

Mikroskopie skenující sondou



Univerzita Palackého Olomouc

2003



Mikroskopie skenující sondou (**Scanning Probe Microscopy**) je soubor mikroskopických technik, využívajících těsného přiblížení měřicí sondy ke vzorku – pracují v oblasti blízkého pole (pro optické metody velikost oblasti je menší než příslušná vlnová délka). Tak malá vzdálenost dovoluje dosáhnout rozlišení pod tzv. **difrakční mezí**, která je srovnatelná s vlnovou délkou, ovšem za cenu získání pouze lokální informace o vzorku. Pro charakterizaci celého povrchu vzorku je nutno provádět postupná měření ve více bodech – skenování sondou nad vzorkem. Metody poskytují trojrozměrný obraz v přímém prostoru, narozdíl od třeba difrakčních technik nebo elektronové mikroskopie s vysokým rozlišením. Velká blízkost sondy a vzorku umožňuje snížení energie určené k měření a tím snížení energetického zatížení vzorku (zvláště v porovnání s elektronovou mikroskopií). Naopak, uvedená vzdálenost klade nároky na mechanickou stabilitu a řízení pohybu, protože může dojít k mechanickému poškození vzorku (i to lze využít, konkrétně k vytváření nanostruktur až na úrovni jednotlivých atomů).

Metoda umožňuje zobrazovat výřezy vzorků ve velikostech od stovek mikrometrů do jednotek nanometrů, pro nejmenší oblasti až se subatomárním rozlišením. Z principu metody vyplývá různé rozlišení v rovině skenování (povrchu vzorku) a ve směru k ní kolmém (označovaném jako osa z). První z nich je dáno především velikostí sondy a měřících rozestupů, druhé závisí na charakteru interakce a mechanické stabilitě mikroskopu. V nejlepších případech dosahují rozlišení hodnot setin až tisícín nanometrů. Většina metod však dovoluje určení parametrů pouze povrchových nebo těsně podpovrchových vrstev, neppracují v transmisním režimu.

Techniky SPM tedy vhodně překrývají rozsahy dosažitelné pomocí optické a elektronové mikroskopie, čehož je možno využít k jejich vzájemným kombinacím. Orientace polohy na vzorku se často dosahuje použitím optického systému (se zvětšením asi $100\times$), naopak mikroskop se skenující sondou je možno zabudovat do prostoru elektronového mikroskopu. Malé rozměry umožňují rovněž zabudování do různých aparatur pro vytváření a přípravu vrstev (napařování, epitaxe apod.)

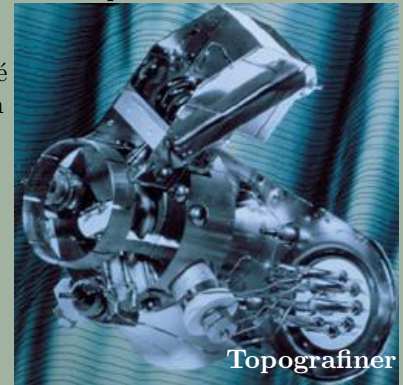
Technika SPM nemusí být pouze zobrazovací, ale lze ji použít i k modifikaci povrchů až na atomární škále. Lze provádět litografické zpracování, mechanické odstraňování, manipulace s molekulami i jednotlivými atomy. Pro vědecké studium těchto mechanismů je zvláště výhodná možnost přetvářet i zobrazovat jedním zařízením, bez nutnosti přenosu vzorku.

Různé odnože SPM našly uplatnění především ve fyzice povrchů (první významnou aplikací bylo určení způsobu rekonstrukce povrchu křemíku), ale i v biologii (studium na živých buňkách), při studiu práškových nanočástic nebo v technologii testování integrovaných obvodů. Velké naděje jsou rovněž vkládány do použití SPM v záznamové technice, která umožní několikanásobně zvětšit hustotu dat oproti současným magnetickým médiím.



Mikroskopie prošla několika různě aktivními vývojovými fázemi:

- Teoretický návrh optického zobrazení ostrým skleněným hrotem těsně nad povrchem tak, aby se světlo před průchodem vzorkem nestačilo laterálně rozšířit, čímž se odstraní závislost na vlnové délce světla, a skenování ke konstrukci obrazu (SYNGE 1928), návrh však zůstal bez povšimnutí.
- Znovuobjevení předchozího teoretického principu skenování (O'KEEFE 1956).
- Experimentální ověření rozlišení pod vlnovou mezí s mikrovlnami o $\lambda = 3$ cm, rozlišení $150 \mu\text{m}$ (ASH 1972).
- Sestrojení Topografineru (YOUNG 1972), přístroje, který pracuje v emisním režimu, mapuje topografii vodivých vzorků s rozlišením 3 nm vertikálně a 400 nm horizontálně, a nastínění možnosti využití tunelového jevu pro lepší rozlišení, ale vzniklé problémy se stabilitou se nepodařilo vyřešit.
- První úspěšná realizace tunelování BINNIGem a ROHRERem v roce 1981 v laboratořích IBM, přístroj pracuje ve vakuu, vibrace jsou tlumeny magnetickou levitací, použití zpětné vazby a piezokeramických pohybových členů
- Realizace kapacitní mikroskopie (1982) a následně rozvoj mnoha dalších odnoží (např. AFM 1986).
- První pozorování poškození vzorku vlivem interakce a následné využití k modifikaci, sestavení nápisu IBM z atomů xenonu (1989)
- Demonstrace kvantových vlastností vznikem stojatých vln v kruhové bariéře sestavené z atomů železa (1993) či kvantovým zrcadlením, řízení chemických reakcí jednotlivých molekul (2000)
- Bouřlivý rozvoj aplikací nejen v oblasti základního výzkumu, ale i aplikační části.

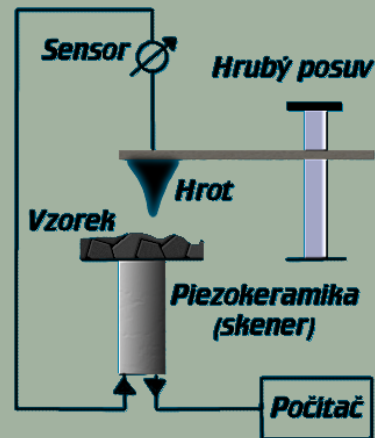


- rozlišení nezávislé na vlnové délce λ objektu zprostředkovávajícího interakci (foton, elektron), ale závisí na velikosti sondy a konkrétním vzorku
- reakce na fyzikální veličinu, která prudce závisí na vzdálenosti mezi sondou a vzorkem (atomární síly, přenos evanescentních vln), síla interakce zpravidla exponenciálně či mocninně klesá se vzdáleností
- trojrozměrný obraz v přímém prostoru
- skutečně lokální interakce
- velký rozptyl použitelných prostředí (vzduch, plyny, roztoky, magnetická pole)
- mnohdy není zapotřebí speciálních úprav povrchu vzorku, ale někdy je náročné vzorek upevnit nebo se k němu se sondou přiblížit
- možnost detekce různých vlastností povrchu (elastické, magnetické, třecí, vodivostní, rozložení povrchových nábojů)
- citlivost zpravidla jen na několik povrchových vrstev vzorku
- obtížná interpretace výsledků, nejčastěji porovnáním s výsledky dle předem navrženého modelu a jeho případná korekce
- velké množství artefaktů (zobrazení hrotu, zdvojení obrazu)
- není citlivá na chemickou podstatu vzorku
- výsledný obraz musí být sestavován počítačem, je sbírán postupně

Každý mikroskop z rodiny SPM obsahuje následující části:

- skenery – piezokeramické pohybové členy, které jednak vytvářejí měřicí rastr, jednak přibližují či oddalují sondu
- vlastní sondu – umístěnou v držáku, tvořena je zpravidla ostrým hrotem a nosnou částí, liší se dle typu mikroskopie, zprostředkovává měřicí interakci
- detektor – snímající měřenosnou veličinu (proud, posunutí), někdy je přímo sondou, někdy potřebuje ještě aktivní část (např. laser)
- obvody zpětné vazby (zpravidla PID), řídicí elektroniky, záznamu a vizualizace dat, napájecí zdroje
- stolek pro upevnění a manipulaci se vzorkem (realizace hrubého posuvu)
- optický systém pro orientaci na vzorku
- pomocné části (tlumení vibrací, vakuové vývěvy, generátory mag. pole, kryostaty apod.)

Poznámka: V uvedeném schématu vykonává veškeré pohyby skener se vzorkem. V praxi však často bývá pohyblivá i sonda, a to buď ve všech směrech (vzorek je pak během měření nehybný), nebo jen v ose z. Možnost nezávislého pohybu sondy od vzorku je důležitá především pro modulační měření.



Sestava mikroskopu

Sonda (hrot) interakcí se vzorkem mění svůj stav, který je snímán senzorem a přes obvod zpětné vazby je ovlivňováno prodloužení piezokeramiky. Změna délky je přenášena (zpravidla pomocí změny napětí na piezokeramice) do počítače, který sestavuje obraz.

(Na obrázku není znázorněno řízení obvodů počítačem ani blok zpětné vazby. Sonda není zobrazena v měřítku.)



První úspěšnou realizací SPM byla mikroskopie tunelovacího proudu (**S**canning **T**unneling **M**icroscopy – STM) v roce 1981. Její autoři o pět let později obdrželi Nobelovu cenu. Mikroskopie je založena na monitorování proudu, který protéká mezi vodivým hrotem a **vodivým** vzorkem, aniž by byly v přímém mechanickém styku. Mezi oběma kovy se vytváří energetická bariéra (energie elektronů v kovu jsou vždy nižší než ve vakuu a jsou charakterizovány Fermiho energií E_F), kterou elektrony dle klasické teorie nemohou proniknout. Z hlediska kvantové interpretace však pravděpodobnost průchodu není nulová, ale znatelných hodnot nabývá teprve pro velmi úzké bariéry. Uvedenou pravděpodobnost T lze aproximovat vztahem

$$T \sim \exp \left[-\frac{2}{\hbar} \int_0^t \sqrt{2m [E - V(x)]} dx \right],$$

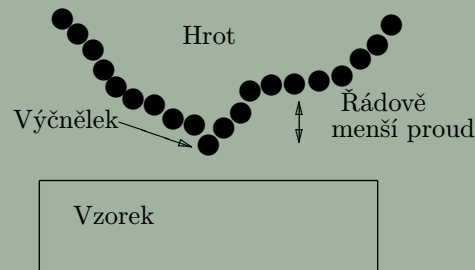
v němž m je hmotnost elektronu, E jeho energie, $V(x)$ průběh bariéry, \hbar Diracova konstanta a t je šířka bariéry. Integrál (vyjma konstant) v rovnici lze přibližně nahradit součinem efektivní výšky a šířky bariéry. Exponenciální závislost nabízí možnost vysokého rozlišení šířky bariéry a tedy vzdálenosti mezi sondou a vzorkem. Vzhledem k velikosti konstant změna o 0,1 nm (pro bariéru 4 eV s tloušťkou 0,5 nm) vyvolá řádový pokles pravděpodobnosti tunelování. Budeme-li schopni mapovat pravděpodobnost v různých místech, můžeme měřit topografii povrchu vzorku. Protože pravděpodobnost průchodu bariérou udává i pravděpodobnost přenosu náboje, souvisí s proudem, který soustavou prochází. Možnost praktického využití závisí nyní pouze na schopnosti měřit protékající proud, který má velikost nanoampéry a méně. Takové hodnoty jsme však schopni změřit relativně přesně – tunelování lze využít k mikroskopii. Vertikální rozlišení STM je určeno převážně mechanickou stabilitou šířky tunelovací mezery, protože změny v topografii menší než nestability jsou účinně potlačeny. Rozlišení bývá až 1 pm.

Velikost a typ interakce působící mezi hrotem a vzorkem závisí na jejich vzájemné vzdálenosti d . Přibližně můžeme interakci rozdělit do čtyř oblastí:

$d > 10$ nm	zanedbatelný vliv, jen při silném poli dochází k autoemisi, při popisu lze systém uvažovat jako dvě nezávislé elektrody
$1 < d < 10$ nm	velmi slabé van der Waalsovy síly, při nízkých napětích (do 5 V) netuneluje
$0,3 < d < 1$ nm	výměna procházejících elektronů vede ke vzniku přitažlivosti (počátek chem. vazby), pod napětím tuneluje — vlastní režim STM
$d < 0,3$ nm	převládá odpudivá interakce (plynoucí z Pauliho principu), dochází ke kontaktu, proud je určen vodivostí materiálů

Poznámka: Již zmíněný součin efektivní výšky a šířky bariéry naznačuje, že tunelování je možno dosáhnout i snížením výšky bariéry. To lze realizovat aplikací elektrického pole, které vytvoří bariéru přibližně trojúhelníkového tvaru. Uvedená možnost je základem autoemisního iontového mikroskopu.

Exponenciální závislost proudu má velký vliv i na rozlišení v rovině skenování. Pro dosažení vysokého rozlišení v subnanometrových rozměrech je totiž zapotřebí mít co nejostřejší hrot (malý poloměr křivosti), nejlépe jen jeden vrcholový atom na špičce kužele, aby nedocházelo k superpozici jednotlivých interakcí. Takový hrot je však obtížné vyrobit, ale díky uvedené závislosti to ani není nutné, postačuje hrot s makroskopickým zaoblením, je-li jeden atom vyčnívající. Přes něj pak teče téměř veškerý proud a efektivní poloměr křivosti odpovídá velikosti atomu. Takový výčnělek vznikne na hrotu téměř vždy a je snadněji vyrobitelný než vrchol kužele.



Pro atomární rozměry neexistuje nějaký základní limit rozlišení jako ve vlnové optice a lze se setkat s definicemi rozlišení založenými na velikosti „elektronového vlákna“ mezi hrotem a vzorkem (analogicky elektronové mikroskopii, je vhodné teoreticky, lze-li určit profil proudové hustoty), na zvlněnosti ploch konstantního proudu (pro periodické struktury, je-li zvlnění menší než šum v tunelování, bylo dosaženo limitního rozlišení), na velikosti nejmenšího rozlišitelného detailu nalezeného v obraze nebo na vlnových základech (je-li hrot při dopadu rovinné vlny na středovaný povrch vzorku schopen detekovat přímou vlnu s vlnovým vektorem $K = 0$, ale není téhož schopen pro vlnu prvního řádu, nelze rozlišit odpovídající periodicitu, převrácená hodnota největšího vzorkovatelného vlnového vektoru je rozlišením).

Pro parabolicky tvarovaný hrot s poloměrem R lze rozlišení dle prvního způsobu odhadovat následující úvahou: Je-li vrchol paraboly ve vzdálenosti d nad rovinným povrchem, je jeho atom v laterální poloze x od osy paraboly ve výšce $d + \frac{x^2}{2R}$ a po dosazení do vztahu pro pravděpodobnost tunelování dostaneme gaussovský profil proudu

$$I(x) \sim \exp\left[-\frac{\kappa x^2}{R}\right],$$

kde κ je konstanta. Rozlišení lze uvažovat jako střední kvadratickou hodnotu, tedy

$$\text{rozlišení} = 0,7\sqrt{\frac{R}{\kappa}}.$$

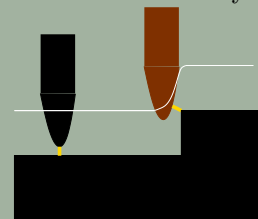
Dosahovaná laterální rozlišení na atomárně hladkých površích bývají $\sim 0,01$ nm.



Rozlišení samozřejmě závisí i na velikosti skenovacího kroku, což je omezující parametr především v oblasti mikrometrových rozměrů. Velikost kroku nepřímo závisí na počtu měřicích bodů, který ovlivňuje dobu měření jednoho obrazu. Volba správného kroku je tedy kompromisem mezi maximálním rozlišením a délkou interakce, což má význam především při studiu dynamických jevů. Kvůli velké blízkosti sondy je rozlišení v mikrometrových rozsazích ovlivňováno také makroskopickým tvarem hrotu, protože jednak všechny polohy sondy nenulové šířky nejsou fyzikálně možné (například není vůbec možné sledovat póry a hluboké zářezy), jednak se mění poloha bodu nejmenší vzdálenosti od vzorku a rozchází se s polohou středu hrotu (podle kterého obraz sestavujeme), ale v této oblasti je zpravidla možno určit tvar hrotu dostatečně přesně a pokusit se o korekci obrazu. Matematicky se uvedené zkreslení považuje za konvoluci tvaru hrotu a vzorku, inverzní dekonvolucí lze obraz v některých částech vylepšit. Rozlišení SPM je tedy nutno určovat vždy pro daný typ vzorku a detailu, často se bere přímo jako nejmenší detail rozlišitelný v získaném obraze.

Rozlišení je dále ovlivňováno konstrukčními parametry přístroje a prostředím. Jedná se především o přenos vibrací (velká citlivost je zvláště ve vertikálním směru, což je největší složka vibrace budov), tepelné drifty a proudy v okolí, ale také o stabilitu piezokeramiky.

V obecnějším smyslu je třeba v rozlišení vidět také závislost na chemické podstatě vzorku. Jak je známo ze simulací „elementárního STM“ pomocí dvou atomů na rovinných površích, získaný obraz závisí na druhu atomu. Rozdíly mohou být jak ve velikosti, tak i polaritě topografického signálu. Dále v textu bude ukázáno, že na některé povrchy (významné především pro adsorbáty) STM vůbec nereguje, což lze chápat jako nulové rozlišení.



Změna polohy bodu nejbližšího přiblížení vlivem nenulové šířky hrotu, je vyznačena oblastí tunelování (žlutá). U černého hrotu se polohy kryjí a obraz nebude narušen, u hnědého jsou různé a dojde ke zkreslení (průběh změřené „topografie“ nazačen bíle).

Předchozí výklad byl pouze ilustrací principu STM. V prostoru vakua dochází sice po přiblížení k vytvoření energetické bariéry a překryvu vlnových funkcí atomů vzorku a hrotu, ale pro stejné materiály je bariéra symetrická a oběma směry teče stejně velký proud a výsledný proud má nulovou střední hodnotu. Teprve po přiložení napětí V dojde k narušení symetrie a nenulovému proudu. Bude-li napětí malé, lze předpokládat příspěvek pouze jediné energetické hladiny a proud bude násobkem pravděpodobnosti tunelování.

Uvedený vztah pro pravděpodobnost T platí pro průchod částice, která je na obou stranách bariéry vlná, což rozhodně nepopisuje elektron v hrotu či vzorku. Z toho plyne také problém nulového kontrastu na rovinném povrchu, což neodpovídá experimentům. Uvedené vztahy totiž nyní závisí na Fermiho energii, která je v celém kovu stejná (v rovnovážném stavu, což není přesně náš případ, protože systémem teče proud), ale proud je rovněž ovlivňován překryvem vlnových funkcí, který se může měnit od atomu k atomu. Dílčím zobecněním je pozměnění celkové pravděpodobnosti tunelování P . Ta totiž závisí nejen na pravděpodobnosti tunelování skrze bariéry, ale také na obsazení příslušných energetických hladin na obou stranách (elektron tuneluje bez ztráty energie, a to jen tehdy, je-li na jedné straně hladina obsazena a na druhé je prázdná). Je zřejmé, že tímto způsobem pravděpodobnost závisí na hustotě energetických stavů, tedy dostane-li se na úroveň Fermiho energie hrotu maximum v hustotě stavů vzorku (změnou velikosti přiloženého napětí), dojde k nárůstu tunelového proudu. Příspěvek různých stavů však není stejný, protože vyšší stavy překonávají nižší bariéru a tunelují tedy s větší pravděpodobností.

Uvažujme tok elektronů, který dopadá ve směru osy z kolmo na bariéru a protuneluje se skrze ní. Počet takových elektronů je $N_t = \frac{1}{m} \int_0^{E_M} n(v_z) T(E_z) dE_z$, kde E_M je maximální energie, E_z složka energie v ose z a $n(v_z) dv_z$ je hustota elektronů s $v_z \in \langle v_z, v_z + dv_z \rangle$. Budeme-li předpokládat, že elektrony mají Fermiho distribuci (odpovídá modelu volných elektronů) a zajímat se pouze o závislost v ose z , dostaneme $n(v_z) = \frac{m^3}{4\pi^3\hbar^3} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(E) dv_x dv_y$. Dosazením do vztahu pro počet elektronů, vyjádřením analogického počtu pro opačně tunelující elektrony, vynásobením nábojem elektronu a vzájemným odečtením pak dostaneme vzorec pro výslednou hustotu proudu

$$J = \frac{m^2}{4\pi^3\hbar^3} \int_0^{E_M} T(E_z) dE_z \times \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} [f(E) - f(E + eV)] dv_x dv_y.$$

Z této rovnice plyne pro pravoúhlou bariéru a malé napětí ohmické chování tunelovacího přechodu. Pro větší napětí už se projevují nelinearity ($\sim V^2$), které dále zvyšuje efekt zrcadlového náboje.

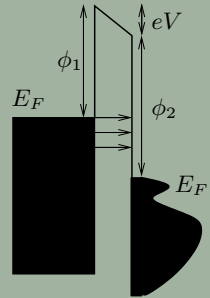


Schéma struktury hrotu a vzorku, V je přiložené napětí, $\phi_{1,2}$ jsou výstupní práce.



Předchozí model tunelování je sice názorný, ale lze jej použít jen (pro některé případy) u kovů. Nezahrnuje totiž závislost hustoty hladin na energii, což je obvyklé např. u polovodičů. Pro ně je nutno navrhnout model obecnější.

Běžnou metodou vyšetřování v kvantové mechanice je použití poruchové teorie. O podobnou analýzu se můžeme pokusit i v STM, ale aplikace zde není přímočará. Problémem je silná interakce mezi hrotem a vzorkem, která zabraňuje separaci hamiltoniánu systému. Proto se volí poněkud pozměněná metoda, která nesestavuje vlnovou funkci systému z řešení neporušeného systému, ale odvozuje je z neporušených podsystémů. Konkrétně se uvažuje vlastní funkce ψ_t , popisující hrot (tip), která je řešením Schrödingerovy rovnice v objemu hrotu, ale mimo něj (podél osy z) exponenciálně klesá s koeficientem $\kappa = \sqrt{2m(E - V_0)}/\hbar$. Obdobně se uvažuje vlnová funkce ψ_s popisující vzorek (sample). Aplikujeme-li nyní standardní poruchový počet (hamiltonián systému obsahuje části popisující vzorek, hrot a člen popisující časově závislou interakci \hat{H}_i , výslednou funkci hledáme ve tvaru lineární superpozice $\psi_{t,s}$ s časově proměnlivými amplitudami) a Fermiho zlaté pravidlo pro pravděpodobnost přechodu, obdržíme pro rychlost přechodu za jednotku času

$$w_{ts} = \frac{2\pi}{\hbar} \|M_{ts}\|^2 \delta(E_t - E_s),$$

kde $\delta(\cdot)$ je Diracova funkce a M_{ts} je poruchový maticový element $\langle \psi_t | \hat{H}_i | \psi_s \rangle$, který lze psát ve tvaru

$$M_{ts} = \frac{-\hbar^2}{2m_e} \int_S (\psi_s^* \nabla \psi_t - \psi_t \nabla \psi_s^*) d\vec{S},$$

v němž se integruje přes libovolnou plochu v oblasti vakua mezi hrotem a vzorkem. Procházející proud kvůli němu není přímo úměrný hustotě stavů. Pro jeho celkovou hodnotu je totiž ještě nutno provést váženou sumaci přes všechny počáteční i konečné vlastní stavy, které však mají M_{ts} různé,

$$I = \frac{4\pi e}{\hbar} \sum_{t,s} [f(E_t) - f(E_s - eV)] n_t(E_t) n_s(E_s + eV) \|M_{ts}\|^2 \delta(E_t - E_s),$$

ve kterém už vystupují i hustoty stavů n . Uvedený vztah má především teoretický význam, protože vlnové funkce přesně neznáme a musíme používat pouze modely.



Prvním užitým modelem je TERSOFF–HAMANNův, který vlnovou funkci hrotu nahrazuje s –funkcí (směrově nezávislou), což je vhodná aproximace kovových hrotů s malými poloměry. Pro vodivost tunelovacího přechodu pak obdržíme úměru

$$\sigma \approx e^{2\kappa R} \sum_s \|\psi_s(\vec{r}_0)\|^2 \delta(E_s - E_F), \quad (\clubsuit)$$

kde \vec{r}_0 je poloha středu křivosti hrotu a R je poloměr křivosti hrotu. Vodivost je tedy úměrná **celkové elektronové hustotě pro energii** E_F v bodě \vec{r}_0 mimo vzorek a opět dostáváme ohmické chování pro malá napětí. Uvedený výsledek platí přesně pro malé přiložené napětí, ale často se jeho platnost předpokládá i pro větší napětí V . Budeme-li uvažovat exponenciální pokles vlnové funkce ve vakuu $\|\psi_s(\vec{r}_0)\|^2 \sim e^{-2\kappa(R+d)}$ (d je vzdálenost hrot–vzorek), pak obdržíme jednoduše očekávaný exponenciální pokles $\sigma \propto e^{-2\kappa d}$.

Poslední model však stále vykazuje podstatné odlišnosti od některých experimentálních výsledků – někdy nesouhlasí teoretické rozložení hustoty v okolí E_F , někdy se objevuje mnohem pomalejší exponenciální pokles. Model je zcela neschopen vysvětlit často pozorovanou inverzi obrazu s růstem d . Proto byl model postupně vylepšován (a komplikován) zahrnováním ostatních stavů, např. u přechodových kovů v elektronové hustotě převládají stavy symetrie d . Ukazuje se, že zahrnutí dalších stavů zvyšuje výsledný kontrast obrazu a je důležité také z praktického hlediska, protože materiály nejčastěji používaných hrotů tyto stavy obsahují (např. wolfram).

Uvedené teorie jsou stále velmi jednoduché na vystižení celého tunelování. Díky Diracově funkci nejsou zahrnuty žádné neelastické procesy (rozptyl elektronů na excitacích akustických či elektronových – přechod může působit jako přijímací i vysílací anténa), silné elektrické pole způsobuje povytahování atomů z původních poloh a změny elektronové hustoty (v extrémních případech může dojít i k přenosu atomu – lze realizovat jednoatomový bistabilní obvod), dalekodosahové síly pak způsobují přitahování hrotu a vzorku, což způsobí neregistrovanou změnu šířky bariéry (a mimo jiné založí metodu AFM).



Vlastní měření probíhá tak, že se nejprve provede hrubý posuv vzorku ke hrotu (ve směru z), tento může být čistě mechanický. Poté dojde k přiložení napětí mezi hrot a vzorek, aby mohl procházet proud a nyní se jemným posuvem (pomocí piezokeramiky) přiblíží vzorek ke hrotu tak, aby procházející proud nabyl měřitelných hodnot (velikost mezery bývá < 1 nm, proud řádově nA, napětí mV až V). Získání obrazu (skenování) se provádí skokovým posuvem ve dvou rozměrech (x, y) po příslušné matici měřicích bodů, zpravidla se pohybuje po řádcích a v jednom směru. Výstupem měření je matice a_{ij} , jejíž indexy označují polohu bodu a příslušná hodnota velikost měronosného signálu. Z této matice se pak sestavuje obraz.

Podle způsobu sběru dat a interpretace matice a_{ij} může pracovat ve dvou režimech:

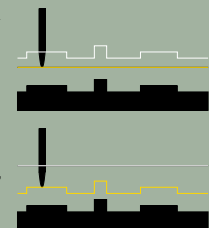
1) v režimu **konstantní výšky**, ve kterém je po dosažení tunelování svislá poloha hrotu fixována a během skenování se měří velikost tunelovacího proudu, který tvoří matici a_{ij} . Přesnost je zde určena jednak stabilitou fixované polohy, jednak dynamickým rozsahem snímače proudu. Při relativně malých změnách se totiž proud mění v rozmezí několika řádů, což klade velké nároky na stejnosměrný vstup měřicího obvodu.

2) v režimu **konstantního proudu**, ve kterém se hrot přibližuje ke vzorku tak dlouho, až tunelovací proud dosáhne přednastavené hodnoty. Pak se během skenování vyrovnávají jeho změny pomocí zpětné vazby a z -piezokeramiky tak, aby byl stále konstantní. Matice a_{ij} je tvořena nejčastěji kompenzačním napětím, které se na piezokeramiku přivádí. V této variantě je přesnost určena především nastavením zpětné vazby.

Každá z variant má své výhody i nevýhody. Použití zpětné vazby vnáší možnost jejího nepřesného nastavení a měření zpomaluje, neboť je nutno realizovat mechanický pohyb. Naopak ale zvyšuje použitelný dynamický rozsah a snižuje nároky na konstrukci snímače proudu (ale zase přidává složitý obvod zpětné vazby).

Je vhodnější pro měření topografie, protože stačí znát piezoelektrickou konstantu skeneru oproti druhému režimu, v němž musíme znát výšku bariéry. Další rozdíly lze nalézt v chování v oblastech nevodivých nečistot na povrchu. Při použití zpětné vazby hrozí zarytí hrotu do vzorku, neboť se zpětná vazba bude snažit dosáhnout nastavené hodnoty proudu, která ovšem nad izolantem není dosažitelná. Při konstantní výšce jsou zase nebezpečné vysoké výčnělky (i vodivé), protože sonda na ně výškově nikterak nereaguje a může dojít k poškození vzorku či sondy.

Vliv vzorku Kvalita a způsob zobrazení závisí výrazně na vodivých vlastnostech vzorku. Pro kovové povrchy je zpravidla dosahováno dobré rozlišení, ale kovy vykazují jen malé zvlnění, zvláště vzácné a přechodné kovy (stavy s, d orbitály nezasahují příliš do prostoru). U **polovodičů** je situace jiná, zde bývá velké zvlnění, vykazují silnou závislost hustoty stavů na energii, která se navíc nespojitě mění na hranách pásů. Existenci zakázaného pásu je také omezeno nejmenší smysluplné napětí, při kterém se dá měřit. Pro napětí $V < 0$ proud tuneluje z valenčního pásu, pro kladná **do** vodivostního pásu. Interpretaci obrazu znesnadňují velké napěťové úbytky způsobené ohybem pásů, protože není známo, jak velké je skutečné tunelovací napětí.



Žlutá barva označuje polohu hrotu, bílá úroveň proudu.



Interpretace STM jako topografie vzorku se ukázala být nevhodná, protože závisí na hustotě energetických povrchových stavů. Na druhou stranu tato závislost umožňuje využít tunelování jako spektroskopický nástroj s vysokým prostorovým rozlišením – skenovací tunelovou spektroskopií (**S**canning **T**unneling **S**pectroscopy), který značně rozšiřuje možnosti předchozích metod (MIM*).

Při spektroskopických měřeních se volba hladin provádí pomocí přiloženého napětí V , které vybírá okno v intervalu $\langle E_F, E_F + eV \rangle$. Vstoupí-li do okna nová energetická hladina, projeví se to vznikem skoku nebo maxima, dle režimu měření. Matematický popis je založen na přibližném vztahu pro tunelový proud (aproximace středního napětí, založená na zobecnění vztahu (♣))

$$I(\vec{r}_0, V) \sim \int_{E_F}^{E_F + eV} n_t(E + eV) n_s(\vec{r}_0, E) T(\vec{r}_0, E, eV) dE,$$

v němž $n_{t,s}$ značí hustoty stavů v hrotu a vzorku a T je pravděpodobnost tunelování skrz bariéru. Přímá derivace podle V nemá jednoduchou interpretaci, pouze se dá říci, že určitý rys v hustotě stavů se projeví jako rys v derivaci, ale ani to není obecné, protože se projevuje vliv tunelovací pravděpodobnosti.

Nemá-li hrot složitou strukturu, lze normalizovat derivaci a položením $\frac{I}{V} = T$ získat vztah

$$\frac{\frac{dI}{dV}}{\frac{I}{V}} = \frac{d(\ln I)}{d(\ln V)} \sim n_s(\vec{r}_0, E).$$

Lze tedy v prvním přiblížení očekávat, že logaritmická derivace proudu dle napětí bude odpovídat hustotě povrchových stavů vzorku v místě hrotu (logaritmus ruší exponenciální závislost T), ale mnohem realističtější je předpoklad, že uvedená derivace odpovídá sdružené hustotě stavů hrotu a vzorku. Problémem uvedené normalizace je divergence na hranách pásů, kde obě veličiny klesají k nule, ale různě rychle. Pro malá napětí normalizovaná vodivost nenese žádnou informaci, protože se dá očekávat ohmické chování, při němž je statická i diferenciální vodivost shodná, takže normalizace je identicky jednotková (pro malá napětí už není adekvátní aproximace T exponenciálou).

*Tato technika spektroskopie využívá tunelování na struktuře kov – izolátor – kov (**M**etal – **I**nsulator – **M**etal), která je tvořena dvěma elektrodami a tenkou nevodivou vrstvičkou. Takové uspořádání nedovoluje prostorové rozlišení, trpí nehomogenitou tloušťky vrstvy, možností jejího průrazu a také ovlivněním povrchu nanesením vrstvy.



Závislost proudu Pro malá napětí (< 1 V) je závislost $I-V$ téměř lineární, pro větší začíná být exponenciální. Zároveň je silná exponenciální závislost na vzdálenosti, pro vzdálenosti nad přibližně 0,7 nm neteče téměř žádný proud, z čehož plyne, že pro pevnou vzdálenost lze při spektroskopii obdržet jen omezený dynamický rozsah (zesilovač je lineární zařízení). Chceme-li zvýšit rozsah, musíme vzdálenost měnit, v praxi především se využívá zádržná technika a skoková změna z polohy; musí se pamatovat na nějaké proudové omezení při velkém přiblížení. Alternativou je měření při aktivní zpětné vazbě, udržuje se konstantní proud, čímž se vzdálenost sama nastavuje, měří se $s-V$ křivka pro I konstantní, dosáhne se dobrého dynamického rozsahu, ale vzhledem k možnému kontaktu se nedá jít pod asi 0,1 V, a už vůbec nelze vyšetřovat záporná napětí.

Měření se může rovněž provádět se spojitě proměnnou vzdáleností, což je vhodné především pro polovodiče, kde se může vodivost měnit v mnoha řádech. Při malých napětích se nízký proud zesiluje přiblížením k povrchu (narozdíl od stupňovité změny nejsou problémy s navázáním), ale je nutno provádět normalizaci vodivosti, a to buď vydělením stejnosměrnou vodivostí (tedy použitím logaritmické derivace) nebo násobením členem $e^{2\kappa\Delta z}$ (je zapotřebí pouze určit parametr κ). Je-li proměnná vzdálenost, nelze vodivost určovat ze změřených dat $I[s(V), V]$ numerickou derivací, protože ta dává celkovou derivaci (započítá i vliv vzdálenosti), ale musí se použít modulační technika. Další otázkou je volba závislosti $s(V)$, zpravidla se používá $\Delta s(V) = -a |V|$. Metody, při nichž je funkce $s(V)$ pevně dána však nejsou vhodné, měří-li se vzorek se značnými změnami hodnot proudu (např. pn přechod).

Rezonance Převyší-li energie eV výstupní práci, přechází se z tunelování do emisního režimu a mohou nastat rezonanční jevy v elektronové propustnosti, plynoucí z kvantové interference. Rezonance se projeví jako ohyby na $I-V$ charakteristice nebo schody v $s-V$. Poloha a intenzita rezonancí je citlivá na detaily potenciálové bariéry.

Hrot Poněkud paradoxní se zdá otázka volby hrotu pro STS. Uvědomíme-li si velikost tunelovací oblasti, musíme vzít do úvahy kvantové relace neurčitosti, které nám „rozmazávají“ velikosti povrchových vlnových vektorů a tím i energií. Ve spektroskopii tedy pro dobré rozlišení potřebujeme relativně tupý hrot. Obvykle bývá dosahováno rozlišení 0,001 nm vertikálně, na laterálním se projevuje symetrie hrotu (počet mikrohrotů, přeskok tunelování z jednoho na druhý, nesymetrie tvarová způsobí protažení obrazu). Z hlediska interpretace je důležitý požadavek, aby hustota stavů hrotu neměla výrazné rysy. Tuto podmínku lze splnit s relativně tupým hrotem, který má vysoký stupeň neuspořádanosti, protože se dá očekávat, že případné rysy jednoho atomu se v celku „rozmažnou“ do šířky.

Informační hodnota Spektroskopické metody jsou schopny poskytnout nejen informace o obsazených a prázdných stavech, ale i velikosti zakázaných pásů, povrchových ohybch pásů, chemické vazbě či adsorpci.



Spektroskopické metody jsou rozsáhlou částí STM a dají se provozovat v několika režimech. Ve všech variacích spektroskopie se využívá změna napětí v daném bodě a proměření tunelujícího proudu, mohou se však lišit poslušností skenování a měření. Většinou se používají jen malá napětí, aby se v experimentu neuplatňovaly i neelastické excitace.

Charakteristika $I-V$: Obdrží se měřením změn proudu, stojí-li hrot na jednom místě a mění-li se napětí přes určitý rozsah při konstantní vzdálenosti d . Po dobu měření musí být neaktivní zpětná vazba — odpojí se na pár milisekund bez vynulování integrátoru, pak se mění napětí v daném rozsahu, po skončení měření se V vrátí na původní hodnotu a opět se otevře zpětná vazba. Zádrž, která tyto operace zajišťuje, musí být dostatečně rychlá, musí umět přesně podržet napětí, navíc musí být přesně udržena poloha hrotu. Nejnáročnějším požadavkem je právě podržení správného napětí, protože zpětná vazba se zesílením např. 40 nm/V při změně o 0,1 mV se rozposune o 0,004 nm, což změni tunelovací proud o 8%. Z měření může být spočtena derivace $\frac{dI}{dV}$, měření se zpravidla průměruje pro snížení šumu a dělí $\frac{I}{V}$, aby se zrušila závislost na stejnosměrné vodivosti. Omezení vzdáleností, při níž proud téměř vymizí, umožňuje měřit pouze v určitém rozmezí, proto se zpravidla rozšiřuje rozsah (pro nízká napětí) nastavováním vhodné vzdálenosti v době, kdy je aktivní zpětná vazba. Zde je ovšem nutné provést normalizaci, aby se ve výsledku odstranil vliv vzdálenosti.

Alternativou je použití střídavé modulace, čímž se synchronní detekcí přímo měří $\frac{dI}{dV}$, je-li ovšem zvolena frekvence nad mezní frekvenci zpětné vazby. Metoda je ve své podstatě ekvivalentní rozdílu obrazů dvou topografií pro různá (blízká) napětí. Proměřování charakteristiky se provádí změnou V . Tato metoda má ovšem několik nevýhod, pramenících z nutnosti používat zpětnou vazbu a tím konstantní proud: jednak se mění vzdálenost d a tím s rostoucím napětím klesá rozlišení, jednak zde není konstantní stejnosměrná vodivost, což způsobuje divergenci derivace pro nulové napětí. Metoda navíc požaduje udržení konstantního proudu v celém rozsahu napětí, což může být nemožné v oblasti zakázaných pásů a dojde k poškození vzorku.

Charakteristika $I-d$: Ze závislosti $I(d)$ pro konstantní napětí nebo $d(V)$ pro konstantní proud lze odvodit ϕ jako efektivní výšku bariéry. Experimentálně lze pomocí modulace mezery a synchronní detekce změřit

$$-\frac{d \ln I}{dd} = \sqrt{\phi} + \frac{1}{2} \sqrt{\phi} \frac{d\phi}{dd},$$

ovšem ϕ je zde odlišné od výstupní práce, neboť je dáno středováním přes aktuální bariéru, výstupní práci je rovna jen pro nekonečně vzdálenou elektrodu. Získaný obraz je rovněž ovlivněn zobrazovacím potenciálem a topografií.



Podobnou metodou je měření s aktivní zpětnovazební smyčkou s konstantním proudem při měnění napětí. Zde se pak dorovná vzdálenost d a měří se závislost $d-V$. Když přiložené napětí převýší výstupní práci, přechází se z tunelovacího režimu do emisního, což vede ke vzniku rezonancí v propustnosti bariéry při určitých energiích. To se projeví na měřeném spektru a je možno získat kvalitativní informace o tvaru bariéry. Kvantitativní informace lze získat jen obtížně. Metoda je citlivá i na chemickou modifikaci povrchu.

Spektroskopie s konstantním proudem (CCT): Tato metoda je nejjednodušší, ale velmi omezená jako spektroskopický nástroj. Principem je získání obrazu v režimu konstantního proudu, ale obrazů se sejme několik pro různá napětí. Nejčastějším použitím je sejmutí dvou obrazů pro obě polarity napětí.

Spektroskopie s proudovým obrazem (CITS): Jedná se o kombinaci spektroskopie a skenování. První metodou je měření celé $I-V$ charakteristiky v každém bodě obrazu. Nejprve se vždy přiloží vhodné napětí, stabilizuje zpětná vazba, vazba se přeruší, proměří se závislost a přejde se do nového bodu. Pro rozumnou rychlost je zapotřebí mít co největší šířku pásma předzesilovače a malou kapacitu mezi hrotem a vzorkem. Druhou metodou je proměřování modulací při konstantním V , opět se synchronní detekcí a frekvencí nad schopnostmi zpětné vazby, měří se dI/dV . Nevýhodou této metody je obdržení hodnoty pouze pro jedno napětí (opakování při rozdílných napětích je problematické vzhledem k driftu) a pro jiné napětí topografie sleduje jiné kontury (stavů), což ovlivňuje boční rozlišení. Hlavní výhodou metod CITS je obdržení spektroskopické informace ze všech bodů téměř současně, čímž se eliminují teplotní driftы.

Energetické rozlišení STS je ovlivňováno několika faktory. Především zde existuje tepelný limit, který je dán „rozmazáním“ hrany Fermiho distribuce při nenulových teplotách, které je přibližně $2k_B T$ (pro pokojové teploty asi 0,05 eV). Rozmazání je dostatečně malé pro studium většiny vlastností běžných kovů, ale bude příliš velké pro studium např. supravodivosti. Dalším limitem je již uvedená kvantová neurčitost.



V technických aplikacích jsou často žádoucí metody, které umožňují vyšetřovat i podpovrchové struktury, což žádá z dosavadních metod neumožňovala. Například polovodičová rozhraní začnou vykazovat zajímavé chování až po svém vytvoření, když již nejsou na povrchu a k vyšetřování je možno použít jen $I-V$ charakteristiky. Ale v případě speciálního tvaru vzorku je možné využít STM hrot k injekci elektronů do podpovrchových vrstev a provádět spektroskopii – metoda BEEM. Podmínkou je vzorek ve tvaru dvou vrstev (vnější – báze – musí být vodivá, zpravidla kovová, vnitřní – kolektor – bývá polovodič) s vyšetřovanou potenciálovou bariérou V_B , přičemž svrchní vrstva musí být natolik tenká, aby přes ni injektované elektrony procházely bez znatelné absorpce. Tuto podmínku splňují například Schottkyho diody.

Základem tedy je trojelektrodové uspořádání, dvě elektrody tvoří vzorek, třetí hrot. Polovodič je typu n, aby byly elektrony od přechodu s hrotem odsávány a nevracely se. Po přiložení tunelovacího napětí mohou elektrony tunelovat skrz vakuum do polovodičové struktury, kde mají přebytečnou energii eV , kterou však neztrácejí okamžitě a přemísťují se v objemu vzorku s malou interakcí, charakterizovanou střední volnou dráhou. Je-li velikost prostřední vrstvy menší než volná dráha (cca. 10 nm), mohly by také projít přes přechod bez ztráty energie srážkou, pokud budou splněny zákony zachování celkové energie a hybnosti podél rozhraní. Pokud však je $V < V_B$, nemají na přechod dostatečnou energii a proud I_C měřený v obvodu kolektoru je malý. Jakmile však zvýšíme V nad V_B , tekoucí proud prudce vzroste. Prostorové variace v I_C lze použít k zobrazování, závislost I_C-V pak ke stanovení elektronických vlastností přechodu.

Jednoduchý model teorie BEEM uvažuje tři následné procesy – vakuové tunelování, transport elektronů bází a transport přes rozhraní, přičemž nezahrnuje dynamické efekty (např. kvantově-mechanický odraz na rozhraní). Nejjednodušší model rozhraní je dokonale hladký, pravoúhlý potenciálový schod, zachovává se rovnoběžná složka vlnového vektoru k_t , ale mění se kolmá k_x , protože se mění kinetická energie. Není-li dopad kolmý, vyžaduje tato změna změnu směru částice, která může být dokonce tak velká, že pro dopadový úhel větší než kritický Θ_k dojde k odrazu. Existence kritického úhlu zajišťuje vysoké prostorové rozlišení metody, velikost úhlu je $\sin \Theta_k = \frac{E-E_0}{E}$, kde E je celková energie a $E_0 = E_F + eV_B$ (jiná interpretace je nutnost $E_x = \frac{\hbar^2 k_x^2}{2m_e} > E_0$). Pro reálná rozhraní je situace bohužel složitější, protože nelze provést rozdělení na k_x a k_t . Kritický úhel pak začíná záviset na poměru efektivních hmotností v kolmém a rovnoběžném směru v kovu i polovodiči. Např. pro Au na Si má kužel vrcholový úhel 6° . Získané rozlišení je přibližně 1 nm pro bázi tlustou 10 nm.

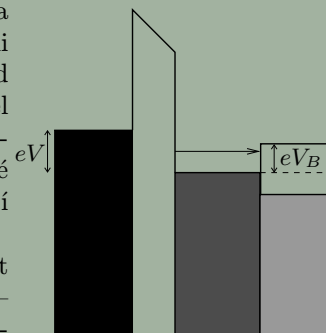


Schéma energetických pásů v BEEM po přiložení napětí V , zleva doprava je hrot, vakuum, báze a kolektor. Přerušovaná čára odpovídá Fermiho energii vzorku.



Injekce elektronů tunelováním je charakterizována především pravděpodobností tunelování $D(E_x) \approx e^{-2 \int k_x dx}$ (přesněji by měla záviset i na celkové energii) a proud je dán vztahem

$$I_t = 2eS \iiint \frac{d^3 \vec{k}}{(2\pi)^3} D(E_x) v_x [f(E) - f(E + eV)],$$

kde S je efektivní plocha, $f(E)$ Fermi–Diracova statistika a $v_x = \frac{\hbar k_x}{m}$. Uvažuje-li se stejný kov pro bázi i hrot, nulová teplota (vhodné stavy tedy leží ve Fermiho kouli mezi $E = E_F - eV$ a $E = E_F$) a omezení kritickým úhlem ($E_t \leq \frac{m_t}{m-m_t} [E_x - E_F + e(V - V_B)]$ pro $m_t < m$, $E_x \geq E_F - e(V - V_B)$), vychází pro výsledný kolektorový proud

$$I_C = RC \int_{E_x^{\min}}^{\infty} dE_x D(E_x) \int_0^{E_t^{\max}} dE_t [f(E) - f(E + eV)],$$

kde C je konstanta a R je míra zeslabení rozptylem v bázi (uvažuje se nezávislá na E). Je-li $eV_B \gg k_B T$, lze zanedbat $f(E + eV)$ a integrace přes E_t je analyticky vyjádřitelná, pro nulovou teplotu je analytická i druhá integrace.

Z technického hlediska je metoda náročnější, protože měřené proudy jsou řádově menší, je zapotřebí čistý povrch (vakuum) a je nutno ovládat tři napětí.



Rozvoj skenovací metody STM vedl ke vzniku celé řady odnoží, které jsou však již dost specializované. Zde je uveden krátký přehled několika z nich s velmi stručným popisem.

- **Skenovací kapacitní mikroskopie (SCM)** využívá kapacitu mezi sondou a (polo)vodivým vzorkem, která se mění v závislosti na topografii i materiálových vlastnostech dielektrik. Používá speciálních ostřených sond (drátů), případně ještě stíněných. Měří se derivace síly podle vzdálenosti při přiloženém stejnosměrném napětí, velikost rozladění rezonančního obvodu nebo vysokofrekvenční $C-U$ závislosti. Vzhledem k využití dalekosahových sil má metoda horší rozlišení, navíc je ovlivňována tunelujícími proudy. Metoda se používá především k mapování rozložení koncentrace dopantů v polovodičích.
- **Teplotní skenovací mikroskopie (SThM)** slouží k mapování teploty či teplotní vodivosti. Při měření se nad povrchem pohybuje mikrotermočlánek, který je tvořen spojením dvou kovů (např. W a Ni). Jeden z kovů je nosný a tvoří vnitřek hrotu, na něm je nanášena izolační vrstva, která hrot kryje vyjma špičky. Přes tuto vrstvu je nanášen druhý kov, takže ke spojení obou kovů dochází jen na vrcholku hrotu. Termočlánek je ohříván průchodem stejnosměrného proudu a rastruje blízko povrchu. Protože okolní vzduch má značně menší tepelnou vodivost než vzorek, nastane při přiblížení k povrchu značný pokles termonapětí. Variace v termonapětí podél povrchu odpovídají změnám v tepelné vodivosti. Aby se zabránilo teplotním driftům a vlivu okolní teploty, kmitá hrot ve směru kolmém k povrchu, tím dochází ke změně tepelného odporu a změně ochlazování, takže při stejnosměrném vyhřívání dostáváme střídavý signál. Tato metoda poskytuje rozlišení asi 30 nm, reakční doby 1 μs a citlivost na změnu teploty 1 mK. Je-li vzdálenost ke vzorku menší než střední volná dráha molekul vzduchu (66 nm), selhává modulace a zhorší se vlastnosti metody. Ale při vzdálenostech pod 10 nm nastává prudká změna v tepelné vodivosti (blízké navázání optických fononů nebo vyrovnání Fermiho hladin), jsou-li oba materiály kovové. Jsou-li různé, můžeme obdržet „tunelující“ termočlánek, v němž termonapětí slouží k měření variací v termonapětí při skenování a tunelující proud k řízení mezery. Citlivost metody je omezena tepelným šumem, k řízení mezery lze využít i šumovou mikroskopii. Při měření se stanovuje součin $\frac{\partial \mu}{\partial T} \Delta T$, kde T je teplota a μ chemický potenciál. Lze tedy použít dvě metody: buď se vytvoří teplotní gradient a měří se variace potenciálu, nebo se měří teplotní změna, způsobená například absorpcí laserového záření.

Druhou variantou této metody je vytvoření senzoru ze dvou tepelně dilatujících pásků, přičemž koeficienty jejich roztlačnosti jsou různé. Změna okolní teploty způsobí prohnutí nosníku, které lze detekovat opticky.



- **Mikroskopie iontovou sondou (SICM)** používá elektrolyt v nádobce (rezervoár), do které je ponořen zkoumaný vzorek (membrána apod.). Sondou je mikropipeta s hrotovým otvorem, do níž byl nalit elektrolyt. Do roztoku v pipetě a rezervoáru jsou zavedeny elektrody a při skenování se měří iontová vodivost (resp. proud). Ta se mění v závislosti na topografii vzorku (přiblížením pipety klesne velikost mezery a tím i vodivost) a na velikosti iontového toku. Metodu lze použít pro nevodivé vzorky a je zvlášť vhodná pro zobrazování pórů v membránách (přiblížením pipety k otvoru v jinak celistvé membráně prudce vzroste počet procházejících iontů). Pro rozlišení a kvalitu zobrazení je nejdůležitějším vlivem vytvoření dostatečně robustní pipety s malým vnitřním otvorem.
- **Skenovací tunelová potenciometrie (STP)** se od klasické STM liší dvěma elektrodami, které jsou přiloženy na protilehlé strany vzorku s potenciálovým rozdílem ΔV . Tunelovací napětí na hrotu je střídavé a měří se tunelový proud. K měření topografie se použije střídavá složka (vzhledem k zaměření metody je vždy nutné volit režim konstantního proudu), zatímco stejnosměrná se pomocným napětím V_R vyrovnává na nulu (můstková metoda). V okamžiku vyrovnání udává napětí V_R okamžitou hodnotu potenciálu v daném měřicím bodě. Metodou je tedy možno stanovit rozložení potenciálu podél povrchu, což je vhodné např. pro měření pn přechodů, zkoušení polovodičových součástek, měření zrnitých materiálů či malých napěťových variací.
- **Inverzní fotoemisní mikroskopie** využívá tunelujících elektronů ke stimulaci emise fotonů z oblasti tunelové mezery, jde o vybuzení povrchových plazmonů neelastickým tunelováním a jejich následný rozpad. Spektra lze měřit dvěma způsoby. Buď se volí pevná frekvence analyzovaného světla a sleduje se závislost emise na tunelovacím napětí (získaná spektra odpovídají rysům v hustotě stavů, získané $I-V$ charakteristikou), nebo je napětí konstantní a proměřuje se frekvenční spektrum.
Metoda má svou inverzi, ve které je přechod, působící jako přijímací anténa, ozařován světlem (laseru), které vyvolává proud, který je nelinearitou přechodu usměrňován a může sloužit ke kontrole vzdálenosti mezi vzorkem a hrotem. Podobně lze v mikroskopii využít tunelovací přechod k nelineárnímu směšování dvou světelných paprsků, přičemž přechod vyzařuje rozdílový signál, sloužící ke kontrole šířky bariéry – měření se obejde bez elektrických kontaktů k přechodu.
- **Mikroskopie fotonapětí** měří variace ve fotonapětí generovaném ozáření laserem. Jsou použity dvě nezávislé zpětné vazby, jedna sledující kmitání nosníku na frekvenci buzení piezokeramiky ω_t , druhá na frekvenci střídavého napětí mezi nosníkem a vzorkem ω_p . Měření je založeno na indukované elektrické síle, která závisí na V^2 a tato síla (a tedy i vibrace s frekvencí ω_p způsobená tímto napětím) bude nulová právě tehdy, bude-li potenciál vzorku totožný s potenciálem hrotu.



- **Mikroskopie šumového napětí (SNM)** se využívá pro vzorky, které vyžadují co nejmenší proud. V každém STM se objevuje šum, který pochází buď z elektroniky, nebo přímo z diskretního tunelování elektronů. První druh šumu lze snižovat vhodnou volbou konstrukce, druhý lze využít k měření. Hrot a vzorek se ponechají bez napětí a měří se pouze kvadrát šumového tepelného napětí (výjimečně se neměří proud) v širokém frekvenčním pásmu, který je úměrný odporu tunelovací bariéry. Zpravidla se měří v režimu konstantní vodivosti. Metoda je vhodná i k nezávislému řízení mezery při jiných metodách. Metoda má nízký poměr signálu k šumu, protože měřené pásmo šumu je omezeno vlastní kapacitou přechodu.

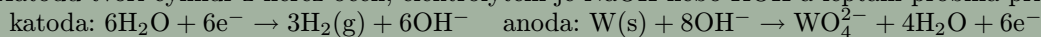
Metoda může pracovat také jako šumová potenciometrie. Budeme měřit šum v úzkém pásmu na nižších frekvencích a udržovat jeho hodnotu konstantní. Obdobně budeme měřit pásmo na vyšší frekvenci a budeme určovat jejich poměr, který je v případě bílého šumu jednotkový. Je-li přítomen šum typu $1/f$, poměr není jednotka, přidáme-li však malé předpětí, lze bílého šumu docílit. V tom případě je předpětí až na znaménko přesně rovné potenciálu v místě na povrchu. Metoda je schopná měřit potenciály na úrovni μV .



Ve své podstatě je STM hrot velmi jednoduchý, postačuje aby byl vodivý a ostrý. V prvních mikroskopech se proto používaly pouze rozstřížené dráty, se kterými se dalo dosáhnout rozlišení asi 1 nm. Pro vyšší rozlišení už začíná být nevýhodný nesymetrický tvar takovýchto hrotů a jejich neznámá elektronová struktura. Proto se začaly používat hroty připravované chemickým leptáním, které hrot ještě zbaví nečistot (významné jsou především izolující nečistoty, které mohou způsobit nestabilitu zpětné vazby). Ideální hrot by tedy měl být čistý, zakončený jedním atomem, dostatečně tuhý (mechanické vlastnosti ovlivňují skenovací rychlost, vyhovují makroskopicky tupé hroty), s jednoduchou elektronovou strukturou. Pokud se takový hrot nezíská přímo leptáním, podstupuje řadu vylepšovacíh operací – odstranění oxidických vrstev, mechanické nebo emisní zaostření, žíhání v elektrickém poli (zvláště monokrystaly). V počátcích se používaly i poněkud drsnější metody, jako je zatlačení hrotu do povrchu vzorku (odloupne se vrstva nečistot, hrot se mírně přetvoří) nebo „ostření“ na smirkovém papíře (vytvoří se ostré výčnělky).

Wolframové hroty Hroty z wolframu se připravují zpravidla elektrochemickým leptáním, což je metoda již dobře zaběhnutá v mikroskopických FIM, FES a jedná se o anodické rozpouštění. K leptání může být použit stejnosměrný či střídavý proud.

[DC:] Drát je upevněn na mikroposuvném šroubu, je ponořen do elektrolytu a je zapojen jako anoda. Katodu tvoří cylinder z nerez oceli, elektrolytem je NaOH nebo KOH a leptání probíhá při napětí 13 V.



Tvar a poloměr hrotu je určen meniskem, který se vytvoří po vnoření hrotu do elektrolytu. Čím je meniskus kratší, tím je výsledný hrot tupější. Pro kvalitní hrot by měla být udržována poloha menisku konstantní (mění se se změnou plochy v průběhu reakce), proto je drát upevněn na polohovacím šroubu. Leptání probíhá rychleji po stranách než z čela, vytváří se současně dva hroty, protože odleptaná vrstva teče po drátě dolů a tím chrání ponořenou část před rozleptáním. Kvalita hrotu závisí na rychlosti, s jakou je vypnuto napájení po přeleptání drátu a na délce ponořené části (čím je delší, tím je těžší a dříve upadne, tedy ještě před vyleptáním ostrého hrotu). Chceme-li použít horní konec jako hrot, musí se ihned po přetržení vytáhnout a opláchnout destilovanou vodou; při použití dolního konce je nutno nalít na dno vaničky ochrannou vrstvu, nemísivou s elektrolytem (př. trichlormetan). Při leptání je nutno doplňovat roztok, protože dochází k vyčerpání OH^- . Vyrobený hrot má tvar hyperboloidu, ale velmi ostrého, který je pokryt oxidovou vrstvou.

[AC:] Mezi vnější válcovou elektrodu a drát je vloženo napětí cca 2 V, leptání je rychlejší než DC, vyrobený hrot je kónický, ale méně ostrý. Opět může být využita horní či dolní část drátu.

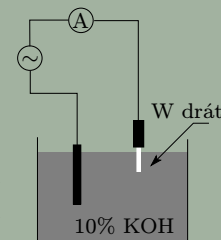
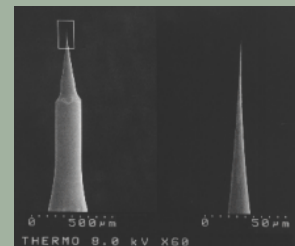


Schéma leptání W drátu (bílá barva).

Platinové hroty Dalším často užívaným materiálem na hroty je platina, z důvodu mechanické odolnosti ve slitině s iridiem. Lze je vyrábět mechanicky, ale lepších výsledků se opět dosahuje leptáním v různých roztocích (NaCN/NaOH, KCl/H₂O/HCl, NaCN/KOH). Špičaté hroty s malým poloměrem se z Pt-Ir drátů připravují ve dvou krocích. Nejprve se provede leptání v objemovém rozpouštědle (60CaCl₂/36H₂O/4HCl) při 25 mV AC po dobu cca 5 minut, čímž se na drátku vytvoří zúžená oblast. Ve druhém kroku se provede jemné leptání. V drátěné smyčce z Au drží povrchovým napětím tenká vrstva leptadla, pomocí stereomikroskopu se do vrstvy umístí zeslabená část drátu a ta se průchodem postupně zeslabuje a pak krátkým dotykem zaostří. Výsledkem je hrot s poloměrem pod 50 nm, hladkým povrchem a vrcholovým úhlem 8°. Při výrobě hrotů je nutno zabránit vzniku povrchové vrstvičky uhlíku (bývá tlustá až 10 nm). Lze toho dosáhnout výrobou v N₂ atmosféře a používáním vody, která byla předtím vyvařena (CO₂ má vyšší tlak par). Pokud je vrstva na hrotu obsažena, odstraňuje se iontově (což je ovšem pomalé, 30 minut na hrot) nebo redukcí v acetylenovém plameni (nesmí dojít k rekrytalizaci či roztavení, nutnost přesné teploty).

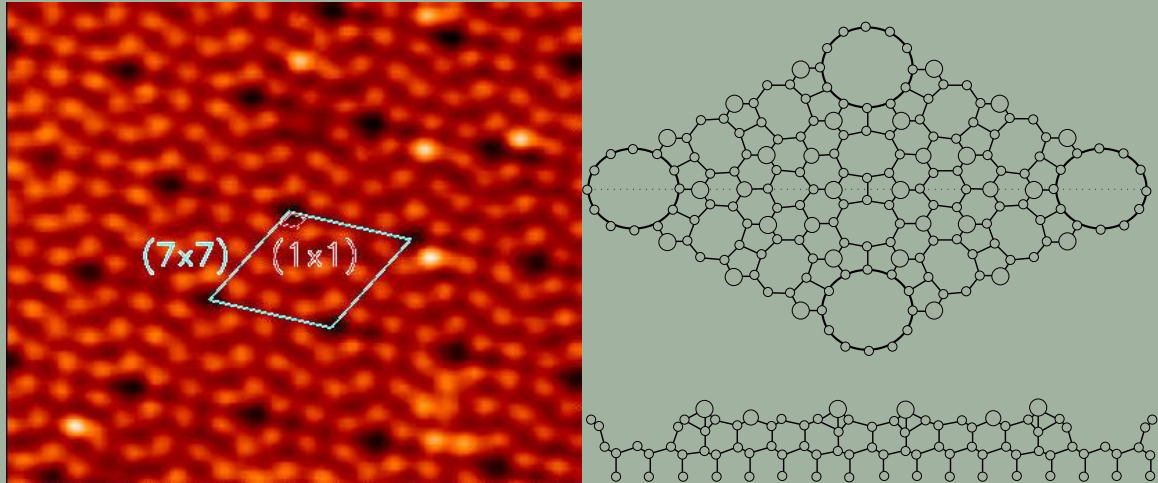


Fotografie STM hrotu z elektronového mikroskopu.

Další materiály Mezi další používané materiály patří molybden (leptá se střídavým proudem), wolfram z jednoho krystalu, zlato (leptá se v roztoku HCl, glycerinu a čistého etanolu při napětí 7 V DC, má zubatou morfologii, podle jiných bývá naopak hladký, je velmi měkký) nebo nikl (povrch srovnatelný s W, netvoří se oxidy).

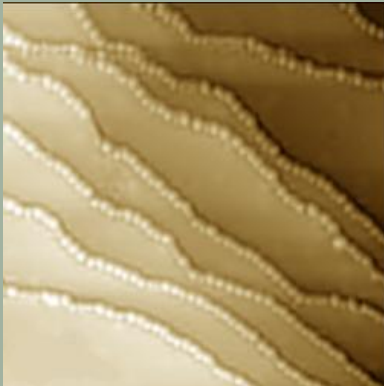
Zvláštní kapitolou jsou hroty pro elektrochemii (studuje jevy na povrchu v přítomnosti elektrolytu). Pro správnou funkčnost je nutné zabránit tečení faradaických proudů mezi hrotem a vzorkem, což lze pokrytím hrotu nevodivou vrstvou vyjma samotné špičky. Používají se různé izolační materiály. Pt hrot se např. kryje sklem, které se roztaví a vnoří se do něj chemicky leptaný hrot, míru pokrytí lze kontrolovat teplotou tavení, odkrytá plocha má velikost pod 1 nm². Získaný hrot je však velmi křehký, navíc nelze použít sklo v alkáliích, proto je lepší způsob izolace hrotu voskem. Vosk se nanese nad zářez vyhřívané destičky a roztaví se. Do roztaveného vosku je pomalu zdola vnořen leptaný hrot a vyčká se ustavení rovnováhy, pak se hrot vytahuje nahoru, až přeruší vrchní vrstvu vosku. Protože vyříznutá štěrбина je na okraji chlazená, není vosk všude stejně tekutý. Na okraji je více tuhý a pokryje tam celý hrot, uvnitř je roztavený a zcela steče. Někde uprostřed je oblast, v níž dochází k pokrytí tak akorát.

Mezi aplikacemi, ke kterým byla použita technika STM, nelze neuvést strukturu rekonstruovaného povrchu Si(111) 7×7 , protože to byl první povrch, na němž byla metoda aplikována a kde přispěla k vyřešení dlouhodobého teoretického problému. Už dlouho bylo známo, že rekonstrukce je typu 7×7 , ale nebyla známá detailní struktura. Bylo navrženo několik teoretických modelů, ale nebylo možno mezi nimi rozhodnout pomocí nelokálních metod.

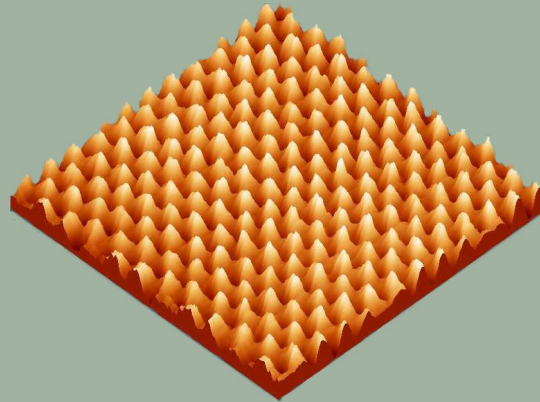


Na obrázku vlevo je ukázán snímek z STM mikroskopu, vpravo je pak odvozená struktura (Takayanagiho model).

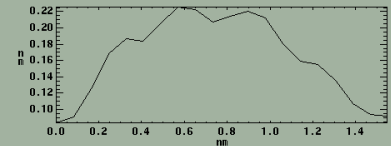
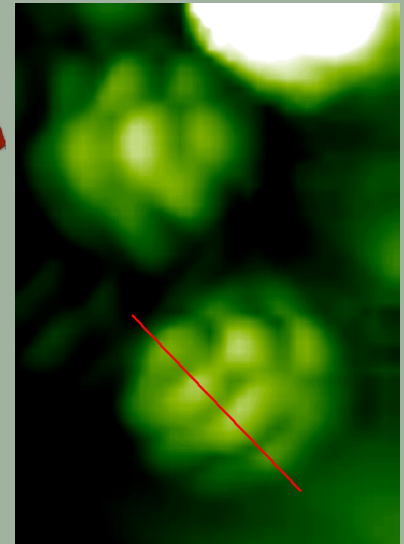
Následující obrázky slouží jako ukázky výstupu z tunelovacího mikroskopu.



*Molekuly cyklopentenu na povrchu stříbra.
Jednotlivé molekuly se koncentrují podél čar,
které se shodují s polohou schodů
na stříbrném povrchu.*



*Atomy vysoce orientovaného pyrolitického
grafitu, 3D znázornění.*



*Molekuly C_{60} na povrchu $Au(110)1 \times 2$.
Orientace vrchní molekuly umožňuje
rozpoznat hexagonální kruh. Dole je uveden
profil podél červeně vyznačeného řezu.*



Spustit test

- | | |
|--|--|
| <p>1. Velikost tunelovacího proudu nejvíce závisí na
výšce bariéry.
ploše přechodu.</p> | <p>šířce bariéry.
poloměru hrotu.</p> |
| <p>2. STM obraz poskytuje informace o
hustotě všech stavů nad Fermiho energií.
topografii vzorku.</p> | <p>hodnotě vlnové funkce pro elektrony s Fermiho energií.
hustotě stavů v okolí Fermiho energie; velikost intervalu
závisí na přiloženém napětí.</p> |
| <p>3. STM pracuje ve dvou základních režimech:
konstantní výšky a konstantního proudu.
konstantní frekvence a konstantního proudu.</p> | <p>konstantní výšky a konstantní síly.
konstantní frekvence a konstantní síly.</p> |
| <p>4. Měření STM se provádí na
libovolných vzorcích.
nevodivých vzorcích.</p> | <p>vodivých vzorcích.
dokonale tuhých vzorcích.</p> |
| <p>5. K měření podpovrchových (polo)vodivých struktur je nejvhodnější metoda:
tunelovací mikroskopie (STM).
balisticky emitovaných elektronů (BEEM).</p> | <p>tunelovací spektroskopie (STS).
šumové mikroskopie (SNM).</p> |
| <p>6. Hroty pro STM se nejčastěji vyrábějí
elektrochemickým leptáním.
mechanickým tvarováním.</p> | <p>litograficky.
broušením.</p> |

Vyhodnotit Správné odpovědi:



Při měřeních tunelovacím mikroskopem byly pozorovány systematické odchylky, které se daly vysvětlit silovým působením mezi hrotem a vzorkem. Vznikla myšlenka na využití těchto sil přímo k měření, zvláště z důvodu potřeby měřit nevodivé vzorky — vznikla mikroskopie atomárních sil (**A**tomic **F**orce **M**icroscopy, 1986), která se stala nejrozšířenější odnoží SPM.

Metoda využívá (elektromagnetických) sil atomárního původu, které působí mezi atomy hrotu a vzorku, a mohou být blízko i dalekodosahové. Princip metody je stejně jednoduchý jako u STM – velmi ostrý hrot se pohybuje nad vzorkem či v dotyku s ním a je odpuzován či přitahován vzorkem. Hrot, který interakci snímá, je kolmo upevněn na tenkém pružném pásku – **nosníku**. Nosník svým ohybem zprostředkovává informaci o velikosti interakce do okolního světa. Pouze prvotní konstrukce používaly jiné uspořádání sondy buď v podobě ohnutého drátu (u něhož jsou problémy s detekcí ohybu) nebo jen nosníku bez hrotu. Uvedená konstrukce a principy umožňují na metodu AFM nahlížet jako na kombinaci hrotového profilometru a analyzátoru povrchových sil (SFA) s velmi malou interakční plochou.

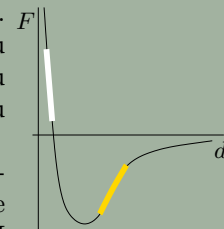
Síly, které nosník ohýbají, mohou mít různý původ, nejčastěji se jedná o van der Waalovu sílu a repulzivní sílu plynoucí z Pauliho principu. První z nich působí při větších vzdálenostech od vzorku, druhá pouze v dotyku, je-li vzdálenost menší než součet atomových poloměrů. Vzhledem k charakteru těchto sil se AFM liší od STM mapováním stavů **nad** Fermiho energií, což lépe odpovídá představě topografie. Dále mohou působit síly adhezní, vazebné, třecí, deformační a kapilární, z nichž nejvýznamnější je poslední uvedená, která má zvláštní projevy a mnohdy měření ztěžuje. V přítomnosti kondenzátu působí sice vždy, ale projevuje se jen při přechodu přes rozhraní kapalina–vzduch. Speciální využití mají případné síly elektrostatické či magnetické. Při všech měřeních působí jedna síla signálově a všechny ostatní pak šumově.

Typická závislost působících sil na vzdálenosti vykazuje jak oblasti přitažlivosti, tak odpuzování. Bývá modelována nejčastěji odvozením z LENNARD–JONESOVA potenciálu „6–12“

$$U(r) = \varepsilon \left[\left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} - \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 \right],$$

kde ε je konstanta a r_0 konečná poloha, v níž je potenciál nulový. Z oblastí vyznačených na obrázku se odvozují jednotlivé režimy měření.

Přestože jde o mikroskopii sil, není jejich určení přímočaré. Metody se zpětnou vazbou obecně umožňují spíše mapování topografie nebo určitých ekviploch, zatímco bez zpětné vazby je nutno provádět kalibrace nosníku.



Průběh působících sil a vyznačení použitelných oblastí: bílá pro kontaktní, žlutá bezkontaktní měření.



Je-li vzdálenost mezi hrotem a vzorkem tak malá, že působí odpudivé síly, dostáváme dotykový režim měření. Síla (řádově 10^{-7} N) se snaží ohnout nosník směrem od povrchu a pokud je tuhost nosníku menší než odpovídají tuhost, kterou drží atomy vzorku pohromadě, tak se jí to podaří a velikost ohnutí je mírou síly (pro velké ohyby není závislost lineární). V opačném případě bohužel dojde k poškození vzorku.

Na signálové interakci se zde podílí jen omezený počet atomů hrotu, jeho zbytek podléhá parazitním dalekodosahovým silám. V principu metoda umožňuje atomární rozlišení, ale většinou se dosahuje jen rozlišení periodicity mřížky. Důvodem je jednak rychlé skenování, které nosník na periodicitách rozkmitává, takže kupříkladu jeden chybějící atom se neprojeví (vliv setrvačnosti), jednak málo prudký pokles interakce se vzdáleností, což zvětší počet interagujících atomů, jejichž „signály“ jsou vůči sobě fázově posunuty. Na obrázku jsou ukázány rozdíly mezi AFM (nahore) a STM (dole), velikost interakce je vyznačena stupněm šedi. V STM jde o zobrazení téměř jediného atomu, v AFM je jich více s různou silou, ale hlavně jsou vzájemně laterálně posunuty. Takže pokud máme pravidelnou řadu atomů s jednou vakancí, bude obsažena v signálu získaném z každého atomu, ale do výsledného váženého součtu, který je vztažen **ke středu hrotu**, bude vstupovat s různými fázovými posuvy. Tím se stane, že se vakance bude jevit nejen nevýrazná a neostře ohraničená, ale i posunutá, zatímco v pravidelné oblasti bude signál věrně periodický (pro souměřitelné struktury mřížky a hrotu). Uvedeným mechanismem je vysvětlován fakt, že hroty s poloměrem 5 nm jsou schopny rozlišit mřížky s o řád menší periodou.



Analogicky metodě STM můžeme měření provádět ve dvou režimech:

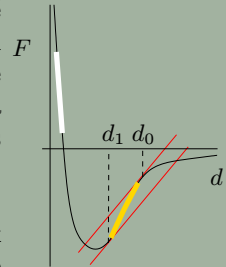
1. s **konstantní výškou**, při níž je udržována určená hodnota výšky z_0 (poloha základny nosníku) a měří se ohnutí nosníku. Správně jsou zde zobrazeny struktury s frekvencí (myslí se časová, ta závisí na prostorové a rychlosti skenování) menší než je rezonanční frekvence nosníku. Přesnost závisí na kalibraci nosníku a stabilitě polohy.
2. s **konstantní silou**, kdy se udržuje konstantní ohnutí nosníku a ke skenovacímu pohybu se přidává posun vzorkem (či hrotem) ve směru osy z . Tato modifikace se používá častěji, protože se vyvarujeme závislosti prohnutí nosníku (a tím i signálu) na kapilárních silách (tedy působí-li v celé skenované ploše rovnoměrně) a pružnosti nosníku (nelinearity narušující vztah $F = k\Delta z$), je ovšem pomalejší (potřeba pohybu vzorku, závisí na odezvě zpětné vazby), pro vyšší časové frekvence zpětná vazba nestačí a vzniká nenulový chybový signál (což lze využít např. u biologických vzorků, kde je konst. síla nutná). Přesnost je určena přesností kalibrace piezokeramiky a vlastnostmi zpětné vazby.
3. zřídka se používá **kombinovaný** režim, který používá zpětnou vazbu jen k dorovnávání výšek s nízkou frekvencí (náklon povrchu vzorku) a zbylou informaci získává z ohybu nosníku. Výhodou je rychlejší sběr dat než s konstantní silou, ale větší rozsah než u konstantní výšky.

Při přibližování hrotu k povrchu na něj nejprve nepůsobí nic, pak přitažlivé síly, které nosník jen mírně ohýbají. V bodě d_0 , kde gradient sil překročí hodnotu tuhosti nosníku, dojde k nestabilitě a velmi rychlému přiskočení nosníku k povrchu, až do oblasti odpudivých sil. Dalším přibližováním pouze narůstají odpudivé síly. Při oddalování odpudivé síly pozvolna klesají, až do bodu d_1 dosažení rovnosti gradientu a tuhosti a nosník je opět nestabilní a odskočí pryč. Vlivem minima v závislosti $F-d$ body nestabilit nespĺývají a cyklus přiblížení–oddálení vykazuje hysterezi v oblasti kontaktu.

Signál, odpovídající topografii, se získává z prohnutí nosníku směrem nahoru nebo dolů. Bohužel prohnutí nosníku může vznikat i z jiných důvodů. Jedním z nich je setrvačnost nosníku. Skenuje-li nosník ve směru své podélné osy, může při změně rychlosti docházet k jeho ohybu, který bude interpretován jako změna výšky. Je zřejmé, že takový artefakt se projevuje především na okrajích skenovacího pole a vymizí při změně úhlu skenování o 90° . Projevy artefaktu budou vzájemně inverzní v dopředném a zpětném směru.

Přídavné ohyby mohou vznikat i ze sil, které působí podél povrchu. Tyto primárně nosník zkrucují a způsobují při skenovacím směru kolmém na osu nosníku jeho ohyb ve směru kolmém k ohybu „topografickému“ (při skenování ve směru rovnoběžném s nosníkem se zkrut projevuje stejně jako topografie). Protože nosník má nenulovou šířku, dochází při zkrutu k poklesu jedné a zdvihu druhé podélné poloviny nosníku a záleží jen na detektoru a na symetrii upevnění hrotu, v jaké míře se zkrut projeví v signálu topografie. Obdobný artefakt může nastat i na topografických rysech, kde na hranách vznikají přídavné ohyby vlivem mechanického zkrucování nosníku. Podrobnější analýza, která modeluje nosník s hrotem jako dvě vzájemně kolmé úsečky délky l_1 a l_2 a udává velikost vlivu při skenování nakloněné roviny s úhlem Θ , ukazuje, že příspěvek mění své znaménko v bodě splňujícím podmínku $\text{tg } \Theta > \frac{3}{2} \frac{l_2}{l_1}$. Názorně je to vidět při skenování trojúhelníkového profilu, na jehož vrcholu se vytváří nespojitost.

Další forma uvedeného artefaktu se projevuje při měření v kapalném prostředí. Pohybem nosníku vzniká viskózní tření, závislé na směru pohybu. Projevuje se například vznikem hystereze v daleké části cyklu přiblížení–oddálení (velikost samozřejmě závisí na viskozitě kapaliny).



Červené přímky mají směrnici rovnou tuhosti k .



Možnost poškození vzorku či kontaminace vzorku z hrotu v dotykové metodě vedla k vývoji metody bezdotykové. Využívá van der Waalsových sil delšího dosahu (na interakci se podílí velké množství atomů, ale charakter interakce je zde dobře znám) a proto se může hrot pohybovat ve vzdálenosti 1–10 nm od povrchu. V uvedené oblasti jsou však síly slabé (celková působící síla bývá řádu 10^{-12} N), což vyžaduje použití pružného nosníku. Ten ale musí být zároveň tuhý, aby nedošlo k jeho zachycení na povrchu (především v kapkách vody). Proto se častěji používá střídavá technika s nosníkem kmitajícím s frekvencí f , což vede ke zvýšení odstupu signálu od šumu.

Nosník je zde rozkmitáván v okolí své první rezonanční frekvence (zpravidla v rozsahu 100–400 kHz), ovšem s amplitudou vhodně volenou tak, aby nedošlo ke kontaktu se vzorkem. Kvalitní nosník by měl vykazovat pouze jednu ostře ohraničenou rezonanci, v praxi však může frekvenční křivka obsahovat rezonančních píků několik. Je to způsobeno především interakcí s okolním prostředím (vzduchem) a vybuzením mechanických oscilací ve zbytku mikroskopu.

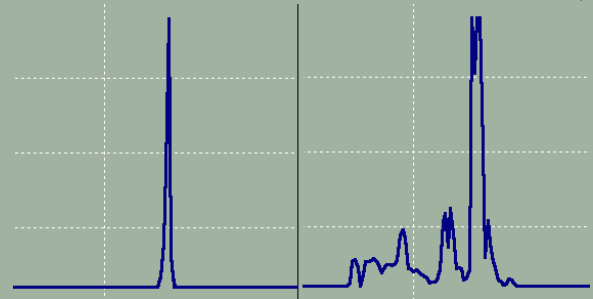
Má-li volný nosník hmotnosti m rezonanční frekvenci ω_0 a tuhost k , změní se jeho rezonance v oblasti silového působení v „pružinové aproximaci“ na hodnotu

$$\omega_r = \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m}} = \sqrt{\frac{k - \partial_i F_j(\vec{r})}{m}} \approx \omega_0 \left(1 - \frac{\partial_i F_j(\vec{r})}{2k} \right),$$

kde $\partial_i F_j \ll k$ je gradient složky j síly ve směru i . Vstupem do oblasti gradientu sil tedy dojde ke změně rezonance, což se (v případě buzení s konstantní frekvencí) projeví poklesem amplitudy kmitů. Budeme-li pomocí zpětné vazby měnit výšku nosníku tak, aby amplituda kmitů zůstávala konstantní, budeme sledovat křivku konstantního gradientu sil (nikoliv sílu samotnou). Alternativně můžeme zpětnou vazbu vyřadit a sledovat poklesy amplitudy. Jiným využitím může být sledování změn fázového posuvu mezi budičím a detekovaným signálem.

Vertikální rozlišení bezkontaktní metody je dáno jednak schopností detektoru, jednak tepelným pohybem nosníku, jehož amplituda (resp. příspěvek prvního módu) v přítomnosti silového gradientu je přibližně dána vztahem

$$A \approx \sqrt{\frac{k_B T}{k - F'}}. \quad (\spadesuit)$$



Změřená rezonanční křivka, vpravo horší nosník.



Dynamický pohyb se zpravidla popisuje v „pružinové“ aproximaci, v níž se nosník uvažuje jako jednorozměrný prvek popsáný efektivní hmotností a tuhostí. Pak můžeme psát pohybovou rovnici

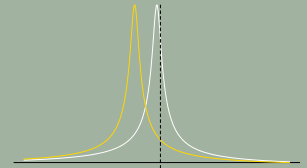
$$m\ddot{z} + \alpha\dot{z} + kz + F(z) = F_{\text{bud}}(t),$$

kde $F_{\text{bud}}(t)$ je budicí síla, $F(z)$ síla interakční a z vzdálenost hrotu od vzorku. Koeficient tlumení α je uvažován jako nezávislý na z , což je opodstatněné, pokud předpokládáme elastické výchylky a největší tlumení hydrodynamického původu, které lze v oblastech jednotek nm uvažovat konstantní. Interakční síla je časově nezávislá, protože předpokládáme relaxační časy materiálů značně menší než je perioda oscilací. Můžeme-li ji linearizovat $F(z) = -F'(z)z$, dostaneme rovnici pružiny s efektivní tuhostí $k_{\text{eff}} = k - F'(z)$.

System, popsáný výše uvedenou rovnicí, vykazuje rezonanční charakter a amplituda kmitů je tudíž silně závislá na frekvenci buzení Ω ,

$$A = -\frac{F_0}{m} \frac{1}{\sqrt{(\omega^2 - \Omega^2)^2 + (\omega\alpha/m)^2}},$$

kde F_0 je amplituda budicí síly. V praxi se používá buzení i detekce s konstantní frekvencí Ω . Vstoupí-li nosník do oblasti s gradientem síly, dojde ke změně rezonanční frekvence a celá křivka se posune. Tím se znatelně změní amplituda, která je detekována, a pokles lze využít buď k mapování sil (topografie), nebo k řízení zpětné vazby, nevýhodou je nejednoznačnost amplitudy. Alternativní metodou je sledování přímo změn rezonanční frekvence, použijeme-li nosník jako frekvenci určující prvek oscilátoru. Předchozí analýza platí v případě, že je rozkmitávána přímo špička nosníku, ale většina AFM přístrojů dosahuje kmitání buzením místa upevnění nosníku (s amplitudou a_0). V takovém případě (pokud je nosník schopen danou frekvenci přenést) je nutno analyzovat oscilace ohnutí $\Delta z(t) = z(t) - a_0 \sin \Omega t$, což řešení mírně komplikuje.



Průběh rezonance volného nosníku (bílá) a posuv křivky vlivem přitažlivé síly (žlutá).

Vzhled obrazu bude záviset na umístění budicí frekvence vzhledem k rezonanci. Uvažujme, že přibližováním ke vzorku bude narůstat přitažlivá síla, která způsobuje pokles rezonanční frekvence. Bude-li budicí frekvence přesně na rezonanci nebo nad ní, způsobí nárůst síly posun křivky směrem k nižším frekvencím a pokles amplitudy, takže silněji ovlivňující místa (např. vyvýšeniny při konstantní výšce) se budou jevit světlá (je-li obraz inverzí amplitudy). Pokud ale bude budicí frekvence blízko pod rezonancí, nastane nejprve nárůst amplitudy a po přechodu přes rezonanci pokles. Pravděpodobně také dojde k nestabilitě a dotyku se vzorkem.



Hybridní kombinací předchozích režimů je pokleповý (tapping) režim. Jeho zavedení plyne ze snahy o optimalizaci rozlišení a vlivu na vzorek. Té se dosáhne v oblasti několika desetin nm nad vzorkem, kde se však výrazně projevují dříve zmíněné nestability nosníku. Možností, která nesnáž obchází, je použití kmitání s takovou amplitudou, že je po krátký čas v dotyku se vzorkem. Bude-li systém nastaven tak, aby laterální posun hrotu nastával jen v době, kdy je dál od vzorku, získáme výhody obou metod – nepoškození vzorku (stále však může docházet ke kontaminaci) i vyšší rozlišení, dotkne-li se povrchu několikrát než se laterálně posune o svůj průměr. Dalším důvodem pro zavedení je tendence bezdotykové metody sledovat v přítomnosti zkondenzované vlhkosti spíše povrch kapky než povrch vzorku.

Teoretická analýza pokleповého režimu je však znatelně složitější, protože rozsah sil, kterými hrot prochází, je mnohem větší a přechází od přitažlivé do odpuzivé části. Vlivem konečné poddajnosti vzorku se nedá očekávat pohyb přesně harmonický, ale experimenty ukazují, že harmonická aproximace je v mnoha případech dostačující. Při interakci se vzorkem samozřejmě dochází k disipaci energie. V rovnovážném stavu musí být dodaný výkon roven disipovanému, který lze rozepsat do dvou částí: první odpovídá disipaci celým nosníkem vlivem viskózního tlumení, druhá pak vlastní interakci se vzorkem. Střední dodaný výkon při sinusovém buzení s amplitudou A_d je dán vztahem $\bar{P}_{in} = \frac{1}{2}kA_dA\Omega \sin \phi$, kde ϕ je fázový posuv a A je amplituda ustáleného téměř sinusového signálu. Výkon, ztrácený pohybem nosníku vlivem tření $F_{tlum} = b\dot{z}$, lze psát jako $\bar{P}_0 = \frac{1}{2}bA^2\Omega^2$. Uvážíme-li činitel kvality $Q = \frac{k}{b\omega_0}$, dostaneme výkon ztrácený vlivem interakce

$$\bar{P}_{int} = \frac{1}{2} \frac{kA^2\Omega}{Q} \left(\frac{QA_d \sin \phi}{A} - \frac{\Omega}{\omega_0} \right).$$

Uvažujeme-li povrch vzorku pokrytý vrstvou kapaliny, dochází při kontaktu k jejímu rozrušení a viskóznímu tlumení. To si vyžaduje energii, kterou získá od kmitajícího hrotu. Následkem toho poklesne amplituda a hrot se přestane dotýkat povrchu (pracuje v bezdotykovém režimu). V dalších kmitcích získává hrot energii z budícího zdroje a po čase $\tau = \frac{2Q}{\omega_0}$ dosáhne opět amplitudy, umožňující dotek s povrchem. Je tedy amplituda kmitů v pokleповém režimu modulovaná. Zadržením hrotu dojde ke zvětšení interakčního času a tím ke změně fázového posuvu vzhledem k buzení, což jednak sníží účinnost buzení, jednak sníží signál z detektoru, který je fázově citlivý – vzniknou výškové artefakty.

Důvod, proč se nepoužívá výhradně pokleповý režim místo bezdotykového, spočívá jednak v těžší teoretické interpretaci, jednak ve větší interakci. Hrot se totiž při každém doteku „zaryje“ do povrchu měkkého vzorku (např. polymery) a je obtížné následně určit pravý povrch vzorku.

Realizace se provádí volbou měřicí frekvence blízko pod rezonanční frekvenci. Jak již bylo zmíněno, taková volba vede k nestabilitě a nárůstu amplitudy, což je vlastně pokleповý mód.



Během AFM měření může působit celá řada sil různé fyzikální podstaty. Abychom mohli stanovit jejich vliv na výsledný obraz, musíme znát jejich základní vlastnosti. Většina sil má původ v atomárních interakcích a před použitím v AFM modelech musíme zohlednit skutečný tvar hrotu a vzorku, nejčastěji pomocí integrace přes objem tělesa nebo sumací přes jednotlivé atomy (u aditivních párových interakcí). Hodně často se model hrotu dělí na dvě části – mezoskopickou část, kterou uvažujeme ve spojitě aproximaci, a mikroskopickou, v níž sumací zohledňujeme diskretní atomovou strukturu. Konkrétní poměr mezi mezo/mikroskopickou částí závisí na dosahu a charakteru uvažované interakce. Korektní analýza problému měření by vyžadovala i zahrnutí jeho dynamického charakteru, vlivu mechanické poddajnosti hrotu a vzorku či atomových relaxací, které zde nebudou uvažovány.

Charakteristiky nejvýznamnějších sil jsou uvedeny v následujícím přehledu:

- van der Waalsovy síly mají elektromagnetickou podstatu, působí vždy, jsou charakterizovány silovým zákonem typu $-6C_{\text{vdW}}r^{-7}$, jsou (slabě) anizotropní a mají slabé orientující účinky. Projevují se ve vzdálenostech 0,1 až 100 nm, ale vlivem „atomární rozmazanosti“ neumožňují vznik atomárního kontrastu, maximální rozlišení je v řádu nanometrů.

Tato interakce zahrnuje tři různé typy interakcí, které ovšem mají stejnou závislost na r , takže lze psát $C_{\text{vdW}} = (C_{\text{ind}} + C_{\text{orient}} + C_{\text{disp}})/(4\pi\epsilon_0)^2$:

- indukovaná složka je způsobena polarizací jednoho atomu v přítomnosti druhého atomu s vlastním dipólovým momentem p_1 , interakce působí i opačně a proto platí $C_{\text{ind}} = p_1^2\alpha_{02} + p_2^2\alpha_{01}$, kde α_0 je polarizovatelnost atomu (v jednoduchém Bohrově modelu vodíku je $\alpha_0 = 4\pi\epsilon_0 a_0^3$, kde a_0 je Bohrov poloměr atomu)
- orientační složka působí jen mezi dvěma atomy s vlastními dipólovými momenty a platí $C_{\text{orient}} = \frac{p_1^2 p_2^2}{3k_B T}$
- disperzní složka je přítomna vždy a je způsobena existencí *okamžitého* dipólového momentu, který se vyskytuje i u atomů bez vlastního dipólového momentu (v případě vodíkového atomu je okamžitý dipólový moment $p_i = ea_0$). Příslušná konstanta je vyjádřena pomocí Londonova vztahu $C_{\text{disp}} = \frac{3\alpha_{01}\alpha_{02}h\nu_1\nu_2}{2(\nu_1+\nu_2)}$, kde $\nu_{1,2}$ jsou absorpční frekvence atomů (frekvence oběhu elektronu). Uvedený vztah je jen přibližný a pro atomy s více absorpčními frekvencemi jej lze zobecnit použitím McLachlanovy teorie.

Z uvedených složek převládá na krátkých vzdálenostech disperzní složka, jejíž energie je přibližně $1k_B T$. Při větších vzdálenostech (nad 10 nm) se začíná projevovat vliv konečné rychlosti světla a síla začíná klesat jako r^{-8} . Je to způsobeno rozfázováním vektorů okamžitého dipólového momentu a jím vyvolané polarizace atomu, čímž se sníží efektivnost interakce. Pro velké vzdálenosti je proto disipační složka zanedbatelná.



Významnou vlastností van der Waalsových sil je **neaditivnost**, tedy síla v přítomnosti více atomů není dána součtem párových interakcí. Působí-li totiž atom A na atom B v přítomnosti atomu C, indukuje atom A pole v atomu C, které se přičte k původnímu poli od atomu A a výsledná interakce mezi atomy A a B bude vyšší. Navíc přítomnost atomu C může ovlivnit i polarizovatelnost atomu B. Celá teorie se stane komplikovanější, začneme-li uvažovat interakci v jiném prostředí než je vakuum.

Zmíněná neaditivnost komplikuje výpočet působící síly mezi tělesy. Výpočty určené prostou integrací nedávají správné hodnoty, ale musí se provádět korekce. Jedním z přístupů k tomuto problému je Lifšicova teorie, která přechází od polarizovatelností diskretních atomů k popisu pomocí spojitě permitivity prostředí. Výsledky těchto přístupů lze shrnout do následujících závěrů. Interakci mezi tělesy charakterizuje tzv. **Hamakerova konstanta** $H = \pi^2 C_{vdW} \rho_1 \rho_2$, kde $\rho_{1,2}$ jsou hustoty obou prostředí, a závislost interakce na vzdálenosti nemusí být mocinná. Pro tělesa z různých materiálů, která interagují v jiném prostředí než vakuum, může být výsledná síla odpuzivá. Na závěr uvedme interakci mezi koulí s poloměrem R a rovinou, která je charakterizována silou $W = -\frac{HR}{6D^2}$, kde D je nejmenší vzdálenost koule od roviny.

- odpuzivé síly krátkého dosahu, které vznikají jednak „aplikací“ Pauliho principu, jednak coulombovským odpuzováním mezi jádry atomu, protože při velkém přiblížení nedochází k úplnému odstínění jejich nábojů. Uvedené síly lze modelovat mocninným zákonem r^{-n} , kde $n > 8$, nebo exponenciálním.
- další síly krátkého dosahu, jako je fyziosorpce a chemisorpce (tvorba vazeb mezi hrotem a vzorkem), kovová adheze (těsné přiblížení dvou kovů, při kterém dojde k překrytí vlnových funkcí, vede k přitažlivé síle), plastické deformace, tření či elastické deformace.
- kapilární síly vznikají buď z již přítomných kapek, nebo hrot působí jako zárodek kondenzace kapaliny. Síla má velikost $F = \frac{4\pi R\gamma \cos \Theta}{1+d/(R(1-\cos \phi))}$, kde Θ je kontaktní úhel, ϕ úhel menisku, γ povrchové napětí. Celková síla, která působí mezi parabolickým hrotem a rovinným vzorkem je $F_{\text{kap}} = \gamma\pi \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) x^2$, kde $r_{1,2}$ jsou hlavní poloměry křivosti menisku a x je poloměr vytvořeného vodního „sloupce“.
- dlouhodobé magnetické a elektrostatické síly.



Obdobně jako je možná spektroskopie energetických stavů u STM, je možno získávat informace v AFM při různých hodnotách síly. Zpravidla se však postupuje trochu jinak, po jednotlivých bodech a spektroskopie se provádí pomocí cyklu přiblížení–oddálení. Během cyklu se měří závislost ohybu nosníku na prodloužení piezokeramiky, která je ovlivněna působícími silami. Označuje se jako F – d křivka, ale na sílu je ji možné převést až po kalibraci nosníku.

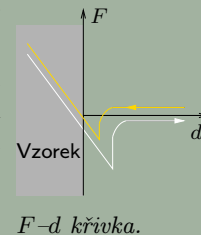
Je zřejmé, že v daleké oblasti, kde není interakční síla, bude graf závislosti rovnoběžný s osou prodloužení (vyjma náhodných fluktuací původu tepelného nebo setrvačnostního), přibližováním se začnou projevat dalekodosahové přitažlivé síly (např. elektrostatické) a přímka se začne zaoblovat dolů (předpokládáme, že přitažlivost se projeví „záporným“ ohnutím). V okamžiku přiblížení na takovou vzdálenost, že začnou působit i silnější síly krátkého dosahu, získá křivka strmější sklon a v určitém okamžiku se projeví nestabilita a nosník přiskočí k povrchu. Jsou-li obě tělesa z dokonale tuhých materiálů, začnou se od této chvíle pohybovat společně a dalším přibližováním vzniká přímka se sklonem 1, rostoucí ke kladným ohnutím (přeruší ji až ulomení nosníku, ale to už není o spektroskopii). Pro běžná tělesa vypovídá sklon křivky o elastických vlastnostech.

Ve fázi oddalování bude nejprve závislost sledovat svou přibližovací část, ale pak bude pokračovat dále do oblasti přitažlivých sil, takže na křivce vznikne hystereze. Ta je způsobena držením hrotu např. ve vrstvě kapaliny, kterou je vzorek pokryt a která se táhne za vzorkem. Dá se tudíž očekávat, že hystereze čistého a pevného vzorku bude nejnižší ve vakuu. K odskočení nosníku od povrchu dojde náhle, po přetržení sloupce vody, ale ve větší vzdálenosti než k přiskočení. Při dalším odtahování bude závislost opět sledovat svoji přibližovací část.

Zmíněná hystereze nemusí vykazovat jen jeden odskok. Bude-li povrch pokryt zkondenzovanou vodou, na níž je ještě vrstvička oleje, objeví se na křivce odskoky dva. Totéž se může projevit v atomárním měřítku, kde je možno pozorovat přerušení jednotlivých vazeb mezi hrotem a vzorkem, popř. přetrhávání molekulárních řetězců. Interpretace je však mírně ztížena dynamickým charakterem měření.

Při realizaci spektroskopie si musíme uvědomit, že měříme signál fotodiody, nikoliv ohnutí nosníku. Vzájemně je lze převést jen tehdy, bylo-li dosaženo oblasti lineární stlačitelnosti (zde je každá změna posuvu piezokeramiky rovna změně ohnutí).

Poznámka: Pohledem na F – d křivku lze lehce určit oblasti jednotlivých režimů. Bezkontaktní měření se provádí napravo od prvního přiskočení, kontaktní měření se provádí buď v lineární části v oblasti odpudivých sil (jak vyplývá z její definice), nebo i v lineární části před odskokem, kde působí síla přitažlivá. Poslední možnost se používá především pro velmi měkké vzorky.





Na hrot při kmitání v nekontaktním režimu působí síly různé podstaty, např. elektrostatické F_V , van der Waalsovy F_{vdW} a chemické síly krátkého dosahu F_{ch} . Všechny síly pak ovlivňují výsledný frekvenční posuv Δf . Lze předpokládat, že uvedené síly působí aditivně (tj. vzájemně nezávisle), a proto lze v prvním přiblížení uvažovat frekvenční posuv ve tvaru $\Delta f = \Delta f_V + \Delta f_{vdW} + \Delta f_{ch}$. Naším cílem bude získat z naměřených dat informace o jednotlivých složkách, tj. síly separovat. Pro tento účel bude nutné zavést nejprve vhodný model hrotu. Postačujícím bude model složený ze dvou těles, jednoho komolého kužele a koule na konci s poloměrem R .

Pokud změříme experimentální závislosti Δf na napětí V mezi hrotem a vzorkem při různých vzdálenostech od povrchu vzorku, budou mít konkávní charakter, přičemž nejbližší křivka bude hodně zašuměna. Všechny křivky by však měly dosahovat maxima při téže hodnotě napětí V_c , odpovídající kontaktnímu napětí. Protože se zakřivení projevuje u všech průběhů, musí jít o dalekodosahovou sílu, nejspíše elektrostatickou. Tento předpoklad se ověří možností použít aproximaci křivky výrazem $(V - V_c)^2$. Protože tato síla zpravidla nesouvisí se studovaným problémem, je vhodné se jí zbavit buď matematickým odečtením, nebo měřením při napětí $V = V_c$. Druhý způsob je mnohem lepší, protože přesně eliminuje tuto sílu. Provedeme-li měření znova s $V = V_c$, působí již v oblasti dále od vzorku jen van der Waalsovy síly, prostou fitací tedy lze určit její parametry. Konečně chemické interakce (resp. interakce krátkého dosahu) získáme uvážením vztahu $\Delta f_{ch} = \Delta f - \Delta f_{vdW}$.

Podívejme se nyní na matematické základy určení interakční síly. Známe vzorec pro změnu rezonanční frekvence, máme je experimentálně určeny a chceme z nich určit tvar síly F . Použijeme-li vztahu $\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{k_{eff}}{2k}$, lze psát

$$k_{eff} = \mathcal{A}(F) = \frac{2}{\pi A_0^2} \int_d^{d+2A_0} F(x) k_1 \left(\frac{x-d}{A_0} - 1 \right) dx,$$

kde $x = A_0 \cos 2\pi f_0 t + d + A_0$ a $k_1(u) = \frac{u}{\sqrt{1-u^2}}$ je jádro operátoru \mathcal{A} . K vyřešení problému stačí najít inverzi operátoru \mathcal{A} , kterou ale nelze získat analyticky. Omezíme-li se na síly krátkého dosahu, můžeme však původní jádro $k_1(u)$ aproximovat jádrem $k_2(u) = \frac{1}{\sqrt{2(1+u)}}$, prodloužit integraci do nekonečna a rovnici přepsat s použitím operátoru \mathcal{B} do tvaru

$$k_{eff} = \mathcal{B}(F) = \frac{\sqrt{2}}{\pi a^{3/2}} \int_0^\infty \frac{F dx}{\sqrt{x-d}}.$$

Nový operátor je již analyticky invertovatelný a umožní nám dopracovat se k \mathcal{A} pomocí postupných iterací. Nejprve pomocí naměřených dat a operátoru \mathcal{B} určíme počáteční odhad F^0 , ze kterého přes operátor \mathcal{A} určíme tuhosti k_{eff}^0 . Rozdíl $k_{eff} - k_{eff}^0$ pak použijeme v dalším cyklu iterace místo naměřených dat a určíme korekci ΔF^1 . Postupným opakováním schématu $F^{n+1}(x) = F^n(x) + \mathcal{B}^{-1}(k_{eff} - \mathcal{A}(F^n(x)))$ získáme výsledek. Uvedený algoritmus je konvergentní pro fyzikálně důležité zákony sil.



Bylo uvedeno, že mezi vzorkem a hrotem působí také síly dalekého dosahu. Nabízí se možnost využít i je k měření. Mikroskopie magnetických sil (**M**agnetic **F**orce **M**icroscopy) využívá působení magnetických sil, probíhá výhradně v bezkontaktním režimu a využívá rozptylové pole \vec{H} vzorku, které vytváří sílu působící na hrot (s momentem \vec{m}), v dipólové aproximaci hrotu $\vec{F}_{\text{mag}} = \nabla(\vec{m}\vec{H})$, pro hrot konečných rozměrů se určuje integrací. Pro aplikace je důležitá reakce pouze na sílu, nikoliv na magnetické pole. Bohužel neexistuje jednoznačný převod ve směru síla \rightarrow magnetizace.

Vlastní měření může být prováděno staticky (citlivost asi 10^{-11} N, úměrná $\vec{F}_{\text{mag}}\vec{n}$, kde \vec{n} je normála k nosníku) nebo střídavě (citlivost 10^{-13} N, sleduje derivaci F'_{mag}). Vzhledem ke dvojí polaritě magnetických sil musí být vždy přidávána ještě pomocná přitažlivá síla F_p (nejčastěji elektrostatická) tak, aby výsledná síla byla vždy přitažlivá. To je nutné pro dosažení stability zpětné vazby, ale komplikuje se zpracování měření, protože se pak sleduje celková síla či její gradient. Je-li vzdálenost od vzorku stálá, je stálá F_p i její gradient a nic se nezmění, v případě stálého signálu se však promítá změna těchto hodnot a výsledky je třeba přepočítat (hledá se funkce $z(x, y)$ taková, aby $F'_{\text{mag}}(x, y, z) + F'_p(x, y, z) = F'_0$, kde F_0 je hodnota udržovaná zpětnou vazbou).

Teoretické zpracování působících sil může být provedeno dvěma způsoby: buď se určí interakce mezi dipóly a provede se integrace přes všechny dipóly vzorku i hrotu, nebo se určí pole vzorku, z něho se určí působící síla na dipól v hrotu a pak se sčítá přes všechny dipóly. Výstup z teoretické analýzy je komplikovaný vztah, do kterého se navíc promítá vzájemné ovlivňování magnetizací vzorku a hrotu. Zanedbáme-li jej a omezíme se na hrot aproximovaný bodovým dipólem s normálou v ose z , dostaneme zjednodušené rovnice

$$F_{\text{mag}} = m_x \frac{\partial H_x}{\partial z} + m_y \frac{\partial H_y}{\partial z} + m_z \frac{\partial H_z}{\partial z}, \quad F'_{\text{mag}} = m_x \frac{\partial^2 H_x}{\partial z^2} + m_y \frac{\partial^2 H_y}{\partial z^2} + m_z \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2}.$$

Do získaného obrazu se bohužel promítá i topografie vzorku. K odstranění lze použít několik metod:

- měří se dále od vzorku, kde převládají dalekodosahové magnetické síly nad krátkými „topografickými“,
- měří se pro dvě hodnoty (často polarity) magnetického pole a obrazy se odečtou,
- prvně se změří jen topografie a při magnetickém měření se předchozím obrazem ovlivňuje zpětná vazba tak, aby byla vzdálenost od vzorku stálá,
- přiloží se sinusové napětí vyvolávající elektrostatickou sílu a ohybový signál na druhé harmonické slouží k řízení vzdálenosti, statická výchylka určuje magnetické vlastnosti.



Rozlišení se charakterizuje bodovou odezvou, základní úvahou je předpoklad lineární superpozice jednotlivých dipólových odezev, pro rovinný objekt ji lze brát jako 2D konvoluci. Uvažujme mag. moment na jednotku plochy $\vec{z}M^S(x, y)$, pak je gradient roven $F'_{\text{mag}}(x, y) = \iint_{\text{vzorek}} g(x - x', y - y') M^S(x', y') dx' dy'$, kde bodová odezva je rovna $g(-x, -y) = \frac{\partial^2 H_z^T}{\partial z^2} \Big|_{\text{povrch vzorek}}$ a H_z^T

je z -složka pole od hrotu, funkce g závisí rovněž na vzdálenosti od povrchu s . Výpočty pro kuželový hrot s kulovým vrcholem ukazují, že pološířka odezvy klesá s poměrem $\frac{R_t}{s}$, dokud není poloměr hrotu mnohem menší než vzdálenost, pak prochází minimem a pro menší hodnoty poměru se stává nezávislou na R_t . Podstatné je, že nejlepšího rozlišení není dosaženo s hrotem nulového poloměru, ten má totiž velkou část mag. náboje po stěnách, které jsou dále od povrchu.

Přímé měření pole lze realizovat oklikou. Uvažujme-li hrot jako bodový dipól v ose z , pak pro gradient síly platí $F'_z = m_z \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2}$ a předpokládejme, že pole je natolik slabé, aby neměnilo magnetizaci vzorku. Přidáme-li nyní homogenní pole H_a , bude celkové pole dáno součtem $H_a + H_{\text{vzorek}}$. Popíšeme-li hrot Langevinovou funkcí $m_z = m_0 \tanh\left(\frac{H_a + H_{\text{vzorek}}}{H_w}\right)$, kde H_w je charakteristická hodnota, pak dosáhneme přesně nulové hodnoty, bude-li platit $H_a = -H_{\text{vzorek}}$. Uvažujme-li střídavou složku přiloženého pole $H_a = H_{DC} + H_{AC} \sin \omega t$, dostáváme pro gradient výraz (v limitě malého pole) $F'_z = (A_{DC} + A_\omega \sin \omega t + A_{2\omega} \cos 2\omega t + \dots) m_0 H_z''$, kde A_i jsou příslušné amplitudy. Ukazuje se, že je-li celkové pole téměř nulové, dosahuje složka A_ω svého maxima. Při měření lze tedy měnit velikost aplikovaného pole H_{DC} a sledovat na frekvenci ω amplitudu odezvy. V okamžiku, kdy dosáhne svého maxima, určíme hodnotu pole H_{vzorek} ze vztahu $H_{\text{vzorek}} = -H_{DC}$.

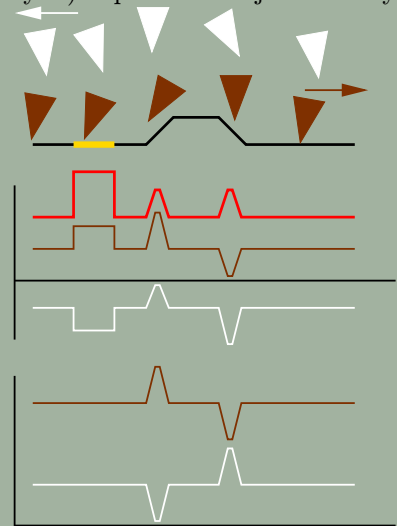


Také po vzniku AFM se začaly objevovat metody, které její základní princip různým způsobem upravovaly. Uvedeme zde některé z nich se stručnou charakteristikou.

Mikroskopie bočních sil (LFM) měří síly, které vznikají při tažení hrotu po povrchu vzorku a způsobují zkroucení nosníku (pro správnou interpretaci je nutné, aby se zkroucení projevovalo nezávisle na ohybu). Zpravidla se jedná o síly tření, které dovolují mapování mechanických vlastností a často i rozlišení mezi materiálově různými oblastmi. Při velkých zvětšeních se občas v signále objevují nesymetrie, které by tam dle očekávání neměly být, zvláště v případě dobře uspořádaných hrotů. Mechanismem, který nesymetrie způsobuje, může být „přilepování“. Ačkoliv se nosník posunuje ve směru skenování, hrot zůstává v místě energeticky výhodném a boční síla narůstá. Až dosáhne kritické hodnoty, dojde k odtržení a přeskoku do nové polohy (stick-slip proces). Do bočních sil se rovněž promítají sklony na povrchu, které užitečný signál zašumují. Zpravidla se předpokládá, že nezávisí na směru skenování a odečtením obrazů v inverzních směrech se vliv topografie odstraní, což ale neplatí zcela, protože hrot je při stejném normálovém zatížení (daném nastavení zpětné vazby) vystaven různým silám při stoupání a klesání a při vzestupu působí ještě „kolizní“ síla (hrot do povrchu může narážet). Při odečtení obrazů proto nedojde k úplnému odstranění topografie, ale jen ke korekci.

Mikroskopie modulovaných sil (FMM) používá modulační techniku v dotykovém režimu s konstantní silou. Necháme-li vzorek vibrovat se stálou amplitudou a frekvencí nad mezní frekvencí zpětné vazby, bude s toutéž frekvencí kmitat i hrot, který je s ním v kontaktu. Amplituda jeho kmitů však bude záviset na elastických vlastnostech vzorku v místě doteku. Měření je možno provádět současně s AFM, jejíž obraz se získává z napětí na piezokeramice.

Mikroskopie fázových rozdílů (PDM) je použitelná s jakoukoliv vibrační technikou a spočívá v registrování změn ve fázovém zpoždění mezi budícím a detekovaným signálem. Je schopna detekovat změny v elasticitě, tření nebo adhezi. Používá se jako analogie FFM pro vzorky měřitelné jen bezkontaktně.



Vliv topografie na síly tření. Žlutá oblast vykazuje vyšší tření, vyznačeny jsou zkruty nosníku. První graf odpovídá průběhům třecí síly (projevuje se i sklon povrchu), druhý pak topografickému ohybu. Po odečtení obou křivek prvního grafu stále zůstává vliv topografie (červená křivka).



Mikroskopie elektrostatických sil (EFM) je obdobou magnetické mikroskopie, mapuje sílu vzniklou po přiložení napětí V mezi vzorek a hrot, jejíž velikost je $V^2 \frac{\partial C}{\partial z}$, kde C je kapacita systému, zahrnující i vcelku nevyužitelnou kapacitu mezi vzorkem a nosníkem (která je sice větší, ale má malý gradient). Do obrazu se promítají nehomogenity topografie, permitivity či nábojové hustoty.

Mikroskopie příčných sil (TDFM) využívá nosníku, který je umístěn kolmo ke vzorku a je rozkmitáván v rovině rovnoběžné se vzorkem. Interakcí se vzorkem se mění koeficient tlumení a tím i amplituda a rezonanční frekvence, jejichž variace lze použít k sestavení obrazu.

Mikroskopie disipativních sil (DFM) mapuje výkon, který nosník ztrácí interakcí se vzorkem. Disipace vzniká následkem hystereze v adhezi mezi vzorkem a hrotem, ale projevují se i jiné principy, protože DFM je možno realizovat s atomárním rozlišením. Výhodou metody je možnost mapovat rozložení hustoty fononů vzorku podél povrchu (v přiblížení obraz závisí jen na vlastnostech vzorku, nikoliv hrotu, což je jistá analogie k STM).

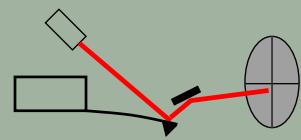
Mikroskopie ultrazvukových sil (UFM) využívá ultrazvukové excitace vzorku, především pro mapování materiálových vlastností. Druhým důvodem může být větší citlivost k silovým gradientům pro vyšší ohybové řády nosníku. Klasická mikroskopie využívá „lineární“ režim detekce, v němž je sledována amplituda a fáze pohybu nosníku. V UFM je použit „nelineární“ režim, při němž se detekuje vzorkem generovaná ultrazvuková síla. Při ultrazvukovém kmitání je modulována vzdálenost hrot–vzorek mezi maximální a minimální hodnotou, které jsou určeny amplitudou buzení a nastavením síly (setpoint). Je-li amplituda kmitů malá, vzdálenost se mění jen v lineární oblasti F – s křivky a středovaná síla odpovídá přednastavené. Pro velké amplitudy se však už projeví nelinearita, středovaná síla obsahuje přídavnou sílu (ultrazvukovou) a tím přídavné ohnutí nosníku → lze provádět mikroskopii.



Oproti STM přibývá v mikroskopu atomárních sil zvláštní detektor měřicího signálu, detektor ohybu. Historicky první konstrukce používaly „dvojitý“ mikroskop, v němž AFM nosník, pokovený z odvrácené strany, sledoval povrch vzorku a jeho pohyb byl snímán STM hrotem, takže v obvodu pracovaly dvě zpětné vazby. Nevýhoda uvedené konstrukce je zřejmá: nákladnost snímače, malá odolnost proti mechanickým otřesům, vliv nečistot na povrchu nosníku a především síla působící mezi STM hrotem a AFM nosníkem, zkreslující výsledky (i když při konstantním proudu by měla být konstantní). Výhodou je naopak nízký tepelný drift.

Další, méně používanou, metodou je detekce ohybu pomocí kapacitního snímače. Na mikroskopu je jedna pevná elektroda, druhá je tvořena pokovením nosníku a dohromady vytvářejí kondenzátor, jehož kapacita se mění s ohnutím nosníku. Opět i zde je nosník ovlivňován elektrostatickou silou.

V současnosti nejběžnější detektor ohnutí je tvořen laserovou diodou, která vytváří skvrnu konečné velikosti a ta dopadá na špičku nosníku a od něj se odráží. Odražené světlo dopadá na světelný detektor, který je rozdělen na dvě citlivé části. Před vlastním měřením se systém mechanicky vyváží tak, aby energie svazku dopadající do obou duantů byla stejná. Při měření se ohyb δ nosníku délky l projeví posunem odrazu (úhlová změna $2\delta/l$), takže energie v jednotlivých duantech už nebudou stejné a z jejich velikostí je možno určit vychýlení nosníku. V současné době se zpravidla využívá kvadrantní detektor, který je rozdělen na čtyři stejné části a umožňuje detekovat pohyb skvrny v dalším kolmém směru — tedy zkrut nosníku. Před měřením je nutno mechanickým zařízením nastavit místo dopadu laseru na špičku nosníku. Toto nastavení se zpravidla děje ručně a nastavení je kontrolováno vizuálně, z toho důvodu může nosník mít v optimálním místě dopadu ze zadní strany zářez. Při nastavování se zářez po dopadu světla silně rozzáří, což pomáhá určit správné nastavení. Konstrukce detektoru obsahuje kromě diody a detektoru ještě nastavovací prvky, kterými se svazek vyvažuje. Např. vystředění polohy svazku vzhledem ke svislým polovinám detektoru se provádí lineárním posuvem detektoru a vzhledem k vodorovným polovinám se k nastavení používá natáčení pomocného zrcátka.



Lepšího výsledku lze dosáhnout s polem n detektorů, alespoň v jednom směru (1D pole), protože duální detektor je vhodný jen pro svazky s gaussovským profilem, popř. svazky s jedním maximem. V případě pole detektorů je svazek čočkou rozšířen a na nezávislé detektory dopadá výkon P_i , zesílení detektoru g_i se mění s ohledem na charakter signálu a výsledkem je vážený součet. Ohne-li se nosník, změní se jednotlivé výkony o ΔP_i (předpokládáme změnu mnohem menší než výkon samotný), celkový signál bude $S = \sum_{i=1}^n g_i \Delta P_i$ (předpokládá se dokonalá odezva a byl odečten offset $\sum g_i P_i$). Vhodná volba koeficientů g_i závisí na šumu v obvodě, volí se tak, aby byl odstup signálu od šumu maximální. S tímto detektorem není třeba ani středování svazku. Vhodnou volbou vah g_i lze detektor zapojit jako předchozí duantový.

Citlivost vibračních měření je omezena teplotními fluktuacemi, které generují kmity s amplitudou $N = \sqrt{\frac{4k_B T Q B}{k\omega}}$ (B šířka pásma, v němž se měří, k_B Boltzmannova konstanta). Platí $\Delta k = F'$, $\frac{\Delta\omega}{\omega} = \frac{\Delta k}{2k} = \frac{F'}{2k}$ a $\frac{\Delta A}{A} = \frac{4}{3\sqrt{3}} Q \frac{\Delta\omega}{\omega}$, z čehož plyne $\Delta A = \frac{2QAF'}{3\sqrt{3}k}$. Položíme-li $\Delta A = N$, obdržíme minimální měřitelný gradient síly

$$F'_{\min} = \frac{1}{A} \sqrt{\frac{27kk_B T B}{Q\omega}}$$

Provádí-li se měření na konstantní frekvenci ω_m , je amplituda po změně rezonanční frekvence na hodnotu ω'_0 dána vztahem

$$A(\omega'_0) = \frac{A_0(\omega'_0/\omega_m)}{\sqrt{1 + Q^2 (\omega_m/\omega'_0 - \omega'_0/\omega_m)^2}},$$

kde A_0 je amplituda pro $\omega'_0 = \omega_m$. Největší citlivosti lze dosáhnout v oblasti největší strmosti křivky $A(\omega'_0)$, což je přibližně pro $\omega_m \simeq \omega'_0 (1 \pm 1/\sqrt{8}Q)$, pak platí $\Delta A = \frac{2A_0Q}{3\sqrt{3}k} F'$. Výhodou metody je značná citlivost, použije-li se nosník s vysokým Q . Nevýhodou nosníků s vysokou kvalitou je jejich doba odezvy. Budeme-li uvažovat tlumený systém s vynuceným kmitáním se silou, která se skokem změní, objeví se po změně přechodný člen s exponenciálním útlumem $e^{-\frac{\omega}{2Q}t}$, závislým na kvalitě nosníku.

Optickou metodou je i detekce diferenciálním interferometrem. Dva svazky vzájemně kolmé polarizace (referenční a měřicí) dopadají na nosník v různé vzdálenosti od místa jeho upnutí. Vzhledem k prohnutí nosníku oba svazky urazí rozdílnou dráhu a to se projeví na interferenci. Výhodou interferenčních metod je minimalizace vlivu narušení optické dráhy a nestability zdroje (oba svazky podstupují tutéž změnu) a menší citlivost na relativní pohyb mezi mechanickou a optickou částí, díky velkému průměru svazku nejsou citlivé na kvalitu povrchu, lze dosáhnout až tepelného limitu a dobré stejnosměrné stability, nevýhodou je nemožnost určení přímo kvantitativní hodnoty amplitudy.

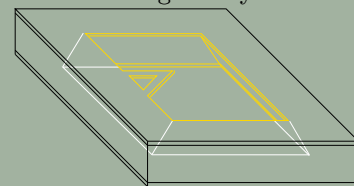


Pro mikroskopie založené na AFM nepostačuje zhotovit ostrý hrot, ale je nutné vytvořit také nosník, který svým ohybem bude indikovat velikost interakční síly. Po prvních pokusech se zahnutými hroty se začaly používat nosníky připravované litografickými technologiemi.

Nosník v AFM slouží jako senzor působící síly. Jsou na něj kladeny požadavky vysoké rezonanční frekvence (ovlivňuje dobu měření a závažnost tepelných driftů) a malé setrvačnosti, oba lze splnit zmenšením hmotnosti. Při vlastním měření se rezonanční frekvence zvětší, protože konec nosníku už není volný. Kvalita odezvy na náhlé změny však je stále určována hmotností a tuhostí, tedy závisí na původní rez. frekvenci. Aby byl senzor dostatečně citlivý na malé síly, musí být nosník snadno ohýbatelný, tedy mít malou tuhost. Její minimální hodnota je však omezena stabilitou měření (aby se hrot „nepřilepil“ k povrchu). Protože v dotykovém režimu působí velké boční síly, musí být nosník odolný proti zkroucení, nejvhodnější se jeví tvar V a X. Vzhledem k tomu, že působící síla je v daném místě stále stejná, je stejná i výchylka konce nosníku. Aby byla úhlová výchylka co největší (některé metody detekce jsou citlivé na úhel vychýlení), je nutno mít co nejkratší nosník. Pro frekvenční techniky je důležitý vysoký činitel kvality Q , v kontaktu není tak důležitý (přiblížení povrchu silně tlumí rezonanci, takže je obtížné ji vůbec pozorovat). Hrot by vždy měl být nejnižším místem celého nosníku. Vlastnosti nosníku závisí na jeho použití, pro dotykové režimy se používají pružné, pro bezdotykové naopak tvrdé. Hrot ani nosník AFM obecně nemusí být vodivý, ale nosník musí být vhodně upraven k detekci (odrazná či vodivá strana odvrácená od vzorku). Velikost litografií vyrobeného nosníku bývá v rozmezí 100–200 μm délka, šířka 10–40 μm a tloušťka do 2 μm .

Pro velmi ploché povrchy bez požadavků na vysoké rozlišení není třeba vytvářet hrot, postačuje vyrobit obdélníkový nosník, který se upevní pod úhlem ke vzorku tak, aby jeden z jeho rohů byl nejbližší a působil jako hrot. Pro vyšší rozlišení lze na tento jednoduchý nosník přilepit zaostřený kousek diamantu, který bude hrot vytvářet. Uvedené nosníky se vyrábějí na destičce Si(100), na kterou se z obou stran metodou LPCVD nanese Si_3N_4 nebo tepelně vytvoří vrstva SiO_2 , jejíž tloušťka určuje tloušťku nosníku. Pak se na obě vrstvy litograficky vytvarují obdélníky v takové poloze, aby spojnice horních a dolních hran ležely v rovinách (111). Ve vrchním obdélníku se vynechá část odpovídající tvaru nosníku a objem Si se anizotropně vyleptá. Po odřezání zbylých částí křemíku získáme nosník přesahující do volného prostoru. Vzhledem k tvaru nosníku je velmi snadné určit jeho konstantu tuhosti k výpočtem.

Pro hrubší povrchy či větší požadované rozlišení je nutno vyrobit nosník i s hrotem. V případě Si_3N_4 se nejprve do (100)Si vyleptá pyramidální díra (povrch se pokryje vrstvou SiO_2 , odkryje se čtvercové okno, anizotropně se vyleptá a odstraní se zbylý oxid), nanese se nitrid, vyžihá se a litograficky se vytvaruje. Hrot však nyní směřuje do materiálu, musíme jej tedy přenést na jiný substrát, například skleněnou destičku. Tento proces je však velmi náročný.

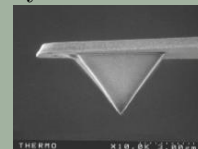


Vytvořený hrot je velmi symetrický, tvarem je pyramidou s vrcholovým úhlem 70° (úhel je omezen krystalografií křemíku) a má poloměr křivosti menší než 30 nm. Obdobné postupy byly vytvořeny i pro SiO_2 a Si hroty se čtyřbokým či kuželovitým tvarem, výhodou křemíkových hrotů je možnost dopování (může být vodivý). Hroty z nitridu jsou proti SiO_2 mechanicky odolnější a mají dobře definovaný hladký povrch, mohou však při tlustších vzorcích vznikat problémy s pnutím. Velmi malá hmotnost takových nosníků umožňuje dosažení vysokých rez. frekvencí (100 kHz) a detekci velmi malých sil (10^{-8} N).

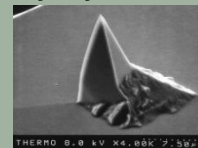
Z důvodu vysoké náročnosti předchozího postupu byly vyvinuty metody, které vytvoří Si hrot ven z materiálu. Navíc je zde výhoda, že nosník a jeho báze jsou vyrobeny z jednoho materiálu, což je dobré vzhledem k teplotním vlivům a všechny části jsou z téhož monokrystalu. K výrobě se používá kombinace izotropního a anizotropního leptání, nosník je z SiO_2 . Technologie je následující: vytvoří se 100 nm tlustá vrstva oxidu na Si(100), nanese se resist a vytvaruje se kruh o průměru 5 μm , který určuje základnu hrotu a provede se anizotropní leptání do objemu křemíku. Po leptání se vytvoří válcovitý „zub“ s téměř svislými stěnami. Nyní se odstraní resist a provede se izotropní leptání, které zub zaostří do hrotu s vrcholovým bodem. Vytvoří se nová vrstva oxidu, která do sebe vloučí vytvořený hrot, aniž by příliš zhoršila jeho parametry (zoxiduje se samozřejmě i vlastní hrot, vše závisí na teplotě), pak se litograficky vytvaruje do nosníku. Tyto hroty jsou osově symetrické, mají poloměry lepší než 50 nm, poměr výšky k poloměru lze měnit volbou poměru anizo/izotropního leptání. Vadí-li špatné mechanické vlastnosti oxidu, lze vytvořený hrot zahrnout do vrstvy nitridu (vrstva oxidu z povrchu se odstraní vyjma malé plošky kolem hrotu, deponuje se nitrid a vytvaruje tak, aby vytvořil nosník a zmizel z hrotu, ponechá se malé překrytí obou vrstev v okolí hrotu).

Nosníky pro speciální účely, vyžadující vysokou tvrdost, lze vyrábět přímo z diamantu, který je možno případně dotovat bórem pro dosažení vodivosti. Nosník lze vyrobit metodou CVD (rozkladem CH_4 žhaveným vláknem) na nosném substrátu, který bývá ještě zdrsňen pro usnadnění nukleace v požadovaných místech. Diamantová vrstva se na základnu připevňuje přes pomocnou kovovou, která musí mít dostatečnou přilnavost k oběma materiálům.

Aktivované hroty Získané hroty lze samozřejmě ještě chemicky upravovat, buď s ohledem na snížení vlivu kapilárních sil, nebo pro tzv. funkčně citlivé zobrazování, při němž sledujeme rozložení vybraných chemicky aktivních skupin. První přístup používá hydrofobních hrotů, které se připravují nanesením organomerkaptanu na napařenou vrstvu zlata či třeba oktadecyltrichlorsilanu rozpuštěného v toluenu. Druhý způsob se používá především pro biologické vzorky a používané vrstvy zahrnují velkou třídu látek.



Dotykový Si_3N_4 hrot.



Bezdotykový Si hrot.



Speciálním případem aktivovaných hrotů mohou být hroty pro mikroskopii magnetických sil, které jsou často vytvářeny z původních AFM nosníků nanosením tenké magnetické vrstvy (Co, CoPtCr, NiFe), protože tenká vrstva zaručuje malé vlastní rozptylové pole (narozdíl od nosníků vytvářených z Ni fólií apod.). Obdobně lze AFM nosník s hrotem pokrýt vodivou vrstvou a provádět tzv. tunelující AFM k měření homogenity dielektrických vrstev.

Nanotrubičky Protože kvalita hrotu je závislá na jeho poloměru křivosti, je snaha jej co nejvíce zmenšit. Jednou z cest je použití nanotrubiček, což jsou duté válcové útvary malého poloměru a relativně velké délky. Kromě štíhlosti vynikají také malou adhezí ke vzorkům (což se projeví hladším obrazem), ohebností (spíše se ohnou než zlomí při bočním nárazu na vzorek), přesnou stavbou (různé hroty lze považovat za identické) a možnost naplnit trubičku chemicky či biologicky aktivní látkou. Trubičky se vyskytují jako jednostěnné (poloměry až 0,5 nm) či mnohostěnné, z materiálů se používají uhlík či WS₂. Ostrost obrazu závisí i na zakončení trubičky, uhlíkové mají pětiúhelníkové, WS₂ pak trojúhelníkové. Nanotrubičky se vyrábějí pomocí elektrických výbojů nebo CVD metodou. Ke měření se zpravidla nepoužívají samotné, ale přichycují se na otupenou část běžného AFM hrotu.

Piezorezistivní nosníky Všechny uvedené nosníky byly uzpůsobeny pro světelnou detekci ohybu. Je-li nosník vyroben z piezorezistivního materiálu, může přímo sloužit jako detektor. Jeho ohybem dojde ke změně odporu piezorezistoru, která vytváří obraz. Pro nosník obdélníkového průřezu (tloušťka d , šířka b , délka l) je relativní změna odporu po zatížení silou F rovna $\frac{\Delta R_{t,1}}{R} = \pi_{t,1} \frac{6Fl}{bd^2}$, kde π je piezorezistivní koeficient v podélném (l) a příčném (t) směru.

Nejjednodušší konstrukce používá nosník z křemíku, který obsahuje vysoce dotované oblasti vykazující piezorezistivitu, ovšem jen do poloviny tloušťky nosníku (v opačné polovině má namáhání opačný směr a signál by se blížil nule). Změny odporu se zpravidla měří můstkovou metodou. Složitější konstrukce mohou detekovat současně laterální i vertikální ohyby.

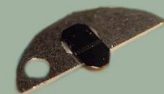
Aktivní nosníky V některých případech není vhodné, aby nosník vystupoval jen jako pasivní člen mikroskopu. Aktivní nosníky se používají ke dvěma různým aplikacím. Jednou je buzení kmitů nosníku, protože standardní způsob rozkmitávání báze vyžaduje složitější teoretickou analýzu (přenos vibrací nosníkem), představuje větší mechanickou zátěž piezokeramiky a vytváří stejný pohyb všech nosníků při použití pole nosníků. Proto se nosníky upravují k přímému buzení za pomoci magnetického pole. Jedna z variant používá nosník z části magnetický (pokrytí vrstvou, připevnění magnetické částice) a buzení střídavým magnetickým polem, druhá používá vodivý hrot, kterým protéká proud, jímž vytvářené magnetické pole interaguje se statickým magnetem. Druhá z metod je výhodnější, protože umožňuje nezávislé řízení kmitů jednotlivých nosníků.



Druhou aplikací aktivních nosníků je obcházení mechanického omezení zpětné vazby. Při rychlém skenování totiž piezokeramika nestačí vyrovnávat polohu nosníku, čímž omezuje rychlost sběru dat. Použijeme-li nosník, který je pokryt vrstvou z piezoelektrika, můžeme část ohybu dorovnávat přivedením napětí na tuto vrstvu. Výsledný obraz pak je kombinací napětí z piezokeramiky a uvedené vrstvy. Nevýhodou metody je náročnější detekční obvod, protože stejné výchylce konce nosníku odpovídá více možných prohnutí a tedy i poloh odraženého svazku na detektoru.

Konstrukční poznámky

Vyrobený nosník zpravidla zůstává připevněný na bázi, přes kterou se upevňuje do mikroskopu. Pro usnadnění manipulace se báze většinou přilepuje na další podložku, která usnadní uchopení pinzetou a připevnění k držáku. To bývá realizováno buď magneticky, nevádí-li magnetické pole, nebo zasunutím do úchytky.



Pro některé aplikace je důležitá rychlost snímání dat. Protože je omezována především parametry skeneru, obchází se pomalost použitím několika téměř identických nosníků na jedné bázi současně. Nosníky mohou být uspořádány jak v řadě, tak do dvourozměrného pole.

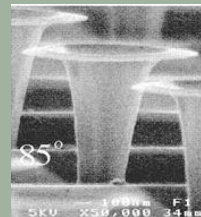
Někdy se na jedné bázi v jednom výrobním procesu vytváří více nosníků, které se liší svými parametry, především délkou a šířkou (snáze ovlivnitelné volbou masky). Narozdíl od předchozího bodu zde nejsou určeny k současnému skenování, ale jeden z nich se musí k měření vybrat, nejčastěji bočním sklonem nosníku.

Nosníky stejného typu z různých výrobní šarží se od sebe mohou lišit a to především v tloušťce nosníku. Jak je vidět ze vztahu pro rezonanční frekvenci, je to parametr, na kterém lineárně závisí. Proto se hodnoty rezonančních frekvencí liší až o násobky.

Pro optickou detekci je nosník potřeba ze zadní strany pokrýt odrazivou vrstvou kovu (např. Au). Vytvořená vrstva však způsobuje problém při změnách teploty, neboť má jinou tepelnou roztažnost než nosník a dochází k nežádoucímu ohybu.

Inverzní AFM Mikroskopie atomárních sil může pracovat i v tzv. inverzním režimu. V něm se nejprve vytvoří dvojrozměrné pole hrotů (na polovodičové destičce se vytvářejí pyramidy) a vzorek se upevní na plochý nosník. Bude-li vše zařízeno tak, aby vzorek na nosníku během skenování interagoval vždy jen s jedním hrotem, můžeme sestavovat obraz. Výhodou inverze je možnost různě chemicky (biologicky) aktivovat jednotlivé hroty a sledovat jejich interakce se vzorkem „najednou“, nevýhodou je omezení na hmotnost a velikost vzorku. Vzorek se na nosník připevňuje přilepením epoxidem.

Pro přesné aplikace AFM je nutno znát nejdůležitější charakteristiky použitého hrotu, především jeho poloměr křivosti. K charakterizaci se používají všechny ostatní mikroskopie (EM, světelná, FIM), ale vždy je jejich použití spojeno s problémy (náročnost, zničení, ...). Druhou metodou charakterizace je vytvoření standardního vzorku a vypočítání tvaru hrotu ze získaného obrazu. Ideální by byl tenký a tuhý sloupec (charakteru δ -funkce), přes který by sonda skenovala. Takový objekt je samozřejmě nemožno vyrobit, skutečné štíhlé objekty se navíc značně ohýbají. Geometrii hrotu by umožňoval takový vzorek stanovit s rozlišením daným vzorkovacím intervalem za předpokladu, že sonda není „podřezaná“. Vzhledem k pevnosti se raději používají jiné testovací struktury – podřezané a kuželovité. Druhé umožňují lehkou interpretaci obrazů, je-li znám poloměr hrotu a vrcholový úhel kužele, omezení citlivosti na poloměr je dáno rozměrem testovacího prvku, na úhel úhlem vzorku. Podřezané struktury dovolují určit jakékoliv úhly sondy, minimální určitelný poloměr omezuje konečná velikost hrany struktury a podřezaná část dodává struktuře vysokou odolnost proti zátěži skenování. Problematičtější je výroba takové struktury, ale lze použít například tento dvoustupňový proces. Nejprve se použije iontový svazek Ga^+ s gaussovským profilem proudu, který tvaruje (111)Si po dobu 2 až 40 s. Vzhledem k rozložení intenzity je vnitřek místa dopadu odtryskán pryč a jeho okraje jsou implantovány ionty Ga. Postupně se vytvoří matice těchto prvků (dutin s definovaným tvarem) a následuje druhý krok, odleptání v 80°C teplé směsi KOH/IPA/ H_2O , která odstraní neimplantovaný křemík, místa s koncentrací galia nad $3 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-1}$ zůstanou nedotčena, výsledkem leptání je vytvoření matice trychtýřovitých struktur.



Testovací trychtýř.

K získání tvaru hrotu je možno použít i koloidních částic, které lze vhodně použít k současné rekonstrukci s obrazem např. biomolekul (lze je uchytit na povrch současně s biomolekulami a obojí zobrazit, část obrazu s kuličkami použijeme k rekonstrukci tvaru hrotu, zbytek obrazu rekonstruuje pomocí známého tvaru hrotu). Chyby, které se při této metodě projevují, jsou způsobeny především drsností povrchu kuliček, strukturami hrotu menšími než poloměr kuliček a zbytky média z přípravné fáze, které se drží kolem kuliček.

K testování nesymetrií hrotu a podobných vad lze použít samozřejmě jakýkoliv vzorek, který známe dostatečně přesně. Může to být například kalibrační mřížka nebo stupeň, případně lze sledovat změny obrazu při změně úhlu skenování (u symetrického hrotu se změny nepozorují).



Signál, který se snímá z nosníku, umožňuje určit pouze jeho koncovou výchylku z . To postačuje pro mapování povrchu v režimu konstantní síly i pro kvalitativní spektroskopii sil. V případě potřeby kvantitativní charakterizace je nutno určovat i příslušnou sílu, proto je třeba nosník nakalibrovat – určit jeho konstantu tuhosti k . Z té pak lze určit sílu dle vztahu $F = kz$. Teoreticky je k dána rozměry a materiálovými vlastnostmi nosníku a měla by být stejná pro jeden typ nosníku, ale v praxi je obtížné dodržet stejné vlastnosti i u jedné sady nosníků, natož v typové řadě (především se liší tloušťka nosníků), proto je kalibrace nezbytná. Rozhodně se nedoporučuje spoléhat na nominální hodnoty udávané výrobcem.

Pro kalibraci nosníku se používá několik metod, využívajících různých principů i modelů nosníku:

- Nosník se aproximuje lineární pružinou a ze změřené rezonanční frekvence f_r se spočítá $k = m(2\pi f_r)^2$, kde m je hmotnost nosníku, kterou musíme znát velmi přesně (náročný požadavek).
- Obdobně jako v předchozím případě použijeme model pružiny, ale s efektivní hmotností závislou na tvaru (pro obdélníkový průřez $m^* = 0,24m$). Přidáme-li na konec nosníku hmotnost M , je jeho rezonanční frekvence $f_{r'} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{M+m^*}}$, speciálně pro $M = 0$ lze psát $f_r \sim \frac{1}{2\pi l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}}$, a posléze přepsat do tvaru $M = k(2\pi f_{r'})^{-2} - m^*$. Z této lineární závislosti $M - (2\pi f_{r'})^{-2}$ lze pak určit k .

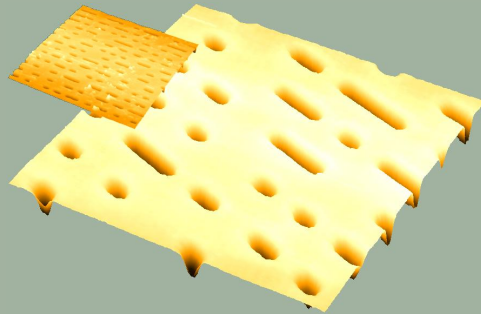
Experimentálně se měření provede přidáním malé kuličky (např. z wolframu) na stranu hrotu pomocí mikropipety, využívá se síly menisku nebo se kulička přilepí a započte se i hmotnost lepidla. K výpočtu hmotnosti se použije hustota materiálu a poloměr kuličky, obojí má vliv na přesnost metody, další vliv má přesnost umístění kuličky. Při realizaci **nemusíme** znát hmotnost nosníku, ale metoda může být destruktivní.

- Další možností je určení tuhosti z tepelného pohybu. Vztah, který byl uveden dříve, obsahoval konstantu k . Změřením střední amplitudy tepelného pohybu lze tedy k stanovit. Metoda je vhodná jen pro měkké nosníky ($k < 0,05$ N/m), protože amplituda kmitů je jinak velmi malá. Problémem metody může být určení *lokální* teploty a zahrnutí vyšších módů kmitání (chyba až 30%). Dalším problémem může být citlivost optické detekce na ohyb $\frac{dz}{dx}$, který je závislý na tvaru módu.
- Tuhost se dá určit také pomocí statického zatížení. Na nosník zavěsíme kuličku a určíme ohybový signál vlivem její tíhy. Abychom odstranili neurčitost nezátížené polohy, nosník obrátíme a změříme ohnutí na druhou stranu, čímž získáme výchylku X (v nA). Známe-li hustotu ρ a poloměr R kuličky, lze určit tuhost pomocí $k = \frac{8\pi}{3} \rho R^3 g \frac{c_n}{X}$, kde g je tíhové zrychlení a c_n převodní koeficient sensoru.

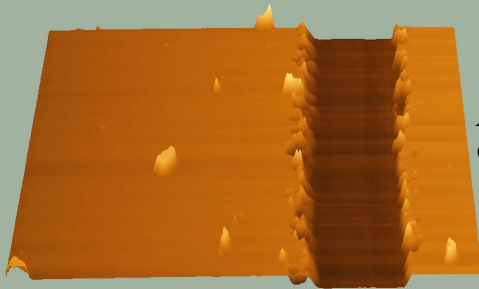


- Kalibrovat lze i porovnáním se standardem, který působí proti nosníku. V případě aktivního standardu se používá přesný pohybový člen, který definovaným způsobem tlačí na nosník a ohýbá jej, v případě pasivním je hrot vtlačován buď proti pevnému povrchu, nebo proti druhému nosníku známých vlastností.
- Mezi kalibrace lze zařadit i matematické metody, které počítají tuhost nosníku např. pomocí metody konečných diferencí a udávají její závislost na geometrických rozměrech a modulu pružnosti E . Zde ovšem musíme uvažovat tvar nosníku. Nejjednodušší je případ obdélníkového nosníku, pro který máme $k = \frac{Et^3 w}{2l^3}$. Nosníky tvaru V se zpravidla uvažují jako dva paralelní obdélníkové nosníky a zavádí se korekce pro úhel Θ mezi rameny, $k = \frac{Et^3 w'}{2l^3} \frac{\cos \Theta}{1 + 4 \left(\frac{w'}{b}\right)^3 (3 \cos \Theta - 2)}$, kde w' je šířka ramene rovnoběžně se základnou a b je šířka celého nosníku v základně.

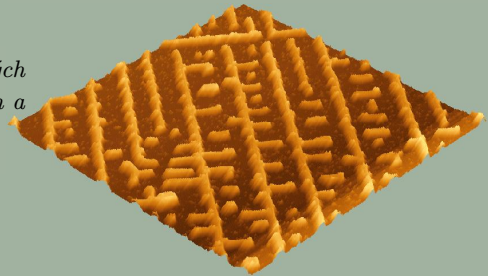
V případě mikroskopie laterální síly je nutno kalibrovat i laterální konstantu tuhosti k_l , což je obecně složitější a provádí se pomocí řízeného zkrucování nosníku působením síly mimo podélnou osu nosníku. Postupovat lze rovněž matematicky, laterální tuhost obdélníkového nosníku je dána vztahem $k_l = \frac{Gt^3 w}{3lh^2}$, kde torzní modul je $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$.



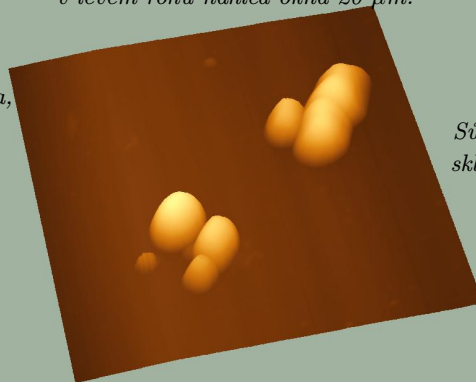
AFM lze používat ke kontrole kvality vyrobených CD, jednotlivé prohlubně mají šířku $\sim 0,5 \mu\text{m}$ a hloubku asi 100 nm . Skenovací okno $5 \mu\text{m}$, v levém rohu náhled okna $20 \mu\text{m}$.



Vrstva SiO_2 napařená na skle. Zobrazena je rýha, sloužící ke stanovení tloušťky vrstvy (zde asi 180 nm).

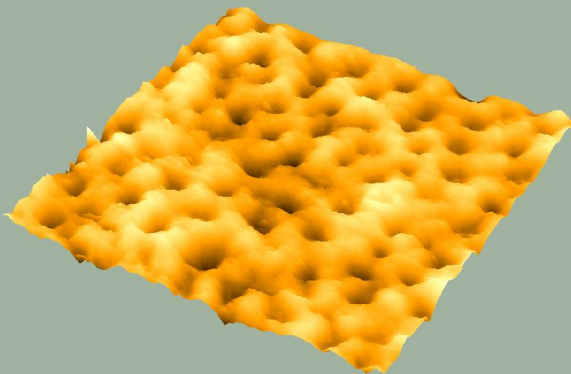


Sůl vykrystalizovaná na povrchu mikroskopického sklíčka. Zde jako demonstrace, co všechno dokáže zabránit měření. Někde mezi solí jsou chromozomy.

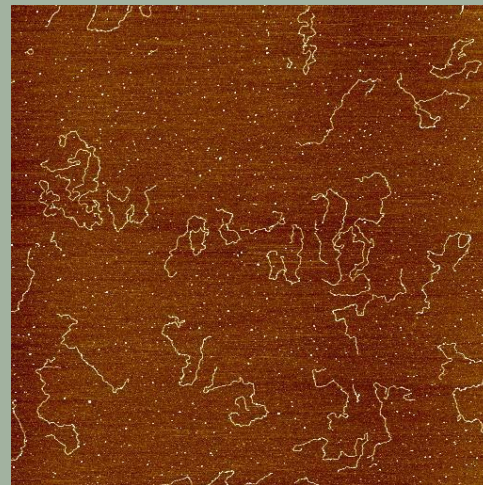


Nanočástice Fe_2O_3 na povrchu slídy, skenovací okno $1 \mu\text{m}$.

Pro studium biologických vzorků je zvlášť vhodný poklepový režim, protože vyžadují vysoké rozlišení, ale nebývají moc soudržné. Mnohdy je zapotřebí vyšetřovat biologické vzorky v jejich přirozeném, kapalném prostředí. Mikroskopie atomárních sil, ve všech uvedených variantách, nám taková měření umožní. Je možno ponořit celý nosník do kapaliny, nanesené na povrch vzorku, a sledovat zde jeho topografii. Přítomnost kapaliny si vyžádá jistou korekci v měřicí sestavě. Musí se uvažovat viskózní tření a s ohledem na něj volit rychlost skenování, zvolit vhodnou metodu detekce a také materiál nosníku. Zvláštním problémem biologických vzorků při velkých zvětšeních bývá jejich lokalizace, protože jsou na podložce nerovnoměrně rozptýleny.



Tento vzorek ovšem zvláštní zacházení nevyžaduje, protože se jedná o dostatečně tvrdý povrch zubu. Obrázek byl získán dotykovou metodou a ukazuje kanálky v dentinu.



Obrázek DNA byl získán v poklepovém režimu, velikost okna 5 μm .



Spustit test

1. Při dotykovém AFM měření

působí na hrot převážně van der Waalsova síla.

se charakter síly mění podle topografie vzorku.

působí převážně síla plynoucí z Pauliho principu.

je interakční síla mezi hrotem a vzorkem nulová.

2. Dotyková AFM pracuje ve dvou základních režimech:

konstantní výšky a konstantního proudu.

konstantní výšky a konstantní síly.

konstantní frekvence a konstantního výšky.

konstantní frekvence a konstantní síly.

3. V bezdotykové AFM je budicí frekvence vzhledem k rezonanční frekvenci nosníku

větší.

stejná.

menší.

libovolná.

4. Teoretická citlivost bezdotykové AFM je omezena

přesností polohování piezokeramiky.

délkou nosníku.

tepelnými kmity nosníku.

odraznou plochou nosníku.

5. Mikroskopie magnetických sil přímo měří

gradient magnetické síly.

intenzitu magnetického pole vzorku.

magnetickou indukci vzorku.

magnetickou sílu.

6. Kalibrace konstanty nosníku k pro účely spektroskopie sil

je zbytečná, jsou-li známy parametry udané výrobcem

je nutná vždy.

je nutná jen u prvního nosníku z výrobní série.

není třeba vůbec.

Vyhodnotit Správné odpovědi:



V klasické optické mikroskopii dalekého pole se k zobrazování používají optické prvky, které vnášejí omezení rozlišení vlivem difrakčních jevů. Maximální rozlišení je rovno vlnové délce použitého záření. Na toto omezení můžeme nahlížet skrz přenosovou funkci volného prostoru

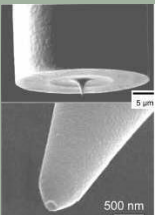
$$\mathcal{H}(f_x, f_y) = e^{-2\pi i \sqrt{\frac{1}{\lambda^2} - f_x^2 - f_y^2} d},$$

kteřá má jednotkovou absolutní velikost pro prostorové frekvence, pro něž platí $f_x^2 + f_y^2 \leq 1/\lambda^2$ (zde tedy dochází pouze ke změně fáze) a pak se přemění ve funkci exponenciálně klesající se vzdáleností d od zdroje obrazu, přičemž charakteristická délka tlumení je přibližně λ . Protože klasická mikroskopie pracuje ve velké vzdálenosti, nedokáže zobrazit frekvence nad danou mezí. Budeme-li obraz snímat ve vzdálenosti menší než λ od vzorku (v blízké oblasti), frekvence se přenesou a dosáhneme rozlišení pod difrakčním limitem. V principu vždy stačí použít stínítko s otvorem (aperturou), které se pohybuje v těsné blízkosti povrchu vzorku. Osvětlení může být například z druhé strany v transmisním uspořádání a je homogenní po celém povrchu.

Také jakékoliv rozhraní mezi různými prostředními ovlivňuje rozložení elektromagnetického pole (např. koncentrace pole na hrotu, vymizení pole na dokonale vodivém povrchu apod) a toto narušení je zpravidla patrné na vzdálenost srovnatelnou s velikostí struktury, která jej vyvolala. Při vysokých frekvencích se každá nehomogenita vystavená poli sama stane zdrojem záření – anténou. Může tedy být pro účely mikroskopie sonda s otvorem nahrazena ostrým hrotem.

Rozlišení NFSOM se definuje obdobně jako v klasické optice jako první nulový bod přenosové funkce. Budeme-li uvažovat kruhovou aperturu položenou na vzorku, bude funkce rozšíření kvadrátem aperturní funkce. Funkce frekvenčního přenosu pak bude mít tvar $\frac{2J_1(2\pi Rf)}{2\pi Rf}$, kde R je rozměr apertury. Z polohy nulového bodu pak plyne rozlišení $f = \frac{0,61}{R}$, které je **nezávislé** na λ . Lepšího rozlišení lze tedy dosáhnout menší aperturou, v čemž jsme však omezeni jednak technologií výroby, jednak účinností přenosu energie, která klesá jako $(\frac{R}{\lambda})^6$. Další omezení rozlišení plyne z většího průměru sondy, zvláště na hrubých površích, kde dochází k mechanické interakci se vzorkem.

Základní uspořádání mikroskopů v blízkém poli je tvořeno stínítkem s aperturou, zdrojem světla a detektorem. Je možno použít aperturu v blízkosti stínítka a detektor v dalekém poli (osvětlení je ze strany otvoru a je homogenní, po průchodu šterbinou je v blízké oblasti ještě kolimováno a prochází vzorkem, po výstupu z otvoru má svazek průměr daný průměrem otvoru, za vzorkem se rozšíří, ale to již dosažené rozlišení neovlivní), detektor v blízkém poli a otvor dále (nebo vůbec ne) či použít hrot jako světelný zdroj. Metoda může pracovat na průchod či na odraz, vznik kontrastu je podmíněn variacemi v odrazu či lomu, absorpci, polarizaci nebo fluorescenci.



NFSOM hrot.

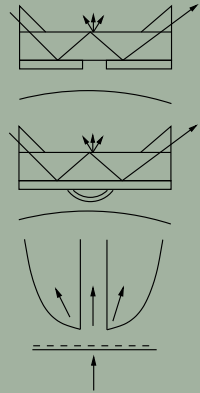
Mezi základní uspořádání metody patří:

transmisní otvorové, při níž světlo laseru prochází otvorem, pak vzorkem (např. polopropustným filmem) a z druhé strany je detektor, lze použít např. i mikropipetu zvenčí pokovenou, ozařuje se buď široký konec pipety nebo se záření sbírá ostrým koncem pipety (nevýhodou plošného ozáření vzorku je možnost nežádoucích fotochemických reakcí a vliv specklu);

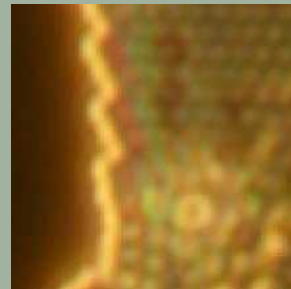
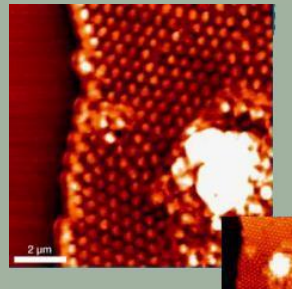
otvorové odrazové, kdy je sonda tvořena vlnovodem a má na povrchu otvor, ve vlnovodu se šíří světlo podél vzorku za podmínky totálního odrazu a v místě otvoru uniká ven, odráží se od vzorku a prochází sondou kolmo na rovinu otvoru;

odrazové rozptylové, které má podobné uspořádání jako předchozí, ale místo otvoru je na sondě výstupek, z něhož světlo uniká — umožňuje lepší přístup k povrchu;

transmisní sběrové, kdy světlo prochází skrz vzorek a z druhé strany je v blízké oblasti hrotový detektor (vlnovod).

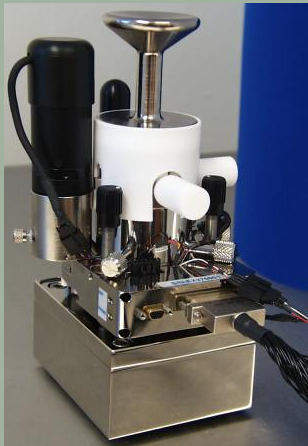


Následující obrázek je ukázkou možností NSOM. Zobrazen je standardní vzorek, tvořený z polystyrenových kuliček se jmenovitým průměrem 500 nm. Vlevo je obraz NSOM mikroskopu (vložený obrázek ukazuje současně snímání obraz smykových sil), vpravo běžného optického mikroskopu při zvětšení 50×. Oba obrázky v odrazném uspořádání.



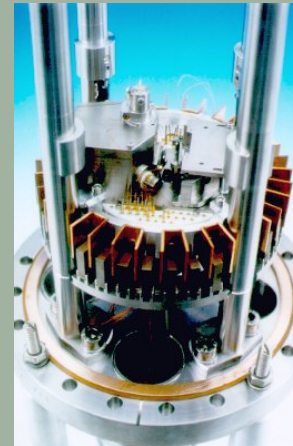
V další části textu se budeme stručně zabývat konstrukcí jednotlivých částí mikroskopu, především obecnými záležitostmi, platnými pro všechny variace SPM. Celková stavba mikroskopu může být realizována několika způsoby. Starší konstrukce používají tělo mikroskopu ve tvaru \square , protože hrot je třeba vždy umístit proti vzorku. Novější konstrukce používají spíše provedení stolečku, na který se pokládá měřicí hlava.

Původní konstrukce byly určeny pouze pro vakuové prostředí (staví se i v přírubovém provedení), v současnosti většina mikroskopů pracuje na vzduchu, pokud to není na závadu vzorkům. Mikroskopy, které jsou určeny pro práci ve vakuu, jsou konstrukčně náročnější, protože musí být zajištěna výměna vzorku v evakuovaném prostoru, což s sebou nese nutnost stavby „podavače“, který je vzhledem ke své délce náchylný k vibracím. Materiály mikroskopu musí být schopny snést procedury na očištění a odplynění vzorku, realizované za zvýšených teplot.



Mikroskop AFM Explorer, provedení s příkládanou hlavou.

Na fotografiích jsou vyobrazeny dva komerčně dodávané mikroskopy.



Mikroskop Omicron UHV AFM/STM, přírubové provedení.



Slouží spíše ke vkládání vzorků než k měření, provádí makroskopický posuv hrotu směrem ke vzorku do takové vzdálenosti, která je dosažitelná jemným piezokeramickým manipulátorem. Konkrétní provedení závisí na podmínkách, do nichž je zařízení určeno (vakuum – chodítka, nízké teploty – pružinový) a na typu pohybu (zda se pohybuje vzorkem, hrotem nebo hlavou mikroskopu – velmi rozdílná hmotnost). Vhodná realizace by měla splňovat podmínky rychlosti, pevnosti, opakovatelnosti, nízkého přenosu vibrací a geometrie. Často se využívá řízení krokovým pohybem, hrubý posuv může mít dvě funkční části, jednu přístupnou operátorovi přímo, druhou prostřednictvím elektroniky, přibližování se pak děje ve dvou krocích, nejprve rychle manuálně ve velkých vzdálenostech a posléze pomaleji elektricky.

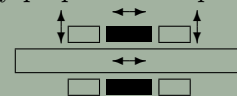
Mechanické posuvy bývají následujících konstrukcí:

šroub buď přímý nebo s redukčním mechanismem (pákový, pružinový, ozubený), mají přesně definovaný krok, jsou stabilní, ale vyžadují řízení motorem, což je zdroj vibrací nebo ohřevu.

chodítka využívá piezokeramiky pro realizaci kroků, jedním představitelem je tzv. veš, tvořená dvěma kolnými piezoelektrickými destičkami, k nimž jsou připevněny tři vodivé nožičky, oddělené vrstvou izolantu s vysokou permitivitou od podkladové vodivé desky, elektrickým „přilepením“ (přivedení napětí) nožičky s následnou aktivací piezodestičky, přichycením jiné nožičky, uvolněním původní a relaxací piezodestičky se realizuje jeden krok. Toto řešení již patří historii, ale novější konstrukce – inchworm je stále používána.

kluzný pohyb používá skokovité změny směru a rychlosti pohybu k dosažení relativní změny polohy včetně rotace. Využívá tření, pokud se nosná deska prudce roztáhne a pomalu relaxuje, na ní ležící vzorek není schopen první pohyb sledovat a smýká se po povrchu desky. Tato zařízení nejsou schopna realizovat definovaný krok a málo se používají.

Již zmíněný **inchworm** (lineární piezokeramický motor), je tvořen dlouhou hřídelí, kolem níž je válcová tuba z piezokeramiky s vnější elektrodou rozdělenou na tři nezávislé segmenty podél osy. Krajsní segmenty jsou schopny po přiložení napětí pevně sevřít hřídel, zatímco prostřední se pod napětím roztahuje podél osy. Zařízení pracuje v cyklech, nejprve se sevře jeden krajsní segment, roztáhne se střední, sevře druhý krajsní, první se uvolní a prostřední se nechá relaxovat. Je-li prostřední segment upevněn, dojde po cyklu k posunu hřídele o jeden krok (jeho velikost je dána roztažením prostředního elementu). Výhodou zařízení je možnost realizovat dlouhé lineární pohyby, omezené jen délkou hřídele (v délce nás omezuje nosnost zařízení a ohyb hřídele).



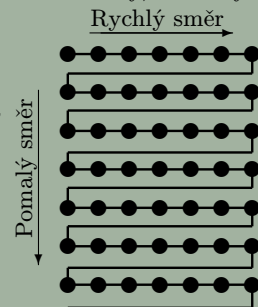


Pohybový prvek – skener – slouží jednak k realizaci jemného pohybu během vlastního měření, jednak k přiblížení hrotu ke vzorku po hrubém posuvu. Je realizován téměř výhradně piezokeramicky[†], protože musí splňovat náročné mechanické požadavky (přesnost nastavení polohy $\delta z = 1$ pm, $\delta x = \delta y = 10$ pm, pohyb hrotu v ose z v rozsahu až $10 \mu\text{m}$ plynulým pohybem beze skoků), a zároveň nesmí omezovat možnosti měření (rozsah skenovacího okna od jednotek nm až $100 \mu\text{m}$ a možnost změny jeho velikosti a polohy). Zvláště s ohledem na skenovací rozsahy se používají výměnné skenery, s různým rozsahem a různou konstrukcí.

Při vlastním měření může skener vykonávat dvě funkce. První (používanou téměř vždy) je skenování, tedy přemísťování hrotu po zvolené rovině rovnoběžné[‡] s povrchem vzorku definovaným způsobem. Zpravidla se měření provádí v pravidelném rastru, tedy polohy hrotu vytváří síť měřicích bodů (zpravidla čtvercovou, nepravidelné rastry se používají jen pro speciální účely). Pohyb hrotu je realizován po řádku v tzv. rychlém směru (fast-scan), když je hrot na konci řádku, provede se kolmý posuv v pomalém směru (slow-scan) a hrot se bez měření vrací na začátek řádku.

Druhou funkcí skeneru je pohyb kolmo ke vzorku během měření, zpravidla ve spolupráci se zpětnou vazbou k udržení konstantního signálu. V některých případech (spektroskopie sil) skener vykonává jen tento pohyb, popř. kombinaci, při které není skenování pravidelné, ale dochází jen k přesunu do předem vybraných bodů.

Mikroskopy jsou zpravidla stavěny na pevně zvolenou sadu počtu měřicích bodů na řádek i počet sloupců, mnohdy se dají skenovat pouze čtvercová okna. Velikost kroku už je však závislá na zvoleném skeneru a velikosti skenovacího okna. V základním stavu jsou osy skenované oblasti rovnoběžné s jednotlivými piezoprvky, ale elektronicky lze zajistit skenování pod libovolným úhlem.



[†]Pohyb lze realizovat také pomocí elektrodynamických převodníků (např. systémů z reproduktorů). Mají sice menší přesnost (asi 10 nm), ale umožní skenovat větší oblasti (až 1 mm).

[‡]Rovina nemusí být rovnoběžná vždy, například provedení s příkládanou hlavou používá hlavu mírně skloněnou dopředu, tím se nakloní i skenovací rovina. Častěji není rovnoběžná kvůli sklonu vzorku, vzniklému např. šikmým přilepením na podložku.



Základním piezokrystalickým materiálem je keramická směs PZT (tj. $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$), která se dotuje různými příměsemi pro dosažení požadovaných vlastností, nebo BaTiO_3 . Výroba piezokeramiky se provádí zpravidla práškovou technologií, spékáním prášku ve formě požadovaného tvaru. Piezoelektrický jev je podmíněn přítomností vlastních dipólů krystalků, které jsou ovšem u prášku nahodile uspořádány a způsobují prodloužení, které je ve výsledku nulové. Proto se musí po spečení trubička opět zahřát a vystavit stejnosměrnému el. poli, které jednotlivé dipóly orientuje do svého směru. Po úplném přeorientování je vzorek rychle zchlazen, čímž si dipóly uchovávají svou orientaci. Piezokeramika umožňuje realizovat roztahení v intervalu od méně než 0,1 nm až do stovek mikrometrů při napětích od 1 mV do 1000 V. Základní charakteristikou piezoelektrik je piezoelektrická konstanta, která udává velikost změny rozměrů po přiložení napětí. Konstanta má tenzorový charakter a je závislá na teplotě. Při nižších teplotách má menší hodnotu, což umožňuje přesnější nastavování, ale menší rozsah.

Piezokeramika se používá v několika tvarových modifikacích, ze kterých se sestavuje vlastní skener (v dalším je zavedena konvence, že polarizace má směr osy z , označené číslem 3, a orientaci od kladného pólu k zápornému):

pásek (hranolek) o délce l a tloušťce t , k němuž se napětí připojuje kolmo na podélnou osu (ve směru l). Po přiložení napětí V dojde k protažení pásku $\frac{\Delta l}{l} = \frac{d_{31}}{t}V$, kde $d_{31} < 0$ je piezoelektrický koeficient v patřičném směru. Rovněž nastává změna tloušťky $\Delta t = d_{33}V$, kde $d_{33} > 0$.

bimorfnní pásek je tvořen dvěma pevně spojenými pásky stejného materiálu a polarizace, mezi nimiž je vodivá elektroda. Vnější elektrody jsou připojeny na stejný pól napětí, tedy je v každém elektrické pole jiného směru, jeden pásek se zkracuje, druhý roztahuje a výsledkem je ohyb pásku. Pásek by mohl být používán upevněný na jednom konci, ale to je nevýhodné z hlediska rezonančních vlastností, proto bývá upevněn na obou koncích a pohyb je realizován prohnutím uprostřed. Velikost prohnutí je pak dána vztahem

$$\Delta x = \frac{3}{8}d_{31}V\left(\frac{l}{t}\right)^2.$$

sestava disků je tvořena několika disky na sobě. Protože prodloužení Δt je nezávislé na t , nepomůže zvětšení tloušťky jednoho disku, ale je nutno disky skládat a prokládat mezi nimi elektrody, které se pak spojí ob jeden na stejné napětí. Sousední disky musí mít opačnou polarizaci a výsledné prodloužení závisí na počtu disků N vztahem $\Delta t = Nd_{33}V$.



laminát je tvořen soustavou pásků, přičemž sousední mají vždy opačnou polarizaci a elektrody mezi nimi jsou ob jeden připojeny na stejné napětí. Protažení jednoho pásku je totiž úměrné $\frac{l}{t}$ a jeho zvětšení se dá dosáhnout snížením tloušťky. Tenký pásek však není mechanicky odolný, proto je vhodné je pospojovat do laminátu. Protažení laminátu je však stejné jako pro jeden z jeho pásků.

dutá trubička s vnitřní i vnější plochou pokovenou v *souvislou* elektrodu. Protažení trubičky podél její osy závisí na vnitřním a vnějším poloměru r_i , r_o vztahem

$$\frac{\Delta l}{l} = d_{31} \frac{V}{2(r_o - r_i)}.$$

Trubička se rovněž roztahuje v radiálním směru, přičemž $\Delta r = d_{33}V$. Důležitým parametrem tuby je homogenita tloušťky její stěny $r_o - r_i$, protože jinak se různé strany roztahují různě a dochází k ohybu.

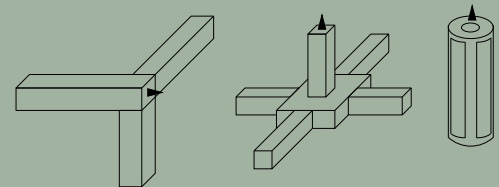
Při srovnatelné mechanické síle je tloušťka stěn trubičky menší než hranolků a je tedy pro stejné protažení zapotřebí menší napětí, ještě menší potřebují disky. Celkové protažení je ovšem u trubičky i hranolku přibližně stejné, protože ve velikosti napětí je omezení elektrickým průrazem. U disků lze naopak protažení zvýšit větším počtem disků (při nárůstu celkové délky), zároveň se zvýší citlivost, což není ovšem vždy vhodné (reakce na šумы).

Piezelektrické prvky slouží pouze k realizaci jednoho směru pohybu a nemohou tedy představovat skener. Ten z nich bývá sestavován (po případných úpravách) do celků, které vykazují žádané vlastnosti – vysoká rezonanční frekvence (desítky kHz), vysoká pevnost, linearita pohybu a ortogonalita (nezávislost směrů). Po sestavení je skener doplněn úchytem pro připevnění hrotu či vzorku.

V současnosti se používají tyto typy skenerů:

- **trojnožka** (tripod) je tvořena třemi navzájem kolmými piezokeramickými hranolky, které jsou na jednom konci přilepeny k sobě a zde je také upevněn hrot. Zbylé konce jsou upevněny k podložkám. Uvedenou sestavou je možno docílit pohyb ve všech třech osách s velkým rozsahem. Nevýhodou je křížový efekt, protože pevné spojení způsobí změnu (ohyb) všech tří hranolků, i když je napětí přiloženo jen na jeden. Tento skener byl prvním používaným, lze vytvořit i modifikaci s trubičkami místo hranolků.
- **dutá trubička**, jejíž vnitřní elektroda je souvislá (a většinou uzemněná), ale vnější elektroda je rozdělena na čtyři symetrické části, přičemž protilehlé elektrody tvoří pár se stejným napětím. Přiloží-li se na všechny vnější elektrody stejné napětí, dojde k protažení trubičky podél její osy. Jsou-li na páry přiložena různá napětí, dojde k ohybu trubičky do příslušného směru. Toto uspořádání je velmi kompaktní, vykazuje menší křížový efekt a větší pevnost (a rezonanční frekvenci $f_r \sim 1.08 \cdot 10^5 l^{-2} \sqrt{r_o^2 + r_i^2}$). Chyby může způsobit nesouměrné rozdělení elektrod, nehomogenita stěn a poloha hrotu mimo střed.
- **kříž**, tvořený čtyřmi rameny, které jsou po dvojicích kolmé. Protilehlé dvojice slouží k posuvu ve stejném směru a jejich symetrické zapojení vylučuje vlivy teplotních driftů apod. Křížové uspořádání umožňuje pouze dvourozměrný pohyb, proto je uprostřed kříže umístěn piezoprvek s hrotem, který je kolmý k rovině kříže a přidává třetí rozměr (z). Výhodou kombinace je odstranění křížového efektu v ose z . Používá se i nesymetrická kombinace, v níž je kříž tvořen jen dvěma piezoprvky.
- **sestavy disků** slouží ke skenování velkých oblastí, používají se ve spojení s mechanickými zesilovači, mají velmi malou rezonanční frekvenci.

Uvedené skenery dovolují velikost skenovacího okna stovky (kříž) nebo jednotky (trubička) mikrometrů.





V předchozím bylo zmíněno, že jednotlivé směry ohybu nejsou nezávislé, ale vzájemně se ovlivňují, což způsobuje chyby v polohování hrotu. Další chyby skenerů plynou z vlastností piezokeramiky či pracovních podmínek. Všechny chyby mají dva charaktery svého projevu, jeden se promítá do roviny skenování a ovlivňuje tvar měřicí mřížky, druhý pak ovlivní velikosti výškových rozdílů. Některé chyby mají tyto projevy nezávislé, jiné nikoliv.

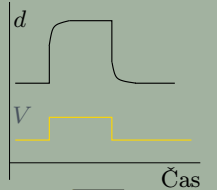
Intrinzická nelinearita Tato chyba je způsobena přímo materiálem skeneru, tím, že prodloužení či zkrácení není lineárně závislé na přiloženém napětí, tedy $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l} = dE$ platí jen přibližně. Udává se poměrem maximální odchyšky od lineární aproximace a příslušné hodnoty $\frac{(\Delta l)_{\max}}{l}$. Tato chyba se projevuje zborcením původně rovinné ekvidistantní mřížky měřicích bodů. Efekt nelinearity se ovšem výrazně projeví teprve při skenování velkých ploch.

Hystereze Většina piezoelektrických materiálů vykazuje nezanedbatelnou hysterezi (až 20 %), způsobenou postupným přeskokováním jednotlivých domén v piezoelektriku. Ta se projevuje vytvořením uzavřené smyčky v grafu závislosti prodloužení na přiloženém napětí, plocha smyčky roste s intenzitou el. pole E , proto je výhodné požadovat piezoelektrika s co největším koeficientem $\frac{dl}{dE}$. Charakterizuje se poměrem maximálního rozdílu mezi oběma větvemi smyčky a maximální hodnoty prodloužení. Aby byl vliv hystereze omezen, probíhá řádkové skenování vždy jen v jednom směru. Velikost hystereze je možno určit proměřením v opačných směrech, lze-li volit směr rychlého skenování. Hystereze má rovněž nepříznivý vliv na určování výškových schodů. Probíhala-li měření v obou směrech (oba obrazy se ale vyhodnocují zvlášť), je mezi obrazy znatelný posun ve směru skenování.



Projev hystereze při skenování zleva.

Creep (tečení) je jev, který nastává při náhlém přiložení napětí. Krystal se nezačne roztahovat jako celek, ale po jednotlivých částech. Výsledkem je, že když dojde k nastavení skeneru na požadované místo, začne lokalizovaná poloha pozvolna „ujíždět“ během homogenizace prodloužení v objemu piezokeramiky. Kvantitativně je charakterizován poměrem $\Delta x_c / \Delta x$, kde Δx je prodloužení, které nastane ihned po přiložení napěťového skoku a Δx_c je prodloužení, které teprve „doběhne“ (tedy rozdíl mezi skutečným prodloužením a Δx). Projevem tečení je rozdílnost obrazů nasnímaných při různých rychlostech skenování. Ve vertikálním směru se projevuje jednak „zákmitem“ na prudkých sestupných a náběžných stěnách, jednak vznikem hřebenů a stínů na pozvolných stěnách. Jeho projev je nejvýraznější při dlouhodobých požadavcích, tedy pomalém skenování.



Průběh tečení a jeho projev.

Vzhledem k charakteru tečení se rovněž nedoporučuje provádět skenování v rozích (s maximálním ohnutím), protože obraz při skenování „dobíhá“ a trvalým ohnutím se zhoršují parametry skeneru.



Křížový efekt Tento jev je charakterizován nežádoucím pohybem v jednom směru, je-li požadován pohyb v odlišném směru. Může být způsoben více příčinami. Například elektrickým polem, které není přesně homogenní v objemu skeneru, geometrickým tvarem piezotrubiček (skenování v rovině kolmé k ose je dosaženo ohýbáním trubičky do oblouku, což je nutně provázené změnou v ose rovnoběžné) nebo trojnožky (zkrácení jednoho elementu způsobí rotaci ostatních). Projevem křížového jevu je zaoblení rovinného povrchu.



Projev křížové vazby.

Stárnutí Stárnutí se projevuje změnou piezoelektrického koeficientu d v čase. Není-li materiál používán, dochází k exponenciálnímu poklesu d vlivem náhodné orientace dipólů. Je-li materiál používán, dochází naopak k exponenciálnímu nasycování, k dokonalé orientaci. Aby se ztrátě účinnosti zabránilo, je nutno občas přiložit na elektrody napětí (stačí běžný provoz) a nevystavovat keramiku vysokým teplotám (nad 150 °C). Pracovní napětí by mělo být přikládáno ve stejné polaritě jako pólovací napětí, případně opačné by mělo být přesně řízeno.

Stárnutí se projeví chybným určováním rozměrů, charakter objektů však zůstane nezměněn. U zestárlého skeneru je možno pokusit se o jeho obnovu přiložením vysokonapěťového pulsu, ale výsledek je nejistý. Většinou je nutno u takového skeneru nově nastavit softwarové korekce.

Tuhost a ohyb Nastává-li při skenování prudká změna velikosti rychlosti nebo jeho směru, může vlivem setrvačnosti dojít k ohybu nosníku, zvláště velká je pravděpodobnost tohoto vlivu, probíhá-li sběr dat z obou směrů skenování do jednoho obrazu. Při velké štíhlosti samotného hrotu se začíná uplatňovat rovněž vliv jeho ohybu při kontaktu se vzorkem nebo skenování děr.

Drift je pozvolné ujíždění hrotu vzhledem ke vzorku z různých příčin. Drift je zvláště patrný při malých rychlostech, protože roste doba, během níž se může projevit. Je výrazně omezujícím parametrem zvláště při atomárních rozlišeních, kde musíme volit větší rychlost, než by nám bylo líbo (zde se ovšem projevují i vlastní kmity atomů).

Nejdůležitější složkou driftu je tepelná, která vzniká jednak z rozdílnosti koeficientů roztažnosti Δ_α jednotlivých konstrukčních částí mikroskopu vlivem teploty (nelze zanedbat ani vnitřní zdroje ohřevu, jako je průchod proudu či ohřev použitým osvětlením), jednak ze závislosti piezoelektrické konstanty na teplotě (bývá $\frac{1}{d_{31}} \frac{\partial d_{31}}{\partial T} \sim 10^{-3} \text{ K}^{-1}$). Většinou je kladen požadavek na celkovou roztažnost $\Delta_{\alpha c} < 10^{-8} \text{ K}^{-1}$, k jeho splnění je vhodné používat symetrická uspořádání.

Další složkou driftu je elektronická, která se projevuje změnou nastavení zesilovačů, především stejnosměrných. Efekt se rovněž může měnit s teplotou.

Projev driftu v obraze se dá odstranit, známe-li charakter povrchu a drift je rovnoměrný. Provede se sejmutím dvou obrazů s časovým odstupem a určením vektoru posunutí. S tímto posunutím se pak (po přepočtu na příslušný čas) počítačově provede stlačení nebo roztažení obrazu v patřičném směru, nebo se přímo přidá korekce do skenovacích signálů.



Ke korekci chyb uvedených v předchozích kapitolách se používají metody buď softwarové, nebo hardwarové. Méně přesné softwarové metody spočívají v přeměření testovacího vzorku a na jeho základě k určení korekční matice, která se použije k opravě naměřených dat. Při korekci můžeme měřit buď napětí, která jsou na piezokeramiku přikládána, nebo měřit celkový náboj, dodaný k dosažení dané polohy. Ukazuje se, že přesnější je nábojová korekce, která však může vést k problémům s driftem piezokeramiky či saturací zesilovače. Druhým způsobem korekce může být matematické modelování chování skeneru. Softwarové korekce jsou nenáročné finančně i přístrojově, ale korekce je správná jen pro ten režim měření, při němž byla korekce stanovena.

Hardwarové korekce jsou založeny na snímání skutečné polohy skeneru pomocí vnějšího nezávislého zařízení, což umožňuje kompenzovat veškeré chyby (samozřejmě se na oplátku vnáší chyby dané měřicí metodou). Běžně se používají následující metody měření:

- **optické** – na skener je připevněna optická značka (odražeč) a jeho poloha je snímána světelným paprskem;
- **kapacitní** – na skeneru je nanášena kovová vrstva a poblíž je další pevná, měří se změna kapacity;
- **piezorezistivní** – ke skeneru je připevněn element, jehož elektrický odpor se mění v závislosti na jeho vnitřním mechanickém napětí.

Způsob omezení chyb

Protože s uvedenými chybami piezomateriálu nelze nic udělat, je vhodné pokusit se sestavit model tohoto systému a ke korekci chyb použít kaskádu členů ve zpětné vazbě. Model lze vytvářet v několika krocích s použitím experimentálních údajů a může sestávat z různých submodelů. Uvedeme příklad jednoduchého modelu.

Tečení se modeluje sérií paralelních kombinací pružin a tlumičů jako lineární během relativně dlouhé doby (minimalizuje se vliv vibrací).

Vibrace se modelují opět lineárně a s rychlým vstupem (zanedbatelné tečení).

Hystereze je aproximována Preisachovým modelem hystereze, předem se odstraní vliv tečení a uvažuje se pomalý vstup (zanedbatelné vibrace).



Pro správné měření je potřeba provádět kalibraci jednotlivých částí mikroskopu. Kalibraci vyžadují nejvíce skener a nosník. U skeneru dochází časem k depolarizaci jednotlivých zrn, u nosníku se mění parametry hrotu během používání a jednotlivé nosníky se od sebe dost liší.

Kalibrace skeneru se dá provádět pomocí standardů uměle vyrobených (zpravidla technologií z výroby polovodičů, popř. nanočástice) nebo přirozených, a konkrétní provedení závisí na velikosti rozsahu. Při kalibraci skeneru je nutno rozlišit laterální a vertikální směr. Kalibrace laterálního směru se dá provádět pomocí kuliček definovaného poloměru[†], které nanese na podklad tak, aby vytvořily jednovrstvé těsné hexagonální uspořádání. Na získaném obrazu pak můžeme určit jak lineární zkreslení (známe-li poloměr koulí), tak nelinearity skeneru z deformovaného obrazu hexagonální mříže. Pro přesnější kalibraci je však vhodnější použít nějakou mříž, např. soustavu vyleptaných čtverců v křemíkovém povrchu, která je dostatečně pevná a stála, abychom mohli srovnávat jednotlivá měření. Ke kalibraci lze využít některé přirozené vzorky i biologického původu, např. virus tabákové mozaiky má poměrně stálou velikost. Pro měření na atomární úrovni lze použít i čerstvě připravenou monokrystalickou vrstvu o známé mřížkové periodě (např. [rekonstrukce křemíku](#)).

Ve vertikálním směru lze ke kalibraci malých výšek použít terasy na monokrystalických plochách (MgO, NaCl), které mají zpravidla výšku jedné či dvou mezirovinných vzdáleností, přímo atomární povrch lze využít spíše k testování citlivosti přístroje nebo šumu. Pro větší výšky lze použít umělé standardy (leptané vzorky) nebo interferometrické metody.

Kalibrace sensoru Pro kvantitativní AFM měření potřebujeme kalibrovat také detektor ohybu, tj. nalézt převodní koeficienty c_n a c_l , které převádí proud na výchylku. Při mapování povrchu potřebujeme pouze ověřit linearitu detektoru v rozsazích ohybu 0,1 nm při využití zpětné vazby a až 10^3 nm v režimu konstantní výšky či při spektroskopii. Ověření se provádí „vtlačováním“ hrotu do tvrdého a rovného povrchu (např. MgO), výsledná $F-d$ křivka by měla mít konstantní sklon. Tento sklon udává parametr c_n v případě, že svazek laseru dopadá do místa uchycení hrotu, jinak je nutno provést korekci ve tvaru $c_n^0 = c_n \frac{\Delta l \pm l}{l}$, kde l je délka nosníku a Δl je posunutí místa dopadu svazku vzhledem k hrotu. Laterální parametr c_l by měl být u symetrického detektoru shodný s c_n , ale v realitě se liší vlivem nesymetrie svazku a různé šířka a délky nosníku. Proto je nutno jej kalibrovat samostatně, a to pomocí statického tření. Kalibrace je však obtížnější, protože laterální tuhost nosníku je větší než normálová a více deformuje výsledek.

Poznámka: Výsledky kalibrace by měly být určeny z několika nezávislých měření za použití statistických metod. Při kalibraci skeneru je nutno měřit standard při největším rozlišení, které mikroskop umožňuje. Získané hodnoty platí však jen pro jeden skenovací rozsah a mohou také záviset na rychlosti skenování. Záleží na software mikroskopu, zda lze získané koeficienty aplikovat přímo při sběru dat (někdy jen pro lineární zkreslení) a nezávisle pro jednotlivé rozsahy.

[†]Takové vzorky se prodávají jako standardy do velikosti asi 20 nm, nejčastěji se jedná o latexové kuličky.

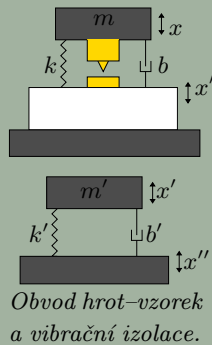
Mikroskopy SPM jsou velmi náchylné na změnu vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem, způsobenou vnějšími vlivy. To byl také jeden z důvodů neúspěchu *Topografineru* při dosahování atomárního rozlišení. Problém se poprvé podařilo vyřešit až Binnigovi s Rohrerem. Ti k odstínění vibrací z budov použili magnetickou levitaci nad supravodičem (chlazeným He). K odstínění vibrací vzduchem bylo (překvapivě) použito vakuum.

Pro správnou funkci mikroskopu je třeba zaručit, aby vzájemné pohyby vlivem vnějšího vybuzení byly pod 0,001 nm, protože zvlnění v elektronové struktuře kovů je řádu 0,01 nm (elektrony jsou volné a všude). Pro požadavky na tlumení platí, že čím je konstrukce pevnější, tím menší tlumení je třeba. Zpravidla se používá tlumení vertikální, protože kmity budov jsou převážně v tomto směru. Zvláštním zdrojem vibrací jsou přírodní drátky elektroniky. Mezi hlavní zdroje vibrací lze zařadit chvění budov (15–25 Hz), buzení pracujícími stroji (frekvence odvozené od síťové, 10–100 Hz) a chůze po podlaží (1–3 Hz). Amplitudy uvedených vibrací bývají v rozmezí 0,1–1 μm.

Uvažujme nejprve vlastní měřicí sestavu, tvořenou hrotem, vzorkem a ramenem, a její odolnost proti vibracím. Lze pro něj psát pohybovou rovnici $m\ddot{x} + b(\dot{x} - \dot{x}') + k(x - x') = 0$, kde k je tuhost ramena mikroskopu, m efektivní hmotnost části s hrotem, x vertikální poloha hrotu a x' vertikální poloha vzorku a základny mikroskopu. Použijeme-li běžné vztahy $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$, $\gamma = \frac{b}{2m}$ a předpoklad harmonického buzení základny (s frekvencí ω), dostaneme amplitudu přenosové funkce $|T_1(\omega)| = \left| \frac{x_0 - x'_0}{x'_0} \right| = \left| \frac{\omega^2}{\omega_0^2 - \omega^2 + 2i\gamma\omega} \right|$, kde x_0 , x'_0 jsou amplitudy. Pro malé frekvence buzení lze funkci T zjednodušit na $\frac{\omega^2}{\omega_0^2}$. Uvážíme-li vlastní frekvenci 2 kHz a $\gamma = 0,025\omega_0$, je přenos pro nižší frekvence pod 1 Hz menší než 10^{-6} , což je pro SPM vyhovující. Bohužel pro vyšší frekvence bude zapotřebí dodatečný izolační systém.

Izolaci lze popsat obdobně, jen je nutno vyjadřovat jinou přenosovou funkci, protože se zajímáme přímo o výchylku, nikoliv o jejich rozdíl. Přenosová funkce má nyní tvar $|T_2(\omega)| = \left| \frac{x'_0}{x''_0} \right| = \left| \frac{\omega_1^2 + 2i\gamma'\omega}{\omega_1^2 - \omega^2 + 2i\gamma'\omega} \right|$, kde $\omega_1 = \sqrt{\frac{k'}{m'}}$, $\gamma' = \frac{b'}{2m'}$ a b' tlumící koeficient. Tato funkce je téměř zrcadlovým obrazem předchozí.

Vynásobením obou získáme výslednou přenosovou funkci systému mikroskopu a izolace. Ta má dvě lokální maxima a v oblasti mezi nimi vykazuje největší tlumení. Proto je výhodné, aby rezonanční frekvence tlumení byla co nejmenší a rezonance mikroskopu co největší. Bohužel v rezonančních frekvencích jsme omezeni rozměry mikroskopu. Vlastní frekvence pružiny je totiž svázána s její délkou vztahem $\omega_1 = \sqrt{\frac{g}{l}}$, kde g je gravitační zrychlení, ze kterého plyne, že čtyřnásobné prodloužení sníží frekvenci jen na polovinu. Na druhou stranu zmenšení rozměrů mikroskopu je omezeno nutností ponechat nějaký prostor pro manipulaci se vzorkem.





K tlumení se jednak používá zvýšení vlastní frekvence systému, jednak vnější doplňková izolace a samozřejmě eliminace zdrojů vibrací. Doplňková izolace sestává z masivních bloků, na kterých je systém upevněn, z kombinací desek z oceli a vitonu, pružinových závěsů, pneumatického či magnetického tlumení (vířivými proudy), přičemž se používají i kombinace. Často se používá dvoupružinové zavěšení, které má jednu trojici pružin zavěšenu na těle mikroskopu, z druhého konce pružin visí první volná část, na které jsou další pružiny a na nich je položena vnitřní plošina (vnější pružina by měla být tužší než vnitřní). Na této plošině je izolace viton–ocel (slouží k redukci nízkofrekvenčních složek šířících se podél pružin) a teprve zde je umístěna hlava mikroskopu. Pružiny mívají rezonanční frekvence 0,5–5 Hz a aby bylo možno je efektivně tlumit, je závěs druhých pružin (který visí na prvních a je umístěn tak, aby se pružiny překrývaly, což umožní zvětšit jejich délku a tím snížit rezonanční frekvenci) tlumen v magnetickém poli (koeficient tlumení je $B^2 StC/\rho$, kde B je mag. pole, S průřez magnetu, t tloušťka tlumeného bloku, ρ jeho rezistivita a C konstanta). Dvoupružinový závěs má pro stejnou stlačenou délku větší účinnost na vyšších frekvencích. Velikost stlačení a roztažení pružin je nutno volit v mezích elasticity, poloměr vinutí by měl být co největší, drát co nejtenčí (tlustý drát snáze přenáší vibrace).

Prokládané tlumení má nižší účinnost, protože tuhost elastického materiálu je větší (a délka stlačení je omezená), což zvýší rezonanční frekvenci (řádově desítky Hz), tlumení se dá trochu vylepšit zvýšením počtu vrstev, ale i tak potřebuje podpůrné tlumení, např. pneumatické podpěry.

Do prostoru mikroskopu se mohou přenášet ještě vibrace z jiných zdrojů. Při práci na vzduchu jsou to akustické vibrace, které lze odstínit zakrytím mikroskopu, a dále vibrace přenášené elektrickými přívody. K jejich utlumení je nutno vodiče mechanicky připojit k základní desce tak, aby měly co nejkratší volné části.



Elektronika, kterou musí být SPM přístroj vybaven, zahrnuje několik částí.

- Napěťové zdroje pro vlastní elektroniku.
- Generátory pro řízení piezokeramiky, které vytváří pomalý a rychlý skenovací signál. Pomalý signál může být pilovitý, ale u rychlého je to nevhodné kvůli excitacím vyšších harmonických složek.
- Vysokonapěťové zesilovače napětí pro piezokeramiku.
- Elektronické zesilovače detekovaných signálů (v STM musí mít velký dynamický rozsah) a obvody pro jejich okamžité zpracování.
- Obvod zpětné vazby
- Doplňující obvody dle typu metody (zdroj pro tunelový přechod v STM, laser v AFM, zádržné obvody pro STS, ...).
- Obvody pro komunikaci s počítačem, využívající zpravidla standardní rozhraní a PC karty s DSP. Pro přenos dat a řízení je nutno používat A/D a D/A převodníky. Před digitalizací musí být signál nejprve upravován odstraněním nízkofrekvenční složky, způsobené velkým náklonem vzorku, aby nedošlo k překročení rozsahu A/D převodníku.
- Počítač pro uchovávání, zpracování a zobrazování měření.

Obvod zpětné vazby K regulaci se zpravidla používá PID regulátor, i když derivační složka je téměř vždy nulová a proporcionální má jen omezený vliv. Nejdůležitější je tedy integrační, která zásadním způsobem ovlivňuje získaný obraz (především zákmity). Požaduje se velmi krátká odezva (omezuje rychlost skenování) a takový zisk, aby byl malý při vlastních frekvencích systému a vysoký pro nulovou frekvenci (kvalitní nastavení polohy). Zpětná vazba může být provedena i digitálně, vnáší se ovšem chyby kvantování a konečné rychlosti vzorkování, stavba je náročnější, ale je snazší případná změna režimu práce (pouze přeprogramování). Části systému se při modelování uvažují lineární a hledá se celková přenosová funkce mikroskopu.

V praxi jsou dány parametry zesilovačů a přechodu a je možno manipulovat pouze s parametry PI regulátoru tak, aby se minimalizoval chybový signál za podmínek dosažení stabilního systému (chybový signál nesmí růst s časem nade všechny meze), malé ustálené chyby a rychlé přechodové odezvy. Pro dosažení malé chyby je nutné velké zesílení, ale to snižuje stabilitu. Proto je nutno mít i integrační člen, popř. zařadit za proporcionální dolní propust. Pro rychlou odezvu je nutno použít derivační člen, který „předpovídá“ budoucí hodnoty a umožňuje rychlou reakci, ovšem za cenu snížení stability a zvětšení vysokofrekvenčního šumu (derivate \rightarrow násobení ω , nutnost filtru). Použití derivačního členu navíc sťažuje analýzu, protože tihne k řízení velkými signály, které mohou být mimo platnost lineární aproximace.



Pro případ tunelovacího mikroskopu můžeme použít následující charakteristiky:

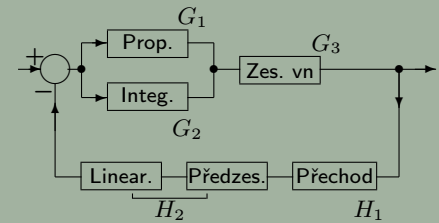
$$G_1(s) = \frac{K_P}{s\tau_P + 1}, \quad G_2(s) = \frac{K_I}{(s\tau_P + 1)s}, \quad G_3(s) = \frac{K_Z}{s\tau_Z + 1},$$

$$H_1(s) = \frac{\omega^2 K_T}{s^2 + \omega_n s/Q + \omega_n^2}, \quad H_2(s) = \frac{K_L}{s\tau_L + 1},$$

kde K_i a τ_i jsou příslušné konstanty obvodu, ω_n a Q charakterizují tunelový přechod a určí se experimentálně. Celkový přenos je pak dán

$$T = \frac{[G_1 + G_2]G_3}{1 + [G_1 + G_2]G_3H_1H_2}.$$

Jediná část, která není lineární, je vlastní tunelový přechod, proto bývá jeho výstup linearizován v logaritmickeém zesilovači.



Zpětná vazba v STM



Spustit test

1. Sestavování (tj. měření) obrazu skenováním se provádí

<p>v diskretních bodech s rychlým pohybem v jednom směru a následným jedním posuvem v kolmém směru. spojitě po celé ploše skenovacího okna.</p>	<p>v diskretních bodech se současným rychlým pohybem v jednom směru a pomalým v kolmém směru. v diskretních bodech s náhodnými přesuny mezi nimi.</p>
---	---

2. V AFM měřeních je nejčastěji používanou technikou detekce ohybu:

<p>optická detekce odrazem svazku. kapacitní detekce.</p>	<p>optická detekce interferometrem. detekce vnitřního napětí nosníku.</p>
---	---

3. Přiložením různých napětí na sousední vnější elektrody trubičkového skeneru:

<p>se hrot posune podél osy z. se hrotu posune v rovině kolmé k ose trubičky.</p>	<p>se hrot posune po kulové ploše. dojde ke kompenzaci ohybů a hrot se neposune.</p>
--	--

4. Při optické detekci ohybu nosníku v bezdotykové AFM závisí signál detektoru na:

<p>ohnutí konce nosníku. sklonu konce nosníku.</p>	<p>sklonu ($\frac{dz}{dx}$) nosníku v místě dopadu svazku. ohnutí nosníku v místě dopadu svazku.</p>
--	---

5. Tečení (creep) piezokeramiky skeneru se po výběru detailu a zvýšení zvětšení nejvýrazněji projeví

<p>dočasným pozvolným posuvem skenovacího okna. rozdílnou výškou sestupných a náběžných stran.</p>	<p>pozvolnou změnou velikosti skenovacího okna. změnou citlivosti v ose z.</p>
--	---

6. Zpětná vazba je při sestavování obrazu využita:

<p>vždy. jen v režimu konstantního signálu (síly, proudu).</p>	<p>jen v režimu konstantní výšky. k získání obrazu se nepoužívá.</p>
--	--

Vyhodnotit Správné odpovědi:

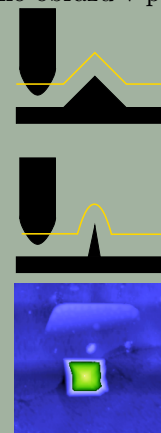
Při zobrazování není systém ideální ani v ideálních podmínkách. Tato nedokonalost se promítá do získaného obrazu v podobě artefaktů. Ty obecně představují ztrátu informace o vzorku a mohou být způsobeny přímo fyzikálním mechanismem při sběru dat, elektronickým zpracováním signálů nebo špatnou aplikací algoritmů a programů pro zpracování obrazu. K artefaktům lze, s určitým nadhledem, zařadit i špatnou interpretaci operátorem.

V mikroskopických se skenující sondou se vyskytuje artefaktů celá řada, některé typy jsou společné pro všechny metody, jiné jen specifické. Pokusíme se uvést neúplný přehled významných artefaktů.

Zrcadlení hrotu, konvoluce Každý bod v obraze nepředstavuje pouze tvar povrchu, ale je určen prostorovou *konvolucí* povrchu vzorku a hrotu. Jestliže je zobrazován povrch, který obsahuje ostré hroty, jejichž šířka je menší než šířka hrotu, dojde k „výměně“ funkcí, totiž vzorek bude snímat hrot. V obraze se tedy neobjeví povrch vzorku, ale povrch hrotu. Protože šířka hrotu může být udána vrcholovým úhlem, lze tento efekt poměřovat i v úhlových jednotkách. Komerčně dostupné, dostatečně pevné hroty mají úhly přibližně 70° (dáno možnostmi leptání Si materiálu). Protože řada povrchů je pokryta výstupky s menším úhlem, je zrcadlení hrotu poměrně častá záležitost. Při efektu je zachována výšková informace, může-li se hrot mezi povrchovými rysy dotýkat „dna“, z bočních rozměrů lze stanovit jen horní odhad. Zjištění vlivu zrcadlení je možno určit pozorováním, zda se v obraze neobjevují struktury stejného tvaru i orientace (velikost může být různá, závisí na velikosti piksu povrchu). Dále je možno zkusit otočení vzorku, zrcadlený hrot zůstane v původní orientaci.

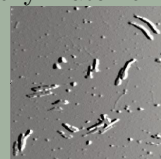
Prostorová konvoluce se nepříznivě projevuje i v měření a zobrazování šířek objektů. Budeme-li například uvažovat parabolický hrot s poloměrem křivosti R_C , který skenuje napříč tenký drátek o poloměru R_M , bude se šířka drátu jevit jako $\frac{4(R_C+R_M)\sqrt{R_M(R_C-R_M)}}{R_C}$, je-li $R_C > R_M$. Obdobně při měření částic budou jejich velikosti zvětšené, nebudou-li těsně naskládány. Podobně se může projevit hrot, který není bodově zakončen (buď výrobní vada nebo obroušení). Takový hrot bude zobrazovat spíše pyramidu než reálnou topografii a to i na relativně hladkých površích. V obraze se to projeví spoustou podobných útvarů, zpravidla lichoběžníkového tvaru (kopírujících průřez hrotu).

Vlivem konvoluce nelze považovat měření v jednom bodě za lokální, protože měřící hrot má konečnou šířku a k signálu přispívají všechny blízké atomy. Největší váhu má atom s nejmenší vzdáleností od libovolného atomu hrotu, což nemusí být atom přímo v měřícím bodě. To je významné především při skenování děr, protože zde je mnoho blízkých atomů a dojde ke „zmenšení“ hloubky díry. Vadu lze zčásti odstranit programově tím, že se k získané ploše sestaví nová, která se liší posunem každého bodu o l podél normály v daném bodě, kde l je udržovaná vzdálenost od rovinného povrchu (režim s konstantním signálem). Rekonstrukcí dojde k deformaci ekvidistantní mříže, proto se z dat extrapolují hodnoty odpovídající původní mříži.

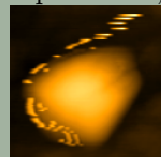




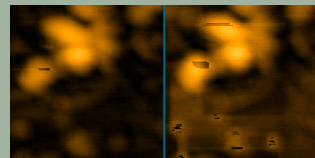
Zdvojení K průtoku proudu v STM dochází (vlivem exponenciálního charakteru) mezi nejtěsněji umístěným atomem hrotu a povrchu. Jsou-li někde dva přibližně stejně vzdálené atomy, dochází ke zdvojení zobrazovaných struktur (resp. násobnému obrazu, jsou-li atomy vzorku i zobrazující dostatečně vzdálené; jinak se vlivem interference obdrží struktura jiného tvaru). To může nastat třeba tehdy, má-li hrot dva vrcholy. Zde je možno si pomoci přeformátováním hrotu buď přiložením pulsu el. pole, nebo zatlačením hrotu proti povrchu. Popsané jevy je možno dobře pozorovat na grafitu, kde se očekává hexagonální symetrie, ale často se dostane něco jiného. Příspěvek každého tunelovacího místa závisí na jeho chemické podstatě, není-li shodná, obdržíme napěťově závislý obraz (bude-li např. jeden atom kovový a druhý ne, při jedné polaritě přispívají oba atomy, při opačné jen jeden). Obdobně může dojít ke zdvojení obrazu také v AFM.



Vliv zpětné vazby Není-li dobře nastavena zpětná vazba, mohou se v obraze objevovat chybná data. Je-li příliš silná, může nastat oscilace a v obraze se objeví chybná periodická struktura, která má ovšem snadno detekovatelný charakter. V některých případech dochází k výrazným zákmitům při překonávání výškových rozdílů. Při příliš slabé vazbě hrot nesleduje detaily a povrch se bude jevit hladký. Rozpoznání slabé vazby je obecně obtížné, pokud neznáme strukturu vzorku. Zpravidla se slabé vazbě vyhýbáme nastavením nejvyšší integrační hodnoty takové, že je systém ještě stabilní. Způsob nastavení vazby lze kontrolovat srovnáním následných zobrazení jednoho a téhož řádku (po době ustálení, až odezní projevy hystereze a tečení), která by se měla co nejvíce překrývat. Bohužel, jak si lze ověřit na testovací mřížce, průběhy se překrývají pro různé stupně „zaoblení“ profilu.

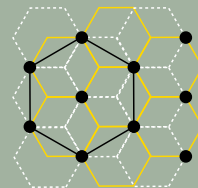


Protože zpětná vazba udržuje nastavenou hodnotu, patří zde také artefakty vzniklé jejím špatným nastavením. Nastavíme-li např. amplitudu kmitání nevhodně malou, může docházet k přichycení hrotu a zastavení kmitání, což se v obraze projeví vznikem prohlubně. Tyto artefakty se projevují buď v místech zkondenzované vody, nebo na vrcholech částic apod. Na obrázku jsou ukázány dva následné snímky, vlevo byla snížena amplituda kmitů udržovaná vazbou (z 50% na 40% volné amplitudy). Je vidět, že zároveň se zvýrazněním menších částic, což je výhodné, se zvýšila četnost artefaktů. Jednak je zde více již zmíněných prohlubní, jednak se mezi částicemi objevil „závoj“.



Šum Do obrazu se může promítat šum, který vzniká především v tunelovacím přechodu nebo předzesilovači. Zde pomůže pouze eliminace zdroje šumu, např. stínění přechodu před rozptýleným elektromagnetickým polem, vhodný typ odporu (kovový) ve zpětné vazbě předzesilovače (vnáší šum $1/f$), dobré uzemnění, síťovým šumem působí i pole zářivek, transformátorů, vibrace ventilátorů, dalším zdrojem může být počítačová síť. Ze šumů nelze jednoduše vyloučit pouze tepelný a výstřelový. Zvláštním druhem šumů mohou být interference např. síťového kmitočtu, které se projeví jako rovnoběžné proužky, jejichž sklon se mění se změnou poměru řádkové a síťové frekvence.

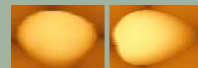
Rigidita vzorku Není-li dostatečně pevný vzorek, mohou při jeho zobrazování vznikat problémy. Může dojít k poškození vzorku (kontaktní režim), zvláště při dlouhodobém skenování (při nízké adhezi k povrchu). Někdy dochází k utržení materiálu a jeho smýkání po povrchu, což se projeví na obraze rozmazanou čarou, která nemá sobě odpovídající rys při opačném směru skenování nebo v následném obrázku. Speciální problém představují práškové materiály a způsob jejich uchycení, používá se buď uchycení na čerstvě rozstřípnutém povrchu slídy nebo ukotvení vrstvou lepidla (tak, aby částice nezapadly do lepidla zcela). Dalším význačným rysem je stlačování atomů povrchu hrotem, což se projeví např. u grafitu. Ten má strukturální vrstvy tvořené šestiúhelníky (nejbližší vzdálenost 0,142 nm), následné vrstvy (vzdálené 0,335 nm) jsou vzájemně bočně posunuty tak, že pouze každý druhý atom má ve vrstvě pod sebou další. V AFM obraze jsou pak zachyceny pouze „podložené“ atomy, ostatní chybí. Zvláštní struktura se může objevit při skenování podlouhlých objektů, které mohou vibrovat v rovině rovnoběžné s podložkou, např. nanotrubičky orientované osou kolmo k řádkům. Protože kmitání a skenování nejsou sfázovány, budou řádky postupně zachycovat trubičku v různých polohách, ovšem s rozšířením daným konvolucí. Provedeme-li pak řez kolmo k řádkům nebo trojrozměrné zobrazení, bude se trubička jevit jako objekt se zvlněnou výškou.



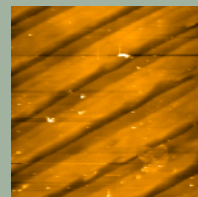
Dvě vrstvy grafitu a zobrazené atomy (černě).

Mechanické interakce v STS V ideálním případě by tunelovací hrot měl být od vzorku oddělen mezerou, ale občas ve spektrech objeví rysy, které svědčí o kontaktu. Je-li například na povrchu vzorku nečistota, která zprostředkovává interakci, je pokles proudu se vzdáleností menší než se čeká. Určí-li se zde efektivní výška bariéry (derivací proudu podle vzdálenosti), dostávají se nesmyslně malé hodnoty (0,1 eV). Důvodem těchto jevů může být například stlačování nečistoty, která tlačí proti hrotu a dojde k rozdílu mezi velikostí tunelovací mezery a hodnotou, určenou z napětí piezokeramiky. Jiným projevem těchto interakcí mohou být abnormálně vysoké hodnoty zvlnění v STM.

Tvar hrotu Na kvalitě zobrazení se může podepsat i nesymetrie hrotu, která vytváří zkreslený obraz, závislý na směru skenování. Zpravidla se projevuje prodloužením objektů v jednom směru, jak je vidět na obrázku jednoho bodu testovací mřížky.



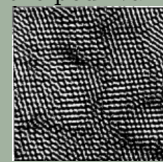
Interference Je-li k detekci ohnutí nosníku použito optické záření, je nutno vzít do úvahy i odrazivost vzorku. Je-li hodně lesklý, může se světlo od něj odrážet do detektoru, který bude přesvícen a ztratí schopnost udržovat zpětnou vazbu. Následkem může dojít k poškození nosníku či vzorku. Projevit se může také interference vznikající mezi vzorkem a další odrážející částí, která se projeví vznikem proužků v obraze (tmavá a světlá místa z interferenčního obrazce ovlivňují množství světla dopadajícího do detektoru, který to chybně interpretuje jako signál z nosníku, viz. obrázek povrchu skla vpravo se šikmými interferenčními proužky).





Nabíjení vzorku souvisí s jeho vodivostí, nastává v dotykových i bezdotykových režimech AFM a způsobuje vznik parazitní elektrostatické síly, u polovodičů v STM pak se ještě projeví ohyb pásů (změna el. hustoty). Nabíjení má vždy za následek snížení dosaženého rozlišení. Jeho vliv se dá snížit zvýšením odvodu náboje z povrchu, a to především zvýšením vlhkosti vzduchu, ionizací pomocným slabým α zářičem nebo uzemněním vzorku.

Softwarové artefakty Další, velká skupina artefaktů pochází ze softwarového zpracování obrazu, nesprávného používání algoritmů. Ukázkovým příkladem jsou spektrální filtrace, pomoci nichž lze získat atomární strukturu i z náhodného šumu. Je třeba si uvědomit, že vymazáním či zvýrazněním části spektra zdůrazníme některé směry, které pak mohou vytvářet falešnou symetrickou strukturu. Proto je výhodné aplikovat jen směrově nezávislé 2D filtry. Ukázkou může být uvedený obrázek, který byl získán z náhodných dat tzv. boxovou filtrací v rozích šestiúhelníku. Následkem filtrace se zde objeví hexagonální struktura. Obrázek vznikl v souvislosti se snahou zobrazit povrch slídy s atomárním rozlišením, na kterém jsou hexagonální cykly očekávány. V získaném spektru byla maxima právě v rozích šestiúhelníku a odfiltrováním zbytku se získala falešná, ale pravidelná struktura.



Dalším vlivem zpracování na obraz a artefakty se budeme zabývat později. Nyní pouze upozorníme, že artefakty z interpretace mohou vznikat i bez skutečného zhoršení kvality dat, především z důvodu znázornění. Obrazy se totiž zpracovávají ve dvou základních režimech – trojrozměrném pohledu a rozložení intenzity. K zobrazení se však používají palety, které mají obvykle jen 256 barev na celý dynamický rozsah, čímž dochází ke zkreslení a potlačení detailů, jsou-li v obraze velké výškové rozdíly. Následkem různého vnímání barev se stejné intervaly výšek nejeví jako shodné a může dojít ke zkreslení (např. ve stupnici šedi je prvních dvacet úrovní blíže černé okem téměř nerozlišitelných a jakákoliv struktura v nich zanikne). Při použití barevných palet je situace ještě komplikovanější, protože závislost výšky a jasu nemusí být jednoznačná ani monotonní. Obdobně při použití 3D modelů, v nichž je zkreslení z palety potlačeno, jsou problémy s určováním obrysů a symetrií. Ty totiž vlivem konvoluce nebývají ostré, ale pozvolna přecházejí a je obtížné rozlišit např. útvary kruhové od symetrických šestiúhelníků apod. Zde může výrazně pomoci jednak použití konturové palety nebo provedení řezu pomocí roviny rovnoběžné se vzorkem.

Kvalitní zobrazování Některé artefakty lze v obraze jednoduše rozeznat a lze se pokusit je vhodným nastavením odstranit. Už bylo zmíněno pravidlo pro nastavení parametrů zpětné vazby. Vyskytují-li se v obraze šmouhy či čáry ve směru skenování, je vhodné obraz skenovat několikrát, aby došlo k jejich odstranění. Vhodné je provádět cyklicky zvětšení a zmenšení skenované oblasti. Kvalitu obrazu (s ohledem na artefakty) můžeme testovat skenováním při různých rotacích, charakter obrazu by měl zůstat vždy stejný, ale může se lišit jeho kvalita, samozřejmostí je shoda dopředného a zpětného obrazu.

Pro zvlášť náročná měření je možno také vybírat hroty pomocí optického mikroskopu, kterým se dají eliminovat hroty polámané, asymetricky umístěné či hodně znečištěné. Hrot by se měl také otestovat pomocí standardního vzorku.



Před vlastním měřením je nutno provést nastavení mikroskopu[†]. Mikroskop by měl být tepelně ustálený (nějakou dobu zapnutý), ve stabilních podmínkách (teplota, bez vzdušných proudů, vyhovující vlhkost, prostředí bez vibrací). Poté je zapotřebí upevnit nosník do držáku a provést nastavení polohy laseru. Jeho svazek se musí odrážet od nosníku a dopadat na střed detektoru. Místo dopadu laseru se nastavuje pomocí šroubů, které posunují laserovou diodou a jeho poloha se sleduje na monitoru, kvalita nastavení se poměřuje celkovým signálem z detektoru. Vizualní kontrola je nutná, protože velkých signálů lze dosáhnout i při odrazu laseru od vzorku či báze nosníku. Dosáhne-li signál předepsané hodnoty, je nutné polohu dopadu vystředit pomocí dvou ovládacích prvků, které stopu posunují ve dvou kolmých směrech (např. se mění horizontální poloha detektoru a vertikální pohyb se dociluje natáčením odrazného zrcátka). Přesnost nastavení se posuzuje pomocí rozdílových signálů horní–dolní polovina (T–B) a levá–pravá polovina (L–R), které se mají co nejvíc blížit nule, ovšem „střední“ nule – signál musí jít nastavit do kladného i záporného okolí. Nastavování laseru někdy není snadné, pro usnadnění je vhodné snížit intenzitu pomocného osvětlení a nastavování provádět na neodrážející podložce s nosníkem velmi nízko, protože tak budeme schopni přesně lokalizovat polohu laseru pomocí jeho stopy na podložce.

Měřený vzorek se upevňuje na držák, zpravidla pomocí magnetu, tak, aby jeho povrch byl vodorovný. Není-li vzorek magnetický sám, lepší se pomocí oboustranné pásky k podložce. Vodivý vzorek se nechá uzemnit, aby se snížil vliv nabíjení. Jako u všech mikroskopických metod i v AFM je příprava vzorku důležitou záležitostí. Obecných poznámek k jejich přípravě asi není možné uvést mnoho. Při měření mohou být různá omezení na tvar a velikost vzorku, podle konstrukce mikroskopu. Obecně je snazší měřit rovinné a vypouklé povrchy než duté či různě zprohýbané, výškové rozdíly v měřené oblasti směrem k hrotu nesmí přesahovat rozsah piezokeramiky v ose z . Vzorek by měl být dostatečně pevný (především pro kontaktní metodu) a málo odrazivý.

Po upevnění vzorku se provede přiblížení hrotu. V případě nasazovací hlavy to znamená její postavení na stolek a postupné snižování výšky šroubů, až do přiblížení nosníku ke vzorku, které se kontroluje pohledem na monitor pomocí stínu, který nosník vrhá na vzorek (resp. pomocí jeho vzdálenosti od nosníku, metoda selhává u průhledných vzorku, kde bývá viditelnější spodek vzorku). S ohledem na konstrukci mikroskopu a nosníku je nutné nastavit vhodný sklon (skloněná dopředu, aby nosník vyčníval, pro základnu se dvěma nosníky je nutné bočním náklonem vybrat jeden z nich). Nyní už je čas pro výběr oblasti vhodné ke skenování pomocí laterálního posuvu vzorku, při kterém musíme opět sledovat výšku nosníku.

[†]Postup je pokud možno obecný, ale detaily se vztahují k mikroskopu Explorer.



Před počátkem měření provedeme přiblížení nosníku těsně nad povrch vzorku a předběžně nastavíme parametry zpětné vazby (standardně $P = 0,3$, $I = 0,1$ a $D = 0$), hodnotu udržovanou zpětnou vazbou (setpoint, souvisí se silou, kterou hrot na vzorek vyvíjí), počet řádků v obraze, skenovací rychlost a velikost obrazu. Jako poslední krok musíme vybrat sbírané signály (topografie, laterální síly, chybový signál).

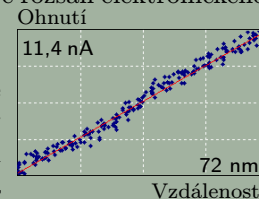
V další fázi můžeme přistoupit k uvedení systému do zpětné vazby. Vlastní přiblížení do dotyku se provádí elektronicky, v signálu se začnou objevovat oscilace odpovídající mechanickému pohybu. V okamžiku doteku signál skokem přejde na konstantní hodnotu, pohyb se zastaví a začne pracovat zpětná vazba. Je-li místo toho vidět, že se nosník příliš ohýbá (nosník se v těchto případech silně leskne), vzorek pohybuje apod., musíme přiblížování přerušit, nosník vyzdvihnout a upravit vzorek nebo nastavení mikroskopu. Pokud se motorek zastaví, aniž by systém byl „ve vazbě“, zřejmě nepostačuje rozsah elektronického pohybu, nosník se musí vyzvednout a provést hrubé přiblížení manuálně a celý cyklus zopakovat.

Proběhlo-li přiblížování správně, systém se dostane do zpětné vazby a udržuje hodnotu SetPoint. Již nyní můžeme otestovat PID parametry vazby: je-li vazba příliš silná, jsou v průbězích vidět oscilace a bude třeba snížit parametr I . Nejsou-li kmity vidět, musíme otestovat, zda není vazba „falešná“ (zvolíme-li nízkou hodnotu SetPoint, může systém dosáhnout této hodnoty, aniž by byl v kontaktu se vzorkem). Test se provede pomocí odezvy nosníku, při níž bude hrot mírně vtlačován do vzorku a zaznamenávat se ohyb nosníku. Je-li vše v pořádku, musí mít výsledná závislost (aproximovaná přímkou, jedná se o lineární část $F-d$ křivky, ale zrcadlově převrácenou) kladnou směrnici a body by neměly být příliš rozptýleny.

Posledním přípravným krokem je přesné nastavení parametrů zpětné vazby, které provádíme při jednorozměrném skenování (měří se stále tentýž řádek). V ideálním případě by se jednotlivé průběhy měly překrývat, není-li tomu tak, musíme měnit parametry vazby (popřípadě velikost rychlosti) a snažit se průběhy ustálit. Podaří-li se, vyčkáme několik sekund a můžeme zapnout vlastní sběr dat. Na většině vzorků však ideálního stavu nedosáhneme a musíme se spokojit alespoň s částečným překryvem. K překrytí průběhů by mělo dojít jak v topografii, tak v chybovém signálu. Ten je však mnohem citlivější a shody se hůře dosáhne.

Během skenování musí být mikroskop pod dohledem, protože výškové změny povrchu vzorku mohou způsobit buď nadměrné ohnutí nosníku (až zlomení) nebo naopak ztrátu kontaktu se vzorkem. Na obě situace je nejlépe zareagovat přerušením skenování.

Obraz se postupně vykresluje na obrazovce počítače, zpravidla ne v původním stavu, ale podroben okamžitému zpracování s ohledem na škálování. K dispozici bývají různé režimy prokládání (lineární nebo kvadratické „pozadí“, buď plošné, nebo řádkové).





V bezkontaktním módu platí pro nastavování vzorku a mikroskopu totéž co v kontaktním. Před začátkem měření je nutno zapnout kmitání nosníku a zvolit vhodnou měřicí frekvenci. Proto je nutno proměřit frekvenční spektrum nosníku a vyhledat první rezonanci nosníku (měl by to být nejvyšší pík), kolem které se bude spektrum dále prohledávat a v několika krocích se bude zmenšovat interval frekvencí, až budeme schopni přesně určit polohu maxima. Měřicí frekvence se nastaví okolo vrcholu křivky směrem k vyšším frekvencím a sleduje se velikost amplitudy kmitů na osciloskopu. Je-li příliš malá, musí se zvýšit řídicí amplituda nebo vstupní zisk. Stabilitu nastavení je vhodné otestovat dalším proměřením spektra, je vhodné ji testovat po každém vyzdvižení hrotu (během měření se může hrot znečistit a změni svou rezonanční frekvenci, což zmenší účinnost detekce).

Narozdíl od kontaktního módu zde se nenastavuje absolutní hodnota setpointu, ale jen relativní, udávající poměr tlumené amplitudy ve zpětné vazbě k amplitudě volných kmitů. Standardní hodnotou je 50 %, která většinou postačuje. Není-li při ní možno vůbec měřit nebo je-li obraz nevýrazný, je možno ji snížit (např. na 35 %), ale za cenu větší interakce se vzorkem.

Další postup je obdobný kontaktnímu režimu, nastaví se parametry měření, provede se ruční přiblížení hrotu a pak počítačem řízené. Po dosažení vazby (**nesmí** se testovat odezva systému, jednak hrot není v kontaktu se vzorkem, jednak nekontaktní hroty bývají křehčí a došlo by k ulomení) se spustí řádkové skenování, doladí se parametry vazby a začne se s vlastním měřením.

Poznámka: Bezkontaktní mód nemusí pracovat jen s detekcí amplitudy, ale může také registrovat změnu fázového posuvu mezi budícím signálem a kmitáním nosníku. Tento signál podává obecně jinou informaci než amplitudová detekce (dochází-li při interakci k disipaci energie).

Poklepový režim se realizuje volbou měřicí frekvence na opačné straně píku než v bezkontaktním měření, jinak je postup shodný s bezdotykovým měřením.

Některé zpracování obrazu je nutno udělat už během jeho snímání, nejčastěji je to zapotřebí pro interaktivní a opakované nastavování parametrů měření. Použité algoritmy mají zpravidla řádkový charakter a mohou zahrnovat následující procesy:

- zvýšení dynamického rozsahu zobrazení — výstup má zpravidla 256 úrovní (které jsou volitelně zobrazeny pseudobarvami ze zvolené palety), aby se využilo všech dostupných hodnot, provádí se přepočítání hodnot $b_{ij}^* = C [b_{ij} - (A + Bi)]$, který daty prokládá přímkou zvolenou tak, aby hodnoty b_{ij}^* pokryly interval $(0, 255)$ (b_{ij} definovaným způsobem závisí na naměřených hodnotách a_{ij}), parametry A, B se odhadují např. metodou nejmenších čtverců;
- diskrétní Fourierova transformace řádku pro vyhledání periodicity;
- výpočet střední hodnoty šumu $\frac{1}{N} \sqrt{\sum [b_{ij} - \bar{b}_j]^2}$, kde \bar{b}_j je střední hodnota v řádku;
- digitální filtrace v reálném čase, odstraní se vibrační a akustické šumy;
- softwarové průměrování pro dosažení lepšího odstupu od šumu;
- proložení roviny naměřenými daty, aby se rovina povrchu jevila kolmá k hrotu, $z_{\text{rovina}} = \alpha i + \beta j + \gamma$, tato operace vyžaduje znalost více řádků a během měření bývá prováděna vždy po několika řádcích;

Jen málokdy jsou získané obrazy tak kvalitní, aby mohly být použity přímo, ale je nutné jejich „vylepšení“. Případně je zapotřebí v datech nějakou informaci zvýraznit. Proto se používají metody zpracování obrazu (image processing), které lze přibližně rozdělit do tří kategorií:

1. přímá úprava dat se používá pro odstranění hrubých artefaktů vznikajících náhodně v průběhu měření, případně pro odstranění částí obrazu.
2. zvýšení vizuální hodnoty nemění vlastní data, jenom ovlivňuje jejich prezentaci – jedná se o použití prostorových modelů, vhodnou volbu palety pseudobarev, použití stínování, změnu jasu a kontrastu, popř. zobrazování profilů podél zvoleného směru.
3. transformace dat a získávání informací – může se jednat o úpravy primitivní (softwarové zvětšování, rotace, ...) i složitější (např. korekce nelinearity). Například se jedná o aritmetické operace mezi dvěma obrazy (násobení pro aplikaci masky, odečítání pro kompenzaci topografie v LFM), korekce pozadí či různé druhy filtrací (zvýraznění studovaného jevu). Mezi informačními metodami lze uvést charakterizaci drsnosti povrchu, určení fraktální dimenze či distribuce velikostí částic.

Při aplikaci zpracování se nejprve provedou metody z první skupiny, protože nikterak nesouvisí se studovaným fyzikálním jevem, a pak se ve vhodném pořadí aplikují metody ze zbývajících skupin.

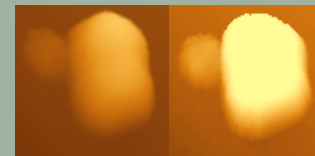
Uvedme dvě metody z druhé skupiny. Jedním ze způsobů zvýraznění struktury je **ekvalizace** histogramu. V naměřeném obraze jsou vždy některé výšky zastoupeny častěji a není tak plně využit dynamický rozsah použité stupnice. Původní obraz má nejmenší informační hodnotu v případě, kdy jsou v obraze zastoupeny dvě vzdálené výškové hladiny (kupř. zobrazení výškového schodu nebo nečistoty), v takovém případě se veškerá struktura „krčí“ v úzkém intervalu kolem uvedených výšek a není viditelná. Pokusíme-li se rozložit výšky rovnoměrněji po stupnici (ideálem je konstantní histogram), obraz získá na informační hodnotě.

Druhým způsobem je **ořezání** histogramu, které se provádí mapováním všech hodnot menších než zvolené minimum na 0, větších než zvolené maximum na 255 a ostatní hodnoty se přepočítají dle vztahu $a'_{ij} = (a_{ij} - \min) \frac{255}{\max - \min}$. Příkladem mohou být následující obrázky, které zobrazují povrch skla a jeho histogram před ořezáním, po ořezání a uprostřed je bíle vyznačena část histogramu, která byla ponechána (rozsah min, max).

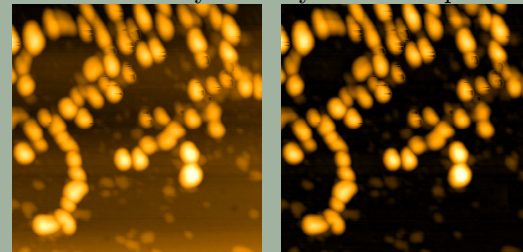


Ke zvýraznění periodických struktur lze použít metody **středování**. Obsahuje-li jeden obraz více stejných periodických obrazců, je možné provést jejich sečtení, čímž dojde k účinnému potlačení náhodného šumu. Bohužel se aplikací sníží velikost použitelného obrazu. Podobně si však můžeme pomoci, máme-li několik obrázků téhož místa (vícenásobné skenování bez přerušování). Pak můžeme využít aritmetických operací a všechny obrazy sečíst dohromady, opět dojde k snížení náhodného šumu.

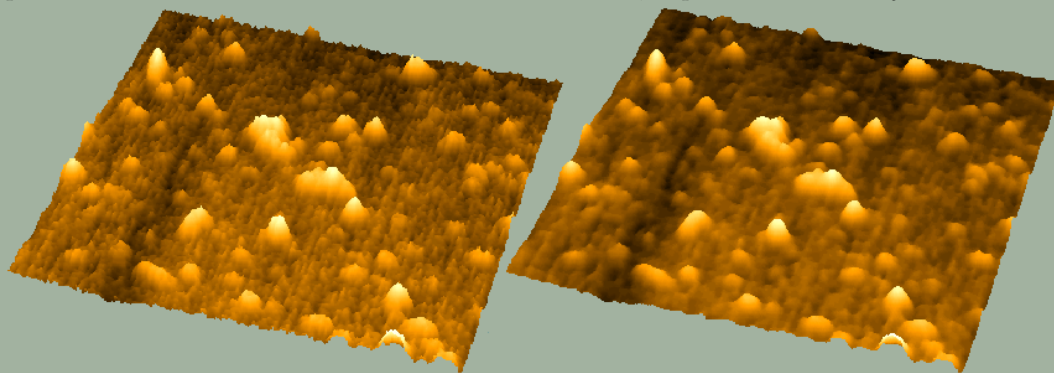
Použití ořezání je výhodné také pro zvýraznění morfologie částic. Vlivem konvoluce totiž nejsou okraje a přechody ostré, ale zaoblené. Udělá-li se však řez rovinou rovnoběžnou s povrchem vzorku, na průřezu tvar částice lépe vynikne.



Metody zmíněné dříve jsou vhodné pro vzorky s rovňým pozadím. Je-li pozadí značně nerovné, je lepší provést **odečtení pozadí**. Problémem však je neznalost přesného pozadí, které musíme z obrazu odhadnout. Symbolicky se odhad provádí rolováním kuličky[†] se zvoleným poloměrem ze „spodní“ strany trojrozměrného modelu obrazu, přičemž se snažíme kuličku protlačit co „nejvýše“. Sledováním polohy středu kuličky získáme mapu pozadí, kterou pak od obrazu odečteme. Výsledkem je zvýraznění drobných rysů na různě zakřivených površích, např. studujeme-li drsnost povrchu sféry, nezajímá nás topografie plynoucí ze zakřivení sféry. Pro dobrý výsledek je nutné, aby obraz neobsahoval čárové artefakty, které se také zvýrazňují. Na obrázku je metoda aplikována na vzorek nanočástic s cílem zvýšit „kontrast“ (velikost skenu je 500 nm, poloměr kuličky 50 nm). Je vidět, že operace pozadí vyrovnala, např. zmizel světlejší pruh v dolní části obrazu (pokud by však byl přechod skokový, zůstala by po něm v obraze čára).



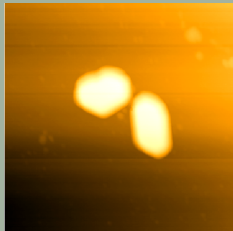
Další často užívanou metodou zpracování je filtrace pomocí **Fourierovy transformace (FFT)**. Provádí se buď jednorozměrná nebo dvojrozměrná a slouží především k odstranění nežádoucích frekvencí v obraze, např. zašumění. Dvojrozměrnou lze provádět jako směrově nezávislou či závislou (v prvním případě se mění frekvence jen v závislosti na vzdálenosti od nulové polohy, např. vymazání oblasti mezikruží). Druhá volba může strukturu v obraze tvarově deformovat, ale také odstranit proužkování přítomné v obraze (např. kolmo na řádky z důvodu nestability polohy hrotu). Na obrázku je ukázáno vyhlazení nanočástic pomocí FFT, které zčásti odstraňuje kmitání, ke kterému docházelo během měření. Filtrace obecně musí být používány velmi opatrně, protože snadno vytváří falešné struktury, především periodické.



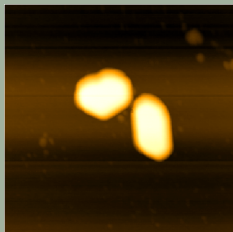
[†]Pro urychlení výpočtů se někdy „kulička“ nahrazuje krychlí.



Většinou se nepodaří umístit vzorek tak, aby byl jeho (střední) povrch umístěn rovnoběžně se směrem skenování. V takovém případě je do obrazu promítnut sklon vzorku, který může být velmi velký v porovnání se studovanými rysy na povrchu. To znamená, že detaily povrchu nebudou v obraze téměř vidět. Dalším jevem, který zhoršuje viditelnost detailů je drift, který způsobuje pozvolné ujíždění z -polohy hrotu. Hrot se v průběhu skenování dostává stále dál od vzorku a jeho vzdalování přibližně sleduje rovinu proloženou levým horním a pravým dolním rohem. Tím se opět zvyšuje rozsah, který je nutno zobrazit, a děje se tak na úkor detailů povrchu. Z uvedených důvodů zvyšujeme viditelnost obrazu **prokládáním pozadí**.



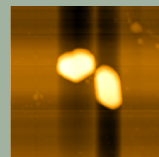
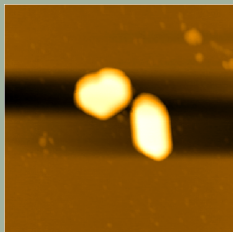
Na prvním obrázku vidíme nijak neupravovaný vzorek obsahující částice. Ačkoliv jsou částice dobře viditelné, je vidět rovněž sklon – levý dolní roh je tmavý, pravý horní světlý. Je zřejmé, že tím přicházíme o část zobrazovací palety, kterou bychom mohli využít ke zvýšení kontrastu. Pokusíme se jej proto odstranit. Prvním, nejnázornějším způsobem odstranění je proložení roviny. Výsledek takové operace je vidět na druhém obrázku. Můžeme konstatovat, že sklon byl účinně odstraněn a kontrast obrazu se zvýšil. Algoritmus, který odstranění provedl, spočívá v metodě nejmenších čtverců a používá aproximující funkci ve tvaru $z(x, y) = \alpha x + \beta y + z_0$. Ne vždy ovšem prokládání musí dopadnout tak dobře. Zkusme si představit vzorek, který má dvě vodorovné plochy s výškovým rozdílem. Pokusíme-li se zde proložit rovinu, mohou být výsledkem „šikmé“ plochy.

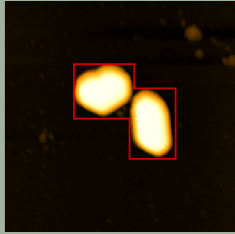


Uvedený proklad není jediným možným, lze provádět také prokládání ploch vyššího stupně. Zdá-li se, že vyšší stupně nemají žádného opodstatnění, musíme si uvědomit způsob realizace skeneru. Pro malé rozměry se realizuje trubičkou, která se ohýbá a jejíž hrot tedy opisuje spíše povrch sféry než rovinu. U vzorků se zakřivenou topografií pak mohou lépe vyhovovat vyšší stupně prokládání.

Jiným způsobem může být prokládání po jednotlivých řádcích, které má také své jednoduché opodstatnění. Při skenování totiž jsou jednotlivé řádky víceméně nezávislé a může u nich docházet k výškovým nesrovnalostem. To se pak projevuje proužkováním v obraze (proužky také vznikají z nečistot). Jeden proužek je patrný kupříkladu těsně pod svisle orientovanou částicí.

Proložíme-li každým řádkem přímkou $y = y_0 + \gamma x$, kde y_0 a γ jsou obecně různé pro jednotlivé řádky, dostaneme třetí obrázek. Na něm částice vystupují mnohem zřetelněji a také proužkování zmizelo (uvedený obrázek je relativně kvalitní, u horších je rozdíl mezi proložení roviny a přímkou větší). Následkem proložení se však objevil artefakt – tmavé prohlubně ve vodorovném směru. Že se jedná o artefakt se lze jednoduše přesvědčit proložením přímkou v jednotlivých sloupcích – výsledek je na pravém obrázku, artefakty jsou také, pouze ve svislém směru.



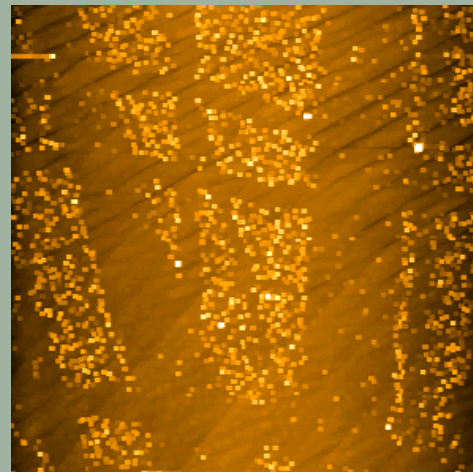
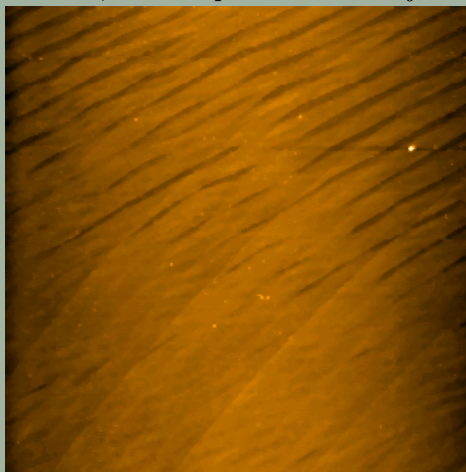
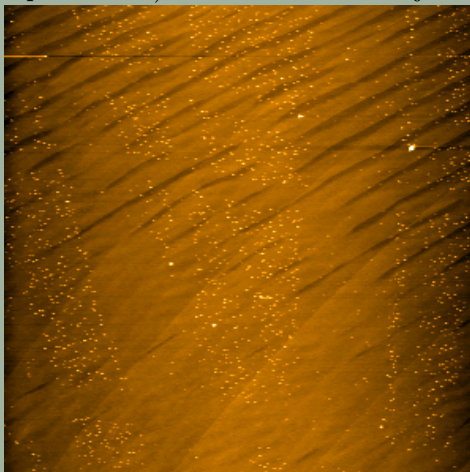


Samozřejmě zcela analogicky jako při prokládání roviny i zde můžeme prokládat křivky vyššího stupně, v závislosti na předpokládaném charakteru pozadí.

Ukázalo se, že proložení jednotlivých řádků dává kvalitní výsledky, ale přidává artefakty. Ty však můžeme odstranit. Uvedenými metodami se totiž snažíme odstranit pouze pozadí projevující se v celém obraze, nikoliv měnit tvar částic. Nabízí se tedy možnost provést prokládání s tím, že některé oblasti obrazu vyloučíme. Provedeme-li v obraze řádkové proložení vyjma dvou obdélníkových oblastí kolem částic (vyznačeny červeně), dostaneme výsledek na čtvrtém obrázku. Porovnáním s předchozím vidíme stejnou kvalitu obrazu, ale bez artefaktů.



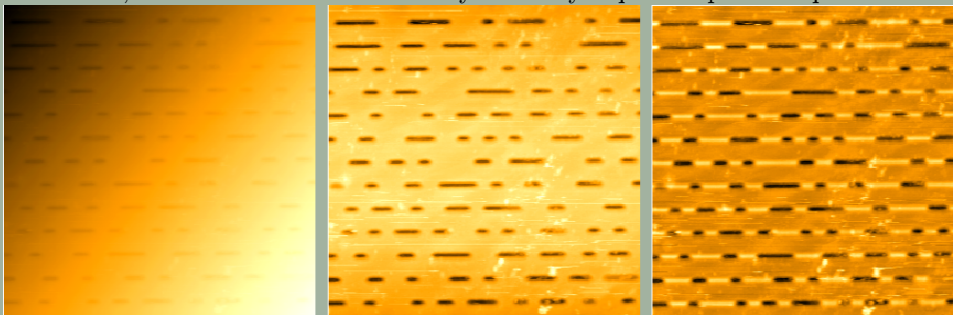
Ke zhodnocení informace obsažené v obraze lze použít filtry. Již bylo zmíněno použití lineárního filtru – Fourierovy transformace, který je účinným prostředkem k oddělení signálů s neprolínajícími se spektry. Pro některé aplikace je mnohem lepší použití nelineárních filtrů. Tyto filtry se aplikují postupně na všechny body obrazu a používají váženého součtu hodnot z okolí daného bodu. Váhy v součtu jsou určeny buď maticí filtru (**konvoluční filtry** – ve výsledku se pak mohou objevit hodnoty, které v původním obraze nejsou), nebo jsou 1 a 0 v závislosti na relativní hodnotě pixelu (např. 1 pro maximální hodnotu, 0 pro ostatní). Rozměr matice určuje velikost okolí, které se při filtraci uvažuje.



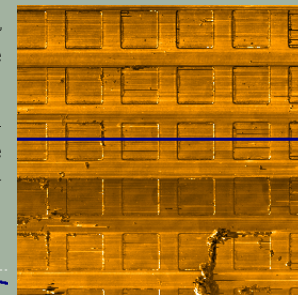
Výsledek aplikace filtru je ukázán na obrázcích výše. Obrázek vlevo představuje povrch skla, na němž jsou vidět prachové částice (s velikostí kolem 3 pixelů) a rýhovaná struktura (což může být jak struktura skla, tak artefakt). Prostřední obrázek představuje aplikaci mediánového filtru, tedy takového, který vybírá prostřední hodnotu z aktuálního okolí bodu (zde má velikost 3×3). Je vidět, že aplikace filtru vedla k zahlazení čárového artefaktu v levé horní části a k efektivnímu odstranění částic, aniž by bylo odstraněno rýhování. Tento výsledek je ovšem dán volbou velikostí okolí, pro okolí 5×5 se rýhy zahlazují. Poslední ukázkou je aplikace maximálního filtru (vybírá maximální hodnotu z okolí 3×3) na původní obrázek. Po aplikaci došlo ke zviditelnění částic (a změně jejich tvaru na čtvercový – podle okolí), ale také ke zvýraznění levé části čárového artefaktu. Naopak došlo k „zamazání“ rýh, které jsou nyní zřetelně tenčí, a pravé části artefaktu.

Mezi konvoluční filtry patří např. **Gaussův** filtr, který obraz rozmazává, a filtry pro detekci hran (např. Laplaceovy).

Z předchozího popisu by se mohlo zdát, že prokládání po řádcích je ideálním řešením, neboť odstraňuje meziřádkové skoky i sklon vzorku. Že tomu tak obecně není ukazují následující obrázky, na kterých je znovu zachycen povrch CD. To má strukturu tvořenou spirálovitou stopou (pro malé výřezy téměř přímkové), podél níž jsou vytlačeny otvory. Zobrazíme-li nezpracovaný povrch (vlevo), bude na něm nepochybně vidět náklon vzorku a struktura stop bude nevyrazná. Po odečtení roviny (uprostřed) se obraz vylepší a dostaneme očekávaný povrch. Provedeme-li však odečtení řádků, odstraní se sice náklon vzorku, ale obraz se stane nesmyslným. Bude totiž podél spirál zobrazovat *výstupky* místo prohlubní. Uvedený artefakt vznikl kvůli (náhodné) orientaci vzorku, při níž stopy leží téměř rovnoběžně s řádky. Zpracováním řádků, které jsou mimo prohlubně pak dostaneme nízkou úroveň, u řádků, které prohlubně obsahují, dostaneme totéž co při odečtu roviny, tedy prohlubně ve správné poloze, ale také se stejnou výškou. Bohužel, důsledkem toho bude falešný obraz výstupků na plochem pozadí.



Artefakty také mohou vznikat nesprávnou interpretací obrazu. Na obrázku je zobrazena mapa laterálních sil na mřížce, která na pohled přesně zobrazuje mřížku a do povrchu zapadají jednotlivé čtverečky. Nabízí se tedy interpretace, že materiál čtverečku vykazuje jiné třetí vlastnosti než substrát. Bohužel, jedná se o artefakt (resp. tvrzení není průkazné). Jak již bylo zmíněno, do laterálních sil se promítá i topografie, tj. změna sklonu, a to je jeden z jejích projevů. Jak ukazuje profil, v obraze se žádné čtverce nevyskytují a jsou vidět pouze *hrany* čtverců. Plné čtverečky jsou tedy jen optický klam.





Spustit test

1. Během měření se na hrotu uchytí skupina uspořádaných částic. Podle čeho lze uchycení rozpoznat?

Zhorší se rozlišení v obraze, vše bude širší.	Nebude možno dosáhnout stabilního zobrazení.
V obraze se objeví spousta řádkových přechodů.	V obraze bude několik skupin stejně uspořádaných částic.

2. Artefakt konvoluce se nejčastěji projevuje

zkreslením výškových informací.	rozšířením všech laterálních rozměrů.
vytvářením periodických struktur.	zákmity na strmých přechodech.

3. Při použití konvolučních filtrů se nová hodnota bodu určuje

jako vážený součet přes dané okolí z hodnot původního obrazu.	jako součin hodnot z daného okolí.
jako vážený součet přes dané okolí z hodnot nového obrazu, jsou-li již určeny, jinak z hodnot starého obrazu	jako extrémní hodnota v daném okolí.

4. Příliš nízká hodnota integrálního parametru zpětné vazby se projeví

vznikem zákmitů na strmých přechodech.	pozdvolnými přechody a nízkou schopností sledovat změny topografie.
velmi ostrými přechody.	hodně zašuměným obrazem.

5. Proložení roviny se zvyšuje vizuální kvalita obrazu, protože

se nelineárně přemapuje barevná paleta.	se odstraní části obrazu, ve kterých nedochází k lokálním změnám výšky.
se sníží vliv náklonu vzorku.	se změní úhel pohledu na vzorek.

Vyhodnotit Správné odpovědi:



SPM zařízení nemusí pracovat jen jako mikroskopy. Interakce mezi hrotem a vzorkem může být natolik silná, že ji lze využít k modifikaci povrchu na škále určené velikostí hrotu, je-li hrot velmi blízko. V počátku byly modifikace pozorovány jako nežádoucí interakce při běžných měřeních. První využil tyto jevy ke kreslení struktur Ringger v roce 1985, který vytvářel čáry z polymerizovaných uhlovodíků na sklovitém $\text{Pd}_{81}\text{Si}_{19}$ (uhlovodíky pocházely patrně z oleje vývěvy). Mezi využitelné interakce patří odpuzivé a přitažlivé atomární síly, elektrické pole a proud či magnetické síly. Důvodem k aplikaci SPM jako přetvářečímho nástroje je snaha dosáhnout co nejmenších šířek čar při výrobě polovodičových integrovaných obvodů, zasahování (sestavování) do biomolekul, studium kvantových efektů, zvýšení hustoty paměťových záznamů apod. Oproti ostatním metodám je zde výhoda možnosti zobrazovat simultánně povrch tímž nástrojem, který jej přetváří. Oproti klasickým elektronovým nástrojům je zde také výhoda použití nižšího napětí při stejné intenzitě elektrického pole (hrot je blíže k povrchu a $E = \frac{U}{d}$), což znamená i nižší energii elektronů a menší vliv rozptylu a vzniku sekundárních elektronů. Nevýhodou je možnost pouze jedné kopie, zpracování nelze dělat ve velkých sériích a většinou nutnost speciálních prostředí (vysoké vakuum, nízké teploty – 4 K), aby změna (v atomárním měřítku) zůstala stabilní.

Modifikace povrchu mohou být různého typu. Dělí se podle charakteru působení (mechanické, tepelné, elektronové), podle způsobu interakce (přímé nebo nepřímé, které využívají zprostředkující vrstvu jako resist) či podle velikosti (manipulace s atomy, vytváření nanostruktur).

Mezi jednoduché přímé interakce lze zařadit vytváření děr a rýh, které se provádí zabořením hrotu do povrchu materiálu a jeho případným tažením, popř. se používá kmitající nosník, který za sebou zanechává stopu. Lze vytvářet také kopečky pomocí STM hrotu, na kterém se během předchozího skenování uchytily nečistoty, které po přiložení napětí přejdou na povrch vzorku.

Nepřímé interakce jsou přesnou analogií běžných litografických technik s elektronovým svazkem, jen elektrony (z STM hrotu) mají mnohem menší energii a tím i boční rozptyl (nižší energie není závadou, protože resisty jsou citlivé právě na nižší energie). Dalším způsobem modifikace může být leptání a depozice, při nichž elektrony z hrotu dodávají energii k chemickým reakcím (např. při leptání se hrot pohybuje ve vrstvě leptadla, ale leptání může probíhat jen v místech, kde hrotem prochází proud).

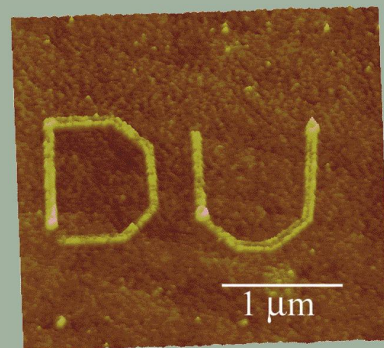
STM umožňuje přímou manipulaci s jednotlivými atomy na povrchu vzorku (většinou adsorbáty). Cyklus přenosu probíhá takto: zobrazí se celá oblast, aby byly známy polohy atomů, poté hrot přejede nad zvolený atom a sníží se jeho výška nad povrchem, tím dojde ke zvýšení interakce mezi hrotem a atomem a k jeho přeskoku na hrot. Poté dojde k přemístění atomu na hrotu a ke snížení interakce — atom zůstane na novém místě. Zpravidla se při přenosu využívá směrové závislosti vazebné energie atomu k povrchu, která má nižší hodnotu podél povrchu. Atom se tudíž od povrchu neodtrhuje, ale pouze se po něm táhne. Při těchto modifikacích je ovšem zapotřebí mít čistý povrch, což lze dosáhnout jen v podmínkách ultravakua. Rovněž je třeba nízkých teplot, aby se snížily tepelné kmity atomů a difúze.



Techniky SPM lze využít i k záznamu dat s velmi vysokou hustotou záznamu. Lze provádět nábojový nebo magnetický záznam. Při nábojovém je záznam vyvolán přiložením napětí na hrot ve zvoleném místě nad svrchní vrstvou Si_3N_4 , tím začnou tunelovat elektrony ze substrátu Si přes izolační vrstvu oxidu SiO_2 a zůstanou zachyceny v nitridu. Záznam může vydržet i několik let a lze jej vymazat přiložením opačné polaroty. Magnetický zápis se provádí s magnetickým hrotem a dochází při něm k vytváření či orientaci mag. domén. Příkladem nábojového záznamu může být grafický záznam tištěného textu, v němž písmenka měla velikost přibližně $2 \mu\text{m}$.

Jinou, intenzivně studovanou, možností je termomechanický záznam dat. Jejím základem je AFM nosník (nejčastěji z Si), který má na koncích odporová tělíska, která jej vyhřívají. Záznamovým médiem je velmi tenká (40 nm) vrstva polymeru, např. PMMA, do které jsou zahřátým hrotem vytvořeny důlky, představující jednotlivé bity. Uložená informace se pak čte nosníkem (zahřátým na nižší teplotu) pracujícím v režimu AFM — sleduje topografii povrchu, v dolíku dojde k přiblížení nosníku k podložce a snížení tepelné impedance, což se projeví snížením teploty (funkce jsou tedy rozděleny: hrot zapisuje, nosník čte). Pro zvýšení rychlosti se používá celé pole nosníků, které pracují paralelně.

Jinou metodou „zápisu“ dat může být použití principu běžného pera. Vezmeme-li AFM hrot, který namočíme do roztoku HAuCl_4 a necháme jej vysušit, můžeme s ním psát na povrch křemíku zbaveného oxidové vrstvy. Podobně jako v jiných litografiích se skenující sondou, i zde hrot vymezuje místa depozice. Kapka, která spontánně kondenzuje mezi hrotem a vzorkem, vytváří prostorově omezenou nádobku, v níž mohou probíhat chemické reakce – kovové ionty jsou rozpouštěny, redukovány na atomy a usadají na povrch křemíku. Pomocí této techniky lze vytvářet struktury s šířkou kolem 100 nm.





Pro zajímavost uvedeme některé méně tradiční aplikace AFM.

Průřezová AFM slouží k měření tloušťek jednotlivých vrstev v integrovaných obvodech, které ovšem musí být nejprve rozštípnuty a to velmi kvalitně (nerovnosti 0,3 nm někdy znemožní měření). Metoda využívá rozdílné rychlosti oxidace jednotlivých vrstev, vzorek je po rozštípnutí na vzduchu za běžné teploty vystaven oxidaci (asi 15 minut) a poté je měřen profil oxidových vrstev – výškový rozdíl na chemicky různých vrstvách je asi 0,2 nm. Občas lze rozlišit i vrstvy lišící se dotací, např. na GaAs se po 2 hodinách vytvoří rozdíl 0,04 nm, což je téměř na hranici měřitelnosti, ale rozhraní je zřetelné. Bohužel dochází ke stranovému rozšiřování oxidů, takže po určité době nejsou údaje věrohodné. To lze ověřit na vzorku supermřížky, kde se po dlouhé době změní šířky a výraznost odlišení vrstev, ale stále je vidět periodicitu. Přesnost určení polohy rozhraní je 10–50 nm.

Moirè techniky AFM lze využít v technologii polovodičů i jinak než k přímému měření vlastností obvodů, např. k měření deformací pouzder obvodů. Metoda moirè je schopna měřit deformace v rovině, přičemž referenční mřížka je tvořena skenovacími řádky (princip je převzat z elektronové mikroskopie). Samotné proužky vzniknou skenováním pravidelné struktury (difrakční mřížky, 1200 čar/mm), která je upevněna na deformované podložce.

Před vlastním měřením je nutno nejprve otestovat, zda zobrazené proužky patří k moirè – stačí malé otočení směru skenování. Jsou-li proužky pravé, musí platit $\frac{\sin(\Phi-\theta)}{\sin\Phi} = \frac{p_s}{p_r} = C$, kde Φ a θ jsou úhly proužků a mřížky vzorku vzhledem ke směru skenování, $p_{s,r}$ je rozteč mřížek.

Uvažujme skenovací velikost L , počet řádků N a nejprve dva proužky na délce L , pak je frekvence referenční mřížky $f_r = \frac{1}{p_r} = \frac{N}{L}$. Definujme napětí (pro původně shodné mřížky) vztahem $\varepsilon_y = \frac{|p_s - p_r|}{p_r} = \frac{p_s}{L}$, z čehož plyne $L = p_s(N \mp 1)$. Podobně pro l proužků dostaneme $\varepsilon_y = \frac{|p_s - p_r|}{p_r} = \frac{l-1}{L} p_s$ a $L = p_s [N \mp (l-1)]$. Zvolíme-li pečlivě L a N , můžeme dosáhnout nulového pole, ale zpravidla jsme omezeni možnostmi přístroje. Nejprve se změří napětí před zatížením $\varepsilon_y^0 = \frac{p_s}{s_{yy}^0}$, kde s_{yy}^0 je krok mezi sousedními proužky, a poté napětí po zatížení $\varepsilon_y^1 = \frac{p_s}{s_{yy}^1}$. Z rozdílu obou hodnot určíme napětí odpovídající zatížení. Smysl napětí lze určit rotací, pokud se proužky otočí ve stejném směru, je napětí tahové.



Metody a techniky, použité v AFM a obecně SPM, samozřejmě nezůstaly osamoceny, ale podnítily rozvoj i v jiných oblastech, než jen v mikroskopii, modifikaci povrchů a záznamové technice.

Biosenzory Technologie z AFM se dá použít i k aplikacím na poli biosenzorů. Většinou jde o využití nosníku jako citlivého detektoru. Může sloužit například jako buněčný senzor, když se na něm vypěstuje kultura bakterií. Stimulací těchto buněk se změní namáhání nosníku, které lze pak opticky snímat. Další možností je jeho využití k detekci přítomnosti biologicky aktivních chemikálií přítomných v prostředí a jejich množství. Na nosník se vhodným způsobem připevní „antičástice“ dané látky a kolem nosníku se nechá proudit roztok s detekovanou ingrediencí, která se navazuje na „antičástice“. Po určité době se roztok nahradí jiným, který obsahuje silně magnetické částice opatřené antičásticemi, které se však nepřichytávají ani na nosník, ani na jeho antičástice. Po propláchnutí zůstanou některé připoutány k detekované látce a přiložením magnetického pole dojde k silovému působení, jehož velikost je úměrná počtu navázaných částic a tedy i koncentraci biologicky aktivní látky.

V biologických oborech je často zapotřebí měřit lokální a rychlé změny viskozity. Také zde lze využít AFM nosníku, protože jeho pohyb je v tekutém prostředí tlumen viskózním třením. Proto je jeho rezonanční frekvence funkcí hustoty ρ a viskozity η . Pro vodnaté prostředí lze změny hustoty zanedbat, takže lze měřit viskozitu. Měří se tepelné fluktuace nosníku, z dat se počítá spektrální výkonová hustota a odečte se pozadí, pak se provede fitace normální křivky, aby se určila nejpravděpodobnější rezonanční frekvence. Z teoretických úvah plyne

$$\omega = \frac{1}{8} \left(\sqrt{9(K\eta\rho)^4 + 64\omega_0^2} - 3(K\eta\rho)^2 \right),$$

kde K je konstanta závislá na nosníku.



1. Wiesendanger, R.; Güntherodt, H.-J.: **Scanning Tunneling Microscopy II**, Springer 1995
2. Wiesendanger, R.; Güntherodt, H.-J.: **Scanning Tunneling Microscopy III**, Springer 1996
3. Stroscio, J. A.; Kaiser, W. J.: **Scanning Tunneling Microscopy**, Academic Press 1993
4. Bai, Ch.: **Scanning Tunneling Microscopy and its Applications**, Springer 2000
5. Binnig, G.; Rohrer, H.: **Scanning tunneling microscopy**. *IBM Journal of Research and Development* 44(1), 279-293, 2000 (<http://www.research.ibm.com/journal/rd/441/binnig.pdf>)
6. Hartmann, U.: **An Elementary Introduction to Atomic Force Microscopy and Related Methods**.
<http://www.uni-saarland.de/fak7/hartmann/download/afm/afm.pdf>



Narodil se 6. června 1933 v Buchsu ve Švýcarsku, v roce 1949 se přestěhoval s rodiči do Curychu. Na podzim 1951 nastoupil na ETH (Švýcarský federální technický ústav), kde se rozhodl pro fyziku. V roce 1955 začal pracovat na disertaci a věnoval se práci v oblasti supravodičů. V roce 1961 se oženil s Rose-Marie Eggerovou. V oblasti supravodičů pak pracoval dva roky jako postdoktorand v USA, na Rutgersově univerzitě. V létě 1963 dostal nabídku pracovat v nově založené Výzkumné laboratoři IBM ve Švýcarsku, kde se pak věnoval především studiu souvisejícímu s magnetickými a kritickými jevy. V letech 1986 až 1988 byl manažerem oddělení fyziky curyšské laboratoře. V roce 1997 odešel do důchodu.



Narodil se 20. července 1947 ve Frankfurtu v Německu, kde rovněž začal studovat fyziku (pro ní se rozhodl již v deseti letech), ale nebyl si vhodností své volby jistý, zvláště teoretická fyzika ho neuspokojovala. Jeho přístup k fyzice se změnil až v souvislosti s diplomovou prací. V roce 1978, kdy dokončil dizertaci, jej jeho žena Lore Waglerová přesvědčila k přijetí práce v laboratořích IBM ve Švýcarsku, kde pracoval na vývoji STM. V letech 1985–1986 pracoval pro IBM v Kalifornii, pak byl dva roky hostujícím profesorem Stanfordské univerzity

tunelovací	1981 Binnig, Rohrer
optická blízkého pole	1982 Pohl
kapacitní	1984 Matey, Blanc
tepelná	1985 Williams, Wickramasinghe
atomárních sil	1986 Binnig, Rohrer
přitažlivých sil	1987 Martin, Williams, Wickramasinghe
magnetických sil	1987 Martin, Wickramasinghe
třecích sil	1987 Mate, McClelland, Chiang
elektrostatických sil	1987 Martin, Abraham, Wickramasinghe
neelastická tunelovací spektroskopie	1987 Smith, Kirk, Quate
laserem řízený STM	1987 Arnold, Krieger, Walther
emise balistických elektronů	1988 Kaiser
inverzní fotoemisní	1988 Coombs, Gimzewski, Reihl, Sass, Schlittler
akustická blízkého pole	1989 Takata, Hasegawa, Hosaka, Hosoki, Komoda
šumová	1989 Moller, Esslinger, Koslowski
spinová	1989 Manassen, Hamers, Demuth, Castellano
iontová	1989 Hansma, Drake, Marti, Gould, Prater
elektrochemická	1989 Husser, Craston, Bard
absorpční	1989 Weaver, Wickramasinghe
fotonová absorpční	1989 Wickramasinghe, Weaver, Williams
chemického potenciálu	1990 Williams, Wickramasinghe
fotonapěťová	1990 Hamers, Markert

Převzato z Stroschio, Kaiser: **Scanning tunneling microscopy**, Academic Press 1993

Ideové zdůvodnění normalizace převodem na logaritmickou derivaci je následující. Platí-li $I \sim \int_0^{eV} n_s(E)T(E) dE$, pak obdržíme

$$\frac{\frac{dI}{dV}}{\frac{I}{V}} = \frac{n_s(eV)T(eV)}{\frac{1}{V} \int_0^{eV} n_s(E)T(E) dE}.$$

Protože T je v obou členech, dá se v prvním přiblížení předpokládat jeho vyrušení, tedy

$$\frac{\frac{dI}{dV}}{\frac{I}{V}} \approx \frac{n_s(eV)}{\frac{1}{V} \int_0^{eV} n_s(E) dE}.$$

Jak už bylo uvedeno, při normalizaci nastávají problémy s divergencí a tvorbou píků. Jednou z metod, která divergenci odstraňuje, je normalizace ke střední hodnotě $\overline{I/V}$, která se definuje s použitím určité váhy, třeba exponenciální

$$\overline{I/V} = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{I}{V} e^{\frac{V'-V}{\Delta V}} dV',$$

kde ΔV je vhodně zvolený parametr, určující sílu „rozmazání“, zpravidla je shodná s šířkou zakázaného pásu. Při této normalizaci klesá vodivost k nule, spektrum dále od hran je téměř neovlivněno. Někdy se místo integrace pouze přičte k podílu I/V malá hodnota, aby nešel k nule. Problém také nastává při kombinované měřicí metodě (nejprve se měří při konstantním proudu, pak s konstantní vzdáleností), protože při přechodu mezi režimy vzniká ve vodivosti pík, a ten normalizaci nevymizí, pouze se úměrně zmenší.

Máme-li určeny síly, které během měření působí, musíme určit jejich vliv na frekvenční posuv Δf . Aproximace linearizací, kterou jsme používali dříve, je totiž pro velké amplitudy kmitů nedostatečná. Uvažujme tedy opět lineární oscilátor, který charakterizujeme polohou q , hybností p a hamiltoniánem $H = \frac{p^2}{2m} + \frac{1}{2}kq^2$, a umístíme jej do oblasti působení síly F , resp. potenciálu V , čímž se hamiltonián systému změní o $\Delta H = V$. Použijme Hamilton-Jacobiho formalismus a hledejme řešení změněného systému pomocí akce J a fázové proměnné β , tj. zaveďme vztahy

$$q = \sqrt{\frac{2f_0 J}{k}} \sin 2\pi(f_0 t + \beta), \quad p = \sqrt{\frac{kJ}{2\pi^2 f_0}} \cos 2\pi(f_0 t + \beta).$$

Po úpravách dostaneme pro neporušený stav $J = \frac{kA_0^2}{2f_0}$ a $\beta = \frac{1}{4}$ (je konstantní s ohledem na vlastnosti Hamilton-Jacobiho metody). Pokud se v systému vlivem interakce mění frekvence, musí se tak dít prostřednictvím změny fázové proměnné β . Proto platí pro (časově středovanou) změnu frekvence (při malé velikosti V)

$$\Delta f = \left\langle \frac{d\beta}{dt} \right\rangle = \left\langle \frac{\partial V}{\partial J} \right\rangle = \left\langle \frac{\partial V}{\partial q} \frac{\partial q}{\partial J} \right\rangle = -\frac{f_0}{kA_0^2} \langle Fq \rangle,$$

kde jsme využili Hamiltonových rovnic $\dot{\beta} = \frac{\partial H}{\partial J}$, rozepsání parciálních derivací a výše uvedeného vztahu pro J . Budeme-li předpokládat, že síla má mocninný tvar $F = -\frac{C}{r^n}$, získáme výsledek

$$\Delta f = \frac{f_0}{kA_0^2} \frac{1}{T_0} \int_0^{T_0} \frac{CA_0 \cos(2\pi f_0 t)}{[d + A_0(\cos 2\pi f_0 t + 1)]^n} dt,$$

kde d je nejmenší vzdálenost hrotu od vzorku. Tento vztah lze zjednodušit na dva limitní případy. Platí-li $A_0 \ll d$, dostaneme výsledek shodný s metodou linearizace síly. V případě velké amplitudy $A_0 \gg d$ získáme

$$\Delta f(d, k, A_0, f_0, n) = -\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \frac{f_0}{kA_0^{3/2}} \frac{C}{d^{n-1/2}} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{(1+y^2)^n} dy.$$

Protože závislost frekvenčního posuvu obsahuje spoustu parametrů, které se během měření nemění, používá se často funkce pouze proměnné d – **normalizovaný frekvenční posuv** $\gamma(d)$, zavedený vztahem

$$\gamma(d) = \frac{\Delta f k A_0^{3/2}}{f_0}.$$

Uvažujme obdélníkový nosník, pro nějž platí silová a momentová rovnice

$$\rho S \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = \frac{\partial Q}{\partial x}, \quad Q = \frac{\partial M}{\partial x},$$

v nichž M je moment síly, Q posouvací síla, ρ hustota a $S = hb$ plocha průřezu. Uvažujeme-li neutrální střední vlákno (které se při ohybu neprodlouží), pak pro jeho délku platí $ds = R d\alpha$ (R poloměr, α úhel), pro vlákno ve vzdálenosti ξ od neutrálního je $ds' = (R + \xi) d\alpha = \frac{R + \xi}{R} ds$, z čehož plyne prodloužení $\varepsilon = \frac{ds' - ds}{ds} = \frac{\xi}{R}$. Protože moment je dán vztahem $M = \int \xi \varepsilon E dS = \frac{E}{R} \int \xi^2 dS$, kde poslední integrál je kvadratický moment průřezu I , dostaneme po vyjádření poloměru křivosti a následné linearizaci

$$M = -EI \frac{\frac{\partial^2 z}{\partial x^2}}{\left[1 + \left(\frac{\partial z}{\partial x}\right)^2\right]^{3/2}} \approx -EI \frac{\partial^2 z}{\partial x^2}.$$

Vzhledem ke konstantnosti I (pouze pro obdélníkový průřez, $I = bh^3/12$, h je tloušťka) dostáváme pohybovou rovnici nosníku

$$\rho S \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + EI \frac{\partial^4 z}{\partial x^4} = 0,$$

z níž, budeme-li ji řešit pro harmonický pohyb $z(t, x) = z_0(x)e^{i\Omega t}$ s okrajovými podmínkami $z_0(0) = 0$ a $\frac{dz_0(0)}{dx} = 0$, obdržíme frekvenční podmínku $\cos \beta l \cosh \beta l = -1$, kde $\beta^4 = \frac{\Omega^2 \rho S}{EI}$ a l je délka nosníku. Její první čtyři řešení jsou

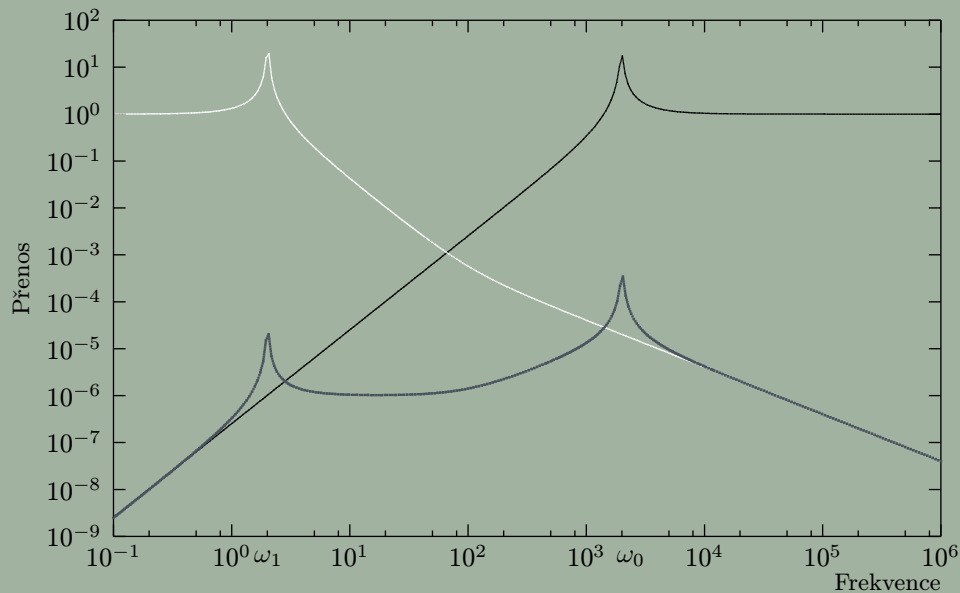
$$\beta_1 l = 1,8751, \quad \beta_2 l = 4,6941, \quad \beta_3 l = 7,8548, \quad \beta_4 l = 10,996$$

a poměr frekvencí je dán poměrem druhých mocnin uvedených čísel — kmitání je tedy neharmonické. Pro tuhost obdélníkového nosníku lze obdržet vztah $k = E \frac{h^3 b}{4l^3}$.

Jednoduchý model hystereze je založen na paralelní kombinaci elasticko-třecích prvků tvořených kombinací pružiny a nehmotného bloku, podrobeného coulombovskému tření. Takový prvek vykazuje základní charakteristiku přilepení a odtržení, které je analogické chování elektrických domén v piezokeramice. Zobecněním modelu je Preisachův model, který používá nekonečný počet přepínačů a je schopen vystihnout amplitudovou závislost i odlišný sklon hysterezní křivky.

Model je založen na elementárním prvku (hysteronu) $\gamma_{\alpha\beta}$, který se chová jako dvoupolohové relé s odlišnými přechodovými stavy pro směr nahoru (úroveň α) a dolů (úroveň β), jehož výstup $\gamma_{\alpha\beta} = \pm 1$ závisí na současné hodnotě a směru vstupu vztahem pro jeho změnu $\Delta(\gamma_{\alpha\beta}, F_d) = +2$ pro $F_d \geq \alpha$ a $\gamma_{\alpha\beta} = -1$ a $\Delta(\gamma_{\alpha\beta}, F_d) = -2$ pro $F_d \leq \beta$ a $\gamma_{\alpha\beta} = +1$ s počáteční hodnotou $\gamma_{\alpha\beta} = -1$. Celkový efekt všech přepínačů je dán jejich superpozicí, $u_x = \iint_{\alpha \geq \beta} \mu(\alpha, \beta) \gamma_{\alpha\beta} [F_d] d\alpha d\beta$, kde μ je váhová funkce (kladná i záporná), kterou teprve musíme určit.

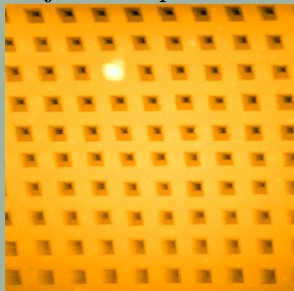
Předpokládejme, že hystereze operuje v uzavřené smyčce a nosič μ je tedy kompaktní množina, zde trojúhelník omezený přímkami $\alpha = \beta$, $\alpha = \alpha_0$ a $\beta = \beta_0$, který lze rozdělit do dvou disjunktních částí S_- a S_+ odpovídajících $\gamma_{\alpha\beta} = \mp 1$. Bude-li systém v nejnižším saturovaném stavu, je S_- celý trojúhelník. Nyní monotonně zvedejme vstup z hodnoty β_0 až do hodnoty α_1 (odpovídá vstupnímu napětí U_{α_1}), čímž všechny hysterony s $\alpha \leq \alpha_1$ přeskočí a trojúhelník se rozdělí na dvě části. Po dalším monotonním poklesu na β_1 (odpovídá $U_{\alpha_1\beta_1}$) dojde k přeskokům všech vybuzených hysteronů s $\beta \geq \beta_1$ a mezi oblastmi S_+ , S_- vznikne schodiškovité rozhraní $L(t)$. Přepíšeme-li vztah pro výstup do tvaru $u_x(t) = \iint_{S_+(t)} \mu(\alpha, \beta) d\alpha d\beta - \iint_{S_-(t)} \mu(\alpha, \beta) d\alpha d\beta$ a označíme rozdíl ploch S_+ mezi přeskoky jako $\Gamma_{\alpha_1\beta_1}$, pak lze psát $U(\alpha_1, \beta_1) \stackrel{\text{def}}{=} \frac{U_{\alpha_1} - U_{\alpha_1\beta_1}}{2} = \iint_{\Gamma_{\alpha_1\beta_1}} \mu(\alpha, \beta) d\alpha d\beta = \int_{\beta_1}^{\alpha_1} \left(\int_{\beta_1}^y \mu(x, y) dx \right) dy$, z čehož lze určit váhovou funkci $\mu(\alpha, \beta) = -\frac{\partial^2 U(\alpha, \beta)}{\partial \alpha \partial \beta}$.



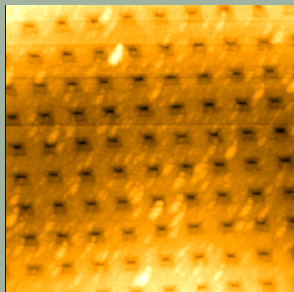
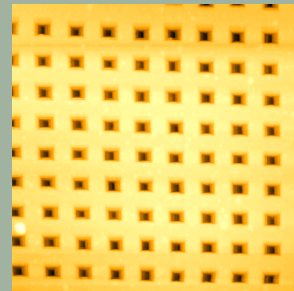
Frekvenční funkce přenosu pro mikroskop (černá), vibrační izolaci (bílá) a mikroskop s izolací (žlutá).

Parametry jsou $\omega_0 = 2000$ Hz, $\omega_1 = 2$ Hz, $\gamma_0 = 0,025\omega_0$, $\gamma_1 = 0,01\omega_1$.

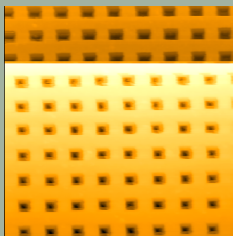
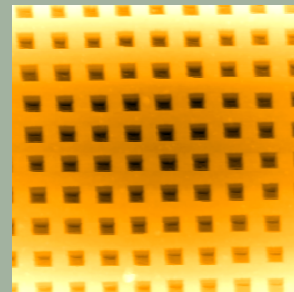
Vhodným prostředkem pro posouzení kvality zobrazování mikroskopu jsou různé testovací vzorky, např. mřížky. Pomocí nich je možno posoudit a zkalibrovat jak skener, tak posoudit kvalitu hrotů.



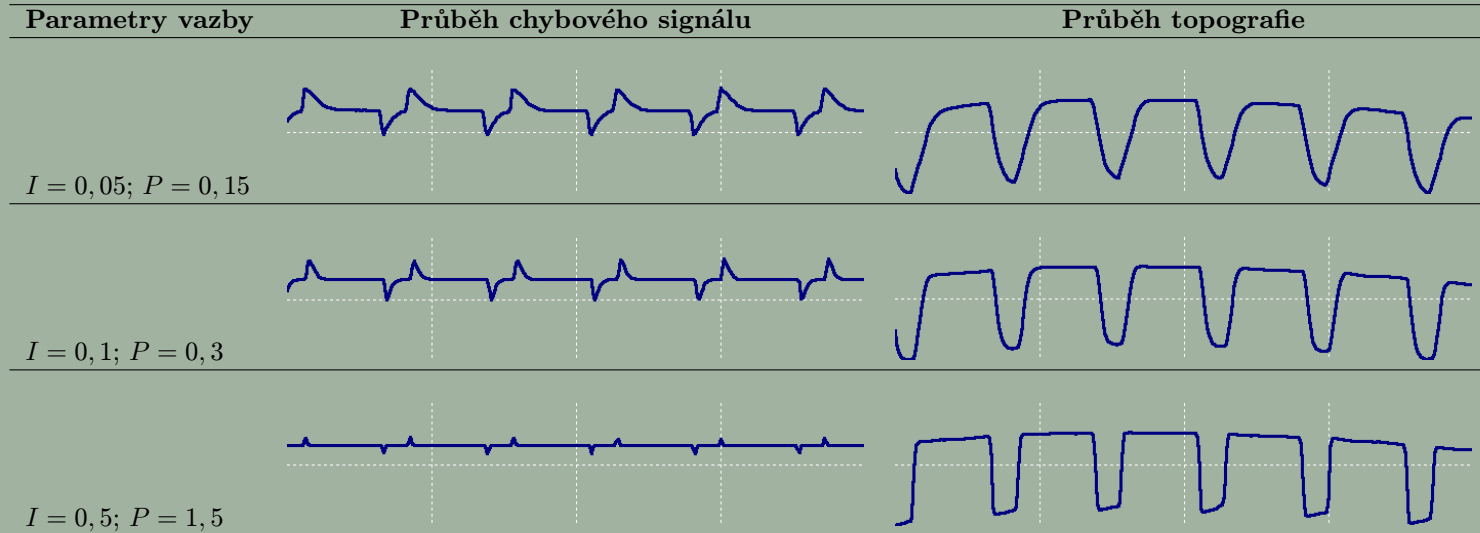
Na obrázku vlevo je nelinearitou deformovaný obraz mřížky. Je to první snímek, který byl pořízen skenerem po dlouhé době nepoužívání. Během používání se vlastnosti skeneru ustálí a nelinearity se projeví jen v menší míře. Obrázek vpravo byl pořízen na stejné mřížce se stejným hrotem po několika hodinách provozu.



Pokud je špatný hrot, projeví se to i na kvalitě obrazu mřížky. Na obrázku vlevo je mřížka změřená velmi špatným hrotem, který se už k měření nehodil. Protože jsou na povrchu mřížky vidět stejně orientované útvary, lze předpokládat, že hrot byl silně znečištěn, případně deformován, což zabránilo řádnému prokreslení otvorů v mřížce, jak je tomu na obrázku vpravo. Pokud srovnáme dva pravé obrázky, vidíme, že i s kvalitními hroty se může obraz lišit, zde záleželo na sklonu hlavy mikroskopu vzhledem k rovině mřížky.



Na hrotu se v průběhu měření mohou uchytit nečistoty, které zhoršují jeho kvalitu, především koncový poloměr, ale mění také rezonanční frekvenci. Zachycená nečistota se během dalšího skenování může uvolnit a v obraze dojde k náhlému výškovému přechodu, který je rovnoběžný se směrem skenování. Uvolněním nečistot se vrátí parametry hrotu na původní hodnoty a obraz se zlepší. Na obrázku vlevo se nečistota uvolní v horní polovině a změní se stupeň proklesnutí prohlubní – v horní části je hloubka asi 20 nm, ve spodní části asi 80 nm.



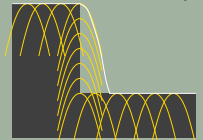
Ukázka vlivu nastavení zpětné vazby při skenování standardní mřížky s pravoúhlým profilem. Měněny byly parametry integrální (I) a proporcionální (P), derivační byl nulový. Všechny průběhy byly pořízeny po ustálení a při dokonalém překrytí průběhů. Systém se nepodařilo uvést do oscilací ani pro $I = 50$.

V předchozím textu bylo na zobrazení AFM nazíráno jako na konvoluci hrotu a vzorku. Někdy je správnější uvažovat obraz jako nelineární, **morfologickou** operaci dilatace povrchu vzorku strukturním elementem, jímž je hrot. Pro obraz tedy platí $z = s \oplus t$, kde s popisuje povrch, t hrot a z získaný obraz, \oplus je označení dilatace. Známe-li tvar hrotu (který můžeme přibližně získat ze zobrazení známého povrchu), můžeme kvalitu obrazu vylepšit „inverzní“ morfologickou operací, erozí, tedy $r = z \ominus t$, kde r je rekonstruovaný povrch a \ominus je eroze. Problémem zůstává pouze to, že dilataci provádíme skutečným hrotem, erozi jeho odhadem. Rekonstruovaný obraz vykazuje tři různé oblasti: v první platí $r = z = s$ a není zde žádné zkreslení, ve druhé platí $r = s$, $z \neq s$ a rekonstruovaný obraz je shodný se skutečným, ve třetí oblasti už průběhy shodné nejsou, ale r je lepší než z .

Alternativně lze rekonstrukci obrazu provádět pomocí **Legendreovy** transformace, která v oblastech bez vícenásobného doteku hrotu dává pro ideální obraz stejné výsledky jako eroze. Výsledky se však mohou lišit pro zašuměný obraz. (V oblastech násobného doteku morfologie obtiskuje tvar hrotu, Legendreova transformace ponechá prázdné místo). Propracováním metody v jednom rozměru dojdeme ke vztahu pro stupeň zkreslení

$$\frac{d(x - x')}{dx'} = \frac{\frac{d^2 z}{dx'^2}}{\frac{d^2 t}{d(x-x')^2}},$$

ze kterého plyne očekávaný poznatek, že obraz je méně zkreslen, je-li křivost hrotu větší než křivost vzorku (souřadnice x a x' odpovídají funkcím skutečného a zdánlivého povrchu).



Modelování obrazu

Metoda rekonstrukce pomocí obálky je třetím přístupem, který opět dává shodné výsledky pro informační obálkou. Je založena na jednoduchém principu – hrot (v přímé poloze) umístíme do každého bodu obrazu a rekonstruovaný obrazem bude obálka těchto hrotů. Tento princip odpovídá vzniku obrazu klouzáním hrotu po vzorku, obálka zaručí získání nejnižší možné polohy hrotu (není fyzikálně možné, aby byl jen jeden z rekonstruujících hrotů byl v prostoru vyplněném vzorkem). Matematicky je rekonstruovaný obraz dán vztahem

$$r(x, y) = \min \{z(x', y') + t(x - x', y - y') \quad \forall (x', y') \in \mathbf{R} \quad \forall (x, y) \in \mathbf{R}$$

(funkce obrazu z a hrotu t musí mít dolní mez). I v této metodě existují oblasti, v nichž není rekonstrukce možná – obtiskne se hrot.

Metoda obálek se dá rovněž použít ke konstrukci obrazů z modelů: Každý bod skutečného povrchu s se považuje za tenkou špičku s patričnou výškou, na niž se posadí invertovaný a převrácený hrot ($-t(-x, -y)$), obraz je pak dán obálkou hrotů

$$z(x, y) = \max \{s(x', y') - t(x' - x, y' - y) \quad \forall (x', y') \in \mathbf{R} \quad \forall (x, y) \in \mathbf{R}.$$

Zajímavý je také reciproční teorém, který říká, že zobrazením spodní strany naměřeného obrazu (v 3D vyjádření) obráceným hrotem získáme rekonstruovaný povrch.

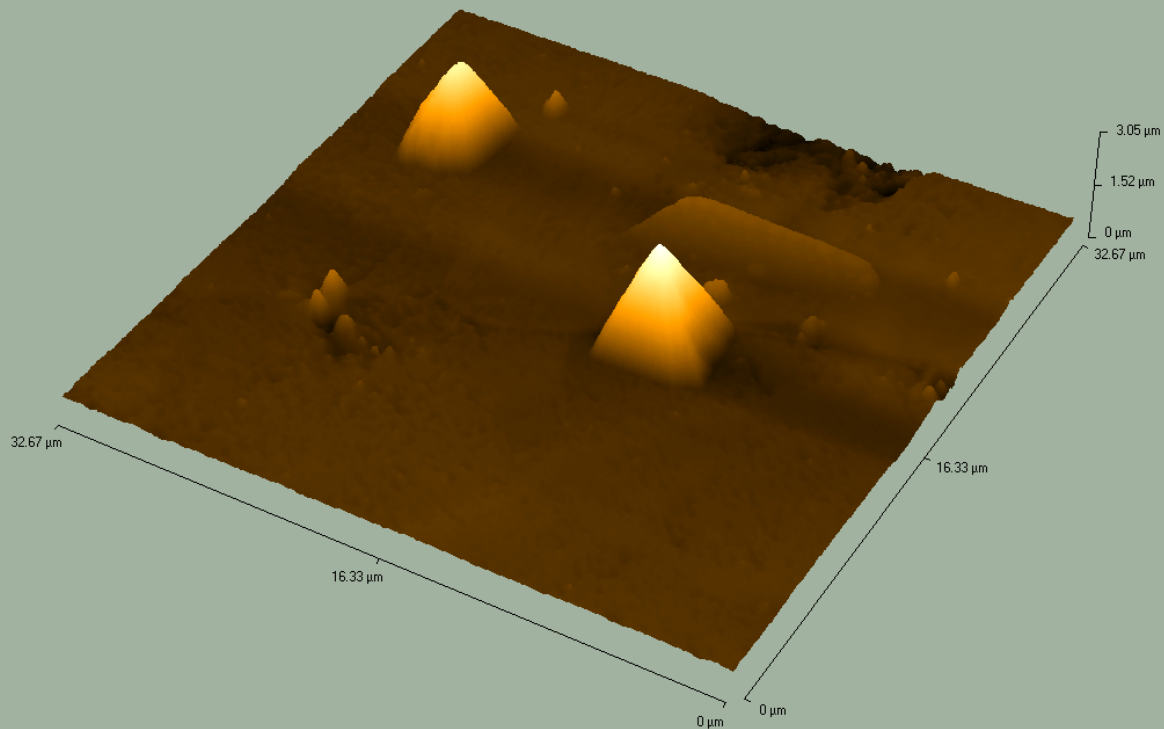
Ve všech zmiňovaných metodách jsme k rekonstrukci potřebovali znát tvar hrotu. Mnohdy však nemáme dostatek informací o hrotu, popř. se tvar hrotu může měnit v průběhu skenování. V takovém případě se můžeme pokusit o rekonstrukci naslepo (blind reconstruction), v níž vycházíme jen z naměřeného obrazu. Samozřejmě, že tímto způsobem můžeme získat jen hrubý odhad skutečného povrchu. Rekonstrukce naslepo se odehrává ve dvou krocích – nejprve odhadneme tvar hrotu, poté provedeme rekonstrukci některým z dříve uvedených způsobů.

Metoda je založena na sledování výskytu píků v obraze a zkoumání možnosti jejich vzniku při daném tvaru hrotu. Předpokládáme, že na začátku máme velice tupý hrot, například kouli s velkým poloměrem R_{hrot}^0 . Začneme nyní procházet všechny body obrazu a budeme zkoumat jejich okolí. Pokud bude okolí rovné, je slučitelné s existencí tupého hrotu. Bude-li ale tvořit pík s poloměrem menším než R_{hrot}^0 , nemohlo vzniknout při skenování takto tupým hrotem, takže musíme původní odhad hrotu nahradit ostřejším s poloměrem $R_{\text{hrot}}^1 < R_{\text{hrot}}^0$. Projdeme-li všechny body obrazu, získáme **horní** odhad tvaru hrotu s poloměrem R_{hrot}^n †.

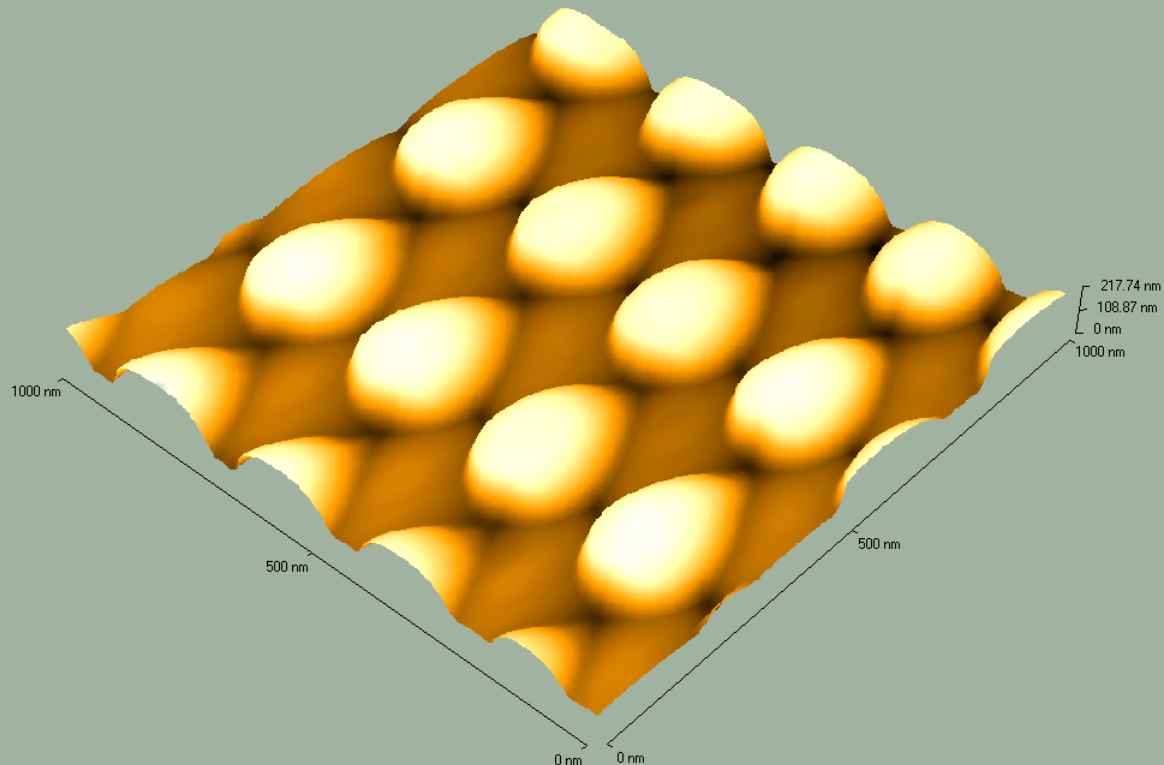
Velké nepříjemnosti nám však budou působit šумы. Náhodný šum se v obraze zpravidla projeví velmi ostrým píkem, který nám zkreslí odhad hrotu na téměř nekonečně tenký. Abychom tomu zabránili, musíme si v metodě zvolit určitý práh, kterým budeme šum „filtrvat“. Vždy, když se má nahradit stará hodnota výšky hrotu v daném bodě novou, zkontrolujeme, zda-li je jejich rozdíl větší než předem zvolený práh. Pokud ano, nahrazení se provede a k hodnotě se přičte hodnota prahu, čímž se odhad vychýlí na opačnou stranu, než jej vychyluje šum. Vhodnou hodnotu prahu musíme odhadnout, například z šumu, který vzniká při měření bez laterálního pohybu.

Druhým problémem je volba vhodného počátečního odhadu hrotu, resp. šířky hrotu (v pixelech). Vždy totiž existuje teoretická možnost, že vzorek je úzkou špičkou a celý obraz je tedy obrazem hrotu. Tomu odpovídá volba hrotu se stejnou šířkou jakou má obraz a nepřinese nám to žádnou informaci. Naopak při šířce odhadu menší než je skutečná šířka hrotu získáme nesmyslné výsledky. Šířku hrotu tedy musíme zvolit kompromisem, např. pomocí sledování závislosti kvality odhadu na počáteční šířce hrotu.

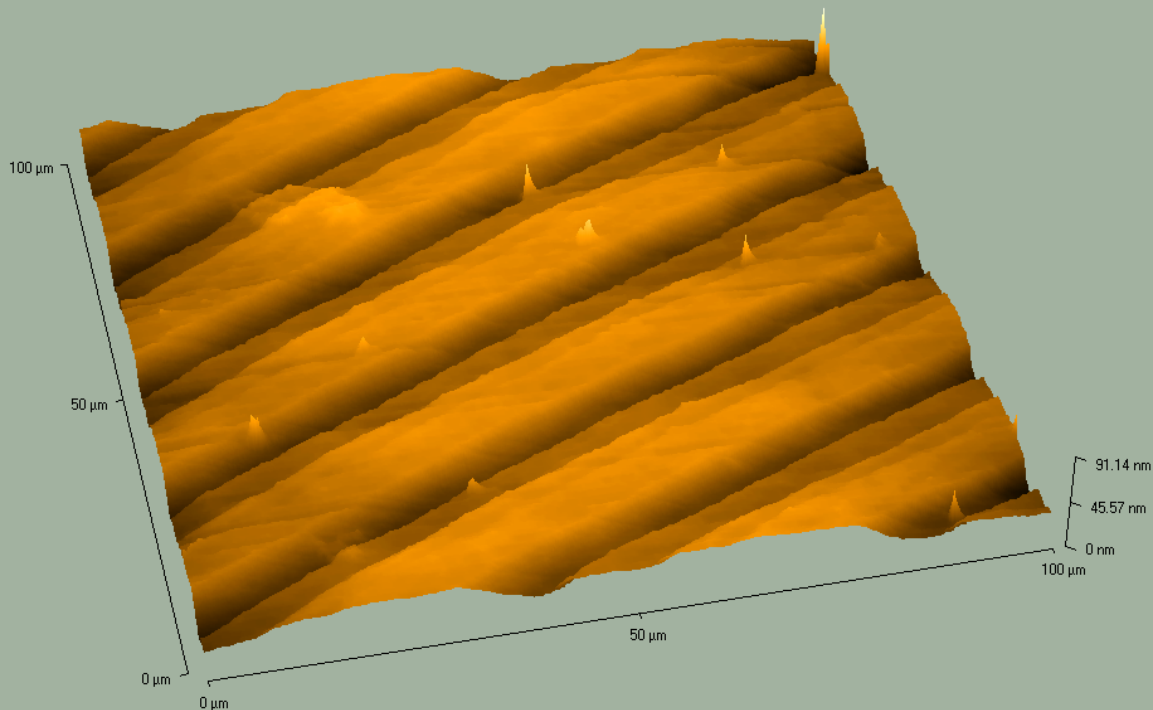
† Dosud jsme předpokládali kulový tvar hrotu, ve skutečnosti ale může být hrot značně nesymetrický. Proto lze na výstupu očekávat místo koule s definovaným poloměrem nesymetrickou plochu. Proto hrot v počítači reprezentujeme pomocí dvourozměrného pole, jehož prvky jsou výšky hrotu v příslušných bodech.



Na obrázku jsou vidět dva obrazy pyramidálního hrotu. Oba obrazy mají stejnou orientaci, ale rozdílnou výšku, která je výsledkem rozdílné výšky píků na povrchu vzorku. Větší pík byl vyšší než hrot, proto došlo i k zobrazení konce nosníku (skloněná část za hrotem).



Nesymetrie hrotu se zde projevuje rozdílnou strmostí náběžné a sestupné části jednotlivých sloupků. Uvedený efekt by mohl vznikat i vlivem špatně nastavené zpětné vazby – bude-li slabá, na sestupné straně bude hrot klesat jen pomalu (na vzestupné bude vzorkem prudce nadzvednut). Rozlišení je možno provést srovnáním obrazů pro dopředný a zpětný směr – pokud jsou shodné, jedná se o nesymetrii hrotu.



Proužky v obraze skleněného povrchu neodpovídají topografii vzorku, ale jsou způsobeny světelnou interferencí. Podobným způsobem by se projevovala i elektrická interference ze sítě či pravidelné mechanické vibrace. K rozlišení mezi interferencemi stačí změnit rychlost skenování na dvojnásobek. V případě světelné interference se proužky nezmění, protože mají pevnou **prostorovou** frekvenci, v případě rušení s pevnou **časovou** frekvencí bude perioda proužků poloviční. Snížení vlivu proužků lze docílit přesnějším nastavením laseru na nosník nebo zastíněním detektoru tak, aby na něj dopadal pouze svazek odražený od nosníku, nikoliv rozptýlené světlo (postačuje např. přelepení lepicím štítkem s malým otvorem).

Základní charakteristika metody
Počátky metody
Některé vlastnosti skenovacích metod
Skenovací tunelovací mikroskopie
Laterální rozlišení STM
Teorie STM
Poruchová metoda
Princip měření
Tunelovací spektroskopie
Aspekty spektroskopie
Režimy spektroskopie
Mikroskopie balisticky emitovaných elektronů
Metody příbuzné STM
Hroty pro STM
Aplikace STM
Mikroskopie atomárních sil
Dotykový režim
Bezdotykový režim
Pokleповý režim
Charakteristické síly
Spektroskopie sil
Separace interakcí
Mikroskopie magnetických sil
Mikroskopie příbuzné AFM
Detekce ohybu
Hroty a nosníky pro AFM
Testování hrotů
Kalibrace nosníku
Aplikace AFM

Biologické aplikace AFM
Optická mikroskopie v blízkém poli
Konstrukce mikroskopu
Hrubý pohyb
Skenování
Piezoprvky
Skener
Chyby skenerů a konstrukce
Korekce chyb
Kalibrace mikroskopu
Tlumení vibrací
Elektronika a zpětná vazba
Artefakty
Průběh měření AFM
Dotykové AFM měření
Bezdotykové měření
Zpracování obrazu
Prokládání pozadí
Filtrace
Artefakty zpracování
Modifikace povrchů
Speciální aplikace
Odvozené aplikace
Literatura
Testy: STM
AFM
Konstrukce
Artefakty, zpracování