

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Mikroskopie atomárních sil

Anotace CZ:

Teoretická část bakalářské práce se zabývá mikroskopií atomárních sil. Různými metodami měření a výpočtem chyb měření. Dále jejich úpravou či jejich částečným odvozením. Práce rozpracovává také teorii sond, jejich výrobu a použití. V praktické části se práce věnuje rozboru použitelných sond pro mikroskop od firmy BRUKER. Vzhledem k použití a zpracování z hlediska jejich fyzikálních vlastností a rovněž porovnání cen od výrobce.

Anotace EN:

The theoretical part of the bachelor work engages in atomic microscopy force. Different method of measurement and calculation of errors or their adjustment or deduction. This work also includes the theory of probes and their construction and use. The practical part devotes the analysis of probes for the microscope BRUKER NANOS and their use in appearance of their physical quality and their price.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

Dále prohlašuji, že veškerý software, použitý při řešení této bakalářské práce, je legální.

.....

podpis

V Plzni dne 3.6.2013

Andreas Clauberg

Poděkování:

Touto cestou bych chtěl poděkovat vedoucímu své bakalářské práce
Ing. Tomáši Džuganovi, Ph.D. za jeho rady a připomínky, které mi pomohly k sepsání této
bakalářské práce.

Úvod:	8
A. Teoretické základy	9
1. Definice mikroskopie atomárních sil	9
2. Princip měření u mikroskopu atomárních sil	9
3. Struktura mikroskopu atomárních sil	10
4. Atomární síly	11
5. Síly mezi hrotem a povrchem vzorku	12
5.1. Van der Waalsova (VdW) síla	12
5.2. Kapilární síla	13
5.3. Repulsivní síla	13
5.4. Adhezní síla	14
5.5. Síla mezi hrotem a vzorkem	14
6. Senzor	15
6.1. Omezení rozlišení z důvodu geometrie hrotu	17
6.2. Piezoscanner	18
6.3. Výroba piezoelementů	20
6.4. Zobrazovací chyby u piezokrystalů	21
6.5. Výroba cantileveru	22
6.6. Měření výkyvu cantileveru	22
7. Způsob provozu mikroskopu atomárních sil	23
7.1. Kontaktní režim	23
7.2. Nekontaktní režim	26
8. Další způsoby měření	28
8.1. Scanning Tunneling Microscop (STM)	28
8.2. Magnetic Force Microscope (MFM)	29
9. Elektrický řídicí systém	30
B. Přehled sond	31

1. Sondy od Bruker	31
1.1. HMXS-10	31
1.2. HMX-10	33
1.3. HMX-W	34
1.4. HMXS-W	35
2. Ostatní výrobci.....	37
2.1. Olympus	37
2.2. Nanosensors.....	37
2.3. NanoWorld	37
2.4. Asylum	37
2.5. SmartTip.....	38
3. Zhodnocení a porovnání výrobců	38
Závěr:	39
Seznam použité literatury	41
Seznam obrázku.....	43
Seznam tabulek:.....	44
Seznam symbolů a zkratek	45

Úvod:

Mikroskopie atomárních sil je technika, která byla prvně realizována v 80. letech 20. století. Posunula vědu dopředu, jelikož nám umožnila zkoumat i tak malé povrchy, které by pouhým lidským okem nebyly zaznamenány. Ačkoli pro laickou veřejnost může být toto téma vzdálené, odborníci v oboru vědí, že tato metoda otevírá nové možnosti pro zkoumání přenosu náboje mezi molekulami a molekulárními sítěmi. Vědomosti lze využít v oblasti nanotechnologií, ve které se Česká republika řadí mezi světovou špičku, dále tuto techniku lze využít u katalytických procesů, umožňuje také zvýšit výkonnost nanometrických tranzistorů a ve výčtu by se dalo pokračovat. Mikroskopii atomárních sil můžeme použít při konstrukcích nanostruktur.

Jelikož má tato technika široké uplatnění, je vhodné se touto problematikou více zabývat. Přiblížení této mikroskopické techniky bude cílem mé bakalářské práce.

Nejprve se zaměřím na mikroskop atomárních sil z hlediska struktury a jeho fungování. Základem je velmi ostrý hrot, který je upevněn na ohebném nosníku, tzn. cantileveru. Když se hrot přiblíží ke vzorku, dojde k vzájemnému působení sil. Jednotlivé síly mezi hrotem a povrchem vzorku budou také součástí práce.

Účelem AFM, neboli mikroskopie atomárních sil, je měření ohybu cantileveru. Jako senzor se používá co nejmenší hrot. Jeho poloha se musí ale správně nastavit. Pro jemné nastavení se využívá piezoelektrického efektu. U piezokrystalů se může narazit na chybovost v souvislosti se zobrazováním, jako nelinearita, hystereze či stárnutí.

Podle toho, zda se hrot dotýká vzorku či nikoli, můžeme rozdělit režimy měření na kontaktní či nekontaktní. Měření AFM ale není jedinou metodou, která se v praxi používá. Vedle této metody existuje i STM či MFM.

V praktické části se zaměřím na jednotlivé sondy. Společnost BRUKER vyrábí 4 typy sond. Srovnatelné výrobky nabízí i další firmy, jako například Olympus, Nanosensors, NanoWorld, Asylum, SmartTip, aj. Porovnání výrobců spočívá v tom, že podle stanovených parametrů určím, zda by se sonda od jiných výrobců dala použít i na mikroskop od společnosti BRUKER Nanos.

A. Teoretické základy

1. Definice mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil byla vynalezena v roce 1986 Gerdem Binnigem, Calvinem Quatem a Christophem Gerberem. Tato technika je označována také zkratkou AFM z anglického názvu Atomic Force Microscopy.

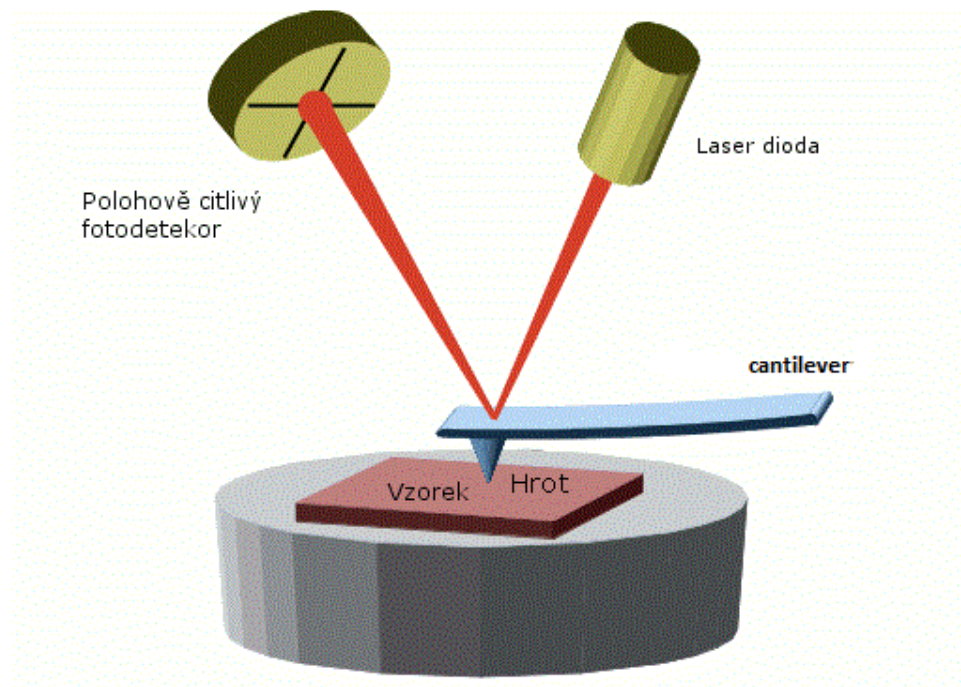
Mikroskop atomárních sil je speciální typ mikroskopu, s kterým se mechanicky prozkoumává povrch vzorku, kde už není možné použít světelný mikroskop. Mikroskopem atomárních sil jsme schopni zkoumat povrch o velikosti nanometru, což lidským okem není možné. Ve speciálním měřicím režimu můžeme také stanovit materiálovou konstantu měřeného vzorku.[1]

2. Princip měření u mikroskopu atomárních sil

U mikroskopu atomárních sil je připevněn na mikroskopickém malém ohybném nosníku (tzv. cantileveru) malý jehlan. Tento hrot se posouvá v určitém vymezeném úseku přes povrch vzorku. Tím se vzorek snímá. Tomuto způsobu se také říká "scannovat" (z anglického slova *to scan*: snímat). Vzorek, který chceme snímat, má určitý povrch a podle pozice se nosník nebo také cantilever při snímání ohne. Tento ohyb neboli výkyv se většinou měří optickým senzorem (plocha fotodiod) a ukazuje nám, jaké síly působí mezi povrchem vzorku a hrotem. Výkyvy se pak bodově ukládají a po sejmutí celého vzorku nám vznikne obraz topografie. Abychom mohli sejmut co nejvíce bodů povrchu, je zapotřebí co nejmenší snímací rychlost. Pohyb mezi vzorkem a hrotem se realizuje pomocí piezokrystalů, které se po přiložení napětí začnou různě deformovat.[1]

3. Struktura mikroskopu atomárních sil

V následujícím obrázku je naznačena typická struktura mikroskopu atomárních sil.



Obr. 1: Struktura mikroskopu atomárních sil.[2]

Měřící sonda se v minimální vzdálenosti posouvá přes vzorek. Existují dva způsoby měření. U první metody se vzorek posouvá a hrot zůstává na místě. U druhého způsobu naopak vzorek zůstává na místě a posouvá se hrot. Pohyb cantileveru je možné měřit pomocí odrazu laseru. Pohyby jsou vyvolány atomární silou povrchu vzorku. Často se na zadní stranu cantileveru nanese reflexní povrch. Laserový paprsek pak narazí na zadní stranu hrotu, je odražen a pomocí pole fotodiod zaznamenán. Toto pole je rozděleno na čtyři části, kde každá část obsahuje několik fotodiod. Reflexe je různá podle výkyvu hrotu. Pole fotodiod převádí odražený laser na napětí, z kterého jsme schopni usoudit výkyv cantileveru. (Z výkyvu cantileveru se pak dá pomocí vyhodnocovacího softwaru určit povrch vzorku). Rozdělení pole na čtyři části je nutné také k tomu, abychom byli schopni zaznamenat sklopení do strany. Sklopení se může vyskytnout, když snímač snímá vodorovně ze shora a působí na snímač síly ze strany.[2]

4. Atomární síly

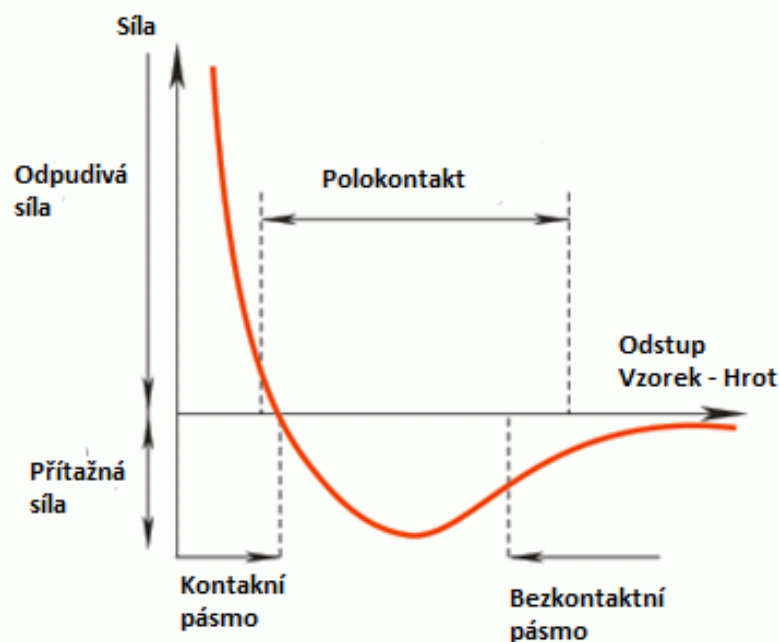
K ohnutí cantileveru přispívají různé atomární síly, převážně atomární síly jako je van-der-Waalsova síla. Při přiblížení hrotu k vzorku vzniká vzájemné působení sil. Vedle van-der-Waalsovy síly se může také ještě vyskytnout Coulumbova síla. Jejich vzájemné působení může být popsáno vztahem,

$$\Phi_{(r)} = \frac{q_1 q_2}{4\pi\epsilon_0 r} \quad (1)$$

kde q_1 a q_2 jsou náboje na hrotu a na vzorku a r je vzdálenost mezi nimi. Je-li ale vzorek a hrot uzemněn, tak jsou elektricky neutrální a žádná Coulumbova síla mezi nimi nepůsobí. Na hrot působí přitažná síla, která vzniká ze vzájemné přitažlivosti indukovaného napětí. Po dalším přiblížení se orbity jednotlivých atomů vzorku a hrotu začínají překrývat. Podle Pauliho principu působí na vzorek a hrot silná přitažná a odpuzivá síla. Dohromady s van-der-Waalsovou silou dostaneme Lennard-Jonesový potenciál:

$$\phi_{(r)} = -c_2 \left(\frac{1}{r^6} - \frac{1}{r^{12}} \right) \quad (2)$$

V následující grafice je znázorněn průběh Lennard-Jonesův potenciálu v závislosti na přitažlivých a odpuzivých silách.[2]



5. Síly mezi hrotem a povrchem vzorku

Měření s mikroskopem atomárních sil je převážně ovlivněno silami, které působí mezi hrotem a povrchem vzorku. Při pozorování sil nemůžeme mluvit o působení sil dvou atomů mezi sebou, ale spíše musíme počítat s působením sil více atomů. Také bychom měli brát v úvahu síly, které působí při snímání na povrch vzorku. Z tohoto důvodu nelze znázornit celkové působení sil, ale můžeme ukázat jen podstatné síly, které působí na hrot a vzorek.[3]

5.1. Van der Waalsova (VdW) síla

VdW-síla vznikne při působení dipólů dvou molekul na sebe. Ve vzdálenosti až do 10nm dominují tyto síly vzájemně u nemagnetických a elektricky neutrálních molekul. VdW-síly se rozdělují na:

- ❖ polární působení: popisují uspořádání permanentních dipólů mezi sebou,
- ❖ indukované působení dipólů: kde polarizované molekuly vytváří dipól v molekulách, které nejsou polarizované,
- ❖ disperzní působení mezi molekulami bez dipólového momentu. Ty se vyskytují skrz kolísání hustoty elektronů disperzní síly mezi nepolárními molekulami.

VdW-potenciál $V_{Atom-Atom}(z)$ dvou atomů ve vakuu ze vzdálenosti z je proporcionální $(-1/z^6)$. Je ale nedostatečné, dívat se u mikroskopu atomárních sil na problém jen jako na dvouatomovou geometrii. Když u VdW-sil použijeme jen zjednodušenou podstatu součtových sil VdW-síly mezi dvěma tělesy, tak můžeme sílu spočítat přes Hamakerovu integraci. Pro kouli s radiem r a vzdáleností nad hladkým povrchem z dostaneme VdW-sílu:

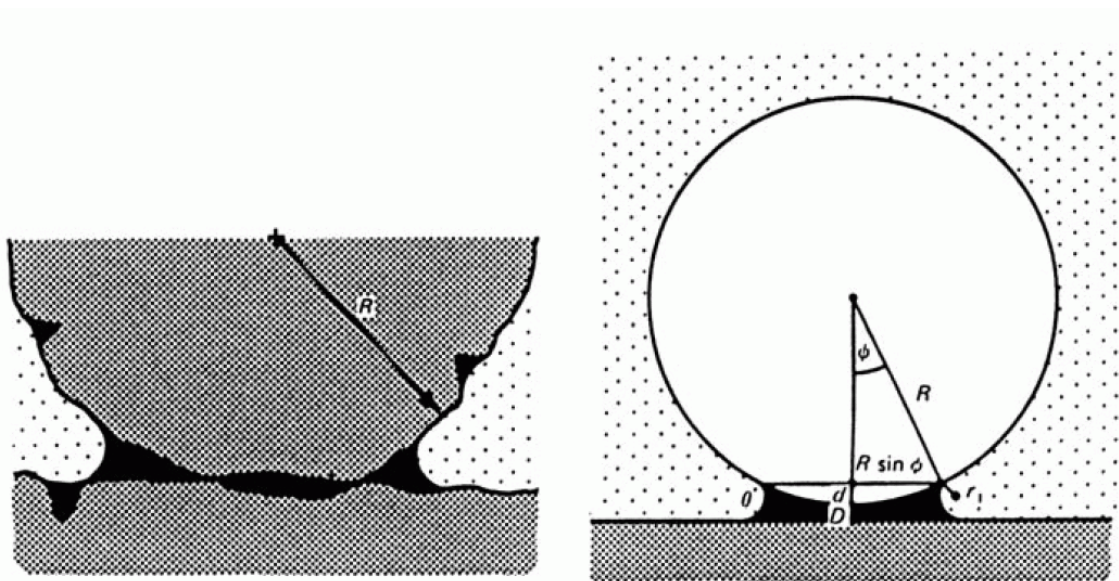
$$F_{VdW(z)} = -\frac{Hr}{6z^2} \text{ N} \quad (3)$$

kde H je materiálová Hamakerova konstanta, která popisuje vzájemné působení dvou těles na sebe, a můžeme ji brát jako konstantu. Pro dvě tělesa z křemíku, která jsou od sebe oddělená vzduchem, je Hamakerová konstanta $18.65 \cdot 10^{-20} \text{ J}$. Pokud je místo vzduchu mezi tělesy voda, tak je konstanta $H = 9.7 \cdot 10^{-20} \text{ J}$.

Pro hrot s radiem $r = 10 \text{ nm}$ a vzdáleností $z = 1 \text{ nm}$ nám vznikne VdW-síla zhruba $1.6 \cdot 10^{-10} \text{ N}$. [12]

5.2. Kapilární síla

Tato síla vznikne v případě měření na vzduchu, protože se na povrchu vzorku vytváří film kondenzované vody, který je silný několik nanometrů. Navíc vytváří kontakt mezi hrotem a vzorkem dobrý prostor pro usazení kondenzační vlhkosti, která vyvolá na hrot přitažlivou sílu. [4]



Obr. 3: Vznik chyby na základě vzduchového filmu. [4]

Jednoduchý odhad maximální síly, která působí na hrot při dotyku s povrchem, dostaneme:

$$F_{Kapilar.max} = -4\pi R\sigma N \quad (4)$$

kde R je rádius na špičce hrotu a σ napětí na povrchu. Pro vodu je $\sigma = 0.074 \text{ N/m}$. Při radiu na špičce hrotu 10 nm nám vznikne maximální kapilární síla o velikosti $9.3 \cdot 10^{-9} \text{ N}$. Tato síla má velký dosah. [4]

5.3. Repulsivní síla

Má malý dosah a vzniká při překrytí orbitu elektronů, u molekul hrotu a povrchu vzorku. Podle Pauliho principu nemohou tyto elektrony nabývat stejné energie. Důsledkem je, že se

při přiblížení zvýší potenciální energie. U mikroskopu atomárních sil se většinou bere v úvahu $\frac{1}{z^{12}}$.

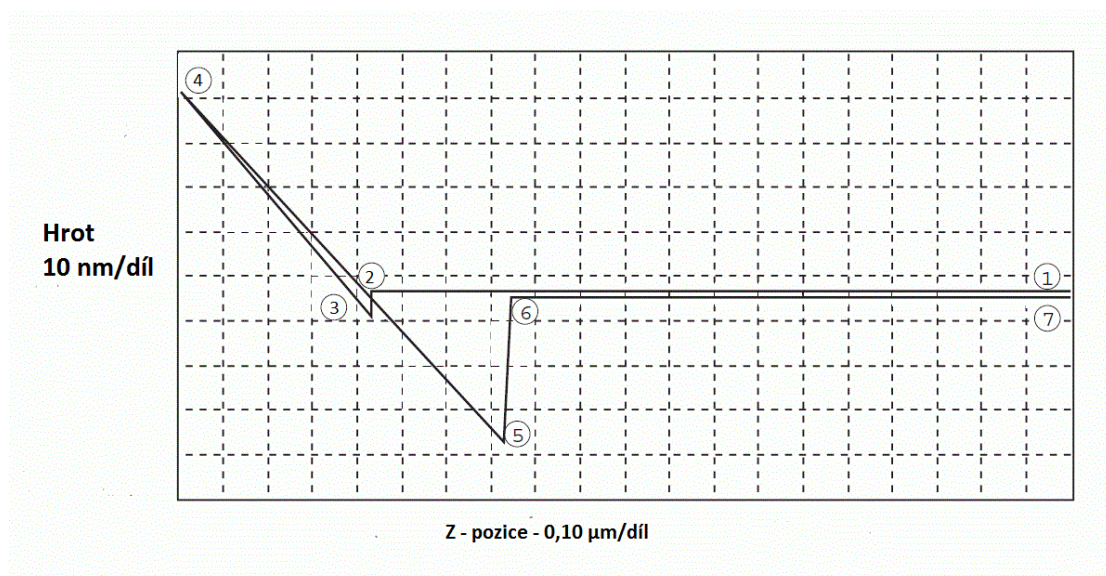
Což znamená, že u radiu hrotu $R = 10 \text{ nm}$ a vzdálenosti hrotu a vzorku $z = 1 \text{ nm}$ je repulsivní síla v rozmezí 10^{-15} N . Je-li hrot při přiblížení od vzorku ještě daleko, tak tuto sílu zanedbáme. Změní-li se vzdálenost na méně než 1 ångström, tak se síla zvětší na 10^{-8} , což je značně nad VdW-sílu a kapilární sílu.[5]

5.4. Adhezní síla

Metalická adhezní síla vzniká při výměně elektronů při silném přiblížení dvou molekul. Tato adheze se vyskytuje jen u hrotu, který je napařen kovem a kovovým vzorkem. Při použití nemetalických hrotů je tato adhezní síla již popsána u VdW-modelu.[5]

5.5. Síla mezi hrotem a vzorkem

Abychom si mohli udělat představu, jaké síly působí mezi hrotem a vzorkem a o jejich velikostech, vytvoříme u většiny AFM-systémů křivku mezi silou a odstupem. Na to se hrot, který je vzdálený od povrchu vzorku, pomalu přiblíží pomocí systému na jemné nastavení až ke kontaktu se vzorkem a pak se zase vrátí zpět do původní pozice. Zároveň se zaznamenává ohyb hrotu (obr.: 10).[5]



Obr. 4: Přitažná síla na hrot při dotyku se vzorkem

V bodě 1 není hrot ještě v kontaktu se vzorkem a až do bodu 2 se nenaměří žádný ohyb cantileveru. Po přiblížení převáží přitažné síly a cantilever je okamžitě přitáhnut na povrch

vzorku. Tomuto jevu se říká "snap in" nebo "jump to contact". Cantilever je ohnut dolů (bod 2). Při dalším přiblížení se cantilever opět dostane do normální rovné pozice (bod 3). Zde se vyrovná repulsní a adhezní síla. Poté je cantilever ohnut nahoru (bod 4). U vzorku, který má tvrdý povrch, se chová křivka lineárně.[3, 5]

Mezi bodem 4 a 5 se začne hrot od vzorku oddalovat. Ohnutí cantileveru se vrátí do bodu, kde se síly vyrovnají. V tomto bodu hystereze ukazuje na deformaci vzorku. Při dalším oddalování zůstane hrot dlouho po bodu "jump to contact" na vzorku, až do doby v bodě 5, kde přesahuje síla vraceného cantileveru přitažnou sílu a vrátí se do normální polohy v bodu 6. Tomuto jevu se říká "snap off". Hystereze mezi "snap in" a "snap off" je z velké části ovlivněna kapilární silou. Proto je tato křivka také menší v tekutině nebo ve vakuové komoře, protože absorpční film je mnohem menší, nebo neexistuje.

Protože by se mohl povrch vzorku při tomto měření poškodit, tak se většinou měří ve vakuu nebo v tekutině. Je ale také možno měřit na vzduchu. Pro výkyv cantileveru lze určit sílu, s kterou se cantilever dotkne vzorku. Podle Hookova zákona platí:

$$F_n = c_n S \Delta U_{T-B} \quad (4)$$

kde c_n je konstanta pružnosti cantileveru a S je citlivost fotodiody v nm/V a U_{T-B} diferenční signál diody. Citlivost lze určit v elastické části z inverzního stoupání křivky. Diferenční signál nevychýleného cantileveru se definuje jako silová nula.

Konstanta pružnosti c_t je většinou udána výrobcem. Lze ji ale také získat z geometrických dat, tloušťka t , šířka w a délce l ,

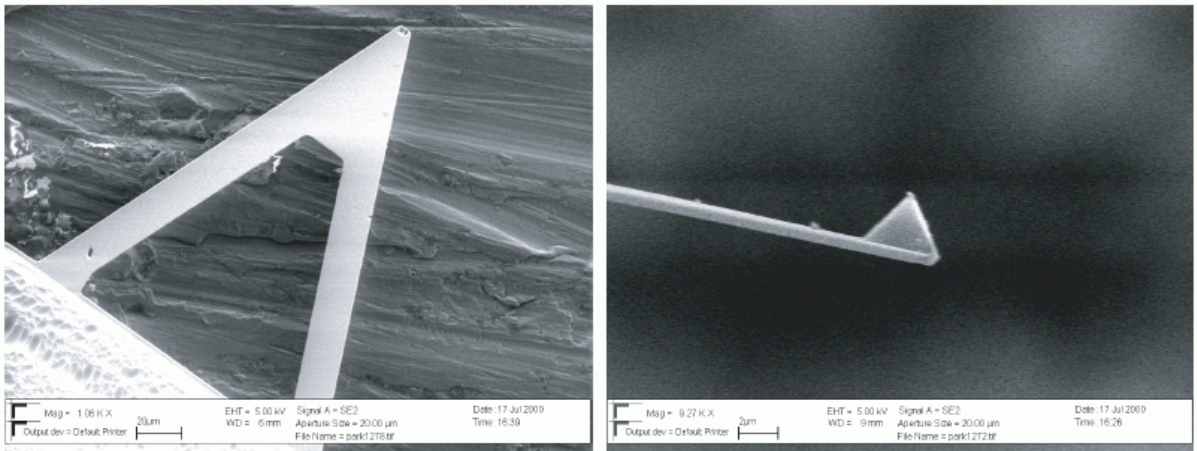
$$c_n = \frac{E \omega t^3}{4l^3} \quad (5)$$

kde E je modul elasticity. Obvykle se síla F_n pohybuje v rozmezí 10^{-10} až 10^{-7} N.[4, 5]

6. Senzor

Jako senzor se u AFM používá co nejmenší hrot, který je připevněn na cantileveru. Za měřenou veličinu se v tomto případě bere ohyb cantileveru. Podle povrchu a způsobu měření se používají na cantileveru různé hroty a konfigurace, které se dají zakoupit

u různých výrobců. Cantilever je buď jednoduchá krychle, nebo trojúhelník s hrotem (viz Obr. 5).[6]



Obr. 5: Cantilever zvětšený pod mikroskopem.[2]

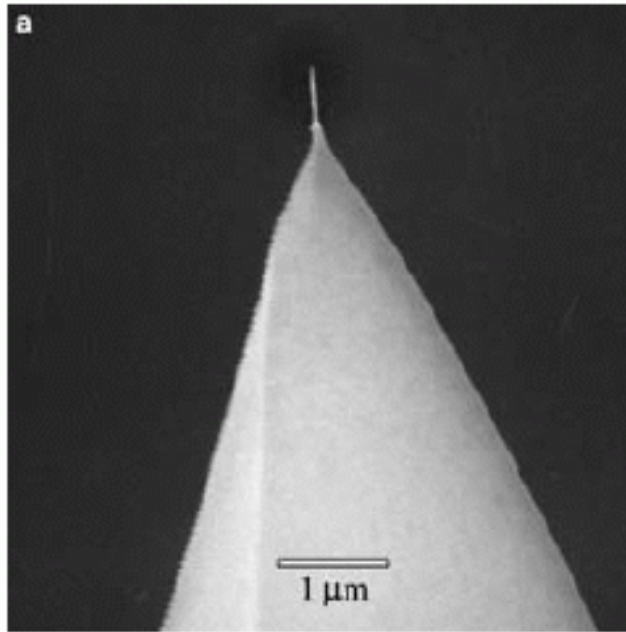
U trojúhelníkového cantileveru je možné lépe kompenzovat třecí síly a stočení hrotu. Délka cantileveru leží mezi 10-500 μm a šířka v rozmezí 30-80 μm . Tloušťka je 0.5-7.5 μm . Konstanta pružností je 0.01-100N/m.[7]

V Contact-Modu se dostane hrot přímo do kontaktu s povrchem. Aby se zabránilo poškození povrchu a bylo možné určit třecí síly, je nutné mít "měkký" cantilever, což znamená cantilever s vysokou konstantou pružnosti. Další důležitý parametr je vlastní frekvence cantileveru. Abychom zabránili rušivým elementům, jako hluk a otřesy, musí ležet tato frekvence vysoko, v rozmezí 3kHz-10MHz.

Malý hrot je základ pro vysoké rozlišení, na druhou stranu je ale také náchylnější k mechanickému poškození. Podle potřeby se používá průměr hrotu 5-50nm.

U drsných povrchů je podstatné, aby hrot měl malý úhel sevření a byl schopen snímat celou topografii a také díry v povrchu vzorku.

Cantilever a hrot jsou většinou vyrobeny z jednokrystalového křemíku neboli Si_3N_4 . Pro hrot cantileveru lze ale také použít jiné materiály, jako jsou různé kovy, diamanty aj. Pro co největší rozlišení se snaží výrobce vyrobit hroty s co nejmenším úhlem. Přesto by měl mít hrot co největší mechanickou stabilitu. Nejnovější technologie spočívají v tom, že se používají takzvané uhlíkové nanotrubicе "carbon nanotubes", na které se nanese klasický křemíkový hrot, jako je vidět na Obr. 6.[7]



Obr. 6: Uhlíkový nanotrubičce s hrotem.[4]

Při nejčastějším způsobu měření pomocí odrazu laseru se světlo odrazí na zadní straně cantileveru, kde je většinou napařený kov.

6.1. Omezení rozlišení z důvodu geometrie hrotu

V optické mikroskopii se rozlišení omezuje vlnovou délkou používaného světla. Podle Ernesta Abbea platí, že maximální rozlišení optického mikroskopu je:

$$\chi_{min} = \frac{\lambda}{n \sin \phi} \quad (6)$$

kde

χ_{min} : nejmenší vzdálenost, kterou lze ještě rozlišit,

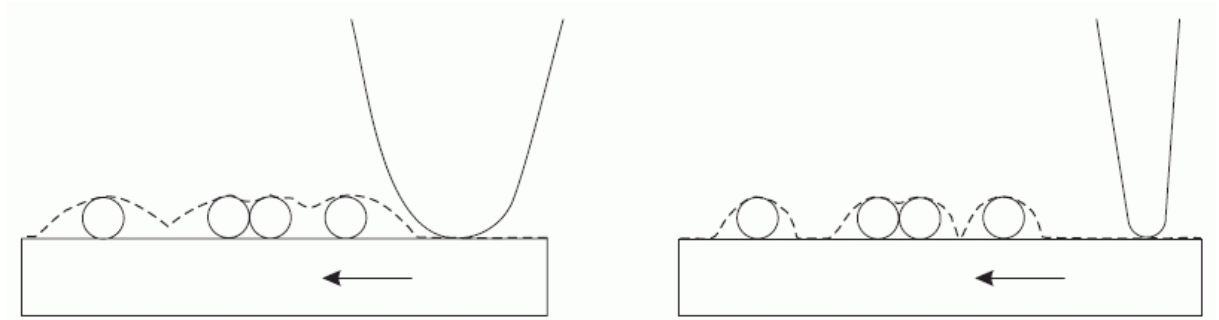
λ : vlnová délka světla,

n : index lomu,

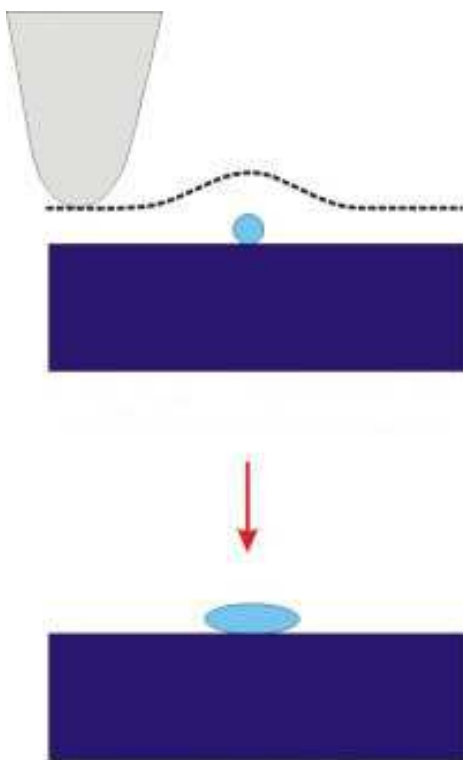
$\sin \phi$: numerická apertura.

Podobně jako u optického mikroskopu, kde je rozlišení omezeno vlnovou délkou světla, je u mikroskopu atomárních sil rozlišení omezeno velikostí hrotu, takzvanou geometrií hrotu. Tato geometrie udává velikost plochy hrotu. Každý hrot může snímat jen detaily

topografie povrchu, které jsou od sebe vzdálené více než je geometrie používaného hrotu, viz Obr. 7.



Obr. 7: Geometrie hrotu.[7]



Obr. 8: Vznik chyby z důvodu geometrie hrotu

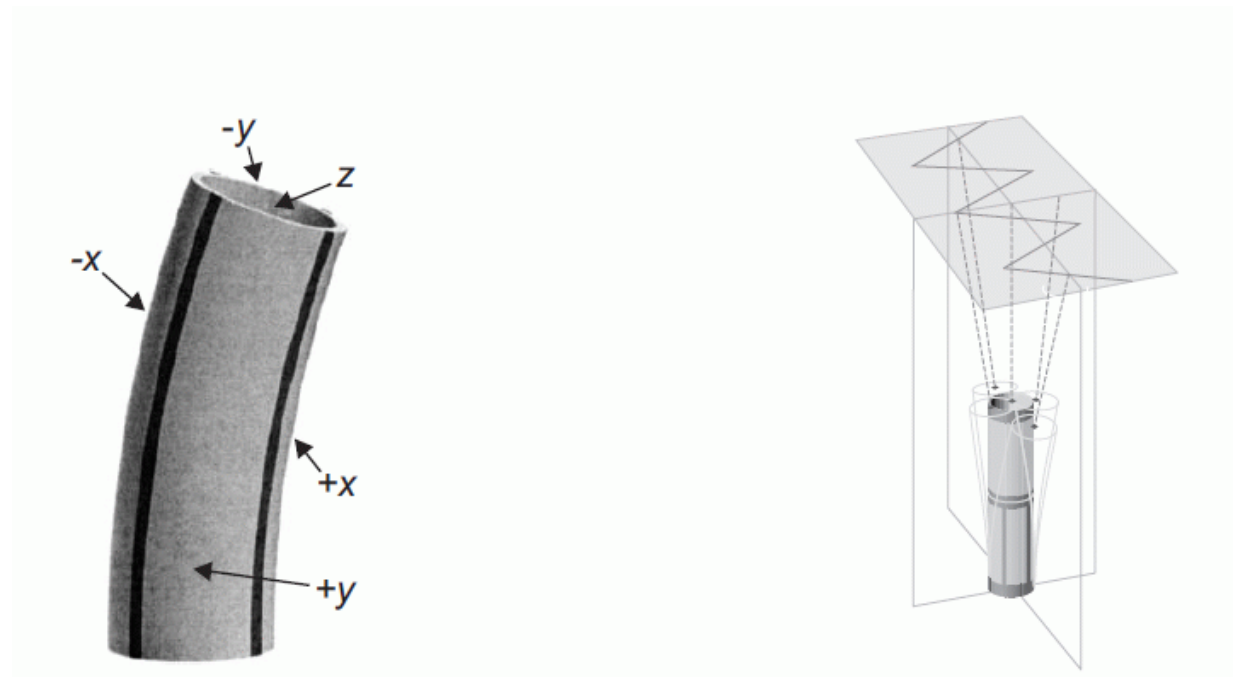
Jak je vidět na obrázku (obr. 8), tak není možné naměřit detaily na povrchu podle velikosti špičky hrotu, které jsou menší než špička hrotu.

6.2. Piezoscanner

Abychom mohli snímat s co největší přesností povrch vzorku a bylo zároveň možné vzorek vyměnit za jiný, je nutné nastavit hrubou a jemnou polohu hrotu. Hrot je potřeba posunout o několik milimetrů od vzorku. Hrubé nastavení hrotu se většinou řeší pomocí nastavení

mikrometrových šroubů nebo pomocí krokových motorů. U jemného nastavení je vyžadováno co nejpřesnější nastavení, a to v rozmezí několika pikometrů až desítek nanometrů. Pro toto jemné nastavení se u mikroskopu atomárních sil využívá piezoelektrického efektu. U krystalů, které mají orientovaný směr elektrického momentu, vznikne na ně při vykonání síly elektrická polarizace. Když ke krystalu přiložíme napětí, tak se začne naopak deformovat. Pro nastavení se většinou používá snímací trubice. To je trubice z piezoelektrického materiálu, většinou z ferroelektrické keramiky z $Ba_xTi_yO_z$, kde jsou zvenčí symetricky přidělaný čtyři metalické elektrody. Zevnitř je připevněna prstencová elektroda.[8]

Přiložené napětí, které je mezi dvěma elektrodami, způsobí, že se trubice ohne do strany, kam bylo napětí přiloženo. Pomocí prstencové elektrody se nastaví stočení trubice, aby hrot dopadl na vzorek shora.



Obr. 9: Piezoelektrická trubice a elektrody, které má po straně

Elektrický moment se musí vyznačit při výrobě na trubici. To se dělá tak, že se přiloží napětí při zvýšené teplotě kolem 200°C. Uspořádání dipólů a mechanická změna geometrie se zhoršuje s každým přiložením potenciálu, časem a teplotou. Z tohoto důvodu se musí snímač čas od času znovu kalibrovat.

Dalším problémem u piezoelektrických materiálů je, že se změna polohy nemění po změně napětí, ale až po časovém zpoždění. Tohle chování je označeno jako "creep". Také

se lineárně s napětím nemění změna polohy. V moderních AFM systémech se proto zohledňují takové nelinearity, nebo se používá kapacitní zpětná vazba.[9]

Výkyv trubice se po přiložení napětí u jednostupňového piezosnímače zjistí vztahem:

$$\Delta i = \frac{2\sqrt{2}d_{31}l^2}{\pi Dh} U_i = \varepsilon_i U_i \quad (7)$$

a výkyv do z-osy se po přiložení napětí na elektrodu uvnitř a na všechny elektrody zvenku spočítá:

$$\Delta z = \frac{d_{31}L}{h} U_z = \varepsilon_z U_z \quad (8)$$

kde

i : x -a y -výkyv,

d_{31} : piezoelektrická konstanta, $d_{31} = \left(\frac{\Delta l}{l}\right)\left(\frac{h}{\Delta U}\right)$,

l : délka piezoelektrické trubice,

D : vnitřní průměr trubice,

h : tloušťka stěny trubice,

$\varepsilon_{x,y,z}$: x -, y -, a z - citlivost piezotrubice.

6.3. Výroba piezoelementů

Jak už bylo zmíněno, piezoelementy jsou výrobní části, které mají piezo efekt. Jsou to krystaly nebo piezoelektrické keramiky. Vyrábí se nejčastěji z polykrystalických materiálů. Nejčastěji je používán feroelektrický materiál. To znamená, že se materiál nejdříve ohřeje na určitou teplotu, a pak se nechá samovolně vychladnout. Na Curierově teplotě se rovnoběžně srovnají náhodně orientované dipólové momenty. Materiál je tím pádem polarizován v elektrickém poli a po přiložení napětí ukazuje žádaný piezoelektrický efekt.[10]

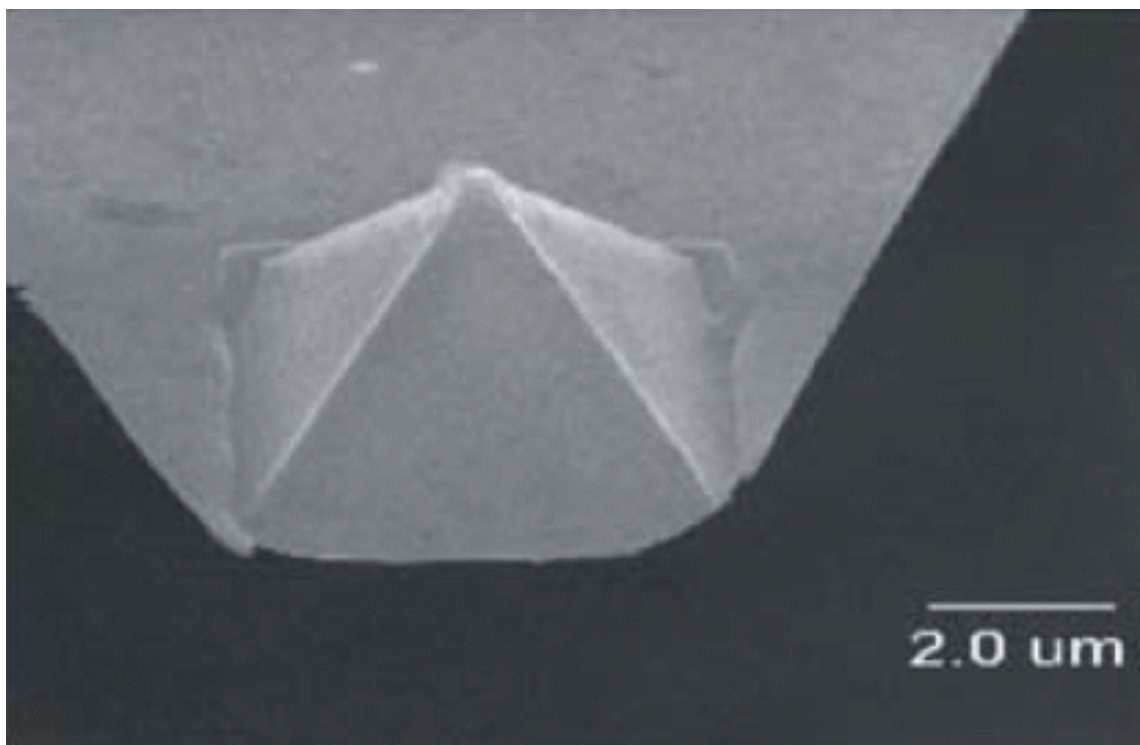
6.4. Zobrazovací chyby u piezokrystalů

Obvykle lze roztažnost piezoelementu dobře popsat lineární rovnicí vztaženou na přiložené napětí. Ideální způsob, jak tento vztah vyjádřit lze jako $s = d * E$, kde s je odstup (Å/m). E je elektrické pole (V/m) a d je koeficient roztažnosti (Å/V). U použití piezokrystalů se mohou přesto vyskytnout různé chyby v souvislosti se zobrazováním, protože souvislost mezi roztažností a elektrickým polem není vždy lineární. Proto je nutné mikroskop před měřením kalibrovat.[10,11]

- ❖ **Nelinearita:** Přiložené napětí se nechová k délkové roztažnosti lineárně. Když se na to podíváme z hlediska střední hodnoty mezi napětím a roztažností, tak je ale poznat určitá linearita. Během snímání se mohou vyskytnout velké rozdíly v topografii (např. nerovnost vzorku, pokud se naměří velké rozdíly). To vede k chybné pozici hrotu ke vzorku.
- ❖ **Hystereze:** U piezokrystalu může po přiložení napětí vzniknout hystereze. Přiložíme napětí na unipolarizovaný krystal a postupně ho budeme zvyšovat a následně zase postupně snižovat. Tak lze pozorovat, že si krystal oproti startovní pozici uchoval určitou zbytkovou polarizaci. To může vést k chybné pozici snímače. Aby se tomu zabránilo, tak se na začátku měření snímá holografická mřížka. Tím se mohou do měření započítat možné odchylky.
- ❖ **Stárnutí:** Když se piezokrystal často nepoužívají, tak se může stát, že po přiložení napětí se jejich deformace projeví až po delší době. Dlouho nepoužívané piezokrystalyztrácí polarizaci a krystal je třeba znovu polarizovat. Krystal pak reaguje na napětí pomaleji.

6.5. Výroba cantileveru

Jako cantilever je označen ohybný nosník, na který je upevněn hrot mikroskopu atomárních sil. Leptací metodou je vyleptán hrot na pružině na substrátu. Obvykle rádius hrotu je kolem 10-15nm, u velmi ostrých hrotů dokonce 5nm. Jako výchozí materiál se používá křemík. Často v kombinaci s nitridem jako Si_3N_4 , který je silnější než čistý křemík.[12]



Obr. 10: Hrot z křemíku.[12]

6.6. Měření výkyvu cantileveru

Protože je cantilever zdroj měřené hodnoty, tak je potřeba, aby byl jeho výkyv přesně zjištěn, zvláště když se měří na úrovni atomu. Při tom by měření změny cantileveru nemělo ovlivnit jeho výkyvy. U prvního AFM přístroje se toto provádělo pomocí tunelového efektu. V malé vzdálenosti se mezi cantileverem a vzorkem položilo napětí a podle změny cantileveru se pak při konstantním napětí zaznamenala výsledná topografie.

Tato metoda měla ale značné nevýhody. Abychom dosáhli konstantního tunelového efektu, bylo třeba před měřením napařit na zadní stranu cantileveru vrstvu zlata. Protože mezi cantileverem a vzorkem může být jen extrémně malé napětí, tak je nutné, aby byl hrot co nejbližší ke vzorku a daly se tak měřit jen vzorky s malým výškovým rozdílem. To se dělá z toho důvodu, aby hrot nenarazil na vzorek a neulomil se. Dále vznikly po přiložení tunelového napětí různé rušivé síly a měření už nebylo přesné.[11]

Kvůli těmto problémům se vyvinul jiný způsob měření změny cantileveru. Protože je kapacita dvou elektrod závislá na vzdálenosti mezi nimi, lze tím pádem měřit rozdíl pohybu cantileveru. U kapacitního měření se na cantileveru a elektrodě, buď pod vzorkem nebo nad cantileverem, přivede potenciál. Změna polohy cantileveru pak exponenciálně mění kapacitu. Pro dobrý odstup mezi signálem a šumem musí být vzdálenost mezi cantileverem a vzorkem co nejmenší. Ale při příliš malém odstupu se obě elektrody začnou přitahovat a může dojít k zničení hrotu nebo celého cantileveru.[13]

Optické měření rozdílu cantileveru je v současné době nejčastěji používaná metoda. Laserový paprsek, který je směřován na zadní stranu cantileveru, se po odrazu detekuje fotodiodou. Rozdílné napětí pak na fotodiodě určí pohyb cantileveru. Výhodou je, že se tato metoda dá používat v ultra vakuových komorách.

Přímé měření cantileveru je také možné na základě jeho stavby z piezoelektrického materiálu. Při působení vnější síly na piezoelektrický materiál se mění jeho odporové nebo přiložené napětí. Podle této změny lze určit přesnou změnu polohy. Výhoda obou metod je, že si vystačí bez dalších měřících přístrojů na vyhodnocení.[14]

7. Způsob provozu mikroskopu atomárních sil

Podle vzdálenosti mezi vzorkem a hrotem rozdělujeme měření na dva způsoby. První způsob je, když se hrot dotkne měřeného vzorku, hovoříme pak o kontaktním modu. Druhým způsobem rozumíme, že se hrot a vzorek nedotýkají, pak se jedná o nekontaktní režim.[15]

7.1. Kontaktní režim

V kontaktním režimu se hrot dotýká vzorku. Při následném snímání povrchu vzorku se získá změna pozice hrotu přes ohyb cantileveru. Tohle se v dnešní praxi řeší pomocí odrazu laseru na cantileveru (obr.: 11). Laser, který je směřován na cantilever, se po jeho odrazení snímá na fotodiodě s čtyřmi plochami. Nulová pozice se nastavuje tak, že odražený laserový paprsek musí nasvítit rovnoměrně všechny čtyři části fotodiody.

Změní-li se pozice hrotu, tak se cantilever ohne a odražený paprsek změní na fotodiodě svoji polohu. Na každém ze čtyř polí senzoru se tím pádem změní napětí a pomocí porovnání jednotlivých napětí na každém poli je možno změřit na cantileveru změnu polohy. Díky této technice jsme schopni změřit pohyb cantileveru v nano- a pikometrech.

Změnu odrazu laseru je možné měřit dvěma způsoby. Kopírujeme-li hrot topografie vzorku, tak se cantilever ohýbá podle povrchu vzorku. Laser a fotodiody jsou nastaveny tak, že se světelný paprsek pohybuje mezi horní a spodní částí diody. Při měření se pak porovnává rozdílné napětí horní a dolní části (T-B: Top-Bottom).[14]

V režimu "constant height" se během snímání(T-B)-signál z fotodiody ukládá. Výška hrotu nad vzorkem se nemění, zůstává konstantní, jak už říká název. Signál z fotodiody je pak úměrný topografii vzorku.

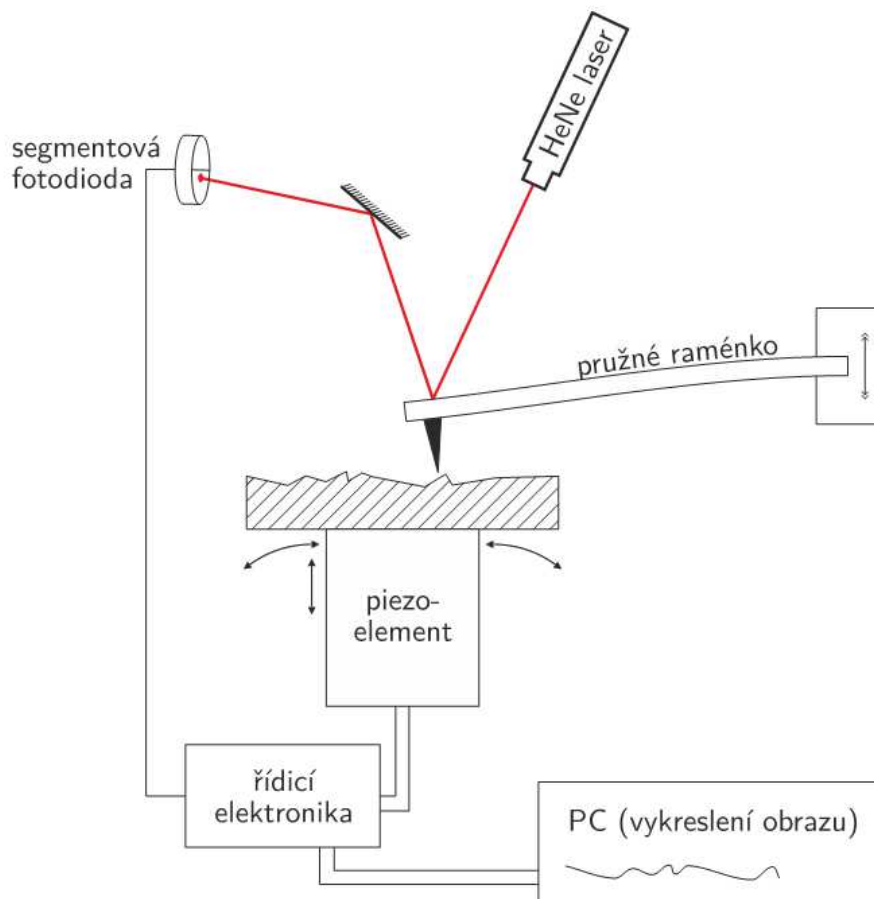
Protože je ohyb cantileveru omezen, tak se může cantilever při velkých změnách nahoru a dolů v topografii zlomit.

Aby se tomu zabránilo, tak se měří v režimu "constant force". Tady se výška snímače nastaví tak, aby signál, který dorazí na fotodiodu, byl vždy stejný. To znamená, že síla na hrotu je konstantní. V závislosti na hrotu je možné měřit rozdíl v topografii až několika mikrometrů, aniž bychom ohrozili hrot cantileveru. Zápis změny výšky (x,y) pak reprezentuje topografii měřeného vzorku.

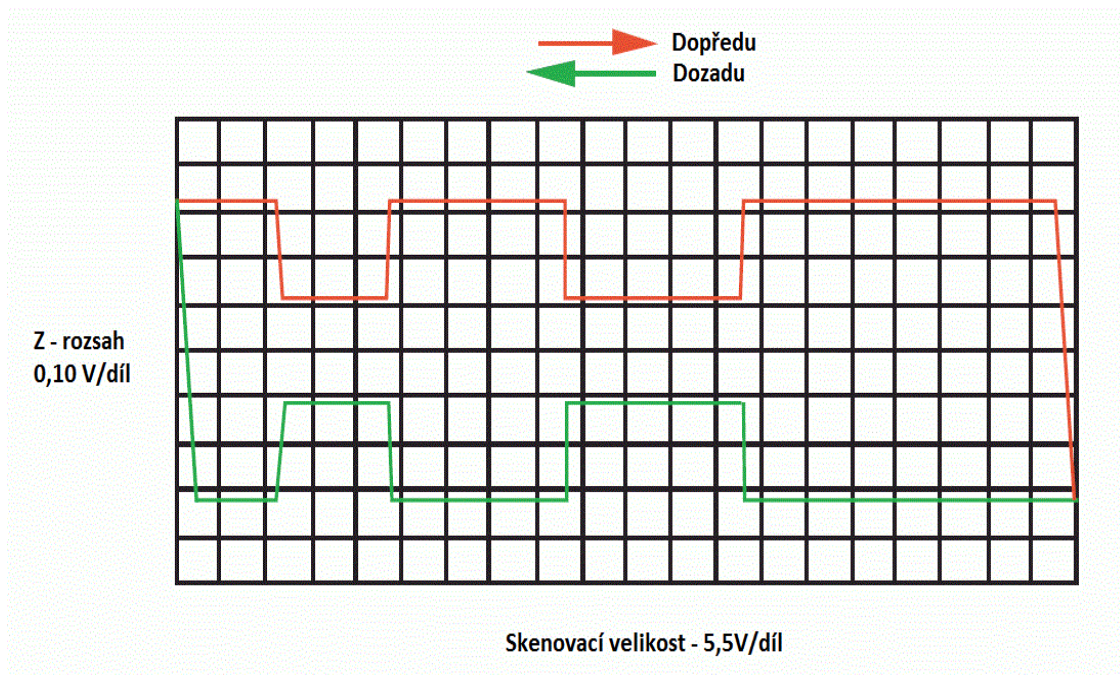
Při snímání se ale vyskytují i jiné síly. Při pohybu se vyskytnou síly, které působí ze strany (třecí síla). Tyto síly způsobí stočení cantileveru. Při tom se odražený signál, který dopadne na fotodiodu, pohybuje i do strany. Proto je třeba horní i dolní segment rozdělit ještě na pravou a levou stranu (L-R:Left-Right), abychom i tento pohyb byli schopni na fotodiodě zaznamenat pomocí rozdílného napětí.[15]

Protože změny v topografii mění v (T-B)-signálu a třecí síly v (L-R)-signálu, je možné společné měření. Je zřejmé, že velikost třecí síly je přímo lineárně úměrná přítláčné síle.

$$F_{\text{třecí}} = \mu F_{\text{přítlačná}} \quad (8)$$



Obr. 11: Měření signálu.[15]



Obr. 12: Hystereze třecí síly.[15]

Problém je, že stočení a ohyb cantileveru nejsou na sobě nezávislé. Při dopadu světla na diodu se signály T-B a L-R překrývají. Toto překrytí musíme na výsledku respektovat. Třecí sílu můžeme rozpoznat od topografického signálu tím, že se nám při změně směru snímání vyskytne hystereze, protože se změní i stočení cantileveru (obr. 1.4). Když je známá konstanta pružiny, tak můžeme při pohybu dopředu a dozadu spočítat velikost třecí síly z rozdílu L-R signálu.[16]

Konstanta pružiny c_t pro čtvercový cantilever o šířce ϖ a délce l a tloušťce t je:

$$c_t = \frac{G\varpi t^3}{3(h + t/2)^2 l} \quad (9)$$

přičemž h je výška a G je materiálová konstanta rozptylu (pro silicium $G = 0.5 \cdot 10^{-11}$ Pa.

Pro postranní síly se skládá pak:

$$F_t = \frac{3}{2} c_t \frac{h + t/2}{l} S \Delta U_{L-R} \quad (10)$$

kde S je citlivost fotodiody v nm/V a rozdílový signál ΔU_{L-R}

7.2. Nekontaktní režim

V nekontaktním modu, který se také nazývá Tapping Mode nebo Intermittent Contact Mode (viz. 1.3.1), se cantilever povrchu nedotýká nebo se jen lehce dotkne či krátce klepne do povrchu.[16]

Princip měření spočívá v tom, že se cantilever pomocí piezokrystalu rozkmitá na frekvenci blízko vlastní rezonanční frekvence, a pak se přiblíží ke vzorku. Ještě než se hrot dotkne vzorku, způsobí vzájemné působení. Cantilever změní efektivní konstantu pružiny, a tím její rezonanci frekvencí a amplitudu výkyvu. Cantilever je tlumený harmonický oscilátor s vynucenými kmity:

$$m\ddot{z} + \gamma\dot{z} + kz = F_0 \cos \omega t \quad (11)$$

s rezonanční frekvencí

$$\varpi_0 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (12)$$

kde γ je konstanta tření, k konstanta pružiny cantileveru, m je jeho hmotnost a F_0 síla, která vyvolává kmity.[15]

Při vzájemném působení mezi cantileverem a vzorkem se změní efektivní konstanta pružiny na:

$$k_{ef} = k - \frac{dF}{dz} \quad (13)$$

z toho pak také vyplývá nová rezonanční frekvence:

$$\Delta\varpi_0 = \frac{\varpi_0}{2k} \frac{dF}{dz} \quad (14)$$

Pokud cantilever přivedeme během měření do kmitu s vlastní rezonanční frekvencí, tak je možné změřit vznikající změny v síle na cantileveru pomocí změny amplitudy nebo změnou fáze.

Abychom mohli měřit v nekontaktním režimu s co nejmenším rušením, je potřeba, aby rezonanční frekvence cantileveru bylo vysoká. Rušivé elementy, jako otřesy nebo zvuk, by měly zůstat malé. Klasické hodnoty jsou např. 300kHz. Z tohoto důvodu mají cantilevery pro měření v nekontaktním modu vysokou konstantu pružnosti a jsou díky nízké elasticitě náchylné na mechanické poškození.

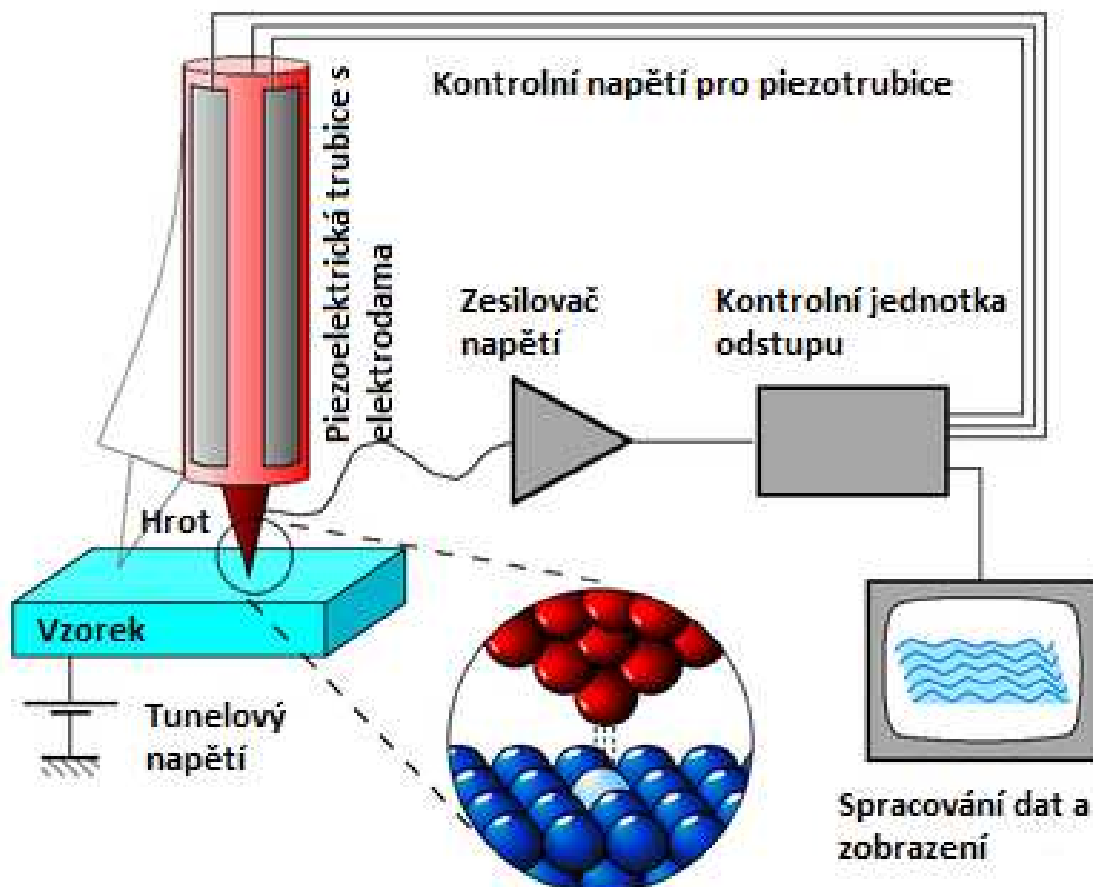
Výhodou metody nekontaktního režimu je, že na vzorek působí malá síla. Zničení nebo změna povrchu se tím pádem vyskytuje méně. Měření topografie je ovlivněno třecí silou už jen málo. Měření třecí síly je ale u této metody nemožné.

Vedle větší náchylnosti na zničení cantileveru je v porovnání s kontaktním režimem nižší rychlost měření. Také je třeba brát v úvahu odpor vzduchu, který klade odpor hrotu cantileveru. Je potřeba zjistit, zda hrot překoná absorpční film vzduchu, nebo zda měřil jeho topografii.[17]

8. Další způsoby měření

Kromě předchozích dvou způsobů měření se také v praxi používají následující způsoby:

8.1. Scanning Tunneling Microscop (STM)



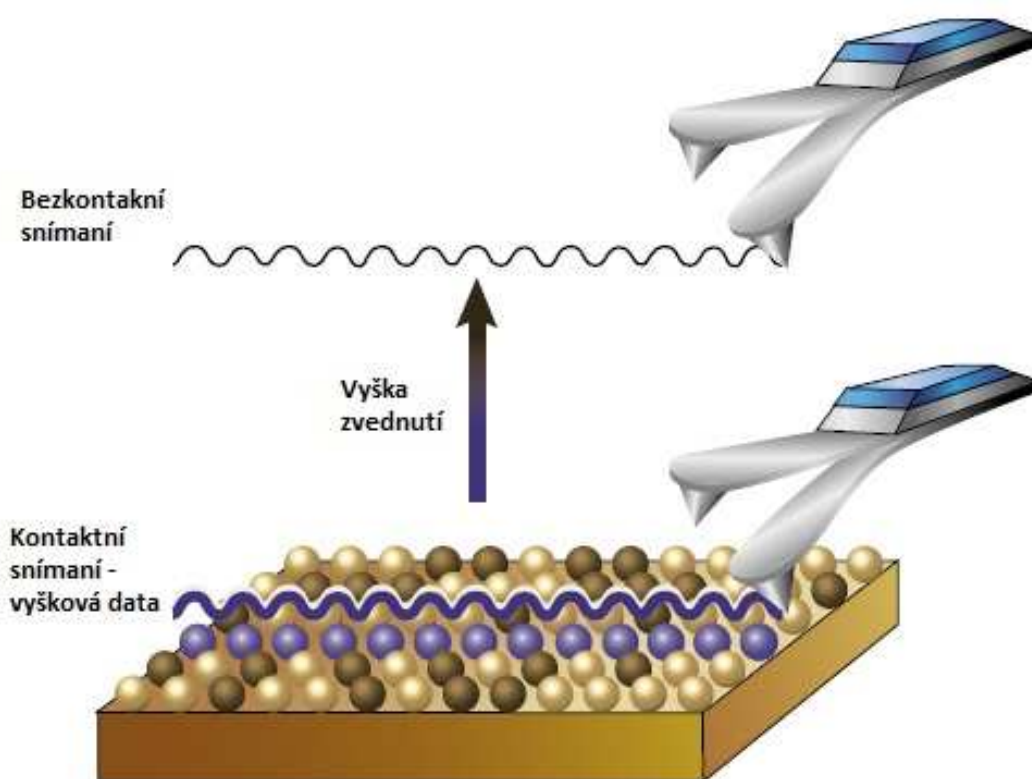
Obr. 13: STM.[17]

Hrot je v ideálním případě vytvořen z metalického jednoatomového hrotu. Mezi hrotem a vzorkem se přiloží napětí U_T . Měřená a regulovaná veličina je v tomto případě napětí U_T , které je mezi hrotem a vzorkem. Toto tunelové napětí je exponenciálně závislé na vzdálenosti od hrotu k povrchu vzorku. Díky tomu se jedná o přesný způsob měření.

V režimu "constant current" se jede pomocí tenkého hrotu přes povrch vzorku a nastavuje se vždy jeho výška tak, aby napětí U_T bylo stejné. Hrot tedy kopíruje topografii vzorku. V jiném způsobu měření se nenastavuje výška napětí U_T a podle změny tohoto napětí lze pak posoudit změnu na povrchu vzorku. Nevýhoda této metody je, že pomocí ní lze měřit jen vodivé vzorky.[17]

8.2. Magnetic Force Microscope (MFM)

Tento mikroskop je rozšířením STM mikroskopu, s kterým lze měřit magnetické vlastnosti na povrchu vzorku. Jako snímač se používá magnetizovaný hrot a k tomu cantilever s polykrystalickou vrstvou C_oC_r . Když posouváme hrot přes vzorek, tak můžeme měřit vzájemné působení magnetických polí. Kvůli malému dosahu musí být vzdálenost minimální. Aby se toho dosáhlo, tak se jako u STM mikroskopu prvně snímá povrch pomocí hrotu a ukládá se. V druhém snímání, takzvaném "lift mode", se posouvá snímač v malé vzdálenosti přes předem uloženou topografii. Hrot by se neměl dotknout povrchu vzorku. Což znamená, že se měří magnetické působení na cantilever.[16]



Obr. 14: "Tapping-lift-modes" u MFM.[16]

Další způsoby měření kromě Lift-mode jsou například měření síly, která působí na cantilever. Tímto způsobem lze měřit jen síly, které působí horizontálně na cantilever, měří se tedy rozdíl výšky. Když vycházíme z lineární charakteristiky cantileveru, tak působí síla na cantilever přímo úměrně výkyvu cantileveru. Při tomto měření je hrot cantileveru na povrchu vzorku a mluvíme proto o kontaktním režimu. Měření nám udává informace jak o elektrostatické, tak o magnetické síle, ale také informace o topografii povrchu. Proto tyto informace nejsou úplně pravdivé.[16, 17]

Další způsob měření je podle dynamického provozu, kde je na cantilever připojen piezokrystal. Ten uvede cantilever společně s povrchem do rezonance a také do pohybu. Změnou frekvence krystalu lze mnohem přesněji odvodit povrch vzorku.

9. Elektrický řídicí systém

K elektronickému řízení mikroskopu atomárních sil se používá regulační obvod. Regulační obvod se stará o to, aby odstup (nebo síla) mezi snímačem a vzorkem byla vždy konstantní. K tomu je potřeba neustále měřit sílu a porovnávat ji s normovanou hodnotou. Když se liší naměřená hodnota od normalizační hodnoty, tak se piezosnímač posune v z-ose, aby se rozdíl kompenzoval.

Existují různé typy regulátorů se zpětnou vazbou, např. proporcionální, integrační, diferenční aj. Mohou také mezi sebou být kombinovány. Nejčastěji se používá proporcionálně integrační regulátor.[7]

B. Přehled sond

1. Sondy od Bruker

Pro mikroskop atomárních sil od firmy BRUKER a typ přístroje NANOS se k dnešnímu dni vyrábějí čtyři různé sondy:

- ❖ HMXS-10
- ❖ HMX-10
- ❖ HMX-W
- ❖ HMXS-W

1.1. HMXS-10

Sondy HMXS-10 jsou určeny pro snímání měkkých materiálů s tlakem od 0.5MPa až do 1GPa. HMXS jsou značně měkčí než typ jiných sond, a to až pětkrát než HMX se stejnou velikostí. Proto je HMXS lepší pro měření, kde působí adhezní síla, u níž se v pozadí vyskytuje rušení. Tyto sondy jsou pětkrát citlivější než jiné a zaznamenají i při rušení ještě sílu o velikosti pN. Dále mají vyšší rozlišení u měkkých materiálů, kde přitlačná síla musí být co nejmenší, aby nedošlo k deformaci vzorku. Tyto sondy jsou ideální pro měření tuhých a lepivých vzorků, kde by mohlo dojít k tomu, že se sonda zasekne v povrchu vzorku.[18]

Shape	Resonant Freq. kHz			Spring Const. N/m			Length μm			Width μm		
	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.
Rectangular	40	25	55	1	0.3	2	300	290	310	25	20	30

Obr. 15: Specifikace sondy HMXS-10.[18].

Tab. 1: Specifikace typu HMXS-10

Geometrie	Symetrická
Výška	4-10 μ m
Přední úhel	25 \pm 2.5°
Zadní úhel	15 \pm 2.5°
Postraní úhel	22.5 \pm 2.5°
Průměr hrotu (průměr)	10nm
Průměr hrotu (max.)	12nm
Zadní strana hrotu (průměr)	10 μ m
Zadní strana hrotu (Max)	5-15 μ m

Tab. 2: Specifikace cantileveru HMXS-10

Materiál	Si
Geometrie	Obdélníkový
Číslo cantileveru	1
Tloušťka (průměr)	3 μ m
Tloušťka (max.)	2.0-3.5 μ m
Zadní povrch	Al
Tloušťka zadní vrstvy	40 \pm 10nm

Jedno balení obsahuje 10ks. Cena za jedno balení je €283.00 přímo u výrobce. Je možné získat také slevu při větším odběru, což je vidět v tabulce (tab. 3).

Tab. 3: Ceny HMXS-10

Počet balení	Cena za balení
1	€283.00
2-6	€240.00
7-15	€212.00
16-24	€184.00
25-37	€155.00
38+	€127.00

1.2. HMX-10

Sondy HMX-10 jsou určeny pro snímání s tlakem 10MPa až 10GPa. Sondy jsou nadřazené sondám HMXSa jsou proto také určeny pro měření tuhých a lepkavých vzorků, kde by mohlo dojít k tomu, že se sonda zasekne v povrchu vzorku.[19]

Shape	Resonant Freq. kHz			Spring Const. N/m			Length μm			Width μm		
	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.
Rectangular	60	45	75	4	1	6	300	310	290	25	20	30

Obr. 16: Specifikace sondy HMX-10.[18].

Tab. 4: Specifikace typu HMX-10

Geometrie	Symetrická
Výška	4-10 μm
Přední úhel	25 \pm 2.5 $^\circ$
Zadní úhel	15 \pm 2.5 $^\circ$
Postranní úhel	22.5 \pm 2.5 $^\circ$
Průměr hrotu (průměr)	10nm
Průměr hrotu (max.)	12nm
Zadní strana hrotu (průměr)	10 μm
Zadní strana hrotu (Max)	5-15 μm

Tab. 5: Specifikace cantileveru HMX-10

Materiál	Si
Geometrie	Obdélníkový
Číslo cantileveru	1
Tloušťka (průměr)	4 μm
Tloušťka (max.)	3.0 - 5.3 μm
Zadní povrch	Al
Tloušťka zadní vrstvy	40 \pm 10nm

Jedno balení obsahuje 10ks. Cena za jedno balení je €283.00 přímo u výrobce. Lze získat množstevní slevu, což je vidět v tabulce (tab. 6).

Tab. 6: Ceny HMX-10

Počet balení	Cena za balení
1	€283.00
2-6	€240.00
7-15	€212.00
16-24	€184.00
25-37	€155.00
38+	€127.00

1.3. HMX-W

Sondy HMX-W jsou určeny pro snímání s tlakem 10MPa až 10GPa. Sondy jsou nadřazené sondám HMXSa jsou proto také určeny pro měření tuhých a lepidých vzorků, kde by mohlo dojít k tomu, že se sonda zasekne v povrchu vzorku.[19]

Shape	Resonant Freq. kHz			Spring Const. N/m			Length μm			Width μm		
	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.
Rectangular	60	45	75	4	1	6	300	290	310	25	20	30

Obr. 17: Specifikace typu HMX-W 18].

Tab. 7: Specifikace typu HMX-W

Geometrie	Symetrická
Výška	4-10 μm
Přední úhel	25 \pm 2.5°
Zadní úhel	15 \pm 2.5°
Postraní úhel	22.5 \pm 2.5°
Průměr hrotu (průměr)	10nm
Průměr hrotu (max.)	12nm
Zadní strana hrotu (průměr)	10 μm
Zadní strana hrotu (Max)	5-15 μm

Tab. 8: Specifikace cantileveru HMX-W

Materiál	Si
Geometrie	Obdélníkový
Číslo cantileveru	1
Tloušťka (průměr)	4 μ m
Tloušťka (max.)	3.0 - 5.3 μ m
Zadní povrch	Al
Tloušťka zadní vrstvy	40 \pm 10nm

Jedno balení obsahuje 375ks. Cena za jedno balení je €4,846.00 přímo u výrobce.

Tab. 9: Ceny HMX-10

Počet balení	Cena za balení
1	€283.00
2-6	€240.00
7-15	€212.00
16-24	€184.00
25-37	€155.00
38+	€127.00

1.4. HMXS-W

Sondy HMXS-W jsou určeny pro snímání měkkých materiálů s tlakem od 0.5MPa až do 1GPa. HMXS jsou značně měkčí než jiné sondy, a to až pětkrát než HMX se stejnou velikostí. Proto je HMXS lepší pro měření, kde působí adhezní síla a vyskytuje se v pozadní rušení. Tyto sondy jsou pětkrát citlivější než jiné a zaznamenají i při rušení ještě sílu o velikosti pN. Dále mají vyšší rozlišení u měkkých materiálů, kde přítlačná síla musí být co nejmenší, aby nedošlo k deformaci vzorku. Tyto sondy jsou ideální pro měření tuhých a lepidelných vzorků, kde by mohlo dojít k tomu, že se sonda zasekne v povrchu vzorku.[19]

Tab. 10: Specifikace typu HMXS-W

Geometrie	Symetrická
Výška	4-10 μ m
Přední úhel	25 \pm 2.5°
Zadní úhel	15 \pm 2.5°
Postraní úhel	22.5 \pm 2.5°
Průměr hrotu (průměr)	10nm
Průměr hrotu (max.)	12nm
Zadní strana hrotu (průměr)	10 μ m
Zadní strana hrotu (Max)	5-15 μ m

Tab. 11: Specifikace cantileveru HMXS-W

Materiál	Si
Geometrie	Obdélníkový
Číslo cantileveru	1
Tloušťka (průměr)	3 μ m
Tloušťka (max.)	2.0 - 3.5 μ m
Zadní povrch	Al
Tloušťka zadní vrstvy	40 \pm 10nm

Jedno balení obsahuje 375ks. Cena za jedno balení je €4,846.00 přímo u výrobce. Je ho možné získat také slevou při větším odběru, což je vidět v tabulce (tab. 11).

Tab. 12: Ceny HMXS-10

Počet balení	Cena za balení
1	€4,846.00
2-6	€4,119.00
7-15	€3,635.00
16-24	€3,150.00
25-37	€2,665.00
38+	€2,181.00

2. Ostatní výrobci

Na základě mých rešerší jsem zjistil, že výrobců je mnoho a každý z nich má srovnatelný výběr produktů. Je těžké určit, jaký z nich je lepší nebo výhodnější, protože se výběr sondy odvádí z požadavků, co přesně se bude měřit a v jakém modu. Dále budu rozebírat jednotlivé výrobce a porovnávat jejich kvalitu a cenu s výrobcem Bruker.

2.1. Olympus

Olympus je značka velmi rozšířená. Co se týká parametrů, tak jsou naprosto srovnatelné s výrobky firmy Bruker. Lze ji tedy použít v našem případě. Samozřejmě se výběr sondy odvádí z požadavků, v jakém modu chceme měřit. Cena odpovídá u této značky značně jménu výrobce, než kvalitě a kvantitě. Tudíž lze říci, že sondy jsou předražené.[20]

2.2. Nanosensors

Nanosensors je firma, která se zabývá převážně výrobou senzorů pro mikroskopy, a jsou ve svém oboru světově na nejvyšší pozici. Co se týká správcování, je jejich sortiment velice kvalitní. Cenově jsou sice drahé, ale v tomto případě odpovídá cena kvalitě. Vyšší cena zároveň zaručuje lepší kvalitu u této společnosti. Parametry se pohybují ve stejném rozmezí jako u firmy Bruker.[21]

2.3. NanoWorld

Zde je možno se odkázat na předchozí kapitolu 2.2.2, protože cena a provedení je naprosto stejná. Jediný rozdíl by se našel v životnosti, která se zdá být nepatrně nižší.[21]

2.4. Asylum

Je to opět výrobce, kterého lze použít z hlediska parametrů, jenž se s malou odchylkou shodují. Ohledně ceny je ale mnohem levnější než ostatní výrobci. Nelze říci, zda je kvalita horší nebo stejná, ale vzhledem k ceně by se dalo usoudit, že kvalita a životnost bude menší než u ostatních výrobců.[21]

2.5. SmartTip

Výrobce je specializovaný na výrobu sond, ale má nevýhodu v tom, že jeho sortiment není tak rozsáhlý jako např. Nanosensors. Kvalita a cena je vysoká a parametry opět lze srovnat s výrobcem Bruker.[21]

3. Zhodnocení a porovnání výrobců

V této kapitole hodnotím od každého výrobce jednu sondu, která je srovnatelná se sondou od výrobce Bruker, jež odpovídá stejným parametrům, a to z hlediska ceny, počtu sond v balení a zda vyhovuje mikroskopu Bruker Nanos.[22]

Parametry se vztahují na sondu HMS-W z kapitoly 2.1.1

Tab. 13: Cenové porovnání

Firma	Název sondy	Počet kusů v balení	Parametry vyhovují	Cena za balení
Olympus	AC240TS	10	Ano	350,00€
Nanosensors	ATEC-FM-10	10	Ano	445,00€
NanoWorld	ARROW CONT	10	Ano	245,00€
Asylum	ASYLEC-01	10	Ano	350,00€
SmartTip	SC-35-M	10	Ano - ale jiný materiál	860,00€

Závěr:

Svoji bakalářskou práci jsem rozdělil na dvě části. V první části jsem se soustředil na teoretickou část a ve druhé části na rozbor sond a jejich cenovou kalkulaci.

Teoretická část by měla přiblížit problematiku mikroskopie atomárních sil. Jsou popsány funkce jednotlivých částí mikroskopu. Dále jsem popsal také výrobu a zpracování cantileveru. Je třeba znát, jak se tato součást mikroskopu vyrábí a jak funguje, aby v druhé části bylo čtenáři jasné, podle čeho se v praxi řídí kritéria výběru cantileveru.

Dále je v teoretické části popsáno, jakými způsoby lze měřit, protože je to důležité při výběru správné sondy. Z teorie vyplývá, že na každý měřicí "mode" existují různé typy sond z nejrůznějších materiálů.

Teoretická část je také věnována různým chybám, které mohou vzniknout při práci s mikroskopem. Chyby, které nelze zanedbat, jsou rozepsané detailně a jsou u nich uvedené vzorce na jejich kompenzaci. Pokud se chybě můžeme vyhnout, tak je v teorii uvedený postup, jak toho dosáhnout. Lze tomu předejít buď výpočtem, nebo kalibrací přístroje, případně tím, že se vzorek snímá vícekrát v různých provozních modech.

V druhé části jsem se věnoval hlavnímu výrobcí Bruker, který dodal naší univerzitě mikroskop atomárních sil. Rozepsal jsem dopodrobna jednotlivé sondy, které lze použít na náš typ mikroskopu. Uvádím také jednotlivé parametry, podle kterých v následující kapitole porovnávám další výrobce.

Výrobci je mnoho a výběr produktů je tak široký, že nelze všechny sondy jednotlivě popsat. Proto jsem se věnoval převážně popisu výrobců a porovnával jejich sortiment z hlediska ceny a kvality. Jako měřítko jsem zde používal výrobky od výrobce Bruker.

Dospěl jsem k výsledku, že ohledně ceny a kvality je nejlepší kupovat přímo od hlavního výrobce Bruker. Jedná se z hlediska kompatibility a ceny o nejlepší řešení. Kdyby byla rozhodující převážně jen cena, tak bych se více přikláněl k firmě Asylum. Pokud by byla rozhodující kvalita, tak bych naopak spíše doporučil firmu Nanosensors nebo NanoWorld, které se zabývají jen výrobou sond. Výrobci, jako je např. Olympus, bych se vyhnul, protože cena neodpovídá kvalitě. Mají malý výběr sond a převážně jen univerzální. Takže pro měření, kde je důležitá určitá vlastnost sondy, není možné používat univerzální sondu.

Ceny kalkulace jsou úmyslně psané v eurech. Tyto produkty lze totiž zakoupit převážně jen na světovém trhu, a proto je těžké stanovit cenu v korunách, jelikož je složité předpovědět kurz v den nákupu.

Seznam použité literatury

- [1] BIELEFELDT, Hartmut ; GIESSIBL, Franz J.: *FP-Versuch Nr. 20: Rasterkraftmikroskopie*. University at Augsburg, Abteilung Experimentalphysik VI, 2010
- [2] BRIEGER, Sabrina ; RILL, Michael-Stefan: *FP-Versuch 29: Rasterkraftmikroskopie*. University at Ulm. Unor 2003
- [3] DÖRING, Andreas: *PFM | Der Pulsed Force Modus*. Dostupné z: <http://www.leichssenring.de/andreas/afm/technik/01pfm.htm>, 2010
- [4] FUCHS, Prof. Dr. H.: *SXM-Methoden - nützliche Werkzeuge für die Praxis*. In: *Physikalische Berichte*, 2011
- [5] G.BINNING, C.F.QUATE; CH.GERBER: *Atomic Force Microscope*. In: *Physical Review Letters* 56 (1986), S. 930-933, 2010
- [6] HEINRICH, Oliver ; MEISCH, Tobias: *FP-Versuch 29: Rasterkraftmikroskopie*. University at Ulm. Červenec 2008
- [7] HOWLAND, Rebecca ; BENATAR, Lisa: *A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy*. Park Scientific Instruments, 2013
- [8] HUGEL, Prof. D.: *Physikpraktikum für Biochemiker: Versuch H1: Rasterkraftmikroskopie von DNS*. Technische University at München, 2010
- [9] LIMMER, Wolfgang: *Richtlinien für die Erstellung von Praktikumsprotokollen*. Říjen 2007
- [10] MEIER-BOEKE, Picha ; LANG, Rafael: *FP-Versuch 29: Rasterkraftmikroskopie*. University at Ulm. Červen 2003
- [11] NOLL, Franz: *Versuch im Fortgeschrittenen-Praktikum in Physikalischer Chemie: Rasterkraftmikroskopie*, 2011
- [12] PRATER, C.B. ; MAIVALD, P.G. ; KJOLLER, K.J. ; HEATON, M.G.: *Probing Nano-Scale Forces with the Atomic Force Microscope*. Veeco Metrology Group, 2012
- [13] PUM, Dietmar: *Rasterkraftmikroskopie*. University für Bodenkultur Wien, Zentrum für Nano Biotechnologie. Dostupné z: <http://www.biotec.boku.ac.at/fileadmin/H792-nano/docs/AFM.pdf>, 2012
- [14] SCHMITZ, Roman: *AFM | Atomic Force Microscopy*. Dostupné z: <http://www.uni-bonn.de/schmitzr/AFM.pdf>, 2011
- [15] SUM, Robert ; SCHNEDEL, Pieter van: *easy Scan E-AFM (Version 1.0)*. Nanosurf AG, Switzerland, 2012
- [16] University at Göttingen: *Untersuchungsmethoden der Nanotechnologie: Oberflächenanalyse mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie*. Physikalisches Institut der University at Göttingen. Říjen 1999

- [17] WITec GmbH: Erläuterung des Pulsed Force Modus. Dostupné z:
<http://www.witec.de/en/products/afm/pulsedforcemode/>, 2013
- [18] BRUKER AFM Probes. Dostupné z: <http://www.brukerafmprobes.com/>, 2013
- [19] BRUKER Nanos. Dostupné z:<http://www.bruker.com/en/products/surface-analysis/atomic-force-microscopy/nanos/overview.html>, 2013
- [20] Cantilever. OLYMPUS. *Olympus*[online]. 2013[cit. 2013-02-01]. Dostupné z:
http://probe.olympus-global.com/en/product/omcl_ac160ts_r3/
- [21] Probe Store. ASYLUM RESEARCH. *Asylum Research* [online]. 2013
[cit. 2013-05-05]. Dostupné z:
http://www.asylumresearch.com/ProbeStore/MODEL_FAMILY?Entry=BuyProbesCC
- [22] AFM Help. AFM HELP. *AFM Help*[online]. 2013[cit. 2013-01-25]. Dostupné z:
http://www.afmhelp.com/index.php?option=com_content&view=article&id=63&Itemid=63

Seznam obrázku

Obr. 1: Struktura mikroskopu atomárních sil.[2].....	10
Obr. 2: Přitažná a odpuzivá síla. (Lennard-Jonesový potenciál) .[3].....	12
Obr. 3: Vznik chyby na základě vzduchového filmu.[4].....	13
Obr. 4: Přitažná síla na hrot při dotyku se vzorkem	14
Obr. 5: Cantilever zvětšený pod mikroskopem.[2].....	16
Obr. 6: Uhlíkový nanotrubičce s hrotem.[4].....	17
Obr. 7: Geometrie hrotu.[7]	18
Obr. 8: Vznik chyby z důvodu geometrie hrotu	18
Obr. 9: Piezoelektrická trubice a elektrody, které má po straně	19
Obr. 10: Hrot z křemíku.[12].....	22
Obr. 11: Měření signálu.[15]	25
Obr. 12: Hystereze třecí síly.[15].....	25
Obr. 13: STM.[17]	28
Obr. 14: "Tapping-lift-modes" u MFM.[16].....	29
Obr. 15: Specifikace sondy HMXS-10.[18].	31
Obr. 16: Specifikace sondy HMX-10.[18].....	33
Obr. 17: Specifikace typu HMX-W 18].	34

Seznam tabulek:

Tab. 1: Specifikace typu HMXS-10	32
Tab. 2: Specifikace cantileveru HMXS-10.....	32
Tab. 3: Ceny HMXS-10.....	32
Tab. 4: Specifikace typu HMX-10.....	33
Tab. 5: Specifikace cantileveru HMX-10	33
Tab. 6: Ceny HMX-10	34
Tab. 7: Specifikace typu HMX-W	34
Tab. 8: Specifikace cantileveru HMX-W	35
Tab. 9: Ceny HMX-10	35
Tab. 10: Specifikace typu HMXS-W.....	36
Tab. 11: Specifikace cantileveru HMXS-W	36
Tab. 12: Ceny HMXS-10.....	36
Tab. 13: Cenové porovnání.....	38

Seznam symbolů a zkratek

€	Euro
AFM	Atomic force microscop
c	Konstanta pružnosti [nm]
D	Vnitřní průměr [nm]
d ₃₁	Piezoelektrická konstanta
E	Modul elasticity
F	Síla [N]
G	Materiálová konstanta [nm]
H	Hamakerová konstanta [J]
h	Tloušťka stěny trubice [nm]
i	Výkyv cantileveru [nm]
J	Joule [J]
k	konstanta pružnosti cantileveru [
kHz	Kilohertz
ks	kús
l	Délka [nm]
m	hmotnost [g]
MFM	Magnetic force microscop
MHz	Megahertz
n	Index lomu
N	Newton
nm	Nanometr

q	Náboj [Q]
R	Rádus [nm]
r	Vzdálenost [nm]
S	Citlivost fotodiody [nm/V]
$\sin\varphi$	Numerická apertura
STM	Scanning tunneling microscop
t	Tloušťka [nm]
U	Napětí [V]
VdW	Van der Waals
z	Vzdálenost atomu [μm]
γ	Konstanta tření
ε_0	Permitivita vakua
$\varepsilon_{x,y,z}$	Citlivost piezotrubice
λ	Vlnová délka světla
μm	Mikrometr
σ	Napětí na povrchu
$\Phi_{(r)}$	Coulombova síla [J]
χ	Vzdálenost [nm]
ω	Šířka [nm]