

T D K D O L G O Z A T



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

Pásztázó szondás mikroszkóp fejlesztése

Magyarkuti András

Témavezető: Dr. Halbritter András

BME
2012

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	1
1.1. Pásztázó alagútmikroszkóp bemutatása	3
1.2. Pásztázó atomerő-mikroszkóp bemutatása	5
2. Mikroszkóp fejlesztése	7
2.1. Mintatartó tervezése	7
2.2. Atomerő mikroszkóp érzékelőjének fejlesztése	9
2.3. Rezgésmentesítés	12
2.4. Vákuumrendszer tervezése	14
2.5. Mérőrendszer felépítése	15
2.6. Elektronikus zajok minimalizálása	19
2.7. GXSM - a nyíltforráskódú SPM vezérlő szoftver	21
3. Teszt mérések STM üzemmódban	25
3.1. Stabilitás vizsgálata	25
3.2. Mérések arany mintán	28
4. Összefoglalás	33
Irodalomjegyzék	35

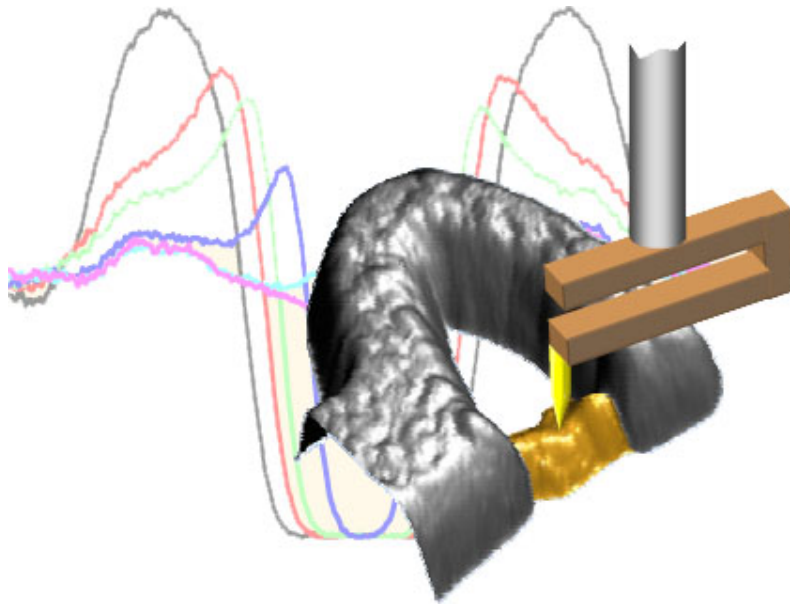
1. fejezet

Bevezetés

A nanofizikai kutatások alapvető vizsgálati módszerei a pásztázó szondás mikroszkópos (Scanning Probe Microscope - SPM) mérések, mára már szerteágazóan sok ilyen módszert fejlesztettek ki. Ezen mérések alapelve, hogy egy szondával, mellyel lokálisan tudunk megmérni valamilyen fizikai mennyiséget végigpásztázunk a minta felületén, így egyfajta térképet készíthetünk a vizsgálandó mennyiség változásáról a mintán. A legelterjedtebb pásztázó szondás mérőrendszerek a pásztázó alagútmikroszkóp (Scanning Tunneling Microscope - STM) és az atomerő mikroszkóp (Atomic Force Microscope – AFM).

Munkám során egy alacsony hőmérsékleten működő, pásztázó szondás mikroszkóp fejlesztésében veszek részt, ami mind STM, mind AFM üzemmódban működtethető lesz. Ezzel az eszközzel lehetőség nyílik komplex nanoszerkezetek AFM üzemmódban történő feltérképezésére, majd a vizsgálatok szempontjából érdekes tartományok megtalálása után STM üzemmódban tanulmányozhatók a lokális vezetési tulajdonságok.

Az 1.1. ábrán látható egy példa az alacsony hőmérsékleten működő STM-AFM rendszer alkalmazására: például szupravezető alagútspektroszkópiával egy nanovezeték mentén különböző pontokban mérhető a nemegyensúlyi eloszlásfüggvény. Andreev spektroszkópiát alkalmazva pedig az áram spin-polarizációjának mérésére nyílik lehetőség. Az AFM üzemmódban való működésre azért van szükség, mert a vizsgálandó minták nem vezethetnek mindenhol, ellenkező esetben nem tudnánk a mintán található nanoszerkezetek vezetési tulajdonságait vizsgálni. A mérendő nanoszerkezetek legtöbbször valamilyen félvezető hordozón készülnek többek között például litográfiai eljárással.



1.1. ábra. Szupravezető alagútspektroszkópia mérés alacsony hőmérsékleten működő STM-AFM rendszerrel [1].

A kombinált STM-AFM mikroszkóp szondája egy hangvilla alakú kvarcoszcillátor, melynek egyik ágára van felerősítve a tű. STM üzemmódban a minta és a tű közé feszültséget kapcsolva pásztázunk, miközben a tűt a felületre merőleges irányban mozgatjuk úgy, hogy konstans legyen a mért alagútáram. AFM üzemmódban a kvarcoszcillátort a rezonanciafrekvenciáján gerjesztjük, a minta atomjai és a tű közötti kölcsönhatásnak köszönhetően a kvarcoszcillátor rezonanciafrekvenciája eltolódik, ezt a frekvenciaeltolódást állandónak tartva pásztázunk végig a felületen.

TDK munkám során első lépésként egy szobahőmérsékleten működő prototípus pásztázó alagútmikroszkópot készítettem. A mérés vezérlésére egy nyílt forráskódú pásztázó mikroszkóp vezérlőt, a GXSM [2] programot használom. A jövőben a szobahőmérsékleten működő prototípus tervezése és kivitelezése során gyűjtött tapasztalatokat felhasználva fogjuk elkészíteni az alacsony hőmérsékleten használható berendezést.

Jelen TDK dolgozat írásakor már elkészült a szobahőmérsékleten működő berendezés, STM módban lehet mérni rajta és dolgozom azon, hogy az AFM üzemmódban történő mérés is lehetséges legyen. A dolgozatban először röviden bemutatom a két legelterjedtebb pásztázó szondás mikroszkópiai módszer (STM és AFM) működését, majd részletesen írok az elkészült eszköz tervezéséről, az eddigi tesztelés folyamán fellépő főbb nehézségekről és ezek kiküszöböléséről. Végül bemutatom az első teszt mérések eredményeit STM üzemmódban arany mintán.

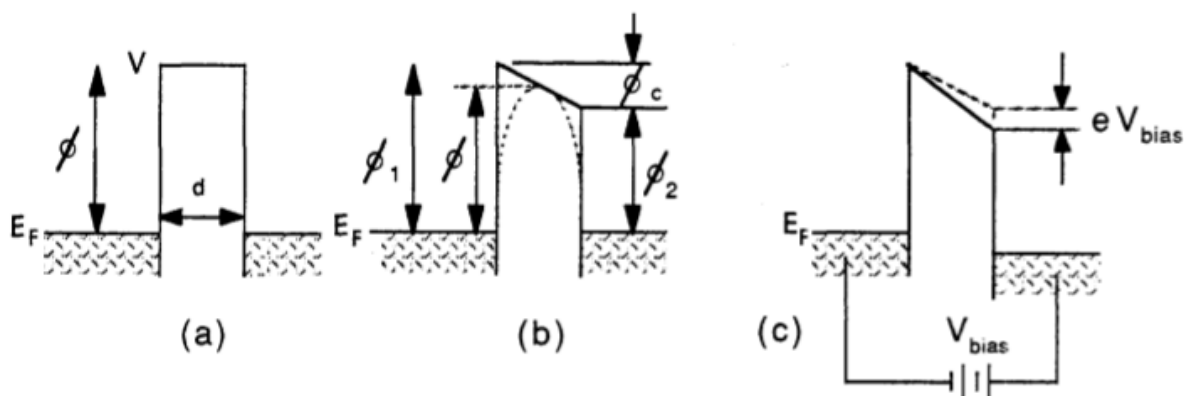
1.1. Pásztázó alagútmikroszkóp bemutatása

Az első alagútmikroszkópot Gerd Binnig és Heinrich Rohrer építették 1981-ben az IBM Zürich-i laboratóriumában, később Nobel díjjal is jutalmazták a találmányukat.

Mielőtt részletesebben bemutatnám az STM működését, vizsgáljunk meg egy olyan rendszert, ami két azonos anyagú fém elektródából áll, melyeket kis rés választ el egymástól. A rendszer energia diagramja az 1.2/a. ábrán látható, annak a valószínűsége, hogy az egyik elektródából a másikba az alagúteffektus révén egy elektron juthasson át:

$$P \propto \text{Exp} \left\{ -\sqrt{\frac{8m}{\hbar^2}} \Phi \cdot d \right\}, \quad (1.1)$$

ahol m az elektron tömege, Φ a fémre jellemző kilépési munka és d az elektródák távolsága. Ekkor nettó áram nem folyik a rendszeren keresztül, hiszen mindkét irányban ugyanakkora valószínűséggel jutnak át elektronok.



1.2. ábra. Energia diagrammok: (a) - két azonos fémből készült elektróda, közöttük vákuum, (b) - két különböző fémből készült elektróda, közöttük vákuum, (c) - két különböző fémből készült elektróda, közéjük feszültséget kapcsolva [3].

Az 1.2/b. ábrán két különböző fém esetén látható az energia diagram, ekkor az elektródák között kialakuló potenciálgát magassága a két fém kilépési munkájának átlaga lesz, ennek megfelelően az alagutazás valószínűsége:

$$P \propto \text{Exp} \left\{ -\sqrt{\frac{8m}{\hbar^2}} (\Phi_1 + \Phi_2)/2 \cdot d \right\} \quad (1.2)$$

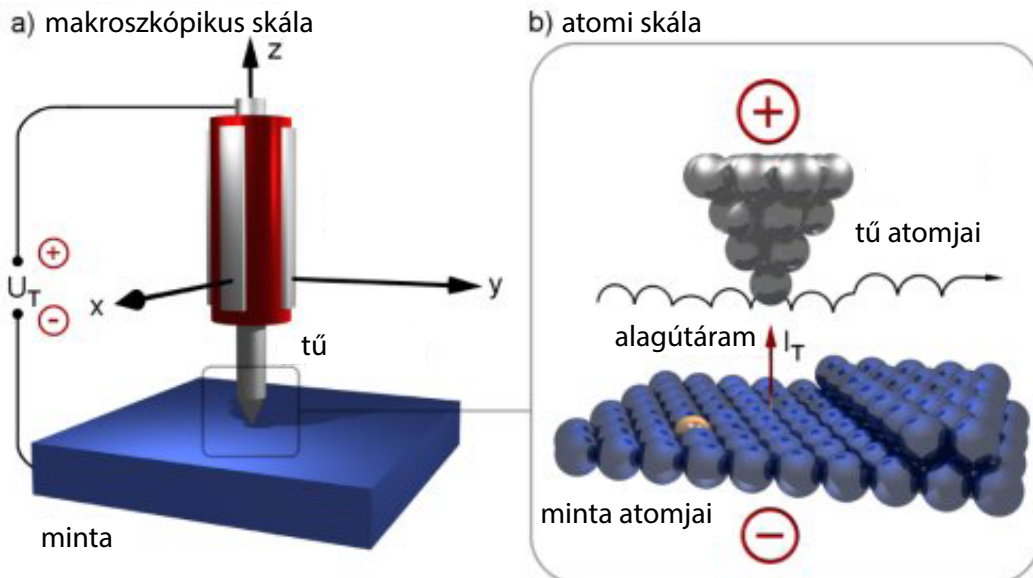
Amikor a két fém közé feszültséget kapcsolunk, az elektródákban eltolódik egymáshoz képest a Fermi szint, így az egyik oldalról nagyobb valószínűséggel fognak átalagutazni az elektronok, mint a másiktól, vagyis nettó áram folyik a rendszeren:

$$I \propto V_b \cdot \text{Exp} \left\{ -A \cdot d \cdot \sqrt{\Phi} \right\}, \quad (1.3)$$

1.1. PÁSZTÁZÓ ALAGÚTMIKROSKÓP BEMUTATÁSA

ahol V_b a két fém közé kapcsolt feszültség, $A = 1.025 \text{ \AA}^{-1} eV^{-1/2}$ pedig egy állandó [3]. A távolságtól való exponenciális függés nagyon pontos mérést tesz lehetővé: a fenti képletbe behelyettesítve egy fém tipikus kilépési munkáját (körülbelül 3–5 eV) azt kapjuk, hogy az elektródák távolságát 1 Å -el megnövelve az áram mintegy nagyságrendet lecsökken. Ennek köszönhető, hogy ha a méréshez használt tű hegye nem is teljesen tökéletes például két csúcsa van: egy nagyobb és egy ehhez képest körülbelül két atom távolsággal magasabban lévő kisebb csúcs, a mérést ez alig befolyásolja, mivel a kisebb csúcson a mért alagútáramnak mindössze milliomod része folyik [4, 5].

Az 1.3. ábrán látható az alagútmikroszkóp sematikus rajza, A tű pozicionálására piezoelektromos mozgatókat szoktak használni, tipikusan néhány 100 V feszültséget lehet rájuk kapcsolni, aminek hatására néhány mikrométert képesek elmozdulni. Megfelelően pontos tápegységgel, akár 1 Å -nél pontosabb pozicionálás is elérhető. Többféle elrendezés létezik, az ábrán egy úgynevezett piezotube látható, ez tulajdonképpen egy cső alakú piezo kerámia, a különböző elektródákra feszültséget kapcsolva a cső képes megnyúlni - így közeledik a tű a mintához, valamint képes elhajolni valamilyen irányba, így lehet pásztázni a minta felett.



1.3. ábra. STM működése [6].

Pásztázás közben a tipikus tű-minta távolság körülbelül 4 – 6 Å , a tűre kapcsolt feszültség néhány V, miközben nA nagyságrendű alagútáram folyik a tű és a minta között. Két mérési mód áll rendelkezésre:

- Konstans áram mód: a pásztázás közben a tűt Z irányban (a minta felületére merőlegesen) mozgatva úgy szabályozunk, hogy állandó legyen a mért alagútáram (vagyis a felülettől állandó távolságban legyen), majd ábrázoljuk a tű pozícióját. Általában ezt a mérési módot szokták használni, ehhez megfelelően gyors szabályozásra van szükség.
- Konstans magasság: állandó magasságban tartva a tűt pásztázunk a felület felett, majd ábrázoljuk a mért alagútáramot. Ez az üzemmód gyors pásztázási sebességet tesz lehetővé.

1.2. PÁSZTÁZÓ ATOMERŐ-MIKROSZKÓP BEMUTATÁSA

vé, ami többek között akkor lehet hasznos, ha valamilyen lassú időbeli változást - például hőtágulás miatti driftet - kell kiküszöbölni. Ahhoz, hogy ezt a mérési módot alkalmazhassuk, a mintának kellőképpen simának kell lennie és a tűt elegendően távol kell tartanunk, hogy ne ütközzön a felületbe.

Az alagútáram exponenciális távolságfüggésének köszönhetően Z irányban igen jó, 1 \AA alatti felbontás érhető el, a laterális irányú felbontás a következő képlettel számolható [3]:

$$\lambda = \sqrt{\frac{R + d}{A\sqrt{\Phi}}}, \quad (1.4)$$

ahol λ a laterális irányú felbontás, R a tű hegyének sugara, d a minta és a tű távolsága, A az 1.3. egyenletben bevezetett konstans és Φ az átlagos kilépési munka. A képletbe behelyettesítve kiszámíthatjuk, hogy például 5 \AA laterális felbontás eléréséhez a tipikus $4 - 6 \text{ \AA}$ minta-tű távolság mellett a tű hegyének sugara legfeljebb 10 \AA nagyságú lehet. Tehát a megfelelően nagy laterális felbontás eléréséhez minél hegyesebb tűre van szükség, valamint minél közelebb kell vinni a tűt a mintához.

1.2. Pásztázó atomerő-mikroszkóp bemutatása

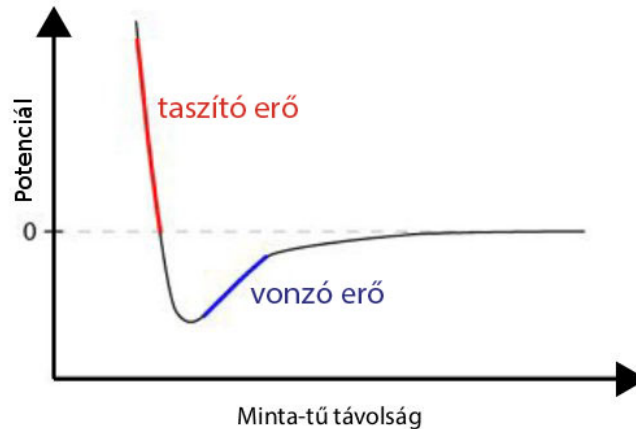
A hagyományos atomerő-mikroszkópok érzékelője az úgynevezett kantilever: egy laprugó, melynek végére egy hegyes tű van rögzítve. A minta illetve a tű atomjai között fellépő erők a kantilevert elhajlítják, ezt detektáljuk.

Az atomerő-mikroszkóp előnye az alagútmikroszkóppal szemben, hogy nem csak vezető, hanem szigetelő minták is vizsgálhatóak vele. Az atomerő-mikroszkópiás módszerek többféleképpen is csoportosíthatóak: beszélhetünk kontakt illetve nem kontakt vagy statikus illetve dinamikus mérési módokról.

- **Statikus mód:** a kantilever elhajlásának mértékéből következtetünk a minta és a tű között fellépő erőre. A minta felületét letapogatva minden pontra odanyomjuk a kantilevert úgy, hogy közben minden pontban azonos mértékben hajoljon meg.
- **Dinamikus mód** a kantilevert rezgetjük, a rezonanciafrekvencia eltolódásából következtetünk a minta és a tű között fellépő erőre. Pásztázás közben úgy mozgatjuk a kantilevert fel-le, hogy a rezonanciafrekvencia állandó legyen.

A kontakt illetve nem kontakt mód szerinti csoportosítás attól függ, hogy melyik tartományon mérünk az 1.4. ábrán bejelöltek közül. Amennyiben a mérést a nagyobb minta-tű távolsághoz tartozó, vonzó erőhatással jellemezhető tartományon végezzük, úgy nem kontakt módról, amennyiben a kisebb minta-tű távolsághoz tartozó taszító erőhatású tartományon, úgy kontakt módról beszélhetünk.

1.2. PÁSZTÁZÓ ATOMERŐ-MIKROSZKÓP BEMUTATÁSA



1.4. ábra. Potenciál változása a minta-tű távolság függvényében [7].

Az atomerő-mikroszkóp hátránya az alagútmikroszkóppal szemben, hogy míg az alagútmikroszkóp esetén a távolsággal exponenciálisan változó alagútáramot mérve viszonylag egyszerűen szabályozható a minta-tű távolság, addig az atomerő-mikroszkóp esetén a minta atomjai és a tű között fellépő erők (tipikusan nN nagyságrendűek) sokkal kevésbé érzékenyek a minta-tű távolságra. Ráadásul nem is monoton módon változik: a tűvel a felülethez közeledve elsőként a nagy hatótávolságú, vonzó van der Waals erőket érzékeljük, majd tovább közeledve megjelennek a rövidebb hatótávolságú kémiai kötésekkel származó erők, melyek először vonzó, majd taszító hatást fejtenek ki a tűre [8]. Ezekon az erőhatásokon kívül bizonyos esetekben egyéb erőhatások is megjelenhetnek: például abban az esetben, ha a vizsgált minta valamint a tű elektromosan vezető és közöttük elektromos potenciálkülönbség lép fel, akkor az ebből származó erő szintén nN nagyságrendű lehet [9].

Ahhoz tehát, hogy AFM üzemmódban jó felbontással legyünk képesek felvételeket készíteni megfelelően érzékeny szenzorra és az STM üzemmódban képest összetettebb mérési rendszerre van szükség. A minta felülete és a tű között fellépő erőt nem direkt módon tudjuk mérni, hanem a k rugóállandóval jellemzett kantilever meghajlásából származtatjuk, ez alapján azt gondolhatnánk, hogy akkor tudunk nagy érzékenységgel, az erő kis változásait kimérni, ha minél kisebb rugóállandójú kantilevert használunk. A valóságban viszont a túlzottan gyenge kantilevert a nagy hatótávolságú, vonzó van der Waals erők a felületre rántják. Amikor távolodni szeretnénk a felülettől, akkor pedig éppen ennek az ellenkezője játszódik le: a tű egy ideig még lent ragad a felületen, majd hirtelen felugrik a felületről [10]. Úgy kaphatunk megfelelően érzékeny szenzort, ha vagy egy kis rugóállandójú kantilevert rezgetünk nagy amplitúdóval vagy egy nagy rugóállandójú kantilevert használunk [8].

A dinamikus mérési módot alkalmazva a kantilever rezonanciafrekvencia eltolódásából közvetlenül az erő deriváltját lehet származtatni, vagyis egy N/m dimenziójú mennyiséget: a tű és a minta atomjai által létrehozott „rugó” rugóállandóját [8, 9].

2. fejezet

Mikroszkóp fejlesztése

Ebben a fejezetben a bemutatom az elkészült eszközt valamint a tervezés és kivitelezés során felmerült nehézségeket, problémákat és ezek megoldását. A rendszer jelenleg még csak STM üzemmódban működik, a dolgozatban azonban beszámolok az AFM üzemmóddal kapcsolatos tervekről és azok jelenlegi állásáról is.

Ahhoz, hogy megfelelően stabil legyen a minta-tű távolság pásztázás közben, szükség van a mintatartó rezgésmentesítésére, az épület rezgéseitől illetve az akusztikus zajoktól való elszigetelésére valamint a környezet hőmérsékletváltozásának következtében bekövetkező hőtágulás minimalizálására, a dolgozatomat ezen feladatok leírásával folytatom.

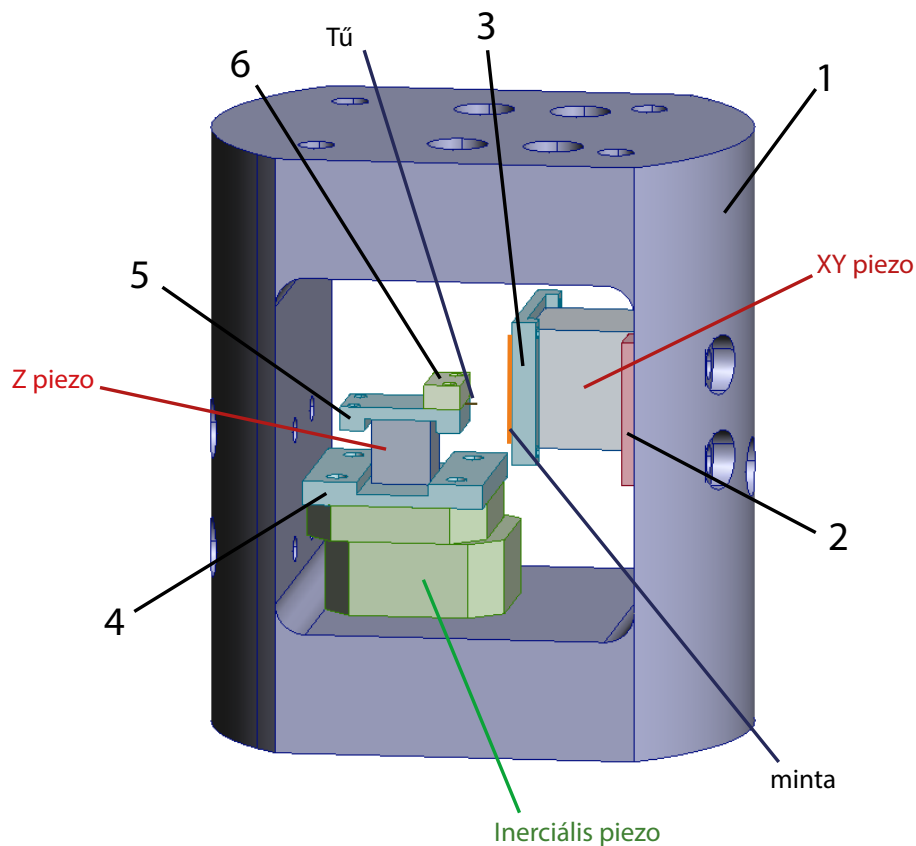
2.1. Mintatartó tervezése

A szobahőmérsékletű mintatartó tervezésénél fontos szempont volt a környezet hőmérséklet ingadozásából eredő hőtágulás minimalizálása. Ennek érdekében a mintatartót titánból készítettük, aminek igen alacsony: $8.6 \mu\text{m}/\text{m K}$ a hőtágulási együtthatója (összehasonlításként a réz hőtágulási együtthatója: $16.5 \mu\text{m}/\text{m K}$). Továbbá igyekeztem a mintatartót úgy megtervezni, hogy minél közelebb kerüljön egymáshoz a minta és a tű rögzítése.

A terveket a ProDesktop 2000i² programmal készítettem, a mintatartót a Fizika tanszék műhelyében készítették el, hat titán alkatrészből, egy inerciális piezoból (Attocube - *ANPx51*, teljes elmozdulás 3 mm), egy XY és egy Z irányú piezo mozgatóból (PI - *P-121.03* és PI - *P-142.03*, szobahőmérsékleten ± 250 V feszültség hatására $3 \mu\text{m}$ elmozdulás) épül fel, ezek láthatóak megjelölve a 2.1. ábrán.

A mérés kezdetekor a tű néhány mm távolságra van a mintától, innen kell elkezdeni közelíteni a mintához és néhány Å távolságban meg kell állni. A piezo mozgatók tipikus elmozdulása azonban mindössze néhány μm . A tű közelítésére az egyik lehetséges megoldás, az úgynevezett inerciális piezo használata, ennek működése látható a 2.2. ábrán. A piezo egy rudat képes mozgatni, a rúd rugókkal összeszorítva van rögzítve egy lapka, aminek a tetejére helyezem a tűt. A piezora fűrészfog jelet kapcsolva az először gyorsan megnyúlik, kitolja a rudat, ekkor megcsúszik a felső lapka és egyhelyben marad. Ezután a piezo lassan összehúzódik, behúzza a rudat, a felső lapka pedig követi azt. Ezt a periodust ismételve akár több mm-t is mozgathatjuk a felső lapkát, ellentétes irányba fordított szimmetriájú fűrészfog jellel mozoghatunk.

2.1. MINTATARTÓ TERVEZÉSE



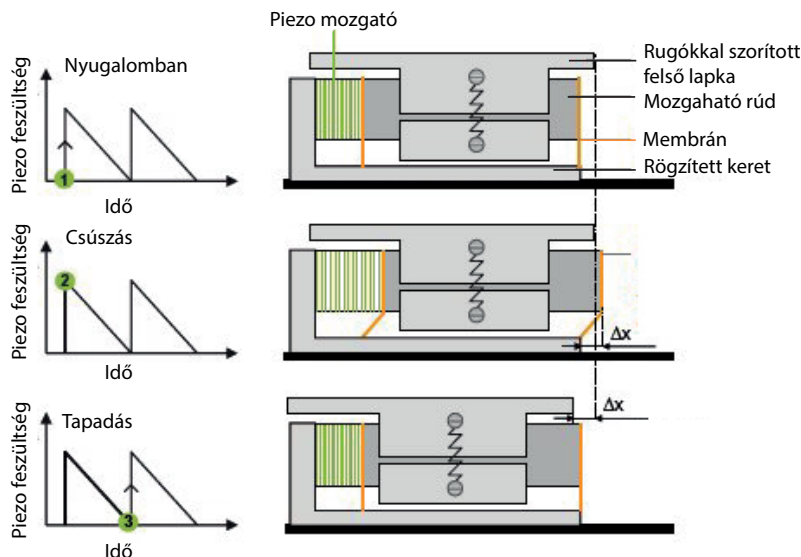
2.1. ábra. A mintatartó felépítése: 1. mintatartó ház, 2. XY piezo-t rögzítő titán lapka, 3. mintát rögzítő titán lapka az XY piezo tetején, 4. Z piezo-t az inerciális piezo-hoz rögzítő lapka, 5. tű tartó lapka, 6. tű befogó lapka V alakú vágattal.

Pásztázás közben az XY és Z piezokat használhatjuk, ezek úgynevezett *shear* piezok, melyek nyíró irányban képesek deformálódni. Az XY piezo két merőleges orientációval egymásra helyezett *shear* piezo, ennek a segítségével mozgathatjuk a mintát pásztázás közben X illetve Y irányban, a Z piezo a tűt mozgatja, a mintára merőleges irányban. A tűt az 5. és 6. titán lapka közé szorítva lehet befogni, a 6. lapkán középen készítettünk egy V alakú vágatot, ami középre igazítja a tűt, ez a vágat nincs feltüntetve a terveken. A pásztázáshoz használt piezokat *Stycast 2805FT* ragasztóval rögzítettük a titán lapkákhöz. A Z piezo a 4. titán lapkán található csavarhelyekkel rögzíthető az inerciális piezo csúszó lapkájára. A mintát a 3.-al jelölt lapkára helyezzük fel, ami az XY piezo tetejére van ragasztva.

Az összeszereléskor először a mintát kell felhelyeznünk és rögzítenünk az XY piezo tetejére, ezt a piezora ragasztott titán lapka (3.) négy sarkán lévő M1-es csavarhely segítségével tehetjük meg. Ezután az XY piezo-t behelyezzük a mintatartó házba (1.) és négy csavarral rögzítjük alulról. A tűt behelyezzük a Z piezo tetején található két lapka (5-6.) közé, a tűtartó vágatába, majd két csavarral rögzítjük. A tű hosszát úgy állítsuk be, hogy kevesebb mint 2 mm-t lógjon ki a rögzítő lapok közül. Ha nagyon kilóg a tű, akkor könnyebben rezegni kezdhet vagy elhajolhat, kisebb lesz a stabilitás. A Z piezo-t tartó lapkát (4.) csavarozzuk az inerciális piezo tokjának

2.2. ATOMERŐ MIKROSKÓP ÉRZÉKELŐJÉNEK FEJLESZTÉSE

a tetejére, majd a helyezzük be a mintatartó házba (1.) és rögzítsük az oldalához az inerciális piezo titán tokjának aljánál két csavarral.



2.2. ábra. Inerciális piezo működésének elve [11].

2.2. Atomerő mikroszkóp érzékelőjének fejlesztése

A kereskedelmi forgalomban kapható atomerő mikroszkópok érzékelője a kantilever, ennek lehajlásának mérésére több módszer is létezik, általában az alábbi módszerek valamelyikét használják:

- **Optikai:** a kantilvert lézerrel megvilágítják és a visszavert nyaláb pozícióját mérik például négysegmens detektorral. Ahogyan meghajlik a kantilver, úgy változik a visszavert nyaláb pozíciója [10].
- **Elektromos:** a kantilvert piezoelektromos vagy piezorezisztív anyagból készítik és mérik annak feszültségét vagy ellenállását, amiből visszakövetkeztethető az elhajlás mértéke.

Amennyiben alacsony hőmérsékleten (4.2 K) szeretnénk használni a berendezést, akkor nehézségekbe ütközünk. Optikai elven történő detektálás esetén problémát jelent, hogy ilyen alacsony hőmérsékleten csak speciális lézer működtethető vagy egy másik megoldás, ha a lézernyalábot optikai szálakon vezetjük be a kriosztátba. Viszont mindkét esetben számolni kell azzal, hogy miután a rendszert lehűtjük, a beállítások elhangolódnak, a nyalábot a kriosztáton kívülről a kantilverre kell tudni fókuszálni. Ezen nehézségek ellenére léteznek alacsony hőmérsékleten üzemelő, optikai elven működő AFM rendszerek [10].

Elektromos elven működő mérés esetén, a piezorezisztív kantileverekkel felmerül a probléma, hogy a kantilever ellenállásának mérése közben hő disszipálódik, melegíti a kriosztátot. Piezoelektromos elven működő kantilever esetén jóval kisebb a hő disszipáció, alacsony hőmérsékleten működő atomerő-mikroszkóp érzékelőjének ideális választás lehet az éles rezonanciával

2.2. ATOMERŐ MIKROSZKÓP ÉRZÉKELŐJÉNEK FEJLESZTÉSE

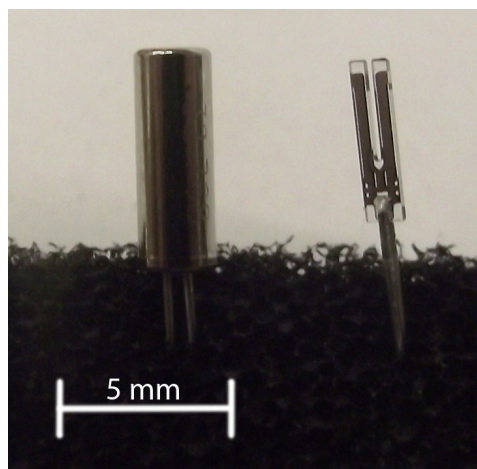
rendelkező hangvilla alakú kvarcoszcillátor, ami nem más, mint egy piezoelektromos rezonátor [1, 10]. A hangvilla egyik ágára rögzítjük fel a tűt, az így kapott érzékelővel dinamikus módban mérhetünk: a kvarcoszcillátort rezgetve mérjük a rezonanciafrekvencia eltódását, amiből a minta és a tű atomjai között fellépő erő származtatható. Ma ilyen berendezés kereskedelmi forgalomban nem terjedt még el, a legtöbb kutatócsoport saját fejlesztésű mérőfejjel dolgozik.

A 2011-es TDK dolgozatom során szintén egy hangvilla alakú kvarcoszcillátorral, ugyan ezen az elven mértem egyetlen atom keresztmetszetű arany kontaktus rugóállandóját [12], a dolgozatban részletesen ismerertettem egy egyszerű tömeg-rugó modellt, ami leírja a frekvencia eltolódás és az atomok között fellépő erő közötti összefüggést, a modell alapján elvégeztem a kvarcoszcillátor kalibrációját és meghatároztam annak effektív rugóállandóját: $k_{\text{eff}} \approx 66.3 \text{ kN/m}$. A hangvilla alakú kvarcoszcillátor nagy rugóállandója előnyös lehet, ennek köszönhetően alacsony amplitúdójú rezgetés esetén is közel lehet menni a felülethez, anélkül, hogy a tű odatapadjon a felülethez [9, 10].

A hangvilla alakú kvarcoszcillátort kvarcórákban, elektronikai áramkörökben használják órajel előállítására, olcsón beszerezhető bármilyen elektronikai alkatrész üzletben. A legfontosabb jellemzője a rezonanciafrekvenciájának az értéke, ami a néhány kHz-től a 20 – 30MHz-ig terjedhet, az általam használt kvarc névleges rezonanciafrekvenciája 32.768kHz, ez az egyes darabok esetében $\pm 10\text{Hz}$ -el eltérhet.

A kvarcoszcillátor fényképe a 2.3. ábrán látható, eredetileg egy henger alakú tokban helyezkedik el, maga az oszcillátor egy hangvilla alakú kvarc (Tuning Fork vagy röviden TF-nek is szokták nevezni).

A működése a piezoelektromos effektuson alapul. A kivezetések közé váltakozófeszültséget kapcsolva, a kristály periodikusan deformálódik, rezgésbe jön. Amikor a rákapcsolt váltakozófeszültség frekvenciája megegyezik a kvarc kristály anyagától és méreteitől függő rezonanciafrekvenciájával, a rezgési amplitúdó sokszorosára nő.



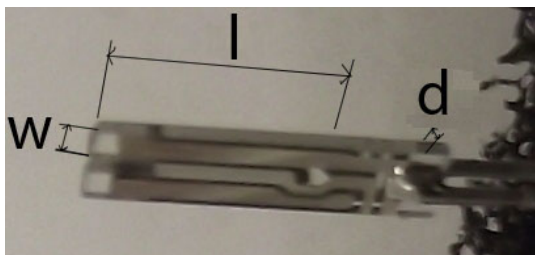
2.3. ábra. Az általam használt kvarcoszcillátor. Bal oldalon az eredeti tokozásában, jobb oldalon kibontva.

Mikrométer-csavart használva megmértem az általam használt kvarcoszcillátor méreteit, illetve analitikai mérleggel megmértem a tömegét a teljes kvarcnak és a hangvilla egyik ágának külön, a kapott értékeket a 2.1. táblázatban tüntettem fel.

A kibontott kvarcoszcillátort egy nyáklap alsó részére rögzítettem, úgy, hogy az egyik ága kissé lelógjon. Először forrasztással rögzítettem és kikontaktáltam a lábait, majd két komponensű Stycast 2850FT ragasztóval rögzítettem a kvarcoszcillátor törzsét, hogy kellően stabil legyen. Az alsó lelógó ágára kis ragasztó pöttyel rögzítettem a tűt, miután megszáradt, $100 \mu\text{m}$ átmérőjű arany szállal kontaktáltam a tűt, hogy lehetőség legyen feszültséget kapcsolni rá és

2.2. ATOMERŐ MIKROSKÓP ÉRZÉKELŐJÉNEK FEJLESZTÉSE

STM üzemmódban mérni. Az arany szálát néhányszor körbe tekertem rugó alakúra, hogy minél kevésbé befolyásolja a kvarcoszcillátor mozgását, a tűhöz ezüst pasztával kontaktáltam. Egy elkészült atomerő mikroszkóp szenzor látható a 2.5. ábrán.

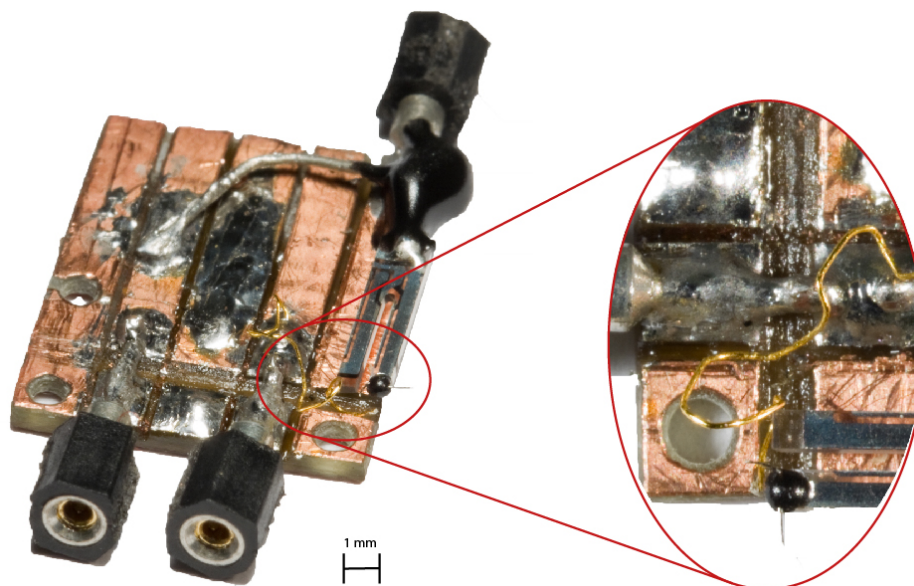


2.4. ábra. Hangvilla alakú kvarcoszcillátor méretei. Az ábra jelölései: l az ágak hossza, w az ág szélessége, d pedig a vastagsága.

l	3.8 mm
w	$600 \mu\text{m}$
d	$330 \mu\text{m}$
m	7.57 mg
m_1	1.96 mg

2.1. táblázat. Hangvilla alakú kvarcoszcillátor méretei és tömege, m_1 -el jelöltem a hangvilla egy ágának tömegét.

A szenzor készítésekor nagyon fontos ügyelni arra, hogy a felragasztott tű illetve az ehhez kapcsolódó arany vezeték ne rontsa le jelentősen a kvarcoszcillátor jóságát. Az AFM üzemmódban történő méréshez az elkészült szenzort a 2.1. ábrán 5-el jelölt lapka tetejére kell felcsavarozni.



2.5. ábra. Atomerő mikroszkóp szenzora: nyáklaprafelragasztott kvarcoszcillátor, a tűvel az alsó ágán, arany vezetékkel kikontaktálva.

2.3. REZGÉSMENTESÍTÉS

2.3. Rezgésmentesítés

A rezgésmentesítés megtervezésénél fontos szempont, hogy a rendszer rezonancia frekvenciája minél messzebb legyen a mintatartó alkatrészeinek rezonanciafrekvenciájától, hogy minél kevésbé tudjanak azok gerjesztődni. A mintatartó alkatrészei merevek, magas rezonanciafrekvenciával rendelkeznek, ennek megfelelően a rezgésmentesítés sajátfrekvenciáját minél alacsonyabbra célszerű megválasztani.

A rendszert legegyszerűbb módon egy tömeg-rugó rendszerrel modellezhetjük (2.6/a. ábra), az ezt leíró differenciál egyenlet:

$$\ddot{x}(t) + 2\gamma\dot{x}(t) + \omega_0^2 x(t) = f(t), \quad (2.1)$$

a rendszer sajátfrekvenciája:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{D}{m}} = \sqrt{\frac{g}{\Delta l}}, \quad (2.2)$$

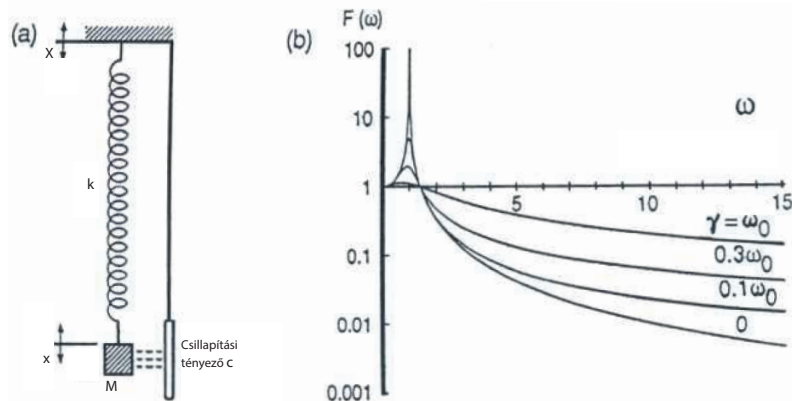
ahol D a rugóállandó, m a felfüggesztett test tömege, g a gravitációs állandó és Δl a rugó megnyúlása egyensúlyi helyzetben. Azt tehát, hogy mennyire alacsony sajátfrekvenciát tudunk beállítani a rezgésmentesítésnek a rugó egyensúlyi helyzetben való megnyúlása határozza meg, ezt pedig a rendelkezésünkre álló hely korlátozza.

A sajátfrekvenciát az alkalmazott csillapítás még csökkenti valamivel, a rendszer rezonancia frekvenciája:

$$\omega = \sqrt{\omega_0^2 - \gamma^2}, \quad (2.3)$$

de vigyázni kell, mert ahogyan az a 2.6/b. ábrán is látszik, nagy csillapítások esetén egyre kevésbé vág le az átviteli függvény, ami magasabb frekvenciákon nagyobb gerjesztést jelent.

Úgy állítottam be a rezgésmentesítést, hogy a rendszer sajátfrekvenciája körülbelül 1 Hz-es legyen, a rugónak körülbelül 25 cm helyet hagytam megnyúlni, a felfüggesztett tömeg körülbelül 1 kg, így 40 N/m körüli rugóállandójú rugóra van szükség.



2.6. ábra. Rezgő rendszer modellje (a), átviteli függvénye (b) [13, 14].

A rezgésmentesítéshez egy állványt használunk aminek a tetejéről három rugóval lógatható le a mintatartó, a 2.7. ábrán látható az állvány, amit először készítettünk. Pásztázó szondás mikroszkópoknál szoktak több szintes rezgésmentesítést is alkalmazni, ekkor két rezonancia frekvenciája lesz a rendszernek, viszont az átviteli függvény élesebben vág le a második rezonanciafrekvencia után, így kevésbé tudnak gerjesztődni a mintatartó nagy rezonanciafrekvenciával rendelkező alkatrészei [13]. Eddigi tapasztalataim szerint nekünk egyenlőre megfelelően működött az egy szintes rezgésmentesítés is.

A mintatartó ház tetejére fel kell csavarozni egy réz korongot, amihez a rugók rögzíthetőek. A rugók szimmetrikusan: szabályos háromszög alakban vannak elhelyezve, kissé ferden csatlakoznak, így a mintatartó pontosan középre pozicionálva lóg.

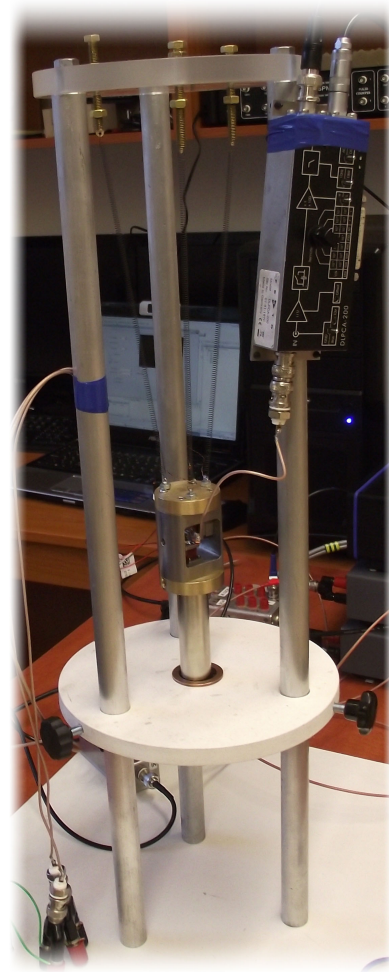
Rugóboltban kapható 20.5 cm hosszú, 3.3 N/m rugóállandójú rugókat vásároltam. Egy ilyen rugóból levágtam 3 darab 5 cm hosszú részt, ezeknek tehát egyenként körülbelül 13.2 N/m a rugóállandója, 3 rugóval fellógatva a súlyt ez éppen a kívánt 40 N/m rugóállandót jelent.

Szükség van még a rezgő rendszer csillapítására is, ezt mágneses csillapítással oldottuk meg. A mágneses csillapítás a mozgási indukció elvén alapszik: mágneses térben mozgó vezetőben áram indukálódik, aminek mágneses tere éppen ellentétes az őt létrehozó mágneses térrel, így a mozgó vezetőre fékező erő hat, ami arányos a sebességgel. Csillapítás célból egy rúd-mágneset erősítettünk a mintatartó aljára és azt behelyeztük egy a mágnes átmérőjénél körülbelül 0.5 cm-el nagyobb átmérőjű réz hengerbe.

Ez a rendszer igen jól csillapítja a mintatartó függőleges irányú rezgőmodusait azonban a torziós irányú rezgéseket kevésbé befolyásolja, mivel hengerszimmetrikus a mágneses tér. Ezért a rúd-mágnes aljára még másik mágneseket raktunk ez előzőre merőleges irányban - ezzel asszimmetrikussá téve a mágneses teret - valamint úgy állítottuk be a réz henger pozícióját, hogy a mágnesek alja legyen közel a henger alsó lapjához. Így már kis mértékben csillapodnak a torziós módusok is, ez elegendőnek bizonyult, mivel ezeket kevésbé gerjesztik a külső behatások.

A padló rezgésinek kiküszöbölése végett az állványt egy márványlapra állítottuk, ami alá kemény szivacsokat helyeztünk. Szükség van továbbá az egész állvány befedésére is egyrészt az akusztikus zajok kiszűrése miatt, másrészt azért, hogy ne áramoljon a levegő a mintatartó körül, így kisebb legyen a hőtágulásból eredő változása a minta-tű távolságnak valamint az elektromos eredetű zajok kiszűrése szempontjából rendkívül fontos, hogy kellően le legyen árnyékolva a mintatartó és a hozzá vezető vezetékek, amire egy fém burkolat megfelelően ígérkezik.

Első lépésben az egész állványt beleraktuk egy fém szekrénybe, később azonban terveztem egy olyan állványt, ami lefedhető egy fém csóvel.

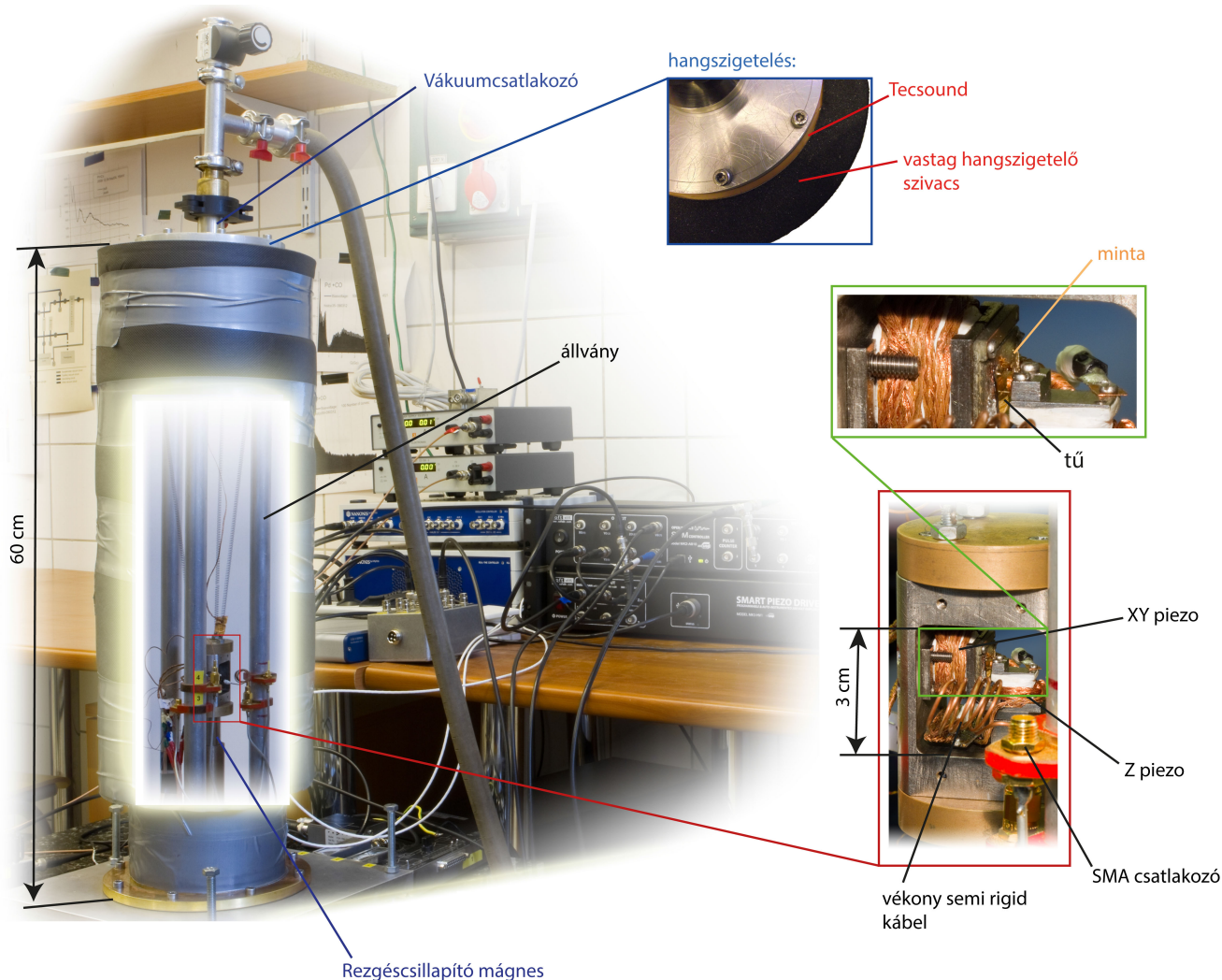


2.7. ábra. Rezgésmentesítő állvány prototípusa.

2.4. Vákuumrendszer tervezése

Az STM mérések esetén nincs különösen nagy jelentősége a vákuumban való mérésnek, de az AFM üzemmód alkalmazásakor már szükség lehet rá, mivel a szenzorként használt hangvilla alakú kvarcoszcillátor jósági tényezője légköri nyomáson jelentősen leromlik.

Éppen ezért készítettünk egy vákuumkamrát: az állvány oszlopait egymáshoz közelebb helyeztem, hogy egy 14 cm átmérőjű, 60 cm hosszú csövet felülről ráhúzva be lehessen fedni. A cső tetejét befedtük, egy vákuum csatlakozót helyeztünk rá, aminél csatlakoztatható a szivattyú, a cső aljára pedig egy karimát helyeztünk, ami csavarokkal körben odaszorítható az állvány alapjához. A cső tetjénél és aljánál tömítésként gumi O-ring-et használtunk. Az elkészült rendszer fényképei láthatóak a 2.8. ábrán.



2.8. ábra. Az elkészült vákuumrendszer fényképei. A cső közepére rámontírozva látható, hogy hogyan helyezkedik el a mintatartó a cső belsőjében.

2.5. MÉRŐRENDSZER FELÉPÍTÉSE

Az akusztikus szigeteléshez a csövet körben betekertem hangszigeteléshez használt szivacsokkal: elsőként egy vékony, nagy sűrűségű hangszigetelő lemezt (*Texsa Tecsound 70*) ragasztottam rá fel, majd erre ragasztottam egy réteg vastag hangszigetelő szivacsot (*Hanno-Protecto 51*).

A piezo mozgatók nagy feszültséget szállító kábeleit egy 10 erű *Oxford* csatlakozón át vezetem be a vákuumkamrába, ezektől elkülönítve jön át négy alacsony jelszintű vezeték: a túre adott feszültség, a mintán folyó áram valamint AFM üzemmódban a hangvilla alakú kvarc-oszcillátor gerjesztése és mérése. Mivel ezekben a vezetékekben nagyon kis áramok folynak, így fontos, hogy megfelelően le legyenek árnyékolva a külső zajforrásoktól valamint minél rövidebben fussanak. Éppen ezért általában a minta közvetlen közelében szoktak elhelyezni egy áramerősítőt, azonban, hogy használhassam a meglévő nagy pontosságú erősítőket, én a vákuum kamrán kívülre helyeztem ezeket. A későbbi, alacsony hőmérsékleten működő rendszer esetén sem lesz lehetőség arra, hogy közvetlenül a minta mellé erősítőt helyezzünk.

Az alacsony jelszintek továbbítására 2.2 mm átmérőjű réz burkolatú *Semi-rigid coax* kábeleket használtam, melyek igen jó (-100 dB) árnyékolást biztosítanak. A vákuumkamra falán át megszakítás nélkül futnak ezek a kábelek, amikor kiérnek rövid úton csatlakoztatom az erősítőt. Ezeknek a kábeleknek viszonylag merev, nehezen hajlítható a réz burkolata, így nem célszerű közvetlenül ezekkel rácsatlakozni a rugókon lógó mintatartóra. Erre a célra vékonyabb 0.8 mm átmérőjű szintén réz burkolatú *Semi-rigid* kábelből hajtogattam rugó alakú darabokat. A vastagabb kábelek a mintatartó magasságában az oszlopokhoz rögzítve érnek véget, ezekre csatlakoztathatóak fel a rugóként működő vékonyabb vezetékek.

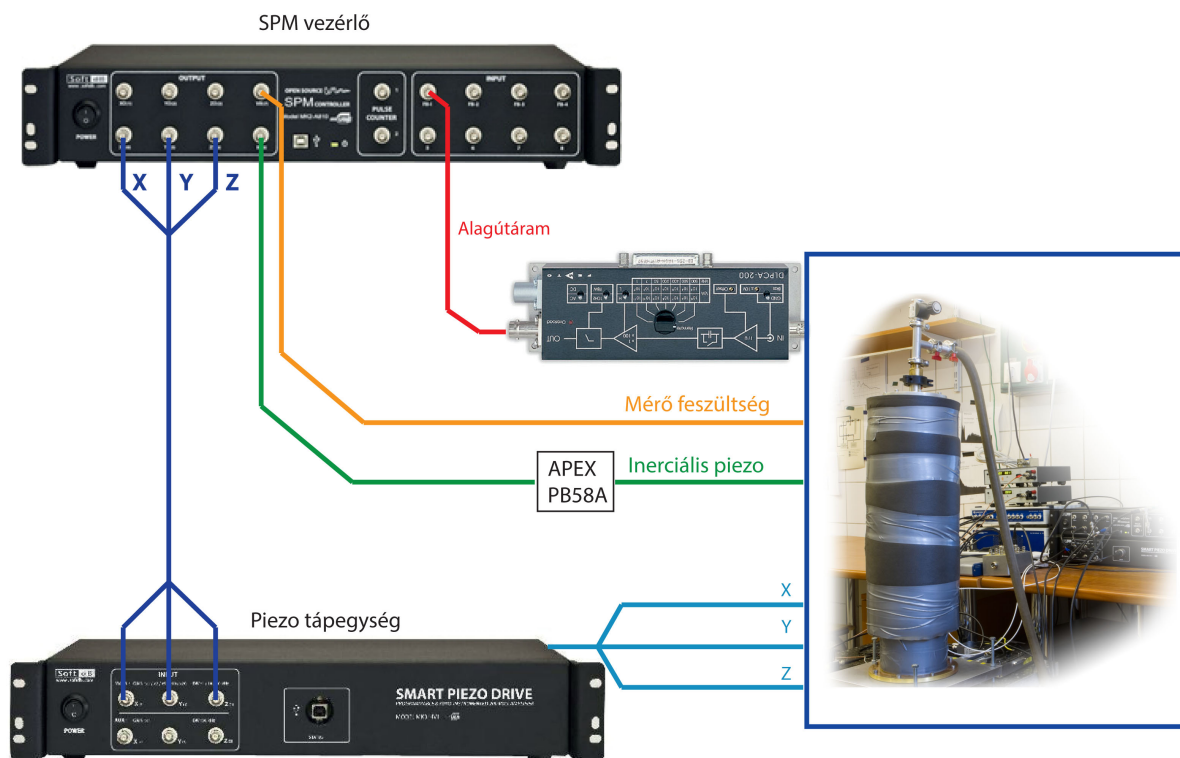
2.5. MÉRŐRENDSZER FELÉPÍTÉSE

A mérőrendszer felépítése a 2.9. ábrán látható. A mérést számítógépről vezérem a *SoftDB MK2-A810* SPM kontrollert használva, amit a nyílt forráskódú SPM vezérlő szoftverrel (*GXSM*) irányíthatunk, erről bővebben a 2.17. fejezetben lesz szó.

A mérőfeszültséget az SPM kontrollerről adjuk ki (≈ 1 V), alagúttartományban mérve tipikusan néhány nA áram detektálására van szükség, ezt megfelelő pontossággal fel kell tudnunk erősíteni, erre a célra egy *FEMTO DLPCA-200* típusú áramerősítőt használok, melynek erősítése $10^3 - 10^9$ között állítható, jellemzően 10^8 vagy 10^9 -es erősítésre van szükség. Ami nagyon fontos, hogy az áramerősítő előtti vezetékszakaszokon rendkívül alacsony a jelszint, itt képes a legtöbb zajt felvenni a rendszer, ezért ezeket a vezetékeket minél rövidebbre kell venni és megfelelően le kell árnyékolni!

Az XY és Z piezo-kra egy *Soft dB Smart Piezo Drive Mk3-HV1* nagyfeszültségű precíziós tápegység adja a feszültséget. Ezt egy analóg jellel vezérem: a moduláló bemenetére ± 10 V -ot kapcsolva a kimenő feszültséget ± 200 V között változtatja, a tápegység zaja 0.12 mV. A tápegység USB-n kapcsolódik a számítógéphez, programból állítható az erősítésének mértéke. Ez azért hasznos, mert ha csak egy kis területen akarunk pásztázni, akkor az erősítést lecsökkentve megnövelhetjük a piezo vezérlésének felbontását.

2.5. MÉRŐRENDSZER FELÉPÍTÉSE



2.9. ábra. A pásztázó alagútmikroszkópot vezérlő mérőrendszer felépítése.

A tű közelítést végző inerciális piezo-t meghajtó fűrészfog jelet egy *APEX PB58A* típusú erősítvel növelem megfelelő amplitúdójúra. Az erősítőnek elvileg ± 75 V tápfeszültséget kell biztosítani, azonban mivel az inerciális piezo unipoláris - azaz csak egy fajta polaritással lehet rá feszültséget kapcsolni, ellenkező polaritás esetén depolarizálódik - ezért asszimmetrikusan: $+75$ V és -5 V tápfeszültséggel táplálom, így még véletlenül sem tud az erősítő nagy negatív feszültséget kiadni.

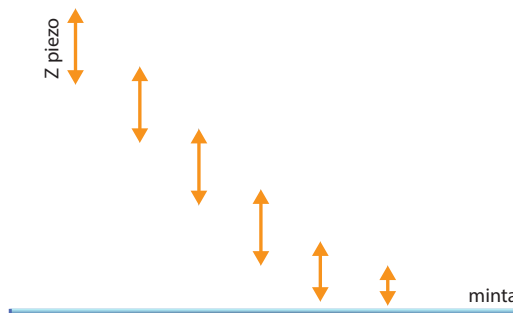
Amikor nem mozgatom az inerciális piezot, akkor lekapcsolom a bemenét egy kapcsolóval, erre azért van szükség, mert az erősítő bemenetén megjelenő kis zaj felnagyítva kerül a piezo-ra, aminek következtébe az folyamatosan mozog. Az erősítő körülbelül 20-szorosra nagyítja a meghajtó jel amplitúdóját és az asszimmetrikus tápolás miatt eltolja körülbelül 10 V-al.

A tű közelítés során a feladat, hogy az inerciális piezot használva a kezdetben néhány mm távolságra lévő tűt a néhány Å távolságra közelítsük anélkül, hogy a tű a minta felületébe nyomódna. Erre két különböző módon is lehetőség van:

Írtam egy programot, *National Instruments X6363* adatgyűjtő kártyát használva, ez a következő képpen működik: a tűt 70%-ig kitolom a pásztázáshoz használt Z piezoval, majd elindítom az inerciális piezo-val a minta irányába, miközben mintavételezem az alagútáramot. Beállítok egy trigger szintet, amit ha elér az áram értéke, akkor a program azonnal megállítja az inerciális piezo-t és teljesen visszahúzza a tűt.

2.5. MÉRŐRENDSZER FELÉPÍTÉSE

A másik lehetőség a GXSM-ben implementált módszer, ami kicsit másképpen működik (ezt illusztrálja a 2.10. ábra): lassan kitolja a tűt a pásztázáshoz használt Z piezo-val, ha közben nem érte el az áram a beállított szintet, akkor visszahúzza majd közelít az inerciális piezo-t használva és újra kitolja a tűt. Ezt ismételteti egészen addig, amíg az áram el nem éri a beállított szintet, vagyis a tű eléri a minta felületét.



2.10. ábra. GXSM által vezérelt tű közelítés menete.

Az állítható paraméterek: a fűrészfog jel amplitúdója és a lépések száma, amit két tű kitolás között megtesz. Ezeket a paramétereket úgy kell megválasztani, hogy az inerciális piezo-val kevesebbet mozogjon két tű kitolás között, mint amennyit a pásztázáshoz használt piezo-val mozogni tud, ekkor biztosan nem fog belenyomódni a tű a mintába.

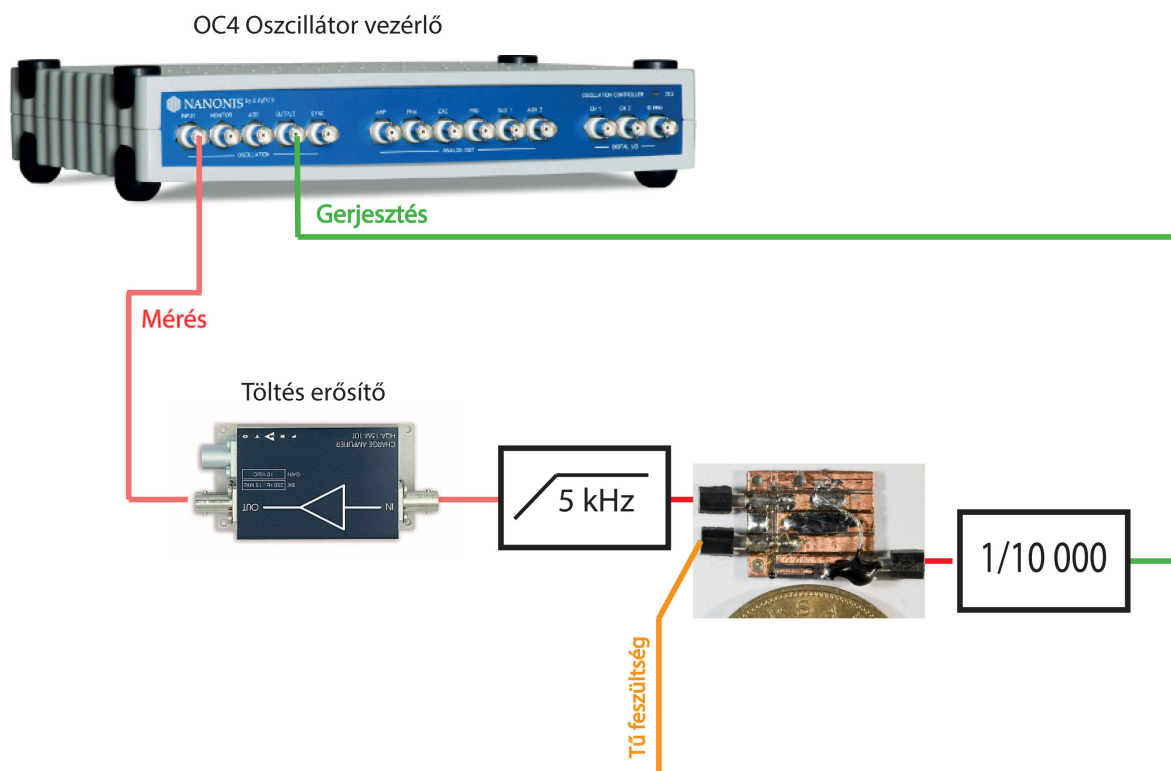
Mivel a pásztázáshoz használt Z piezo legfeljebb $3\ \mu\text{m}$ -t tud elmozdulni, így elég sokszor kell ismételtetni a közelítést és a tű kitolást, ezért percekig is eltart, mire megérkezik a felülethez, viszont előnye az, hogy így biztosan nem nyomódik a tű a mintába. Ezzel szemben az általam írt program néhány másodperc alatt elvégzi a közelítést, de nagyobb valószínűséggel belenyomja a tűt a mintába.

Közelítéskor körülbelül 20 V amplitúdójú, 3 periódusból álló fűrészfog jellel hajtom meg az inerciális piezo-t. Miután elértem a felületet, kisebb további lépésekkel célszerű a Z piezo tartományának közepére beállni, hogy felfele és lefele is körülbelül ugyanannyit tudjunk mozogni.

Az AFM üzemmódban történő mérések esetén a mérőrendszert további eszközökkel kell kiegészíteni (2.11. ábra). A kvarcoszcillátort folyamatosan a rezonancia frekvenciáján kell gerjeszteni, erre a *Nanonis OC4* oszcillátor vezérlőt használom, ami egy fázis zárt hurkot (PLL) valósít meg: szinuszos gerjesztés mellett egy lock-in erősítővel méri a bemenet fázisát a gerjesztő jel fázisához képest, a gerjesztő jel frekvenciáját úgy változtatja, hogy a fáziskülönbség állandó legyen. Ezt az oszcillátor vezérlő programjában egy PI szabályozóval lehet beállítani, a PI szabályozó működéséről részletesen a 2.17. fejezetben lesz szó.

Ebben az esetben a nehézséget az jelenti, hogy a kvarcoszcillátort nagyon kis amplitúdóval kell gerjeszteni, illetve mérni. Annak érdekében, hogy a gerjesztő jel pontosabb legyen, az oszcillátor vezérlő kimenetén nagyobb feszültséget állítok be majd ezt egy feszültség osztóval leosztom közvetlenül a jól árnyékolt kábelekre való csatlakozás előtt. A *Semi-rigid* kábelek itt is megfelelő árnyékolást biztosítanak, azonban speciális erősítőre és elektronikus szűrőre is szükség van a megfelelő jel/zaj szint elérése érdekében. Egy 5 kHz levágási frekvenciával rendelkező felüláteresztő szűrőt készítettem az alacsony frekvenciás zajok kiszűrése céljából, ezek közül a legerőteljesebb az 50 Hz-es hálózati frekvencia, amit gyakorlatilag bármi képes felvenni.

2.5. MÉRŐRENDSZER FELÉPÍTÉSE

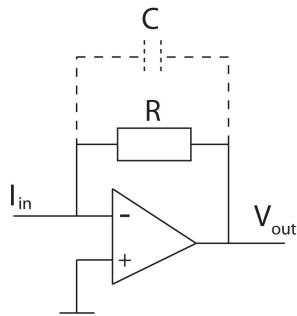


2.11. ábra. A mérőrendszer AFM üzemmódban történő méréshez szükséges kiegészítése.

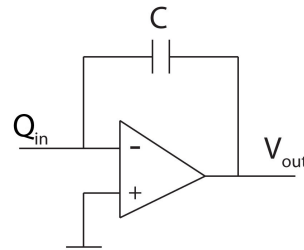
Az előerősítő megválasztása kritikus lehet a mérés kivitelezhetősége szempontjából, az alacsony jelszint miatt nagy erősítésre van szükségünk, de ez még nem elég, mivel a magas rezonanciafrekvencia (≈ 32 kHz) kiméréséhez ezt az erősítést nagy frekvenciájú jelek esetén is biztosítani kell. Erre egy lehetséges eszköz például az alagútáram méréséhez használt áramerősítő, melynek a 2.12. ábrán látható a kapcsolási elve. Az erősítés annál nagyobb, minél nagyobb ellenállást kapcsolunk párhuzamosan a műveleti erősítővel: $V_{out} = -R \cdot I_{in}$. A megjelenő szórt kapacitások miatt viszont az RC kör levágási frekvenciája az erősítés, azaz a párhuzamos ellenállás növelésével egyre csökken, a szükséges mértékű erősítés mellett már kHz nagyságrendbe esik, ezért ez az eszköz erre a célra nem alkalmas.

Ezért erősítőként egy *FEMTO HQA-15M-10T Charge Amplifier* töltés erősítőt használunk, amit kifejezetten a nagyfrekvenciás jelek erősítésére terveztek, kapcsolási elve a 2.13. ábrán látható. A műveleti erősítővel itt egy kondenzátor van párhuzamosan kötve, ω frekvenciájú jel esetén a kondenzátor töltése: $Q_{in} = \frac{1}{i\omega} I_{in}$, a kimenő feszültség: $V_{out} = -\frac{1}{C} \cdot Q_{in} = -\frac{1}{i\omega C} \cdot I_{in}$. Ez az eszköz széles frekvencia tartományon (250 Hz - 15 MHz) képes nagy erősítést elérni. Az adatlapján megadott adatok szerint 1 MHz frekvenciájú jel esetén az erősítés 1.6×10^6 V/A, ez alapján 32 kHz frekvencia esetén az erősítés 5×10^7 V/A.

2.6. ELEKTRONIKUS ZAJOK MINIMALIZÁLÁSA



2.12. ábra. Áramerősítő kapcsolási elve, a szórt kapacitást szaggatott vonallal jelöltem.



2.13. ábra. Töltéserősítő kapcsolási elve.

Ezzel a rendszerrel sikerült megfelelően kis amplitúdójú gerjesztés mellett kimérnem kvarc-oscillátorok rezonancia görbéjét.

2.6. Elektronikus zajok minimalizálása

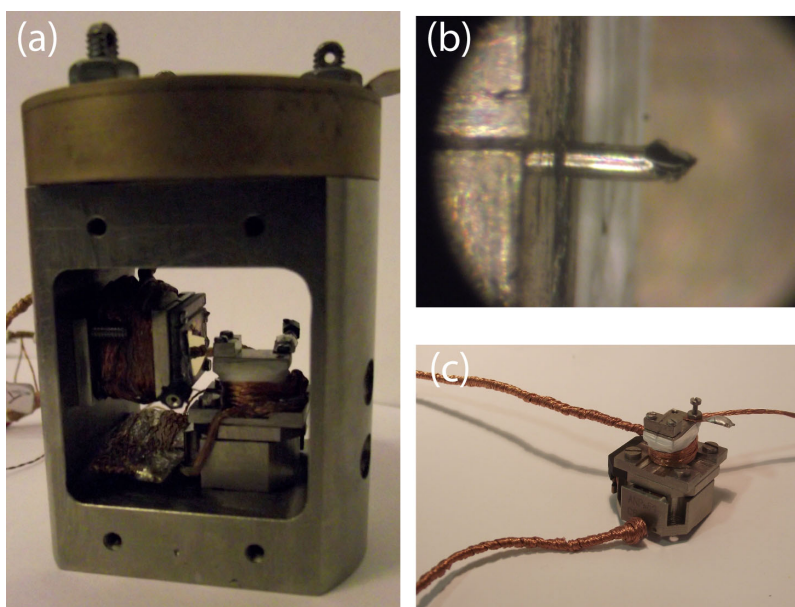
Miután az előző fejezetben leírtak szerint összeállítottam a mérőrendszert, még rengeteg problémával kellett megküzdenem, hogy sikerüljön a jel/zaj szintet kellőképpen megnövelnem, ezek közül a legtanulságosabb eseteket említem meg. A rezgésmentesítés megfelelően működött, így a jelben megjelenő zajok főként elektromos eredetűek voltak, ezekkel viszont akadt munka, amíg végül sikerült eliminálni őket. Az első legfontosabb dolog, hogy a teljes mintatartót árnyékoljuk le megfelelően, erre alkalmasnak bizonyult az a fém szekrény illetve később a fém cső, amibe behelyeztem a mintatartó állványt. Az árnyékolás hatásfokán nagyban javít, ha le is van földelve a burkolat. Annak érdekében, hogy a mintatartó belseje még jobban le legyen árnyékolva, magát a mintatartót is leföldeltem ehhez forrasztó ón eltávolítására készült réz csíkot használtam. Tapasztalatok alapján az áramerősítő kimeneti zaja kisebb, ha a földpontját közvetlen vezetékkel csatlakoztatom a hálózat földjéhez. A zajok minimalizálása érdekében a földelő hálózat kialakításakor kerülni kell a földhurkokat. A rendszer földelő hálózata a következőképpen épül fel: a hálózati föld közvetlenül az áramerősítő föld pontjára csatlakozik, ez az egyetlen csatlakozási pont a hálózati földdel, mivel az összes erősítő, vezérlő, stb. mind föld független tápegységgel működik. Az áramerősítő földpontjára csatlakozik a mintatartó állvány fém alapja, ehhez van hozzáföldelve minden más: mintatartó, piezo-k földje.

Ezzel a módosításokkal már jelentős mértékben lecsökkent a zaj, azonban a tú közelítés-kor problémák léptek fel: azt tapasztaltam, hogy miközben közelítem a tút a mintához, megnő a zaj, aminek következtében a trigger leállítja az inerciális piezo-t még mielőtt a tú elérhetné a mintát. Mint hosszas vizsgálódás után kiderült, ezt az inerciális piezo árnyékolatlan kábele okozta. A piezo-kat nagy feszültségű jellel hajtjuk meg, ami ha nincs megfelelően árnyékolva a kábel, megjelenik az alacsony jelszintű vezetéken - amin a minta és a tú közt folyó áramot mérjük - az áthallás akár több 10-szerese is lehet a számunkra fontos jel nagyságának. Az összeszerelés során mindenhol árnyékoló koax kábeleket használtam, azonban az összes általam használt piezo árnyékolatlan kábelekkel van kikontaktálva gyárilag. Ezért minden piezo kábelét

2.6. ELEKTRONIKUS ZAJOK MINIMALIZÁLÁSA

körbetekertem réz csíkkal (ahogy az a 2.14/c. ábrán látható), majd ezeket le is földeltem. Az így leárnyékolt kábelekkel a korábban tapasztalt zaj gyakorlatilag eltűnt.

A zajforrások megkereséséhez a tüt a mintától távol tartva figyeltem a mért áramot, azt tapasztaltam, hogy amikor a Z piezo feszültségét megnövelem, akkor megnő a zaj is: 0V piezo feszültségnél az áram ingadozása $\approx 50 \text{ mV}_{\text{P-P}}$, 100V feletti piezo feszültségnél pedig 1V fölé nőtt a zaj. Mint kiderült, ezt a piezo szórt elektromos tere miatti áthallás okozta. Az inerciális piezo egy zárt titán házon belül található, ami elég jól leárnyékolja magát a piezot, azonban az XY és Z piezo-k csupaszon vannak, még körben a vezetékek is látszanak rajtuk. Ezért az XY és Z piezo-kat is körbetekertem rézzel majd leföldeltem (2.14/a. ábra). Korábban a mintát közvetlenül az XY piezo tetején lévő titán lapkához rögzítettem, ami magas X piezo feszültség esetén szintén áthallást eredményezett. Ezért most a mintát egy nyáklapra ragasztottam és a nyáklapot csavaroztam fel a titán lapkára, amit leföldeltem, hogy teljesen le legyen árnyékolva az XY piezo.

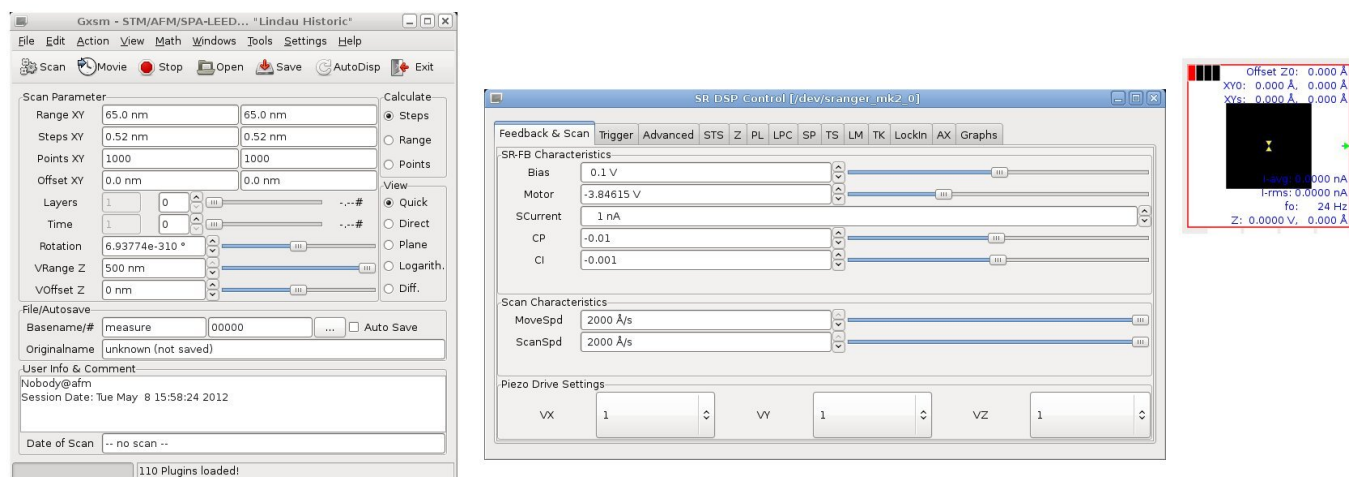


2.14. ábra. Fényképek az alagútmikroszkópról: (a) mintatartó, (b) mikroszkópos kép a tőről, (c) inerciális piezo, rajta a Z piezo, a kábelek réz csíkkal körbe tekerve le vannak árnyékolva.

A fenti módosításokat elvégezve sikerült megszabadulni a legtöbb zajforrástól, már nem befolyásolja a zajszintet a piezo-kra kapcsolt feszültség, az áramerősítő zaja 10^9 -es erősítés esetén kevesebb, mint $60 \text{ mV}_{\text{P-P}}$ érték, ami 0.06 nA ingadozásnak felel meg a mért alagútáramban.

2.7. GXSM - a nyíltforráskódú SPM vezérlő szoftver

A GXSM (Gnome X Scanning Microscopy) szoftvert a Hannoveri egyetemen kezdték fejleszteni, nyílt forráskódú és bármilyen pásztázó szondás mérőrendszer vezérlésére alkalmas, a mért adatok megjelenítésére és alapvető feldolgozására is lehetőséget nyújt [2]. Eredetileg Linux operációs rendszerre készítették, de már létezik Windows-os verziója is, a szoftver támogatja az általunk is használt *SoftdB mk2-A810* SPM vezérlőt.



2.15. ábra. GXSM program mérést vezérlő ablakai.

A 2.15. ábrán láthatóak a GXSM program legfontosabb ablakai a mérés vezérléséhez. A bal oldali ablakban lehet a pásztázás paramétereit beállítani: mekkora területen, milyen lépésközzel, a minta mely részén végezzük a pásztázást. A 2.15. ábra jobb oldalán a státusz jelző ablak látható: mutatja a tű pozícióját a minta felett, az alagútáram értékét és szórását, a Z piezo pozícióját és még más fontos paramétereket.

A középső ablakban a Z piezo szabályozásának paramétereit állíthatjuk be. A program egy úgynevezett PI szabályozót valósít meg, ez a következőképpen működik: meg kell adni, hogy mekkora áram folyjon a minta és a tű között (SetPoint), ennek és az éppen aktuálisan folyó áramnak a különbségeként állítja elő a hibajel $e(t)$. A Z piezo-t szabályozó feszültség $u(t)$ a következőképpen áll elő:

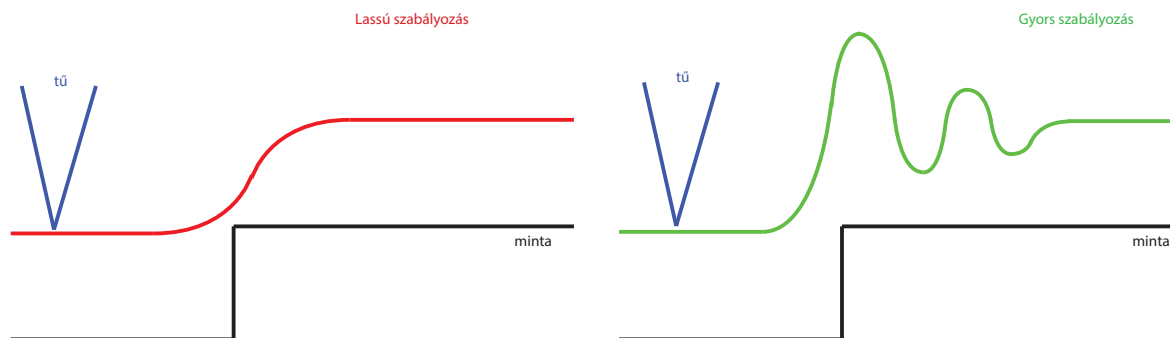
$$u(t) = C_p e(t) + C_i \int_0^t e(\tau) d\tau, \quad (2.4)$$

ahol C_p és C_i állítható konstansok, melyek a hibajel illetve a hibajel integráltját súlyozzák. Ezeket a konstansokat minden mérés elején be kell állítanunk, ha szükség van rá, akkor a mérések közben is módosítanunk kell. Minél nagyobbra állítjuk ezeket a konstansokat, annál gyorsabb lesz a szabályozás, azonban ha túl nagyra állítjuk őket, akkor túllövések jelennek meg, a szabályozás instabillá válik.

A konstansok beállítására több módszer is létezik, a legalapvetőbb módszer az, ha kezdetben nagyon kicsinek állítjuk be mindkét konstansot, ekkor biztosan stabil lesz a szabályozás

2.7. GXSM - A NYÍLTFORRÁSKÓDÚ SPM VEZÉRLŐ SZOFTVER

viszont lassú. Először a proporcionális tagot (C_p) kezdjük el növelni addig, hogy még ne jelenjenek meg túllövések. Ezután növeljük meg az integrális tagot (C_i) is egészen addig, amíg még stabilan tud működni a szabályozás. A 2.16. ábrán egy lépcső függvény szerint változó felület esetében látható a tű mozgása lassú illetve gyors szabályozás mellett. Lassú szabályozás esetén a tű késve követi le a felület ugrását, ezáltal a mért topográfia elkent lesz, rosszabb esetben, ha a tű közel van a felülethez, akár bele is ütközhet, letörhet a hegye. Gyors szabályozást alkalmazva túllövés figyelhető meg, vagyis a lépcsőhöz érve a tű hirtelen felugrik, de nem áll meg a kellő magasságában, hanem tovább emelkedik, majd lecsengő oszcillációval éri el az egyensúlyi helyzetet. Ezek az oszcillációk azt eredményezik, hogy a mért topográfia zajos lesz.

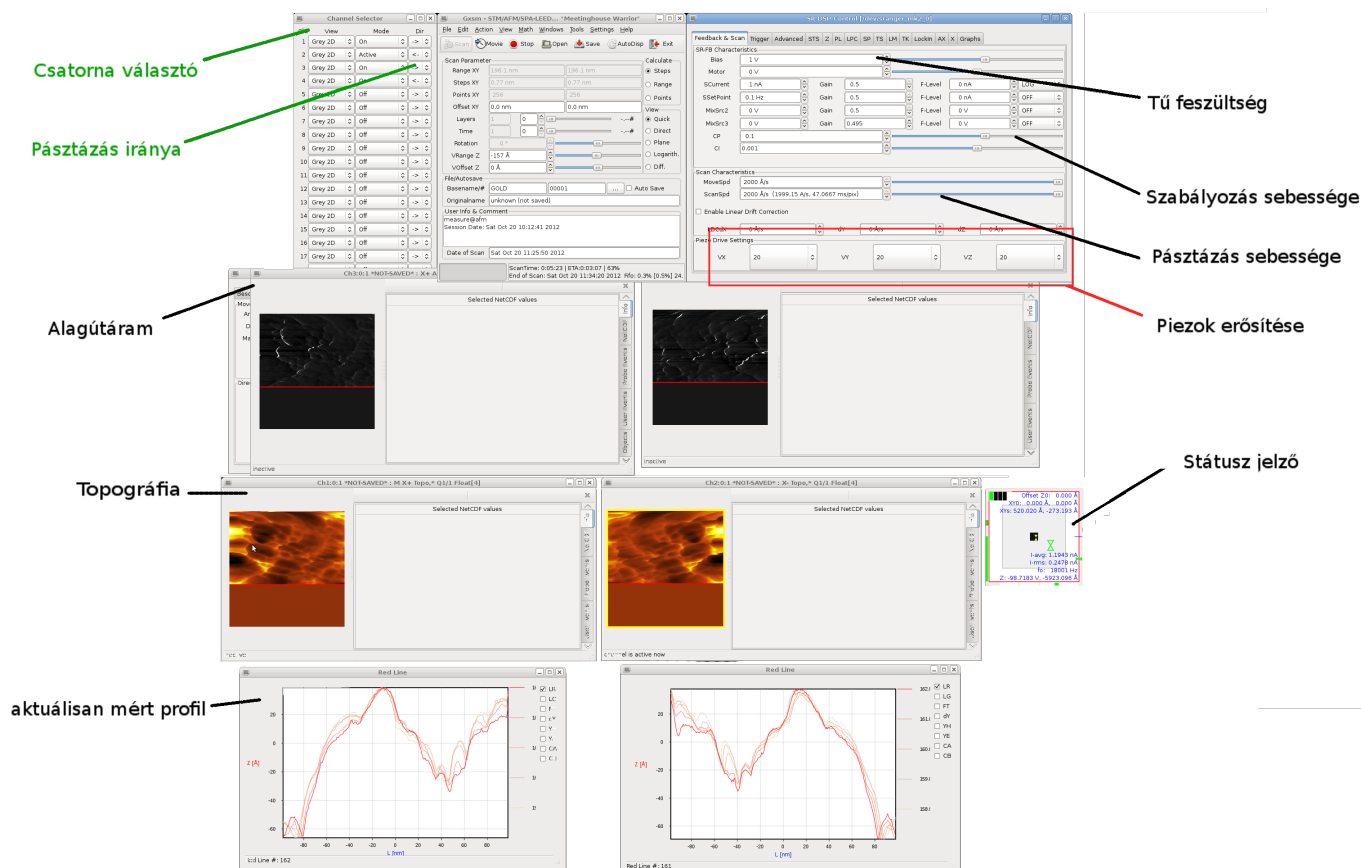


2.16. ábra. Szabályozás sebességének beállítása.

Stabil szabályozást nekem általában körülbelül $C_p = 0.1$ és $C_i = 0.01$ esetén sikerült elérnem. Az, hogy milyen gyors szabályozást lehet beállítani a túllövések nélkül többek között függ a minta-tű távolság stabilitásától: ha rossz a stabilitás és ezért sokat változik az áram, akkor a szabályozó a Z piezo-val próbálja ezt lekövetni és gyorsan mozgatja fel-le, így hamar megjelennek a túllövések, vagyis ha stabil működést akarunk, akkor azt csak lassú szabályozással tudjuk elérni. Egy másik fontos befolyásoló tényező az elektronikus rendszer késleltetése [15]: az az idő, ami eltelik az áramban megjelenő csúcs és az ezt ellensúlyozni próbáló piezo mozgás között. Ez függ a piezo mozgatók kapacitásától, kábelek, csatlakozók szórt kapacitásaitól és a piezo erősítők sávszélességétől, felfutási idejétől.

A 2.17. ábrán egy pillanatkép a GXSM programról mérés közben, azokkal az ablakokkal, amiket általában használok a mérés közben. A bal oldalon található csatorna választó (*Channel Selector*) feliratú ablakban választhatóak ki legördülő menüből a pásztázás közben megjelenítendő adatok. Az SPM vezérlő 8 analóg bemenettel rendelkezik, bármelyik bemeneten mért jelet képes ábrázolni háromdimenziós ábrán (X, Y tengelyek - a szonda pozíciója, színskála - az ábrázolandó jel). Az analóg bementeken kívül van egy *TOPO* választási lehetőség, ekkor a Z piezo mozgását ábrázolja a szonda pozíciójának függvényében, ami a vizsgált minta topográfiájának felel meg. A *Channel Selector* ablakban az ábrázolandó jel mellett azt is kiválaszthatjuk, hogy melyik pásztázási irányban felvett adatokat ábrázoljuk, egy fontos ellenőrzés, hogy mérés közben mindkét pásztázási irányban megjelenítjük a rögzített adatokat. A program a pásztázás irányától függetlenül időben balról jobbra ábrázolja a mért adatokat, így a két ábrának egymás tükörképének kell lennie.

2.7. GXSM - A NYÍLTFORRÁSKÓDÚ SPM VEZÉRLŐ SZOFTVER



2.17. ábra. GXSM program mérés közben.

Az ábrázolást végző ablakokon jobb klikkre legördülő menüben lehetséges tetszőleges vonal vagy görbe mentén profilok ábrázolása. A mérés közben célszerű megjeleníteni az éppen aktuálisan mért profilt, ezek legalul találhatóak a 2.17. ábrán, a két különböző pásztázási irányban. Ezeket a profilokat vizsgálva finomítható a PI szabályozó beállítása: ha lassú a szabályozás, akkor a profilokban megjelenő csúcsok egymáshoz képest el lesznek tolódva egyik illetve másik irányban, a pásztázás irányától függően. A szabályozás sebességének növelésével azt kell elérni, hogy a csúcsok ugyan azokon a helyeken jelenjenek meg mindkét irány esetén. A beállítás során egy optimumot kell keresni, hogy minél inkább megegyezzenek a csúcsok helyei, de még ne legyenek zajosak a túllövések miatt a mért profilok.

Szintén a legördülő menüből választhatóak különböző megjelenítési módok, a nyers adatok is megjeleníthetők illetve különböző műveleteket is végezhetünk velük. A *Quick* opciót választva a program minden egyes mért profilra illeszt egy egyenest és ezt levonja az adatokból ábrázolás előtt. Erre azért van szükség, mert a mintát nem lehet tökéletesen kiszintezni, valamennyire mindig ferde lesz, de vigyázni kell, mert bizonyos esetekben a soronkénti egyenes illesztés megváltoztatja a mért topográfia jellegét. Ennél egygel jobb módszer, ha a pásztázás befejezése után egy síkot illesztünk a mért adatokra (vagy néhány kiválasztott pontra) és azt vonjuk le.

Egy másik fontos ellenőrzési lehetőség a mérés közben, ha ábrázoljuk a mért alagútáramot, szintén mindkét pásztázási irányban. Az áramban a beállított értéktől való eltérést azt jelenti,

2.7. GXSM - A NYÍLTFORRÁSKÓDÚ SPM VEZÉRLŐ SZOFTVER

hogy a tű és a felület távolsága változott, vagyis hibás a mért topográfia, amit a Z piezo helyzetét ábrázolva kaptunk meg. Ideális szabályozás esetén az áramban csak a topográfia kontúr vonalai jelennek meg, ez annak felel meg, hogy amikor változik a felület, a tű gyorsan követi és azonnal beáll az új egyensúlyi helyzetbe. A valós mérések során ezek a kontúrok elkentek, mivel véges idő szükséges ahhoz, hogy a tű lekövesse a felület változását. A szabályozás sebességét változtatva kell próbálkozni, hogy minél keskenyebbek legyenek a kontúrok, ezáltal minél pontosabb lehessen a mért topográfia.

A szabályozás sebességén kívül van még egy rendkívül fontos paraméter, amit be kell állítani, ez pedig a pásztázás sebessége. Célszerű minél gyorsabbnak megválasztani, hogy hamar elkészüljenek a felvételek, de ezt korlátozza a szabályozás sebessége: csak olyan gyorsan lehet pásztázni, hogy a szabályozás még elég gyors legyen ahhoz, hogy közben lekövesse a felületet. A pásztázás sebességét úgy állítom be, hogy mérés közben figyelem az alagútáramot, a pásztázás sebességét addig növelem, amíg a mért alagútáramban megjelenő kontúrok még nem szélesednek ki jelentősen.

3. fejezet

Teszt mérések STM üzemmódban

Az első méréseket arany mintán végeztem, ami eredetileg egy másik méréshez, a következő módon készült: szilícium lapkára először 100 nm vasat, majd 100 nm aranyat párologtattak. Az STM tű készítéséhez 90/10 platina irídium ötvözetű, 50 μm átmérőjű vezetékot használtam. A tű hegyezését ollóval végeztem, minél nagyobb szögben elvágva a vezetékot. A tűre adott feszültséget tipikusan 50 mV - 1 V között változtattam, az alagútáramot pedig 1-3 nA értéken tartottam.

3.1. Stabilitás vizsgálata

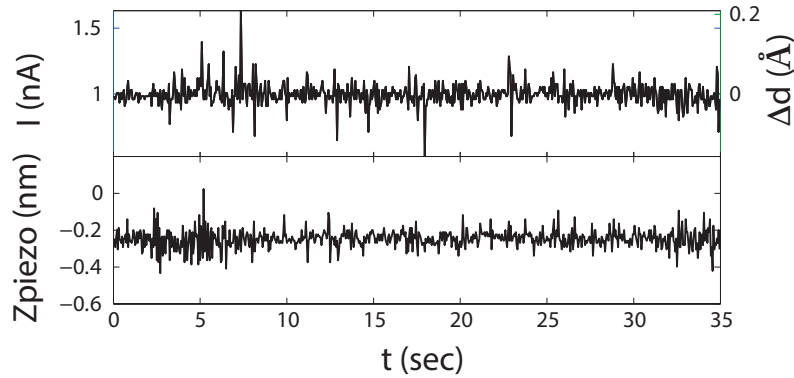
Vizsgáltam a mikroszkóp stabilitását, ehhez az inerciális piezoval megközelítettem a minta felületét, majd egy adott pontja felett állva a tűvel mértem a alagútáramot és a pásztázáshoz használt Z piezo elmozdulását. Ha a rezgésmentesítés megfelelő, akkor azt várjuk, hogy az áram ingadozása valamint a Z piezo mozgatása is minimális. Ehhez azonban a PI szabályozót is megfelelően kell beállítani, ha ugyanis a szabályozás túl gyors, akkor az áram kis ingadozása esetén is nagyon gyorsan mozgatja a tűt fel-le, így a Z piezo sokat fog mozogni, valamint a szabályozás túllövési miatt az áramban is nagy ingadozás lesz megfigyelhető. Amennyiben a szabályozás túl lassú, úgy a Z piezo mozgása kicsi lesz, de az áramban nagy változások figyelhetőek meg. Ennek megfelelően a szabályozó kört úgy állítottam be, hogy az áram értéke lehetőleg minél kevesebbet ingadozzon, és a Z piezo mozgása is legyen minimális. A GXSM programban ezt általában $C_P = 0.1$, $C_I = 0.01$ körüli beállításokkal tudtam elérni.

Egy ilyen stabilitásmérés eredménye látható a ?? ábrán. Az alagútáram ismeretében az 1.3. egyenletből kifejezhető a minta-tű távolság megváltozása:

$$\Delta d = \frac{-\ln(I/I_0)}{A\sqrt{\Phi}}, \quad (3.1)$$

ahol $A = 1.025 \text{ \AA}^{-1} \text{ eV}^{-1/2}$ konstans, I a mért, I_0 az elérni kívánt alagútáram értéke és Φ a tű és a minta kilépési munkájának átlaga. A minta arany ($\Phi = 5.1 \text{ eV}$), a tű pedig 90/10 arányú PtIr, mivel nagyrészt platina alkotja a tűt, így ennek a kilépési munkájával számoltam ($\Phi = 6.35 \text{ eV}$).

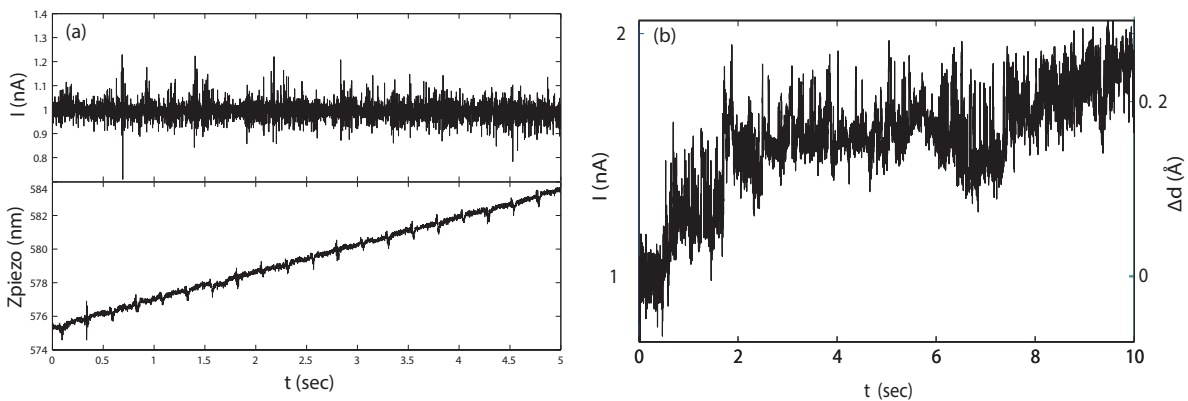
3.1. STABILITÁS VIZSGÁLATA



3.1. ábra. *Stabilitás vizsgálata: alagútáram (logaritmikus skála), az ebből számolt minta-tű távolság változás és a Z piezo mozgása az idő függvényében, a minta egy pontja felett állva.*

Az alagútáram szórása 0.07 nA, az ebből számolt minta-tű távolság megváltozás szórása 0.03 Å és a Z piezo mozgásának szórása mindössze 0.05 nm.

Bizonyos esetekben előfordul, hogy a 3.2/a. ábrán látható módon a Z piezo folyamatosan mozog valamilyen irányba, ezt a driftet okozhatja például a hőtágulás, valamint az úgynevezett piezo csúszás is, ami akkor lép fel, ha hirtelen változik a piezo feszültsége A gyors feszültség változás után a piezo lassan tovább mozog. Ha eleget várunk, akkor a csúszás minimálisra csökken. A másik lehetőség, hogy a piezo tápegység vezérlő programja képes lineáris drift korrekcióra, ami úgy működik, hogy megmérjük, hogy egy másodperc alatt mennyit csúszik a piezo, majd ezt beállítva a program automatikusan változtatja a piezo feszültséget ennek megfelelően, így a szabályozó kör szempontjából nézve olyan, mintha megszűnt volna a drift. Persze a csúszás mértéke is változhat időben, így ezt folyamatosan figyelni kell és újra kell állítani.



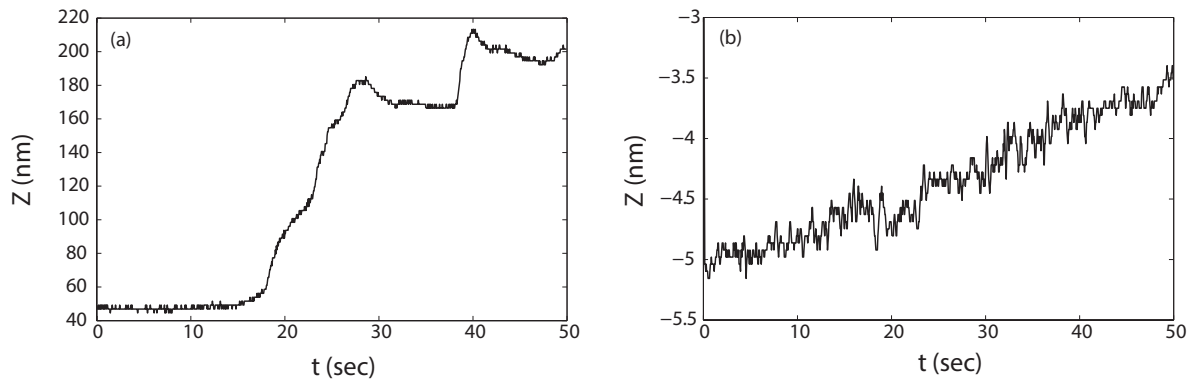
3.2. ábra. *(a) lineáris piezo csúszás, (b) áram stabilitása szabályozás nélkül.*

Vizsgáltam a stabilitást úgy is, hogy kikapcsoltam a szabályozást és néztem, hogy hogyan változik az áram. Ezt a mérést akkor végeztem, amikor nem volt megfigyelhető csúszása a Z

3.1. STABILITÁS VIZSGÁLATA

piezo-nak. egy ilyen görbe látható a 3.2/b. ábrán. Az áram mindössze körülbelül 1 nA-t változik tíz másodperc alatt, ami azt jelenti, hogy a minta-tű távolság körülbelül 0.2 Å -el változott meg.

Ezek után különböző külső körülmények befolyásoló hatását vizsgáltam, elsőként azt, hogy a hőmérséklet változás okozta hőtágulás mekkora mértékben befolyásolja a mérést. Ehhez kinyitottam a labor ablakát és huzatot csináltam, eközben a szabályozás be volt kapcsolva, közel állandó alagútáram folyt a minta és a tű között. A 3.3. ábrán látható, hogy a hőtágulás kompenzálása céljából hogyan mozgatta a Z piezo a szabályozó kör. A 3.3/a. ábra esetében a mintatartó szabadon volt, nem volt befedve, a mért görbén látható hogy igen jelentős a hőtágulás miatti drift, meredeken kell változtatni a piezo feszültségét és körülbelül 150 nm-t elállítódik. Az is megfigyelhető, hogy amikor az ablakot becsuktam a 28. másodperc környékén és megszűnt a levegő áramlása, jelentősen lecsökkent a drift nagysága. Az ablakot újra kinyitva ismét megindul a drift. Ezután befedtem a mintatartót a vákuumkamra csövével és ismét kinyitottam az ablakot, a 3.3/b. ábrán látható a mért görbe, most is megjelent a hőtágulásból eredő lineáris drift, de ebben az esetben már jóval kevésbé meredek a változás, összesen 1.5 nm-t mozog a Z piezo 50 másodperc alatt.



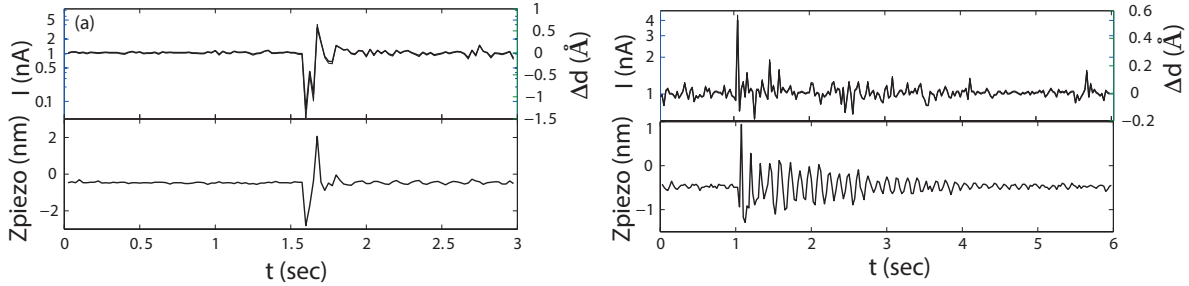
3.3. ábra. Z piezo mozgása nyitott ablak mellett (a) cső nélkül, (b) a mintatartót a vákuumkamra csövével befedve.

Végül vizsgáltam, hogy a rezgésmentesítéshez tervezett állvány mennyire képes kiszűrni a külső gerjesztések hatását, ehhez azt a márvány lapot kopogtattam, amin az STM áll és mértem az alagútáramot és a Z piezo mozgását. Amikor nincs rajta a vákuumkamra csöve az állványon és kicsit meglökjük a mintatartót, akkor is jól megfigyelhető, hogy a fel-le irányú mozgást nagyon gyorsan lecsillapítja a mágnes, de az oldalra billegő illetve torziós módusok sokkal lassabban csengenek le. Ezért megpróbáltam külön-külön vizsgálni ezeket a rezgéseket: a márvány lapra felülről koppintva a fel-le rezgő módust próbáltam gerjesztetni, a márványlap oldalára koppintva pedig az oldalra billegő módusokat, a mért görbék a 3.4. ábrán láthatóak.

Megfigyelhető, hogy a felülről történő kocogtatás esetében valóban nagyon gyorsan lecseng a Z piezo mozgása. Az alagútáramban egy csúcs jelenik meg a koppantás pillanatában, a szabályzás a Z piezo-val azonnal kompenzálni igyekszik az elmozdulást a rezgés egy perióduson belül lecseng teljesen. Ezzel szemben a márvány lapot oldalról koppintva egy lassan csillapodó oszcilláció figyelhető meg, körülbelül 3 másodperc telik el, míg teljesen lecseng az oszcilláció. Viszont az is megfigyelhető, hogy az áramban itt is szinte csak egy csúcs jelenik meg, a koppintás

3.2. MÉRÉSEK ARANY MINTÁN

pillanatában, a későbbiekben a Z piezo mozgása már képes kompenzálni az elmozdulást.



3.4. ábra. *Rezgésmentesítéshez használt állvány vizsgálata: az STM-et tartó márványlapot kopogtattam felülről (a) illetve oldalról (b).*

A rezgés periódusidejét megmérve meghatároztam a billegő módus rezonancia frekvenciáját, ami körülbelül 8 Hz, a lecsengés gyorsaságából pedig megbecsültem a csillapítási tényezőt: $\beta = 0.58$ 1/sec. Ezek alapján egyértelmű, hogy a jövőben érdemes lesz továbbfejleszteni a rezgésmentesítő állványt úgy, hogy jobban csillapítsa a billegő módusokat, például az oszlopokra erősített további mágnesek segítségével.

3.2. Mérések arany mintán

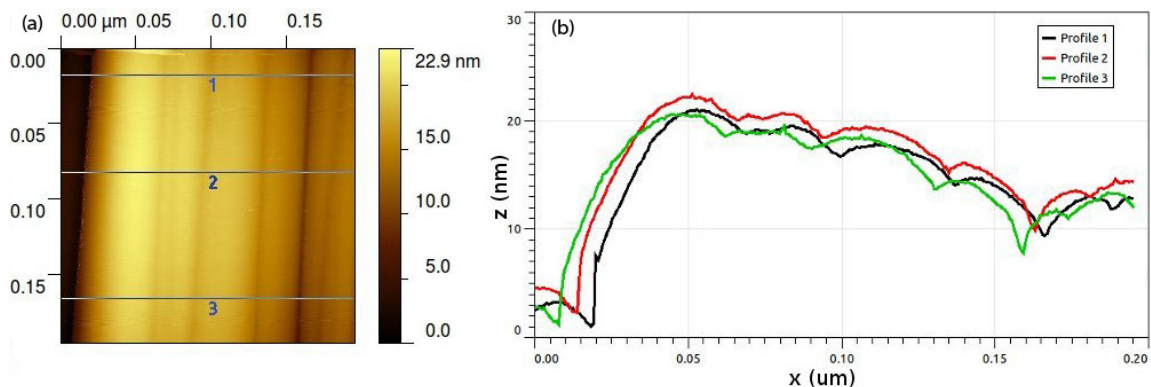
Miután behelyeztem a mintatartóba a tűt és a mintát, a mérés a következő lépésekből áll:

1. **Elektromos zajok mérése:** elsőként ellenőrzöm, hogy sikerült-e megfelelően leárnyékolni a rendszert a külső elektromos zajforrásoktól. Ekkor a tű még messze van a felülettől, tehát elméletileg nem folyhat áram a tű és a minta között, mérem az áram ingadozását (jó esetben tipikusan 0.005 nA_{P-P} érték). Ez gyakorlatilag a rendszer által felszedett elektromos zaj nagyságának felel meg.
2. **Tű közelítés:** az inerciális piezot használva eljuttattam a tűt a minta felületétől néhány Å távolságba.
3. **Stabilitás mérése:** megvizsgálom a minta-tű távolság stabilitását. Ehhez mérem az alagútáramot és a Z piezo mozgását, a 3.1. fejezetben leírtaknak megfelelően, miközben a tű a minta egy pontja felett áll. Elkezdem beállítani a PI szabályozót úgy, hogy minél kevesebbet mozogjon a Z piezo és az áram ingadozása is minimális legyen. Az optimalizáció után a Z piezo mozgása megegyezik a Z irányú felbontóképességgel.
4. **Szabályozó kör finomítása:** Beállítom a vizsgálandó területet, majd elindítok egy lassú pásztázást. A szabályozó kör beállítását finomítom a 2.17. fejezetben leírtak szerint: a két különböző irányban felvett profilokat vizsgálva, úgy állítom be a szabályozás sebességét, hogy a profilokban ugyanazon a helyeken jelenjenek meg a csúcsok.

5. **Pásztázás sebességének beállítása:** a pásztázás sebességét a szabályzásnak megfelelően kell beállítani úgy, hogy végig tudja követni a tű a minta felszínét. Pásztázás közben figyelem a mért alagútáramot, addig növelem a pásztázás sebességét, amíg még nem jelennek meg nagy változások az áramban.
6. **Képek felvétele:** a rendszert beállítottam, lehet képeket felvenni, továbbra is figyelni kell az alagútáramot, ha nagy változások jelennek meg benne, akkor ismét állítani kell a szabályozás és a pásztázás sebességén. Az optimális beállítások többek között attól is függenek, hogy mekkora területen végzem a pásztázást, így a vizsgált terület méretének változtatása esetén szükség lehet a paraméterek változtatására.

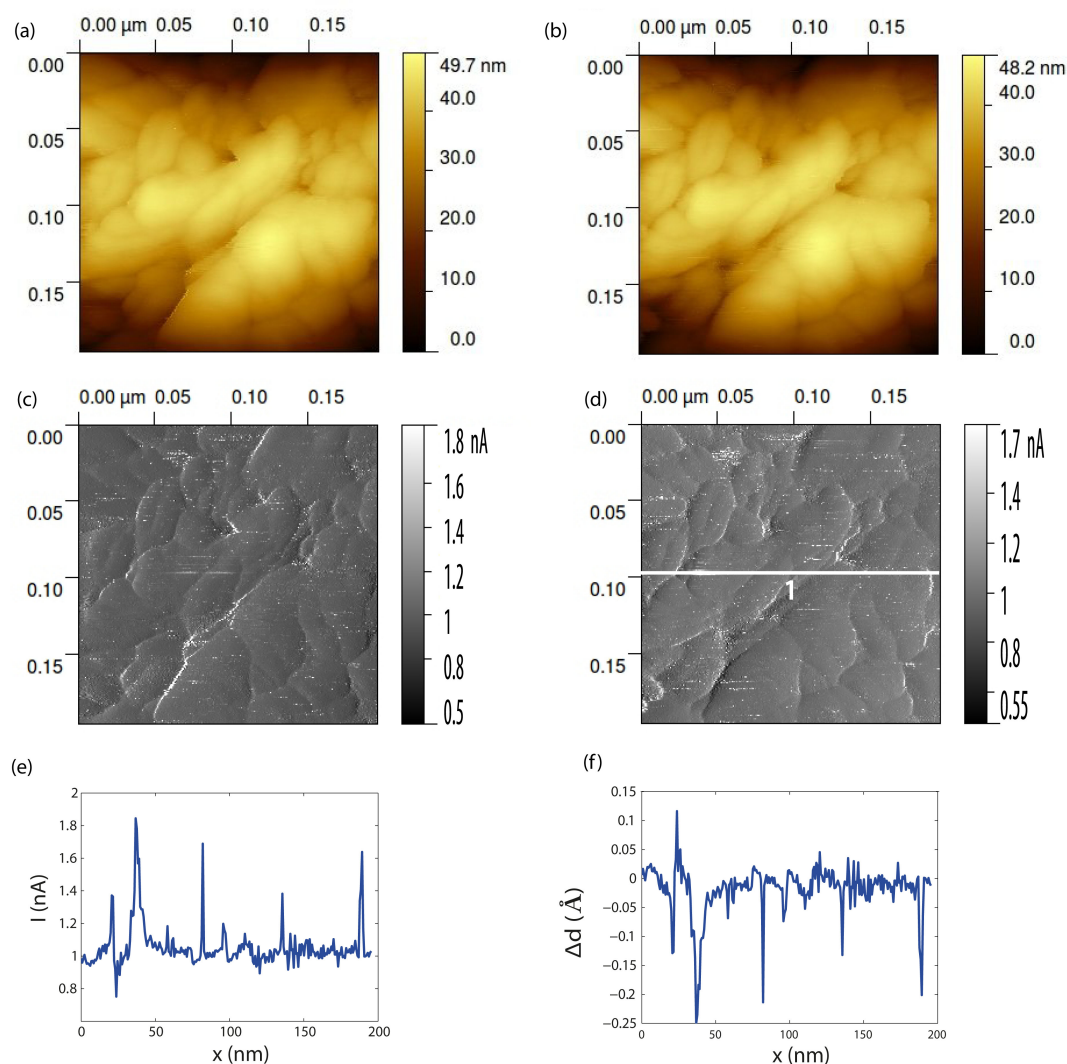
A GXSM programmal rögzített felvételeket a Gwyddion nevű, szintén nyíltforráskódú, pásztázó szondás mikroszkóp adat feldolgozó programmal értékeltem, ki. Az adatok alap szintű kiértékelésére a GXSM is lehetőséget nyújt, de a Gwyddion sokkal több és könnyebben elérhető funkciót tartalmaz. A most következő ábrákat is ezzel a programmal készítettem, a képfeldolgozás során a nyers adatokra egy síkot illesztettem majd vontam le, egyéb optimalizációt vagy szűrést nem végeztem.

A 3.5/a. ábra esetében csak X irányban pásztáztam folyamatosan, ugyan azon a vonalon, körülbelül 8 percig tartott a teljes felvétel, látszik, hogy ez idő alatt a tűhöz képest a minta kis mértékben elcsúszott X irányban. A 3.5/b. ábrán három metszete látható a rögzített topográfának, látható, hogy mennyire csúsztak el egymáshoz képest a csúcsok, a teljes idő alatt a csúszás mértéke: ≈ 15 nm volt.



3.5. ábra. (a) Csak X irányú pásztázás során rögzített topográfia, (b) topográfia metszetei.

3.2. MÉRÉSEK ARANY MINTÁN

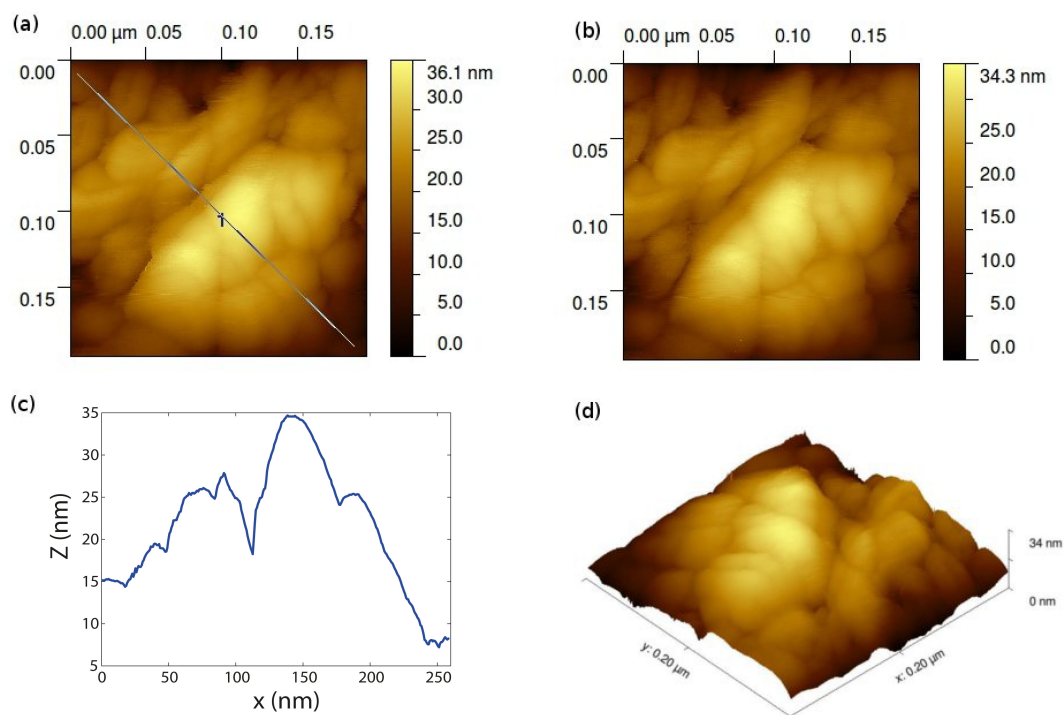


3.6. ábra. (a) topográfia balról jobbra, (b) topográfia jobbról balra, (c) alagútáram balról jobbra, (d) alagútáram jobbról balra, (e) alagútáram változása az 1-el jelölt profil mentén, (f) minta-tű távolság változása az 1-el jelölt profil mentén.

A 3.6. ábrán egy 200x200 nm széles tartományon (256x256 képpont) végzett pásztázás eredményeit ismertetem. A mérést vezérlő programban lehetőség van arra, hogy a pásztázás közben mind a két pásztázási irányban ábrázzuk az adatokat, ez egy alapvető ellenőrzési lehetőség, amit érdemes folyamatosan figyelni, az eredményeket csak akkor lehet elfogadni, ha mindkét irányban megegyeznek. Ezzel az egyszerű összehasonlítással könnyen észrevehető, ha például tönkremegy a tű (letörik hegye) vagy nem megfelelően van beállítva a Z piezo szabályozása, célszerű nem csak a mérés végén, hanem már a pásztázás közben is összehasonlítani az éppen aktuálisan mért vonal menti profilokat. A 3.6. ábrán jól láthatóan a különböző irányokban történő pásztázás során felvett topográfia jól megegyezik. Az áramban valóban a topográfia kontúrai jelennek meg, kis kiszélesedéssel. A 3.6/e. ábrán látható az alagútáram változása az 1-el jelölt vonal mentén, keskeny csúcsok figyelhetőek meg, ami azt jelenti, hogy a tű jól

3.2. MÉRÉSEK ARANY MINTÁN

végigkövette a felület változásait. A 3.6/f. ábrán látható az alagútáramból számított minta-tű távolság megváltozása, ami kisebb, mint 0.25 \AA . Ezt viszonylag lassú szabályozással tudtam elérni, így lassan kellett pásztáznom is, körülbelül 8 percre telt amíg elkészült a felvétel.

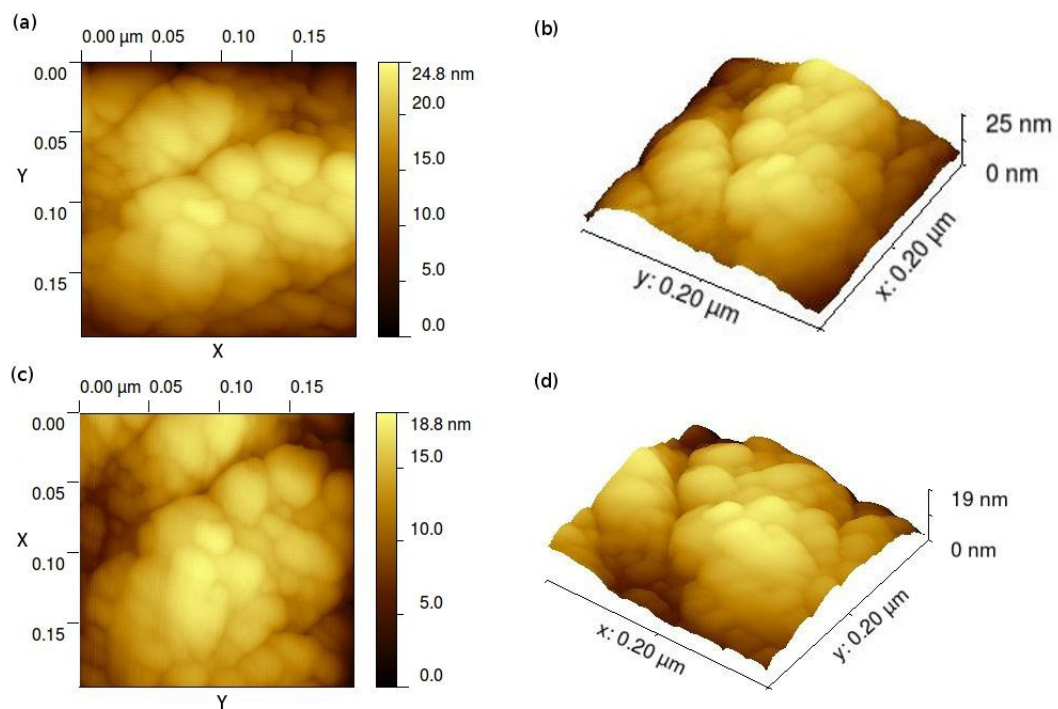


3.7. ábra. Közvetlenül a 3.6. felvétel után készült újabb felvétel, ugyan arról a területről. (a) topográfia balról jobbra, (b) topográfia jobbról balra, (c) topográfia metszete, (d) 3D topográfia.

A 3.7. ábrán látható felvétel közvetlenül a 3.6. felvétel után készült, ugyan azon a helyen, a mért topográfia hasonló, egy kis elcsúszás figyelhető meg Y irányban (felfele). A 3.7/c. ábrán a topográfia metszete látható, leolvasható a domb magassága: $\approx 30 \text{ nm}$. Ez a méret körülbelül megegyezik azoknak a nanoszerkezeteknek a méretével, amiket mi is vizsgálni szeretnénk majd az elkészült berendezéssel, tehát elmondható, hogy erre a célra elegendően jó felbontást sikerült elérnünk.

Egy újabb tesztelési lehetőség, hogy a mintát 90° -al „elforgatjuk”, azaz felcseréljük az X és Y piezot és megvizsgáljuk, hogy a mért topográfia is ennek megfelelően fordul-e el. A 3.8. ábrán látható felvételek a minta egy másik területén készültek közvetlenül egymás után úgy, hogy közben felcseréltem az X és Y piezokat. Hogy jobban össze lehessen hasonlítani őket, a második képet visszaforgattam 90° -al, tehát ugyan azt kell látni a két képen.

3.2. MÉRÉSEK ARANY MINTÁN



3.8. ábra. (a) topográfia, (b) 3D topográfia, (c) topográfia 90°-al elforgatva, (d) 3D topográfia 90°-al elforgatva.

A tesztmérések alapján tehát elmondható, hogy a berendezés megfelelően működik STM üzemmódban, az elért felbontás elegendő általunk vizsgálni kívánt nanoszerkezetek méréséhez.

4. fejezet

Összefoglalás

Munkám során egy szobahőmérsékleten működő pásztázó alagútmikroszkópot terveztem majd építettem. Megterveztem és összeszereltem a titánból készült mintatartót. Készítettem egy rezgésmentesítő állványt, amiről rugókkal lógatható le a mintatartó, a csillapításra réz henger belsejében mozgó rúd mágnest alkalmaztam. Készítettem egy vákuumkamrát: egy hangszigetelt csövet, ami felülről az állványra húzható és vákuumtömören lezárható. A mérés vezérlésére egy nyílt forráskódú pásztázó mikroszkóp vezérlőt, a GXSM [2] programot és az általa támogatott *SoftdB Mk2-A810* hardvert használtam. Elkezdtem azokat a fejlesztéseket, amik majd lehetővé teszik az AFM üzemmód használatát is: hangvilla alakú kvarcoszcillátort használva készítettem szenzorokat az atomerő-mikroszkóphoz.

Teszt méréseket végeztem STM üzemmódban: kitapasztaltam a mérést vezérlő szoftver környezetet, teszteltem a rendszer stabilitását. Valamint méréseket végeztem arany mintán, az első tesztek sikeresen zárultak: a berendezés STM mérési módban alkalmas az általunk vizsgálni kívánt nanoszerkezetek feltérképezéséhez és méréséhez elegendő felbontással történő képalkotásra.

Kitekintés

A következő feladat az AFM üzemmód tesztelése, ehhez már gyakorlatilag minden készen áll: hangvilla alakú kvarcoszcillátort használva készítettem atomerő-mikroszkóp szenzorokat, az elkészült vákuumkamrával lehetőség nyílt vákuumban való mérésre, ami azért fontos, mert a kvarcoszcillátor jósági tényezője légköri nyomáson jelentősen leromlik. Végül az elektronikai rendszer is rendelkezésre áll a rendkívül alacsony amplitúdóval gerjesztett kvarcoszcillátor rezgésének kimérésére, a 2011-es TDK dolgozatomban ugyan ezen az elven mértem meg egyetlen arany atom átmérőjű kontaktus rugóállandóját [12].

További terveink között szerepel még az alacsony hőmérsékletű rendszer tervezése előtt, hogy STM üzemmódban, grafit mintán atomi felbontású kép készítésére alkalmassá tegyünk a rendszert, ehhez tovább kell javítani a rezgésmentesítést amit a jelenlegi mágneses csillapításon kívül, erre merőleges irányban elhelyezett mágneses csillapítással illetve a rendszer alatti márvány lap fellógatásával, ezáltal két szintes rezgésmentesítés fejlesztésével képzelünk el.

Köszönetnyilvánítás

Szeretnék köszönetet mondani témavezetőmnek, Dr. Hallbritter Andrásnak. Köszönettel tartozom még Dr. Geresdi Attilának, Makk Péternek továbbá Magda Gábornak, aki megosztotta velem az STM mérései során szerzett tapasztalatait.

Irodalomjegyzék

- [1] H el ene le Sueur: Cryogenic AFM-STM for mesoscopic physics, Thesis (2007).
- [2] P. Zahl, T. Wagner, R. M oller and A. Klust: Open source scanning probe microscopy control software package Gxsm, *J. Vac. Sci. Technol. B* 28 (2010).
- [3] Roland Schaefer: Design and Construction of a Scanning Tunneling Microscope, Carnegie Mellon Department of Electrical and Computer Engineering (1989).
- [4] Dr. Gerd Binnig, Dr. Heinrich Rohrer: Scanning Tunneling Microscopy—from Birth to Adolescence, *Rev. Mod. Phys* **59**, 615-625 (1987).
- [5] G. Binnig, H. Rohrer: In touch with atoms, *Reviews of Modern Physics*, Vol. 71, No. 2 (1999).
- [6] Institut f ur Experimentelle und Angewandte Physik der Universit at Kiel honlapja: <http://www.ieap.uni-kiel.de/surface/ag-kipp/stm/stm.htm>
- [7] Nano Science Instruments honlapja: <http://www.nanoscience.com/education/afm.html>
- [8] Franz J. Giessibl and Calvin F. Quate: Exploring the nanoworld with atomic force microscopy, *Physics Today*, Volume 59, Issue 12 (2006).
- [9] Franz J. Giessibl: Advances in atomic force microscopy, *Rev. Mod. Phys.*, Vol. 75, No. 3 (2003).
- [10] Yongho Seo and Wonho Jhe: Atomic force microscopy and spectroscopy, *Rep. Prog. Phys.* **71** (2008)
- [11] Attocube honlapja: http://www.attocube.com/nanoPOSITIONING/working_principal.html
- [12] Magyarkuti Andr as: Vezet ok epess eg  es er o egyidej u m erese atomi m eret u kontaktusokban, TDK dolgozat (2011).
- [13] C. Julian Chen: Introduction to scanning tunneling microscopy, Chapter 10, Oxford University Press, USA, May 20, 1993.
- [14] Sang-il Park, C. F. Quate: Theories of the feedback and vibration isolation systems for the scanning tunneling microscope, *Rev. Sci. Instrum.* **58** 2004-2009 (1987).

- [15] A. I. Oliva, M. Aguilar, J. L. Pena and E. Anguiano: Experimental determination of the parameters of the feedback system of a scanning tunnelling microscope, *Meas. Sci. Technol.* **8** 501–507, (1997).