkem, s je vzdálenost elektrod, ϕ je střední výška tunelové bariéry, m je hmotnost elektronu, $A(U)$ je závislost tunelového proudu na napětí (je dána elektronovou strukturou hrotu a vzorku), $\hbar = h/2\pi$, kde h je Planckova konstanta (převzato z [12]). Obvykle se používají hodnoty napětí do 1 V a procházející proud je pak v řádech jednotek nanoampér.

Kvalita hrotu přímo určuje rozlišení, jak bylo zmíněno v úvodu této kapitoly. Jestliže má mikroskop rozlišit na povrchu vzorku jednotlivé atomy, je nutné, aby byl hrot schopen změřit interakci mezi každým jednotlivým atomem povrchu s hrotem. Z toho plyne, že poloměr křivosti musí být co nejmenší (tj. hrot co nejostřejší). V ideálním případě by jeho špička měla představovat jediný atom. Splnit tuto podmínku je však složité. Ze vztahu 1.1 vyplývá, že tunelový proud má na vzdálenosti exponenciální závislost, takže uvedená podmínka není zcela nutná. Postačí hrot s makroskopickým zaoblením, na kterém je jeden atom vyčnívající. Díky exponenciální závislosti pak teče většina elektronů přes tento atom a měříme interakci tohoto atomu s atomem vzorku.

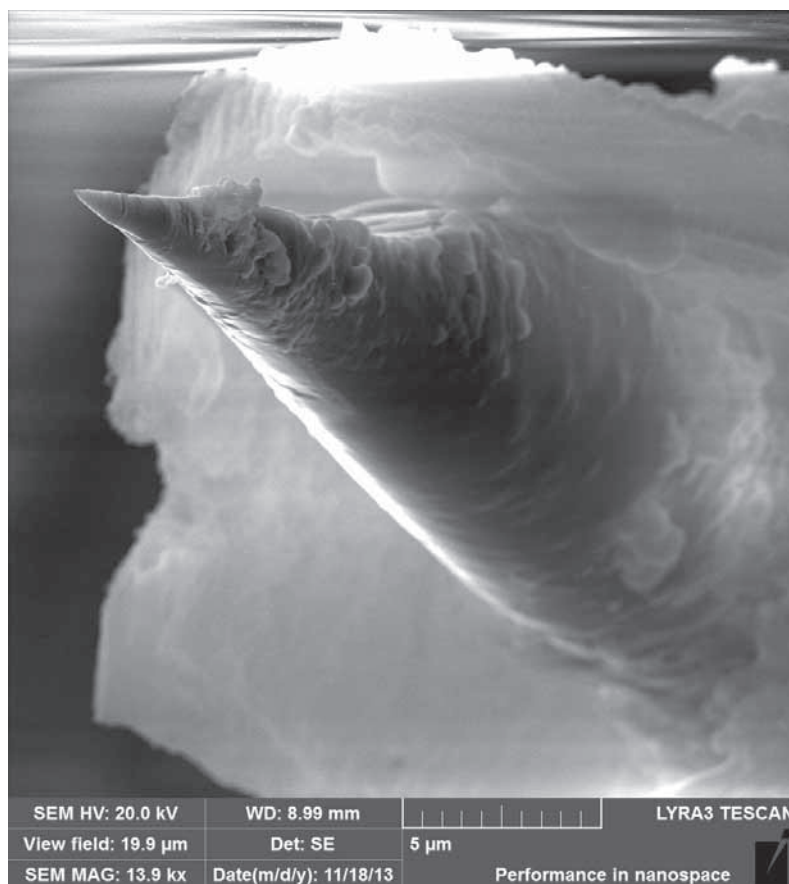
Do obecného schématu SPM 1.1 zapadá rastrovací tunelová mikroskopie tak, že excitační signál (g) představuje napětí na vzorku a měřený tunelový proud pak detekci (h). Protože sondy STM nevyužívají raménko (e), je pro tento případ ve schématu nadbytečné. Nicméně je možné pomocí vodivého hrotu na raménku měřit pomocí tunelového proudu.

Hroty se vyrábí převážně dvěma metodami – první z nich je mechanické stříhání. Drát z vhodného kovu (typicky slitina platiny a iridia nebo wolfram) se běžnými štípacími kleštěmi ustříhne tak, aby vznikla špička. Druhá z metod je elektrochemické leptání. Drát se v ponoří do vhodného roztoku tak, aby odleptávání probíhalo u hladiny. Po odleptání drátu zůstane na konci ostrá špička. Obě metody lze kombinovat s dalšími metodami doostření, například pomocí fokusovaného iontového svazku (Focused Ion Beam – FIB). Výsledkem pak může být hrot jako na obrázku 1.4 pořízeném rastrovacím elektronovým mikroskopem.

1.3. Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscopy – AFM) byla poprvé uvedena v roce 1986 [1] a od té doby se stala nejrozšířenější metodou sondových mikroskopů. Výhodou této metody oproti STM je odstranění omezení na vodivé hroty a povrchy.

Metoda využívá k měření existenci působících atomárních sil mezi sondou a povrchem vzorku. Existují dvě základní působící síly – přitažlivé a odpudivé. Přitažlivé jsou nejčastěji síly van der Waalsovy a odpudivé vycházejí z Pauliho vylučovacího principu.



Obrázek 1.4: Hrot rastrovacího tunelového mikroskopu. Měřeno rastrovacím elektronovým mikroskopem Lyra3 (firmy Tescan). Autor: Ing. Tomáš Šamořil

Van der Waalsovy síly působí nejsilněji ve větších vzdálenostech od povrchu, kde se naopak odpudivé síly téměř neuplatňují. Odpudivé síly se nejvíce projevují v těsné blízkosti povrchu vzorku. Působící atomární síly se nejčastěji aproximují pomocí Lennard–Jonesova potenciálu [13], který kombinuje jak přitažlivé, tak odpudivé síly:

$$w(r) = 4w_0 \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right], \quad (1.2)$$

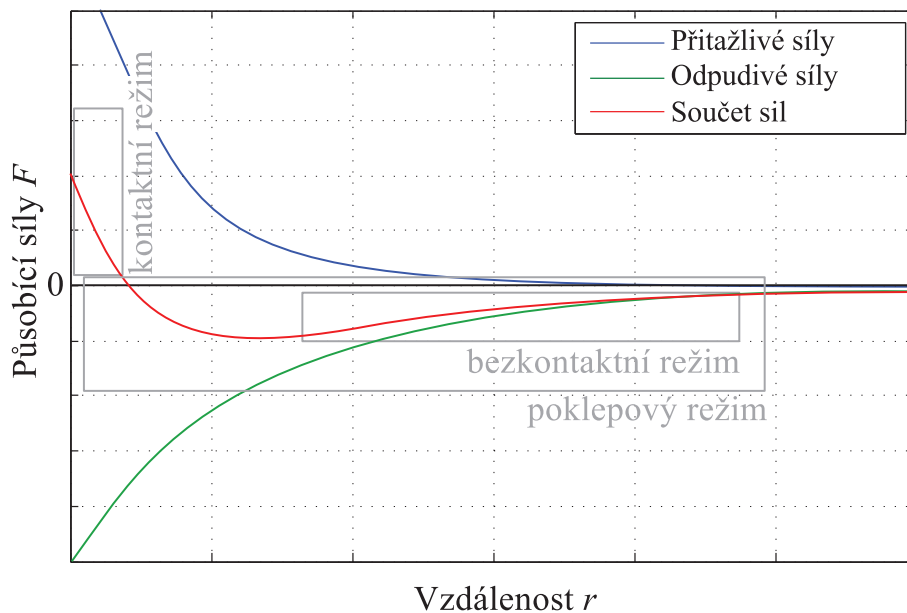
kde r je vzdálenost mezi atomy povrchu a hrotu, w_0 je nejmenší hodnota potenciální energie soustavy a σ je rovnovážná poloha mezi dvěma atomy.

Zápornou derivací potenciálu (vztah 1.2) podle vzdálenosti získáme závislost působící síly na vzdálenosti:

$$F = -\frac{dw}{dr} = 24w_0 \left(\frac{2\sigma^{12}}{r^{13}} - \frac{\sigma^6}{r^7} \right), \quad (1.3)$$

Průběh sil je znázorněn v grafu na obrázku 1.5. Jednotlivé režimy znázorněné v obrázku budou popsány v dalších kapitolách. Na hrot působí samozřejmě ještě další síly. Nejvýznamější z nich jsou například síly kapilární nebo elektrostatické.

1.3. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



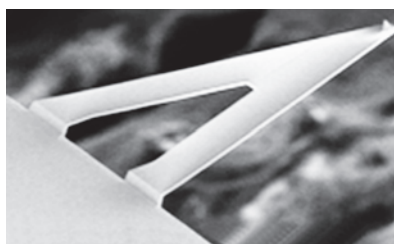
Obrázek 1.5: Závislost síly F na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku r

Velmi důležitou součástí AFM je detektor síly působící mezi hrotem a vzorkem. Ve schématu na obrázku 1.1 jej představuje hrot c) na pružném raménku e). Jak již bylo zmíněno, AFM měří přitažlivé a odpudivé síly mezi atomy. Velikost těchto sil je řádově v jednotkách nanonewtonů, proto musí mít raménko vhodnou tuhost. Dalším důležitým parametrem je rezonanční frekvence raménka. Nesmí kolidovat s frekvencí, která je v raménku vybudena pohybem hrotu po povrchu vzorku. Proto se rezonanční frekvence ramének obvykle pohybuje v řádu stovek kilohertz.

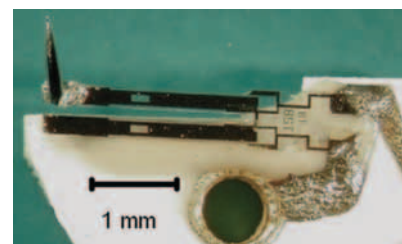
Další požadavek je kladen na geometrii raménka. Kromě toho, že ovlivňuje rezonanční frekvenci, ovlivňuje také tuhost raménka v laterálním směru. Požadovaná míra tuhosti se liší podle použité metody. Používají se dva tvarové typy ramének – ve tvaru písmene „I“ a „V“ (obrázky 1.6a a 1.6b).



(a) Raménko tvaru písmene „I“



(b) Raménko tvaru písmene „V“



(c) Raménko z křemenné laďičky

Obrázek 1.6: Typické tvary ramének. Délka ramének (a) a (b) je $100\ \mu\text{m}$, raménka (c) 2, 3 mm. Převzato z katalogu <http://www.brukerafmprobes.com/> a z [14]

1. RASTROVACÍ SONDOVÁ MIKROSKOPIE

Raménka s hrotem se vyrábí leptáním a mikroobráběním z křemíkových desek s případnou další povrchovou úpravou, například pokovením pro vodivostní měření nebo pro lepší optickou odrazivost.

Rozšířené jsou také detektory sil mezi hrotem a vzorkem z křemenného rezonátoru (quarz tuning fork), které slouží jako nepokoj v digitálních hodinkách. Nalepením hrotu na jedno z ramen ladičky vznikne detektor pro AFM. Typů těchto senzorů existuje několik druhů a liší se umístěním a orientací hrotu a místem uchycení ladičky k tělu mikroskopu. Jako příklad je na obrázku 1.6c senzor typu *qPlus*. Jeho velká tuhost je zvláště výhodná pro bezkontaktní měření. Více informací o těchto hrotech je dostupných v [14].

Další typy ramének se od zmíněných typů liší většinou jen úpravou pro daný systém měření výchytky. Detailněji budou rozdíly diskutovány v kapitole 2.

1.3.1. Silová spektroskopie

V případě, že bude snímáno prohnutí raménka, zatímco se bude hrot na raménku přibližovat k povrchu, po přepočtu získáme tzv. *silovou spektroskopii*. Snímání probíhá bez rastrování, tj. laterálního pohybu (v osách x a y), a bez zapnuté zpětné vazby. Raménko s hrotem se přiblíží k povrchu a oddálí nastavenou rychlostí o určitou vzdálenost. Získaná křivka může vypadat podobně jako na obrázku 1.7.

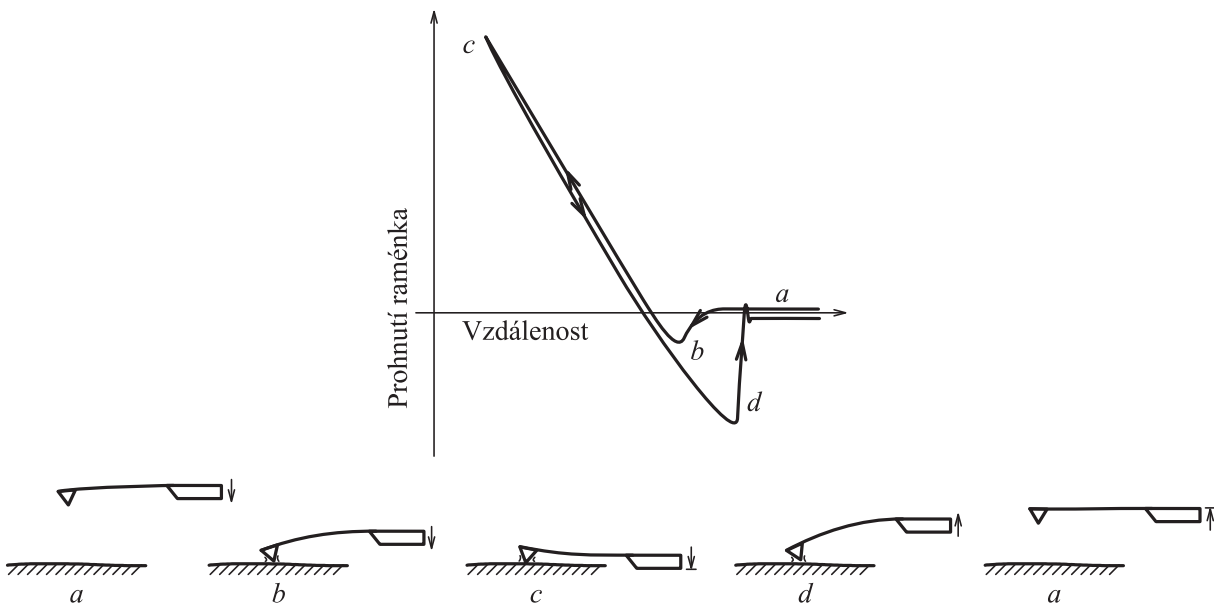
Ve velké vzdálenosti hrotu od povrchu jsou interakční síly téměř nulové. V obrázku 1.7 jde o část křivky *a*. Jakmile dojde k dostatečnému přiblížení, začnou se projevovat dalekodosahové přitažlivé síly a raménko se začne prohýbat směrem ke vzorku, tj. část *b*. Jakmile je hrot dostatečně blízko, začnou působit silněji krátkodosahové síly a v určitý okamžik hrot se skokem přiblíží k povrchu a raménko se výrazněji prohne *b*. Od tohoto bodu už se dále hrot pohybuje v odpudivých silách. Přibližování hrotu, resp. raménka dále pokračuje a to se začne prohýbat na opačnou stranu *c*. Pokud bychom překročili určitou mez, došlo by ke zlomení raménka. Máme-li ideálně tuhý hrot i vzorek, nedochází tedy k zarytí hrotu do povrchu, jde o lineární závislost *c*. Při oddalování je situace obdobná, jen k odskočení hrotu dojde později. Důvodem může být například tenká vrstva vody a její kapilární síly, které hrot přidrží. Proto tedy tato hystereze bude zřetelně menší v ultravysokém vakuu a s čistým vzorkem [15]. Po odtržení pak křivka pokračuje stejně jako v přibližovací fázi.

Při přepočtu prohnutí raménka na sílu musíme brát v úvahu, že jde o dynamické měření. Například při odtržení raménka od povrchu dojde k jeho zakmitnutí, které se pak po přepočtu na působící sílu projeví tak, že po odtržení působí na hrot i přitažlivá síla, což není pravda. Pokud bychom měření provedli velmi pomalu, toto zakmitnutí by v grafu patrně nebylo. Rychlost přiblížení a oddálení je tedy velmi podstatným parametrem, který může výrazně ovlivnit měření.

1.3.2. Kontaktní režim AFM

V případě, že se hrot nachází v oblasti odpudivých sil (obrázek 1.5), jde o *kontaktní režim*. V tomto režimu je hrot ve stálém kontaktu s povrchem vzorku. Tento fakt s sebou přináší výhodu stálé, nepřerušované interakce hrotu se vzorkem. Nevýhodou je pak působení laterálních (tečných k povrchu vzorku) sil, které způsobí, že se raménko torzně kroutí a

1.3. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



Obrázek 1.7: Závislost prohnutí raménka na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku

může zkreslovat měřený signál. Laterální síly mohou sloužit přímo jako měřená veličina, metoda se pak označuje jako LFM – *Lateral Force Microscopy*.

Neustálého kontaktu povrchu vzorku s hrotem využívají i další metody. Například Lokální Anodická Oxidace (LAO – *Local Anodic Oxidation*), kde je na hrot přivedeno napětí a v kontrolované atmosféře dochází v místě dotyku k oxidaci povrchu.

1.3.3. Bezkontaktní režim AFM

Během měření v bezkontaktním režimu se využívá přitažlivých sil, které jsou slabší než síly odpudivé (řádově 10^{-12} N). Raménko tak musí být pružnější, aby bylo schopné tyto síly detekovat a zároveň tužší, aby nedošlo k zachycení k povrchu například vlivem kapilárních sil. Tyto dva protichůdné požadavky jsou řešeny tak, že raménkem s vysokou rezonanční frekvencí se s malou amplitudou kmitá a tím se sníží poměr signálu a šumu.

Raménko je zpravidla rozkmitáno (mechanicky či elektronicky) v blízkém okolí své rezonanční frekvence. Raménko lze považovat za harmonický oscilátor, který má amplitudo-frekvenční charakteristiku s výraznou rezonanční frekvencí. Během měření, když se raménko přiblíží k povrchu, dojde k posunutí rezonanční frekvence a tedy i k poklesu amplitudy a změny fázového posuvu mezi budícím a detekovaným signálem. Zde se nabízí dvě možnosti nastavení zpětné vazby pro režim měření s konstantní interakcí. Nastavíme konstantní buzení raménka, měříme změnu amplitudy a měníme vzdálenost hrotu a vzorku tak, aby tato amplituda zůstávala konstantní. Druhá možnost je ta, že měříme změnu fázového posuvu a opět upravujeme vzdálenost hrotu od vzorku tak, aby byl konstantní fázový posun.

Nejpřesnější metody AFM jsou založeny na bezkontaktním měření právě díky kmitajícímu raménku. Mikroskop pak dosahuje lepších rozlišení a je schopen zobrazit například i vazby mezi jednotlivými atomy vodíku [16].

1.3.4. Poklepový režim AFM

Poklepový režim (tapping mode) kombinuje oba zmíněné režimy. Raménko opět kmitá na rezonanční frekvenci, jenže vždy v nejbližším bodě k povrchu vzorku se dostane do oblasti odpudivých sil. Dojde tedy k dotyku povrchu zkoumaného vzorku a hrotu, přičemž nedochází ke vzniku laterálních sil.

Nevýhodou tohoto režimu je jeho interakce s měkkými materiály. Při použití na vzorky z měkkých plastických hmot dojde vždy při dotyku k mírnému zanoření hrotu do vzorku a následná analýza topografie pak může být velmi obtížná, protože není úplně zřejmé, kde začíná povrch. Opakované narážení hrotu do vzorku pak klade vysoké nároky na trvanlivost hrotu, tím spíše při analýze tvrdých vzorků. Tento režim může být také použit například pro přenos náboje na povrch vzorku.

1.3.5. Speciální režimy AFM

Kromě výše zmíněných existují také speciální režimy, které jsou kombinací nebo modifikací výše zmíněných. Na ukázkou zde uvedme například režim ScanAsyst PeakForce [17], vyvinutý firmou Bruker. Během činnosti v tomto režimu se měří ve stejných vzdálenostech hrotu a vzorku jako v případě poklepového režimu, jenže analyzuje síly v průběhu celé periody kmitu. Dochází tedy k měření silové spektroskopie v každém bodě výsledného obrázku. Kmitání je navíc provedeno na jiné než rezonanční frekvenci (1 – 2 kHz) a k měření je používán vždy jeden typ hrotu, který je geometrií i tuhostí uzpůsoben pro tento režim.

1.3.6. Víceprůchodové metody

Všechny výše zmíněné metody měření fungují tak, že hrot jezdí po řádcích a měří interakci mezi hrotem a vzorkem. Po stejném řádku jede tam i zpět² a po projetí tohoto řádku už uživatel obdrží profil (graf) získané interakce.

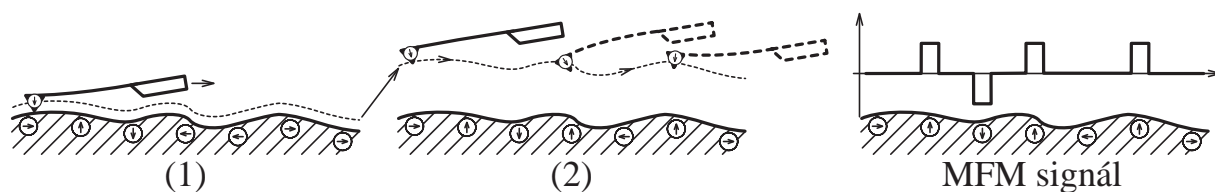
Magnetická mikroskopie

Existují však metody, kdy je výhodné v prvním kroku (průjezdu) získat informaci o topografii a v dalším kroku provést další průjezd ve větší vzdálenosti od vzorku, který bude přesně kopírovat křivku získanou v prvním kroku, jak je vidět v obrázku 1.8. Eliminujeme tak krátkodosahové síly a hrot bude reagovat na síly většího dosahu, například magnetické. Metoda, která tyto magnetické síly zjišťuje se nazývá Magnetická silová mikroskopie (Magnetic Force Microscopy – MFM).

Na vzorku jsou části s různě orientovanými magnetickými dipóly. Magnetický hrot se v prvním průjezdu (obrázek 1.8) přiblíží k povrchu vzorku a zaznamená topografii. Při druhém průjezdu sondou přesně kopíruje topografii vzorku posunutou o určitou vzdálenost. Ta musí být nastavena tak, aby krátkodosahové síly mezi atomy byly řádově menší než síly magnetické. Výsledkem je záznam prostorové orientace a rozložení magnetických dipólů na povrchu vzorku.

² Více bude problematika skenování rozebrána v části 3.3.1.

1.3. MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL



Obrázek 1.8: Magnetická mikroskopie – princip činnosti

Mikroskopie elektrostatických sil

Na stejném principu pracuje i Mikroskopie elektrostatických sil (Electrostatic Force Microscopy – EFM), jenže místo magnetických sil detekuje síly vzniklé mezi nábojem rozprostřeným na povrchu vzorku a nabitým hrotem. Topografie v prvním kroku musí být zaznamenána v bezkontaktním režimu, aby nedošlo k odvedení náboje z povrchu.

Další metody

Uvedený výčet metod není ani zdaleka vyčerpávající, jde pouze o základní a často používané metody. Mnoho dalších metod je popsáno například v [12], [13] nebo [15]. Navíc vznikají nové metody kombinací stávajících nebo úplně nové.

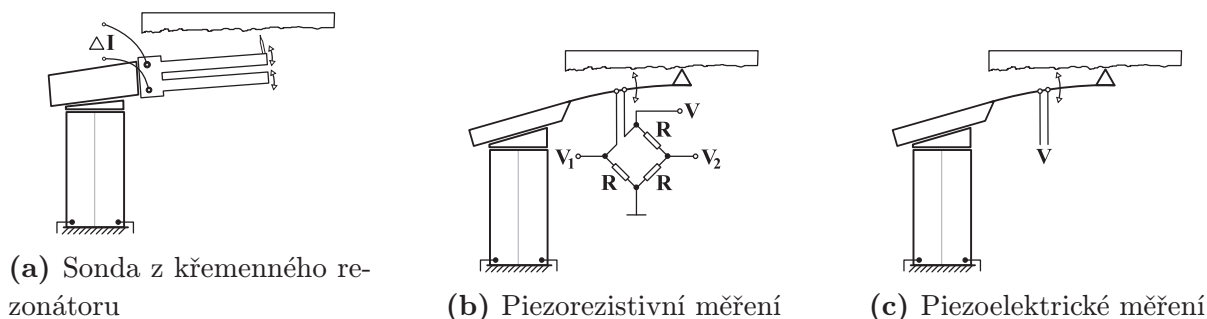
2. Metody detekce výchylky raménka

Přesnost snímání prohnutí raménka silně ovlivňuje kvalitu získaných dat z AFM. Signál odpovídající prohnutí raménka je vstupním signálem zpětnovazební smyčky, která udržuje konstantní vzdálenost mezi hrotem a povrchem vzorku. Slabý signál s velkým podílem šumu tak může vést ke ztrátě důležitých informací v získaných záznamech, protože změřený signál bude nižší než složka šumu.

Existuje několik různých metod a systémů, jak lze prohnutí raménka zjišťovat. Můžeme je rozdělit do dvou základních skupin. Systémy z první skupiny mají tu společnou vlastnost, že hroty v nich používané dokáží samy o sobě poskytnout informaci o svém prohnutí. Jejich velká výhoda je tak v konstrukční nenáročnosti – kromě raménka není potřeba instalovat další podpůrné zařízení. Nevýhodou však může být složitost výroby samotných ramének. Druhá skupina pak vyžaduje další zařízení, které prohnutí hrotu snímá. Jednotlivé metody se významně liší a budou diskutovány dále.

2.1. Autodetekční systémy

Jak již bylo uvedeno dříve, jde o systémy, kde samotný hrot je schopen určit svoji polohu (prohnutí). Není tak potřeba žádných dalších komponent a konstrukce pak je kompaktní a robustní.



Obrázek 2.1: Autodetekční systémy pro detekci výchylky raménka

2.1.1. Sondy z křemenných ladiček

Křemenné rezonátory se používají v elektronických zařízeních měřících čas jako hodinový nepokoj. Vhodným umístěním hrotu na ladičku získáme velmi tuhý senzor vhodný pro citlivá měření. Díky své tuhosti lze vybudit kmitání o malých amplitudách – řádově stovky pikometrů [14]. V důsledku toho, že křemen je piezoelektrický materiál, dochází při kmitání tímto senzorem ke generování signálu odpovídajícího aktuální výchylce. Naopak, lze i opačně pomocí elektrického signálu vybudit v senzoru kmitání. Zároveň lze měřit proud procházející senzorem a z fázového posunu budícího napětí a měřeného proudu určit výšku nad povrchem.

2.2. DALŠÍ DETEKČNÍ SYSTÉMY

2.1.2. Piezorezistivní měření

Při použití piezorezistivního měření výchylky musí být raménko pokryto vrstvou z piezorezistivního materiálu. Při změně výchylky se raménko prohne a tím se změní i odpor piezorezistivní vrstvy. Protože jsou tyto změny malé, používá se zapojení ve Wheatstonově můstku, jak je naznačeno v obrázku 2.1b. Změna odporu ΔR se pak spočítá:

$$V_1 - V_2 = -V \frac{\Delta R}{4R}, \quad (2.1)$$

kde V_1, V_2 jsou napětí měřená na Wheatstonově můstku, V je napájecí napětí a R je hodnota odporu jednotlivých rezistorů v obvodu [18].

Každé měření pomocí AFM předchází nastavení přístroje a kalibrace sondy. Při použití této sondy je již kalibrace provedena výrobcem. Nevýhodou systému je pak nutnost využití speciálních ramének a ve srovnání s jinými metodami nižší citlivost [19].

2.1.3. Piezoelektrické měření

Schéma systému je znázorněno na obrázku 2.1c. Raménko je pokryto piezoelektrickou vrstvou, která při deformaci generuje elektrické napětí. Může tak pracovat i obráceně – po přiložení napětí se raménko vlivem piezoelektrické vrstvy deformuje a může tak být vhodně zvoleným průběhem napětí rozkmitáno. Na druhou stranu je nutno podotknout, že tato vrstva ovlivňuje mechanické vlastnosti raménka, jako je například tuhost či vlastní frekvence.

2.2. Další detekční systémy

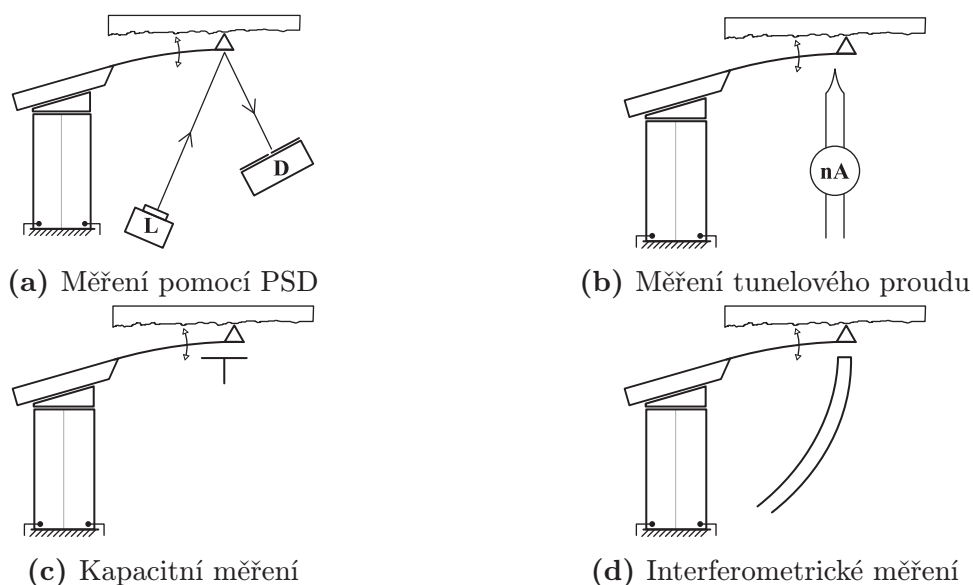
Kromě výše zmíněných metod detekce existují také metody, které vyžadují dodatečné zařízení pro měření prohnutí raménka. Jejich velkou nevýhodou – větší prostorovou náročnost kompenzuje například nižší cena či menší složitost výroby ramének.

2.2.1. Měření pomocí odrazu laserového svazku

Laserový svazek z diody (L) je nasměrován na konec raménka (obrázek 2.2a). Světlo je od raménka odraženo na detektor (D), který je citlivý na místo osvětlení (PSD – Position Sensitive Detector). Tento detektor může být složen ze čtyř fotodiód, které jsou uspořádány do čtverce (2×2). Nastavení laserového svazku přesně do požadované pozice umožňuje dvojice zrcátek umístěných na rotačních manipulátorech. Je tak možné nastavit systém například i ve vakuové komoře bez přímého přístupu k laseru. Jde o konstrukčně jednoduché a levné uspořádání. Vyžaduje však poměrně velké množství prostoru pro umístění laseru a detektoru.

Aby bylo možné dosáhnout v ultra vakuových komorách požadovaného tlaku, je nutné je zahřát na teplotu vyšší než 120°C . Tím se z vnitřních povrchů odstraní tenká vrstva vody a umožní tím snížit tlak pod hodnotu 10^{-7} Pa. Kvůli vyšší teplotě se mohou vy-

2. METODY DETEKCE VÝCHYLKY RAMÉNKA



Obrázek 2.2: Autodetekční systémy pro měření výchylky raménka

skytnout problémy s laserovou diodou i detektorem. Jedná se totiž o polovodiče, které většinou nesnesou teploty vyšší¹ než 80 °C.

2.2.2. Měření tunelového proudu

Tato metoda byla využita u prvního mikroskopu atomárních sil [1]. Je založena na měření tunelovacího proudu mezi raménkem a hrotem, jak je schematicky zakresleno na obrázku 2.2b. Vzhledem k exponenciální závislosti tunelového proudu na vzdálenosti jde o nejcitlivější metodu. Během měření však vzniká mezi hrotem a raménkem nezanedbatelná elektrostatická síla, způsobená rozdílným potenciálem mezi hrotem a raménkem.

2.2.3. Kapacitní měření

Ke snímání výchylky raménka lze také využít měření kapacity mezi raménkem a přidavnou elektrodou, jak je vidět na obrázku 2.2c. Tato metoda je schopná měřit rychlé změny, takže je vhodná například i pro bezkontaktní měření [19]. Celá sestava může být také zmenšena pomocí „mikrofabrikačních“ metod [20].

Za nevýhodu můžeme považovat, podobně jako u předchozího systému, ovlivnění měřených sil přidanou elektrostatickou silou mezi raménkem a elektrodou.

2.2.4. Interferometrické měření

Měření výchylky raménka pomocí interferometru je znázorněno na obrázku 2.2d. Laserový paprsek je veden optickým vláknem k raménku a odražený svazek se vrací stejným vláknem zpět. Optické vlákno je ze systému vyvedeno ven průchodkou, kde je signál z něj dále zpracováván. V porovnání s dalšími metodami je metoda nenáročná na další součásti

¹PSD typ S1880 (Specifikace: http://www.hamamatsu.com/resources/pdf/ssd/s1880_s2044_kpsd1015e06.pdf).

2.2. DALŠÍ DETEKČNÍ SYSTÉMY

v blízkosti raménka – žádné zrcátka, vodiče nebo elektronické součástky v UHV komoře nejsou potřeba.

Signál je na dlouhou vzdálenost veden v optickém vlákně, což je zvláště výhodné v elektricky zarušeném prostředí, jakým UHV aparatura je. Signál je pak možné zarušit pouze mechanickým pohybem vlákna. Další výhodou této metody je kalibrace pomocí vlnové délky použitého laseru. Stabilita kalibrace je pak závislá jen na přesnosti vlnové délky laseru.

Nevýhodou je nutnost přesně umístit vlákno nad spodní stranu raménka. Sesazení hrotu a vlákna musí být provedeno s přesností na jednotky až desítky nanometrů (podle typu vlákna a raménka), proto je potřeba tento krok provést v optickém mikroskopu.

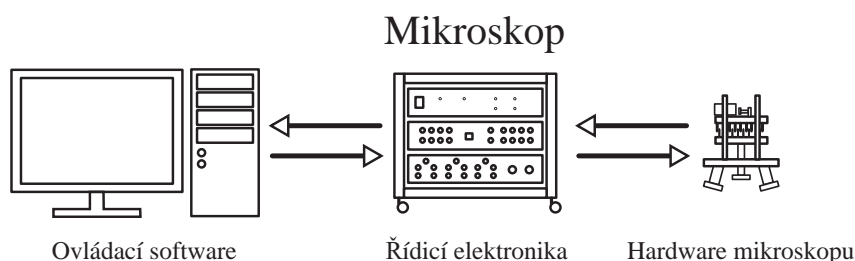
Interferometrické odměřování výchylky může být samozřejmě realizováno i bez optických vláken. V tomto případě jde laserový svazek na raménko přímo. Uspořádání systému je pak podobné jako v případě využití PSD (odstavec 2.2.1).

3. Rastrovací sondový mikroskop

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

Rastrovací sondový mikroskop můžeme rozdělit do tří hlavních funkčních částí, jak je znázorněno na obrázku 3.1. Mikroskop samozřejmě nebude fungovat, pokud nebude mít všechny tyto části, je však relativně dobře možné kombinovat tyto celky napříč systémy různých výrobců.

Toto rozdělení však nepopisuje všechny mikroskopy. Dochází k různým modifikacím, kdy se například část řídicí elektroniky přesune přímo do řídicího počítače, případně část řídicí elektroniky je součástí hardware mikroskopu (typicky první stupeň zesilovače proudu).



Obrázek 3.1: Rozdělení rastrovacího sondového mikroskopu do funkčních celků

3.1. Řídicí elektronika

Řídicí elektronika může sestávat z několika dílčích nezávislých modulů. Jednotlivé moduly jsou pak použity pro určité metody SPM. Přehled těchto požadavků je uveden v tabulce na obrázku 3.2.

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

3.1.1. Stabilizovaný zdroj napětí

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

3.1. ŘÍDICÍ ELEKTRONIKA

	STM	STS	AFM	nc-AFM	C-AFM	LFM	FMM	MFM	KPFM	LAO	AFM raménka	Křemenné ladičky
Základní ovládání mikroskopu	SPM kontroler	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	Ovladač skeneru - XYZ	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	Ovladač skeneru - Z modulace						✓				✓	✓
Oscilační jednotka	PLL			✓			✓	✓	✓		✓	✓
	Lock-In		✓		✓		✓	✓	✓		✓	✓
Zesilovače, předzesilovače	PSPD předzesilovač			✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	
	I/V převodník	✓	✓		✓						✓	✓
	Tuning fork zesilovač				✓		✓	✓	✓			✓
	Buzení raménka AFM				✓		✓	✓	✓		✓	

Obrázek 3.2: Přehled potřebných elektronických komponent pro různé metody SPM

3.1.2. Ovládací jednotka skeneru

Ovládací jednotka skeneru musí být samozřejmě kompatibilní nejen s konkrétním použitým skenerem, ale také s řídicí jednotkou (bude popsána v části 3.1.3). Většina dnes dostupných ovládacích jednotek skenerů komunikuje s řídicí jednotkou pomocí analogových signálů. Jde o pozůstatek ze začátků sondové mikroskopie, kdy bylo analogové řešení jednodušší a levnější. Dnes již jde jen o zachování zpětné kompatibility. V řídicí jednotce je totiž signál zpracováván digitálně a následně je převeden digitálně–analogovým převodníkem na napěťový signál. Dále je veden do ovladače skeneru, který je dnes (v případě zpětnovazebních skenerů) řešen také digitálně. Proto je zde pro další zpracování opět převeden na digitální signál.

Systémy, které nejsou řešeny takto modulárně, zřejmě již digitálně komunikují, ale to výrobce většinou neuvádí. Výjimku tvoří systém R9 firmy RHK Technology (obrázek 3.3b), který v jednom zařízení kombinuje ovladač skeneru, řídicí jednotku a oscilační jednotku s plně digitální komunikací.

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

Protože je možné snímat jedním skenerem (například trubkovým) jak oblasti v řádu desítek mikrometrů, tak i jednotek až desítek nanometrů (tj. v rozdílu tři řády), je nutné mít možnost měnit zesílení ovladače skeneru. Řídicí jednotky většinou používají 16bitový převodník, který by při tisícinásobně menším rozsahu nemohl rozlišit více než 60 úrovní, tedy měřených bodů při rastrování. Zmenšením zesílení budeme schopni využít celého rozsahu převodníku pro nejpoužívanější velikosti snímaného okna.

3.1.3. Řídicí jednotka

Řídicí jednotka slouží ke zprostředkování příkazů mezi operátorem (resp. ovládacím softwarem) a aktivními prvky mikroskopu. Srdcem řídicí jednotky je ve většině případů digitální signálový procesor (Digital Signal Processor – DSP), který je určen k rychlému a efektivnímu zpracovávání signálů, ať už analogových či digitálních. Příklady komerčních řídicích jednotek jsou na obrázku 3.3.

Řídicí jednotka řídí mimo jiné i rastrování. Proto disponuje třemi analogovými výstupy, kterými ovládá skener. Navíc se využívají i tři další analogové výstupy pro tzv. offset. Tento signál se přičte k signálu, kterým se rastruje. Tím je možné bez ztráty rozlišení snímat data kolem kteréhokoliv bodu v rámci rozsahu skeneru. Také je pomocí offset signálu realizována například kompenzace náklonu. Signál offset pro osu z se v tomto případě mění lineárně s výchylnou skeneru. Hlavní signál osy z pak koriguje jen malé změny odpovídající změnám na povrchu vzorku a není zahlcen velkými změnami způsobenými náklonem vzorku.

Pokud je pro libovolnou metodu potřeba přivést na hrot či vzorek napětí, je výhodné toto napětí generovat taktéž řídicí jednotkou. Umožňuje provádět sekvence měření, kdy se napětí automaticky mění a celá série měření se tak může provést bez přítomnosti operátora.

Řídicí jednotka obsahuje také sérii vstupních portů, které slouží k záznamu a zpracování interakce hrotu a povrchu vzorku. Je výhodné mít možnost zaznamenávat více signálů najednou. Například u bezkontaktního měření topografie je potřebné zaznamenávat i frekvenční posun, fázi a disipaci energie. Tyto vstupy do řídicí jednotky jsou také vstupním signálem pro zpětnou vazbu (více v části 1.1). Hlavně v této části se uplatňuje skutečnost, že jde o procesor určený ke zpracování signálů. Vstupní signál může být libovolně upravován a filtrován řídicí jednotkou tak, aby zpětná vazba fungovala co nejlépe. Vše lze provádět čistě digitálně a v reálném čase. Není tak potřeba připojovat elektronické součástky a nastavovat například parametry filtrace manuálně pomocí potenciometrů.



(a)



(b)

Obrázek 3.3: Příklady komerčních řídicích jednotek pro SPM.

a) Řídicí jednotka firmy *Specs Nanonis*. Zdroj: <http://www.specs-zurich.com/>. b) Kombinovaná řídicí jednotka *R9* firmy *RHK Technology*. Zdroj: <http://www.rhk-tech.com/>

V řídicích jednotkách nejsou většinou prováděny operace, které by výkonově dnešní počítače nezvládly. Důvodem použití dedikovaného procesoru (v řídicí jednotce) je stabilita. Na počítači běží operační systém, který musí obsloužit požadavky uživatele a může dojít k situaci, že počítač přestane dostatečně rychle reagovat, či nereaguje vůbec. Z toho

3.1. ŘÍDICÍ ELEKTRONIKA

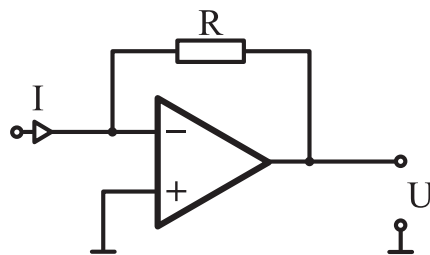
důvodu běží důležité procesy, jako například zpětná vazba nebo řízení rastrování v řídicí jednotce. V případě, že počítač přestane reagovat, je tak mikroskop stále pod kontrolou řídicí jednotkou a nehrozí například poškození vzorku či sondy.

3.1.4. Předzesilovače pro měření interakce

Možných metod a režimů, ve kterých mohou sondové mikroskopy pracovat, existuje několik desítek a ke každému případu je třeba předzesilovač, který měřený signál převede na vhodné napěťové úrovně, typicky jednotky voltů. V drtivé většině případů jsou pro získávání informace o velikosti interakce použity senzory, které mají proudový výstup. Bohužel však jde o poměrně nízké hodnoty, řádově od 100 pA do 10 μ A. Pro tyto případy je vhodné použít převodník napětí–proud složený z *transimpedančního zesilovače* (obrázek 3.4). Vstupující proud I prochází rezistorem R . Úbytek napětí na rezistoru je velmi malý a je zesilován operačním zesilovačem. Na výstupu je pak napětí

$$U = -IR. \quad (3.1)$$

Z rovnice 3.1 je zřejmé, že pro hodnotu proudu v řádech stovek pikoampér je zapotřebí rezistor v řádu jednotek $G\Omega$. Na výstupu pak bude signál o velikosti stovek milivoltů. Tato velikost rezistoru je již na horní hranici toho, co lze od specializovaných firem pořídit, proto je pro větší zesílení voleno spíše vícestupňové zesílení.



Obrázek 3.4: Zjednodušené schéma zapojení transimpedančního zesilovače

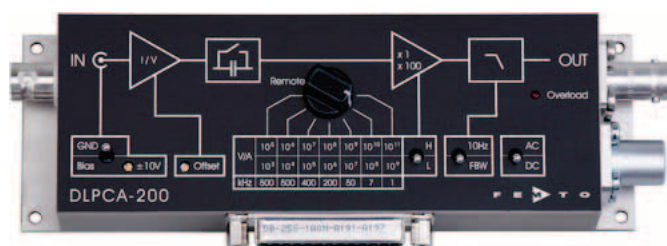
Dalším důležitým parametrem těchto zesilovačů je *frekvenční propustnost* (nebo též bandwidth). Frekvence, kterou je zesilovač schopen přenést (zesílit), klesá s mírou zesílení. Pro rychlá měření, typicky oscilační metody, je taktéž vhodné vícestupňové zesílení.

Tento zesilovač lze použít jak pro měření tunelového proudu (STM), tak pro měření intenzity dopadajícího světla na fotodiodu – například pro měření výchylky pomocí PSD (odstavec 2.2.1), při použití sond založených na křemenných ladičkách (odstavec 2.1.1) nebo pro měření pomocí interferometru (odstavec 2.2.4).

Tyto předzesilovače lze samozřejmě také koupit. Pokud jde o poměrně nestandardní sondy, jako například ty s piezorezistivní vrstvou, distribuuje je přímo výrobce sond. Pro ostatní sondy lze použít libovolný zesilovač převádějící proud na napětí. Například firma Femto vyrábí poměrně hojně rozšířený typ DLPCA-200 (obrázek 3.5).

Návrhu vlastního transimpedančního zesilovače bude věnována část 6.3.3.

3. RASTROVACÍ SONDOVÝ MIKROSKOP



Obrázek 3.5: Obrázek proudového zesilovače firmy Femto

3.1.5. Oscilační jednotka

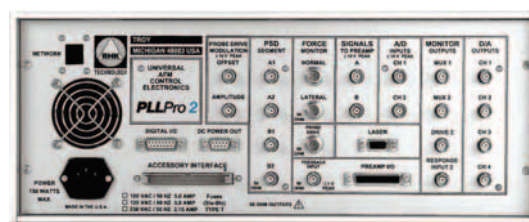
Oscilační jednotka slouží, jak již název napovídá, k řízení oscilací u bezkontaktních nebo poklepových metod. Kromě toho, že generuje signál pro vybudení oscilací v raménku s hrotem (ať už jen signálem s konstantní amplitudou, či aktivní zpětnovazební smyčkou), musí i detekovat změnu frekvence, fáze,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

Za tím účelem obsahuje sérii lock-in zesilovačů a smyček fázového závěsu (Phase-locked Loop – PLL) [21]. Výstupem je ve většině případů analogový signál, odpovídající hodnotě amplitudy či fáze.

Vzhledem k tomu, že vlastní frekvence sond dosahují řádu až jednotek megahertz, musí být i oscilační jednotka schopna tuto frekvenci zpracovat. Ve většině případů je jádrem oscilačních jednotek výkonný signálový procesor (DSP) společně s programovatelným hradlovým polem (Field Programmable Gate Array – FPGA) běžící na frekvenci jednotek gigahertz. Tato kombinace umožňuje zpracovat signál ze sond kmitajících na frekvenci až 50 MHz (obrázek 3.6a) v případě jednotky HF2PLL firmy Zurich Instruments či 3 MHz v případě jednotky PLLPro2 firmy RHK (obrázek 3.6b).



(a)



(b)

Obrázek 3.6: Příklady komerčně dostupných oscilačních jednotek pro SPM. a) HF2PLL od firmy Zurich Instruments. Zdroj: <https://www.zhinst.com/> b) PLLPro2 od firmy RHK Technology. Zdroj: <http://www.rhk-tech.com/>

3.2. Ovládací software

Ovládací software slouží převážně k nastavení parametrů snímání jako je velikost snímaného pole, rozlišení, rychlost snímání, atd. Dále pak k zobrazení změřených dat. Komerční systémy jsou většinou navázány na hardware výrobce – tedy na řídicí jednotku, se kterou musí úzce spolupracovat. Existují však i programy určené na ovládání SPM šířené volně (tzv. open-source), které lze využít zdarma s libovolnou řídicí jednotkou. Avšak za předpokladu, že existuje programové rozhraní mezi ovládacím softwarem a vybranou řídicí jednotkou, případně, že si je uživatel schopen toto rozhraní naprogramovat. Jedním z těchto volně šířených programů se jmenuje GXSM [22].

Historicky první použité ovládací rozhraní bylo čistě hardwarové. K rastrování byl použit funkční generátor a k vykreslení křivek kreslicí plotter. Výstupem tedy byl pouze profil jednoho snímaného řádku. Pokud uživatel požadoval snímek celého povrchu, vznikl tak, že se tyto profily nalepily na dřevěnou desku a poté se všechny desky slepily k sobě. Tím vznikl 3D model snímaného povrchu (obrázek 3.7).



Obrázek 3.7: Jeden z prvních snímků s atomárním rozlišením. Model povrchu křemíku (111) slepený z jednotlivých snímaných profilů. Převzato z [9]

3.3. Hardware mikroskopu

Hardware mikroskopu je určen prostředím, ve kterém je mikroskop instalován. Zařízení určená pro měření za běžných atmosférických tlaků jsou většinou konstrukčně jednodušší a zpravidla nemusí obsahovat precizní manipulátory pro výměnu vzorku či hrotu.

Uspořádání základních prvků jako je skener, manipulátor a držák hrotu a vzorku, se mezi jednotlivými výrobci a typy mikroskopů liší. Zmiňme zde pro ilustraci první komerčně dostupný rastrovací mikroskop UHV STM 1 nabízený firmou Omicron (obrázek 3.8) od roku 1987, rok po udělení Nobelovy ceny [9]. Tento mikroskop je schopen měřit tunelový proud v režimu STM o velikosti od 20 pA až 50 nA. S využitím skeneru typu troj-

3. RASTROVACÍ SONDOVÝ MIKROSKOP

nožka (kapitola 3.3.1) dosahuje maximálních rozměrů snímané oblasti $2,3\ \mu\text{m} \times 2,3\ \mu\text{m}$. Při maximální velikosti vzorku $2,3\ \text{mm} \times 2,3\ \text{mm}$ je vestavěný manipulátor schopen přesunout sondu do libovolného místa na vzorku. Díky tlumení pomocí vířivých proudů v měděných destičkách po obvodu mikroskopu, dosahoval atomárního rozlišení.



Obrázek 3.8: První komerčně dostupný mikroskop UHV STM 1 firmy Omicron [9]

Dále v této kapitole budou popsány jednotlivé prvky hardwarové části mikroskopu spolu s výčtem běžných typů a dosahovaných parametrů.

3.3.1. Skener

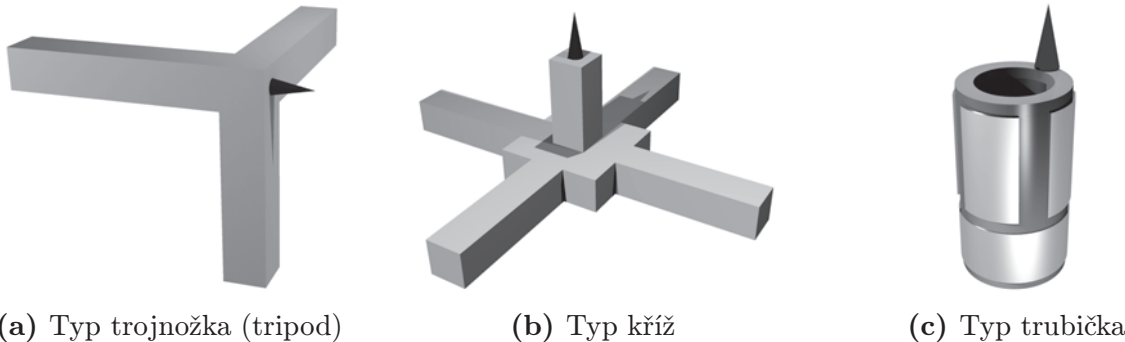
Skener slouží k přesouvání hrotu do všech pozic, ve kterých má být měřena interakce hrotu s povrchem. Zároveň nastavuje vzdálenost hrotu od vzorku – jde o aktivní člen zpětné vazby (část 1.1). Proto přesnost skeneru, resp. jeho ovladače, přímo ovlivňuje rozlišení mikroskopu.

Typy skenerů

Skenerů existuje několik základních typů, přičemž všechny jsou založeny na piezoelektrických komponentách. Piezoelektrický materiál funguje zjednodušeně tak, že po přiložení napětí se deformuje a naopak – způsobením deformace generuje napětí. Velikost deformace se běžně pohybuje v řádech jednotek mikrometrů při napětí desítek až stovek voltů. Poměr mezi těmito dvěma údaji se nazývá *piezoelektrická konstanta* a jde o základní charakteristiku piezoelektrického prvku. Z těchto komponent můžeme získat velmi přesný manipulátor ovládaný přímo napětím. Jeden piezoelektrický prvek však dokáže realizovat

3.3. HARDWARE MIKROSKOPU

jen pohyb v jednom směru. Pro rastrování je tedy třeba sestavit skener z více piezoelektrických prvků.



Obrázek 3.9: Přehled základních typů piezokeramických skenerů

Skenery mohou mít následující tvar – typ trojnožka, kříž nebo trubička, jak je zřejmé z obrázku 3.9.

Typ trojnožka byl použit u prvního AFM [1]. Je složen ze tří nezávislých hranolů. V místě dotyku jsou k sobě přilepeny a zde je i umístěn hrot. Opačné konce jsou připevněny k pevné podložce. Jeho velkou nevýhodou je, že změna napětí na jednom prvku způsobí i deformaci v dalších dvou osách. Výhodou pak velký rozsah pohybů.

Typ kříž je tvořen čtyřmi stejnými hranoly, kde vždy právě dva jsou umístěny v jedné ose a pracují společně. Díky tomu je odstraněn možný vliv teploty na piezokeramiku, protože se vždy jeden prvek prodlužuje a druhý zkracuje. Odstraňuje také nevýhodu předchozího typu, kdy se změna v jedné ose parazitně projeví i v druhé. Tato konfigurace se čtyřmi hranoly však umožňuje jen pohyb ve dvou navzájem kolmých osách. Proto se přidává pátý hranol, který zajišťuje pohyb ve zbývající ose.

Typ trubička je tvořen z jednoho kusu piezokeramické trubky, na kterou je nanesena soustava elektrod. Vnitřní část trubičky většinou tvoří jednodílná (uzemněná) elektroda a z vnější strany jsou v horní části po obvodu čtyři oddělené elektrody. Pod nimi další elektroda, po obvodu souvislá. Pokud na posledně jmenovanou elektrodu přivedeme napětí, celá trubička se prodlouží či zkrátí. Jde o pohyb v ose z . Pro rastrování jsou použity čtyři oddělené segmenty. Vždy přikládáme na protilehlé elektrody napětí opačné polarity. Trubička se tím vyhyne do strany, čímž je zajištěn pohyb ve dvou zbývajících (laterálních) osách. Občas se setkáme také s řešením bez spodní souvislé elektrody a pohyb v ose z je pak realizován přikládáním stejného napětí do všech čtyř segmentů. Toto řešení je však mírně náročnější na řídicí elektroniku (ovladač) skeneru. Tento typ má výhodu ve své kompaktnosti a celkové tuhosti. Nevýhodou pak může být, že pohyb v laterálním směru se děje ne po přímce, ale po kružnici, což však lze kompenzovat osou z .

U všech tří nákresů na obrázku 3.9 je silně zkrácen poměr mezi velikostí skeneru a hrotu. Hrot je zde pouze pro ilustraci jeho polohy. Také zde není vyobrazeno raménko, které by hrot neslo.

Další kategorií skenerů jsou skenery s odměřováním. Výše zmíněné typy pracují tak, že se přiložené napětí přepočítá přes piezoelektrickou konstantu na vzdálenost (posunutí hrotu). V případě, že k požadované deformaci (posunutí) skeneru nedošlo, lze to zjistit až například z deformace vzniklého záznamu. Z toho důvodu vznikly skenery se senzory

3. RASTROVACÍ SONDOVÝ MIKROSKOP

polohy, které jsou schopny pomocí zpětnovazebního řízení upravit přiložené napětí tak, aby aktuální poloha hrotu odpovídala poloze požadované. Nevýhodou může být větší úroveň šumu, protože zde neustále dochází k drobným korekcím napětí zpětnou vazbou. Dále pak větší konstrukční složitost a tím i pořizovací cena. Výhodou je pak linearita pohybu, prakticky nulová hystereze a omezení dalších vad piezokeramických prvků.

Vady piezokeramických prvků

V předchozím textu byly okrajově zmíněny problémy piezokeramických prvků a jejich úplné nebo částečné odstranění pomocí zpětnovazebního řízení. Následuje výčet vad a chyb těchto komponent se stručným popisem.

- Nelinearita – jedná se o nelinearitu mezi přiloženým napětím a změnou prodloužení či zkrácení skeneru. Tato vada se týká přímo piezoelektrického materiálu, ze kterého jsou skenery sestaveny. Projevuje se však až v případě snímání velkých ploch.
- Hystereze – týká se většiny piezoelektrických materiálů. V některých případech může být velmi výrazná (až 20 %). Projevuje se tak, že v případě lineární změny napětí na prvku (zvyšování a snižování) nejde prvek po stejné trajektorii, ale po uzavřené křivce.
- Tečení (creep) – projevuje se nejvýrazněji při skokových změnách přiloženého napětí. Materiál se taktéž skokově prodlouží či zkrátí a poté pomalu „doteče“ na žádané místo. Při snímání se tečení projeví rozdílnými obrázky pro různé rychlosti snímání. Kvůli tečení se nedoporučuje dlouhodobě nechávat skener ve stavu s přiloženým napětím, protože se může prohnout trvale.
- Křížový efekt (crosstalk) – projevuje se pohybem v jiné, než požadované ose. Může být způsobeno topologií skeneru (typ tripod) nebo například nehomogenitami v objemu piezokeramiky. Projevuje se zaoblením rovných linií.
- Stárnutí – parametry piezokeramických prvků nejsou v čase konstantní. Tím spíše, když se dlouhodobě nepoužívají nebo jsou vystavovány teplotám přes 150° C. Neprojevuje se deformací obrazu, ale změnou rozsahu – je potřeba provést novou kalibraci. Stejný vliv má například i změna teploty.
- Tuhost a ohyb – v případě velkých rastrovacích rychlostí se může začít projevovat konečná tuhost skeneru. Setrvačné síly způsobí, že se hrot bude dále pohybovat i přes to, že napětí se už nezvyšuje. Také může při použití dlouhého tenkého hrotu dojít při rychlém snímání k jeho ohnutí o výstupek na povrchu snímaného vzorku.
- Drift – neboli pozvolné ujíždění. Zpravidla bývá způsoben teplotní roztažností materiálu. Protože jde o pomalé a pozvolné změny, projevuje se nejvíce při nízkých rychlostech rastrování.

Všechny zmíněné nedostatky skenerů lze více či méně jednoduše kompenzovat. Ať už na úrovni řídicí elektroniky nebo až pomocí ovládacího softwaru. Ne vždy je to ale nutné. Při zkoumání povrchů na atomární úrovni se většinu vad podaří eliminovat vyšší rychlostí rastrování a malým snímaným oknem.

3.3. HARDWARE MIKROSKOPU

3.3.2. Systém pro makroposuv

Výše zmíněné skenery většinou neumožňují pohyb v laterálním směru větší než desítky mikrometrů. To znamená, že zkoumaná oblast musí být vždy právě v dosahu skeneru. Abychom se mohli sondou zaměřit na prakticky libovolnou část vzorku, využívají sondové mikroskopy kromě precizních skenerů určených pro jemné pozicování také systém makroposuvů pro jednu, dvě či všechny tři osy, které usnadňují manipulaci se vzorkem či sondou a umožňují nalezení zkoumané oblasti kdekoliv na povrchu vzorku.

3.3.3. Přiblížení hrotu ke vzorku

Posuv v laterálním směru (osy x a y) není pro mikroskop nezbytně nutný, třetí osa (z) je však nepostradatelná. Skener v ose z pracuje s rozsahem ne více než jednotky mikrometrů a proto musí v rámci tohoto rozsahu být schopen zaujmout takovou polohu vůči hrotu, kdy je prohnutí raménka právě takové, jaké uživatel pro svá měření požaduje. Takovou pozici běžně není uživatel schopen dosáhnout bez manipulátoru s většími posuvy. Tyto manipulátory mají zpravidla vždy minimální krok menší než maximální rozsah skeneru, aby byl manipulátor schopen automaticky a bezpečně přiblížit hrot do správné vzdálenosti od vzorku.

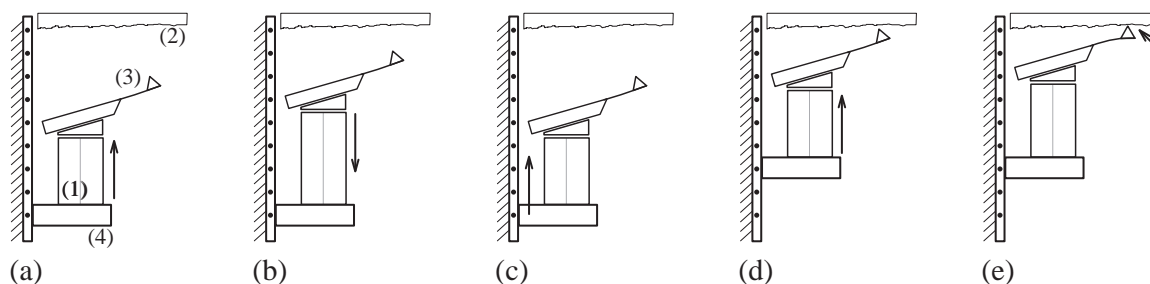
Detailní vysvětlení procesu automatického přiblížení hrotu k vzorku je na obrázku 3.10. Probíhá v těchto krocích:

- (a) Výchozí pozice – skener je zkrácen a hrot se nedotýká povrchu vzorku, prohnutí je nulové.
- (b) Napětí na piezokeramickém skeneru se postupně zvyšuje a ten se tak prodlužuje, pokud se prohnutí raménka nezmění, dojde k maximálnímu prodloužení skeneru.
- (c) Po maximálním prodloužení se skener vrací do výchozí pozice a makroposuv přiblíží celý skener o vzdálenost menší než je maximální prodloužení skeneru. Zajistí tak, že hrot se při tomto posunu nemůže dotknout povrchu a poškodit se.
- (d) Skener je v nové výchozí pozici a postupně se prodlužuje.
- (e) Jakmile během prodlužování dojde ke změně prohnutí raménka, přibližovací proces se zastaví a mikroskop je schopen měření.

Tato procedura zajistí, že hrot se dotkne povrchu kontrolovaně a nedojde k jeho poškození už před samotným měřením. Protože maximální protažení skeneru nebývá delší než $5\ \mu\text{m}$, může celé automatické přijetí trvat i v řádu minut. Tento proces může být urychlen například použitím optického mikroskopu a lidské kontroly tak, že přiblížení bude spuštěno co nejbližší povrchu.

V případě opakovaného příjždění k povrchu a při použití makroposuvů s měřením polohy je možné najet do velmi malé vzdálenosti od vzorku, která byla zjištěna při prvním přiblížení.

3. RASTROVACÍ SONDOVÝ MIKROSKOP



Obrázek 3.10: Princip přiblížení hrotu ke vzorku: (1) skener, (2) vzorek, (3) raménko s hrotem, (4) makroposuv

3.3.4. Tlumení vibrací

Rozlišení mikroskopu je limitováno taktěž množstvím šumu v měřeném signálu. Tento šum může mít několik možných příčin. Kromě elektrického rušení může být šum způsoben vibracemi v těle mikroskopu. V případě použití v UHV aparaturách je hlavním zdrojem vibrací vakuová pumpa. Pro tlumení samotného mikroskopu uvnitř vakuové komory se používá zpravidla kombinace pružin a permanentních magnetů, které se pohybují v blízkosti měděných destiček, ve kterých indukují vířivé proudy, čímž jsou bržděny. Tlumící element je nezbytně nutný, protože se samotnými pružinami by dokmitání trvalo velmi dlouho. V komoře totiž není vzduch jako tlumící médium.

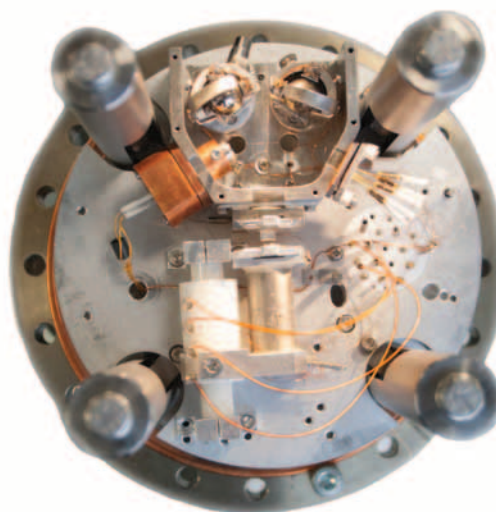
4. Vývoj a výroba ovládací elektroniky pro systém UHV SPM VUT

Na Ústavu fyzikálního inženýrství Vysokého učení technického v Brně (ÚFI VUT) byl v rámci diplomové práce [23] a dále dizertační práce [24] vyvinut ultravakuový rastrovací sondový mikroskop (Ultra High Vacuum Scanning Probe Microscope – UHV SPM).

Mikroskop obsahuje systém pro detekci výchylky raménka pomocí odrazu laserového svazku. K tomuto účelu slouží dva rotační manipulátory se zrcátky, které odrážejí světlo z laseru na raménko a světlo odražené z raménka na poziční diodu. Držák raménka byl konstruován jako pevný, takže není možné jej rozkmitat a provozovat v bezkontaktním nebo pokleповém režimu. Je ale možné místo raménka použít vodivý hrot a měřit tak v režimu STM. K rastrování slouží trubkový piezokeramický skener a k automatizovanému přiblížení pak inerciální krokový motor typu *Inchworm* [25]. Protože je celý mikroskop určen pro provoz v podmínkách ultravysokého vakua (Ultra High Vacuum – UHV), je nutné mít možnost výměny ramének a vzorků pomocí mechanických manipulátorů. Proto jsou vzorek i sonda umístěny na transportních paletkách z důvodu manipulace v UHV.



(a) Pohled z boku



(b) Pohled shora

Obrázek 4.1: Ultravakuový mikroskop atomárních sil vyvinutý na Ústavu fyzikálního inženýrství VUT v Brně v roce 1997

Speciálně pro tento mikroskop vznikl ovládací software na platformě Microsoft Windows 95. Řídicí elektronika byla plně funkční, nicméně umožňovala záznam pouze jednoho kanálu. Z těchto důvodů došlo k obměně řídicí jednotky a ovládacího softwaru. Souběžně se věnoval Ing. Michal Pavera ve spolupráci s Ing. Zdeňkem Nováčkem vývoji manipulátoru, který nahradil motor *Inchworm*¹.

¹Práce je částečně popsána v [25] a dále bude popsána v dizertační práci Michala Pavery.

4.1. STABILIZOVANÝ ZDROJ NAPĚTÍ

Vzhledem k dalším možnostem rozvoje bylo rozhodnuto vytvořit řídicí elektroniku modulárně a univerzálně tak, aby mohla být použita u kteréhokoliv dalšího mikroskopu podobné konstrukce. V dalších částech této kapitoly tak budou postupně diskutována vybraná řešení a jejich realizace. Toto modulární řešení bylo autorem této práce popsáno v [26].

4.1. Stabilizovaný zdroj napětí

Obecný popis stabilizovaného zdroje je uveden v kapitole 3.1.1. Zvolené řešení centrálního zdroje je výhodné z prostorových důvodů. Centrální rozvod stabilizovaného napětí s adekvátní filtrací je praktičtější než realizovat stabilizaci a filtraci napájení u každé části řídicí elektroniky zvlášť.

Pro omezení šumu a rušení v napájecím napětí bylo vybráno řešení s toroidním transformátorem (na obrázku 4.3 v levém dolním rohu), protože spínané zdroje vykazují konstrukčně vždy vysokofrekvenční šum, který lze jen obtížně vyhladit filtrací.

Tabulka 4.1: Výstupní napětí (po usměrnění) ze stabilizovaného zdroje.

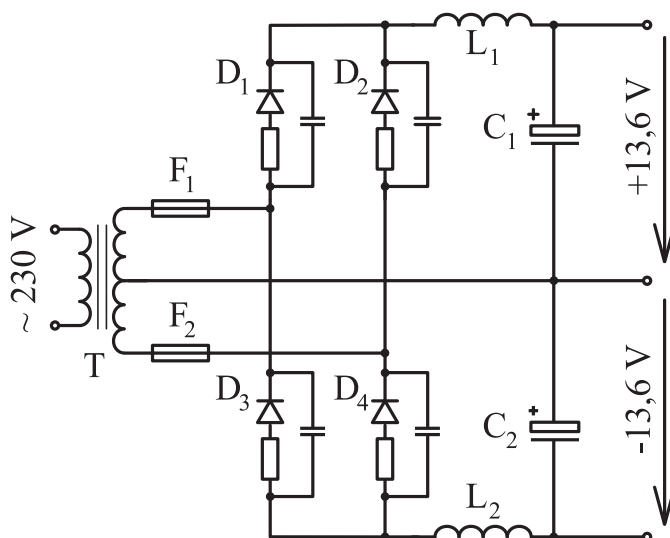
$\pm 240 \text{ V}$	napájení vysokonapěťového zesilovače (řízení skeneru)
$\pm 13,6 \text{ V}$	napájení operačních zesilovačů pro předzesilovače, vysokonapěťový zesilovač, atd.
$+ 12 \text{ V}$	napájení ventilátorů
$+ 5 \text{ V}$	napájení logických obvodů

Toroidní transformátor se skládá ze dvou hlavních cívek. Primární cívka se připojuje do sítě (napájecí napětí 230 V AC). Sekundární cívka se skládá z cívky s dvanácti odbočkami. Každá odbočka odpovídá jinému počtu závitů a tedy jinému elektrickému napětí. Větev s nejvyšším napětím má čtyři různá napětí lišící se přibližně o 8 V (pro kladné i záporné napětí). Tyto větve mají sloužit k preciznějšímu výběru napájecího napětí, protože velikost napětí už není dále upravována jako v ostatních větvích a při zatížení se může mírně změnit.

Střídavý proud vystupující z transformátoru je veden přes tavnou pojistku do usměrňovacího Grätzova můstku. Ten je sestaven ze čtyř diod $D_1 - D_4$, jak je uvedeno na schématu v obrázku 4.2. U každé diody je umístěn sériově rezistor a paralelně kondenzátor. Tato dvojice součástek zajišťuje lepší parametry otevření a zavření diody. Dále je zde LC filtr (L_1, C_1 a L_2, C_2), který vyhlazuje zvlnění napětí [21, Appendix H]. Dále je zde řazen lineární stabilizátor (není ve schématu), který ještě dále napětí filtruje. Na výstupu jsou pak keramické kondenzátory, které mají vykrýt případné indukované napěťové špičky.

Přestože jsou napěťové větve s 13,6 V a 12 V dostatečně potenciálově blízko, nemohou být sloučeny. Rozdělení do dvou větví bylo zvoleno zejména proto, že použité chladičové ventilátory jsou poměrně silným zdrojem rušení. Oddělením se tak omezí pronikání rušení do dalších částí obvodu.

4. VÝVOJ A VÝROBA OVLÁDACÍ ELEKTRONIKY PRO SYSTÉM UHV SPM VUT



Obrázek 4.2: Schematické zapojení usměrňovací části stabilizovaného zdroje

Všechna napětí, která jsou vyvedena na výstupní konektory na zadní straně zdroje, jsou vypsána i s jejich použitím v tabulce 4.1. Výstupem zdroje jsou tři kulaté konektory se shodným rozložením pinů. Z bezpečnostních důvodů je větev s vysokým napětím dostupná pouze v jednom konektoru, který připojuje vysokonapěťový zesilovač. Ve dvou zbylých konektorech není vysoké napětí potřebné, ale může být doplněno. Dále je na zadní straně umístěn šroub M6 sloužící jako společný zemnicí kolík. Všechna zařízení se připojují do tohoto místa a vzniká tak topologické zapojení „do hvězdy“, aby se předešlo vzniku zemních smyček.

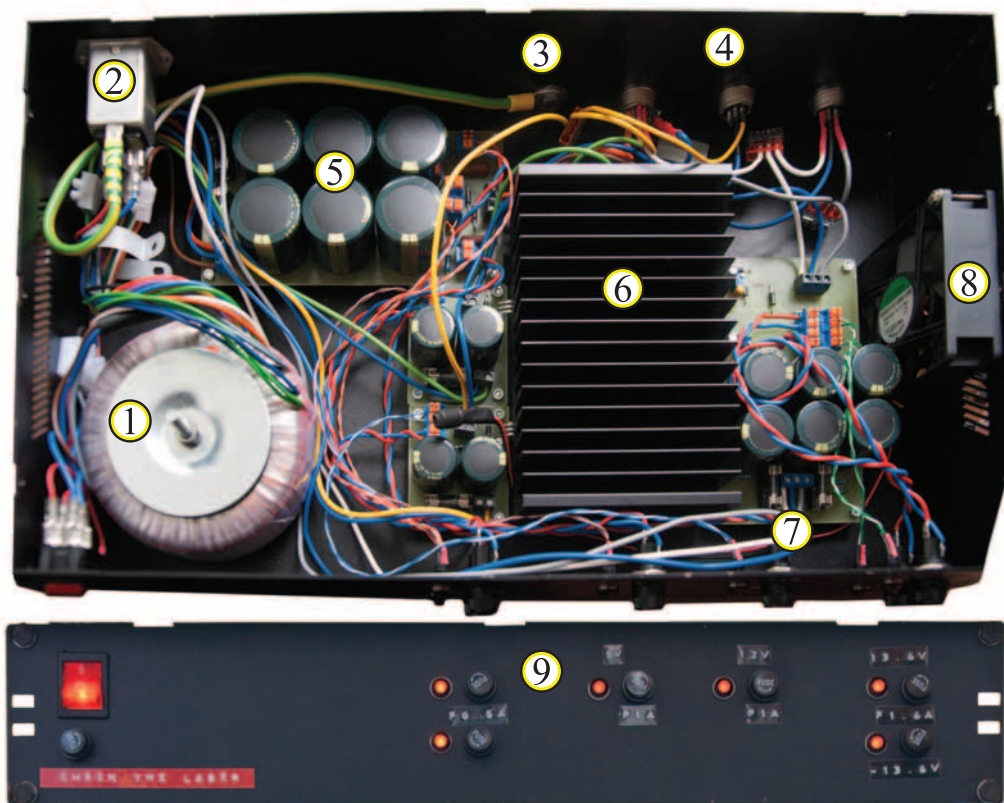
Zdroj obsahuje velké množství paralelně zapojených kondenzátorů a ukládá tak v sobě mnoho energie. Kvůli bezpečnosti byl čelní panel doplněn o kontrolní LED (Light-Emitting Diode - dioda emitující světlo), které pohasnou, jakmile jsou kondenzátory dostatečně vybity a je bezpečné sahat na živé části zdroje napětí. Čelní panel dále obsahuje pouzdra pro tavné pojistky a hlavní vypínač.

4.2. Vysokonapěťový zesilovač pro skener

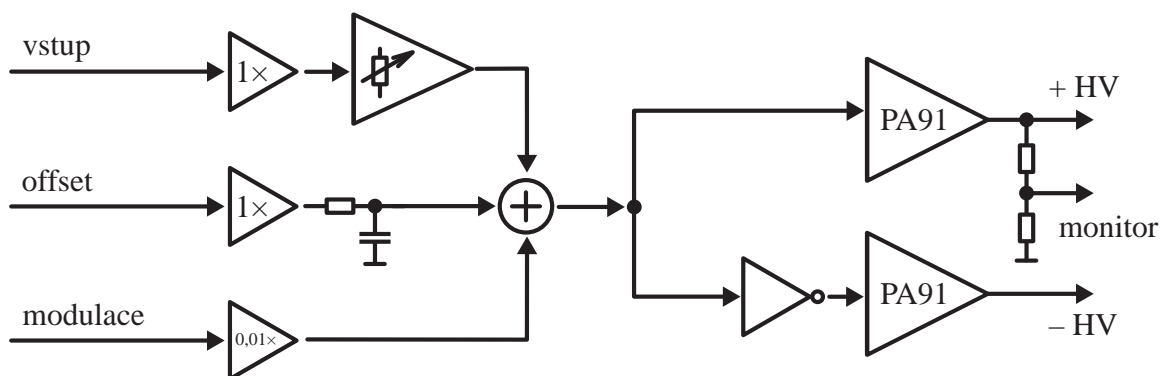
Pro jemné pohyby sondou slouží v tomto mikroskopu piezokeramický trubkový skener (popis v kapitole 3.3.1). Řídící elektronika pro tento typ skeneru proto musí mít tři kanály – pro každou osu jeden.

Hlavní vstup pro ovládací jednotku skeneru je analogový signál v rozsahu ± 10 V. Piezokeramický skener je schopen maximálního, pro něj nedestruktivního protažení, při napětí 350 V. Zjednodušené schéma zapojení jedné osy (zesilovač obsahuje tři) je na obrázku 4.4. Jak je z obrázku patrné, celé zařízení je řešeno analogově. Vstupní signál rozsahu ± 10 V je zesílen na rozsah 240 V a veden na výstupní konektor. Pro rastrování je vhodné, aby elektrické vlastnosti a parametry osy x a osy y byly totožné. Díky tomu nedochází k deformování obrazu. Je proto žádoucí, aby obvody ovládací jednotky byly pro tyto dvě osy shodné.

4.2. VYSOKONAPĚŤOVÝ ZESILOVAČ PRO SKENER



Obrázek 4.3: Vnitřní uspořádání stabilizovaného zdroje vlastní výroby pro řídicí elektroniku a přední panel: (1) Toroidní transformátor, (2) síťový napájecí konektor, (3) zemnicí kolík, (4) výstupní konektory pro připojení dalších částí ovládací elektroniky, (5) filtrační kondenzátory pro vysoké napětí, (6) chladič lineárních stabilizátorů, (7) tavné pojistky na výstupu z primární cívky transformátoru, (8) ventilátor, (9) čelní stěna s pouzdry na tavné pojistky jednotlivých výstupních větví



Obrázek 4.4: Schematický náčrt funkce vysokonapěťového zesilovače pro řízení skeneru. Vyobrazen je modul pro jednu osu

4. VÝVOJ A VÝROBA OVLÁDACÍ ELEKTRONIKY PRO SYSTÉM UHV SPM VUT

Kromě samotného vstupu, který řídí rastrování sondou, je zde k dispozici ještě zvlášť analogový vstup pro offset a modulaci. Všechny tři vstupující signály jsou nejprve zpracovány operačním zesilovačem s diferenciálním vstupem. Případný indukovaný šum v přívodních vodičích by tak měl být potlačen. Hlavní signál vstupující do zesilovače z řídicí jednotky ovládá rastrování. Po zpracování vstupním diferenciálním operačním zesilovačem je zesilován druhým stupněm s volitelným zesílením. Podle velikosti snímaného pole je nastaveno zesílení právě tak, aby byl v co nejvyšší míře využit rozsah možného vstupujícího napětí (± 10 V).

V případě, že řídicí jednotka generuje pro rastrování signál s nižší amplitudou, nevyužívá celého svého bitového rozsahu a po zesílení může již být vidět diskrétní povaha signálu. Uveďme příklad dané situace, pro bližší pochopení – uživatel snímá povrch atomárně rovného vzorku. Při fixním zesílení $10\text{ V} \approx 240\text{ V}$, tj. zesílení $24\times$ není možné rozlišit 16bitovým převodníkem menší napětí na ose z , než 7 mV . Díky proměnnému zesílení je možné řídicí jednotkou generovat vyšší napětí, ovládací jednotku nastavit na nižší zesílení a tím získá vyšší rozlišení.

Obdobná situace může nastat v okamžiku, kdy uživatel nastaví snímání malé plochy v rohu rozsahu skeneru. Zesílení zde není možné, protože skener se nepohybuje kolem nuly a velká část řídicího signálu je použita pro vyosení skeneru. Pro tento případ je použit signál *offset*, který taktéž generuje řídicí jednotka a ve vysokonapěťovém zesilovači (tj. ovládací jednotce skeneru) je offset přičten k rastrovacímu signálu, který tak může být generován kolem nuly a zesílen.

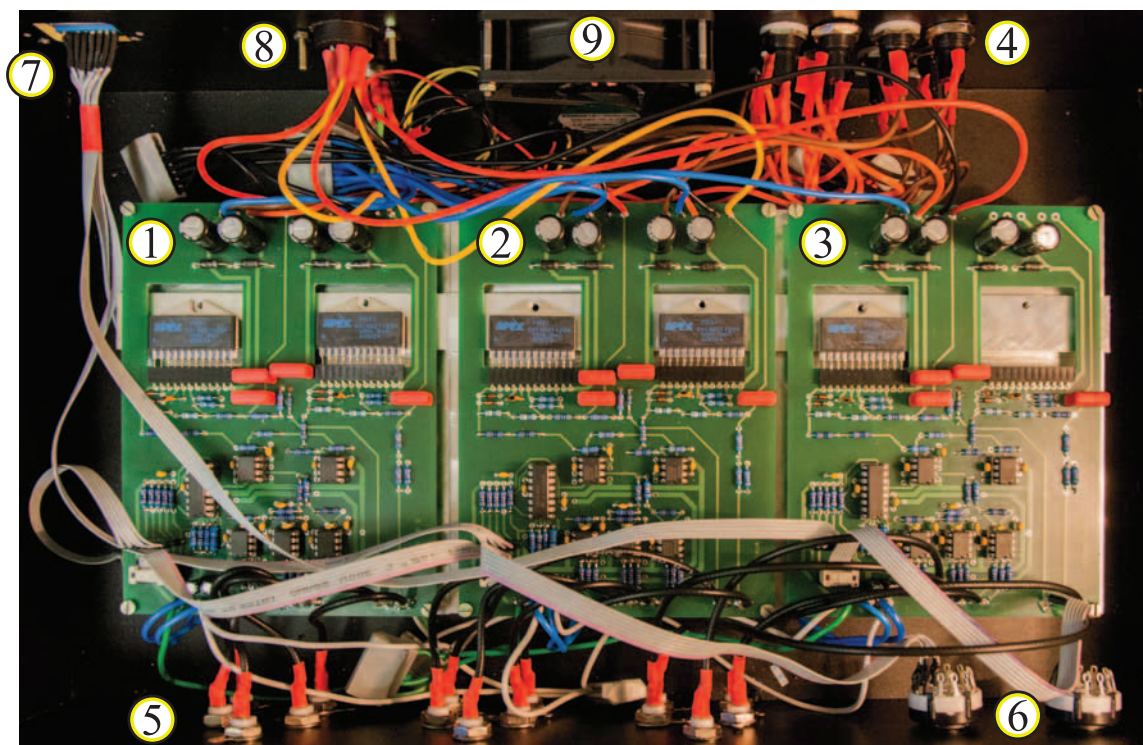
Signál offset tvoří pouze stejnosměrný signál. V případě využití offsetu v ose z je ke kompenzaci náklonu vstupem trojúhelníkový signál s frekvencí nejvýše v jednotkách hertz. Proto můžeme tento kanál silně filtrovat a zamezit tak indukovanému rušení do přívodních vodičů. V tomto případě je použit RC článek s časovou konstantou $250\ \mu\text{s}$.

Třetí vstupující signál je modulační. Tento kanál se nepoužívá běžně. Je vhodný zejména pro osu z , kde je možné pohyb sondy modulovat například sinusovým signálem a vyčítání prohnutí raménka provádět pomocí *lock-in* zesilovače. Protože se jedná vždy o modulační signály o nízkém napětí, je na vstupu voleno zesílení $0,01\times$.

Všechny tři vstupující signály jsou pomocí sumačního zapojení operačního zesilovače sečteny a vstupují do další části obvodu. Pro zesílení na vysoké napětí jsou použity operační zesilovače firmy Apex Microtechnology PA91, které mají maximální napájecí napětí až 450 V . Piezokeramický trubkový skener se do stran vychyluje pomocí symetrického napětí přiloženého na protilehlé elektrody. Proto je potřeba vytvořit jak signál o stejné polaritě jako je vstup, ale i signál přesně opačný. Před druhým operačním zesilovačem PA91 je proto umístěn opět běžný operační zesilovač OP27, který signál invertuje. U kladné větve² je dále dělič napětí s poměrem $100 : 1$, jehož výstup slouží jako monitorovací signál. Stonásobné snížení je zde voleno z bezpečnostních důvodů. Uživatel nemusí mít obavy ze zničení multimetru nebo osciloskopu vysokým napětím. Protože osa z není napájena symetricky jako zbylé dvě osy a je na trubkovém skeneru ovládána jednou elektrodou, nemusíme na modulu pro tuto osu osadit oba dva vysokonapěťové zesilovače PA91. Vzhledem k ceně ($\$200$ za kus) jde o značnou úsporu.

²V tomto případě označení *kladná větev* znamená, že jde o větev, kde má signál stejnou polaritu jako signál vstupující. Oba signály však mohou být i záporné.

4.3. ZESILOVAČ PRO ZPRACOVÁNÍ SIGNÁLU Z PSD



Obrázek 4.5: Pohled na vnitřní uspořádání vysokonapěťového zesilovače vlastní výroby: (1) Modul pro osu x , (2) modul pro osu y , (3) modul pro osu z s chybějícím záporným zesilovačem PA91, (4) pouzdra tavných pojistek, čelní strana: (5) BNC konektory a (6) otočné přepínače pro volbu zesílení, (7) digitální konektor pro spojení s řídicí jednotkou, (8) výstupní a napájecí konektor (pod sebou), (9) ventilátor

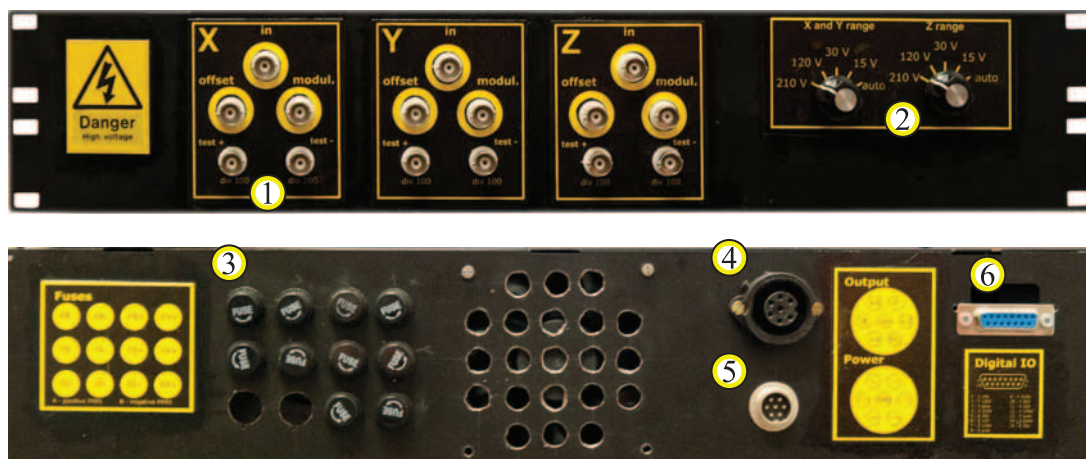
Vnitřní uspořádání vysokonapěťového zesilovače je na obrázku 4.5. Tři moduly (1, 2 a 3) pro jednotlivé osy jsou umístěny na hliníkovém chladiči. Ten je dále chlazen ventilátorem. Z testování vyplynulo, že za běžných teplot (nepřekračujících $25\text{ }^{\circ}\text{C}$) lze ventilátor vypnout, a vyřadit tak jeden ze zdrojů elektrického rušení. Při dlouhodobém provozu se teplota hliníkového chladiče ustálila na teplotě $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Kromě mechanických rotačních přepínačů na volbu zesílení je možné připojit zesilovač k řídicí jednotce či k počítači. Jedna z poloh přepínačů umožňuje volbu *auto*. To znamená, že při výběru této možnosti je zesílení voleno uzemněním patřičného kontaktu v konektoru na zadní straně krabice (obrázek 4.6).

4.3. Zesilovač pro zpracování signálu z PSD

Konstrukce mikroskopu počítá se systémem odměřování výchylky pomocí pozičně citlivé diody a laserového svazku, který se odráží od raménka. Schéma systému je zobrazeno na obrázku 4.7. Světlo z laseru je přes zrcátko směrováno na raménko. Odraz je veden opět přes zrcátko na detekční diodu (Position Sensitive Diode – PSD). Jde o čtyři samostatné fotodiody, které jsou umístěny v jednom pouzdře. Podle signálu na jednotlivých

4. VÝVOJ A VÝROBA OVLÁDACÍ ELEKTRONIKY PRO SYSTÉM UHV SPM VUT



Obrázek 4.6: Pohled na přední (nahore) a zadní stěnu přístrojové krabice navrženého vysokonapěťového zesilovače: (1) Vstupy a monitorovací výstupy, (2) přepínače zesílení, (3) pojistková pouzdra, (4) konektor ke skeneru, (5) napájecí konektor, (6) konektor pro digitální ovládání zesílení

diodách jsme schopni rozpoznat, do které části laserový svazek svítí, a získat tak informaci o prohnutí raménka.

Signálem z fotodiody je elektrický proud v řádu mikroampér. Ten je potřeba zesílit a převést na napěťový signál. K tomu slouží transimpedanční zesilovač (více v odstavci 3.1.4). Pro další zpracování řídicí jednotkou je vhodné tyto signály dále upravit. Předpokládejme, že stopa laseru se na PSD v obrázku 4.7 při volném prohýbání raménka pohybuje nahoru a dolů. Abychom byli schopni eliminovat situaci, kdy tento pohyb nejde přesně středem pole fotodiod a není přesně kolmý, musí být signál zpracován tak, že se pro sousední fotodiody (ve vodorovném směru) sečte. Rozdíl těchto dvou součtů pak eliminuje různé intenzity laseru během jeho životnosti. Tím tedy získáváme pro jednotlivé signály vztah

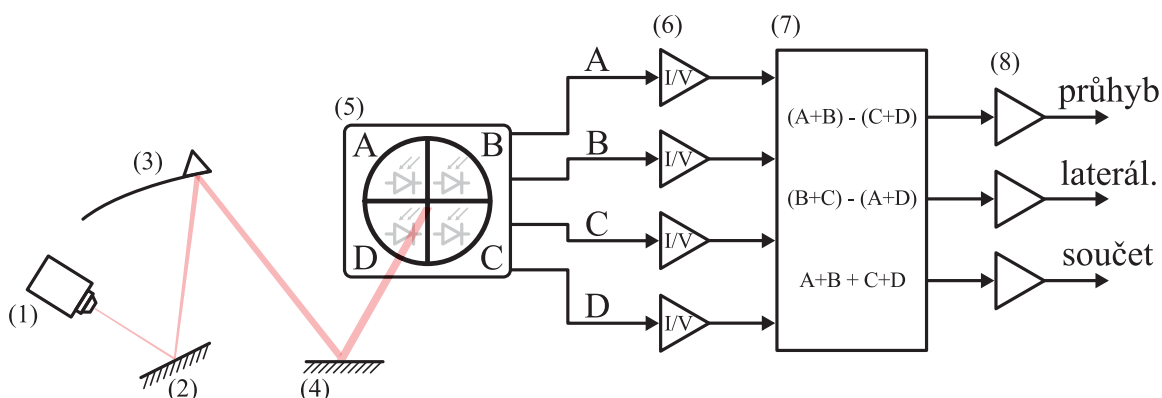
$$(A + B) - (C + D), \quad (4.1)$$

který nám udává míru průhybu raménka, a získáváme tak informaci o topografii vzorku. Dále můžeme získat signál pro mapování laterálních sil. Jestliže jsme v předchozím případě řešili pohyb stopy laseru ve svislém směru, pro laterální síly je zapotřebí získat pohyb stopy ve vodorovném směru na PSD. Ze stejných důvodů jako pro průhyb raménka nejdříve signál ze sousedních buněk sečteme a pak spočteme rozdíl jejich součtů:

$$(B + C) - (A + D). \quad (4.2)$$

Mikroskopie laterálních sil se však týká jenom kontaktního AFM. Pohyb raménka si lze představit jako zkřut plochého nosníku. Při rastrování ve směru kolmém na podélnou osu raménka se raménko zkroutí podle míry tření mezi povrchem a hrotem. Velikost tření se může lišit podle materiálu, ze kterého je v daném místě povrch vzorku. Pomocí této metody jsme tedy schopni detekovat změny materiálu na povrchu vzorku.

4.4. ŘÍDICÍ JEDNOTKA A OVLÁDACÍ SOFTWARE



Obrázek 4.7: Schema systému pracujícího na principu odrazu laserového svazku: (1) Polovodičový laser, (2),(4) zrcátka na rotačních manipulátorech, (3) raménko AFM, (5) detekční fotodioda, (6) převodník proud/napětí, (7) sestava operačních zesilovačů provádějící uvedené operace, (8) proudové posílení signálů

Další signál, který zaznamenáváme, je součet signálu ze všech čtyř diod. Můžeme tak porovnat sílu signálu, která kolísá například kvůli stabilitě a stáří laseru. V případě řízení konstantním proudem optický výkon laseru v čase klesá. velikost detekovaného signálu se může také měnit podle použitého raménka (velikost odrazné plochy, kvalita a materiál povrchu).

Laserové diody jsou velmi kompaktní a nevyžadují ke své funkci vysoké napětí jako plynové lasery. Jsou však velmi citlivé na kolísání signálu a jejich světelný výkon se mění s teplotou a se stářím diody. Z toho důvodu je spolu s laserovou diodou ve stejném pouzdře i kontrolní fotodioda, která monitoruje světelný výkon a umožňuje jeho regulaci. Proto je součástí zesilovače i obvod (tzv. driver), který napájí laserovou diodu takovým proudem, který zajistí konstantní světelný výkon. Nevýhodou tohoto řízení je pak nižší životnost laserové diody. Obvod se pak dostává do smyčky s kladnou zpětnou vazbou. Když stáří poklesne světelný výkon, řídicí obvod zvýší napětí tak, aby laserovou diodou tekla větší proud a získal tak opět stejný světelný výkon. Větší proud diodu více zahřívá a snižuje tak její životnost.

Ne vždy je výhodné mít dlouhodobě konstantní optický výkon. V ultravakuové aparatuře může výměna laserové diody trvat kvůli procesu zavzdušnění a čerpání i více než týden. Z toho důvodu je na krabici přepínač jednotlivých režimů – konstantní napětí nebo konstantní optický výkon.

Veškeré obvody jsou umístěny v pevné duralové krabici, která zajistí dostatečné elektrické stínění. Přímou na krabici je umístěn konektor, který krabici drží přímo ve vakuové průchodce a signál tak není veden dlouhými kabely, kde by hrozilo větší zarušení.

4.4. Řídicí jednotka a ovládací software

Byla zvolena cesta využití tzv. otevřeného softwaru (*open-source*). Umožňuje další úpravy a modifikace, což je pro vývoj mikroskopů užitečné. Tento software (a celý projekt) se

4. VÝVOJ A VÝROBA OVLÁDACÍ ELEKTRONIKY PRO SYSTÉM UHV SPM VUT



Obrázek 4.8: Předzesilovač pro polohově citlivou diodu (PSD)

jmenuje GXSM (Gnome X Scanning Microscopy) a jeho autorem je Percy Zahl [22]. Vývoj programu započal v roce 1994 v rámci diplomové práce P. Zahla a pokračuje doposud.

Vývoj vlastní řídicí jednotky byl zavržen z důvodu velké časové náročnosti a problematického dalšího vývoje. Kanadská firma Soft DB vyrábí jednotku MK2–A810, která obsahuje procesor pro zpracování signálu (DSP) a programovatelné hradlové pole (FPGA). Toto zařízení bylo vyvinuto ve spolupráci s autorem projektu GXSM. Firmware pro tuto jednotku je volně dostupný. Pro rastrování je zde k dispozici šest výstupů (hlavní rastrovací signál a signál pro offset), dále dva analogové výstupy, které mohou sloužit k aplikaci předpětí na vzorek (například pro STM). Pro záznam dat jednotka disponuje osmi analogovými vstupy, z nichž první čtyři mohou sloužit jako vstup pro zpětnovazební řízení. Ze zadní strany jsou vyvedeny dva konektory se šestnácti vstupně–výstupními porty.

Spojení s počítačem je realizováno sběrnicí USB. V počítači běží desktopová část programu GXSM. Pro ovládání mikroskopu je součástí programu abstraktní vrstva. Ta vyžaduje rozhraní pro komunikaci s konkrétním typem hardware (*hardware interface*). Tato softwarová architektura zajišťuje poměrně jednoduchý způsob, jak desktopovou aplikaci propojit s libovolným (i vlastním) hardwarem. Firma Soft DB nabízí i novější jednotku MK3-PLL, která umožňuje i použití pro bezkontaktní měření pro frekvence do 75 kHz. Pro navrhovaný mikroskop je varianta MK2–A810 plně postačující a navíc za poloviční náklady oproti verzi se smyčkou fázového závěsu (PLL).

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

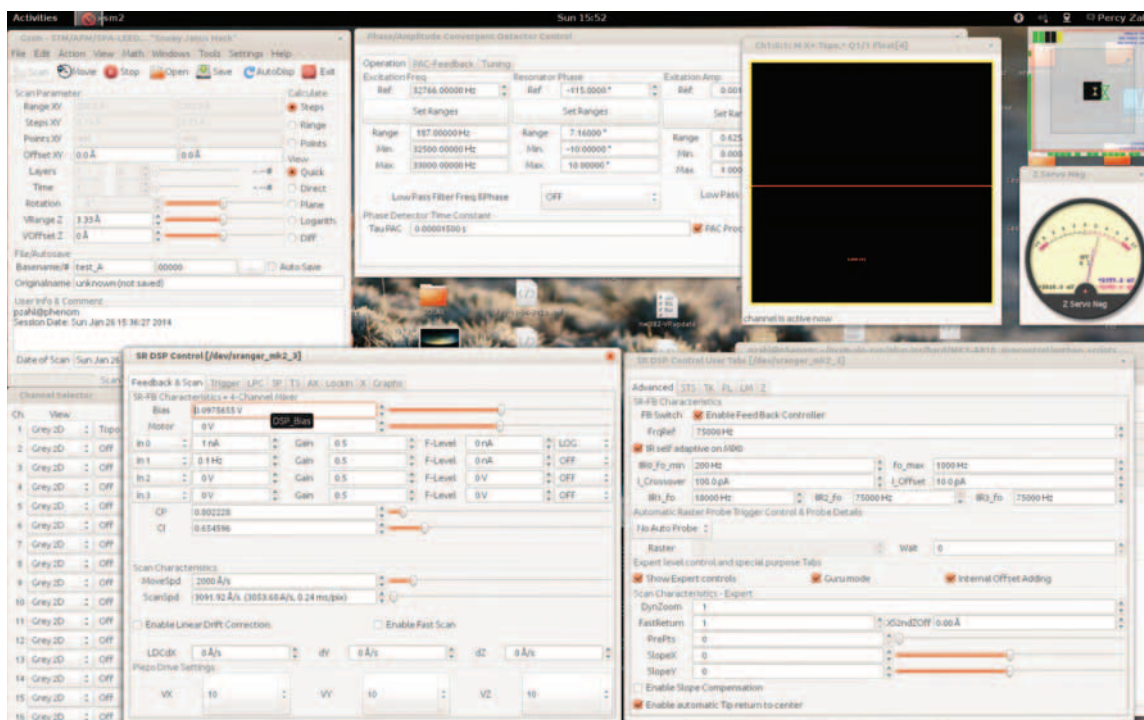
Aplikace umožňuje veškerá nastavení nutná pro měření se sondovými mikroskopy – velikost snímané oblasti, navigace po vzorku, nastavení zpětné vazby, atd. (obrázek 4.10).

Kromě uvedených standardních nastavení a úkonů umožňuje GXSM tvorbu skriptů a měření tak zautomatizovat. Tento modul se jmenuje *PyRemote* (Python – Remote) a

4.4. ŘÍDICÍ JEDNOTKA A OVLÁDACÍ SOFTWARE



Obrázek 4.9: Řídicí jednotka MK2–A810 firmy Soft DB. Zdroj: <http://www.softdb.com/spm-products.php>



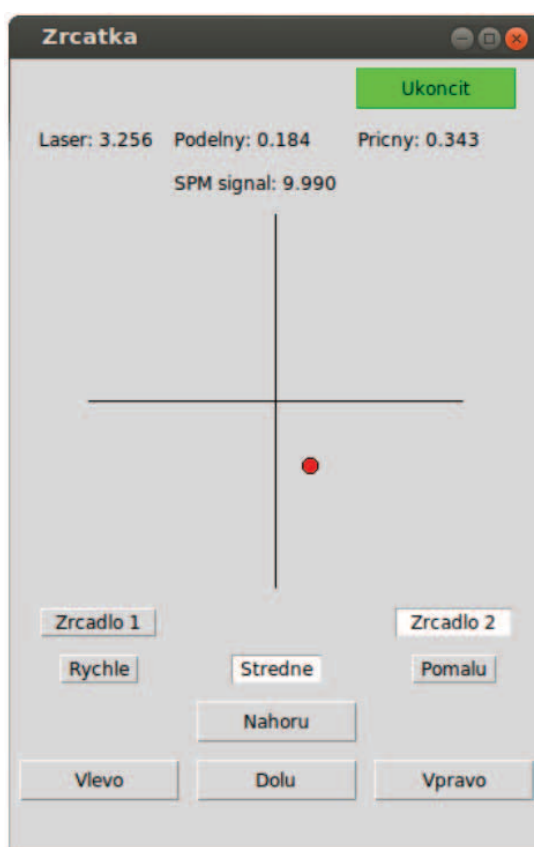
Obrázek 4.10: Náhled na hlavní ovládací prvky programu GXSM

umožňuje například provedení silové spektroskopie v předem definovaných bodech pro různá nastavení předpětí na vzorku či hrotu.

Další možnost automatizace představuje přímá komunikace počítače s řídicí jednotkou MK2–A810. Program v počítači k řídicí jednotce přistupuje tak, že čte nebo zapisuje do virtuálního souboru. Komunikaci přes USB realizuje operační systém. Mimo desktopovou aplikaci GXSM může k tomuto virtuálnímu souboru přistupovat další libovolný program. Tohoto faktu využívá skript v jazyce Python, který zajišťuje automatizované přiblížení hrotu k povrchu vzorku. Musí totiž komunikovat s řídicí jednotkou kvůli detekci aktuální výchylky raménka i se systémem pro hrubý posuv (detailněji popsán v odstavci 3.3.3).

Nutno zmínit, že za tuto míru volnosti zaplatí uživatel nepříliš vysokou mírou uživatelské přívětivosti. Tento software vznikl pro vědeckou práci a není vhodný pro méně zkušené uživatele.

4. VÝVOJ A VÝROBA OVLÁDACÍ ELEKTRONIKY PRO SYSTÉM UHV SPM VUT



Obrázek 4.11: Uživatelské rozhraní skriptu usnadňujícího nastavení pozice stopy laseru na detekční diodě

V rámci těchto úprav byl vyměněn makroposuv *inchworm* za manipulátor vlastní výroby³. Z toho důvodu musel být nahrazen program pro automatický příjezd hrotu ke vzorku. Ovládací elektronika makroposuvu komunikuje přes sériovou sběrnici (RS-232). Vytvořený skript určený pro automatický příjezd tak provádí celou sekvenci popsanou v odstavci 3.3.3. Počítač je přes sériový port připojen k ovládací elektronice makroposuvu, a posílá mu pokyn o požadovaném množství kroků. Skript dále ovládá skener pomocí posílání příkazů přímo řídicí jednotce. Protažení a zkrácení je realizováno pomocí změny parametrů zpětné vazby. Ve všech krocích přibližovacího procesu je totiž zpětná vazba zapnutá, v okamžiku přiblížení k povrchu ihned zareaguje a nedojde tak k poškození vzorku, hrotu či raménka.

Druhý skript, který bylo potřeba vytvořit, umožňuje přesně nasměrovat stopu laseru na raménko a na následně na detekční diodu. Výstupem ze zesilovače, který byl popsán v odstavci 4.9, jsou tři analogové signály (průhyb raménka, laterální zkroucení raménka a síla signálu, tj. jas). Tyto signály digitalizuje řídicí jednotka a předává jejich velikost do počítače. Je však velmi praktické vidět, v jaké části detekční diody se stopa laseru nachází. Proto vznikl skript, který podle tří vstupujících signálů vykreslí zvětšený náčrt detekční fotodiody a pozici stopy laseru (obrázek 4.11). Dále jsou zde všechny tři signály

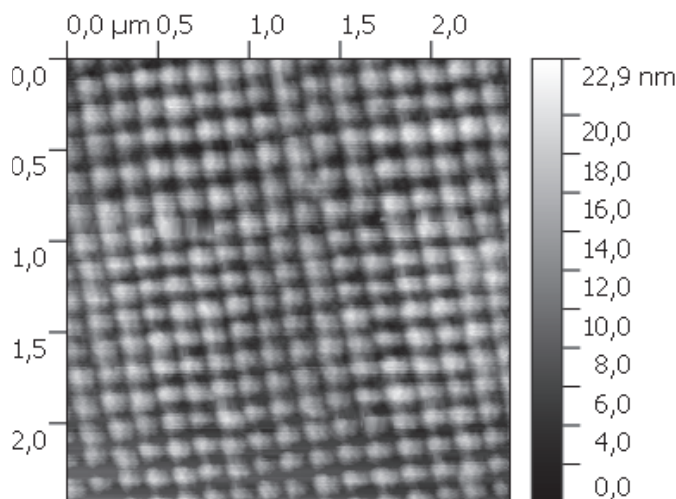
³Na vývoji tohoto manipulátoru pracovali Ing. Michal Pavera a Ing. Zdeněk Nováček.

4.5. MĚŘENÍ A VÝSLEDKY

(z obrázku 4.7) vypsaný a uživateli je umožněno ovládat rotační manipulátory se zrcátky pro nastavení laseru na raménko.

4.5. Měření a výsledky

Po sestavení všech výše zmíněných prvků došlo k testování mikroskopu, ladění jednotlivých součástí a ke kalibraci skeneru. Ke kalibraci byla použita kalibrační zlatá mřížka s periodou 200 nm. Výsledky měření jsou na obrázku 4.13. Pro srovnání je na obrázku 4.12 výsledek měření s původní řídicí jednotkou a ovládacím softwarem. Původní řídicí jednotka disponovala menším rozlišením analogovo–digitálního převodníku pro záznam měřených dat i digitálně–analogových převodníků pro řízení rastrování. Nová řídicí jednotka používá pro oba tyto převody šestnáctibitové převodníky. V obrazu je tak možné rozlišit více detailů. Další zvýšení citlivosti bylo dosaženo například pomocí změny zesílení vysokonapěťového zesilovače, ovládacího skeneru.



Obrázek 4.12: Topografie zlaté kalibrační mřížky snímané s původní ovládací elektronikou a řídicím softwarem

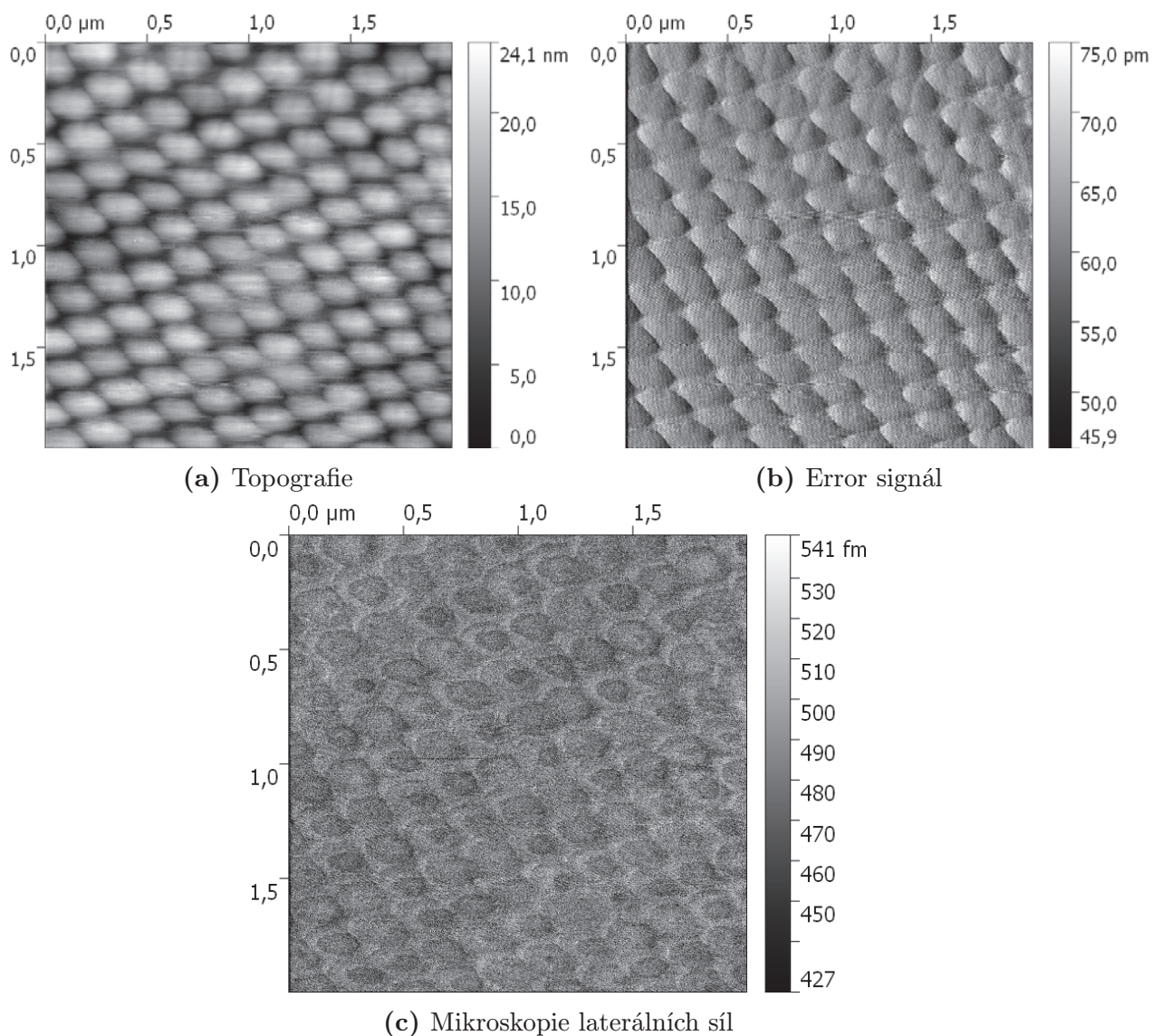
Hlavním přínosem provedených úprav na ovládací elektronice a ovládacího software, je otevřenost systému pro další změny a modifikace. Modulární řešení ovládací elektroniky umožňuje výměnu či úpravu libovolného samostatného prvku. Dalším přínosem je simultánní měření až osmi signálů. Například pro kontaktní AFM je zaznamenán, kromě topografie, i *error signál* a informace o zkrutu raménka (laterální síly).

Znalosti a zkušenosti získané realizací tohoto projektu byly dále uplatněny pro vývoj a výrobu druhé verze stabilizovaného zdroje a vysokonapěťového zesilovače, jež jsou použity u nízkoteplotního ultravakuového rastrovacího tunelového mikroskopu (Variable Temperature Ultra–High Vacuum Scanning Tunneling Microscope – VT UHV STM), který byl na Ústavu fyzikálního inženýrství vyvíjen v rámci diplomové práce Tomáše Daa [27] a bakalářské práce Antonína Sojky [28] – pod vedením Ing. Michala Pavery.

Dále zde byl po úpravách využit skript pro automatické přiblížení k povrchu vzorku, popsáný v části 4.4. V mikroskopu VT UHV STM byl pro makroposuv použit systém

4. VÝVOJ A VÝROBA OVLÁDACÍ ELEKTRONIKY PRO SYSTÉM UHV SPM VUT

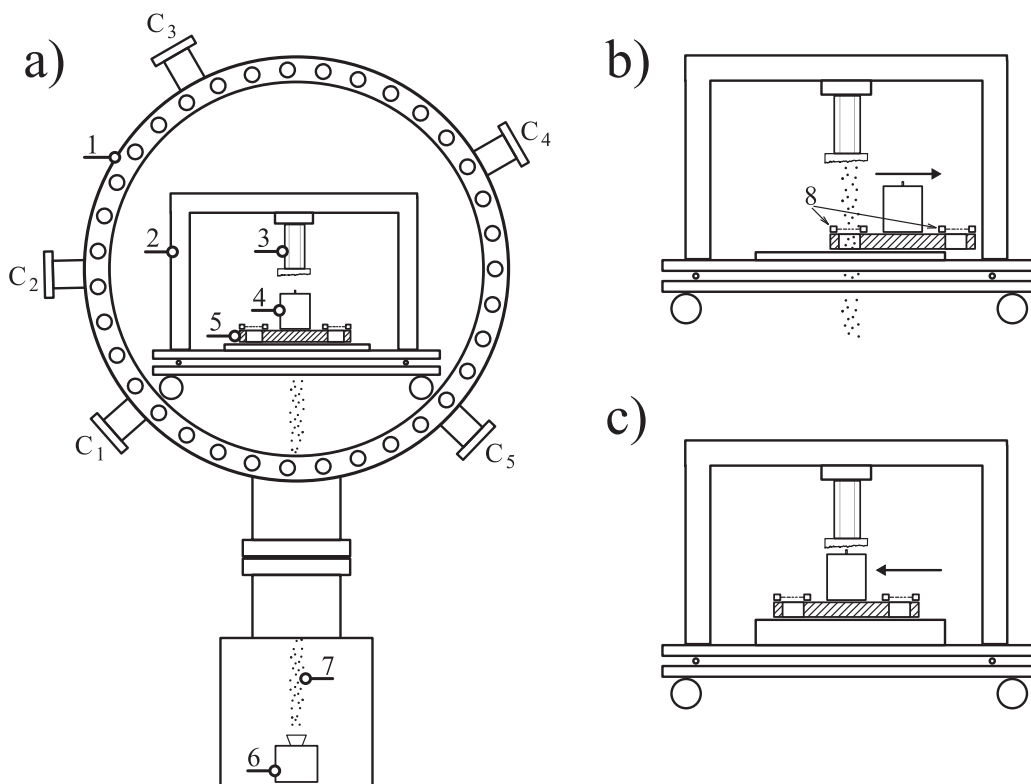
firmy Attocube s odměřováním polohy a samostatným kontrolerem, který komunikuje přes USB.



Obrázek 4.13: Zlatá kalibrační mřížka s periodou 200 nm měřená s novým vybavením – řídicí jednotkou, ovládací elektronikou a soft-warem GXSM

5. Implementace interferometrického odměřování v systému Nanostencil

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



Obrázek 5.1: Schéma systému *Nanostencil*: a) Přehledové schéma, b) pozice pro výrobu struktur, c) pozice pro analýzu povrchu. 1) UHV komora, 2) nosný rám, 3) piezokeramický skener, 4) držák hrotu AFM, 5) tříosý manipulátor a nosič masek pro Molecular Beam Epitaxy – MBE a držáku hrotu AFM, 6) efúzní cela MBE, 7) naznačení trasy materiálu z MBE, 8) masky pro MBE

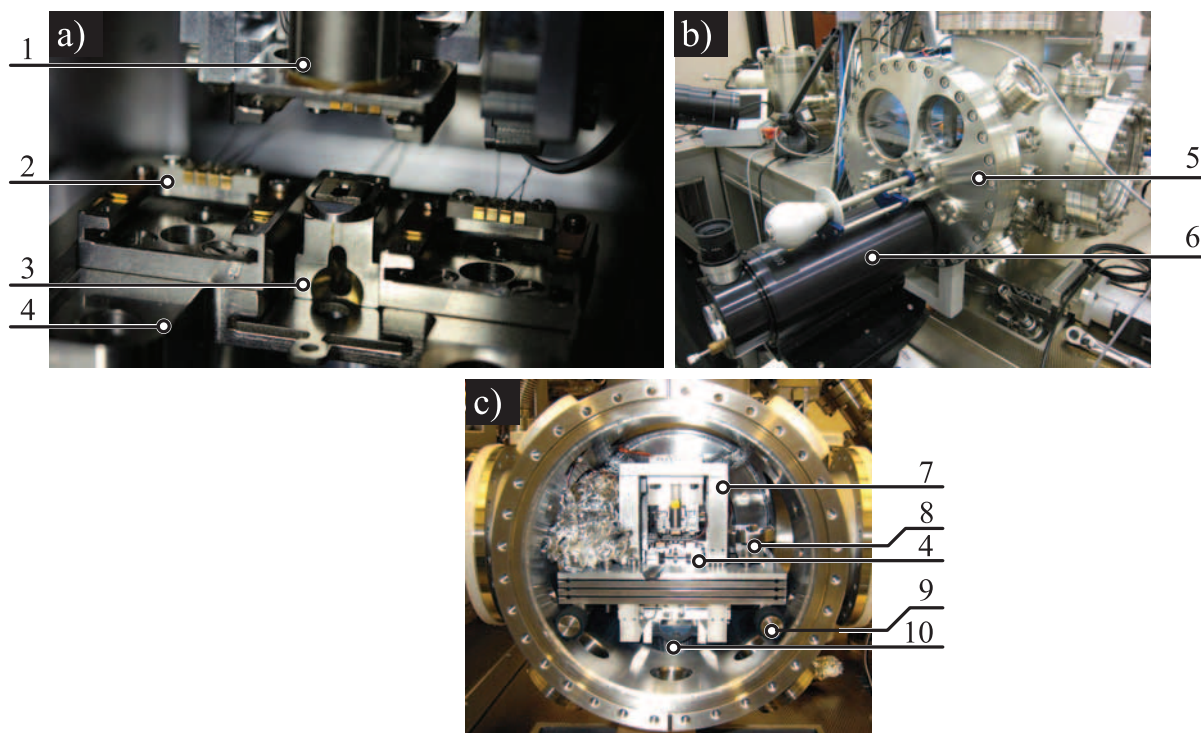
Topologie systému *Nanostencil* je znázorněna na obrázku 5.1. Systém se sestává z UHV komory s vakuovými průchodkami s elektrickými konektory typu D-Sub (C_{1-5}) a systémem pro epitaxní molekulární růst tenkých vrstev (Molecular Beam Epitaxy – MBE). Uvnitř UHV komory je umístěn na tlumících vitonových kroužcích rám. Na horní části rámu je umístěn piezokeramický trubkový skener s držákem paletky na vzorky (systém

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

Omicron²). Ve spodní části je instalován tříosý manipulátor firmy nPoint, na němž je umístěna AFM hlava a dva držáky na masky pro MBE (obrázek 5.1a). AFM hlava i masky pro MBE jsou opět na transportních paletkách firmy Omicron.

Výroba struktur probíhá pomocí masek. Masku představuje struktura vyrobená pomocí fokusovaného iontového svazku. V místech, kde je v maskách odebrán materiál, je umožněn průchod částicím z MBE na vzorek. Na povrch vzorku se tak přenesou struktura masky. Před započítím výroby je vybraná maska přesunuta do patřičné polohy tříosým manipulátorem (obrázek 5.1b). Po vytvoření struktury dochází opět k přesunu držáku paletek tak, aby pod vzorkem byl držák sondy (obrázek 5.1c). Poté proběhne pořízení snímku povrchu a jeho analýze. V případě potřeby se celý postup opakuje.

Na hlavní přírubě UHV komory (obrázek 5.2 b) je kromě mechanického manipulátoru i optický mikroskop Quesar QM100. Ten napomáhá uživateli k přesnému sesazení masky MBE a vzorku – uživatel tak má optickou kontrolu, kde dojde k vytvoření struktury. Protože sesazení musí být provedeno ve svislé ose, je ve spodní části umístěno zrcátko, které obraz odráží do hlavní příruby.



Obrázek 5.2: Systém *Nanostencil*: a) Detailní náhled na nosič masek pro MBE a držáku sondy, b) UHV aparatura, c) pohled do UHV komory se systémem *Nanostencil* (3D model). 1) Skener, 2) držák paletek pro masky MBE, 3) držák sondy, 4) tříosý manipulátor, 5) hlavní příruba pro přístup k systému, 6) mikroskop pro správné nastavení pozice masky MBE vůči vzorku, 7) rám, 8) karusel – zásobník paletek, 9) tlumící kroužky, 10) zrcátko

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

5. IMPLEMENTACE INTERFEROMETRICKÉHO ODMĚŘOVÁNÍ V SYSTÉMU NANOSTENCIL

UHV komora systému *Nanostencil* je umístěna v sestavě spolu s přípravnou komorou a další analytickou komorou, která je vybavená rastrovacím elektronovým mikroskopem. Je však velmi nepraktické po každém použití MBE vzorek transportovat do sousedních komor pro jeho analýzu. Vzorek může být v sousedních komorách kontaminován a proto díky AFM umístěném ve stejné komoře na společném manipulátoru se výroba a analýza struktur velmi zjednodušuje.

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

5.1. Mikroskop atomárních sil systému Nanostencil

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

Držák sondy (obrázek 5.3) byl navržen tak, aby mohl být umístěn na standardní transportní paletce, které jsou používány v systémech firmy Omicron. K připojení optického vlákna je v těle držáku vlepen standardní konektor typu FC/APC. Z něj je přivedeno vlákno volným obloukem do zadní části k raménku s hrotem, kde je přilepeno k tělu držáku. Tato horní část je příčně naříznuta, aby bylo možné mírně deformovat geometrii těla držáku pomocí stavěcích šroubů, a měnit tak vzdálenost konce optického vlákna a raménka sondy. Princip nastavení vzdálenosti je zřejmý z obrázku 5.3 b). Pro nastavení vzdálenosti jsou zde tři šrouby, dva odtláčecí a prostřední přitahující spodní část těla.

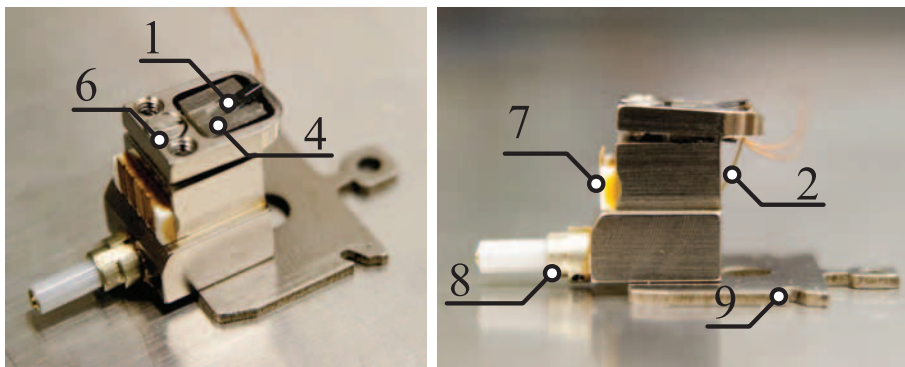
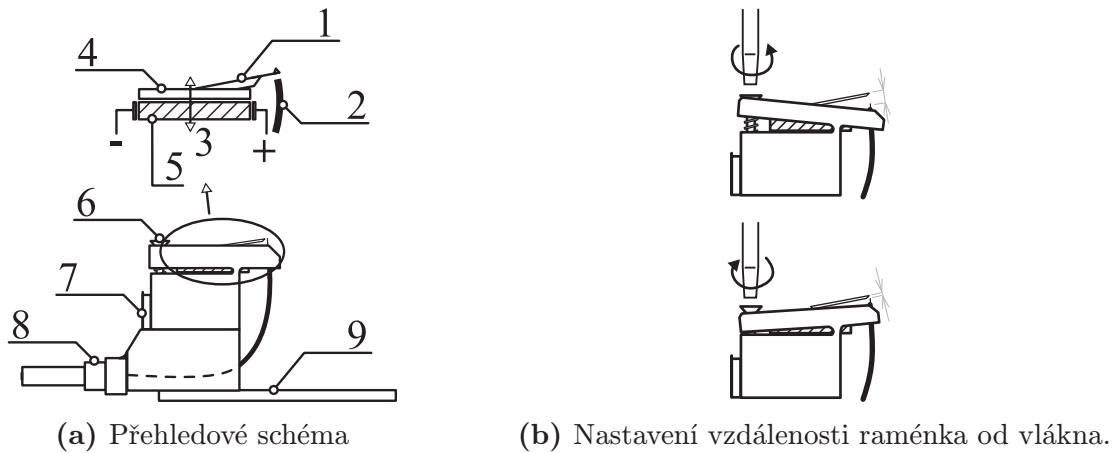
Po zasunutí paletky do držáku v manipulátoru (pozice 3 v obrázku 5.2) dojde zároveň i k dosednutí pružinových kontaktů na kontaktní plošky 7 (obrázek 5.3). Na tyto kontakty je přivedeno elektrické napětí pro excitační piezo³, které slouží pro vybuzení oscilací v raménku, a pro sondu. Čtvrtý kontakt zůstal prozatím nevyužit.

5.2. Příprava a kompletace držáku sondy

První částí autorovy práce na tomto projektu bylo držák sondy sestavit a vyřešit problém s umístěním konektoru s optickým vláknem. Samotné optické vlákno má průměr 150 μm , s ochranným kevlarovým krytím pak 250 μm . Před zakrácením skleněného jádra musí být toto kevlarové krytí odstraněno. Na odstranění výrobce doporučuje používat kleště *T06A13* firmy ThorLabs. Během odstraňování je nutné působit na vlákno tahem v jeho ose. V těle držáku sondy je vlákno ohnuto, a proto je vhodné odstranění krytí provést před samotným zavedením vlákna do držáku. Dále je nutné během instalace dodržet minimální přípustný poloměr oblouku optického vlákna. Porušením této podmínky dojde k optickému vyvedení signálu z vlákna, které vede ke snížení velikosti signálu, případně až k jeho úplné ztrátě.

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

5.2. PŘÍPRAVA A KOMPLETACE DRŽÁKU SONDY

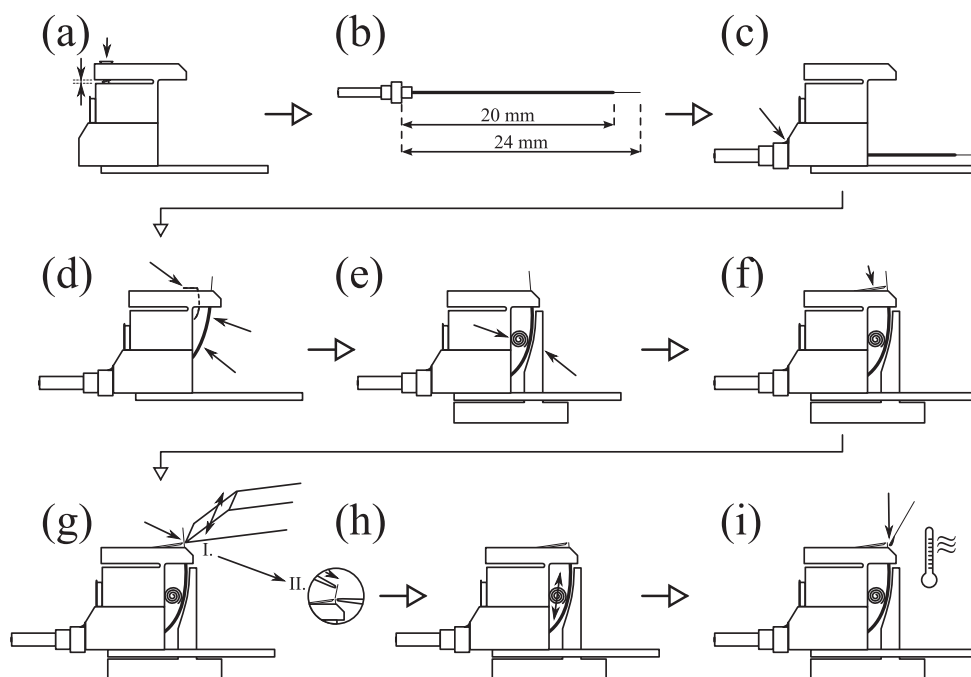


Obrázek 5.3: Držák sondy AFM v systému *Nanostencil*. 1) Nosič raménka a raménko s hrotem, 2) optické vlákno, 3) směr excitace, 4) destička pro upevnění hrotu, 5) excitační piezo, 6) stavící šrouby, 7) elektrické kontakty, 8) konektor pro optické vlákno, 9) transportní paletka Omicron

Pokud se neopatrnou manipulací konec optického vlákna ulomí, musí dojít k výměně včetně konektoru. Aby bylo možné výše uvedené podmínky instalace splnit, byl řešitelem disertační práce navržen postup instalace nového konektoru s optickým vláknem. Vzniklý manuál je na obrázku 5.4.

Nejprve je nutné pomocí stavěcích šroubů nastavit horní část do výchozí polohy (5.4a). Konektory FC/APC distribuuje firma DMI s optickým vláknem dlouhým 4 cm, toto vlákno je nutné zbavit ochranné kaptonové vrstvy, zkrátit (b) a konektor přilepit k tělu držáku (c). K lepení je využito epoxydové lepidlo EPO-TEK H20e, které lze aplikací vysoké teploty (nejméně 350 °C) opětovně uvolnit, čímž je možné vyměnit konektor s optickým vláknem opakovaně. V dalším kroku (d) musí být vlákno vsunuto do horní části, do které bude později vlepeno. Aby byl zajištěn správný úhel vlákna – kolmo k raménku, byl vytvořen plastový přípravek, který z vnější strany vlákno podepře a podrží jej během lepení (e). Pomocí papírové ruličky je vlákno přitlačeno k plastovému přípravku a pohybem ruličky nahoru a dolů může uživatel upravit délku vlákna (f). V dalším kroku (g) je potřeba konec vlákna zkrátit tak, aby na jeho konci byl hladký a opticky čistý

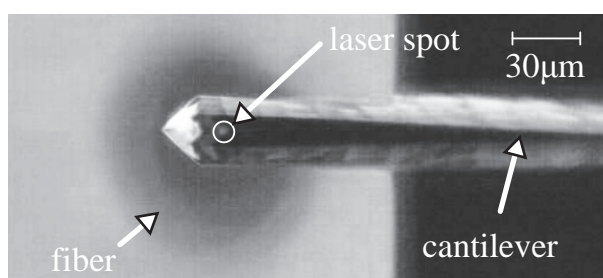
5. IMPLEMENTACE INTERFEROMETRICKÉHO ODMĚŘOVÁNÍ V SYSTÉMU NANOSTENCIL



Obrázek 5.4: Postup zavedení vlákna do držáku sondy

lom. Pro tento úkon se osvědčil rubínový nůž *Ruby DualScribe Fibre Optic Scribe*⁴ od firmy ThorLabs. Tímto nožem je na obvodu vlákna vytvořen nepatrný vrub. Při ohýbání vlákna kolem tohoto bodu se pak vlákno v tomto místě čistě zlomí. Po opětovném nastavení správné délky optického vlákna pomocí papírové ruličky (h) je možné vlákno zafixovat epoxidovým lepidlem a vytvrdit teplotou 150 °C po dobu 30 min (i).

V dalším kroku je třeba umístit raménko s hrotem tak, aby optické vlákno směřovalo svým středem na konec raménka. Z toho důvodu musí být umístění sondy (čipu s hrotem na raménku) provedeno v optickém mikroskopu.



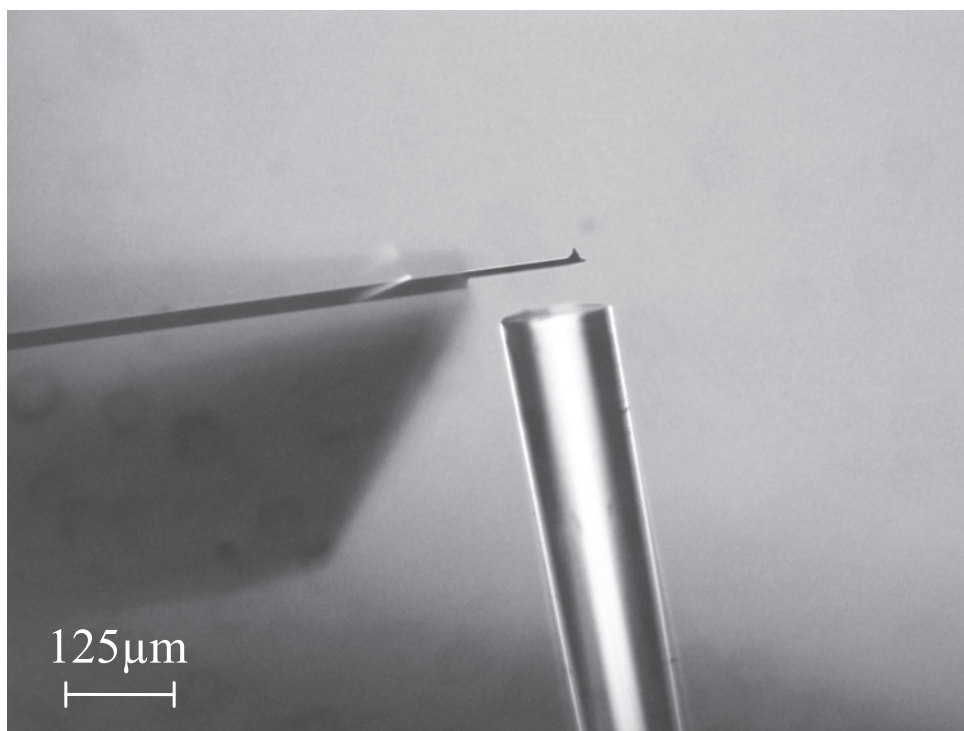
Obrázek 5.5: Pohled shora na raménko s hrotem s optickým vláknem v pozadí

Na obrázku 5.5 je vidět, že část světla prochází optickým vláknem skrz raménko. Jako zdroj je použit infračervený laser o vlnové délce 1310 nm. Protože raménko je vyrobeno z křemíku, který je pro danou vlnovou délku průsvitný, můžeme využít digitální kameru

⁴Specifikace: <https://www.thorlabs.de/thorproduct.cfm?partnumber=S90R>

5.3. ŘÍDICÍ ELEKTRONIKA

optického mikroskopu, která je citlivá i v infračervené oblasti, a tím správně umístit hrot nad vlákno.



Obrázek 5.6: Pohled z boku na raménko s hrotem v těsné blízkosti optického vlákna

Po správném umístění ve vodorovné rovině je třeba nastavit správnou vzdálenost mezi raménkem a optickým vláknem. Z dosavadních zkušeností vyplývá, že při vzdálenosti menší než je průměr vlákna ($150\ \mu\text{m}$) je již síla signálu dostatečná a nejsilnějšího signálu dosáhneme při vzdálenosti přibližně 30 až $60\ \mu\text{m}$ (obrázek 5.6). Pro menší vzdálenosti už nedochází k výraznému zesílení signálu. Navíc roste riziko poničení raménka či vlákna. Po této proceduře je držák sondy připraven k vložení do UHV komory.

5.3. Řídicí elektronika

Pro zjišťování vzdálenosti raménka od konce vlákna byl použit komerční interferometr *USB Fiber Interferometer* od firmy NanoMagnetics Instruments⁵ – obrázek 5.7 a). Využívá laser o vlnové délce $1310\ \text{nm}$ s proměnlivým výstupním výkonem v rozmezí 0 až $3\ \text{mW}$ volitelným ve sto krocích. Vzájemné propojení je realizováno opět konektorem FC/APC. Pro systém *Nanostencil* autor práce vyrobil vakuovou průchodku vlepením spojovacího konektoru optických vláken firmy DMI, kterou následně otestoval heliovým detektorem na vakuové netěsnosti. Protože je systém citlivý i na otřesy vlákna, byl interferometr spojen s průchodkou jen krátkým optickým kabelem upevněným k tělu komory.

⁵Specifikace: <http://www.nanomagnetics-inst.com/>

5. IMPLEMENTACE INTERFEROMETRICKÉHO ODMĚŘOVÁNÍ V SYSTÉMU NANOSTENCIL



Obrázek 5.7: Produkty firmy NanoMagnetics Instruments: a) Vláknový interferometr *USB Fiber Interferometer*, b) Oscilační jednotka *USB PLL*

V řídicí jednotce vláknového interferometru je umístěn laser a optické prvky i elektronické obvody, které vyhodnocují signál přijatý optickým vláknem. Výstupem je signál odpovídající změně vzdálenosti mezi koncem vlákna a plochou, od které se laserový svazek odráží. Dále je zde kanál určený pro ovládání excitačního pieza, jehož činnost bude popsána dále.

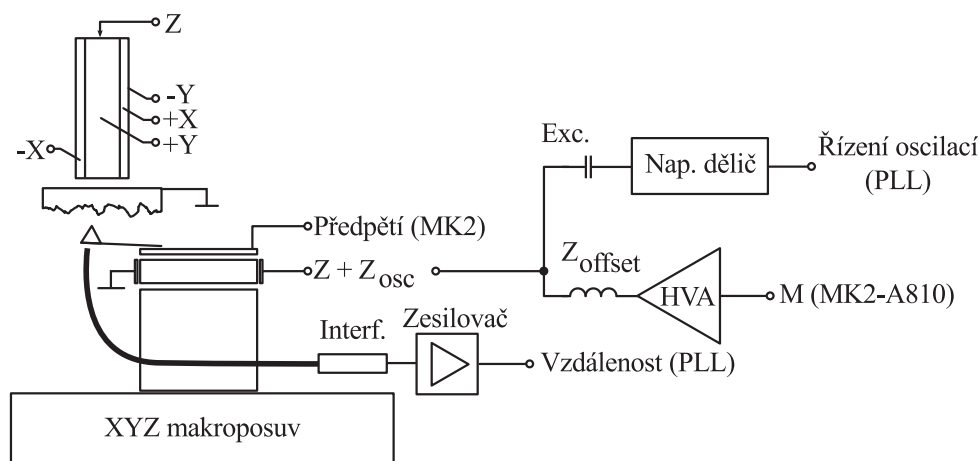
Pro zpracování signálu bezkontaktního měření byla použita oscilační jednotka *USB PLL* opět od firmy NanoMagnetics Instruments. Disponuje frekvenčním rozsahem 10 kHz až 500 kHz. Oscilační jednotka i interferometr se ovládají přes software v počítači komunikujícím přes USB. Ovládací software pracuje pouze na operačních systémech firmy Microsoft. Ostatní součásti systému *Nanostencil* pracují na operačních systémech postavených na linuxovém jádře. Pro nastavení parametrů oscilační jednotky a interferometru je proto potřeba používat další počítač.

K řízení a ovládání mikroskopu AFM byla vybrána řídicí jednotka MK2-A810. Výstupy z oscilační jednotky jsou v rozsahu ± 10 V, což přesně odpovídá rozsahu řídicí jednotky, která je tak schopna využít plný svůj rozsah a umožní zaznamenávat všechny snímané veličiny, jako je disipace energie, regulační odchylka (error signál) nebo frekvence kmitajícího raménka.

Signál pro řízení excitačního piezo v držáku sondy se skládá ze dvou částí. Stejnou směrnou složku signálu generuje řídicí jednotka MK2-A810 a nastavuje tak pracovní interferometru (bude popsáno v části 6.1.2). Druhou část signálu pro řízení pieza generuje oscilační jednotka. Tato složka signálu slouží k rozkmitání raménka.

V blokovém schématu elektrického zapojení všech komponent systému *Nanostencil* (obrázek 5.8) je patrné spojení těchto dvou signálů do jednoho. Signál pro řízení oscilací z oscilační jednotky je veden přes napěťový dělič a elektrolytický kondenzátor. Ten filtruje stejnosměrnou složku a propouští pouze střídavé signály. Tím i chrání oscilační jednotku před vysokým napětím, které se na piezo přivádí z druhé větve. Ta se používá pro nalezení pracovní oblasti interferometru. Rozsah pieza je 0 až $2 \mu\text{m}$ při napětí (-20) až ($+100$) V. Pro využití plného rozsahu bylo nutné signál vystupující z řídicí jednotky zesílit vysokonapěťovým zesilovačem (High-Voltage Amplifier – HVA). Tato složka budícího signálu pieza je stejnosměrná, takže na tento zesilovač nejsou kladeny vysoké požadavky. Byl

5.4. OVLÁDACÍ SOFTWARE



Obrázek 5.8: Blokové schéma elektrického zapojení systému *Nanostencil*

vybrán modul PiezoDrive PDm200⁶ od firmy Newcastle Innovation Ltd. Jeho napěťový rozsah i s rezervou odpovídal požadavkům. Excitační piezo vyžaduje asymetrické napájení, proto musel být signál vystupující z řídicí jednotky ještě před vstupem do modulu PDm200 zpracován precizními operačními zesilovači THAT1510, které zajistí patřičný posun (offset) a zesílení signálu.

Deska plošných spojů, která za tímto účelem vznikla, integruje i zesilovač signálu z interferometru. Pro stabilnější činnost oscilační jednotky je vhodné vstupující signál (tedy výstup z interferometru) zesílit. Síla signálu se mění podle optické kvality konce optického vlákna, proto je zesílení voleno potenciometrem v rozsahu 1 až 10×.

Pro jemné pohyby vzorkem (rastrování) byl použit piezokeramický trubkový skener. Zesílení řídicích signálů pro rastrování z jednotky MK2–A810 obstarával vysokonapěťový zesilovač vlastní konstrukce (vytvořen skupinou P. Suttera⁷).

5.4. Ovládací software

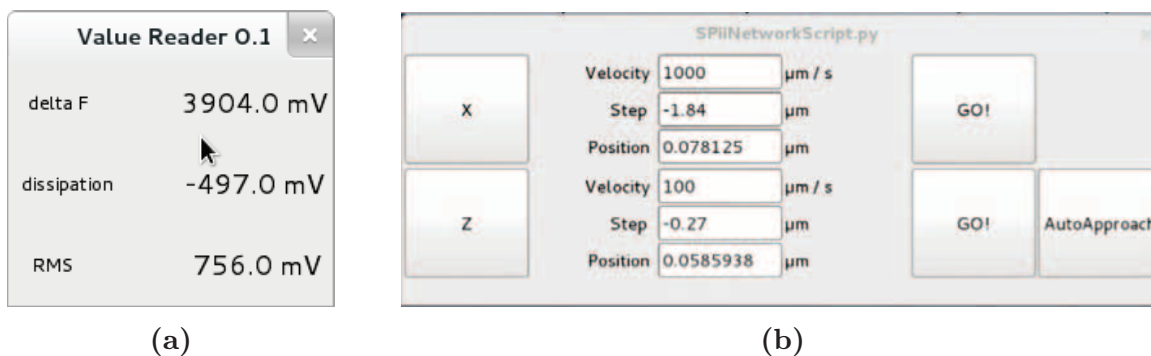
Protože byla použita řídicí jednotka MK2-A810, bylo logickým krokem použít jako ovládací software GXSM. Bylo však nutné použít i druhý počítač kvůli nastavení parametrů interferometru a oscilační jednotky, jak je zmíněno výše. Sjednocení však je možné díky použitému USB modulu v obou těchto jednotkách. Existuje softwarové rozhraní pro linux a výrobce poskytuje podporu zájemcům o toto rozšíření. Druhý počítač tak může být v budoucnu nahrazen skriptem, který vše potřebné nahradí.

Pro automatický příjezd bylo, podobně jako u mikroskopu UHV SPM VUT (kapitola 4), potřeba vytvořit skript, který by komunikoval jak s řídicí jednotkou, tak s ovládací elektronikou makroposuvu LC400. Komunikace s řídicí jednotkou byla řešena již v části 4.4 a realizována opět pomocí změny parametrů zpětné vazby. Ovládací elektroniku makroposuvu lze připojit do lokální sítě pomocí ethernetového kabelu a přiřadit jí statickou IP

⁶Specifikace: http://www.mmech.com/images/stories/Standard_Products/PiezoDrive/PDm200/PDm200Specs.pdf.

⁷Center for Functional Nanomaterials, Brookhaven National Laboratory.

5. IMPLEMENTACE INTERFEROMETRICKÉHO ODMĚŘOVÁNÍ V SYSTÉMU NANOSTENCIL



Obrázek 5.9: Uživatelské rozhraní vytvořených skriptů: a) Value-Reader pro zobrazení aktuálních hodnot napětí na vybraných kanálech řídicí jednotky, b) skript pro automatický příjezd sondy k povrchu vzorku a pro ovládání makroposunu (osa y nebyla z technických důvodů v provozu)

adresu. Komunikace je pak realizována pomocí protokolu Telnet. Pomocí paketů jsou jednotce zasílány příkazy na provedení požadovaného posunu a počítač obdrží zpět informaci o aktuálním stavu a poloze makroposuvu. Sekvence je opět shodná s popisem v odstavci 3.3.3.

Mimo sekvenci automatického přiblížení k povrchu skript ovládá i posun v ose x . V této ose umožňuje makroposuv pohyb až 10 cm. Slouží k nastavení správné pozice masky pro MBE. Dále skript obsahuje několik ochran, které zabraňují nechtěnému poničení hrotu, jako je například omezení na maximální možnou rychlost a velikost kroku pro případ pohybu směrem proti povrchu vzorku.

Software GXSM byl převážně používán pro měření STM. Pro větší přehlednost při záznamu více kanálů byl vytvořen skript, který na obrazovku vykresluje aktuální napětí na vybraných kanálech. Náhled na uživatelské rozhraní obou vytvořených skriptů je na obrázku 5.9.

5.5. Měření a výsledky

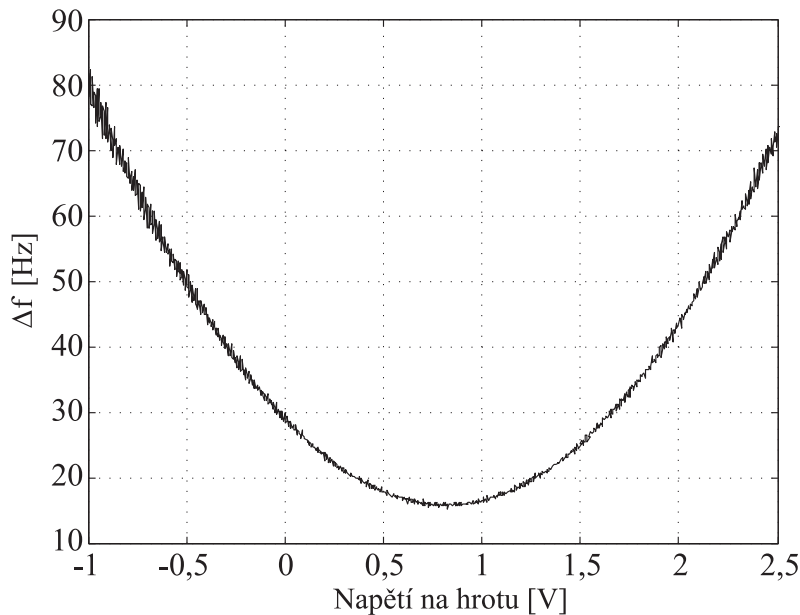
Nejprve byla provedena kalibrace piezokeramického trubkového skeneru. Po přiblížení hrotu k povrchu vzorku tak, aby zpětná vazba držela konstantní prohnutí raménka, byl vzorek pomocí makroposuvu od hrotu oddálen o $2\ \mu\text{m}$. To je vzdálenost, kterou dokáže zpětná vazba pomocí trubkového skeneru vykompenzovat. Ze změny napětí na skeneru na ose z je možné stanovit piezoelektrickou konstantu, která určuje změnu prodloužení piezokeramického trubkového skeneru při zvýšení napětí o 1 V (piezoelektrická konstanta pak má jednotku nm/V).

Po testech všech částí a komponent byl systém vyčerpán. Nedošlo k vypečení komory, proto nejnižší dosažený tlak dosahoval pouze řádu 10^{-5} Pa. Pro potlačení vibrací od běžících pump, je komora umístěna na prvcích s aktivním tlumením.

Jako testovací vzorek byl použit safírový vzorek. Na jeho povrchu jsou rutheniové struktury oválného půdorysu a výšky 5 až 7 nm. Jako detektor byl vybrán senzor NCMR–

5.5. MĚŘENÍ A VÝSLEDKY

20 (distribuovaný firmou Nano World) s následujícími parametry raménka: rezonanční frekvence 320 kHz, tuhost 42 N/m, pokovení hliníkem na straně blíže k optickému vláknu.

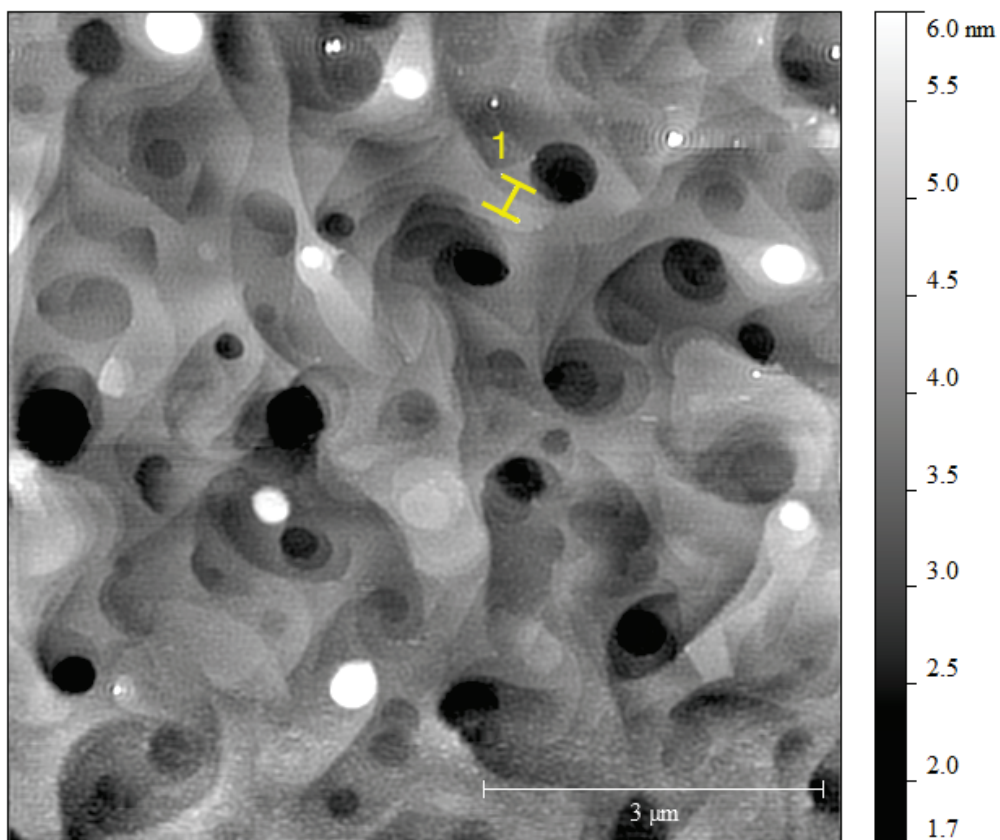


Obrázek 5.10: Závislost změny frekvence raménka na přiloženém napětí na hrotu

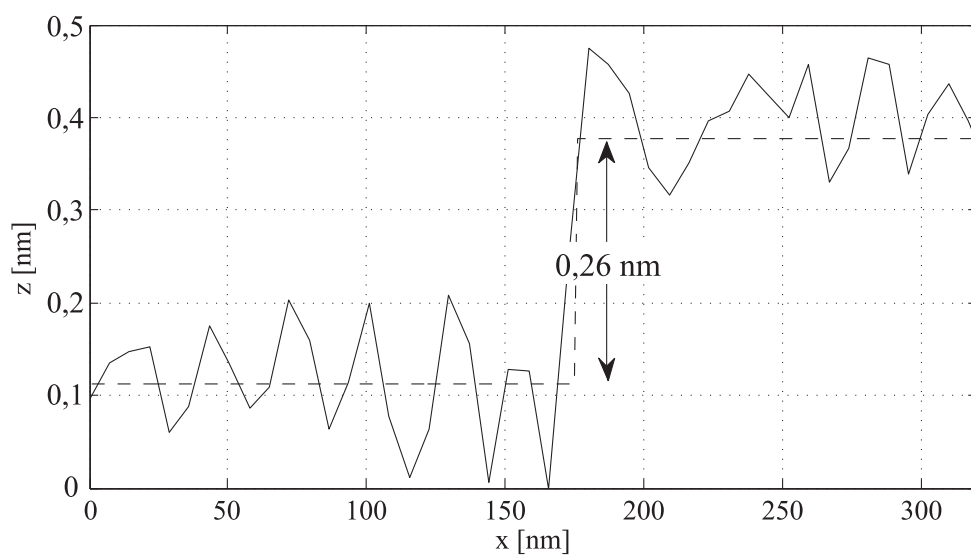
Mezi hrotem a povrchem vzorku působí i odpudivé elektrostatické síly. Jejich vliv můžeme minimalizovat přiložením vhodného napětí na povrch hrotu [29]. Při stejné změně frekvence Δf se tak bude raménko pohybovat blíže k povrchu a dosáhne většího rozlišení. Budeme-li měnit napětí na hrotu od -1 V do $2,5$ V a zaznamenávat změnu frekvence Δf při vypnutém zpětnovazebním řízení (tj. vzdálenost mezi hrotem a povrchem vzorku se nemění), získáme závislost na obrázku 5.10. Z tohoto grafu můžeme odečíst velikost napětí, při němž je změna frekvence nejnižší. V tomto bodě je vliv elektrostatických odpudivých sil nejmenší. Velikost napětí se pro nejmenší změnu frekvence může lišit podle materiálu vzorku. Tuto skutečnost je možné využít pro detekci změny materiálu na povrchu vzorku. Je možné napětí na hrotu modulovat a zpětnou vazbu udržovat tak, aby funkce na obrázku 5.10 byla stále v minimu. Při vykreslení napětí na hrotu do snímku získáme informaci o rozložení materiálu na povrchu vzorku. Jde o metodu *Kelvinovy silové mikroskopie* (Kelvin Probe Force Microscopy – KPFM). V systému *Nanostencil* nebyl bohužel k dispozici další zesilovač *Lock-in*, takže nebylo možné tuto metodu vyzkoušet. Napětí na hrotu bylo nastaveno jako minimum funkce v grafu na obrázku 5.10 a zůstalo konstantní po celou dobu měření.

Výsledek snímání safírového vzorku s rutheniovými strukturami na povrchu je na obrázku 5.12. Šum v obrázku byl převážně způsobován oscilační jednotkou. Její zpětná vazba velmi kmitala a nepodařilo se ji utlumit, aniž by přestala dostatečně rychle reagovat. Bohužel nebylo možné ověřit chování s jinou oscilační jednotkou. I přesto bylo možné ve snímaných datech pozorovat struktury, které svou výškou odpovídají velikosti atomárního schodu. Profil 1 v obrázku 5.11 je zobrazen v grafu na obrázku 5.12. Je zde vidět schodek o velikosti $0,26$ nm. Pro srovnání – mřížková konstanta ruthenia je $0,27$ nm [30].

5. IMPLEMENTACE INTERFEROMETRICKÉHO ODMĚŘOVÁNÍ V SYSTÉMU NANOSTENCIL



Obrázek 5.11: Topografie safírového vzorku s rutheniovými strukturami na povrchu



Obrázek 5.12: Profil 1) z obrázku 5.11. Je zde patrný atomární schod

5.5. MĚŘENÍ A VÝSLEDKY

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

6. Využití interferometrie v UHV SPM

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

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

Autor předkládané práce se podílí na vývoji rastrovacího sondového mikroskopu pro ultravysoké vakuu pracující s variabilní teplotou vzorku 20 – 700 K (Variable Temperature Ultra-High Vacuum Scanning Probe Microscope – VT UHV SPM). Mikroskop bude umístěn v komoře rastrovacího elektronového mikroskopu (Scanning Electron Microscope – SEM). Vývoj probíhá v rámci řešení vědeckého projektu *AMISPEC*¹ uděleného Technologickou agenturou České republiky (TAČR). Více detailů o konstrukci VT SPM UHV je uvedeno v disertační práci Ing. Zdeňka Nováčka [25].

V rámci projektu *AMISPEC* budou použity z konstrukčních důvodů pouze sondy založené na křemenných rezonátorech (Akiyama [32], tuning fork či qPlus [33]) a sondy s piezoelektrickou vrstvou (princip byl popsán v části 2.1). Jejich výroba je komplikovaná a není k dispozici široká škála různých parametrů. Z toho důvodu bylo přikročeno k paralelnímu vývoji příslušenství pro VT UHV SPM, které umožní využití standardních sond distribuovaných například firmou *Nano World* nebo *Bruker*. Z důvodů zachování kompaktní konstrukce VT UHV SPM byl vybrán systém detekce výchylky raménka pomocí interferometru. V UHV komoře bude kromě mikroskopu SEM mnoho různých analytických technik a manipulátorů, které vyžadují v prostoru nad vzorkem volný prostor. Není tak možné použít například měření pomocí PSD (Position Sensitive Diode). V této kapitole bude tedy popsán vývoj interferometru pro účely VT UHV SPM. Využití vláknového interferometru pro měření výchylky raménka je výhodné i proto, že ve stísněném prostoru UHV komory, kde může být silné elektromagnetické rušení, je signál veden optickým kabelem, tudíž není ovlivněn elektromagnetickým polem. Vakuovou průchodkou je optické vlákno vyvedeno mimo prostor komory, a je tak možné provádět další zpracování signálu a převod na elektrický signál mimo vakuovou komoru.

6.1. Interferometry

Interferometry jsou funkční celky pro velmi přesná měření. Využívají jevu *interference* a dle [34] je dělíme do těchto skupin:

- (a) **interferenční komparátory** – přístroje k přesnému měření délek,
- (b) **interferenční refraktometry** – přístroje k měření indexu lomu kapalin a plynů,

¹Advanced Microscopy and SPECTroscopy Platform for Research and Development in Nano and Microtechnologies. Více v [31].

6.1. INTERFEROMETRY

(c) **interferenční spektroskopy** – přístroje k preciznímu rozlišení spektrálních čar.

Při vývoji sondových mikroskopů je z výše uvedeného nejvíce potřebné přesné měření vzdálenosti. Proto budou dále popsány interferometry spadající mezi interferenční komparátory².

6.1.1. Interference

Již bylo uvedeno v úvodu, že interferometry pracují na základě jevu *interference*³. Tento jev nastává, jestliže se setkají dvě vlny. Výsledkem je superpozice těchto vln. Může dojít ke vzniku výsledné vlny s menší nebo větší amplitudou.

Pokud se dvě monochromatické vlny s amplitudou U_1 a U_2 setkají, výsledkem bude vlna o amplitudě závislé na jejich fázovém posuvu.

Fotodiody, které slouží jako detektory optického signálu, však měří intenzitu a nikoliv amplitudu. Proto je potřeba spočítat intenzitu výsledné vlny I . Její velikost spočteme z (převzato z [35, str. 46 a 64])

$$I = I_1 + I_2 + 2(I_1 I_2)^{1/2} \cos \varphi, \quad (6.1)$$

kde I_1, I_2 jsou intenzity obou vln a φ je fázový rozdíl obou vln

$$\varphi = \varphi_2 - \varphi_1. \quad (6.2)$$

Z rovnice 6.1 vyplývá, že výsledná intenzita není součtem intenzit obou optických vln, ale závisí na fázovém rozdílu obou vln. Pokud je fázový rozdíl $\varphi = 0$ (vlny jsou ve fázi), pak dochází k tzv. *konstruktivní* interferenci. Pro zjednodušení předpokládáme rovnost intenzit $I_1 = I_2 = I_0$.

$$I_{konstr.} = 2I_0 + 2(I_0 I_0)^{1/2} \cos(0) = 2I_0 + 2I_0 = 4I_0 \quad (6.3)$$

Při setkání dvou vln se stejnou fází tedy dochází superpozicí ke čtyřnásobnému zesílení intenzity.

Pokud jsou vlny posunuty tak, že fázový rozdíl je $\varphi = -\pi$ (vlny jsou v protifázi), pak jde o tzv. *destruktivní* interferenci a pro výpočet intenzity platí

$$I_{destr.} = 2I_0 + 2(I_0 I_0)^{1/2} \cos(-\pi) = 2I_0 + 2I_0(-1) = 0. \quad (6.4)$$

V případě setkání vln v protifázi tedy dochází k úplnému útlumu obou vln.

V případě použití běžného zdroje světla, jako je například žárovka nebo slunce, není možné interferenci pozorovat kvůli náhodným změnám fázového posuvu jednotlivých vln. Fázový posun je rovnoměrně rozložen v intervalu $\langle 0, 2\pi \rangle$, takže můžeme říct, že v průměru platí $\cos \varphi = 0$. Třetí člen ve vztahu 6.1 se neuplatní a pro běžné světlo pak platí, že výsledná intenzita je rovna součtu intenzit obou vln.

²Více informací v [34, str. 511].

³Termín *interference* se týká vlnění všeho druhu (například optického i mechanického). V této práci bude popsána interference pouze optických vln,

6.1.2. Interferometrie

Následující popis se týká výhradně interferenčních komparátorů [34], tedy zařízení, která se používají k přesnému měření vzdáleností.

Interferometry využívají k měření jeden světelný zdroj, který je děličem (beam splitterem) rozdělen na dvě části – do dvou větví. První větev se označuje jako *referenční*, a druhá jako *předmětová*. Právě v této druhé větvi dochází ke změnám délky, které interferometr detekuje.

Rozdělením svazku z jednoho monochromatického zdroje je zajištěna stejná vlnová délka a počáteční fáze světla v obou větvích. Interferometry využívají jevu *interference*, ke kterému dochází v místě optické soustavy – interferometru – kde se dva rozdělené svazky opět setkávají. Protože měříme hodnotu dráhového rozdílu pomocí velikosti intenzity, ne pomocí amplitudy, lze pro intenzitu výsledné vlny aplikovat vztah 6.1. Za předpokladu, že dělič svazku dělí intenzitu přesně na poloviny tak, že intenzita svazku je v obou větvích totožná, tzn. $I_1 = I_2 = I_0$ a dosazením do vztahu 6.1 dostaneme

$$\begin{aligned} I &= I_1 + I_2 + 2(I_1 I_2)^{1/2} \cos \varphi = \\ &= 2I_0 + 2(I_0) \cos \varphi = \\ &= 2I_0 (1 + \cos \varphi) \end{aligned} \quad (6.5)$$

Je-li vlna v jednom rameni interferometru zpožděná v důsledku dráhového rozdílu d , můžeme tento rozdíl vyjádřit ve formě fázového posunu φ přepočtem

$$\varphi = 2\pi \frac{d}{\lambda}, \quad (6.6)$$

kde λ je vlnová délka použitého světelného zdroje. Dostaneme vztah

$$I = 2I_0 \left[1 + \cos \left(2\pi \frac{d}{\lambda} \right) \right]. \quad (6.7)$$

Tuto závislost intenzity I na dráhovém rozdílu d znázorňuje graf na obrázku 6.1. Z grafu je zřejmé, že pokud je dráhový rozdíl v celých násobcích vlnové délky λ , pak jde o interferenci *konstruktivní*, v lichých násobcích $\lambda/2$ dochází k interferenci *destruktivní*.

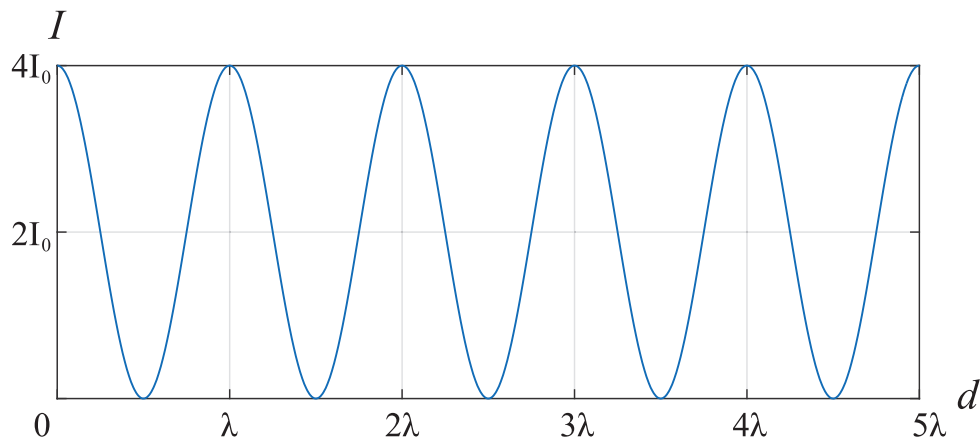
Při měření polohy pomocí interferometrů je možné využít dvou možností, popsanych níže.

Počítání interferenčních proužků

Jak je v grafu na obrázku 6.1 vidět, dochází k periodickému střídání nulové a maximální intenzity. Pokud se bude měnit vzdálenost d , na detektoru uvidíme, jak se postupně střídá konstruktivní a destruktivní interference. Tuto situaci si lze představit jako pohyb po obrazci interferenčních proužků. Šířka jednoho proužku, tedy přechod maximální–nulová–maximální intenzita, představuje změnu vzdálenosti d o velikost vlnové délky λ .

Touto metodou lze snímat velmi rychlé pohyby, protože se jedná o detekci dvou stavů – maxima a minima intenzity. Pro analýzu je tak možné použít čítač impulsů s digitálním vstupem s TTL logikou (Transistor–transistor logic – TTL). Snímání je pak možné se zařízením z běžně dostupných komponent až do rychlostí desítek až stovek MHz. Při

6.1. INTERFEROMETRY



Obrázek 6.1: Graf funkce 6.7. Závislost intenzity na rozdílu drah v obou ramenech interferometru

použití červeného laseru o vlnové délce $\lambda = 635$ nm a vyčítací frekvenci 10 MHz dostáváme rychlost 6 m/s. Nevýhodou této metody je její přesnost, která je $\pm \frac{1}{2}\lambda$. V našem případě tedy cca 318 nm. Maximální rozsah je prakticky omezen jen intenzitou signálu. Pokud je vzdálenost d již tak velká, že intenzita poklesne natolik, že nebude možné rozlišit oblast maxima a minima, pak nelze v měření pokračovat.

Počítání interferenčních proužků je tak vhodné pro měření s poměrně velkými rychlostmi, rozsahem a nízkým rozlišením. Například pro měření polohy a rychlosti makroposuvů.

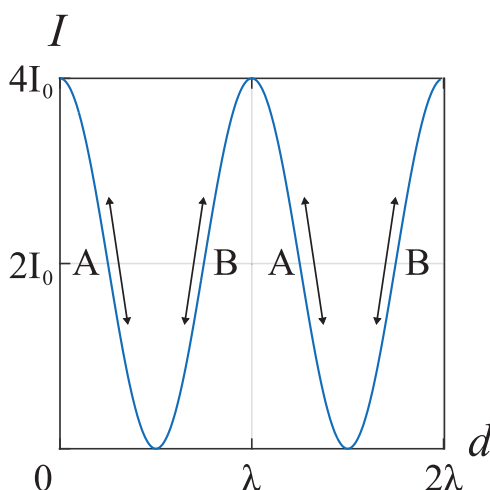
Lineární měření polohy

Druhá z možností spočívá ve využití pouze jedné části z grafu 6.1. Výřez je na obrázku 6.2. Princip spočívá ve využití pouze té části závislosti 6.7, kterou lze přibližně považovat za lineární. V grafu jsou tyto části označeny písmeny A a B. V případě, že pro daný případ požadujeme rostoucí závislost (se vzrůstající vzdáleností se zvyšuje intenzita), volíme oblast B. V opačném případě volíme oblast A.

Tím, že předpokládáme lineární závislost, je možné měřit spojitě s (teoreticky) neomezenou přesností. V praxi je přesnost limitována šumem zesilovače signálu fotodiody a rozlišením analogově–digitálního (A/D) převodníku. Rozsah měření je u této metody zpracování signálu striktně omezen na velikost pracovní oblasti, která je definována vlnovou délkou použitého světla. Zpravidla je možné využít rozsahu jedné třetiny vlnové délky. Pro případ použití červeného laseru s vlnovou délkou $\lambda = 635$ nm je to 190 nm. V případě použití 16bitového A/D převodníku lze teoreticky dosáhnout rozlišení až 2,8 pm. Kvůli elektrickému šumu a nežádoucím vibracím systému zpravidla nemá význam měřit menší posuny než desetiny nanometru.

Pro větší rozsah interferometru lze použít infračervený laser s vlnovou délkou $\lambda = 1530$ nm. Tím je možné rozsah zvětšit až na 460 nm.

Tato metoda je díky své přesnosti vhodná zejména pro kalibraci piezokeramických aktuátorů či pro zjišťování výchylky raménka s hrotem (popsáno v části 2.2.4).



Obrázek 6.2: Graf funkce 6.7 s vyznačením pracovních oblastí interferometru

6.1.3. Základní typy interferometrů

Existují čtyři základní typy interferometrů, které se liší uspořádáním jednotlivých prvků. Další typy interferometrů jsou modifikace jednoho či více z těchto typů. V této části budou tyto základní typy interferometrů popsány.

Machův–Zehnderův interferometr

Toto uspořádání bylo vyvinuto Ludwigem Machem a Ludwigem Zehnderem v roce 1982 [36]. Topologie je zobrazena na obrázku 6.3. Z laseru je svazek veden na první dělič svazku, kde je rozdělen na předmětovou větev (nahoru) a na referenční větev (rovně). Dále je světlo v obou případech odraženo zrcátky do dalšího děliče svazku, kde dochází k interferenci. Intenzita laserového svazku je měřena detektory. Díky odrazným plochám a děličům svazku má v každé větvi fázový posun stejnou velikost, ale opačný směr. Výsledek na detektoru A je tak oproti detektoru B inverzní.

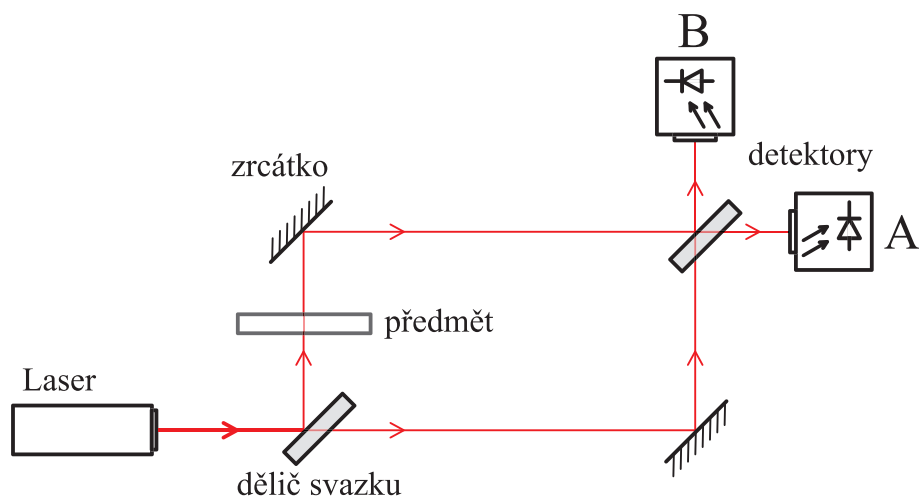
Michelsonův interferometr

Jde o nejstarší uspořádání [34], které je díky své jednoduchosti výhodné pro velké množství případů.

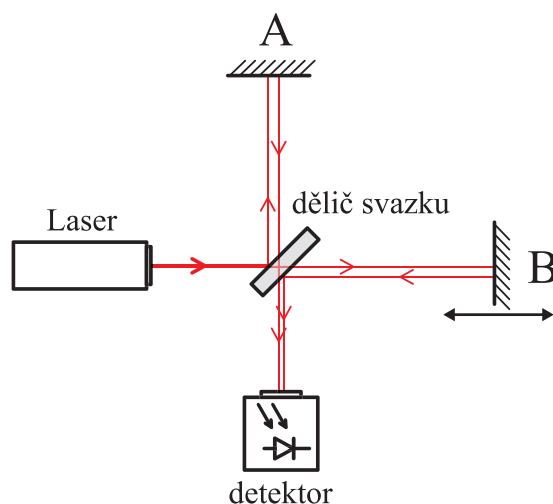
Uspořádání je znázorněno na obrázku 6.4. Ze zdroje monochromatického světla je svazek veden na dělič svazku, který světlo rozdělí do dvou větví – na pevné zrcadlo A v referenční větvi a na pohyblivé zrcadlo B v předmětové větvi. Odražené svazky od zrcadel opět procházejí děličem svazku a při průchodu do detektoru spolu interferují.

Interferometr je velmi citlivý na nežádoucí náklony předmětového zrcadla. Je tedy nutné zajistit, že se zrcátko bude pohybovat pouze lineárně ve směru vyznačené osy.

6.1. INTERFEROMETRY



Obrázek 6.3: Topologie Machova–Zehnderova interferometru



Obrázek 6.4: Topologie Michelsonova interferometru

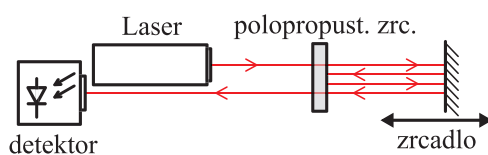
Fabryho–Pérotův interferometr

Charles Fabry a Alfred Pérot zkonstruovali svůj interferometr v roce 1897 [37]. Fabry–Pérotův interferometr se sestává ze dvou rovnoběžných desek. První z nich je polopropustné zrcadlo a druhá deska je zrcadlo. Díky tomu, že se svazek několikanásobně odráží je citlivost výrazně vyšší než u jednorůchodvých interferometrů. Schéma je na obrázku 6.5. Detektor pak může být oddělen děličem svazku nebo může být umístěn naproti laseru za předpokladu, že i druhé zrcadlo (na obrázku 6.5 vpravo) je polopropustné. Více o Fabry–Pérotově interferometru v [38].

Sagnacův interferometr

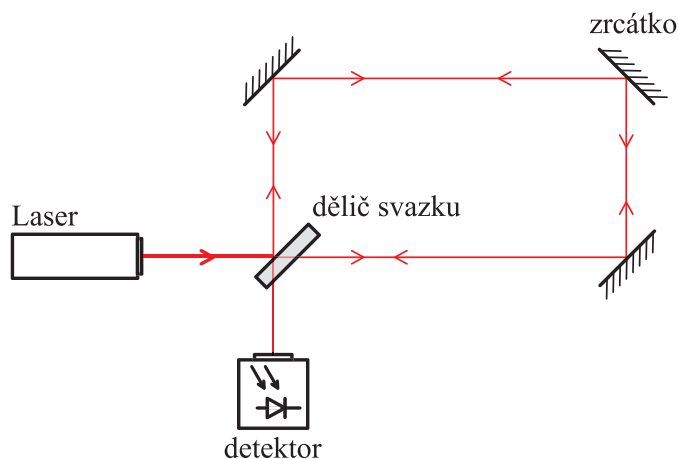
V Sagnacově interferometru je svazek vystupující z laseru rozdělen na dvě části a přiveden pomocí tří zrcadel zpět do děliče svazku (obrázek 6.6). Oba svazky tedy jdou po stejné

6. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM



Obrázek 6.5: Topologie Fabryho–Pérotova interferometru

trase, jenomže v opačném směru. Tento interferometr se používá převážně ve variantě z optických vláken, kdy tvoří tzv. *laserový gyroskop* [39].



Obrázek 6.6: Topologie Sagnacova interferometru

6.2. Vláknové interferometry

Všechny typy interferometrů, uvedené v předchozí části, mohou být realizovány jak formou volného uspořádání komponent na optickém stole, tak formou optických vláken a vláknových prvků. Výhodou vláknových interferometrů je menší náročnost na prostor a větší tuhost celého systému. Nevýhodou pak může být změna délky vlákna při změně teploty.

6.2.1. Dostupné komerční systémy

Existuje několik firem, které ve svém portfoliu nabízejí vláknové interferometry vhodné pro potřeby sondových mikroskopů. V této kapitole budou nabízené interferometry popsány.

Níže uvedené interferometrické systémy mají vše potřebné integrované v jednom zařízení. Je k nim dodáván software potřebný k nastavení patřičných parametrů. Jejich výhodou je, že uživatel nemusí mít podrobnou znalost principu fungování přístroje. Ovšem v případě nutnosti změn v konfiguraci není většinou možné provést sebemenší změnu.

6.2. VLÁKNOVÉ INTERFEROMETRY

Existuje i částečně integrované řešení – například firma ThorLabs nabízí Michelsonův interferometr INT-MSI-1300⁴, který obsahuje pouze optickou část bez laseru. Zpracování signálu z detekční fotodiody si uživatel řeší samostatně.

USB Fiber Interferometer



Obrázek 6.7: USB Fiber Interferometer (Zdroj: <http://www.nanomagnetics-inst.com/>)

Systém společnosti *NanoMagnetics Instruments Ltd.* (obrázek 6.7) byl použit v systému *Nanostencil* a je popsán v části 5.3. Byl primárně vyvinut pro odměřování výchylky raménka v AFM. Je proto vybaven řídicím výstupem pro nastavení pracovní vzdálenosti interferometru (popsáno v části 6.1.2). Tento interferometr není dodáván s optickým vláknem a uživatel si tak musí zakončení optického vlákna realizovat sám.

Rozlišení ani vzorkování výrobce neuvádí. Je tomu zřejmě proto, že signál je zpracováván pouze analogově. Přesto jednotka analogově–digitální převodník obsahuje, protože pro nastavení je do počítače informace o síle signálu předávána. Pro samotné měření výchylky raménka však použit není.

SmarAct Interferometer



Obrázek 6.8: SmarAct Interferometer. a) Interferometr, b) optická hlava (zakončení optického vlákna). Zdroj: <http://www.smaract.de/index.php/picoscale>

Interferometr firmy SmarAct (obrázek 6.8) je primárně určen pro měření rychlostí makromanipulátorů. Tomu odpovídá i jeho maximální měřená vzdálenost – až 500 mm. Rozlišení je však dostatečné i pro měření výchylky raménka AFM (výrobce udává *jednotky*

⁴Specifikace: http://www.thorlabs.de/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=2957&pn=INT-MSI-1300

6. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

pikometrů a vzorkování 10 MHz). Protože je určen hlavně pro měření pozice polohovacích systémů (například obráběcí stroje), je dodáván pouze ve verzi určené k měření tří různých vzdáleností.

Součástí interferometru je i optické vlákno na jehož konci je optická hlava, která způsobí, že laserový svazek vystupující z optického vlákna je kolimovaný.

Attocube FPS 1010

Firma Attocube vyrábí interferometry v několika různých modifikacích. Pro srovnání byla vybrána varianta vhodná pro mikroskop AFM (obrázek 6.9). Podobně jako předchozí systém, je i tento určen primárně pro měření rychlosti a polohy makroposuvů. Z toho důvodu nabízí výrobce jednotku pro jedno až tři optická vlákna. Maximální dosah je podle použité optické hlavy až 3 000 mm. Paleta dostupných optických hlav je na obrázku 6.9b.

Podle dostupných specifikací by i tento interferometr měl být schopen detekce výchylky raménka AFM. Výrobce uvádí pouze informaci o digitálním rozlišení (1 pm), které je spočtené na základě rozsahu a rozlišení analogově–digitálního převodníku (48 bit). Tohoto rozlišení není možné v praxi dosáhnout kvůli mechanickým vibracím, šumu elektrických součástek, atd.



Obrázek 6.9: Attocube Interferometer FPS 1010 . a) Interferometr, b) optické hlavy pro různé pracovní vzdálenosti (zakončení optického vlákna). Zdroj: <http://www.attocube.com/attosensorics/fps-sensor-systems/>

Srovnání

V tabulce 6.1 je srovnání jednotlivých modulů, jejich vlnových délek, rozsah vzdálenosti, jakou je interferometr schopen detekovat a pořizovacích cen⁵.

Vzhledem k vysokým částkám za pořízení interferometru a požadované univerzálnosti byla zvolena cesta vlastního vývoje vláknového interferometru. Komerční systémy pracují pouze s dodávaným softwarem a uživateli není dostupné rozhraní pro programování aplikací (Application Programming Interface – API). Další část je proto věnována popisu návrhu, výroby a testování vláknového interferometru.

⁵Pořizovací cena byla získána na základě poptávky v roce 2014.

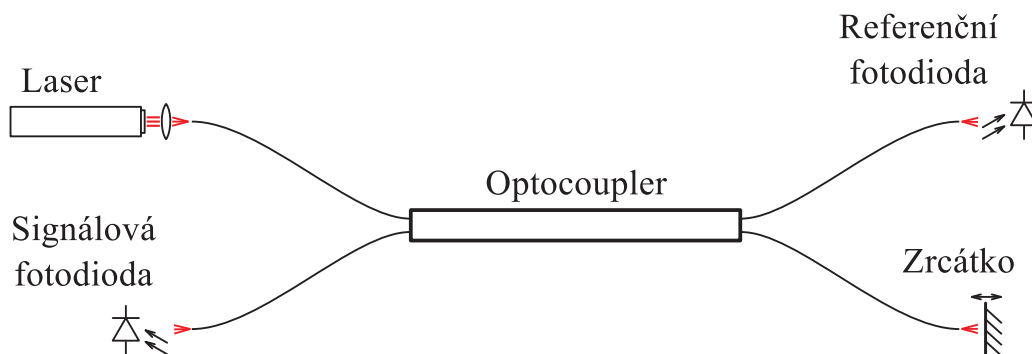
6.3. NÁVRH A VÝROBA VLÁKNOVÉHO INTERFEROMETRU

Tabulka 6.1: Srovnání komerčně dostupných interferometrů

Název	Rozsah	Vlnová délka [nm]	Cena [EUR]
USB Fiber Interferometer	$\approx (0 - 300) \mu\text{m}$	1 310	11 800
SmarAct PicoScale Interferometer	0 – 500 mm	1 550	11 000
AttoCube FPS1010	0 – 3 000 mm	1 530	27 000

6.3. Návrh a výroba vláknového interferometru

První vláknový interferometr používaný pro mikroskopii AFM publikoval Daniel Rugar v roce 1987 [40]. Používal jej pro detekci výchylky raménka s hrotem. Pomocí této sestavy bylo dosaženo atomárního rozlišení. Schéma použitého interferometru je na obrázku 6.10. Světlo z laseru jde pomocí vláknového zavaděče do optického vlákna, a dále se šíří do děliče svazku (optocoupler⁶). Optocouplery se standardně vyrábí ve třech modifikacích a liší se v dělicím poměru (50 : 50, 90 : 10 a 99 : 1). Ve zmíněném článku D. Rugara byla použita varianta 50 : 50.

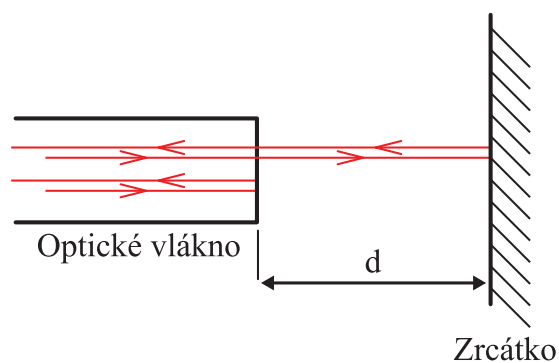


Obrázek 6.10: Zjednodušené schéma vláknového interferometru

Vstupující signál do optocoupleru je rozdělen v patřičném dělicím poměru mezi dvě optická vlákna vedoucí do referenční diody a do dalšího optického vlákna, které míří na zkoumaný objekt. Zde se pohybuje například zrcátko nebo raménko sondy AFM. Na volném konci vlákna (obrázek 6.11) se část světla odráží zpět do vlákna. Zbytek světla pokračuje ven z vlákna a odráží se na zrcátku zpět. V optickém vlákne vracující se svazky interferují. Signál jde vláknem zpět do optocoupleru, kde se opět dělí a část jde zpět do laseru a část na signálovou fotodiodu, kde je měřena intenzita světla, odpovídající velikosti vzdálenosti d .

Část signálu se vrací zpět do laseru a jde o nežádoucí jev. Velikost vracícího se signálu můžeme změnit volbou dělicího poměru optocoupleru. Světlo, které jde zpět do laseru může ovlivnit jeho stabilitu a tím i přesnost a stabilitu celého interferometru. Zejména u laserových diod je tento jev pozorovatelný [41]. Lze ho odstranit umístěním Faradayova izolátoru mezi laser a optocoupler [42].

⁶V případě, že jde o dělič svazku z optických vláken, nazývá se *optocoupler*



Obrázek 6.11: Detail konce optického vlákna

V obrázku 6.10 jsou zakresleny dvě fotodiody. První z nich, *referenční* je určena k měření intenzity signálu vystupujícího z laseru (po rozdělení optocouplerem). Druhá, *signálová* fotodioda, pak měří přímo intenzitu interferovaného světelného svazku vracícího se zpět. Účelem referenční diody je zajistit v případě dlouhodobého kolísání výkonu laseru normování signálu ze signálové fotodiody. Pokud odečteme signál z referenční a signálové diody, obdržíme signál, který není závislý na kolísání výkonu laseru. Jelikož je kvůli optocoupleru intenzita na každé fotodiodě jiná, je nutné optimalizovat zesílení zesilovačů fotodiody, aby popsáný princip fungoval správně.

Další modifikace Rugarova interferometru vznikla na Universitě Hamburk [41]. K největší změně došlo v zakončení vlákna – pokovení vrstvou titanu. Zakončení je pak odolnější a dochází k silnějšímu odrazu od rozhraní vlákno–vzduch. Nastavení vzdálenosti vlákna a raménka s pokoveným koncem vlákna v jejich systému probíhá obdobně jako při automatickém přiblížení hrotu STM k povrchu. Díky tomu, že vlákno je vodivé, je možné zastavit přiblížovací mechanismus pomocí zpětné vazby. Uživatel tak zjistí přesně pozici, kdy je vlákno v těsné blízkosti a je schopen jej oddálit o požadovanou vzdálenost, při níž bude dále měřit.

V dalších publikovaných modifikacích lze nalézt jen úpravy konstrukce pro daný případ použití [43],[44] či zjednodušení celého mikroskopu natolik, že slouží jako výukový model AFM [45].

6.3.1. Zdroj světla

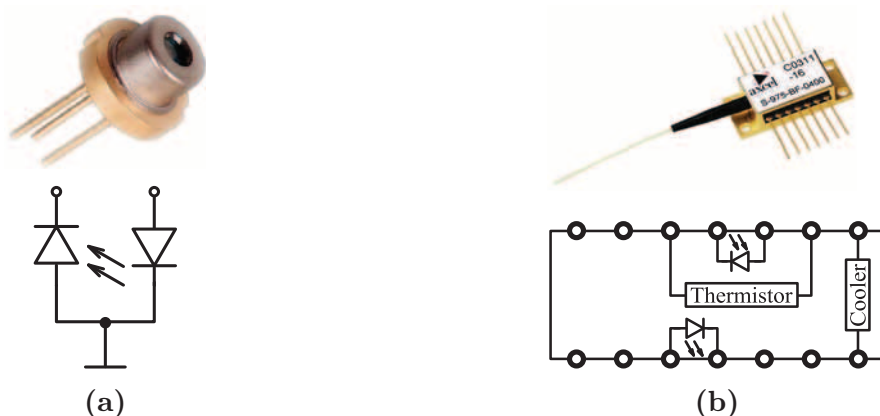
Jako zdroj světla pro interferometr musí být použit zdroj kolimovaný, koherentní s dostatečně stabilním optickým výkonem, i vlnovou délkou. Nabízí se dvě možnosti:

Laserová dioda

Jedná se o polovodičový laser, jehož intenzita je řízena velikostí proudu. S laserovou diodou je ve společném pouzdře umístěna i fotodioda, která intenzitu snímá a umožňuje tak provozovat laserovou diodu v režimu konstantního optického výkonu. Aby se zamezilo přehřívání diody, které bylo popsáno v části 4.9, vznikly laserové diody typu *Butterfly* (obrázek 6.12), které ve společném pouzdře kromě fotodiody mají i termistor a Peltierův článek pro regulaci teploty. Kromě snížené životnosti má kolísání teploty vliv i na stabilitu

6.3. NÁVRH A VÝROBA VLÁKNOVÉHO INTERFEROMETRU

vlnové délky laseru. Například pro laserovou diodu QFLD-633⁷ se při změně teploty o 1 °C vlnová délka zvětší o 0,2 nm.



Obrázek 6.12: Laserové diody různého typu. a) běžná laserová dioda ve společném pouzdře s fotodiodou, b) butterfly typ. (Zdroj: <http://www.qphotonics.com/>)

Laserové diody mají velkou výhodu v malých zástavbových rozměrech. Lze je vyrobit i z materiálů kompatibilních s prostředím ultravysokého vakua a umístit je tak přímo do UHV komory.

Nevýhodou může být malá koherenční délka, kvůli které může svazek emitovaný laserovou diodou interferovat jen pokud není dráhový rozdíl ramen interferometru větší než jednotky milimetrů.

Plynový laser

Plynový laser sestává z trubice naplněné směsí plynu (nejčastěji helium a neon), ve které je pomocí dvou elektrod a napětí v řádu kilovoltů udržován výboj. Ten excituje atomy helia, které jsou ve směsi zastoupeny dominantně a při srážkách s atomy neonu vyzáří světlo vždy o stejné vlnové délce.

Plynové lasery mají obvykle několikanásobně větší koherenční délku než laserové diody, což může být výhodné pro velké dráhové rozdíly obou ramen interferometru. Příliš velká koherenční délka však může způsobovat další interference na spojích optických vláken.

Plynové lasery se nedoporučuje používat pro přesnější měření v období několika hodin po zapnutí. Než se teplotně stabilizují, jejich výkon značně kolísá.

6.3.2. Optická část interferometru

Pro spojení jednotlivých prvků byly vybrány konektory typu FC/APC⁸. Rozdíl mezi konektory FC/PC a FC/APC je v úhlu zakončení. Při výrobě konektoru na optickém kabelu je konec vlákna vlepen do keramické trubičky a spolu s trubičkou zbrúšen a vyleštěn. Podle typu konektoru se leštění provádí kolmo k ose vlákna (FC/PC) nebo pod úhlem 8° (FC/APC).

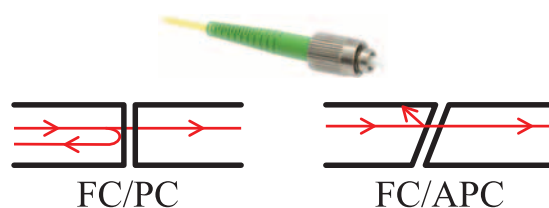
⁷Specifikace: http://www.qphotonics.com/get_attachment.php?id=1123

⁸FC – Ferrule connector. APC – Angle Polished Connector. PC – Physical Contact

6. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

Konektory FC/APC se používají v situacích, kdy je nutné při spojení zachovat orientaci spojovaných vláken vůči sobě. Jedná se například o zachování orientace polarizace svazku. V první verzi interferometru vlastní výroby byly použity levnější konektory FC/PC, protože není nutné zachovávat stejnou orientaci dvou vláken. Docházelo však k nežádoucím zpětným odrazům od kolmých stěn konektorů, jak je naznačeno na obrázku 6.13. Takto odražený svazek snižoval rozlišení interferometru tím, že v intenzita signálu fotodiody má poměrně velkou konstantní složku. Rozdíl v signálu mezi konstruktivní a destruktivní interferencí byl velmi malý.

V nové verzi interferometru vlastní výroby byly použity konektory FC/APC. Jejich spojení pod úhlem 8° zajistí, že odraz v konektoru se nevrací přímo zpět do vlákna, ale do jeho stěn, kde je postupně utlučen. Získáváme tak výrazně větší rozdíl v signálu mezi konstruktivní a destruktivní interferencí.



Obrázek 6.13: Rozdíl mezi spojením optických vláken pomocí konektoru FC/PC a FC/APC. Okem je rozdíl takřka nepostřehnutelný

Topologie optické části interferometru je znázorněna na obrázku 6.14. Hlavní částí je optocoupler FC632–99B od firmy ThorLabs⁹. Jeho dělicí poměr je 99 : 1. Popis jeho činnosti bude dále popsán v jednotlivých krocích (více v obrázku 6.14). Jako zdroj světla byl použit plynový He–Ne laser *Lasos LGK 7634 L*¹⁰ s vlnovou délkou světla 632,8 nm.

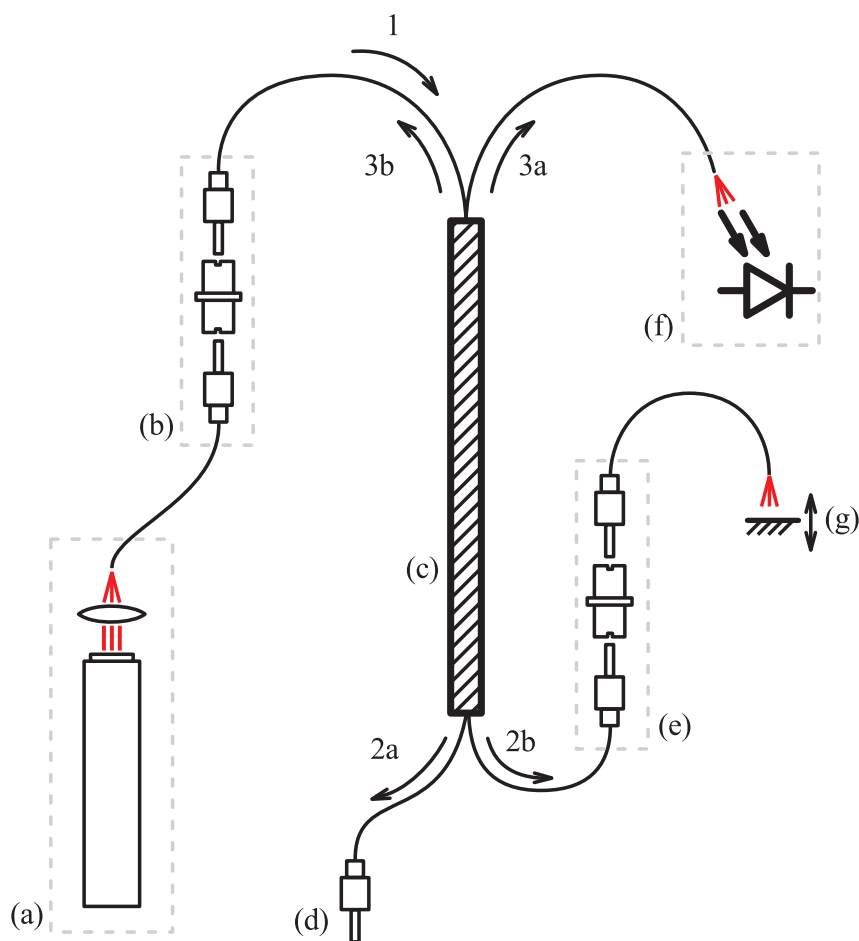
1. Světlo je z laseru (a) vedeno zavaděčem do vlákna. Spojkou (b) jsou spojeny konektory vlákna a optocoupleru (c).
2. V optocoupleru je signál rozdělen v poměru 99 (2a) : 1 (2b).
 - (a) 99 % signálu se tak zdánlivě nelogicky ztratí v konektoru (d), kam může být v případě potřeby připojena referenční fotodioda. Význam tohoto rozdělení bude vysvětlen dále.
 - (b) 1 % signálu je konektorem (e) přivedeno do vlákna vedoucího do místa, kde má být měřena vzdálenost (g).
3. Odražené světlo z plochy (g) se vrací zpět do optocoupleru, kde je opět rozděleno.
 - (a) 99 % signálu přichází do signálové fotodiody (f).
 - (b) 1 % signálu se vrací zpět do laseru. Tak malé množství vracejícího světla do laseru stabilitu laseru neovlivní. Do laseru se vrací světlo po dvojitém průchodu

⁹Specifikace: https://www.thorlabs.de/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=8446.

¹⁰Specifikace: <http://www.lasos.com/component/productmanager/?view=download&tmpl=component&file=K7634>

6.3. NÁVRH A VÝROBA VLÁKNOVÉHO INTERFEROMETRU

optocouplerem, tj. méně než 0,01 % celkového výkonu laseru – počítáno bez ztrát v místě odrazu (g).



Obrázek 6.14: Schéma optické části interferometru. a) Laser se zaváděčem do optického vlákna, b) konektor FC/APC, c) optocoupler, d) konektor pro připojení referenční fotodiody, e) konektor FC/APC, f) signálová fotodioda, g) pohyblivé zrcátko

Díky spolupráci s vědeckou skupinou prof. Jorise van Slagerena¹¹ bylo možné použít přístroj dostupný na Universitě Stuttgart pro spojení dvou optických vláken, tzv. *Fiber Splicer*¹². Ten využívá dva precizní manipulátory a optický mikroskop, pomocí kterých obsluha dvě optická vlákna přesně sesadí a aplikací vysoké teploty spojí. Protože každý použitý spoj do sestavy přináší útlum a parazitní odrazy, byl pomocí Fiber Spliceru eliminován konektor mezi optocouplerem a signálovou fotodiódou. Konektor (e) nahrazen nebyl z ryze praktických důvodů – při poškození konce vlákna dojde k jeho mírnému zkrácení. Po určité době používání tak bude vlákno natolik krátké, že bude muset být vyměněno.

¹¹Institute für Physikalische Chemie, Universität Stuttgart

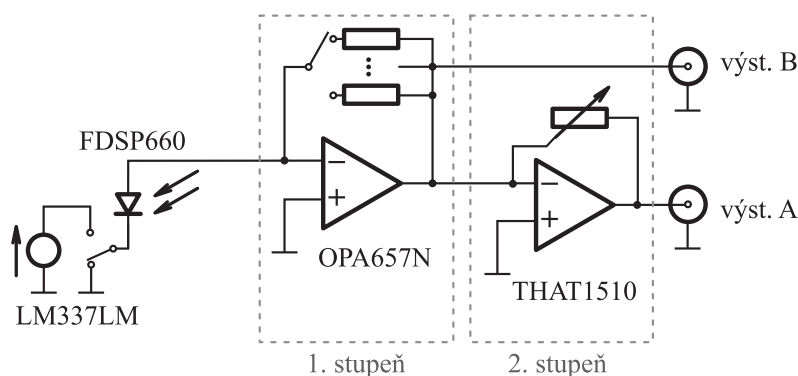
¹²Specifikace: https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=354

6.3.3. Elektronická část interferometru

Intenzita světla dopadajícího na fotodiodu je měřena pomocí zesilovače signálu. Řešení již bylo naznačeno v části 3.1.4. Protože velikost intenzity světla na fotodiodě odpovídá proudu, který fotodiodou teče, je nutné vytvořit zesilovač a převodník proudu v řádech nanoampér na napětí vhodné pro další zpracování, typicky ± 10 V.

Zesilovač má sloužit i pro měření výchylky raménka AFM, jehož rezonanční frekvence se běžně pohybuje v řádech stovek kilohertz. Z toho důvodu byl použit *transimpedanční* zesilovač *OPA657N*¹³, který umožní měření oscilací až do řádu jednotek megahertz.

Zjednodušené schéma navrženého zesilovače je na obrázku 6.15. Intenzita světla dopadajícího na fotodiodu se může lišit podle kvality povrchu konce vlákna nebo sondy. Proto byl do zesilovače zakomponován přepínač zesílení v podobně diskrétního přepínání rezistorů ve zpětné vazbě. Přepínání bylo realizováno pomocí digitálního přepínače *GG201*¹⁴. Pokud by totiž přepínání rezistorů bylo řešeno čistě mechanicky, musely by být vodiče zpětné vazby operačního zesilovače velmi dlouhé (vedeny až na ovládací panel) a mohly by pak indukovat rušení do obvodu. S použitím digitálních přepínačů je vše realizováno přímo na desce plošných spojů (DPS) a na ovládací panel jsou jen vyvedeny ovládací prvky digitálního přepínače. Detaily tohoto zapojení jsou uvedeny v příloze, hotový zesilovač je pak na obrázku 6.16.



Obrázek 6.15: Schéma elektrického zapojení zesilovače signálu fotodiody

Pro druhý stupeň zesílení byl použit precizní instrumentální operační zesilovač *THAT1510* s nízkým šumem. Jeho zesílení je voleno pomocí trimru ve zpětné vazbě na DPS. Výstup zesilovače je veden na konektory typu BNC. Jsou vyvedeny výstupy po prvním, i po druhém stupni zesílení. Stále totiž jde o prototyp a bude ještě předmětem dalších zkoušek.

Firma ThorLabs dodává fotodiody *FDSP660* zavedené do optického vlákna. Proto není třeba řešit přesné spojení vlákna a fotodiody. Pro omezení možného indukovaného rušení byla fotodioda přímo připájena na DPS, co nejbližší prvnímu operačnímu zesilovači.

Fotodiody lze provozovat ve dvou pracovních režimech. Pokud je katoda fotodiody připojena přímo na nulový potenciál, pracuje ve *fotovoltaickém režimu*. Pokud fotodioda

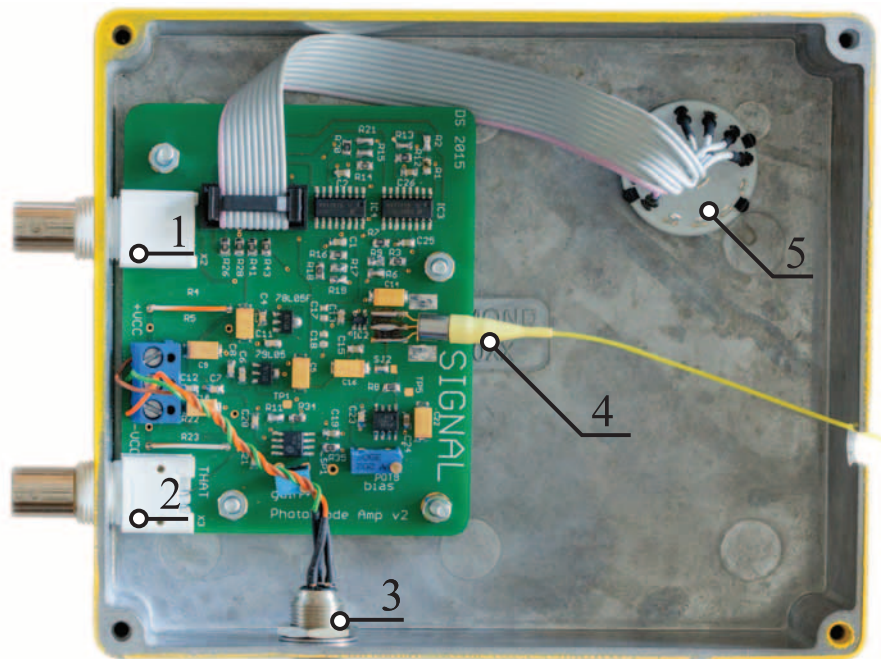
¹³Specifikace: <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/opa657.pdf>

¹⁴Specifikace: <http://www.intersil.com/content/dam/Intersil/documents/dg20/dg201.pdf>

6.3. NÁVRH A VÝROBA VLÁKNOVÉHO INTERFEROMETRU

není osvětlená, protéká diodou jenom tzv. *temný proud*, který zároveň i při měření vytváří v signálu offset.

Druhou možností je *fotokonduktivní* (photoconductive) režim. Pokud je katoda fotodiody připojena na nižší potenciál než 0 V, bude jí stále protékat poměrně velký proud a bude pak schopná rychleji reagovat na změny intenzity. Výhodou tohoto zapojení je výrazně rychlejší reakce, ovšem za cenu offsetu signálu kvůli poměrně velkému proudu, který fotodiodou trvale teče. Tento režim je tak výhodný zejména pro oscilační metody s tuhými raménky.



Obrázek 6.16: Zesilovač signálu fotodiody. 1) Výstup signálu po prvním stupni zesílení, 2) výstup signálu po druhém stupni zesílení, 3) napájecí konektor, 4) fotodioda, 5) přepínač zesílení

Aby bylo možné použít oba tyto režimy, je na DPS umístěn přepínač. Pro generování záporného napětí fotodiody byl použit laditelný obvod LM337. Jedná se o lineární napěťový stabilizátor, který do systému nevnese rušení.

Kromě výše uvedeného je na desce plošných spojů mnoho filtračních tantalových a keramických kondenzátorů a RC filtrů. Pro napájení bylo zvoleno použití akumulátoru. Kompletní schéma je uvedeno v příloze.

6.3.4. Zpracování získaných dat

Všechny komerční interferometry jsou dodávány i s ovládacím softwarem, který slouží k nastavení základních parametrů, jako je velikost intenzity, nastavení pracovní oblasti a některé slouží i přímo pro vyhodnocení měření.

V případě měření výchylky raménka je veškeré nutné nastavení možné provést pomocí řídicí jednotky AFM. Při měření je využit jen analogový výstup vlastního zesilovače

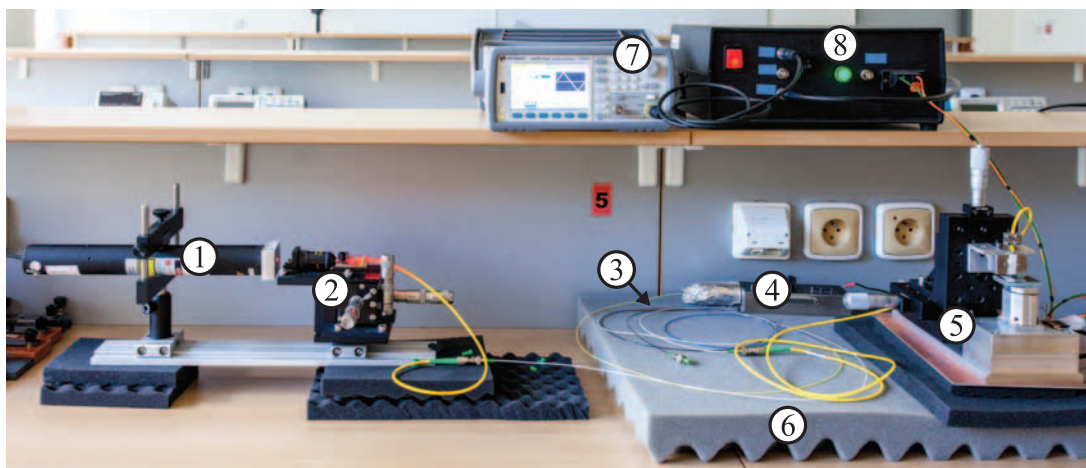
6. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

fotodiody interferometru a je předán oscilační jednotce, případně přímo řídicí jednotce MK2–A810.

Pro využití v SPM mimo případ měření výchylky raménka, jako je kalibrace piezokeramických prvků (například skeneru), je zapotřebí i analogově–digitální převodník. Ten analogový signál zároveň přenesení do softwaru počítače pro další zpracování. Pro účely této práce byla použita měřicí karta *USB 6210* od firmy *National Instruments*. Signály byly dále zpracovány v programu Matlab. Výhodou této univerzální měřicí karty je možnost generovat signál pro řízení piezokeramického prvku, který má být kalibrován.

6.4. Využití interferometru v SPM

Sestava celého zařízení pro interferometrické měření je na obrázku 6.17. Laser je do vlákna zaveden pomocí zavaděče s tříosým mikrometrickým manipulátorem. Je vhodné konec vlákna přesunout do ohniska objektivu, protože do systému přivede největší část výkonu laseru. Svazek laseru je totiž poté rozdělen v poměru 99 : 1, jak bylo popsáno v části 6.3.2.



Obrázek 6.17: Sestava pro kalibraci piezokeramického skeneru pomocí interferometru. 1) He–Ne laser, 2) zavaděč laseru do optického vlákna, 3) optocoupler, 4) zesilovač signálu fotodiody, 5) přípravek pro kalibraci skeneru, 6) tlumení, 7) funkční generátor, 8) vysokonapěťový zesilovač

6.4.1. Kalibrace piezokeramických prvků

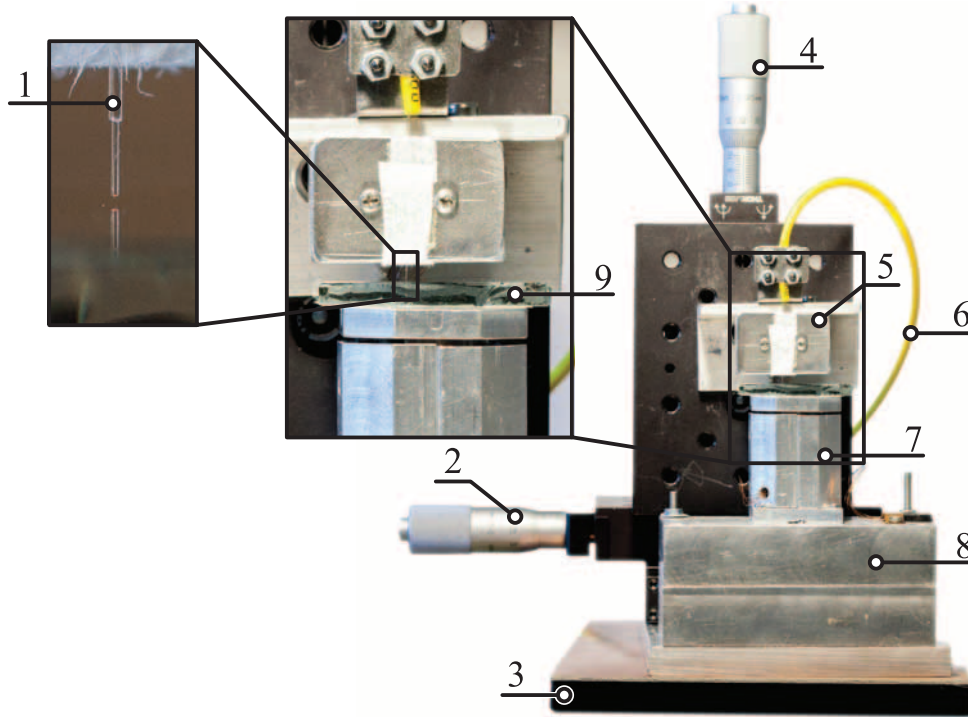
Pro testování interferometru, zjišťování jeho parametrů a později pro kalibraci piezokeramických prvků byl použit přípravek (na obrázku 6.18) sestavený z tříosého mikrometrického posunu ThorLabs (osa y není na obrázku viditelná).

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

6.4. VYUŽITÍ INTERFEROMETRU V SPM

který nese držák vlákna (5), slouží k preciznímu nastavení vzdálenosti vlákna (1) od zrcátka na skeneru.

K preciznímu a opticky čistému zakončení vlákna byly využity zkušenosti autora předkládané práce z projektu *Nanostencil* (kapitola 5). K vytvoření vrubu na skleněném optickém vlákne byl použit rubínový nůž *DualScribe* od firmy ThorLabs. Následné ulomení pinzetou pak vytvořilo čistý řez vláknem.



Obrázek 6.18: Přípravek pro kalibraci skeneru. 1) Optické vlákno, 2) mikrometrický šroub pro osu x , 3) tlumení, 4) mikrometrický šroub pro osu z , 5) držák optického vlákna, 6) optické vlákno s plastovou chráničkou, 7) piezokeramický skener (v duralovém pouzdře), 8) distanční prvky, 9) zrcátko

Bezpečné přiblížení vlákna k povrchu zrcátka bylo zajištěno kontrolou vzdálenosti v optickém mikroskopu. Ve zvětšené části obrázku 6.18 lze srovnat vzdálenost vlákna od zrcátka se šířkou vlákna, která je $125 \mu\text{m}$.

Pro zjištění piezoelektrické konstanty byl na piezokeramický skener přiložen trojúhelníkový průběh napětí, který je spolu s odezvou interferometru na obrázku 6.19. Využijeme data z grafu na obrázku 6.1 s tím rozdílem, že u použitého interferometru jde paprsek trasy d dvakrát (k zrcátku a zpět). Vzdálenosti minim proto neodpovídají změně polohy o velikost vlnové délky, ale o její polovinu. Z napětí v bodech C a D pak můžeme zjistit odpovídající napětí na piezokeramickém skeneru. Napětí v bodech C a D je

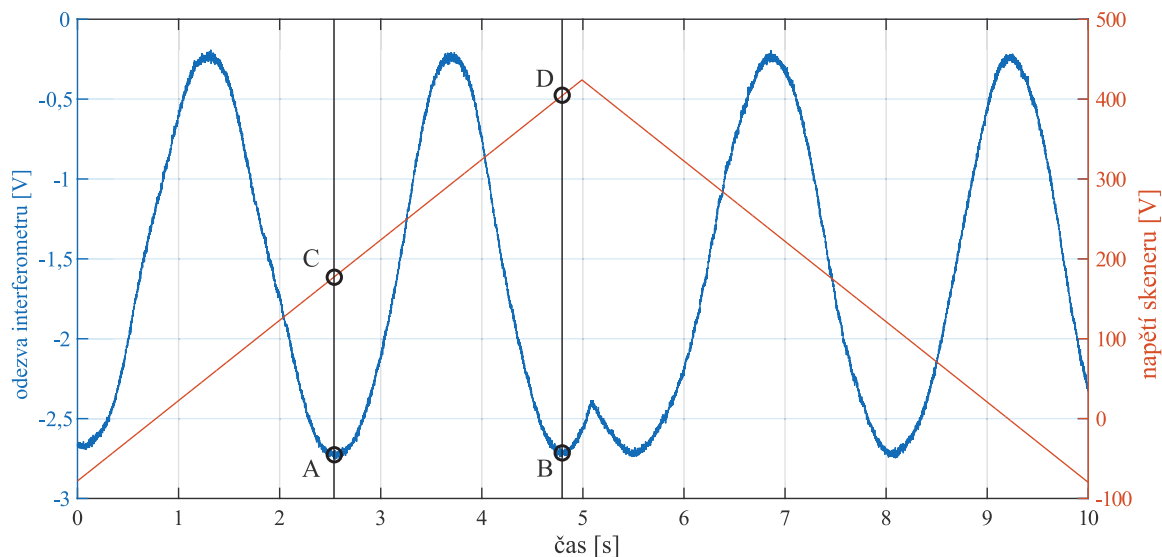
$$U_C = 177,8 \text{ V}$$
$$U_D = 402,4 \text{ V}.$$

Při započtení vlnové délky použitého laseru $\lambda = 632,8 \text{ nm}$ získáváme piezoelektrickou konstantu pro tento skener

6. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

$$d_{33} = \frac{\lambda}{2(U_D - U_C)} = \frac{632,8 \text{ nm}}{2(402,4 \text{ V} - 177,8 \text{ V})} = 1,41 \text{ nm/V}. \quad (6.8)$$

Získanou konstantu je možné srovnat s piezokeramickým trubkovým skenerem *EBL #2* firmy *EBL Products*¹⁵, který je rozměrově i materiálově podobný použitému skeneru. Jeho piezoelektrická konstanta je $d_{33} = 1,73 \text{ nm/V}$.



Obrázek 6.19: Graf průběhu přiloženého napětí na piezokeramický skener a signálu interferometru v čase. Měřeno pomocí zesilovače signálu fotodiody vlastní výroby

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

Pro srovnání je na obrázku 6.20 uveden i tentýž průběh měřený s využitím komerčního zesilovače *Femto DLPCA-200* (na obrázku 3.5). Ze srovnání obou grafů je patrné, že komerční zesilovač disponuje oproti zesilovači vlastní výroby větším zesílením. Kvalita signálu je srovnatelná. Po patričních úpravách parametrů zpětné vazby druhého stupně zesílení může zesilovač vlastní výroby plně zastat roli komerčního zesilovače *Femto DLPCA-200*. Vzhledem k použití operačního zesilovače *OPA657N* je možné měřit signál s frekvencí až do desítek megahertz.

6.4.2. Měření rozlišení interferometru a výchylky raménka AFM

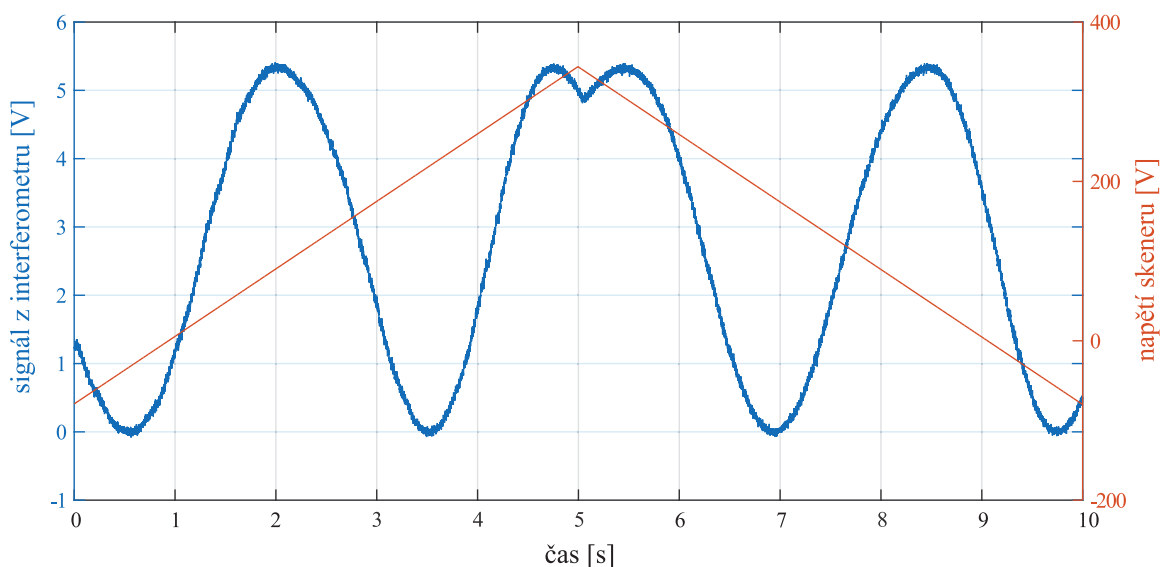
Měření výchylky raménka bude implementováno do mikroskopu VT UHV SPM. Konstrukce mikroskopu byla navržena v rámci disertační práce Ing. Michala Pavery a Ing. Zdeňka Nováčka [25]. Prototyp je na obrázku 6.21¹⁶.

Velikost amplitudy raménka AFM se může pohybovat v řádech od desetin po desítky nanometrů. Pomocí přípravku popsaného v předchozí části bylo zjišťováno i rozlišení inter-

¹⁵Specifikace: <http://www.eblproducts.com/piezotube.html>. Parametr spočten pro případ skeneru s poměrem výšky ku tloušťce $v/d = 10$

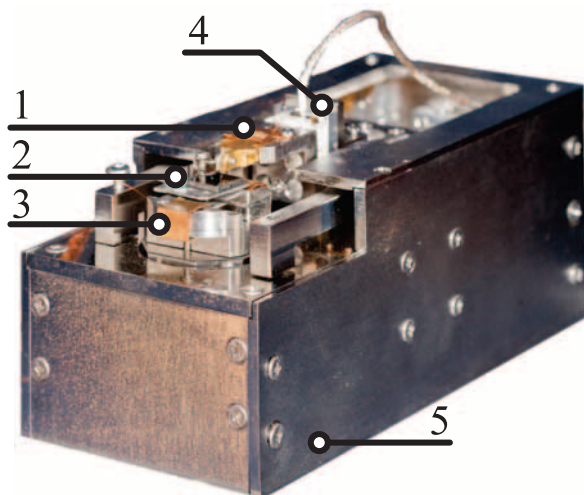
¹⁶Více detailů zde není možné uvést kvůli utajení projektu do doby jeho ukončení.

6.4. VYUŽITÍ INTERFEROMETRU V SPM



Obrázek 6.20: Graf průběhu přiloženého napětí na piezokeramický skener a signálu interferometru v čase. Měřeno pomocí komerčního zesilovače *Femto DLPCA-200*

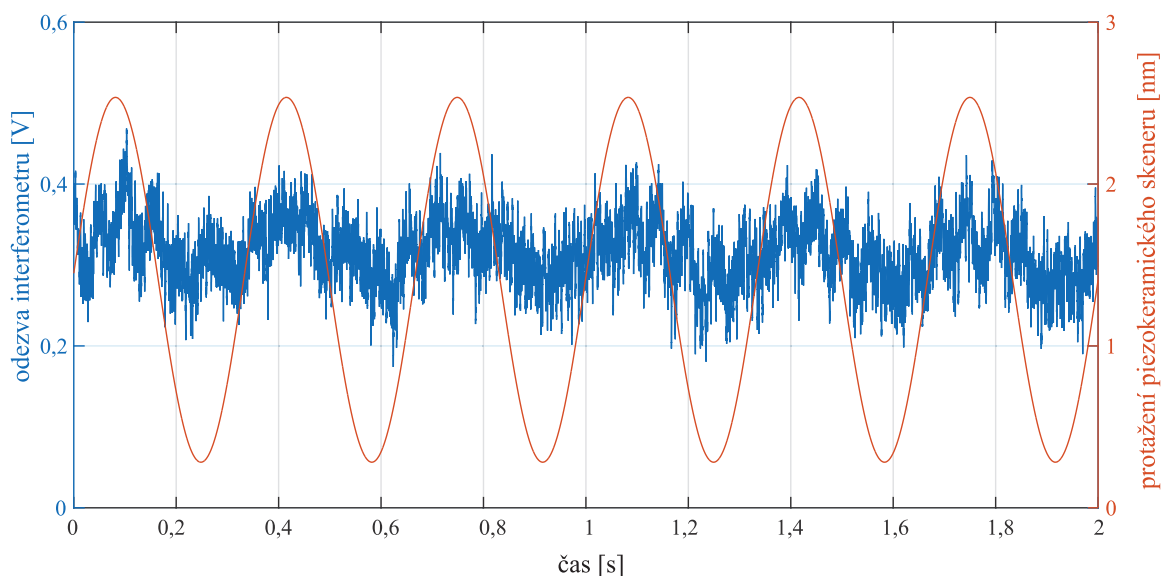
ferometru. Kvůli zatížení skeneru zrcátkem a hliníkovým krytem, nebylo možné vyzkoušet frekvenční rozsah interferometru. Při buzení signálem o frekvenci převyšující 10 kHz již docházelo k významnému útlumu signálu.



Obrázek 6.21: Prototyp mikroskopu VT UHV SPM

Amplituda sinusové vlny, kterou byl piezokeramický trubkový skeneru buzen, byla postupně snižována až na hranici, kdy bylo možné v odezvě interferometru rozlišit její tvar. Nejnižší dosažená amplituda dosahovala 2,3 nm. Graf prodloužení skeneru spolu s odezvou interferometru je v obrázku 6.22.

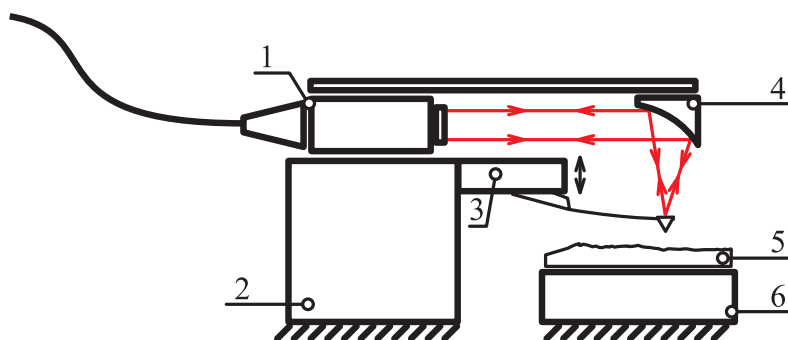
Pro omezení přenosu vibrací do interferometru byla použita pěnová podložka. I přesto bylo zařízení velmi citlivé na sebemenší dotyk stolu. Pravděpodobně z tohoto důvodu je signál interferometru v grafu na obrázku 6.22 silně zarušen. Při implementaci systému do



Obrázek 6.22: Graf odezvy interferometru na protažení piezokeramického trubkového skeneru při použití přípravku pro zjišťování piezoelektrických konstant

VT UHV SPM bude nutné zajistit maximální tuhost sestavy sonda–vlákno, protože ne vždy je možné vibrace podložky odstranit. Je však možné je utlmit zvýšením tuhosti. Interferometry podobné konstrukce s dostatečnou tuhostí upevnění vlákna vůči sondě dosahují rozlišení vzdálenosti vlákna od raménka i desetin nanometru [40].

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

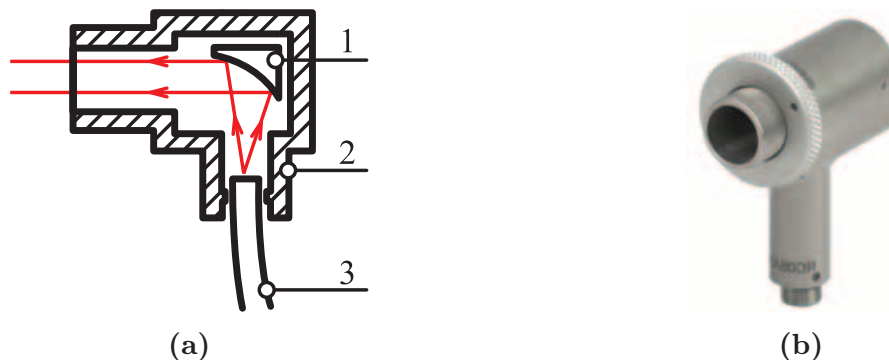


Obrázek 6.23: Koncept systému pro interferometrické měření výchylky ve VT UHV SPM. 1) Kolimátor svazku z vlákna, 2) tělo mikroskopu, 3) excitační piezo s držákem sondy, 4) zrcátko, 5) vzorek, 6) skener

V další části této kapitoly bude popsán vytvořený návrh, který zatím nebyl realizován. Na obrázku 6.23 je koncept systému pro interferometrické měření výchylky v VT UHV SPM. Protože mikroskop VT UHV SPM je konstruován tak, aby mohl pracovat ve vaku-

6.4. VYUŽITÍ INTERFEROMETRU V SPM

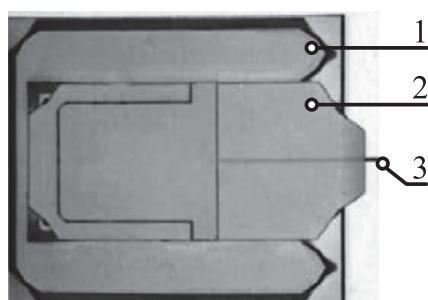
ové komoře rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM), je nutné dodržet omezení na velikost prostoru nad vzorkem. Kvůli tubusu fokusovaného iontového svazku, jehož pracovní vzdálenost od vzorku je nejméně 12 mm, není možné nechat vlákno volně v prostoru nad vzorkem.



Obrázek 6.24: Reflektivní kolimátor. a) náčrtek vnitřního uspořádání: 1) parabolické zrcátko, 2) tělo kolimátoru, 3) optické vlákno. b) Provedení RC04FC-F01 od firmy ThorLabs (Zdroj: <http://www.thorlabs.de/>)

U optických vláken je výrobcem deklarovaný minimální přípustný rádius, při kterém nedochází k poškození optického vlákna. Nejmenší takový poloměr je pro krátkodobé ohnutí 10 mm a pro dlouhodobé ohnutí 30 mm¹⁷. Vedení vlákna k raménku ohybem tedy není možné.

Proto bylo navrženo řešení zakreslené na obrázku 6.23. Optické vlákno je upevněno na tělo mikroskopu a zakončeno kolimátorem (1). Světlo je dále směřováno na parabolické zrcátko (4), které svazek fokusuje na raménko AFM. Protože prostor nad raménkem je omezen, je nutné, aby vyduté zrcátko bylo co nejmenší. Firma ThorLabs používá parabolická zrcátka o průměru 3 mm do svých reflektivních kolimátorů. Na obrázku 6.24 je náčrt principu funkce reflektivního vláknového kolimátoru. Slouží ke kolimování svazku vycházejícího z optického vlákna. V tomto případě bude použití opačné – do místa, kde je běžně upevněno optické vlákno, bude umístěno raménko AFM.



Obrázek 6.25: Kinematický držák sondy (Zdroj: [46]). 1) Kinematický držák, 2) Sonda (držák raménka), 3) raménko

¹⁷Specifikace: http://www.thorlabs.de/newgroupage9.cfm?objectgroup_id=949

6. VYUŽITÍ INTERFEROMETRIE V UHV SPM

Nastavovat zrcátko a kolimátoru při výměně každé sondy není z praktických důvodů možné. Podobně jako v systému *Nanostencil* (kapitola 5) musí být spíše sonda umístěna tak precizně, aby dalších úprav pozice nebylo třeba. Pro přesné umístění sondy do držáku může sloužit například vedení, pomocí kterého uživatel sondu přesně umístí. Podobný systém je použit například u UHV AFM ve skupině prof. Wiesendangera¹⁸ [41].

Další z možností je využití kinematického držáku sondy (obrázek 6.25). Sondy od firmy *Bruker* a *Nano World* mají ze spodní strany drážky, do kterých zapadají výstupky v kinematickém držáku. Umístění sondy je díky nim určeno s dostatečnou přesností.

Nevýhodou tohoto řešení je omezení pouze na sondy s patřičnou geometrií drážek. Sondy jiných výrobců s jiným rozložením drážek nebude možné do tohoto držáku umístit. Mimo výše uvedené bude dále v rámci práce na tomto projektu řešen způsob výměny hrotu v prostředí ultravysokého vakua.

¹⁸Universität Hamburg

Závěr

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

Tímto způsobem byl navržen a vyroben například stabilizovaný zdroj napětí pro napájení všech částí mikroskopu nebo vysokonapěťový zesilovač pro řízení piezokeramického trubkového skeneru. Obě tato zařízení byla využita nejprve u mikroskopu UHV SPM, kde došlo ke kompletní obměně ovládací elektroniky a software. Po analýze a eliminaci chyb a zjištěných nedostatků vznikla druhá generace zařízení, která byla instalována u mikroskopu VT UHV STM (Variable Temperature Ultra High Vacuum Scanning Tunneling Microscope). Koncept modulární sestavy pro rastrovací sondový mikroskop byl publikován v časopise *Jemná mechanika a optika* a vysokonapěťový zesilovač je registrován jako funkční vzorek¹⁹.

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

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

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

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

¹⁹Detail:https://www.vutbr.cz/veda-a-vyzkum/vysledky-vav/detailvav_id=107624#vysledek-107624

ZÁVĚR

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

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

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

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

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

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

LITERATURA

- [14] Franz 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*, vol. 76(issue 11):1470–, 2000.
- [15] Milan Vůjtek, Roman Kubínek, and Miroslav Mašláň. *Nanoskopie*. Univerzita Palackého, V Olomouci, 1. vyd. edition, 2012.
- [16] J. Zhang, P. Chen, B. Yuan, W. Ji, Z. Cheng, and X. Qiu. Real-space identification of intermolecular bonding with atomic force microscopy. *Science*, vol. 342(issue 6158):611–614, 2013-10-31.
- [17] Application note #133. Santa Barbara, CA, USA, 2011. Bruker Nano Surfaces Division.
- [18] Jonah A. Harley. *Advances in piezoresistive probes for atomic force microscopy*. Dissertation, Stanford University, 2000.
- [19] Ernst Meyer, Hans J Hug, and Roland Bennewits. *Scanning probe microscopy*. Springer, 2004.
- [20] N. Blanc, J. Brugger, N.-F. de Rooij, and U. Durig. Scanning force microscopy in the dynamic mode using microfabricated capacitive sensors. *Journal of Vacuum Science Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 14(2):901–905, Mar 1996.
- [21] Paul Horowitz a Winfield Hill. *The art of electronics*. Cambridge University Press, New York, 2nd ed. edition, 1989.
- [22] Percy Zahl, Thorsten Wagner, Rolf Möller, and Andreas Klust. Open source scanning probe microscopy control software package gxsm. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 28(3):C4E39–C4E47, 2010.
- [23] Filip Lopour. *Návrh zařízení pro sledování povrchů pevných látek v podmínkách ultravakua metodou STM/SFM*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 1997.
- [24] F. Lopour. *Development and application of an UHV SPM microscope*. Doktorská dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2005.
- [25] Zdeněk Nováček. *Vývoj instrumentálního zařízení pro výzkum nanostruktur*. Doktorská dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Brno, 2014.
- [26] D. Šulc, P. Wertheimer, M. Pavera, Z. Nováček, J. Neuman, and T. Šíkola. Vývoj univerzálního zařízení pro rastrovací sondové mikroskopy. *Jemná mechanika a optika*, pages 169–171, 2014.
- [27] Tomáš Dao. *Návrh nosné platformy pro nízkoteplotní UHV STM mikroskop*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014.

- [28] Antonín Sojka. *Sestavení a testování nízkoteplotního mikroskopu STM*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015.
- [29] B. M. Law and F. Rieutord. Electrostatic forces in atomic force microscopy. *Phys. Rev. B*, 66:035402, Jun 2002.
- [30] Andrea Fortini, Mikhail I. Mendeleev, Sergey Buldyrev, and David Srolovitz. Asperity contacts at the nanoscale. *Journal of Applied Physics*, vol. 104(issue 7):074320–, 2008.
- [31] AMISPEC. Advanced microscopy and spectroscopy platform for research and development in nano and microtechnologies. <http://amispec.isibrno.cz/doku.php>, 2012.
- [32] NANOSENSORS™. Akiyama-probe (a-probe) technical guide. http://www.akiyamaprobe.com/wp-content/uploads/2009/03/akiyama-probe_technicalguide_2009mar23.pdf, 2009.
- [33] Franz J. Giessibl, Florian Pielmeier, Toyooki Eguchi, Toshi An, and Yukio Hasegawa. Comparison of force sensors for atomic force microscopy based on quartz tuning forks and length-extensional resonators. *Phys. Rev. B*, 84:125409, Sep 2011.
- [34] Josef Fuka a Bedřich Havelka. *Optika a atomová fyzika*. Státní pedagogické nakladatelství, Praha, 1. vyd. edition, 1961.
- [35] Bahaa E Saleh and Malvin Carl Teich. *Fundamentals of photonics*. Wiley, New York, c1991.
- [36] Ludwig Mach. *Ueber einen Interferenzrefraktor*, volume 12. Verlag von Julius Springer, Berlin, 1892.
- [37] Charles Fabry and Alfred Pérot. Sur les franges des lames minces argentées et leur application ala mesure de petites épaisseurs d'air. *Chim. Phys.*, (12):459—501, 1897.
- [38] Tomáš Vémola. *Soustava Fabry-Perotova a Michelsonova interferometru pro měření délek s femtosekundovým laserem*. Diplomová práce, : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Brno, 2011.
- [39] Jin U. Kang, editor. *Fiber optic sensing and imaging*. Springer, New York, 2013.
- [40] D. Rugar, H.J. Mamin, and P. Guethner. Improved fiber optic interferometer for atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 55(25):2588–2590, Dec 1989.
- [41] Marcus Liebmann. *Aufbau und Charakterisierung eines Rasterkraftmikroskops für den Einsatz im Ultrahochvakuum, bei tiefen Temperaturen und im Magnetfeld*. Diplomová práce, Institut für Angewandte Physik, Universität Hamburg, 2000.
- [42] Rüdiger Paschotta. Faraday isolators. https://www.rp-photonics.com/faraday_isolators.html, 2014.

LITERATURA

- [43] N.C. Shie, T.L. Chen, and Kai Yuan Cheng. Use of fiber interferometer for afm cantilever probe displacement control. *Key Engineering Materials*, (295-296):77–82, 2005.
- [44] R. Euler, U. Memmert, and U. Hartmann. Fiber interferometer-based variable temperature scanning force microscope. *Review of Scientific Instruments*, vol. 68(issue 4):1776–, 1997.
- [45] Antje Bergmann, Daniela Feigl, David Kuhn, Manuel Schaupp, Günter Quast, Kurt Busch, Ludwig Eichner, and Jens Schumacher. A low-cost afm setup with an interferometer for undergraduates and secondary-school students. *European Journal of Physics*, vol. 34(issue 4):901–914, 2013-07-01.
- [46] Bruker. Application note #553: Integrated optical and afm metrology: Bruker 3d optical microscopes and nanolens afm. http://www.nanowerk.com/spotlight/Integrated_Optical%20_and_AFM_Metrology.pdf, 2013.

Seznam použitých zkratek a symbolů

AC	Alternating Current
AFM	Atomic Force Microscopy
API	Application Programming Interface
BNC	Bayonet Neill Concelman
BNL	Brookhaven National Laboratory
C-AFM	contact – Atomic Force Microscopy
DC	Direct Current
DPS	Deska plošných spojů
DVD	Digital Versatile Disc
DSP	Digital Signal Processor
EFM	Electrostatic Force Microscopy
FIB	Focused Ion Beam
FMM	Force Modulation Microscopy
FPGA	Field Programmable Gate Array
GXSM	Gnome X Scanning Microscopy
HVA	High-Voltage Amplifier
KPFM	Kelvine Probe Force Microscopy
LAO	Lateral Anodic Oxidation
LED	Light Emitting Diode
LFM	Lateral Force Microscopy
LT	Low Temperature
MBE	Molecular Beam Epitaxy
MFM	Magnetic Force Microscopy
nc-AFM	non-contact Atomic Force Microscopy
PID	Proporcionálně-Integračně-Derivační regulátor
PLL	Phase-locked Loop

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

PSD	Position Sensitive Detector
SEM	Scanning Electron Microscope
SPM	Scanning Probe Microscopy
STM	Scanning Tunneling Microscopy
STS	Scanning Tunneling Spectroscopy
TTL	Transistor–transistor logic
ÚFI	Ústav fyzikálního inženýrství
UHV	Ultra High Vacuum
USB	Universal Serial Bus
VT	Variable Temperature
VUT	Vysoké učení technické v Brně