

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



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

SNOM SONDY SE SPECIÁLNÍMI VLASTNOSTMI SNOM PROBES WITH SPECIAL PROPERTIES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

VÍT SLABÝ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. JIŘÍ SPOUSTA, Ph.D.

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

Akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

student(ka): Vít Slabý

který/která studuje v **bakalářském studijním programu**

obor: **Fyzikální inženýrství a nanotechnologie (3901R043)**

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

SNOM sondy se speciálními vlastnostmi

v anglickém jazyce:

SNOM probes with special properties

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Sondy pro snímání blízkého elektromagnetického pole generovaného např. nanostrukturami jsou velmi náchylné k poškození. Vzhledem k jejich pořizovací ceně je velmi žádoucí zvládnutí jejich přípravy a případné rozšíření jejich možnosti využití i do oblastí dosud běžně nevyužívaných, například k modifikaci povrchu pevné látky.

Cíle bakalářské práce:

Cílem předložené práce je zvládnutí přípravy nových hrotů pro SNOM techniku se speciálními vlastnostmi, aby tyto hroty mohly být využívány nejen k charakterizaci nanostruktur, ale případně i k jejich přípravě.

Seznam odborné literatury:

NOVOTNY L., HECHT B.: Principles of nano-optics, Cambridge Press, New York, ISBN: 0-521-83224-1, 2006.

Vedoucí bakalářské práce: prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2014/2015.

V Brně, dne 8.12.2014

L.S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
Ředitel ústavu

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

Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá skenovací mikroskopií v blízkém poli (SNOM). Pomocí SNOM je experimentálně měřeno blízké pole interference povrchových plazmonových polaritonů (PPP) na strukturách tvořených drážkami na kovové vrstvě a je diskutován vliv charakteristik měřicí sondy na výsledky měření. Vliv některých charakteristik je numericky simulován. Poznatky získané v předchozí práci jsou využity pro konstrukční návrh experimentální aparatury nazvané NanoGIS, která má sloužit pro přípravu nanostruktur.

Summary

This bachelor thesis deals with scanning near-field optical microscopy. With SNOM we examined experimentally the near field of the interference of surface plasmon polaritons (PPP) on plasmonic structures consisting of slits in a metal layer and we discuss the effect of probe characteristics on the measurement results. Effect of few characteristics is simulated numerically. Findings obtained in the previous experiments are used for the construction designing of an experimental device called NanoGIS, which should serve for the nanostructure manufacturing.

Klíčová slova

SNOM, plazmonika, plazmony, optické vlákno, elektromagnetismus, GIS, konstrukce, simulace.

Keywords

SNOM, plasmonics, plasmons, optical fiber, electromagnetism, GIS, construction, simulation.

SLABÝ V.: *SNOM sondy se speciálními vlastnostmi*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 34 s. Vedoucí bakalářské práce prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité prameny a literaturu.

Vít Slabý

Můj velký dík patří především dvěma osobám, prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D., který mě vedl a radil mi při tvorbě této práce, a Ing. Petru Dvořákovi, který mi byl trpělivým školitelem, uváděl mě do celé problematiky a stál za mnou při mnohých experimentech. Dále bych chtěl poděkovat Bc. Zdeňku Jakubovi za pomoc při depozicích, Ing. Tomáši Šamořilovi za obsluhu zařízení Tescan Lyra, Ing. Michalu Kvapilovi za realizaci počítačových simulací a Ing. Petru Báborovi, Ph.D. za pomoc při konstruování aparatury NanoGIS. Práce by nemohla vzniknout bez podpory mé rodiny a přátel.

Uvedeným lidem a všem, kteří se na vzniku této práce podíleli, patří můj hluboký dík.

Vít Slabý

Obsah

1	Úvod	2
2	Teoretická část	3
2.1	Maxwellový rovnice	3
2.2	Povrchový plazmonový polariton	4
2.3	Interference PPP	6
2.4	Optické vlastnosti látek	6
2.5	Princip SNOM mikroskopu	7
2.6	Historie techniky SNOM	9
3	Experimentální část	10
3.1	Výroba SNOM hrotu	10
3.2	Měřicí aparatura	12
3.3	Srovnání vyrobených hrotů s kupovanými	13
3.4	Měření blízkého pole interference PPP	14
3.4.1	Vzorek	14
3.4.2	Dvojice rovnoběžných drážek	15
3.4.3	Čtvercová struktura	16
3.5	Měření plazmonických interferenčních struktur	17
3.5.1	Dvojice rovnoběžných drážek	17
3.5.2	Výsledky měření dvojice rovnoběžných drážek	18
3.5.3	Čtvercová struktura	21
3.6	Výsledky experimentu	22
4	Simulace interakce kmitajících dipólů se SNOM hrotem	24
4.1	Simulace s dipólem pod úrovní hrotu	24
4.2	Výsledky simulací	25
4.3	Simulace s dipólem uvnitř hrotu	26
4.4	Výsledky simulací	26
5	Příprava struktur pomocí SNOM	27
5.1	NanoGIS	27
5.2	Leptání dutého optického vlákna	28
5.3	Konstrukční řešení aparatury	28
6	Závěr	31

1. Úvod

SNOM, neboli skenovací mikroskopie v blízkém poli je technika pro optická pozorování [11]. Oproti klasickému mikroskopu zaujme především vyšším rozlišením, daní je ale fakt, že je třeba pohybovat se s částmi mikroskopu (tzv. sondou) nad vzorkem s velkou přesností, což přináší řadu komplikací [11].

S pojmem SNOM je velmi blízce spojen pojem nanofotonika. Jedná se o mladou vědní disciplínu zabývající se chováním světla v měřítku nanometrů a interakcí předmětů velikosti nanometrů se světlem [6]. Poznatky v této vědní disciplíně mohou přinést zlepšení optických vlastností známých materiálů, ale rovněž by mohly podnítit vznik nových metamateriálů, tedy materiálů s exotickými vlastnostmi. Hlavní motivací nanofotoniky je miniaturizace optoelektronických zařízení, ale například také zvyšování účinnosti solárních článků [12] nebo přesnosti laserů [13]. Významným odvětvím nanofotoniky je plazmonika, která studuje interakci světla s vodivostními elektrony v kovu [5]. Tyto interakce dávají vzniknout řadě jevů, jejichž pochopení může rovněž významně přispět k technickému rozvoji. SNOM je přitom vzhledem k jeho rozlišovacím schopnostem hlavní analytickou metodou nanofotoniky i plazmoniky [5].

U SNOM mikroskopie jsou kladeny vysoké technické nároky na sondu, která se pohybuje v mikroskopické vzdálenosti nad vzorkem. Kvality sondy předurčují její možnosti pro snímání blízkého pole. Je tedy žádoucí testovat v praxi sondy s různými parametry, aby mohl být zjištěn vliv těchto parametrů na výsledek měření.

Tato práce se kromě popisu technologických kroků, které jsou nutné k zprovoznění aparatury SNOM, zabývá měřením interference povrchových plazmonových polaritonů na strukturách drážek v kovové vrstvě, tj. elektromagnetických vln vznikajících při rozptylu světla na těchto drážkách. V příští kapitole bude podán teoretický základ a uvedena používaná terminologie. Seznámíme se zde s povrchovými plazmonovými polaritony a jejich projevy a možnostmi měření pomocí SNOM. Ve třetí kapitole jsou popisovány technologické postupy nutné k zprovoznění aparatury a shrnuty výsledky dvou měření. Z těchto poznatků se v práci diskutuje role charakteristik hrotu v schopnosti detekovat jednotlivé komponenty elektromagnetického pole, přičemž pro některé charakteristiky byly ve čtvrté kapitole provedeny numerické simulace. Jmenovitě se jedná o tvar hrotu a tloušťku kovové vrstvy. V páté kapitole se využije poznatků získaných v předchozí práci při konstrukčním návrhu a sestavování aparatury NanoGIS, experimentálního zařízení pro přípravu nanostruktur.

2. Teoretická část

Teoretická část se zabývá teorií elektromagnetismu. Ze vztahů pro elektromagnetické pole jsou popsány povrchové plasmonové polaritony (PPP), dále je rozebrána jejich interakce s kovem a možnosti pozorování se zaměřením na SNOM mikroskopii.

2.1. Maxwellovy rovnice

Elektromagnetické pole můžeme popsat čtveřicí vektorů, $\mathbf{E}$, $\mathbf{B}$, $\mathbf{D}$ a $\mathbf{H}$ ¹. Vektory $\mathbf{E}$ a $\mathbf{H}$ značí elektrickou, resp. magnetickou intenzitu, vektory $\mathbf{D}$ a $\mathbf{B}$ pak značí elektrickou, resp. magnetickou indukci.

Maxwellovy rovnice jsou zákony popisující chování elektromagnetického pole. Jedná se o čtyři diferenciální rovnice prvního řádu, které zformuloval James Clerk Maxwell v roce 1865 [14]. První dvě rovnice jsou vektorové, další dvě jsou skalární.

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{j} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t}, \quad (2.1)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (2.2)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{D} = \rho, \quad (2.3)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (2.4)$$

kde $\mathbf{j}$ je hustota volného elektrického proudu a ρ je hustota volného prostorového náboje. Pro lineární, izotropní a homogenní látkové prostředí² lze zavést materiálový vztah [1]

$$\mathbf{D} = \varepsilon_0 \mathbf{E} + \mathbf{P} = \varepsilon_0 \mathbf{E} + \varepsilon_0 \chi_e \mathbf{E} = \varepsilon_0 (1 + \chi_e) \mathbf{E} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \mathbf{E}, \quad (2.5)$$

kde $\mathbf{P}$ je průměrný elektrický dipólový moment na jednotku objemu, který nazýváme elektrickou polarizací, χ_e je elektrická susceptibilita prostředí, ε_0 je permitivita vakua³ a pomocí ε_r značíme relativní permitivitu prostředí. Obdobný vztah dává do souvislosti magnetickou indukci $\mathbf{B}$ a intenzitu $\mathbf{H}$ [1]

$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) = \mu_0 \mathbf{H} + \mu_0 \mathbf{M} = \mu_0 (1 + \chi_m) \mathbf{H} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H}, \quad (2.6)$$

kde $\mathbf{M}$ je průměrný magnetický dipólový moment na jednotku objemu, který nazýváme magnetizací, χ_m je magnetická susceptibilita prostředí, μ_0 je permeabilita vakua⁴ a pomocí μ_r značíme relativní permeabilitu prostředí.

Je-li prostředí lineární, izotropní a homogenní, můžeme zápis přepsat:

$$\mathbf{D} = \varepsilon \mathbf{E}, \quad (2.7)$$

$$\mathbf{H} = \mu \mathbf{B}, \quad (2.8)$$

kde $\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r$ je absolutní permitivita a $\mu = \mu_0 \mu_r$ je absolutní permeabilita prostředí.

¹Vektory jsou v této práci značeny tučnými písmeny.

²To jest takové prostředí, jehož vlastnosti nezávisí na poloze nebo směru.

³ $\varepsilon_0 = 8,854187818 \times 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$.

⁴ $\mu_0 = 1,256637061 \times 10^{-6} \text{ Hm}^{-1}$.

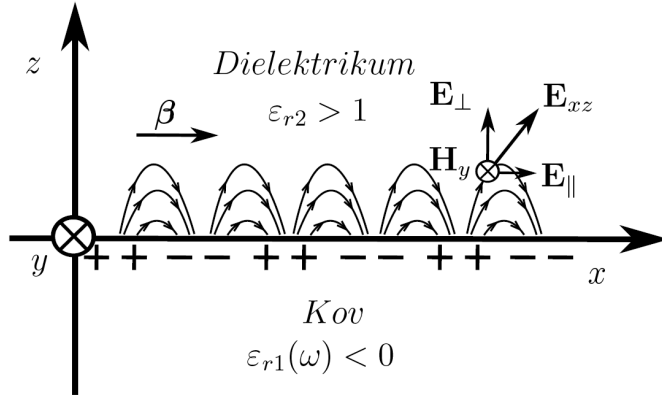
2.2. Povrchový plazmonový polariton

Povrchové plazmonové polaritony (PPP) jsou elektromagnetické vlny šířící se po rozhraní kovu a dielektrika [5]. Jsou způsobeny podélnými kolektivními oscilacemi plynu vodivostních elektronů, kvantum těchto oscilací se nazývá plasmon. Vzniklá vlna má evanescentní charakter, tj. že exponenciálně klesá se vzdáleností od rozhraní. Taková vlna se nazývá povrchová. Při odvození povrchového plazmonového polaritonu se vychází z Maxwellových rovnic (2.1)-(2.4). Očekáváme-li harmonickou časovou závislost vektorů pole $\exp(i\omega t)$, kde ω je frekvence časové závislosti, a uvažujeme-li látkové prostředí bez volných nábojů a proudů, elektrická intenzita $\mathbf{E}(\mathbf{r})$ a magnetická indukce $\mathbf{B}(\mathbf{r})$ jsou popsány tzv. Helmholtzovou rovnicí [5]

$$(\nabla^2 + k_0^2 \varepsilon_r \mu_r) \begin{Bmatrix} \mathbf{E} \\ \mathbf{B} \end{Bmatrix} = \mathbf{0}, \quad (2.9)$$

kde $k_0 = \omega \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}$ je vlnové číslo ve vakuu.

Uvažujme evanescentní elektromagnetickou vlnu šířící se ve směru x po rozhraní kovu a dielektrika, vymezeném rovinou xy , jak je znázorněna na obrázku 2.1. Hledáme řešení Helmholtzovy rovnice 2.9, do které dosadíme matematický popis této vlny. Takto lze odvodit [5] dvě řešení, tzv. transverzální elektrickou (TE) a transverzální magnetickou (TM) polarizaci.



Obrázek 2.1: Schéma povrchového plasmového polaritonu v transverzální magnetické polarizaci na hranici mezi kovem a dielektrikem. v prostoru dielektrika vzniká evanescentní elektromagnetické pole. Převzato z [10].

Řešení v TM polarizaci $\mathbf{H}(\mathbf{r}) = (0; H_y; 0)$, $\mathbf{E}(\mathbf{r}) = (E_x; 0; E_z)$ je popsáno rovnicemi:

$$\frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} = (\beta^2 - k_0^2 \varepsilon_r) H_y, \quad (2.10)$$

$$E_x = -\frac{i}{\omega \varepsilon_0 \varepsilon_r} \frac{\partial H_y}{\partial z}, \quad (2.11)$$

$$E_z = -\frac{\beta}{\omega \varepsilon_0 \varepsilon_r} H_y. \quad (2.12)$$

Řešení v TE polarizaci $\mathbf{H}(\mathbf{r}) = (H_x; 0; H_z)$, $\mathbf{E}(\mathbf{r}) = (0; E_y; 0)$ je popsáno rovnicemi:

$$\frac{\partial^2 E_y}{\partial z^2} = (\beta^2 - k_0^2 \varepsilon_r) E_y, \quad (2.13)$$

$$H_x = -\frac{i}{\omega \mu_0} \frac{\partial E_y}{\partial z}, \quad (2.14)$$

$$H_z = -\frac{\beta}{\omega \mu_0} E_y, \quad (2.15)$$

kde β je velikost propagačního vektoru povrchové vlny popsaná disperzní relací plazmonu [5]

$$\beta = k_0 \sqrt{\frac{\varepsilon_{r1} \varepsilon_{r2}}{\varepsilon_{r1} + \varepsilon_{r2}}}, \quad (2.16)$$

kde ε_1 resp. ε_2 jsou relativní permitivita kovu, resp. dielektrika. Výraz v odmocnině odpovídá tzv. efektivnímu indexu lomu prostředí N_{ef} .

Dále se využije okrajových podmínek mezi prostředími [3], které se dosadí do jednotlivých řešení (2.10)-(2.15):

$$\mathbf{n} \times (\mathbf{E}_1 - \mathbf{E}_2) = \mathbf{0}, \quad (2.17)$$

$$\mathbf{n} \times (\mathbf{H}_1 - \mathbf{H}_2) = \mathbf{K}_f, \quad (2.18)$$

kde $\mathbf{n}$ je jednotkový normálový vektor z prostředí s indexem (1) do prostředí s indexem (2) a $\mathbf{K}_f$ je hustota volného plošného proudu. Po dosazení okrajových podmínek vychází, že v TE polarizaci existuje jen nulové triviální řešení. Pro TM polarizaci existuje netriviální řešení pouze v případě, je-li reálná část permitivity kovu $\text{Re}\{\varepsilon_{r1}\} < 0$. Toto řešení odpovídá povrchové evanescentní vlně. Aby se vlna po povrchu šířila, musí být β reálné, přičemž permitivita dielektrických prostředí je vždy $\varepsilon_{r2} > 1$. Odsud lze odvodit [5] přísnější podmínku pro permitivitu kovu, aby na rozhraní existovala předpokládaná povrchová vlna

$$\varepsilon_{r1} < -\varepsilon_{r2}. \quad (2.19)$$

Dále bude rozebrána energiová bilance elektromagnetického pole, protože zpravidla bývá měřením detekována namísto komponent pole právě přenesená energie. Popis energiové bilance poskytuje Poyntingův teorém [15]

$$\oint_{\partial\Omega} (\mathbf{E} \times \mathbf{H}) \cdot d\mathbf{S} + \frac{\partial}{\partial t} \int_{\Omega} \left(\frac{1}{2} \mathbf{H} \cdot \mathbf{B} + \frac{1}{2} \mathbf{D} \cdot \mathbf{E} \right) dV = - \int_{\Omega} \mathbf{j} \cdot \mathbf{E} dV, \quad (2.20)$$

který říká, že součet výkonu tekoucího plochou ohraničující oblast Ω a časové změny v hustotě energie v této oblasti je roven disipaci energie z oblasti Ω . V integrandu prvního členu rovnice se vyskytuje tzv. Poyntingův vektor $\mathbf{S}$ a v druhém pak hustota elektromagnetické energie w

$$\mathbf{S} = \mathbf{E} \times \mathbf{H}, \quad \text{resp.} \quad w = \frac{1}{2} (\mathbf{H} \cdot \mathbf{B} + \mathbf{D} \cdot \mathbf{E}). \quad (2.21)$$

Předpokládáme-li harmonickou časovou závislost polí $\sim \exp(-i\omega t)$, což obecně lze, získáváme pro časově středovanou hodnotu Poyntingova vektoru vztah

$$\langle \mathbf{S} \rangle = \frac{1}{2} \text{Re} \{ \mathbf{E} \times \mathbf{H}^* \}, \quad (2.22)$$

2.3. INTERFERENCE PPP

kde hvězdička značí komplexní sdružení. Pro povrchovou evanescentní vlnu lze dokázat [5], že složka časově středovaného Poyntingova vektoru ve směru osy z je nulová, a proto v tomto směru vlna nepřenáší energii a nelze ji detekovat v dalekém poli.

2.3. Interference PPP

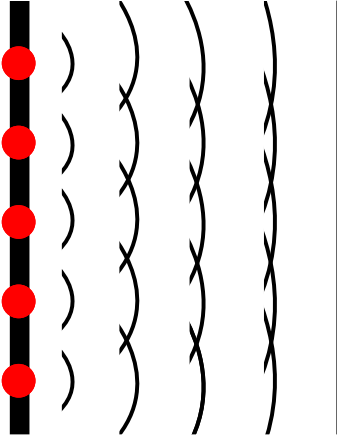
PPP je tedy elektromagnetická vlna s vazbou na rozhraní kovu a dielektrika. K měření vlastností PPP, jako je např. vlnová délka, se s výhodou užívá interference. Vycházíme z principu superpozice

$$\mathbf{E} = \sum_i \mathbf{E}_i, \quad (2.23)$$

který říká, že celkové pole $\mathbf{E}$ je dáno sumou polí z každého zdroje $\mathbf{E}_i$. Střední hodnota intenzity, což je veličina, kterou snímáme při optických měřeních, má velikost

$$\langle I \rangle \sim \frac{1}{2} |\mathbf{E}|^2 = \frac{1}{2} (\mathbf{E} \cdot \mathbf{E}^*) = \frac{1}{2} (E_x E_x^* + E_y E_y^* + E_z E_z^*). \quad (2.24)$$

Zdrojem povrchové vlny je například interferenční struktura tvořená různě uspořádanými drážkami v tenké kovové vrstvě [9]. Každou drážku lze považovat za lineární zdroj 2D povrchové vlny, která se z ní šíří ve směru na ni kolmém, jak je ukázána na obr. 2.2. Při vhodném uspořádání drážek pak spolu vlny z jednotlivých drážek interferují za vzniku interferenčních obrazců.



Obrázek 2.2: Schéma drážky jako lineárního zdroje 2D povrchové vlny. Jednotlivé body jsou kruhovými zdroji vln, ale drážka jako taková je lineární zdroj vln.

2.4. Optické vlastnosti látek

Pro popis interakce elektromagnetického záření o úhlové frekvenci ω s látkou se zavádí dielektrická funkce $\varepsilon_{r1}(\omega)$. Její odvození vyžaduje zavedení mikroskopického modelu částic, z nichž se látka skládá. Po odvození dielektrické funkce lze spolu s Maxwellovými rovnicemi popsat chování elektromagnetického pole v látkách.

Pro popis optických vlastností kovů se využívá Drudeho–Sommerfeldův model téměř volných elektronů [5, 16]. Tento model předpokládá, že se elektrony pohybují volně na pozadí kladných jader. Detaily potenciálu kladných jader a elektron-elektronových interakcí nejsou brány v úvahu, ale spíše se předpokládá, že se elektrony v kovu chovají, jako by měly tzv. efektivní hmotnost m_e^* . Při pohybu elektronů dochází ke srážkám, okamžitým událostem, kdy je částici přiřazena nová velikost i směr rychlosti. Časový interval mezi srážkami má střední hodnotu, tzv. relaxační dobu τ . Uvažujme elektron, který se vychýlí ve směru x vlivem elektrického pole s harmonickým průběhem $\mathbf{E} \sim \exp(-i\omega t)$. Tomu odpovídá např. elektromagnetická vlna. Podle 2. Newtonova pohybového zákona pak pro pohyb elektronu můžeme psát

$$m_e^* \frac{d^2 x(t)}{dt^2} + m_e^* \gamma \frac{dx(t)}{dt} = -eE(t), \quad (2.25)$$

kde $\gamma = 1/\tau$ je frekvence srážek. Řešením rovnice (2.25) a dosazením vektoru polarizace $P = -nex(t)$, kde n je elektronová hustota, získáváme vztah

$$x(t) = \frac{e}{m_e^* (\omega^2 + i\gamma\omega)} E(t). \quad (2.26)$$

Tento vztah vyjadřuje přímou úměru mezi přiloženým elektrickým polem a polarizací látky. Konstantou úměrnosti je zde elektrická susceptibilita χ_e . Odsud již lze snadno získat vztah pro dielektrickou funkci

$$\varepsilon_r(\omega) = 1 + \chi_e = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2}. \quad (2.27)$$

Zde je definována plazmová frekvence ω_p , která je dána vztahem

$$\omega_p = \sqrt{\frac{ne^2}{\varepsilon_0 m_e^*}}. \quad (2.28)$$

Protože hodnoty elektronové hustoty n a efektivní hmotnosti elektronu m_e^* jsou pro každý kov různé, je i plazmová frekvence charakteristikou materiálu.

2.5. Princip SNOM mikroskopu

SNOM (z angl. Scanning Near-field Optical Microscopy, jinde označovaného také jako NSOM) je mikroskopická technika umožňující optická pozorování v měřítku nanometrů [6]. Touto technikou lze dosáhnout vyššího rozlišení než běžným mikroskopem, a to díky detekci elektromagnetických vln jiné povahy, evanescentních vln, které se vyskytují jen v prostoru velmi blízko zkoumaného povrchu (řádově méně, než je vlnová délka použitého záření). Elektromagnetické pole v tomto prostoru se nazývá blízké pole.

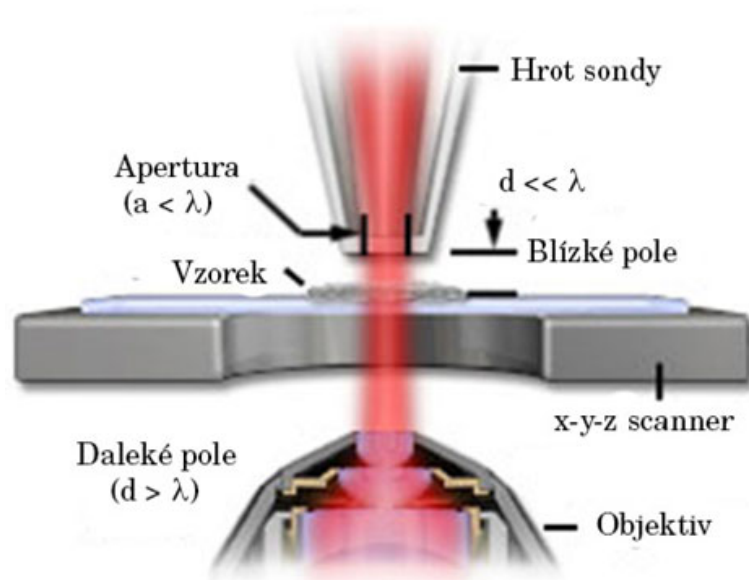
Maximální teoretické rozlišení klasického mikroskopu v dalekém poli je pevně dáno Rayleighovým kritériem [17]

$$\sin\varphi = 1, 22 \frac{\lambda}{d}, \quad (2.29)$$

kde φ je maximální pozorovatelný úhel, λ je vlnová délka použitého záření a d je šířka vstupní pupily. Oproti tomu maximální rozlišení SNOM mikroskopu nelze tak snadno odvodit.

2.5. PRINCIP SNOM MIKROSKOPU

Princip techniky SNOM je schematicky znázorněn na obrázku 2.3. Nejdůležitější součástí SNOM mikroskopu je sonda z optického vlákna, které je pokovené a na jehož konci je apertura, kudy prochází signál. Apertura má rozměr mnohem menší, než je vlnová délka použitého záření, zpravidla pod 100 nm. Sonda je ke vzorku přiblížena na vzdálenost řádově 1 – 10 Å. Světlo interaguje se zkoumaným vzorkem a výsledné elektromagnetické pole lze detekovat v dalekém poli klasickým mikroskopem, který je součástí aparatury. Sonda se pohybuje pomocí piezoposuvu nad vzorkem v rastru a snímá blízké pole, SNOM je tedy jednou z SPM technik⁵.



Obrázek 2.3: Schéma principu SNOM měření. Převzato z [38].

Sonda přitom rovněž snímá topografii vzorku pomocí zpětné vazby. Princip snímání je analogický k bezkontaktnímu režimu AFM mikroskopu⁶, kde rezonanční ladička kmitá ve směru normály k vzorku (osa z) na frekvenci, při níž dochází k resonanci. Vlivem sil s dalekým dosahem (např. van der Waalsovy síly) se při přiblížení hrotu k vzorku mění jak amplituda, tak i frekvence těchto kmitů. Vzdálenost hrotu od vzorku se posuvem upravuje tak, aby se tyto veličiny zachovávaly na konstantní hodnotě. SNOM sonda oproti tomu kmitá ve směru kolmém k ose z a měří tak vliv stříhové síly působící na hrot (tzv. *shear-force feedback*). Realizace spočívá v přilepení sondy k piezoelektrické ladičce, která je přivedena na zdroj střídavého napětí.

Kromě výše popsaného transmisního režimu, kdy je vzorek osvětlován zářením ze sondy a snímač se nachází na opačné straně vzorku, lze aparaturu nastavit i do reflexního režimu, kdy je záření snímáno na téže straně, na které se nachází sonda.

Samotný kontrast lze potom získat mnoha mechanismy, společnými i pro klasickou optickou mikroskopii (zdroje):

- změny v indexu lomu,

⁵SPM (Scanning Probe Microscopy) je soubor mikroskopických technik založených na precizním skenování povrchu vzorku pomocí sondy. Tyto techniky zažily prudký rozvoj v 80. letech 20. století [18].

⁶AFM (Atomic Force Microscopy) je jedna z SPM technik snímající pomocí atomárních sil topografii vzorku [19].

- změny v průhlednosti,
- změny v odrazivosti,
- změny ve složení,
- polarizační vlastnosti,
- napětí v materiálu pro fotoelastické materiály [20]
- magnetické vlastnosti magnetoopticky aktivních látek [21]
- Ramanův posuv v látce a další [22].

2.6. Historie techniky SNOM

První využití SNOM techniky bylo zamýšleno pro biologické účely. E. H. Synge, opírající se o zákony vlnové optiky, navrhl princip takového mikroskopu, prostudoval jevy uplatňující se při pozorování a zformuloval čtyři základní problémy, které je třeba vyřešit pro realizaci takové aparatury [23]. Seřadil je takto:

- přítomnost zdroje záření o vysoké intenzitě, což je dnes řešitelné pomocí laseru a sondy se zužujícím se koncem,
- precizní navigace v řádu 10^{-7} m, umožněnou až s rozvojem piezoposuvu,
- povrch, které je dostatečně rovinný, nejlépe pod 10^{-6} m, čehož lze dosáhnout vhodným výběrem a přípravou vzorku,
- možnost vytvářet díry s poloměrem pod 10^{-6} m, dnes nejlépe řešitelné pomocí litografie nebo iontového leptání.

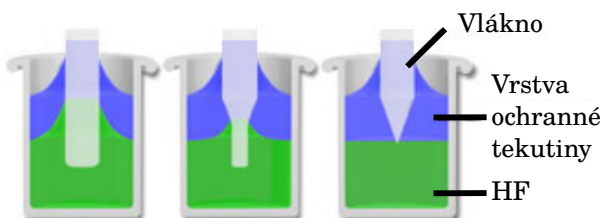
Nejvíce limitujícím problémem pro realizaci SNOM aparatury byla především přesná manipulace se vzorkem a sondou. V roce 1972 otestovali E. A. Ash a G. Nichols princip této techniky na mikrovlnném záření [24]. S příchodem prvních SPM technik se nicméně nabízela možnost jejich úpravy pro potřeby SNOM. První aparatury pak byly nezávisle na sobě zkonstruovány v roce 1984 na univerzitě v Zurichu a na Cornellské univerzitě v New Yorku [25, 26].

3. Experimentální část

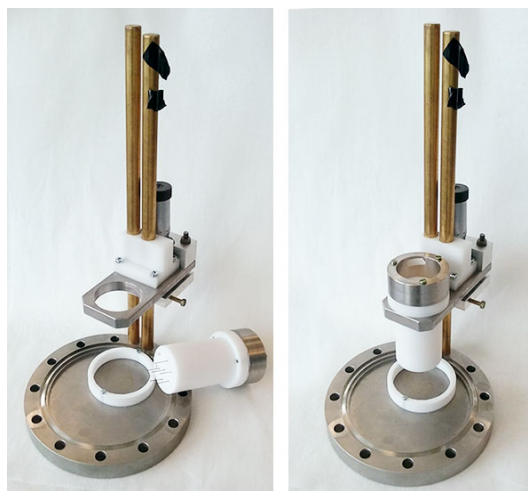
3.1. Výroba SNOM hrotu

Základem SNOM sondy je optické vlákno vytvarované na jednom konci do špičky. Leptání vlákna roztokem kyseliny fluorovodíkové (HF) patří mezi cenově dostupné techniky výroby hrotů a v laboratořích Ústavu fyzikálního inženýrství (ÚFI) se používá.

Pro vyrobené hroty bylo použito vlákno 630HP dodané firmou ThorLabs, o průměru jádra 125 μm . Z konce vlákna byl na délce přibližně jednoho centimetru pomocí odizolovacích kleští odstraněn polymerní obal. Sedm takto připravených vláken bylo instalováno do leptacího zařízení, které je zobrazeno na obrázku 3.1b. To umožňuje precizní manipulaci s vlákny tak, aby při leptání byly v kontaktu s kyselinou pouze jejich odizolované části. Konce vláken poté byly leptány v 40% HF po dobu 60 minut. Tato procedura se nazývá Turnerova metoda [37], která je schematicky znázorněna na obrázku 3.1a.



(a) Turnerova metoda. Převzato z [39].



(b) Leptací zařízení.

Obrázek 3.1

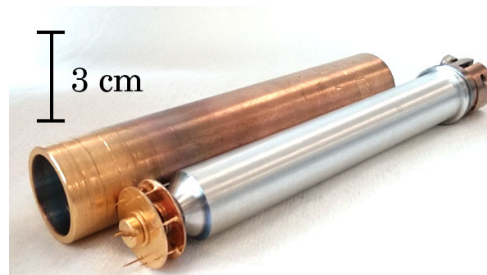
Při kontaktu vlákna a kyseliny dochází vlivem smáčivosti ke vzniku tzv. menisku, tedy zvýšení hladiny roztoku v místě kontaktu. Výška menisku je úměrná šířce vlákna, vlivem čehož se v průběhu leptání meniskus zmenšuje. Tím vzniká v místě kontaktu s hladinou hrot. Část vlákna pod hladinou se během leptání odlomí a rozpustí. Pokud jsou voleny kratší leptací časy, mohou na konci hrotu zůstat neodpadlé kusy vlákna, které celý hrot znehodnocují. Vlákna jsou po proceduře omyta v demineralizované vodě.

Dalším krokem bylo umístění vláken do vakuové aparatury TESCAN Lyra. Ta umožňuje inspekci vláken pomocí rastrovací elektronové mikroskopie (SEM¹), kde jsou k zobrazování použity sekundární elektrony s energiemi < 50 eV. Takový mikroskop má pak ve srovnání s optickým mikroskopem řádově vyšší rozlišení. TESCAN Lyra navíc kombinuje SEM s leptáním fokusovaným iontovým svazkem (FIB), kde se vzorek ostřeluje vysoce energetickými ionty (až 30 keV) a je tak selektivně odprašován. Ve spolupráci s Ing. Mgr.

¹Rastrovací elektronová mikroskopie je technika, při níž je vzorek ozařován zaostřeným svazkem elektronů které s povrchem interagují a umožňují tak mimo jiné detekci topografie. Aparatura potřebuje k provozu vakuum.

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Tomášem Šamořilem byl pomocí FIB hrot zbaven defektů po leptání a opracován do špičky o průměru 300 nm.



(a) Depoziční aparatura Kaufman v laboratoři ÚFI. (b) Držák na vlákna pro depozici v aparatuře Kaufman.

Obrázek 3.2

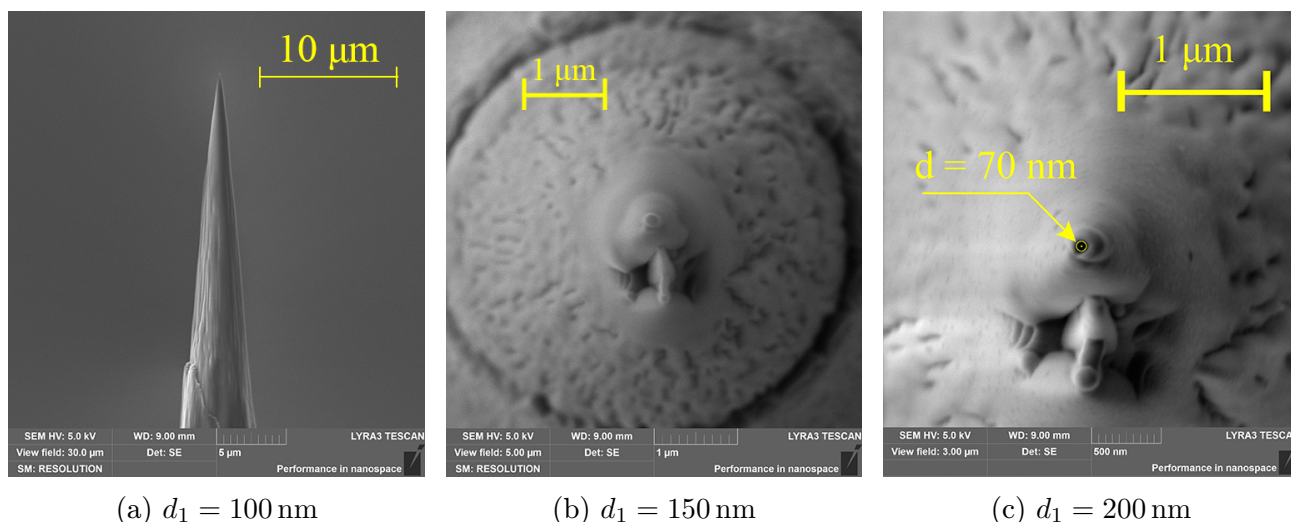
Na vlákno je dále deponován kov. To se provádí pomocí metody naprašování iontovým svazkem (IBS²) na zařízení Kaufman na obrázku 3.2a. Zde je iontový svazek soustředěn na terč z příslušného kovu. Atomy kovu jsou odprašovány a dopadají na vzorek. Vlákna jsou umístěna na speciálním držáku, do něhož se musí vlákna upnout. S vlákny je během deponování otáčeno, aby byla výsledná vrstva maximálně homogenní. Držák vláken je na obrázku 3.2b. Na vlákna bylo deponováno zlato a tloušťka vrstvy byla experimentálně pomocí SEM určena na 150 nm. Zpravidla se před depozicí kovů jako zlato nebo hliník deponuje pro prodloužení životnosti ještě tenká adhezivní vrstva titanu, ale pro zjednodušení výroby byl tento krok vynechán.

Vytvoření apertury pak znovu probíhá v aparatuře TESCAN Lyra. Na špičce hrotu je vyleptána prohlubeň, přičemž je kladen důraz na použití co možná nejužšího iontového svazku. Podařilo se vytvořit aperturu s průměrem 70 nm. To je dobrý výsledek, neboť komerční hroty firmy NT-MDT, které jsou v laboratořích ÚFI dostupné, mají garantovaný průměr apertury do 100 nm.

Měření rozložení blízkého pole probíhá na mikroskopu atomárních sil NTegra Solaris firmy NT-MDT za pomoci manipulační hlavy pro SNOM mikroskopii. Před samotnou instalací vlákna do hlavy je třeba na vlákno nalepit piezoladičku, která vlákno rozkmitává, zároveň měří stříhové síly působící na hrot a zprostředkovává tak zpětnou vazbu ohledně přiblížení vlákna k povrchu. Použita byla ladička TF 101_NTF od firmy NT-MDT. Pro lepení je použito vteřinové lepidlo. Samotné tuhnutí lepidla mění rezonanční frekvenci hrotu, což dělá měření obtížnějším, proto se po přilepení ladičky nechává lepidlo ideálně několik hodin tuhnout. Resonanční frekvence ladičky a hrotu se nachází kolem hodnoty 190 kHz. Po zavedení vlákna do manipulační hlavy je opačný konec hrotu odizolován a seříznut speciálními kleštěmi, které zajistí, že vlákno je seříznuto do roviny a že nedochází k výrazným ztrátám při průchodu světla. Měření SNOM má dvě základní

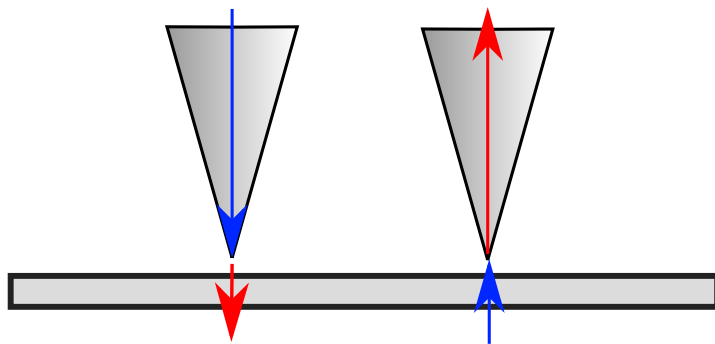
²Naprašování iontovým svazkem je metoda depozice částic na vzorek, kdy dopadají ionty na terč z kovového materiálu a vyráží z něj částice dopadající na vzorek, kde ulpívají.

3.2. MĚŘICÍ APARATURA



Obrázek 3.3: Obrázky ze SEM mikroskopu znázorňující proces výroby apertury v zařízení Tescan Lyra. Nalevo vidíme hrot po opracování metodou FIB, uprostřed je pohled zepředu na špičku hrotu. Napravo je již vytvořena apertura, zatímco hrot prošel pokovením zlatem pomocí IBS.

konfigurace, znázorněné na obrázku 3.4. V jedné je vzorek osvětlován blízkým polem pomocí hrotu a snímáno je vzniklé daleké pole pomocí mikroskopu. V druhé konfiguraci hrot slouží ke sběru blízkého pole, které vzniklo ozářením vzorku dalekým polem pomocí inverzního mikroskopu.



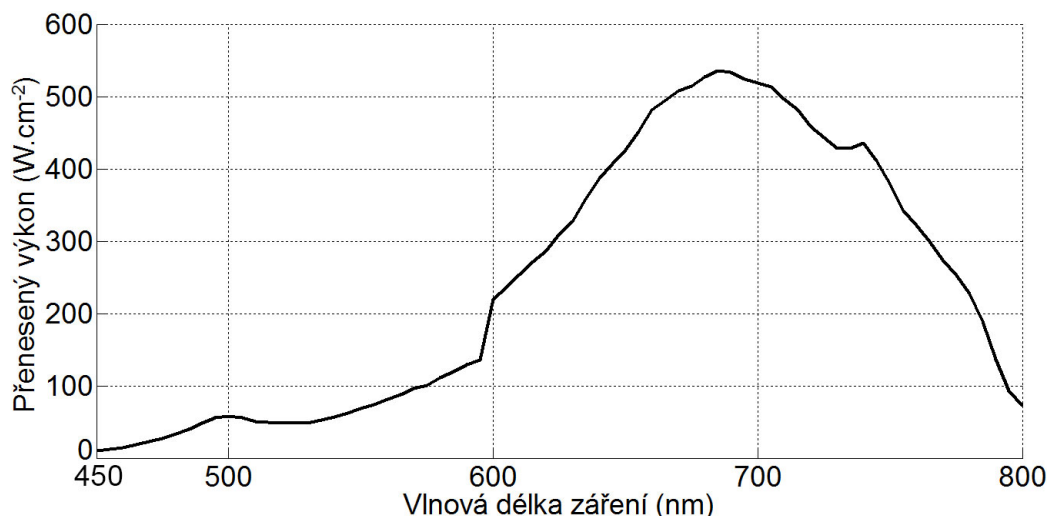
Obrázek 3.4: Dvě různé konfigurace SNOM. V jedné je vzorek osvětlován blízkým polem hrotu a klasickým mikroskopem je sbíráno vzniknuvší daleké pole. Druhá konfigurace osvětluje vzorek dalekým polem a sbíráno je blízké pole pomocí hrotu.

3.2. Měřicí aparatura

Měření SNOM probíhalo na aparatuře NTegra Solaris firmy NT-MDT, instalované na invertovaný optický mikroskop Olympus IX71. Mikroskopem prochází paprsek laseru o vhodné vlnové délce, který je fokusován objektivem (zvětšení 60x; $NA = 0,7$) na interferenční strukturu. Pomocí optického mikroskopu se také upravuje poloha vzorku a sondy.

Jako zdroj světla byl použit bílý laser Fianium WL-SC-480-20. Bílé lasery mají, jak název napovídá, spojitě spektrum a s pomocí akustooptických spektrálních filtrů lze získat nepolarizované monochromatické záření o libovolné vlnové délce, a to bez polarizace. Míra

filtrace nežádoucích vlnových délek ale přímo souvisí s množstvím přeneseného výkonu, proto je třeba použité spektrum volit s rozvahou. V praxi je nejvýhodnější volit konstantní výkon a střední vlnovou délku záření. Výkon laseru Fianium WL-SC-480-20 vztažený na interval vlnových délek je ve viditelné oblasti spektra průměrně 6 mW/nm. Byl proměřen přenesený výkon laseru po průchodu optickým vláknem 630HP od firmy ThorLabs na vlnových délkách 450 – 800 nm, tato závislost je vynesena v grafu 3.5. Výsledná data mohou být použita při případném přesném měření intenzity záření.



Obrázek 3.5: Závislost intenzity záření z bílého laseru Fianium WL-SC-480-20 proslého optickým vláknem 630HP na vlnové délce záření.

Piezoposuv, který umožňuje rastrování sondy nad vzorkem, zajišťuje SNOM hlava. Výroba SNOM sondy včetně zavedení do SNOM hlavy je popsána v odstavci 3.1. Ladičkou je vlákno rozkmitáno na rezonanční frekvenci a při přiblížení hrotu ke vzorku je měřena jak změna amplitudy kmitů, tak změna ve fázi kmitů, čímž je zprostředkována zpětná vazba ohledně přiblížení hrotu ke vzorku. SNOM sonda má rastrovat nad vzorkem ve výšce řádově desetin nanometru a snímat PPP v blízkém poli.

Délka snímání je omezena především životností hrotů. Při skenování dochází k občasnému dotyku vlákna a vzorku, což vede k postupné degradaci hrotu. Projevem degradace je postupné snižování rozlišení, nižší kontrast, změny ve tvaru hrotu navíc vedou k posuvu mezi signálem topografie a transmisi a dalším artefaktům. Při dodržování rozumných pravidel zacházení s hroty během měření, zejména volbou charakteristik měření (míra přiblížení ke vzorku, rychlost skenování) byla životnost hrotů v řádu desítek měření, a to i přes absenci adhezní vrstvy titanu na hrotu, která se v komerčních hrotech používá.

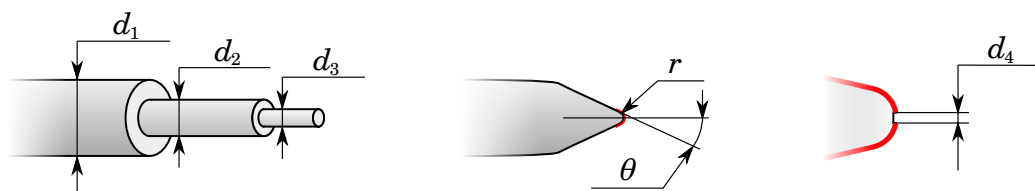
3.3. Srovnání vyrobených hrotů s kupovanými

Ke SNOM mikroskopii na aparatuře NT-MDT NTegra se používají univerzální hroty téže firmy. Jedná se vesměs o optická vlákna Nufern, která prochází analogickými výrobními procesy, jako na ÚFI. Parametry těchto vláken, naznačené v obrázku 3.6, jsou:

- průměr krycí polymerové vrstvy $d_1 = (245 \pm 15) \mu\text{m}$,
- průměr opláštění $d_2 = (125 \pm 1,5) \mu\text{m}$,

3.4. MĚŘENÍ BLÍZKÉHO POLE INTERFERENCE PPP

- průměr jádra $d_3 = 3,5 \mu\text{m}$,
- vrcholový úhel hrotu $\theta = 20^\circ$,
- poloměr špičky hrotu $r = 200 \text{ nm}$,
- průměr apertury $d_4 = (50 - 100) \mu\text{m}$,
- deponovaný materiál a tloušťka: V 20 nm, Al 70 nm.



Obrázek 3.6: Schématické znázornění rozměrů vlákna a hrotu. Nalevo vidíme jednotlivé vrstvy v optickém vlákně, uprostřed jsou zaznačeny charakteristiky hrotu a napravo je detail apertury. Červeně jsou znázorněny deponované kovové vrstvy.

Nutno dodat, že se jedná o parametry udávané výrobcem a jejich výpovědní hodnota je diskutabilní.

Oproti tomu výroba hrotu přímo v podmínkách laboratoře ÚFI skýtá především možnost volby parametrů pro konkrétní využití. Experimentovat lze s volbou samotných optických vláken a tudíž např. s optimalizací pro různé vlnové délky, vrcholovým úhlem hrotu, tloušťkou a materiálem deponované vrstvy i tvarem a velikostí apertury. Velkou výhodou je znalost tvaru hrotu při dokončení jeho výroby.

Zásadní nevýhodou při výrobě hrotu v laboratorních podmínkách je časová náročnost celého procesu, kdy vlákno prochází komplexními procedurami v různých aparaturách. S tím souvisí i zmetkovitost celého procesu. Je to nejčastěji právě při instalaci vláken do aparatur, kdy jsou vlákna nevratně poškozena. V průměru lze říci, že při výrobě hrotů v laboratoři je funkční každý druhý hrot, zatímco z kupovaných hrotů je funkční každý pátý hrot. Riziková je rovněž práce s kyselinou fluorovodíkovou, která je velmi nebezpečnou chemikálií a práce s ní vyžaduje zavedení příslušných bezpečnostních opatření.

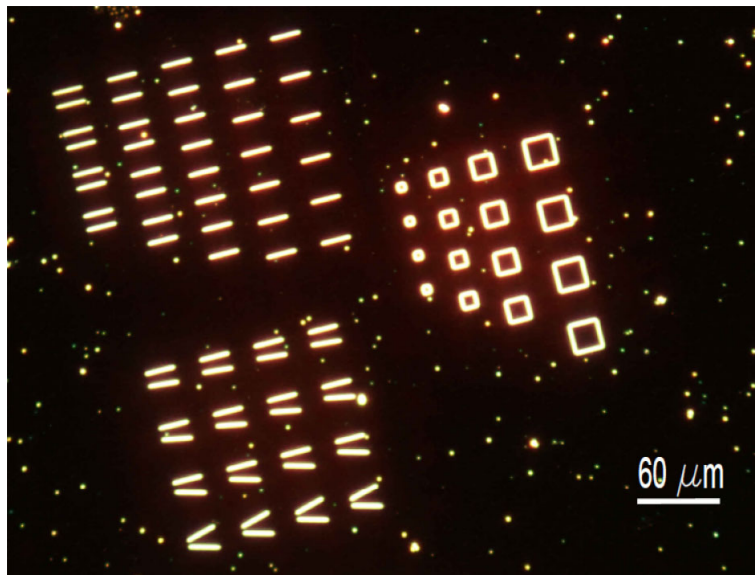
3.4. Měření blízkého pole interference PPP

Cílem tohoto experimentu bylo zkoumat vlastnosti blízkého pole generovaného interferencí PPP. Zde interferenční strukturu představují různě uspořádané drážky v tenké kovové vrstvě.

3.4.1. Vzorek

Pro měření byla použita interferenční struktura navržená v roce 2012 Ing. Tomášem Neumanem, vytvořená z křemenného skla s naprášenou tenkou zlatou vrstvou, pomocí metody IBS. Vrstva zlata na vzorku měla tloušťku 200 nm a jako adhezni vrstva byla použita 3nm vrstva titanu. Interferenční obrazce ve tvaru dvojic rovnoběžných drážek a čtveřic drážek

ve uspořádaných do čtverce byly vytvořeny iontovým leptáním. Snímek téže struktury, zobrazené pomocí optického mikroskopu, je na obrázku 3.7.



Obrázek 3.7: Interferenční struktury vyrobené pomocí FIB do 200 nm Au na křemenném skle. Převzato z [9].

3.4.2. Dvojice rovnoběžných drážek

Mějme případ dvou drážek znázorněných na obrázku 3.8b. Propagační vektor povrchové vlny β z rovnice (2.16) má nenulovou pouze složku $\beta_y = \beta$. Pozorovanou intenzitu elektromagnetického pole, která tvoří interferenční obrazec, lze vyjádřit ve tvaru

$$\begin{aligned} I &\sim \frac{1}{2} |\exp[i(\beta y - \omega t + \varphi_1)] + \exp[i((- \beta)y - \omega t + \varphi_2)]|^2 = \\ &= \frac{1}{2} \{ \exp(-2\text{Im}\{\beta\}y) + \exp(-2\text{Im}\{-\beta\}y) + 2\cos(\text{Re}\{2\beta\}y + \varphi_1 + \varphi_2) \}, \end{aligned} \quad (3.1)$$

kde φ_1 a φ_2 jsou počáteční fáze vln. Pokud je tlumení malé, lze zanedbat počáteční fáze a imaginární část propagačního vektoru. Výraz se pak zjednoduší [9] na

$$I \sim 1 + \cos(2\beta y). \quad (3.2)$$

Perioda modulace λ_m , vycházející z podmínky maxima funkce (3.2) je závislá na velikosti propagačního vektoru

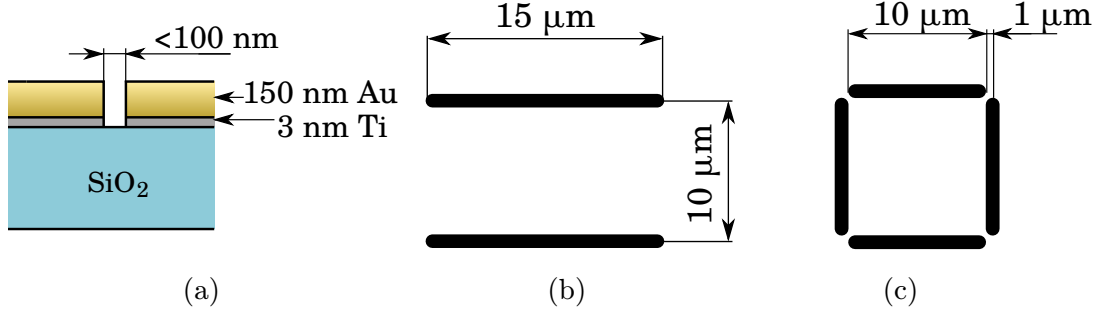
$$\lambda_m = \frac{\pi}{\beta} m, \text{ kde } m = \pm 1, \pm 2, \pm 3 \dots, \quad (3.3)$$

po dosazení vlnové délky PPP $\lambda_{\text{PPP}} = 2\pi/\beta$ lze vztah upravit na

$$\lambda_m = \lambda_{\text{PPP}}/2. \quad (3.4)$$

Ze vztahů (3.2) a (3.4) je patrné, že na dvojici rovnoběžných drážek lze pozorovat rozložení intenzity ve tvaru pruhů rovnoběžných s drážkami. Vzdálenost mezi pruhy λ_m je poloviční oproti vlnové délce plazmonů.

3.4. MĚŘENÍ BLÍZKÉHO POLE INTERFERENCE PPP



Obrázek 3.8: Schéma interferenční struktury. Na 3.8a vidíme řez vzorkem s drážkou uprostřed. Obrázek 3.8b představuje pohled shora na dvojici drážek, obdobně obrázek 3.8c představuje pohled shora na čtvercovou strukturu drážek.

3.4.3. Čtvercová struktura

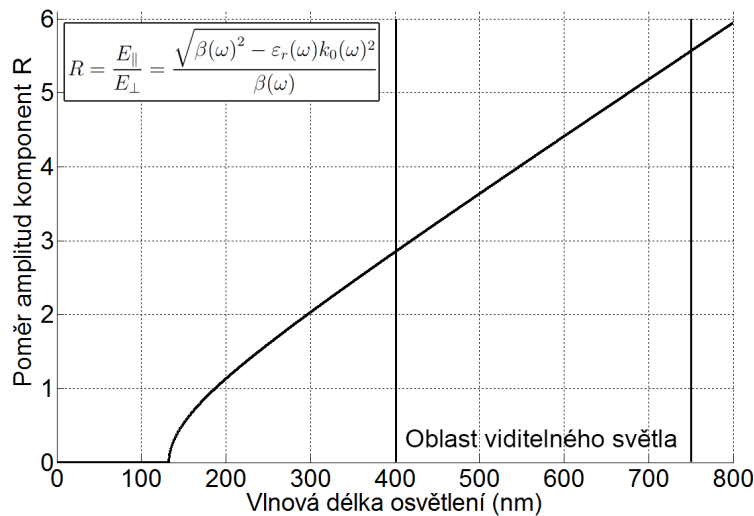
Mějme dále čtvercovou interferenční strukturu drážek, jak je naznačena na obrázku (obrázek). Amplituda a_{ik} k -té složky intenzity elektrického pole příslušející vlně, která se šíří od i -té drážky, je rovna

$$a_{ik} = \begin{cases} A_{i\parallel} \frac{\mathbf{e}_k \cdot \text{Re}\{\beta_i\}}{|\text{Re}\{\beta_i\}|} & \text{pro } k = x, y, \\ A_{i\perp} R & \text{pro } k = z. \end{cases} \quad (3.5)$$

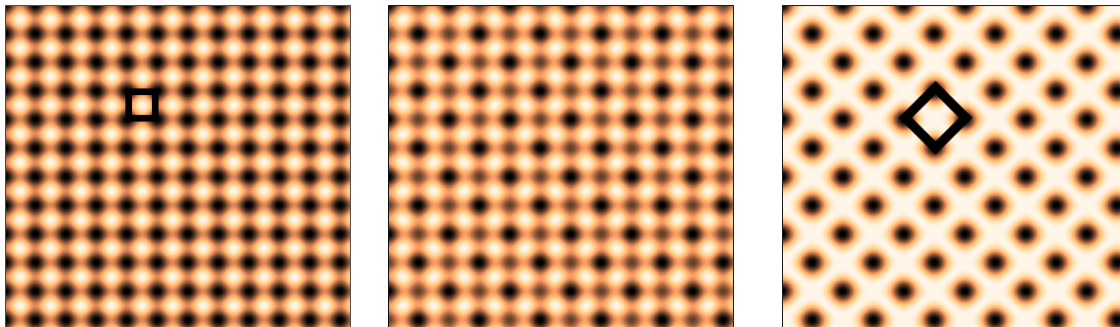
kde $\mathbf{e}_k$ je jednotkový vektor ve směru $k = x, y$ a $A_{i\parallel}$ resp. $A_{i\perp}$ jsou konstanty, které jsou důsledkem citlivosti hrotu na určitou komponentu pole $E_{\parallel}$ resp. $E_{\perp}$ (rovnoběžnou s povrchem vzorku resp. kolmou na něj). Konstanta R je poměr mezi těmito komponentami daný vztahem

$$R = \frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} = \frac{\sqrt{\beta(\omega)^2 - \varepsilon_r(\omega)k_0(\omega)^2}}{\beta(\omega)}. \quad (3.6)$$

Závislost poměru mezi komponentami pole na vlnové délce osvětlení je znázorněna na obrázku 3.9.



Obrázek 3.9: Poměr amplitud komponent pole v závislosti na vlnové délce osvětlení.

(a) $A_{\parallel}/A_{\perp} = \infty$ (b) $A_{\parallel}/A_{\perp} = 30$ (c) $A_{\parallel}/A_{\perp} = 0$

Obrázek 3.10: Interferenční obrazec generovaný čtvercovou strukturou drážek zanesený do kartézského souřadného systému, v inverzním zobrazení pro lepší kontrast. Každý obrázek odpovídá jiné citlivosti hrotu na komponenty pole. V případě, že poměr mezi konstantami citlivosti je přibližně 30, oba interferenční obrazce jsou zastoupeny ve snímku stejně zřetelně. Na levém obrázku vidíme vodorovné čtverce, na pravém diagonální čtverce (zdůrazněny černou barvou). Obrázky byly modelovány v prostředí Matlab.

Uvažujme dále, že PPP jsou na všech drážkách buzeny se stejnou amplitudou. Řešením klasického Dirichletova problému a následným zanedbáním tlumení a počáteční fáze vlny lze ukázat [9], že měřená intenzita elektromagnetického pole je úměrná výrazu

$$I \sim (A_{\parallel} + A_{\perp} R) [2 + \cos(2\beta x) + \cos(2\beta y)] + 2A_{\perp} R \{ \cos[\beta(x + y)] + \cos[\beta(x - y)] \}. \quad (3.7)$$

Zde je zajímavý význam konstant $A_{\perp}$ a $A_{\parallel}$, které vystihují citlivost aparatury na jednotlivé komponenty elektrického pole. Byly modelovány interferenční obrazce PPP na čtvercových strukturách s různým zastoupením těchto konstant. V případě citlivosti hrotu pouze na komponentu rovnoběžnou s rozhraním vidíme obrazec 3.10a, který připomíná vodorovné čtverce, zatímco v případě citlivosti hrotu pouze na komponentu kolmou na rozhraní vidíme obrazec 3.10c, který připomíná diagonální čtverce. Tyto výrazy budeme pro zjednodušení dále používat. Důležité je povšimnout si, že diagonální čtverce mají větší vzdálenosti mezi tmavými body, nežli vodorovné čtverce. V případě nenulových konstant citlivosti je výsledný obrazec 3.10b lineární kombinací těchto dvou obrazců.

Ze vztahu (3.7) tedy plyne, že interference PPP na čtvercové struktuře drážek vede ke vzniku dvou druhů složitějších obrazců, přičemž viditelnost každého obrazce je závislá jak na vlnové délce osvětlení, tak na citlivosti hrotu na jednotlivé komponenty pole.

3.5. Měření plazmonických interferenčních struktur

3.5.1. Dvojice rovnoběžných drážek

Interferenční struktury byly ozářeny monochromatickým světlem z bílého laseru. Optický výkon laseru byl volen konstantních 20 mW. Světlo z laseru vykazuje vysokou koherenci, proto jej lze použít pro interferenční experimenty. Měření probíhá v transmisním režimu, kdy je vzorek osvětlen ze strany křemenného skla a snímání blízkého pole probíhá na druhé straně vzorku.

3.5. MĚŘENÍ PLAZMONICKÝCH INTERFERENCEČNÍCH STRUKTUR

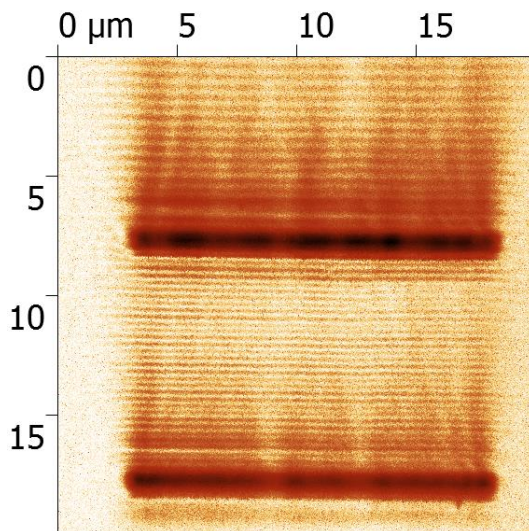
Nejprve je seřízena soustava laserového svazku a hrotu optického vlákna. K zaměření struktury se používá světlo z halogenové žárovky spolu se svítícím laserem. Vzorek je třeba zaostřit a strukturu umístit tak, aby paprsek laseru směřoval na střed struktury. Tento krok by měl trvat co nejkratší dobu, protože halogenová žárovka soustavu výrazně zahřívá a ovlivňuje rezonanční charakteristiku využitou pro zpětnou vazbu. Abychom dosáhli co nejhomogennějšího osvětlení, laser je poté mírně rozostřen. S rozostřením se ale ztrácí část výkonu, proto je třeba najít kompromis mezi homogenitou záření a jeho intenzitou. Poté je již možné sondu přiblížit k povrchu vzorku.

Přibližování sondy probíhá nejdříve manuálně sledováním světla z hrotu a jeho odrazu od vzorku. Po precizním manuálním přiblížení hrotu probíhá další přiblížení piezoposuvem se zpětnou vazbou přibližně deset minut.

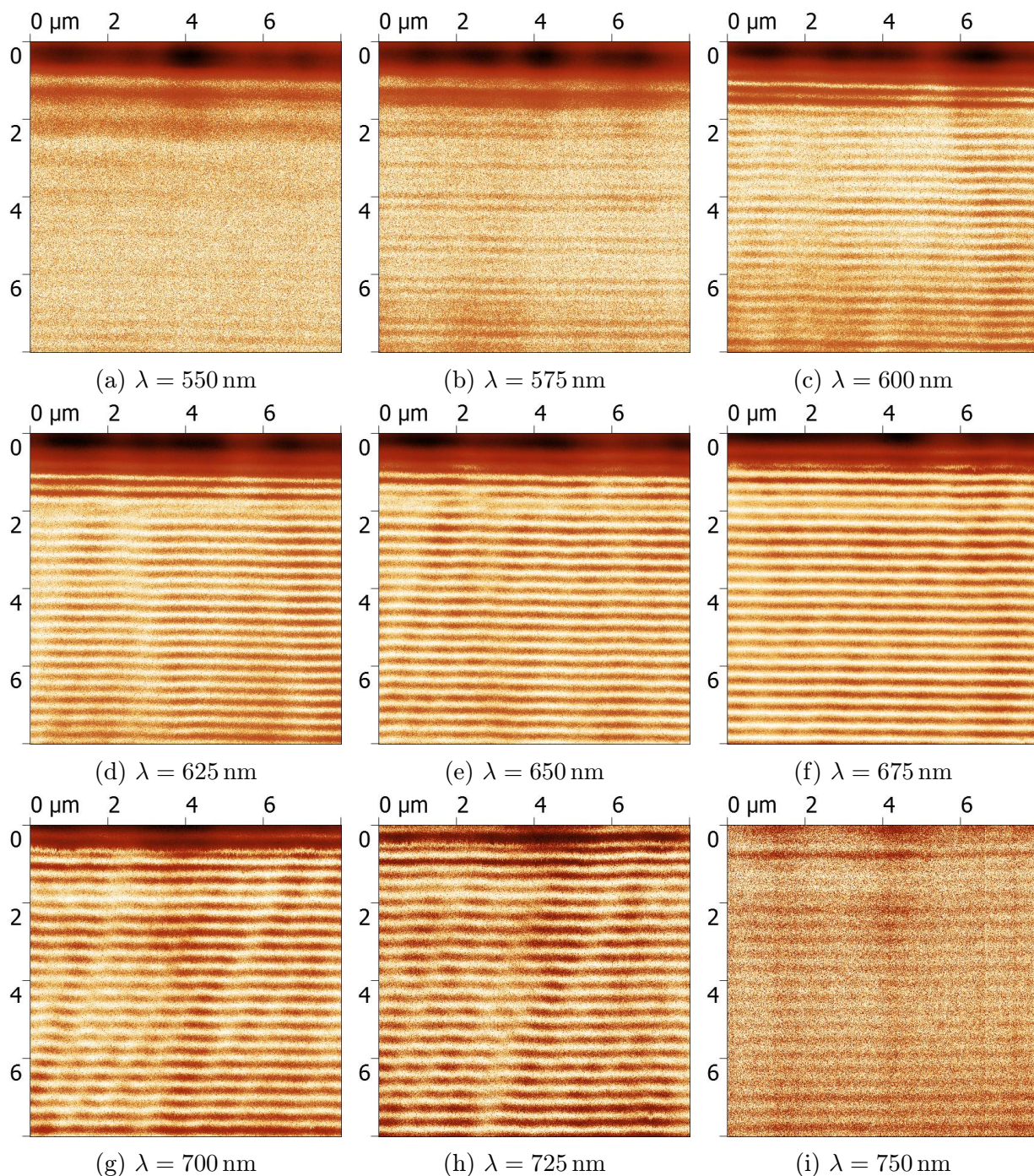
Po vytvoření přehledových snímků, aby byla struktura nalezena, byl snímán detail vnitřní části struktury pro lepší určení hodnot vlnových délek. Tentokrát bylo zvoleno vhodnější spektrum vlnových délek, 575 – 750 nm s krokem 25 nm. Snímáno bylo pole s rozměry $(8 \times 8) \mu\text{m}^2$ a rastrem (512×512) bodů. frekvence řádkování byla 0,4 řádků za sekundu, což dává výslednou dobu skenování přibližně 21 minut. PMT zesilovač byl nastaven na hodnotu 1500 V.

3.5.2. Výsledky měření dvojice rovnoběžných drážek

Obrázek 3.11 ukazuje strukturu i s pozadím. Snímek odhaluje efekt, že interferenční obrazce nad horní drážkou mají jinou vlnovou délku, nežli mezi drážkami. Tato interference ale není způsobena interferencí dvou PPP, ale interferencí PPP a prošlého záření. Pro účel změření periody modulace λ_m bylo získáno devět snímků pro různé vlnové délky osvětlení, které jsou na obrázku 3.12. Na každém snímku vidíme interferenční strukturu a okolí. Pro vlnové délky osvětlení pod 600 nm se interferenční obrazce ztrácí. To lze vysvětlit přechody elektronů v energiových hladinách ve zlatě, z něhož se sestává pokovení SNOM hrotu. Tyto přechody nastávají při nižších hodnotách vlnových délek, kde důsledkem tohoto jevu prudce klesá odrazivost zlata pod hodnotu 1. Tenkou vrstvou zlata na povrchu hrotu pak světlo prochází a nedojde k požadované interakci světla s kovem.



Obrázek 3.11: Struktura rovnoběžných drážek s okolím. Jsou patrné interferenční pruhy.



Obrázek 3.12: Snímky z SNOM mikroskopu zachycující interferenci PPP na interferenčních strukturách dvou rovnoběžných drážek pro různé vlnové délky osvětlení. Snímky prošly adaptivním mapováním barev, aby snímky získaly vysoký kontrast i dynamický rozsah.

3.5. MĚŘENÍ PLAZMONICKÝCH INTERFERENČNÍCH STRUKTUR

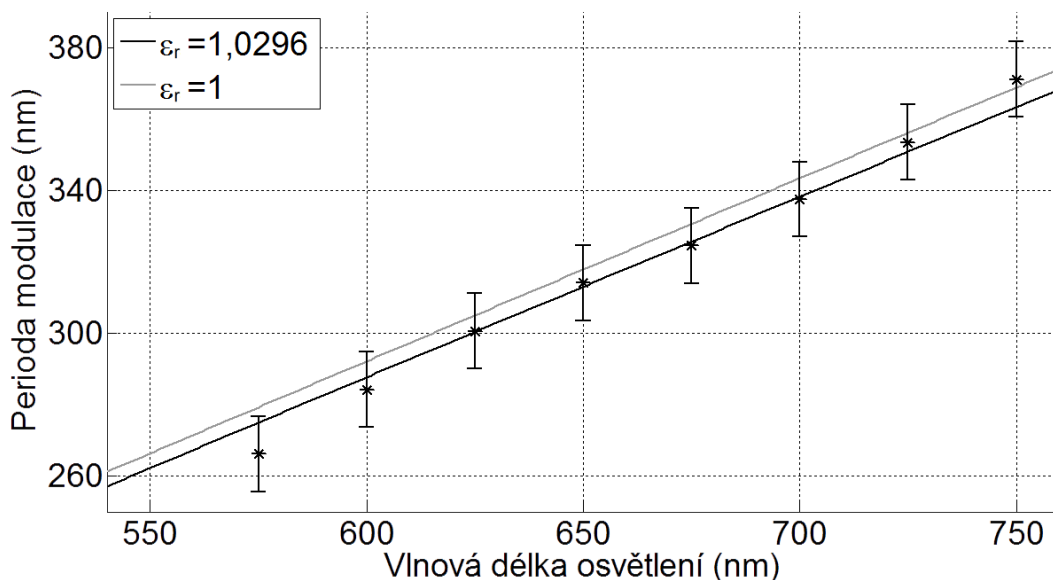
λ	λ_m
575 nm	266,2 nm
600 nm	284,2 nm
625 nm	300,6 nm
650 nm	314,1 nm
675 nm	324,5 nm
700 nm	337,5 nm
725 nm	353,5 nm
750 nm	371,1 nm

Tabulka 3.1: Naměřené periody modulační intenzity λ_m v závislosti na vlnové délce osvětlení λ .

Dále můžeme pozorovat, že v souladu s teorií se mění vzdálenost interferenčních proužků, a to ve stejném smyslu, jako se mění vlnová délka použitého záření.

Na snímky byla Ing. Matějem Týčem aplikována diskretní rychlá Fourierova transformace [27] za účelem určení vlnové délky PPP. Fourierova transformace sofistikovaně převádí amplitudová data do prostorových frekvencí, odkud lze zjistit převažující frekvence a statisticky je zpracovat.

Pro případy, kdy docházelo ke vzniku PPP a jejich interferenci (tj. pro vlnové délky osvětlení od 600 nm výš), byly spočteny jejich vlnové délky, které byly zaneseny do tabulky 3.1.



Obrázek 3.13: Grafy naměřené závislosti periody modulační intenzity na vlnové délce použitého záření. Data jsou proložena jednak teoretickou závislostí s relativní permitivitou vzduchu $\varepsilon_r = 1$ (šedá barva), ale také vypočtenou hodnotou experimentu nejlépe odpovídající hodnotou relativní permitivity $\varepsilon_r = 1,0296$.

Při proložení těchto dat teoretickou závislostí vlnové délky PPP na vlnové délce použitého záření, jak tomu je na obrázku 3.13 vidíme přibližnou shodu, průměrné hodnoty

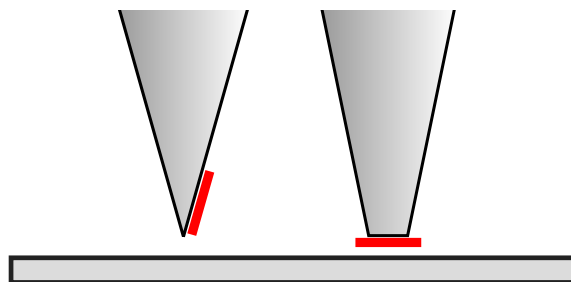
jsou ale od těch teoretických až na jednu výjimku znatelně níže. Tento jev by mohl být vysvětlen nestandardní hodnotou relativní permitivity vzduchu $\varepsilon_{r2} \neq 0$. Metodou nejmenších čtverců³ byla z naměřených hodnot vypočtena relativní permitivita prostředí, která nejlépe odpovídá experimentu. Tato hodnota je $\varepsilon_{r2} = 1,0296 \text{ Fm}^{-1}$. Ve skutečnosti je pravděpodobné, že v prostoru mezi hrotem a vzorkem se nenachází pouze běžný atmosférický vzduch. Je dokázáno [28, 29, 30], že při měření SNOM a SPM obecně dochází mezi hrotem a vzorkem ke kondenzaci vody a někdy i vzniku vodního menisku, který mnohdy významně ovlivňuje měření. Přítomnost vody⁴ v experimentu by mohla být dobrým vysvětlením posunu naměřených dat.

Výsledné interferenční obrazce jsou v souladu s výsledkem teoretického odvození. Změřená perioda modulace se od teoretického modelu mírně odlišná, nelze ale vyloučit ovlivnění experimentu přítomností kondenzované vody.

3.5.3. Čtvercová struktura

Jak bylo v odstavci 3.4.3 ukázáno, pole vytvářené interferencí na drážkách uspořádaných do čtverce má dvě komponenty, kolmou resp. rovnoběžnou k rozhraní. Amplituda komponent je proměnlivá v závislosti na vlnové délce použitého záření. Navíc je hrot na každou komponentu citlivý v jiné míře. Úkolem tohoto měření je ověřit vliv tvaru hrotu na detekci komponent.

Byla vypracována hypotéza odůvodňující citlivost na komponenty elektrických intenzit tvarem špičky hrotu. Pokud je hrot na konci spíše špičatý a tedy ve tvaru kuželu s malým vrcholovým úhlem, kovová vrstva je téměř kolmá na vzorek. Pokud je hrot na konci spíše ve tvaru válce, kovová vrstva je rovnoběžná s povrchem vzorku. Zmiňované tvary hrotů jsou schematicky znázorněny na obrázku 3.14. Elektrony jsou v této kovové vrstvě uvězněny. V kovu pak oscilují v tom rozměru, v kterém jsou omezeny v pohyblivosti, podobně jako tomu je u plasmonických nanoantén [8], a mohou tedy v tomto směru přenášet komponentu elektrické intenzity. Konkrétně špičaté hroty lépe přenášejí komponentu rovnoběžnou s povrchem a rovné hroty lépe přenášejí komponentu kolmou k povrchu.



Obrázek 3.14: Schéma dvou odlišných tvarů hrotů. Zatímco u tvaru hrotu blízkého válci je velká část kovové vrstvy rovnoběžná s povrchem (směr znázorněn červeně), hrot ve tvaru kužele má kovovou vrstvu orientovanou vůči povrchu pod úhlem blízkým 90° .

³Metoda nejmenších čtverců je matematicko-statistická metoda pro aproximaci řešení přeuročených soustav rovnic tak, aby odchylka řešení vůči jednotlivým rovnicím byla v jistém smyslu minimální [7].

⁴Relativní permitivita vody $\varepsilon_r = 80$ [4].

3.6. VÝSLEDKY EXPERIMENTU

Tato hypotéza je ve shodě s dřívějšími pozorováními, kdy bylo znatelné, že komerčně dodávané hroty, které jsou na konci spíše rovné, jsou citlivější na komponentu kolmou k prostředí [35]. Laboratorně vyrobené hroty, jejichž výrobě byl věnován odstavec 3.1, mají ve srovnání s komerčními hroty podstatně špičatější tvar. Proto bylo rozhodnuto o jejich využití v měření interference PPP na čtvercových strukturách.

Měření probíhalo na témž vzorku a aparatuře, jako v části 3.5.1, avšak na interferenční struktuře skládající se ze čtyř drážek délky $15\text{ }\mu\text{m}^2$ uspořádaných do čtverce, a to na vlnových délkách 550 - 750 nm s krokem 25 nm. Skenována byla plocha $15 \times 15\text{ }\mu\text{m}^2$ v rastru (512×512) řádkovací frekvencí 0,4 řádku za sekundu. Zesílení signálu bylo nastaveno na 1500 V.

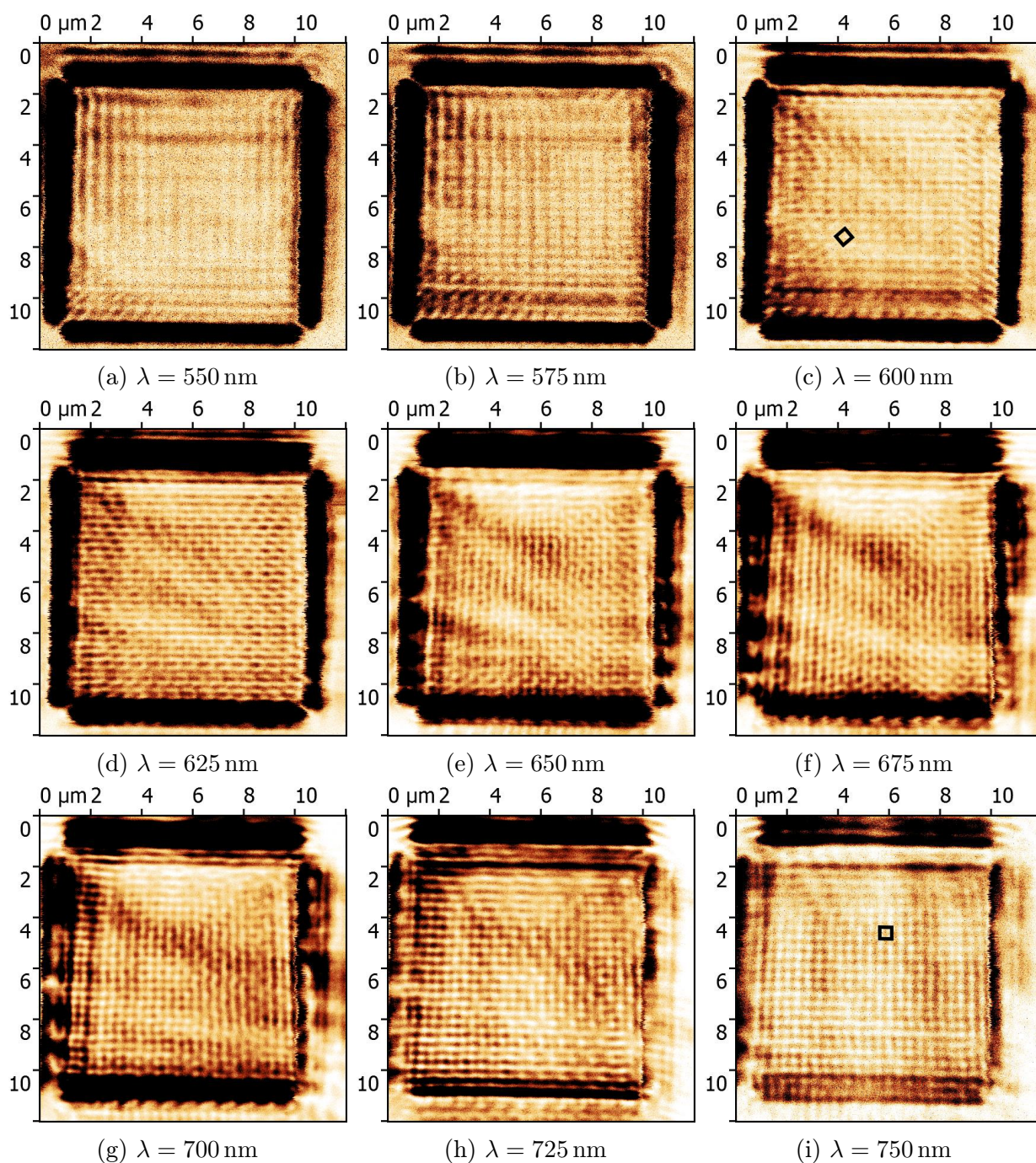
3.6. Výsledky experimentu

Na obrázku 3.15 můžeme vidět experimentálně získané snímky. Je dobře patrné různé zastoupení interferenčních obrazců. Poměr mezi zastoupením obrazců ukazuje na schopnost hrotu detekovat jednotlivé komponenty elektromagnetického pole. Tato schopnost je charakterizována konstantami $A_{\perp}$ a $A_{\parallel}$. Zatímco pro nižší vlnové délky osvětlení vidíme spíše diagonální čtverce, charakteristické pro komponentu pole kolmou k povrchu, pro vyšší vlnové délky tvoří obrazec spíše vodorovné čtverce. Ty jsou naopak charakteristické pro komponentu pole rovnoběžnou s povrchem.

Rozdíly mezi zastoupením komponent jsou překvapivé. Nyní budou diskutovány jednotlivé rysy snímků.

- Je zřejmé, že v závislosti na použitém osvětlení se výrazně mění interferenční obrazec. Zatímco na obrázku 3.15a jsou dobře zřetelné diagonální čtverce, na obrázku 3.15i je situace zcela opačná a obrazec je tvořen v podstatě pouze vodorovnými čtverci. Při srovnání s obrázkem 3.10 vyplývá, že poměr mezi konstantami citlivosti hrotu na komponenty pole $A_{\parallel}/A_{\perp}$ se musí při různém osvětlení řádově měnit. Na to, která složka je snímána s vyšší citlivostí, by mohl mít vliv tvar hrotu.
- Zdá se, že v rozích čtvercové struktury projevují diagonální čtverce více, než uprostřed struktury. To je pravděpodobně způsobeno odchylkou od teoretického modelu, která je způsobena tím, že jednotlivé drážky nejsou v rozích spojeny, viz obr. 3.8c.
- V celé ploše je patrné málo kontrastní pozadí, které je u všech snímků v podstatě stejné. To může být způsobeno odchylkami v topografii povrchu nebo tloušťce vrstvy. Nelze vyloučit ani vliv měřicí aparatury, např. hrotu, který vlivem poškození může na snímku vytvářet artefakty.

Měření interference PPP na čtvercové struktuře drážek tedy odhalilo hned několik pozoruhodných jevů. Pro vysvětlení některých z nich je žádoucí experiment opakovat při různých uspořádáních, např. zjistit vliv různých materiálů pokovení hrotu, tvaru špičky hrotu, velikosti a tvaru struktur atd.



Obrázek 3.15: Snímky z SNOM mikroskopu zachycující interferenci PPP na čtvercových interferenčních strukturách pro různé vlnové délky osvětlení.

4. Simulace interakce kmitajících dipólů se SNOM hrotem

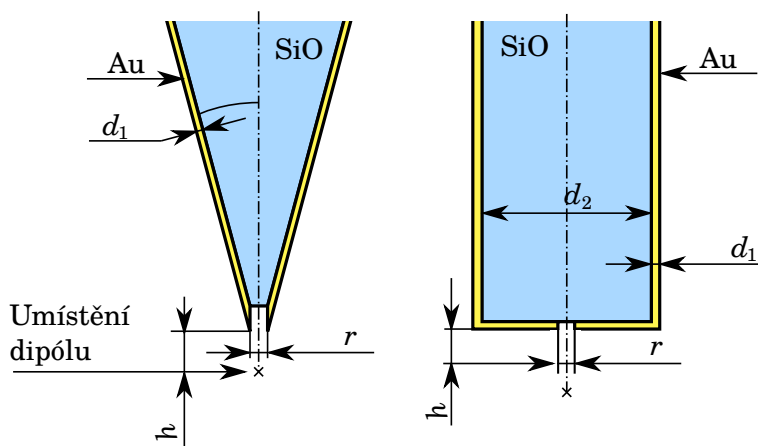
4.1. Simulace s dipólem pod úrovní hrotu

Pro odhalení souvislosti mezi tvarem hrotu a citlivostí na komponenty pole byly provedeny numerické simulace interakce dipólu s hrotem. O realizaci simulací se postaral Ing. Michal Kvapil. V simulačním prostředí Lumerical FDTD Solutions ve dvou dimenzích byly metodou FDTD¹ vymodelovány dva tvary hrotů, jeden ve tvaru kužele, druhý ve tvaru válce, jak jsou znázorněny na obrázku 4.1. Pod hrotem se nachází kmitající dipól, který vždy vyzařuje složku pole rovnoběžnou se směrem kmitání dipólu [2]. Pro válcový hrot byla testována i řada dipólů s rozestupy 100 nm do vzdálenosti 2,5 μm od osy. Tyto dipóly kmitají ve směru rovnoběžném s povrchem nebo ve směru kolmém k povrchu a mají představovat PPP vytvářející stojaté vlny na čtvercové struktuře.

Parametry, vyznačené v obrázku 4.1, byly voleny následovně:

- $r = 60 \text{ nm}$,
- $d_1 = [50; 100; 150; 200] \text{ nm}$,
- $d_2 = 5 \mu\text{m}$,
- $h = 25 \text{ nm}$.

Měřeno bylo rozložení intenzity záření v rovině, tak celkový výkon přenesený vláknem do vzdálenosti 4 μm nad dipóly. Vzhledem k tomu, že jsou problémy řešeny ve 2D, při výpočtu není zohledněna rotační symetrie celého problému, což může výsledek výrazně ovlivňovat.

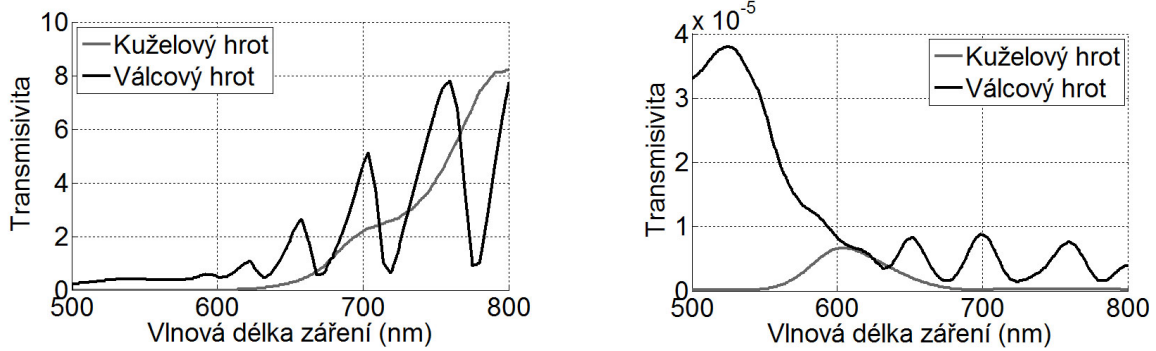


Obrázek 4.1: Modely dvou tvarů hrotů.

¹FDTD (*finite-difference time-domain*) je numerická metoda pro řešení elektrodynamických problémů.

4.2. Výsledky simulací

Překvapivým výsledkem simulací je výrazná netečnost hrotu vůči poli ve směru kolmém na rozhraní, a to jak u jediného dipólu, tak u řady dipólů. Opačně je tomu u komponenty rovnoběžné s rozhraním. Ta je dokonce výrazně zesílena oproti původnímu signálu. Transmisivita pro horizontálně resp. vertikálně kmitající dipól v závislosti na vlnové délce, na které dipól září, je vynesena v grafu 4.2.

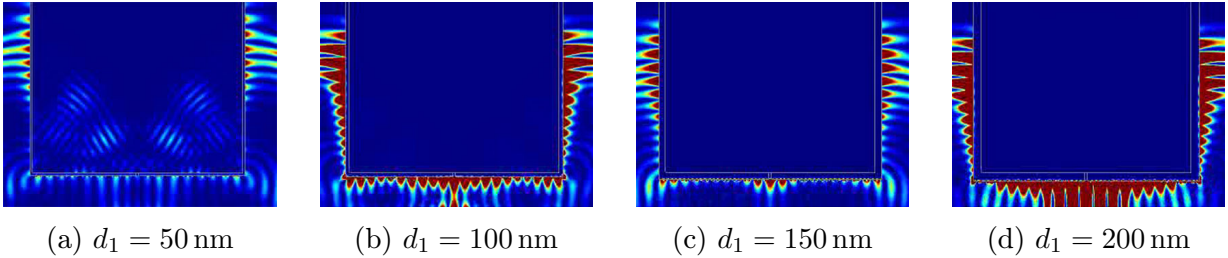


(a) Transmisivita složky rovnoběžné s povrchem.

(b) Transmisivita složky kolmé k povrchu.

Obrázek 4.2

Celkově se transmisivita složky kolmé na rozhraní pohybuje u válcového hrotu řádově v 10^{-5} , u kuželovitého hrotu dokonce v 10^{-6} . Opačně tomu je u složky rovnoběžné s rozhraním, která je na některých vlnových délkách výrazně zesílena.



Obrázek 4.3: Série snímků ze simulací interakce válcového hrotu s řadou dipólů kmitajících ve směru kolmém k rozhraní. Snímky se různí tloušťkou vrstvy zlata na povrchu hrotu.

Vliv tloušťky stěny je dobře znatelný u složky pole kolmé na rozhraní - u tloušťky 50 nm lze ještě pozorovat intenzitu uvnitř vlákna, se zvyšující se tloušťkou je již ale intenzita uvnitř zanedbatelná, což je dobře viditelné na obrázku 4.3. Dalším zajímavým výsledkem je výrazné zesílení složky rovnoběžné s rozhraním, kdy nejvyšší zesílení bylo detekováno při nejvyšší tloušťce kovové vrstvy. V tomto případě tedy neplatí Lambertův-Beerův zákon vyjadřující, že intenzita I záření klesá exponenciálně se vzdáleností ušlou materiálem

$$I \sim e^{-\alpha x}, \quad (4.1)$$

kde α je absorpční koeficient materiálu, materiálová konstanta.

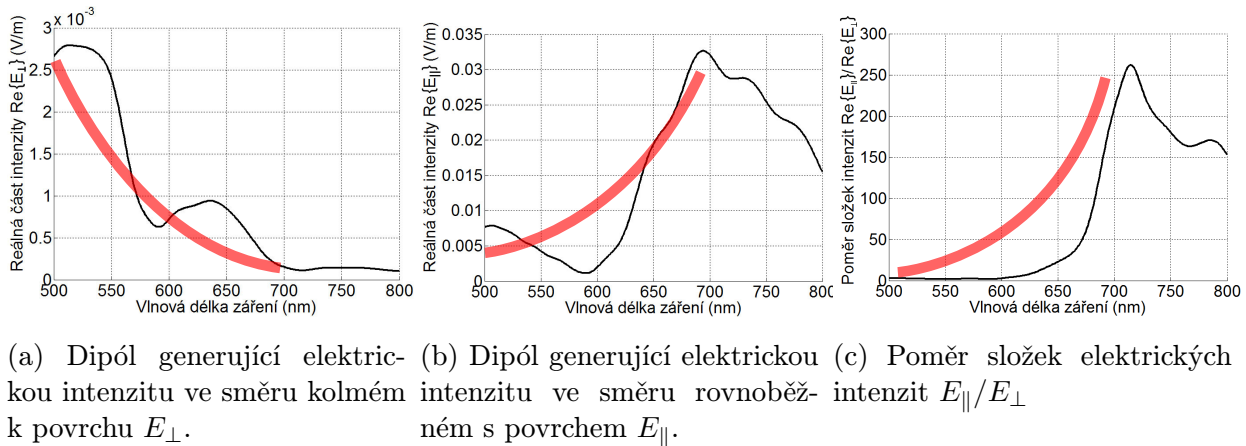
Celkově ale nelze říct, že by tyto simulace potvrdily vliv tvaru hrotu na schopnost detekce komponent elektromagnetického pole.

4.3. Simulace s dipólem uvnitř hrotu

Použití kmitajícího dipólu jako zdroje elektromagnetických vln nicméně skýtá jedno zásadní úskalí - dipól sice vytváří elektromagnetické vlny polarizované ve směru kmitání, největší intenzitu ale budí v rovině kolmé na směr kmitání. T tohoto důvodu patrně nebylo možné hrotem snímat komponentu pole kolmou k rozhraní. Pro řešení tohoto problému bylo navrženo využití tzv. principu reciprocity. Dipól by byl umístěn pro účely simulace dovnitř hrotu a snímáno by bylo záření vycházející z hrotu ven. Byla tedy provedena řada simulací na též kuželovém hrotu, kdy byly dipóly umístěny do velké vzdálenosti od konce hrotu. Tloušťka zlaté vrstvy d_1 byla zvolena 100 nm. Snímána byla reálná složka intenzity na povrchu vzorku ve vzdálenosti $1,5 \mu\text{m}$ od osy hrotu.

4.4. Výsledky simulací

Na obrázku 4.4 vidíme průběhy reálné části elektrické intenzity na povrchu vzorku v závislosti na tom, jakou vlnovou délku dipól vyzařuje. Zde nacházíme dobrou shodu s experimentem, kdy poměr složek $E_{\parallel}/E_{\perp}$ má se vzrůstající vlnovou délkou stoupat. V budoucnu budou vytvořeny simulace i pro válcový hrot, které by v případě shody s experimentem potvrdily vliv tvaru hrotu na citlivost na jednotlivé komponenty elektrické intenzity.



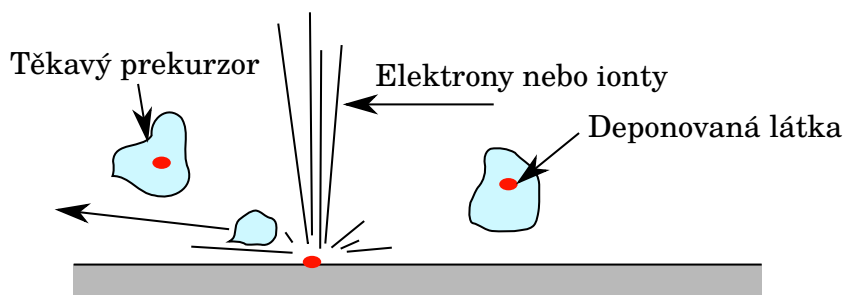
Obrázek 4.4: Závislost reálné části elektrické intenzity na povrchu vzorku na vlnové délce kmitání dipólu. Na obrázku 4.4c je poměr těchto intenzit. Červeně je orientačně znázorněn průběh, který vyplývá z experimentu.

5. Příprava struktur pomocí SNOM

Dalším cílem této práce je prozkoumat možnosti přípravy struktur s pomocí SNOM mikroskopie nebo prvků, kterých využívá. Jedná se o cíl poměrně pionýrský, neboť doposud není znám mechanismus tvorby struktur na principu techniky SNOM. V této kapitole je popisována konstrukční práce na aparatuře NanoGIS, rovněž zde nalezneme krátké shrnutí poznatků z leptání dutého optického vlákna, které v této aparatuře figuruje.

5.1. NanoGIS

GIS (*Gas Injection System*) neboli systém vstřikování plynu je zařízení, které umožňuje přivádět ke vzorku plyn, jenž se vzorkem chemicky reaguje nebo jej jinak ovlivňuje. Celý princip GIS se objevuje napříč technologickými odvětvími včetně např. dopravy [36], nejčastěji se ale objevuje v souvislosti s mikroskopií. Taková aplikace se řadí mezi CVD metody¹. Typickou aplikací je zavedení GIS do rastrovacího elektronového mikroskopu a souběžné použití fokusovaného iontového svazku. Jedním z cílů této práce je podílet se na tvorbě zařízení GIS pro mikroskop Tescan Lyra.



Obrázek 5.1: Schéma CVD metody. Do blízkosti povrchu jsou napouštěny těkavé prekurzory, které vlivem světla zanechávají na povrchu deponované částice.

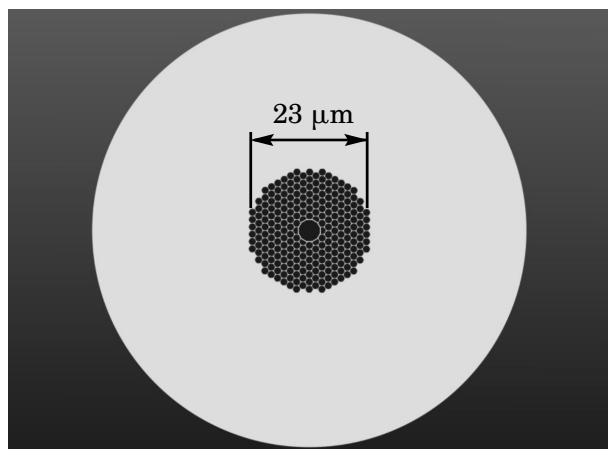
Přitom má být využito nového přístupu k celé problematice. Nynější GIS instalovaný na zařízení Tescan Lyra obsahuje 5 tenkých trubiček o vnějším průměru 0,5 mm a vnitřním průměru 0,35 mm. Těmito trubičkami jsou do těsné blízkosti vzorku napouštěny různé plyny. Při ozáření vzorku elektrony nebo ionty pak na tomto místě vzniká vrstva požadovaného materiálu.

Pro vstřikování plynů jsme použili zakoupené duté optické vlákno, schematicky znázorněné na obrázku 5.2. Jedním koncem vede vlákno do vakuové komory, kde bude připevněno k nanomanipulátoru. Do vlákna je napuštěn plyn, který proudí ke vzorku. Zároveň je do optického vlákna zavedeno světlo z laseru, které může rovněž na vzorek působit. Celý mechanismus si během vývoje vysloužil pracovní označení NanoGIS.

Aby bylo dosaženo co nejmenší světelné stopy i otvoru pro průchod plynů, je žádoucí duté vlákno upravit podobně, jako se upravují optická vlákna pro SNOM mikroskopii, tedy vyleptat do špičky a pokovit, viz odstavec 3.1. Stopa svazku na vzorku, která by měla být co nejmenší, je totiž u SNOM sondy úměrná velikosti apertury.

¹CVD (*Chemical Vapor Deposition*) neboli chemická depozice z plynné báze je chemický proces, kdy zpravidla za vysoké teploty na vzorku vzniká působením těkavých prekurzorů obsahujících částičky materiálu k deponování tenká vrstva tohoto materiálu, jak ukazuje obrázek 5.1.

5.2. LEPTÁNÍ DUTÉHO OPTICKÉHO VLÁKNA



Obrázek 5.2: Průřez dutým vláknem HC-532 od firmy NKT Photonics, které bylo použito i při finálním konstrukčním řešení. Převzato z [41].

5.2. Leptání dutého optického vlákna

Bylo vyzkoušeno leptání dutého vlákna HC-532, dodaného firmou NKT Photonics, Turnerovou metodou [37] obdobně, jako v odstavci 3.1. Zvládnutí přípravy hrotů tímto způsobem a tedy výroba otvoru s velmi malým poloměrem by umožnily vyšší přesnost depozice. Nutno podotknout, že zvládnutí tohoto kroku není pro provoz aparatury NanoGIS nutné.

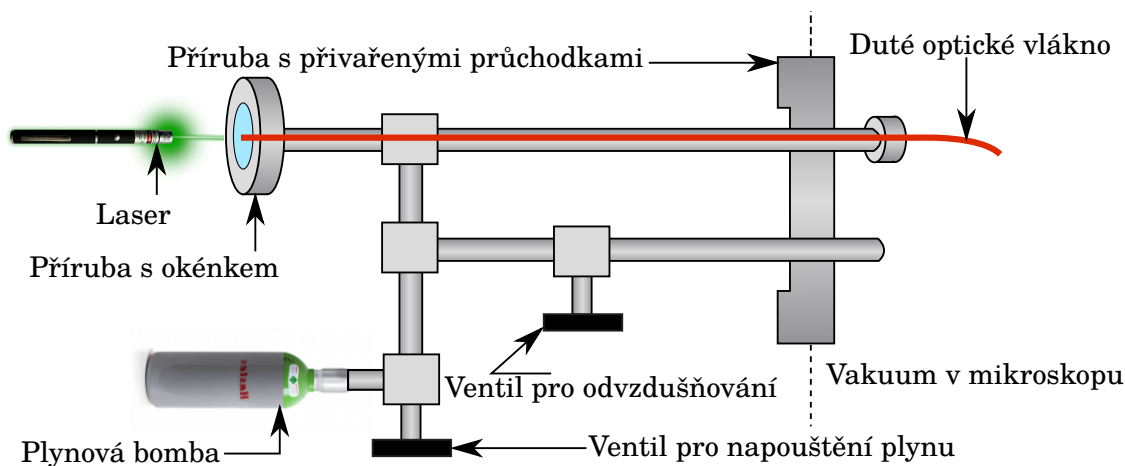
Konec dutého optického vlákna se strženým ochranným pláštěm byl pomocí leptacího zařízení ponořen do 40% roztoku kyseliny fluorovodíkové (HF). Část odizolovaného konce přitom ční nad hladinu. Doba leptání byla 80 minut. Po této době byla vlákna vyjmuta a očištěna demineralizovanou vodou. Již při vyjímání vláken bylo patrné, že vlákno není odleptané po hladinu HF, ale že končí mnohem výš. Při pozorování pod optickým mikroskopem bylo zjištěno, že HF odleptala celou odizolovanou část a dokonce i část vlákna pod izolací. Navíc i po omytí zůstávala kyselina ve vlákně, kde dále působila. Vlákno bylo leptáno znovu po dobu 60 minut, ale se stejným výsledkem.

Je tedy pravděpodobné, že kyselina stoupá kvůli kapilaritě dutinami ve vlákně, kde působí na vlákno zevnitř. Vzhledem k vysoké ceně vláken bylo prozatím od jejich leptání standardní Turnerovou metodou upuštěno. Do budoucna je v plánu při leptání zkoušet připojit na opačný konec vlákna plyn pod vyšším tlakem, který by bránil HF v stoupání vláknem.

5.3. Konstrukční řešení aparatury

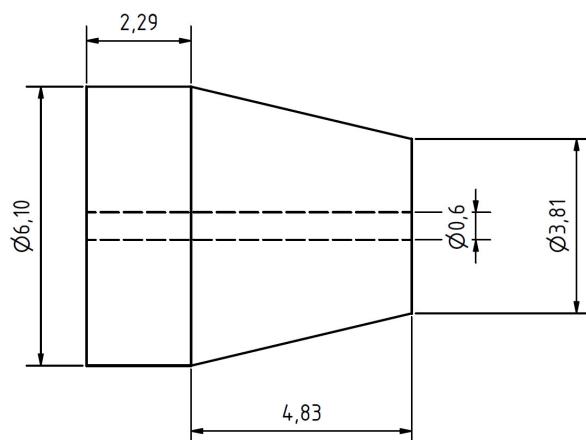
Navržené konstrukční řešení aparatury NanoGIS zahrnuje průchod dutého vlákna mezi komorami s různými tlaky. Konec vlákna bude instalován k nanomanipulátoru uvnitř zařízení Tescan Lyra. Vlákno prochází těsněním do potrubí, ze kterého je možné vyčerpávat vzduch a následně jej naplnit pracovním plynem. K tomuto potrubí jsou připevněny čidlo tlaku, bomba s plynem nebo tekutinou a jehlový ventil pro napuštění plynu pod určitým tlakem. Kromě utěsněné průchodky pro vlákno je na potrubí ještě uzavíratelný ventil sloužící pro společné odčerpávání plynu. Druhý konec vlákna je umístěn tak, aby bylo možné přes skleněnou přírubu do vlákna zamířit laser.

Konstrukční řešení je na obrázku 5.3, kdy vlákno končí ve vzduchové komoře a přes přírubu se sklem je do něj zaveden laser. Tímto koncem zároveň může proudit plyn.



Obrázek 5.3: Schéma finálního konstrukčního návrhu

Z konstrukčního hlediska bylo třeba vyřešit zejména dvě věci, a to navrhnout utěsněný průchod vlákna mezi komorami a dále navrhnout přírubu s dvěma průchodkami, přičemž jednou z nich bude vedeno duté optické vlákno. Byla provedena rešerše ohledně existujících řešení způsobu průchodu vlákna do vakua. V podstatě se nabízí řada vyzkoušených řešení jako lepení epoxy pryskyřicí [31, 32] nebo svařování. Rozzebíratelné a znovupoužitelné je použití smrštitelné trubice [33]. Patrně nejzajímavější je pak metoda, kdy vlákno prochází konektorem firmy Swagelok, standardizovaným konektorem pro použití ve vakuové technice [34]. Těsnění, standardně kovové, je zde nahrazeno teflonovým. Utažením konektoru je teflon stlačen okolo vlákna a průchod utěsňuje. Tento způsob těsnění byl přímo testován na dutých vláknech, která zde sloužila k přenosu atomů mezi vakuovými komorami. Toto řešení je snadno rozebíratelné a opakovaně použitelné. Bylo tedy navrženo a vyrobeno teflonové těsnění s rozměry shodnými se standardním těsněním použitým v konektoru Swagelok 0,32 cm. Výrobní výkres je na obrázku 5.4. Toto těsnění bylo vyrobeno ve firmě Delong Instruments společně s průchodkou a dalšími částmi potrubí.

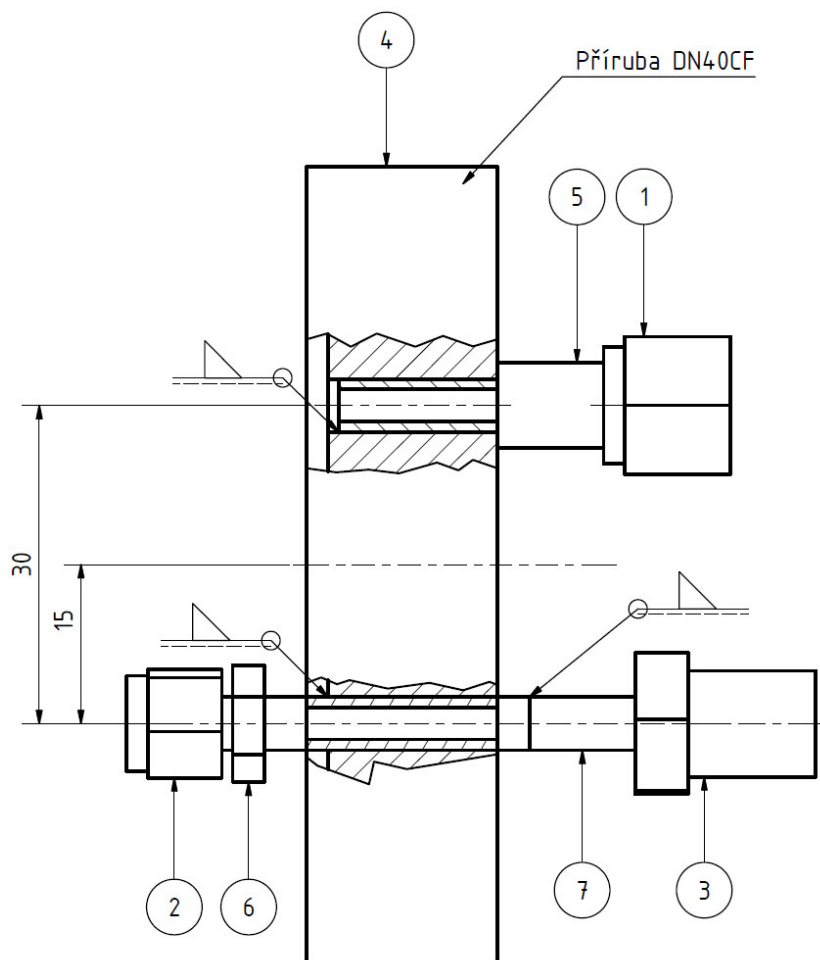


Obrázek 5.4: Výrobní výkres teflonového kroužku. Rozměry převzaty z práce [34] a přepočteny do metrického systému jednotek. Průměr otvoru pro vlákno byl přepočítán tak, aby byl zachován poměr k průměru vlákna.

V přírubě bylo třeba pro průchodky vyvrtat dvě díry, jednu sloužící pro průchod vlákna upraveným Swagelok konektorem, druhou pro zajištění odčerpání vzduchu společně se zařízením Tescan Lyra. Dále bylo třeba přivařit příslušné konektory. Vzdálenost otvorů byla

5.3. KONSTRUKČNÍ ŘEŠENÍ APARATURY

požadována 30 mm. Byl tedy vytvořen výkres sestavy příruby a konektorů s vyznačenými koutovými svary, který je zobrazen na obrázku 5.5.



Obrázek 5.5: Náčrtek svarku příruby.

Aparatura byla sestavena dle plánu. Zatím bylo testováno utěsnění vlákna na jednoduché vakuové aparatuře s měrkou tlaku, rotační vývěvou a turbomolekulární vývěvou. Dosažený mezní tlak ve vakuové komoře, když byl do potrubí s vláknem napuštěn vzduch o atmosférickém tlaku, byl 5×10^{-5} Pa. Přitom byl konec vlákna zalepen vteřinovým lepidlem. Po odstřihnutí zalepeného konce vlákna a po napuštění potrubí kyslíkem na atmosférický tlak se tlak v komoře zvedl na hodnotu 3×10^{-3} Pa a dále nestoupal. Nárůst tlaku byl způsoben proudem plynu vláknem do komory.

Dalším krokem bude lokální oxidace měděného plíšku kyslíkem přivedeného pomocí dutého vlákna. Bylo testováno zaměření světla z laseru přírubou se sklem do optického vlákna, které se jevílo být problematické, nakonec ale bylo zvládnuto bez problémů. Po úspěšném vyzkoušení na testovací aparatuře by již bylo možné přistoupit k instalaci aparatury do elektronového mikroskopu Tescan Lyra.

6. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo studovat problematiku povrchových plazmonových polaritonů (PPP) a jejich detekce pomocí skenovací mikroskopie v blízkém poli (SNOM). Přitom jsme přistoupili k výrobě vlastních, vysoce specifických skenovacích hrotů z optických vláken, což je velice komplexní procedura. Dále bylo pomocí SNOM měřeno blízké pole interference PPP na různých strukturách s důrazem na vyšetření citlivosti hrotu na jednotlivé komponenty elektromagnetického pole. Byla rozvedena myšlenka, že tvar hrotu má vliv na schopnost jednotlivé komponenty detekovat, přičemž byl tento vliv numerickou simulací ověřován. Zároveň byl popsán průběh konstrukce aparatury NanoGIS, na které jsem se podílel.

Kapitola 2 je věnována odvození PPP a nastínění možností jejich detekce pomocí SNOM. V odstavci 2.5 jsem se věnoval popisu toho, jak SNOM vlastně funguje z hlediska použitých technologií i fyzikálních principů.

Nejvíce rozvedenou kapitolou této práce je experimentální část 3. Zde jsem zevrubně popsal měření SNOM s důrazem na jeho technologické aspekty. V odstavci 3.1 byly uvedeny procedury, kterými musí optické vlákno při laboratorní výrobě projít, aby mohlo být použito jako SNOM sonda. s funkčními sondami bylo měření blízké pole interference PPP na strukturách různě uspořádaných lineárních zářezů v tenké kovové vrstvě. Při interferenci PPP na dvou lineárních drážkách v sekci 3.5.1 byla změřena závislost periody modulace interferenčního obrazce, která odpovídá teoreticky odvozené závislosti. Mírný posuv hodnot byl odůvodněn možnou kondenzací vody v prostoru mezi hrotem a vzorkem, k tomu byla ze získaných dat experimentálně stanovena hodnota relativní permitivity prostředí.

Při měření interferenčních obrazců na čtvercových strukturách drážek v sekci 3.5.3 bylo zjištěno, že laboratorně vyrobené hroty dosahují jiných výsledků nežli kupované hroty, konkrétně se liší citlivostí na jednotlivé komponenty elektromagnetického pole, které se při tomto uspořádání drážek vyskytují. Tento jev byl v práci diskutován a za nejpravděpodobnější příčinu byl označen odlišný tvar hrotu. Kapitola 4 se proto zabývá numerickým simulováním vlivu tvaru hrotu na citlivost na tyto komponenty, kde byla sledována interakce hrotu s kmitajícím dipólem. Nejdříve byly dipóly umísťovány do prostoru, kde se nachází vzorek, tyto modely však selhávaly, patrně kvůli nevhodné aproximaci PPP kmitajícími dipóly. V souladu s principem reciprocity byl dipól umístěn dovnitř hrotu, transmisivita světla hrotem směrem ven pak velmi dobře odpovídala experimentálním výsledkům. Výzvou do budoucna je rozšířit výrobu hrotů o hroty se speciálními vlastnostmi.

Poslední část této práce 5 se zabývá konstrukčními problémy při návrhu aparatury NanoGIS. Dosud byly navrženy potřebné součástky, aparatura je sestavena a prošla základním testováním. Zatím se nepodařilo se vytvářet špičaté hroty pomocí leptání kyselinou fluorovodíkovou. Zvládnutí tohoto kroku by mohlo významně posunout potenciál aparatury.

Literatura

- [1] GRIFFITHS D. J.: *Introduction to Electrodynamics*. New Jersey US: Prentice Hall, 1999.
- [2] BORN M., WOLF E.: *Principles of optics: electromagnetic theory of propagation, interference and diffraction of light*. New York US: Cambridge University Press, 1999.
- [3] DUB P., PETRÁČEK J.: *Vybrané problémy z teorie elektromagnetického pole*. [Studijní text.] Brno: VUT, FSI, 2006.
- [4] KITTEL C.: *Úvod do fyziky pevných látek*. Praha: Academia, 1985.
- [5] MAIER S. A.: *Plasmonics: Fundamentals and applications*. Bath UK: Springer, 2007.
- [6] NOVOTNY L., HECHT B.: *Principles of Nano-Optics*, Cambridge UK: Cambridge University Press, 2006.
- [7] ČERMÁK L.: *Vybrané statě z numerických metod*. [Studijní text.] Brno: VUT, FSI, 2013.
- [8] KVAPIL, M.: *Plazmonické rezonanční antény*. [Bakalářská práce.] Brno: VUT, FSI, 2008.
- [9] NEUMAN, T.: *Studium vlastností povrchových plazmonových polaritonů pomocí rastrovací optické mikroskopie v blízkém poli*. [Bakalářská práce.] Brno: VUT, FSI, 2012.
- [10] DVOŘÁK, P.: *Nanofotonika*. [Teze k disertační práci.] Brno: VUT, FSI, 2014.
- [11] HECHT B., SICK B., WILD U. P., DECKERT V., ZENOBI R., MARTIN O. J. F., POHL D. W.: *Scanning near-field optical microscopy with aperture probes: Fundamentals and applications*. J. Chem. Phys. **112**(18), str. 7761 – 7764, 2000.
- [12] GREEN M. A., PILLAI S.: *Harnessing plasmonics for solar cells*. Nature Photonics **6**, str. 130 – 132, 2012.
- [13] CUBUKCU E., KORT E. A., CROZIER K. B., CAPASSO F.: *Plasmonic laser antenna*. Appl. Phys. Lett. **89**(9), 093120, 2006.
- [14] MAXWELL J. C.: *A Dynamical Theory of the Electromagnetic Field*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London **155**, str. 459 – 512, 1865.
- [15] POYNTING J. H.: *On the Transfer of Energy in the Electromagnetic Field*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London **175**, str. 343 – 361, 1884.
- [16] DRUDE P.: *Zur Elektronentheorie der Metalle*. Annalen der Physik **306**(3), str. 566 – 613, 1900.
- [17] STRUTT J.W.: *Investigations in optics, with special reference to the spectroscope*. Philosophical magazine **8**(49), str. 261 – 274, 1879.

- [18] LOOS J.: *The Art of SPM: Scanning Probe Microscopy in Materials Science*. Advanced Materials **17**(15), str. 1821 – 1833, 2005.
- [19] BINNIG G., QUATE C. F., GERBER, C.: *Atomic Force Microscope*. Phys. Rev. Lett. **56**(9), str. 930 – 933, 1986.
- [20] OLIINYK, O., TSYGANOK B., SERDEGA B., MATIASH I.: *Application of photoelastic microscopy for researches in MEMS technology and photonics*. In: 2012 35th International Spring Seminar on Electronics Technology, str. 224 – 229, Bad Aussee: IEEE, 2012.
- [21] TAKAHASHI S., DICKSON W., POLLARD R., ZAYATS A.: *Near-field magneto-optical analysis in reflection mode SNOM*. Ultramicroscopy **100**(3-4), str. 443 – 447, 2004.
- [22] FESTY F., DEMMING A., RICHARDS D.: *Resonant excitation of tip plasmons for tip-enhanced Raman SNOM*. Ultramicroscopy **100**(3-4), str. 437 – 441, 2004.
- [23] Synge E. H.: *A suggested method for extending the microscopic resolution into the ultramicroscopic region*. Phil. Mag. **6**(35), str. 356 – 362, 1928.
- [24] ASH E. A., NICHOLS G.: *Super-resolution aperture scanning microscope*. Nature **237**, str. 510 – 512, 1972
- [25] LEWIS A., ISAACSON M., HAROOTUNIAN A., MURRAY A.: *Development of a 500 Å spatial resolution light microscope*. Ultramicroscopy **13**(3), str. 227 – 231, 1984.
- [26] POHL D. W., DENK W., LANZ M.: *Optical stethoscopy: Image recording with resolution /20*. Appl. Phys. Lett. **44**(7): str. 651 – 653, 1984.
- [27] COOLEY J. W. m TUKEY J. W.: *An algorithm for the machine calculation of complex Fourier series*. Mathematics of Computation **19**(90), str 297 – 301, 1965.
- [28] DOUAS M., SERENA P. A., MARQUÉS M. I.: *Effect of condensed water on scanning near-field optical microscope*. Phys. Scr. **2013**(T157), 014060, 2013.
- [29] SCHENK M., FÜTING M., REICHELT R.: *Direct visualization of the dynamic behavior of a water meniscus by scanning electron microscopy*. J. Appl. Phys. **84**(9), str. 4880 – 4884 (1998).
- [30] ROZHOK S., SUN P., PINER R., LIEBERMAN M., MIRKIN C. A.: *AFM Study of Water Meniscus Formation between an AFM Tip and NaCl Substrate*. J. Phys. Chem. B, **108**(23), str. 7814 – 7819, 2004.
- [31] WEISS J. D., STOEVEER J. H.: *Vacuum feedthrough for optical fiber cables*. Applied Optics, **24**(17), str. 2755 – 2756, 1985.
- [32] BOCK W. J., CHROSTOWSKI J.: *High-pressure fibre-optic leadthrough system*. Journal of Physics E: Scientific Instruments, **21**(9), str. 839, 1988.

LITERATURA

- [33] BUTTERWORTH J. S., BROME C. R., HUFFMAN P. R., MATTONI C. E. H., MCKINSEY D. N., DOYLE J. M.: *A demountable cryogenic feedthrough for plastic optical fibers*. Review of Scientific Instruments, **69**(10), str.3697 – 3698, 1998.
- [34] ABRAHAM E. R. I., CORNELL E. A.: *Teflon feedthrough for coupling optical fibers into ultrahigh vacuum systems*. Appl. Opt. **37**(10), str. 1762 – 1763, 1998.
- [35] DVOŘÁK P., NEUMAN T., BŘÍNEK L., ŠAMOŘIL T., KALOUSEK R., DUB P., VARGA P.M, ŠIKOLA T.: *Control and Near-Field Detection of Surface Plasmon Interference Patterns*. Nano Lett. **13**(6), str. 2558 – 2563, 2013.
- [36] TARR Y. J., PERR J. P.: *Compressed natural gas injection system for gaseous fueled engines*, Google Patents, US Patent 5,329,908, 1994.
- [37] TURNER D. R.: *Etch Procedure for Optical Fibers*. Google Patents, US Patent 4,469,554, 1984.
- [38] <http://www.olympusmicro.com/primer/techniques/nearfield/nearfieldintro.html> [cit. 2015-05-05].
- [39] <http://www.olympusmicro.com/primer/techniques/nearfield/nearfieldprobes.html> [cit. 2015-05-19].
- [40] http://immanuel.fme.vutbr.cz/Laboratory/wiki/index.php/File:Kaufman_foto.jpg [cit. 2015-05-19].
- [41] <http://www.nktpotonics.com/files/files/HC-532.pdf> [cit. 2015-05-20].