



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV VÝROBNÍCH STROJŮ, SYSTÉMŮ A ROBOTIKY

INSTITUTE OF PRODUCTION MACHINES, SYSTEMS AND ROBOTICS

## DVOUOSÝ MIKROMANIPULÁTOR PRO KRYSTALY V KRYOGENNÍM PROSTŘEDÍ A V EXTRA SILNÝCH MAGNETICKÝCH POLÍCH GENEROVANÝCH SUPRAVODIČEM

TWO-AXIS MICROMANIPULATOR FOR CRYSTALS IN CRYOGENIC ENVIRONMENTS AND IN EXTRA  
STRONG MAGNETIC FIELDS GENERATED BY SUPERCONDUCTORS

### DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Šimon Fuks

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Rostislav Huzlík, Ph.D.

BRNO 2025



## Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky  
Student: **Bc. Šimon Fuks**  
Studijní program: Výrobní stroje, systémy a roboty  
Studijní obor: bez specializace  
Vedoucí práce: **Ing. Rostislav Huzlík, Ph.D.**  
Akademický rok: 2024/25

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.1111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

### **Dvouosý mikromanipulátor pro krystaly v kryogenním prostředí a v extra silných magnetických polích generovaných supravodičem**

#### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Předmětem práce je návrh a realizace dvou-osého mikromanipulátoru, který je určen pro měřicí účely v extrémních podmínkách nízké teploty a silných magnetických polích. Téma je vypsáno ve spolupráci s CEITEC – VUT, skupina Magneto-optické a THz spektroskopie.

#### **Cíle diplomové práce:**

Literární rešerše na téma pohony pro přesné polohování malých vzorku v podmínkách nízké teploty.

Systémový rozbor manipulátoru.

Návrh manipulátoru v různých variantách.

Oživení a otestování manipulátoru.

Závěr a doporučení pro praxi.

#### **Seznam doporučené literatury:**

MAREK, Jiří. Konstrukce CNC obráběcích strojů III. Praha: MM publishing, s.r.o., 2014. MM speciál. ISBN 978-80-260-6780-1.

DRURY, Bill. Control techniques drives and controls handbook, 2nd edition. IET, 2001. ISBN 978-1-84919-013-8.

SOUČEK, Pavel, 2004. Servomechanismy ve výrobních strojích. Praha: Vydavatelství ČVUT. ISBN 80-010-2902-6.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2024/25

V Brně, dne

L. S.

---

doc. Ing. Petr Blecha, Ph.D., FEng.  
ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.  
děkan fakulty

## **ABSTRAKT**

Tato diplomová práce se zabývá konstrukčním návrhem dvouosého mikromanipulátoru sloužícího jako držák vzorků pro EPR spektrometr. Zařízení je určeno pro studium krystalů s anizotropními magnetickými vlastnostmi a musí pracovat v extrémních podmínkách – při teplotách až 4 K a v magnetickém poli až 16 T. V rešeršní části je podán teoretický úvod do elektronové paramagnetické rezonance (EPR) a popsány možnosti přesného polohování vzorků v kryogenním prostředí, pozornost je věnována zejména piezomotorům. Dále jsou uvedeny příklady držáků vzorků používaných v podobných aplikacích. Návrhová část práce zahrnuje systémovou analýzu a porovnání několika koncepčních variant mikromanipulátoru. Nejvhodnější varianta byla dále detailně konstrukčně rozpracována. Popsána je funkce jednotlivých komponent, výsledky MKP simulací zaměřených na teplotní dilatace a proces výroby prototypu pomocí 3D tisku. Závěrem je popsáno oživení zařízení a testování funkčnosti držáku vzorků s integrovanými piezomotory.

## **ABSTRACT**

This thesis focuses on the design of a two-axis micromanipulator serving as a sample holder for an EPR spectrometer. The device is intended for studying crystals with anisotropic magnetic properties and is designed to operate under extreme conditions – at temperatures down to 4 K and in magnetic fields up to 16 T. The theoretical part provides an introduction to electron paramagnetic resonance (EPR) and explores the possibilities of precise sample positioning in cryogenic environments, with particular attention given to piezoelectric motors. Examples of sample holders used in similar applications are also presented. The design section includes a system analysis and a comparison of several conceptual variants of the micromanipulator. The most suitable variant was further developed in detail. The functions of individual components are described, along with the results of FEM simulations focused on thermal expansion and the process of prototype fabrication using 3D printing. Finally, the commissioning of the device and testing of the sample holder with integrated piezoelectric motors are described.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Elektronová paramagnetická rezonance (EPR), anizotropie, mikromanipulátor, držák vzorků, piezomotor

## **KEYWORDS**

Electron paramagnetic resonance (EPR), anisotropy, micromanipulator, sample holder, piezo motor



## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

FUKS, Šimon. *Dvouosý mikromanipulátor pro krystaly v kryogenním prostředí a v extra silných magnetických polích generovaných supravodičem*. Brno, 2025. Dostupné také z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/166247>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav výrobních strojů, systémů a robotiky. Vedoucí práce Rostislav Huzlík.



## **ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že tato práce je mým původním dílem, zpracoval jsem ji samostatně pod vedením Ing. Rostislava Huzlíka, Ph.D. a s použitím literatury uvedené v seznamu.

V Sivicích dne 23. 5. 2025

.....

Fuks Šimon



## **PODĚKOVÁNÍ**

Chtěl bych poděkovat Ing. Rostislavu Huzlíkovi, Ph.D. za vedení práce, odborné konzultace a vstřícný, přátelský přístup během celého jejího zpracování. Dále děkuji Ing. Janu Dubskému, Dr. Viniciovi Tadeuovi Santanovi a doc. Dr. Ing. Petru Neugebauerovi, Ph.D. za možnost podílet se na řešení tohoto projektu, za cenné rady při návrhu konstrukce držáku vzorků, za uvedení do problematiky EPR spektroskopie i za jejich ochotu a přátelskou atmosféru.



# OBSAH

<b>1</b>	<b>ÚVOD</b>	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ</b>	<b>17</b>
2.1	Elektronová paramagnetická rezonance	17
2.1.1	Spin elektronu a spinový magnetický moment	17
2.1.2	Zeemanův jev	18
2.1.3	Rezonanční podmínka a g-faktor	18
2.1.4	Orientované krystaly a g-anizotropie	20
2.1.5	Modulace magnetického pole	21
2.1.6	Silné magnetické pole, nízké teploty a vysoké frekvence záření	22
2.1.7	EPR spektrometr	24
2.2	Pohony pro přesné polohování malých vzorků v kryogenních podmínkách	26
2.2.1	Piezoelektrické pohony	26
2.3	Příklady používaných mikromanipulátorů pro polohování vzorků	32
2.3.1	Dvouosý držák vzorků atto3DR	32
2.3.2	W-band Fabry-Perotův rezonátor s goniometrem pro monokrystaly	33
2.3.3	Goniometr pro ARPES spektroskopii	34
2.3.4	Držák vzorku pro studium vrstev pomocí rozptylu rentgenového záření	35
2.3.5	Goniometr pro měření krystalů v NMR spektroskopii	36
2.3.6	Aktuálně používaný rotační držák vzorků na CEITEC VUT	37
<b>3</b>	<b>SYSTÉMOVÝ ROZBOR MIKROMANIPULÁTORU</b>	<b>39</b>
3.1	Analýza problému a cíl práce	39
3.2	Požadavky kladené na navrhovaný mikromanipulátor	39
3.3	Systémový rozbor	40
<b>4</b>	<b>KONCEPČNÍ ŘEŠENÍ</b>	<b>43</b>
4.1	Varianta A	43
4.2	Varianta B	44
4.3	Varianta C	45
4.4	Multikriteriální výběr varianty řešení	46
<b>5</b>	<b>KONSTRUKČNÍ ŘEŠENÍ</b>	<b>47</b>
5.1	Saně s rotačním piezomotorem	47
5.1.1	Rotační piezoelektrický motor	50
5.2	Sloup s naklápěcím piezomotorem	51
5.2.1	Naklápěcí piezoelektrický motor	53
5.3	Vlnovod s modulační cívkou	54
5.4	Tělo držáku vzorků	55
5.5	Celková sestava držáku vzorků	57
5.6	MKP simulace teplotní roztažnosti	59
5.7	Tvorba prototypů pomocí 3D tisku	61
<b>6</b>	<b>OŽIVENÍ A OTESTOVÁNÍ DRŽÁKU VZORKŮ</b>	<b>63</b>
<b>7</b>	<b>ZÁVĚR</b>	<b>65</b>
<b>8</b>	<b>SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ</b>	<b>67</b>
<b>9</b>	<b>SEZNAM ZKRATEK, SYMBOLŮ, OBRÁZKŮ A TABULEK</b>	<b>71</b>
9.1	Seznam zkratk	71

9.2	Seznam symbolů.....	71
9.3	Seznam tabulek.....	72
9.4	Seznam obrázků.....	73
<b>10</b>	<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>75</b>

# 1 ÚVOD

Elektronová paramagnetická rezonance (EPR) je spektroskopická metoda pro studium látek s nepárovými elektrony. Má široké uplatnění při zkoumání chemických látek, jako jsou proteiny a radikály, či při vývoji nových materiálů. EPR se používá také ke studiu a vývoji tzv. jedno-molekulových magnetů (SMM), které vykazují vhodné vlastnosti pro možné použití jako qubity v kvantových počítačích.

Při zkoumání vzorků s anizotropními magnetickými vlastnostmi, které SMM vykazují, je nutné krystal před měřením v držáku vzorků vhodně ustavit a během samotného měření ve spektrometru se musí se vzorkem otáčet. Tím dostaneme pro jednotlivá natočení vzorku spektra, z jejichž souboru můžeme získat přehled o závislosti magnetických vlastností na natočení měřeného krystalu. Pokud krystal není na začátku měření před vložením do spektrometru přesně orientován vůči magnetickému poli ve spektrometru, dochází ke zkreslení naměřeného spektra. To například neodpovídá simulovaným hodnotám, které chceme měřením potvrdit, a celé měření se po novém ustavení vzorku musí opakovat. Tím se měření výrazně prodlužuje i prodražuje.

Tato diplomová práce je realizována ve spolupráci s CEITEC VUT (Středoevropský technologický institut VUT), skupinou Magneto-optické a THz spektroskopie (MOTES) a navazuje na vývoj již v této skupině používaného jednoosého rotačního držáku vzorků. Cílem této práce je vytvořit nový rotační držák vzorků s další polohovatelnou osou, která bude umožňovat úpravu orientace krystalu, aniž by se musel držák vzorků vytažovat ze spektrometru, čímž se prodlužuje doba měření. Samotné měření také nebude tolik závislé na tom, jak precizně obsluha ustaví vzorek v držáku.

První kapitola se zabývá stavem současného poznání a je rozdělena na dvě části. V první části se nachází teoretický úvod do problematiky EPR a anizotropních magnetických vlastností. Ve druhé části je rešerše pohonů používaných pro přesné polohování vzorků v kryogenních podmínkách, která se věnuje především piezomotorům. Také je uvedeno několik příkladů používaných držáků vzorků včetně již zmíněného jednoosého rotačního držáku, na který tato práce navazuje. Ve druhé kapitole jsou uvedeny požadavky na navrhovaný mikromanipulátor a proveden systémový rozbor. Další kapitola se zabývá návrhem koncepčních variant a výběrem nejvhodnější z nich. Ve čtvrté kapitole je popsáno konstrukční řešení celého navrhovaného držáku vzorků včetně tvorby prototypů a MKP simulací. Poslední kapitola se zabývá oživením a testováním navrženého mikromanipulátoru.



## 2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

### 2.1 Elektronová paramagnetická rezonance

Elektronová paramagnetická rezonance (EPR), nazývána také elektronová spinová rezonance (ESR), je spektroskopická metoda používána pro přímé zkoumání látek s nepárovými elektrony. Metoda je založena na měření energetických rozdílů mezi stavy částic při absorbování elektromagnetického záření měřeným vzorkem, který je umístěn v magnetickém poli. [1; 2]

EPR spektroskopie má široký rozsah uplatnění v různých vědeckých disciplínách. Ve fyzice a chemii je EPR používána např. pro určování chemické struktury a magnetických vlastností molekul. V biologii se využívá při zkoumání struktury a stanovování vzdálenosti mezi atomy v molekulách a proteinech. [3]

#### 2.1.1 Spin elektronu a spinový magnetický moment

Elektrony jsou kromě své hmotnosti  $m_e$  a elektrického náboje  $e$  charakterizovány také spinovým momentem hybnosti (zjednodušeně spin elektronu) s označením  $\vec{S}$  a s ním spojeným spinovým magnetickým dipólovým momentem  $\vec{\mu}_s$ . Vektory  $\vec{S}$  a  $\vec{\mu}_s$  jsou rovnoběžné, ale mají opačný směr. Souvislost mezi momenty  $\vec{S}$  a  $\vec{\mu}_s$  je dána vztahem:

$$\vec{\mu}_s = -\frac{e}{m_e} \cdot \vec{S} \quad (1)$$

kde  $e$  je elementární náboj ( $1,60 \cdot 10^{-19} \text{ C}$ ) a  $m_e$  je hmotnost elektronu ( $9,11 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ ).

Protože celkový spin nelze měřit a měřitelná je jen jeho složka ve zvoleném směru, která může nabývat pouze diskretních hodnot (je kvantována), převádíme rovnici na tvar pracující pouze s průmětem spinu do osy Z. Složka spinu v ose Z může nabývat jen dvou hodnot daných vztahem:

$$S_Z = M_S \hbar \quad (2)$$

zde je  $M_S$  kvantové spinové magnetické číslo nabývající hodnot  $-1/2$  a  $+1/2$  a  $\hbar$  vyjadřuje redukovanou Planckovu konstantu,  $\hbar = h/2\pi = 1,05 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ , která má význam elementárního kvanta projekce momentu hybnosti částice do některé ze souřadnicových os. Rovnici 1 poté můžeme přepsat do tvarů:

$$\mu_{sZ} = -2 \frac{e\hbar}{2m_e} M_S \quad (3)$$

$$\mu_{sZ} = -2\mu_B M_S \quad (4)$$

zlomek na pravé straně rovnice 3 nazýváme Bohrov magneton  $\mu_B = e\hbar/2m_e = 9,274 \cdot 10^{-24} \text{ J} \cdot \text{T}^{-1}$  a pomocí něj se vyjadřují magnetické momenty elementárních částic.

Kvantová elektrodynamika dále, i na základě experimentů, ukazuje, že hodnota  $\mu_{sZ}$  je ve skutečnosti větší než samotný Bohrov magneton  $\mu_B$  a místo faktoru 2 v rovnici 4 se používá hodnota  $g$  nazývaná jako Landeho faktor nebo také g-faktor. U různých látek se g-faktor liší a je jedinečný pro konkrétní látku, podobně jako otisk prstu. U volného elektronu platí

$g_e = 2,002319304$ . Rovnice pro získání složky spinového magnetického dipólového momentu tak získává tvar: [1; 2; 4; 5]

$$\mu_{sZ} = -g\mu_B M_s \quad (5)$$

### 2.1.2 Zeemanův jev

Elektrony se díky svému magnetickému momentu souvisejícímu se spinem chovají jako malé, téměř bezrozměrné tyčové magnety. Při interakci elektronu s vnějším magnetickým polem dochází k energetickému rozdělení mezi spinové stavy  $\alpha$  a  $\beta$ . Tento jev se nazývá Zeemanův jev a je základním principem fungování EPR spektroskopie.

Pokud nepůsobí žádné vnější magnetické pole, je elektron v jednom degenerovaném energetickém stavu a obě hodnoty spinu mají stejnou energetickou hladinu. Ve vnějším magnetickém poli  $\vec{B}$  nastane rozdělení na dvě energetické hladiny. Nejnižší energetický stav bude mít nepárový elektron, pokud je jeho magnetický moment ve stejném směru jako vektor vnějšího magnetického pole. Nejvyšší energetický stav nastane při orientaci elektronu v opačném směru. Velikost potenciální energie spinového magnetického momentu je dána rovnicí:

$$E_{\alpha\beta} = -\vec{\mu}_s \cdot \vec{B} = g\mu_B \vec{S}\vec{B} \quad (6)$$

Pro zjednodušení zarovnáme směr magnetického pole  $\vec{B}$  s osou Z zvoleného souřadného systému spinu. Když složka spinu ve směru osy Z nabývá hodnot  $\pm 1/2$ , bude i energie elektronu ve vnějším magnetickém poli nabývat pouze dvou hodnot:

$$E_{\alpha\beta} = gM_s\mu_B B_0 = \pm \frac{1}{2}g\mu_B B_0 \quad (7)$$

kde kladné znaménko je pro stav  $\alpha$ , záporné odpovídá stavu  $\beta$  a  $B_0$  je velikost magnetické indukce. [1; 2]

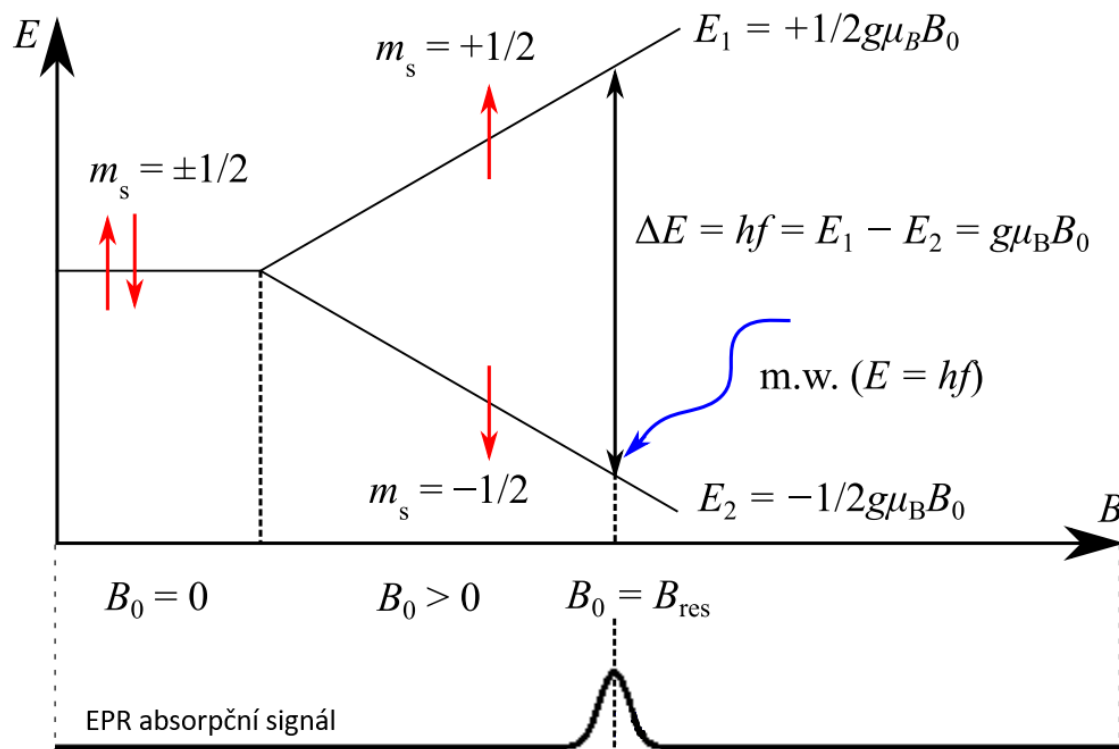
### 2.1.3 Rezonanční podmínka a g-faktor

Elektronový spin ve stavu s nižší energií  $\beta$  může absorbovat kvantum energie elektromagnetického záření, které odpovídá velikosti energetického rozdílu mezi stavy  $\alpha$  a  $\beta$ . Aby spin elektronu absorboval kvantum energie záření, musí být kmitající magnetické pole vysílaného elektromagnetického záření  $B_1$  kolmé na statické magnetické pole  $B_0$ . To znamená, že záření musí být polarizováno kolmo na  $B_0$ , tedy v rovině XY. Spin ve stavu  $\alpha$  už nemůže absorbovat další energii, protože neexistují žádné stavy s vyšší energií.

Pro získání absorpčního signálu během EPR měření je nutné dosáhnout rezonanční podmínky, která nastává právě tehdy, když se absorbované kvantum energie záření rovná energetickému rozdílu stavů  $\alpha$  a  $\beta$  znázorněným na obrázku 1 a vyjádřeným v rovnici:

$$\Delta E = hf = E_\alpha - E_\beta = g\mu_B B_0 \quad (8)$$

Zde je  $h$  Planckova konstanta s hodnotou  $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}^2$  a  $f$  [Hz] je frekvence elektromagnetického záření. [1; 2]



Obr. 1) Zeemanův jev a absorbovaný EPR signál [6]

Rezonanční magnetické pole není jedinečným identifikátorem zkoumaného vzorku, protože absorpční signály lze získat při různých frekvencích. Cílem při EPR měření je určit hodnotu g-faktoru, která je nezávislá na velikosti frekvence záření, a jak již bylo zmíněno výše, je tato hodnota něco jako otisk prstu pro jednotlivé látky. Velikost g-faktoru je ovlivněna různými parametry, které jsou dané molekule vlastní (vzdálenost jader, různé typy vazeb, pozice v prostoru, atd.). Hodnotu g-faktoru získáme vyjádřením rovnice 8 do vztahu:

$$g = \frac{hf}{\mu_B B_0} \quad (9)$$

Z rovnice vyplývá, že pro docílení absorpce při měření jsou dvě možnosti. Lze použít metodu s konstantním magnetickým polem  $B_0$  a měnit frekvenci elektromagnetického záření nebo, a tato metoda se používá primárně, je konstantní frekvence záření a postupně se mění velikost magnetického pole. [1]

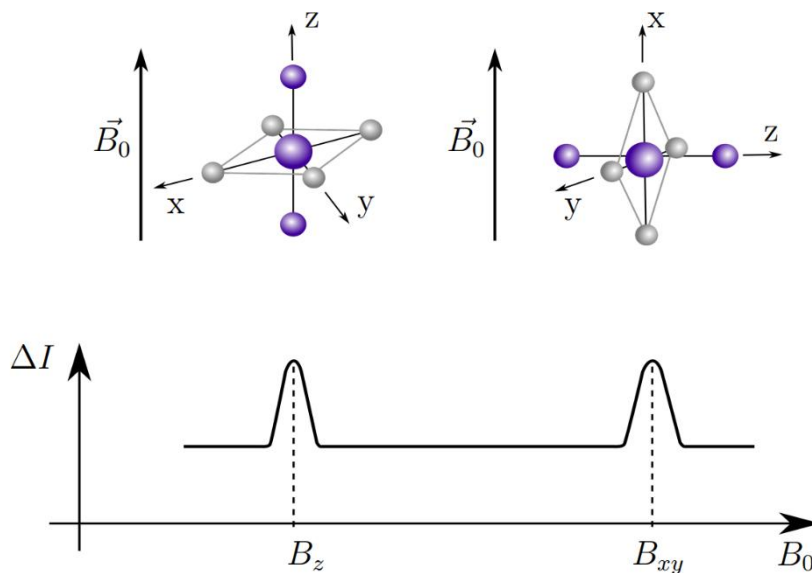
### 2.1.4 Orientované krystaly a g-anizotropie

Ve výše uvedeném EPR experimentu byla uvažována pouze jedna molekula s nepárovým elektronem s jednou orientací ve vnějším magnetickém poli. Rozdíl naměřeného g-faktoru a hodnoty pro volný elektron vzniká z důvodu spin-orbitální vazby mezi základním a excitovaným stavem. Protože jsou orbitály v molekule prostorově orientovány, je tato odchylka závislá na směru.

Tato anizotropie se nejvíce projevuje u monokrystalů, kde si jednotlivé paramagnetické molekuly pevně drží svou orientaci. Kvůli této anizotropii se při rotaci krystalu ve spektrometru mění jeho g-faktor. Paramagnetické molekuly mají definován hlavní souřadný systém. G-faktory měřené v osách tohoto souřadného systému se nazývají hlavní g-faktory a dle náležitých os jsou označovány  $g_X$ ,  $g_Y$  a  $g_Z$ .

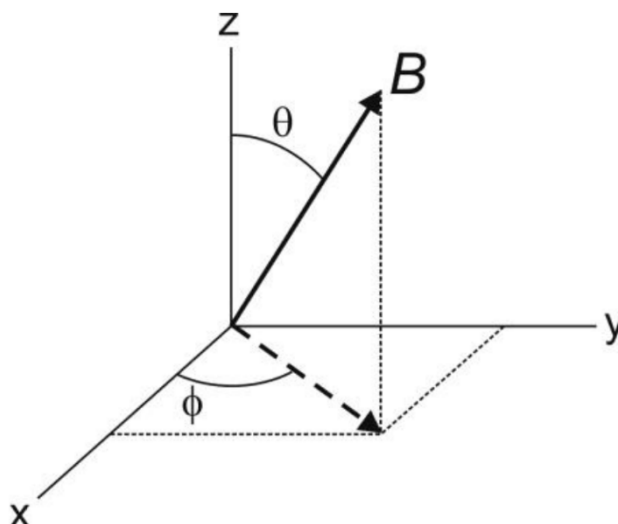
Pokud elektrony molekuly mají stejné interakce ve všech směrech, orbitální moment i celkový magnetický moment je ve všech směrech stejný. U takovéto molekuly nezáleží na orientaci vůči vnějšímu magnetickému poli (její magnetické vlastnosti jsou izotropní). Je pouze jedna hodnota g-faktoru ( $g_X = g_Y = g_Z$ ) a ve spektru se ukáže pouze jedna absorpční čára.

Na obrázku 2 je příklad molekuly s axiální symetrií, která má v ose Z dva stejné ligandy a ve směru os X a Y čtyři jiné, ale vzájemně stejné ligandy ( $g_X = g_Y \neq g_Z$ ). Při zarovnání osy Z s vnějším magnetickým polem  $B_0$  bude energetický rozdíl mezi hladinami  $2\mu_Z B_0$ . K dosažení rezonance stačí menší hodnota  $B_Z$ , jelikož je velké  $\mu_Z$ . Pokud zarovnáme nějaký směr v rovině XY s vnějším polem, bude energetický rozdíl  $2\mu_{XY} B_0$  a velikost potřebného magnetického pole pro rezonanci se zvětší, protože  $\mu_{XY}$  je menší. Třetí skupinu tvoří molekuly, které mají všechny hlavní g-faktory odlišné ( $g_X \neq g_Y \neq g_Z$ ). Tato třída je nazývána rombická. [1]



Obr. 2) Anizotropní molekula s axiální symetrií [9]

Popis úhlové závislosti hodnoty g-faktoru se provádí pomocí dvou polárních úhlů určujících orientaci vektoru vnějšího magnetického pole vůči hlavním souřadným osám. Úhel  $\theta$  je úhel mezi vektorem  $\vec{B}$  a osou molekuly Z.  $\Phi$  je úhel mezi průmětem vektoru  $\vec{B}$  do roviny XY s osou X. To je graficky znázorněno na obrázku 3.



Obr. 3) Znázornění úhlové závislosti natočení vektoru magnetického pole [1]

Tuto závislost g-faktoru na obou úhlech lze popsat pomocí rovnice:

$$g(\theta, \Phi) = \sqrt{g_X^2 \sin^2 \theta \cos^2 \Phi + g_Y^2 \sin^2 \theta \sin^2 \Phi + g_Z^2 \cos^2 \theta} \quad (10)$$

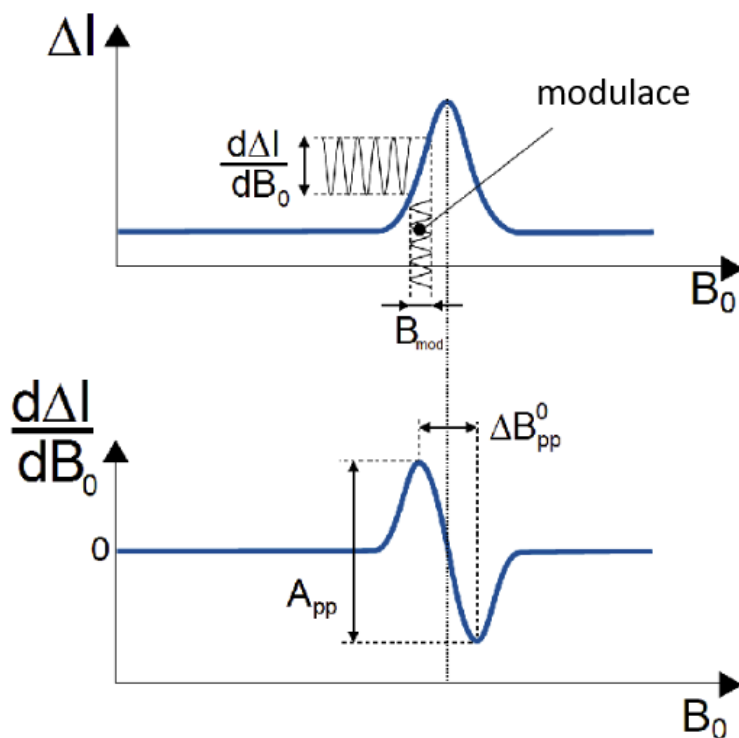
Rovnici 10 můžeme zjednodušit, pokud budeme uvažovat axiální symetrii molekuly, kdy  $g_X = g_Y = g_{\perp}$  a  $g_Z = g_{\parallel}$ . V tomto případě již nezáleží na úhlu  $\Phi$  a rovnice se upraví do tvaru: [1]

$$g_{ax}(\theta) = \sqrt{g_{XY}^2 \sin^2 \theta + g_Z^2 \cos^2 \theta} \quad (11)$$

### 2.1.5 Modulační magnetického pole

Modulace magnetického pole se v EPR spektrometru používá ke zvýšení citlivosti, zvýšení kvality signálu a snížení vlivu šumu. Modulační cívka vytváří souběžně s hlavním magnetickým polem EPR magnetu střídavé modulační pole s malou amplitudou (0,1–20 G) a frekvencí obvykle v rozsahu 1–100 kHz. Absorbovaný signál je během měření modulován frekvencí modulační cívky. Signál je dále zpracován pomocí lock-in zesilovače, kde je signál z detektoru smíchan s referenčním signálem o stejné frekvenci a fázi jako modulační pole. Po zpracování se výsledný signál jeví jako první derivace absorpčního signálu (tj. změna amplitudy signálu dělená změnou magnetického pole), viz obrázek 4. To zdůrazňuje jemné změny spektra, takže dostáváme signál s lepším rozlišením a snazší detekcí dělení čar. Velikost

amplitudy a frekvence modulace je také nutné pečlivě volit, protože při špatně zvolených hodnotách může docházet ke zkreslení tvaru spektra, snížení rozlišení či potlačování úzkých signálových složek ve prospěch širších. [5; 7]



Obr. 4) Absorpční EPR signál a jeho první derivace [22]

### 2.1.6 Silné magnetické pole, nízké teploty a vysoké frekvence záření

Vzorky pro spektroskopická měření obsahují velké množství elektronových spinů, které se ještě vzájemně ovlivňují, interagují se svým okolím a jsou vázány v atomových či molekulárních systémech. Spiny jsou v měřeném souboru statisticky rozděleny dle energetických stavů  $\alpha$  a  $\beta$ .

Pokud není přítomno žádné vnější magnetické pole  $B_0$ , jsou spiny, jak již bylo uvedeno v předchozích kapitolách, v degenerovaném stavu a polovina spinů je ve stavu  $\alpha$  a druhá ve stavu  $\beta$ . Celkový magnetický moment hybnosti tohoto souboru je nulový a při měření nelze pozorovat žádný absorpční signál. Při přítomnosti magnetického pole dochází k energetickému oddělení těchto dvou spinových stavů. Počet spinů ve stavu  $\beta$  je vyšší než počet spinů ve stavu  $\alpha$ , jejich poměr závisí na velikosti energetického rozdílu mezi stavy i na teplotě vzorku a je dán Boltzmannovým rozdělením:

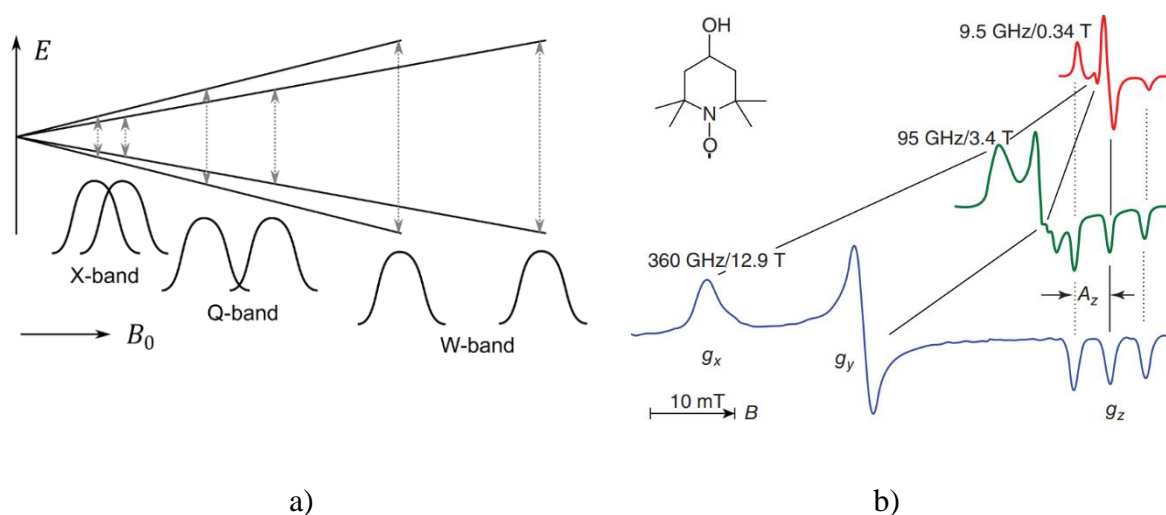
$$\frac{N_\alpha}{N_\beta} = e^{-\frac{E_\alpha - E_\beta}{k_B T}} = e^{-\frac{hf}{k_B T}} = e^{-\frac{g\mu_B B_0}{k_B T}} \quad (12)$$

kde  $N_\alpha$  je počet spinů s vyšší energetickou hladinou a  $N_\beta$  počet spinů s nižší energetickou hladinou,  $k_B$  je Boltzmanova konstanta o hodnotě  $k_B = 1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$  a  $T [K]$  je termodynamická teplota měřeného vzorku.

Pro získání lepších výsledků je při měření snahou dosažení vyšších energetických rozdílů mezi hladinami (tj. použití vyšších frekvencí záření a s tím souvisejících i silnějších magnetických polí) a nižších teplot vzorků. Díky tomu je také možné lépe rozlišit signály v EPR spektru, které obsahují více složek s odlišnými g-faktory nebo vykazují jevy jako zero-field splitting či hyperfine splitting. Porovnání použití různých teplot a různých frekvencí elektromagnetického záření a jejich vliv na výsledné rozlišení měřeného spektra můžeme vidět v tabulce 1 a v obrázku 5. [2; 8]

Tab 1) Vliv na poměr počtu spinů v energetických hladinách  $\alpha$  a  $\beta$  [8]

Mikrovlnné pásmo	Frekvence [GHz]	Magnetické pole $B_{res}$ pro g-faktor = 2 [T]	$N_\alpha/N_\beta$ při $T = 293,15 K$	$N_\alpha/N_\beta$ při $T = 1,8 K$
X-Band	10	0,357	998/1000	766/1000
Q-Band	40	1,427	993/1000	344/1000
W-Band	90	3,211	985/1000	91/1000
Y-Band	420	14,986	933/1000	14/100000

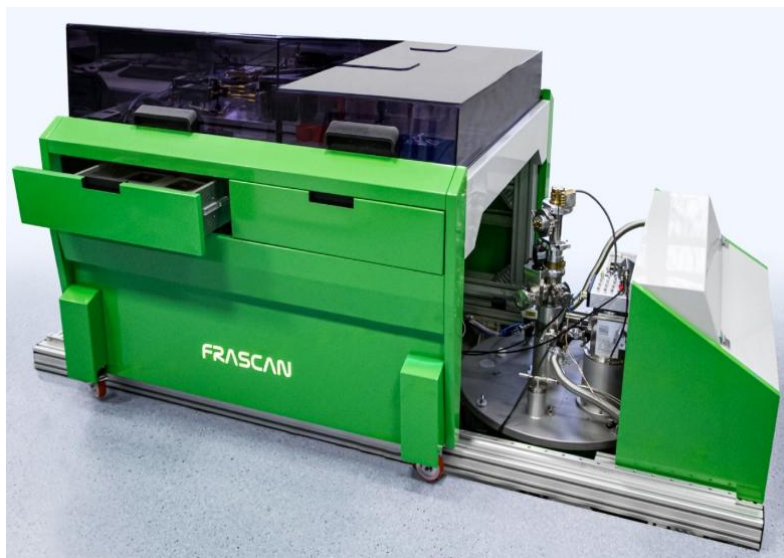


Obr. 5) a) Změna rozlišení při různé velikosti frekvence záření [8]

b) Vliv parametrů měření na výsledné EPR spektrum u vzorku TEMPO [5]

### 2.1.7 EPR spektrometr

Pro měření EPR spekter na CEITEC VUT ve skupině Magneto-optické a THz spektroskopie (MOTES) je používán HF-EPR spektrometr FRASCAN, viz obrázek 6, jenž byl touto skupinou také vyvinut. Spektrometr umožňuje metody měření s konstantní frekvencí elektromagnetického záření i s konstantní velikostí magnetického pole. Tento širokopásmový spektrometr umožňuje měření v rozsahu frekvencí 80 až 1100 GHz, v magnetickém poli o velikosti až 16 T a v teplotním rozsahu 1,8 až 320 K.

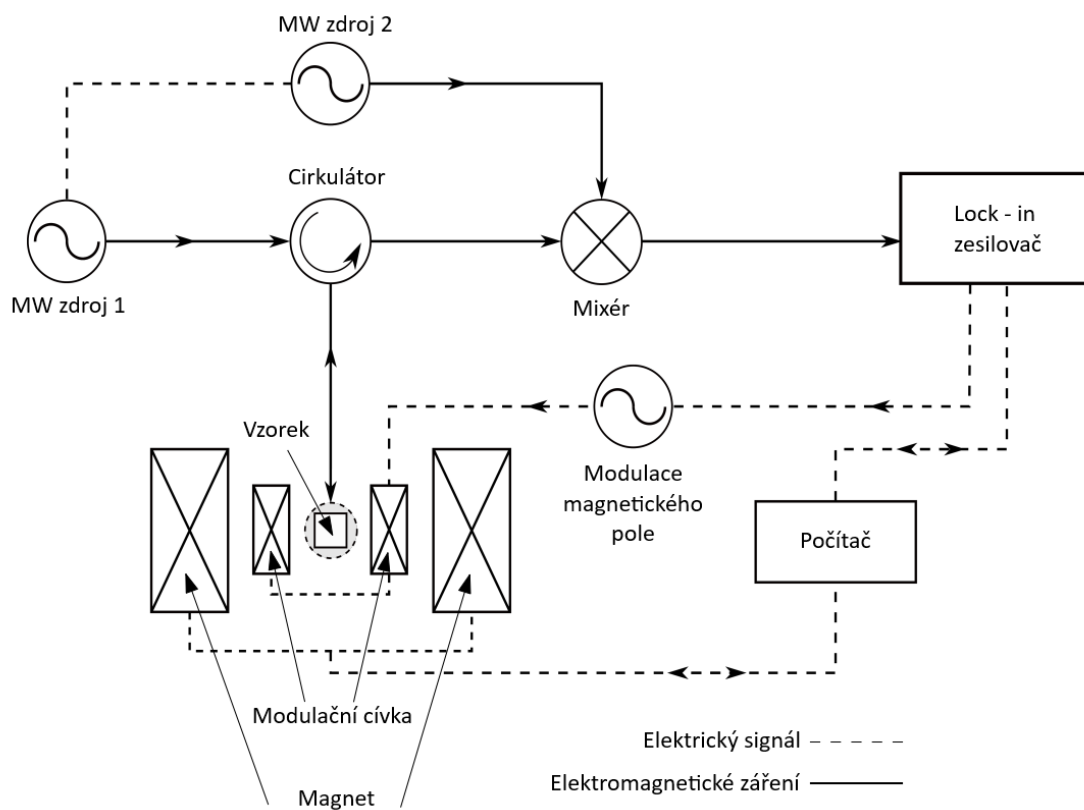


Obr. 6) HF-EPR spektrometr FRASCAN na CEITEC VUT [24]

Tento spektrometr pro získání EPR spektra využívá tzv. heterodynní detekci, která pracuje se dvěma zdroji mikrovlnného záření. Zpracování a rozvod elektromagnetického záření zabezpečuje kvazi-optický systém spektrometru. Z hlavního zdroje je záření vedeno přes cirkulátor. Ten zajišťuje, že záření vždy vystupuje portem, který sousedí s portem, jímž záření vstupuje. Tím chrání citlivý mikrovlnný zdroj před zpětně odraženým zářením, které by ho mohlo poškodit.

Mikrovlnné záření prochází vzorkem dvakrát (přímý a od zrcadla odražený paprsek). To zlepšuje EPR signál. Aby veškerý mikrovlnný výkon interagoval se vzorkem, je nutné přesné zarovnání držáku vzorků s připojeným vlnovodem. Vzorek je umístěn ve středu magnetického pole hlavního magnetu spektrometru a modulační cívky, která zajišťuje zlepšení poměru signálu a šumu.

Odražené záření putuje zpět do cirkulátoru, odkud jde do mixéru, kde se signál smíchá s referenčním zářením vysílaným z druhého zdroje. Po smísení signál obsahuje nízkofrekvenční a vysokofrekvenční složku. Vysokofrekvenční složka je odstraněna filtrem typu dolní propust a zbylý nízkofrekvenční signál nese požadované informace EPR spektra měřeného vzorku. Schématické znázornění spektrometru můžeme vidět na obrázku 7. [3; 9]



Obr. 7) Schéma EPR spektroskopu s heterodynní detekcí [9]

## 2.2 Pohony pro přesné polohování malých vzorků v kryogenních podmínkách

Přesné polohování malých vzorků je důležitou podmínkou v různých odvětvích, jako je elektronová mikroskopie, spektroskopie či kvantové technologie. V mnoha aplikacích je nutné vzorek dostatečně přesně polohovat ve velmi nízkých teplotách, kde většinou nelze použít běžně využívaných pohonů z důvodu změn materiálových vlastností, velkým teplotním dilatacím či omezené možnosti mazání. Pohony musí být nejen dostatečně přesné ve velkém rozsahu teplot, ale i dostatečně odolné a dlouhodobě spolehlivé.

Pro přesné polohování v podmínkách nízkých teplot jsou nejčastěji využívány tyto typy pohonů:

- piezoelektrické pohony
- magnetické aktuátory (pracující nejčastěji na bázi magnetostrikce)
- elektromotory upravené pro práci v kryogenních prostředích
- elektromotory umístěné vně kryogenního prostředí, jejichž točivý moment je přenášen pomocí mechanického převodu

Tato kapitola se zabývá primárně piezoelektrickými pohony, které jsou pro uvažovanou aplikaci mikromanipulátoru v kryogenních podmínkách, silných magnetických polích a vakuu nejvýhodnější.

### 2.2.1 Piezoelektrické pohony

Piezoelektrický motor, také nazývaný jako piezomotor, využívá pro svou funkci zpětného piezoelektrického jevu. Vlivem působením elektrického pole na některé krystaly či keramické materiály dosáhneme jejich mechanické deformace. Velikost této deformace se obvykle pohybuje kolem 0,1 % celkového rozměru materiálu. Pro možnost praktického využití je nutné buď deformaci piezoelektrického materiálu mechanicky zesílit, nebo požadovaný pohyb složit z několika menších kroků, které piezoelektrický materiál umožňuje.

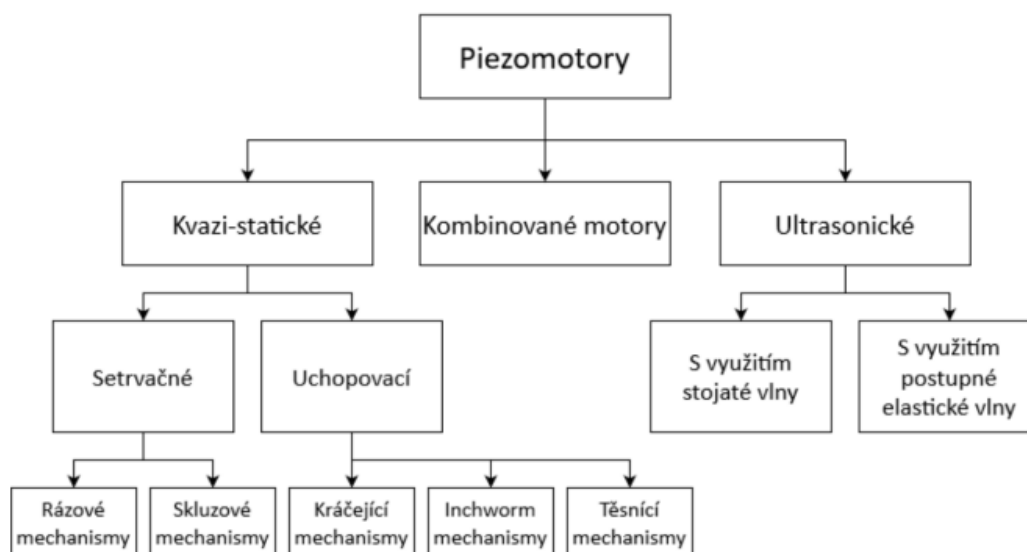
Díky takto malým pohybům lze dosáhnout vysoké přesnosti polohování, řádově v nanometrech. Piezokrystaly mají také velmi rychlou odezvu, což umožňuje provádět jednotlivé kroky pohybu na vysokých frekvencích až v řádu jednotek MHz. Obecně ale většina piezomotorů dosahuje nízkých rychlostí.

Mezi výhody piezoelektrických motorů patří kromě vysoké přesnosti polohování také dobrá stabilita polohy bez napájení, vysoký poměr mechanického výkonu ku hmotnosti motoru, možnost výroby v různých tvarech a velmi malých velikostech a schopnost práce v silných magnetických polích, vakuu a kryogenních podmínkách.

Do nevýhod můžeme zařadit nutnost napájení vysokofrekvenčním proudem, nižší životnost díky opotřebení třením, s narůstající rychlostí také klesá využitelná silová či momentová zátěž motoru.

Přes několik nevýhod nacházejí piezoelektrické motory uplatnění v různých aplikacích vyžadujících přesné řízení pohybu, jako je např. mikroskopie. Běžně se také používají v objektivěch fotoaparátů. [10; 11; 12]

Piezelektrické motory lze rozdělit dle jejich pohybu na lineární a rotační a podle jejich provozní frekvence na ultrazvukové (rezonanční), kvazi-statické (nerezonanční) a kombinované, viz obrázek 8.



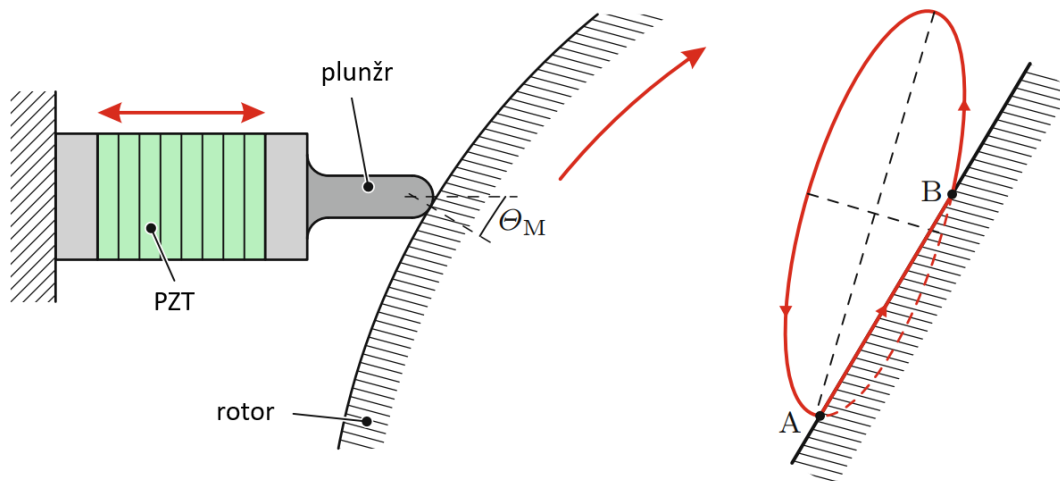
Obr. 8) Rozdělení piezomotorů [12]

### **Ultrazvukové (rotační) piezomotory**

Ultrazvukové piezomotory jsou složeny ze statoru a rotoru. Jsou poháněny ultrazvukovou vibrací elementů statoru, které pomocí tření pohybují s rotorem. Největším rozdílem vůči nerezonančním typům piezomotorů je využití rezonance pro zesílení vibrací elementů ve statoru. K řízení tření na rozhraní stator-rotor se využívají dva mechanismy: vibrace stojaté vlny a vibrace postupné elastické vlny. [12]

### **Piezomotory s využitím stojaté vlny**

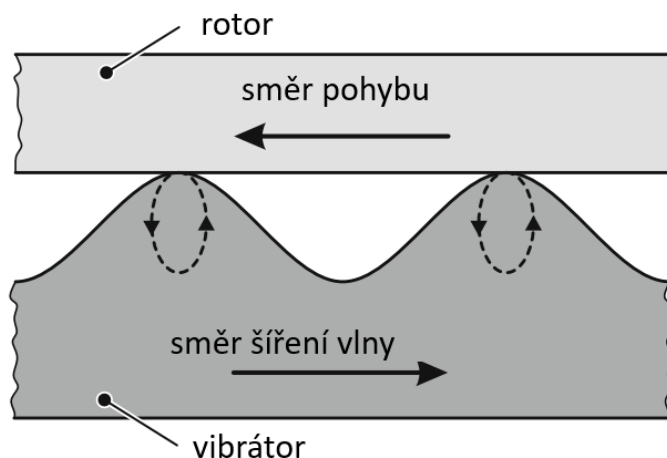
Rotační piezomotory využívající stojaté vlny mají ve statoru pevně uchycený piezokrystal zakončený plunžrem. Plunžr je umístěn tak, aby jeho osa svírala s normálou rotoru v místě dotyku plunžru daný úhel  $\Theta$ . Toto vyosení akčního členu umožňuje otáčet s rotorem v jednom směru. Špička plunžru koná téměř eliptický pohyb (znázorněno na obrázku 9). Pokud je v kontaktu s rotorem, odpovídá její pohyb povrchu otáčejícího se rotoru a při oddělení se plunžr vrací po eliptické dráze zpět do původní polohy. Když plunžr není s rotorem v kontaktu, otáčí se rotor vlastní setrvačností. Při použití dalšího akčního piezo členu lze dosáhnout rotačního pohybu na obě strany. [10]



Obr. 9) Princip piezomotoru s využitím stojaté vlny [10]

### Piezomotory s využitím postupné elastické vlny

Postupná vlna je ve statoru vytvářena složením dvou stojatých vln, jež jsou fázově posunuty o  $90^\circ$ . Tato elastická postupná vlna zahrnuje podélné i příčné vlnění a odpovídá povrchové (Rayleighově) vlně. Při pohybu vlny zleva doprava konají povrchové částice vibrátoru ve statoru eliptický pohyb proti směru hodinových ručiček. Rotor se pohybuje proti směru šíření vlny díky tření s vibrátorem v místech, kde postupná povrchová vlna dosahuje svého maxima (zobrazeno na obrázku 10). Tento typ piezomotorů je často využíván pro automatické ostření v objektivách fotoaparátů. [10; 12]



Obr. 10) Princip fungování piezomotoru s postupnou elastickou vlnou [10]

## Kvazi-statické (lineární) piezomotory

Kvazi-statické piezomotory jsou poháněny nižšími frekvencemi, než jsou jejich rezonanční frekvence. Tyto motory mohou pracovat ve dvou režimech polohování.

Prvním je režim dlouhého zdvihu, kdy jsou piezoelementy napájeny vyšší frekvencí a motor se pohybuje pomocí cyklického opakování malých kroků. Motor se pohybuje vyšší rychlostí, s menší přesností a teoreticky neomezeným rozsahem pohybu.

Druhý režim slouží pro jemné dosažení požadované polohy. V tomto režimu lze dosáhnout velmi vysoké přesnosti v rámci jednoho zdvihu, pokud na piezokrystaly použijeme pomalu se měnící stejnosměrné napětí.

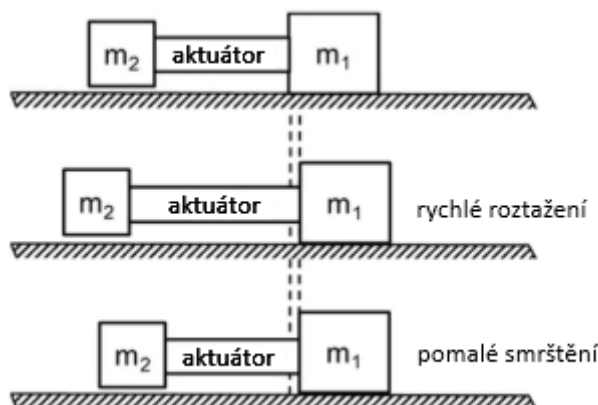
Kvazi-statické motory umožňují hrubé i jemné polohování pouze na základě změny napájení. [12]

## **Setrvačné piezomotory (slip-stick)**

Slip-stick piezomotory pracují na principu Newtonova zákona setrvačnosti. Při pohybu se využívá setrvačnosti hmoty a difference mezi statickým a dynamickým součinitelem tření. Mají jednoduchou mechanickou konstrukci, čehož se využívá pro miniaturizaci. Využívají se dva základní principy: s pevným aktuátorem a s pohyblivým (rázovým) aktuátorem. [10; 11; 12]

### Rázové piezomotory

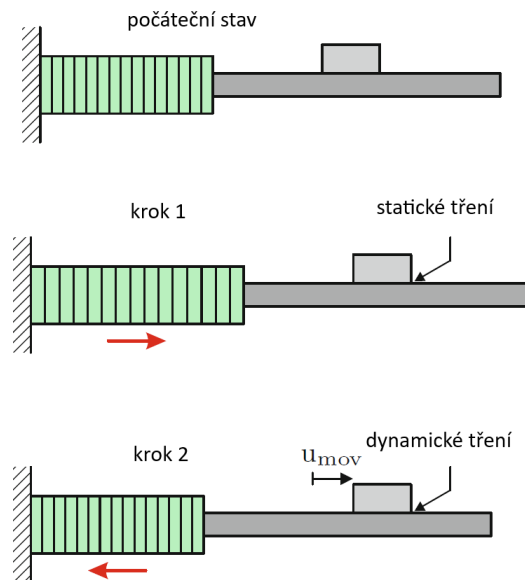
Tento mechanismus je složen z piezokrystalu, setrvačné hmoty a hlavního tělesa. Hlavní těleso se dotýká plochy, po které se pohybuje, ale setrvačná hmota a piezoaktuátor s ní v kontaktu nejsou, viz obrázek 11. Během pomalého rozpínání piezokrystalu se pohybuje pouze závaží a hlavní těleso je třením udržováno na svém místě. Po pomalém roztahování piezoaktuátoru následuje jeho prudké smrštění (pro pohyb druhým směrem obráceně), čímž se překoná třecí síla mezi hlavním tělesem a vodící plochou a dojde k pohybu hlavního tělesa. [12]



Obr. 11) Rázový piezomotor [25]

## Skluzové piezomotory

Tento typ motoru funguje na podobném principu jako rázový motor, ale zde je jeden konec piezoaktuátoru pevně uchycen a na druhém jeho konci se nachází třecí element, na němž je umístěno přesouvané těleso (lze vidět na obrázku 12). Těleso je opět přesouváno kombinací pomalých a rychlých pohybů aktuátoru. [12]



Obr. 12) Skluzový piezomotor [10]

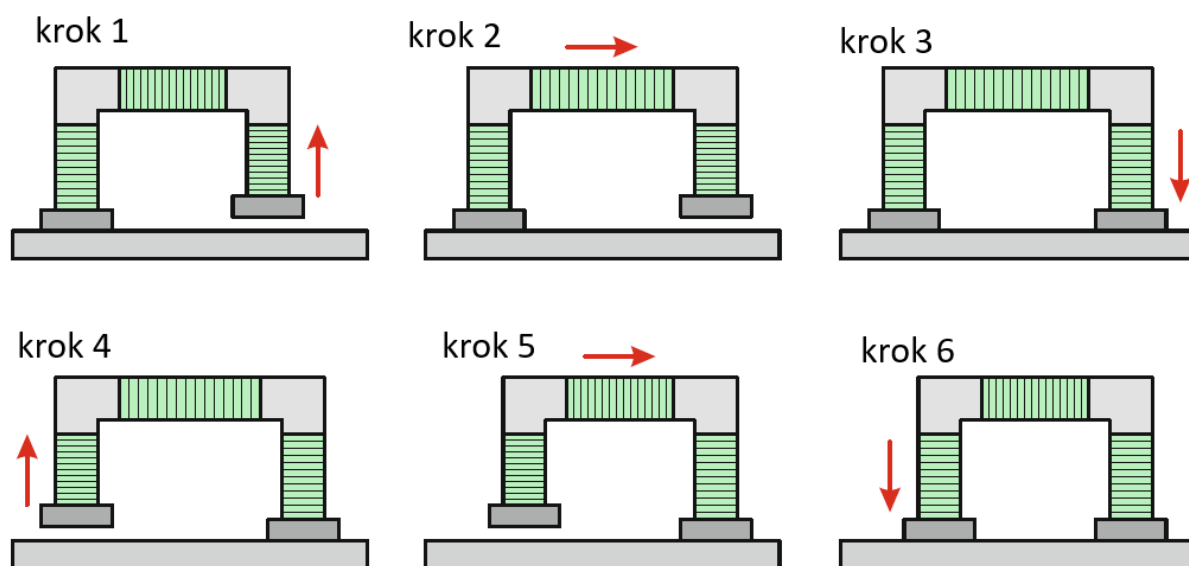
## Upínací piezomotory

U piezomotorů využívajících upínání ke své funkci se pohyblivý člen postupně posunuje díky dvěma sadám upínacích a hnacích elementů. Jsou založeny na krokovém režimu. Když je jedna sada upnuta k pohyblivému členu a pohybuje jím požadovaným směrem, druhá sada je ve volném stavu a pohybuje se v opačném směru. Při vyčerpání rozsahu pohybu sady pohybující s pohyblivým členem si sady funkce vymění a postupně se v pohybu střídají. Těchto upínacích piezomotorů dle konstrukce rozlišujeme několik druhů. [12]

## Inchworm piezomotory

Pohyb těchto piezomotorů je podobný pohybu housenky. Mechanismus je složen ze tří akčních členů. Dva piezoaktuátory slouží pro upínání a třetí aktuátor je používán pro posouvání. Posunutí o jeden krok do strany se skládá ze sekvence šesti pohybů: 1) uvolnění prvního upínacího aktuátoru, 2) pohyb dopředu roztažením posuvného aktuátoru, 3) sevření prvního aktuátoru, 4) uvolnění druhého upínacího aktuátoru, 5) smrštění posuvného aktuátoru a 6) sevření druhého aktuátoru, dále se sekvence opakuje. Pohybová sekvence je ilustrována na obrázku 13.

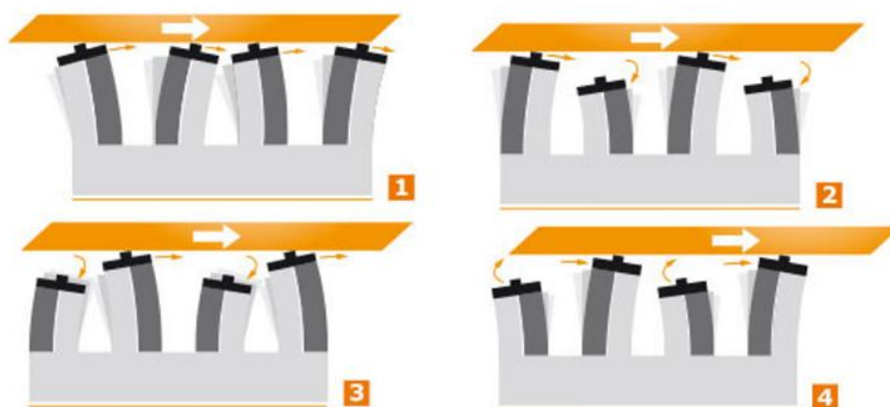
Tyto motory nabízejí vysokou přesnost polohování, vysokou tuhost a teoreticky libovolně dlouhý rozsah pohybu. Kvůli složité pohybové sekvenci se výrazně snižuje dosažitelná rychlost posuvu. [10; 12]



Obr. 13) Sekvence pohybu inchworm piezomotoru [10]

#### Kráčející piezomotory

Tento typ upínacích piezomotorů připomíná svým pohybem chůzi, viz obrázek 14. Jsou navrženy pro polohování s větším rozsahem a umožňují dosažení vyšších rychlostí pohybu. Krokové piezomotory jsou založeny na piezoelektrických bimorfních aktuátorech nebo na kombinacích podélných a smykových piezokrystalů. Piezo-keramické bimorfnní aktuátory jsou v motoru umístěny jako jednostranně vetknuté nosníky a využívají piezoelektrický element ke své deformaci. Při deformaci vzniká mezi jednotlivými aktuátory a posouvanou částí třecí síla, která uvádí posuvný díl do pohybu. [10; 12]



Obr. 14) Princip funkce kráčejícího piezomotoru [23]

## 2.3 Příklady používaných mikromanipulátorů pro polohování vzorků

### 2.3.1 Dvouosý držák vzorků atto3DR

Firma attocube systems GmbH se specializuje na produkty pro výzkum i průmyslové aplikace v oblasti nanotechnologií. Její portfolio zahrnuje kromě velmi přesných snímačů posunutí, mikroskopických a kryostatových systémů také piezoelektrické nanopohony. Dodává samostatné piezomotory i již sestavený dvouosý modul z dvou rotačních motorů s názvem atto3DR (na obrázku 15). Modul je určen především pro úhlově závislá měření magnetorezistence. Umožňuje otáčet se vzorkem ve dvou osách v centru magnetického pole. Modul je dodáván a zapojen s nosičem čipů LCCC s 20 piny, který zajišťuje jednoduchou výměnu vzorků. [13; 14]

Tab 2) Vlastnosti dvouosého držáku vzorků atto3DR [13]

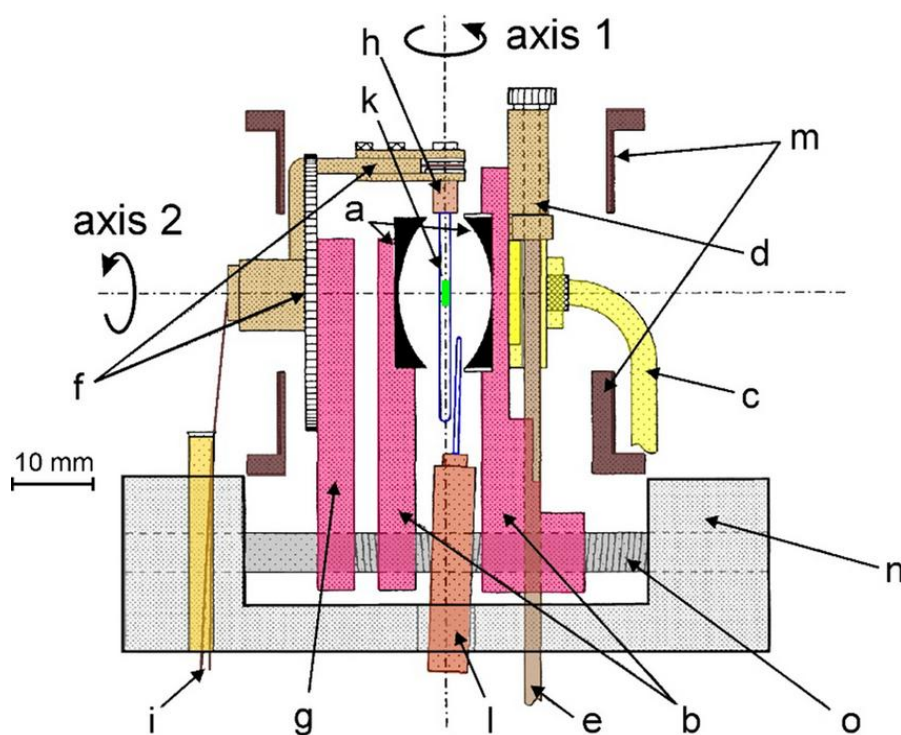
Rozsah magnetického pole	0 - 15 T
Teplotní rozsah	1,5 - 300 K
Průměr otvoru kryostatu/vývrt magnetu	2''
Velikost kroku	cca 1 m° při 300 K, 0,5 m° při 4 K
Jemný rozsah skenování	40 m° při 300 K, 6 m° při 4 K
Rozlišení snímače	cca 6 m°
Opakovatelnost	cca 50 m°



Obr. 15) Dvouosý držák vzorků atto3DR [14]

### 2.3.2 W-band Fabry-Perotův rezonátor s goniometrem pro monokrystaly

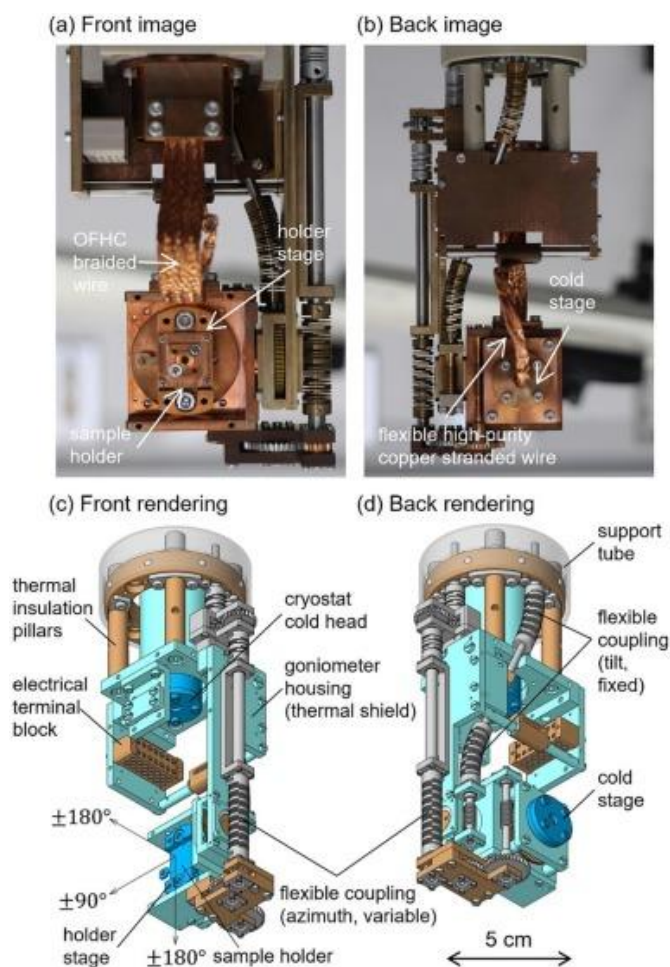
Pro EPR měření krystalů byl také používán upravený Fabry-Perotův rezonátor s vloženým zařízením umožňujícím orientaci vzorků vůči magnetickému poli, viz obrázek 16. Goniometr v rezonátoru umožňuje otáčet se vzorkem kolem tří vzájemně kolmých os. Kolem osy rezonátoru lze otáčet pomocí ozubeného převodu v rozsahu  $240^\circ$ , kolem dalších dvou os je možné vzorkem otáčet o celých  $360^\circ$  a ve všech osách je přesnost orientace vzorku lepší než  $0,5^\circ$ . Vzorek krystalu je umístěn v křemenné kapiláře v otočném držáku uprostřed zrcadel rezonátoru, jejichž vzdálenost je nastavitelná z důvodu možnosti sladění rezonanční frekvence s mikrovlnným zdrojem. Součástí držáku vzorků je také samostatně nastavitelná kapilára se vzorkem  $Mn^{2+}$ , jež je standard pro kalibraci magnetického pole. [15]



Obr. 16) W-band Fabry-Perotův rezonátor s goniometrem pro monokrystaly [15]

### 2.3.3 Goniometr pro ARPES spektroskopii

Pro úhlově rozlišenou fotoemisní spektroskopii (ARPES) byl vyvinut dvouosý goniometr sloužící k orientaci měřených vzorků. Goniometr umožňuje nezávislé polohování v obou rotačních osách. Náklon je realizován šnekovým převodem, jehož šnekové kolo je uloženo v keramických ložiskách zajišťujících stabilní a přesné polohování v rozsahu  $\pm 90^\circ$ . Rotaci vzorku umožňuje sestava čelních ozubených kol a šnekového soukolí, jež je schopna otáčet se vzorkem v rozsahu  $\pm 180^\circ$ . Přenos krouticího momentu k ozubeným převodům zprostředkovávají pružné spojky, které dovolují natáčení jednotlivých os (zobrazeno na obrázku 17). Přesnost polohování tohoto držáku vzorků byla zjištěna experimentálně pomocí optického laserového enkodéru. Po kompenzaci chyb byla dosažena opakovatelnost polohování  $\pm 0,007^\circ$  pro naklápěcí osu a  $\pm 0,016^\circ$  pro rotační osu. [16]



Obr. 17) Goniometr pro ARPES spektroskopii [16]

### 2.3.4 Držák vzorku pro studium vrstev pomocí rozptylu rentgenového záření

Tento držák vzorků s goniometrem (na obrázku 18) byl vyvinut pro studium drsnosti povrchu pomocí zrcadlového a difúzního rozptylu rentgenového záření pod malým úhlem dopadu. Držák vzorků byl vytvořen primárně z důvodu možnosti přesného a pohodlného zarovnání vzorku vůči rentgenovému záření bez nutnosti manipulace s celou komorou.

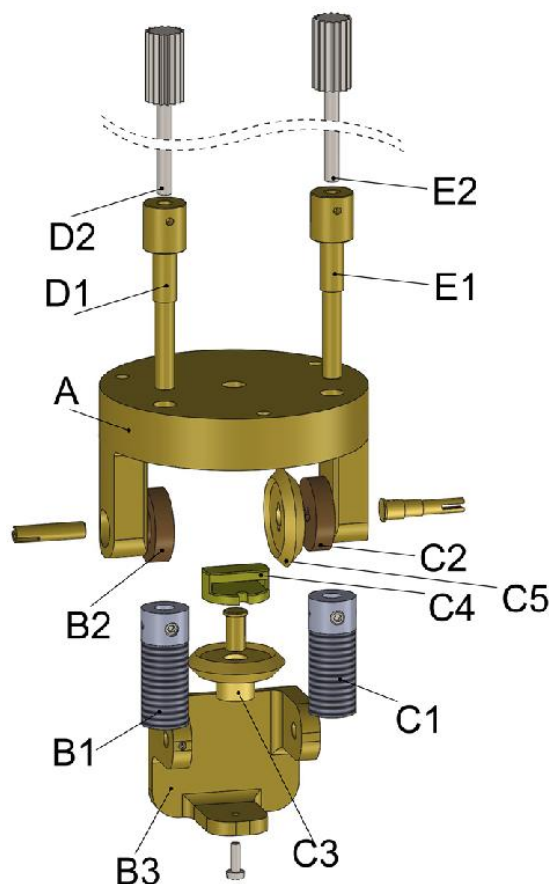
Konstrukce držáku je tvořena hliníkovou trubkou, jež je připevněna uvnitř komory na vakuové přírubě s rotačním průchodem umožňujícím otáčení vzorku v jedné ose. Naklápění vzorku v ose druhé je realizováno lineárním aktuátorem, jehož pohyb je převeden na rotační pomocí páky. Tento aktuátor je jediným pohonem umístěným uvnitř vakuové komory a provedená měření dokazují, že umožňuje naklápění vzorku s přesností lepší než  $0,001^\circ$ . Na konci naklápací páky je umístěn nosič vzorků s třemi magnetickými body, které zajišťují jednoduchou, spolehlivou a opakovatelnou výměnu. [17]



Obr. 18) Držák vzorku pro studium vrstev pomocí rozptylu rentgenového záření [17]

### 2.3.5 Goniometr pro měření krystalů v NMR spektroskopii

Uvedený dvouosý goniometr je používán pro měření anizotropních vzorků v NMR spektrometru. Díky tomu, že je většina komponent vyrobena z mosazi, je držák vzorků schopen pracovat v silném magnetickém poli a v širokém teplotním rozsahu se zachováním přesnosti lícování dílů kvůli stejné teplotní roztažnosti. Orientace vzorku je realizována pomocí šnekových převodů a převodu s kuželovými ozubenými koly, viz obrázek 19. Pro naklápění vzorku v jedné ose je třeba otáčet oběma šneky ve stejném směru. Rotace vzorku v ose druhé je prováděna otáčením pouze pravého šneku (na obrázku X), který je v soukolí se šnekovým kolem, jenž je dále spojeno s kuželovým soukolím nesoucím samotný měřený vzorek. Naklápění kolébky goniometru je možné v rozsahu  $+90^\circ$  a rotace vzorku na kuželovém kole je omezena délkou přívodních vodičů k cívce, která na obrázku není uvedena, na  $+180^\circ$ . Šneky je otáčeno dvěma hřídelemi, jejichž konce jsou vyvedeny mimo kryostat. Požadovaná orientace vzorku má být za provozu dosahována vždy jedním směrem otáčení hřídelů kvůli vymezení vůlí v ozubených převodech. [18]



Obr. 19) Goniometr pro měření krystalů v NMR spektroskopii [18]

### 2.3.6 Aktuálně používaný rotační držák vzorků na CEITEC VUT

HF-EPR spektrometr používaný na CEITEC VUT má k dispozici několik držáků vzorků pro různá použití. Jedná se například o jednoduchý držák pro pevné vzorky nebo vzorky ve formě prášku, držák pro měření kapalných vzorků, držák pro čipy, vakuový držák pro vzorky citlivé na působení vzduchu a rotační držák.

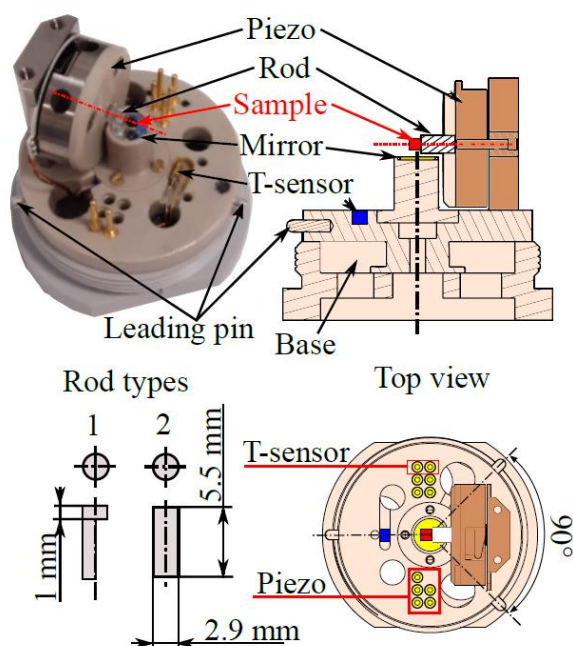
Všechny držáky vzorků mají stejné bajonetové upínání k vlnovodu a elektrickým konektorům tak, aby používání bylo uživatelsky přívětivé a při výměně držáků se zabránilo nesprávnému zapojení pinů.

Držáky vzorků musí být schopné pracovat v rozsahu teplot mezi 1,8 až 320 K s dostatečně malými teplotními dilatacemi kvůli zachování správného vedení mikrovlnného záření. Dále držáky vzorků musí být nemagnetické, protože pracují v silném magnetickém poli, a ideálně nemetalické, aby umožňovaly dostatečnou modulaci magnetického pole na vzorku a zabraňovaly vzniku vířivých proudů. Z výše popsaných důvodů je většina dílů držáků vzorků vyrobena z materiálů PEEK, který se během používání držáků osvědčil, dobře odolává teplotnímu cyklování při měření, má dobrou mechanickou stabilitu a dobrou obrobiteľnosť.

Samotný rotační držák vzorků (na obrázku 20) je navržen pro otáčení se vzorky, jako jsou monokrystaly či tenké filmy, v magnetickém poli během měření. Měření v různých úhlech natočení vzorku nám dává informace o anizotropii magnetických interakcí v paramagnetických materiálech.

Pro otáčení se vzorkem je použit piezomotor ANRv51/RES/LT od firmy Attocube systems s vestavěným odměřováním polohy. K rotoru piezomotoru je připevněna safírová tyčinka, na kterou se umísťuje měřený vzorek. Pod safírovou tyčinkou je na konci vlnovodu zrcadlo pro odrážení mikrovlnného záření.

Rotační držák vzorků je také vybaven senzorem pro měření teploty. Lze jej dále vybavit senzorem pro měření velikosti magnetického pole a topným rezistorem pro ohřev měřeného vzorku. [3; 6]



Obr. 20) Aktuálně používaný rotační držák vzorků na CEITEC VUT [6]



## 3 SYSTÉMOVÝ ROZBOR MIKROMANIPULÁTORU

### 3.1 Analýza problému a cíl práce

Tato diplomová práce je řešena ve spolupráci se skupinou Magneto-optické a THz spektroskopie na CEITEC VUT. Cílem je návrh a realizace dvouosého mikromanipulátoru pro měření vzorků na HF-EPR spektrometru. Navrhovaný dvouosý rotační držák vzorků má sloužit pro měření krystalů látek vykazujících anizotropické vlastnosti vzhledem ke směru magnetického pole a umožňovat jejich natáčení v průběhu měření.

U aktuálně používaného jednoosého otočného držáku vzorků záleží přesnost umístění a orientování vzorku na tyčince pouze na preciznosti obsluhy. Využívá se té vlastnosti krystalů, že jejich vnější tvar přímo souvisí s mikroskopickou strukturou látky a orientací molekul. Vzorek připevněný nejčastěji tukem na tyčince se pod mikroskopem zorientuje co nejpřesněji dle hran krystalu. Následně je držák vzorku s krystalem umístěn do kryostatu spektrometru a zchlazen na požadovanou teplotu pro měření. Během samotného měření se rotor se vzorkem vždy pootočí o určitý krok a v každé poloze je zaznamenáno spektrum. Z takto získaných výsledků měření po otočení vzorku dokola můžeme odvodit anizotropní magnetické chování látky.

Pokud krystal není orientován přesně, nemusí naměřené spektrum odpovídat předpokládaným (simulovaným) výsledkům. V tomto případě je držák se vzorkem přiveden zpět na pokojovou teplotu, vytažen ze spektrometru, orientace vzorku je upravena a po opětovném zchlazení se měření opakuje. Když se musí ustavení vzorku v držáku několikrát opakovat, měření se velmi prodlužuje a roste jeho cena.

### 3.2 Požadavky kladené na navrhovaný mikromanipulátor

Navrhovaný nový dvouosý držák vzorků má být schopen natáčet vzorkem velikosti krychle o hraně přibližně 2,5 mm ve dvou na sebe kolmých osách, jež jsou současně kolmé na vektor magnetického pole spektrometru. Otáčení v ose souhlasné s vektorem magnetického pole by nemělo smysl, protože by naměřená spektra při rotaci této osy byla stále stejná. Jedna osa musí umožňovat otáčení vzorku během měření o 360°, tak jako doposud, a druhá osa by měla umožňovat naklonění vzorku alespoň o několik stupňů na obě strany pro možnost orientování krystalu přímo v kryostatu spektrometru. Polohování obou os musí být dostatečně jemné.

Navrhovaný mikromanipulátor musí být dlouhodobě schopen pracovat v podmínkách, které jsou pro realizaci měření nutné. První podmínkou je schopnost práce v teplotním rozsahu 4 až 320 K. Použitý materiál by měl dlouhodobě odolávat teplotnímu cyklování, kdy se držák se vzorkem před měřením musí zchladit a po měření se znovu ohřeje na pokojovou teplotu. Teplotní dilatace musí být dostatečně malé nebo přizpůsobené tak, aby nijak neovlivňovaly měření nebo nezpůsobovaly nějaké kolize. Současně by v konstrukci manipulátoru mělo být použito co nejméně materiálu, aby se zmenšila jeho teplotní kapacita a snížila se celková doba ochlazování. Kvůli proudění helia během chlazení by konstrukce měla být dostatečně otevřená.

Další faktor ovlivňující návrh je práce v silném magnetickém poli o velikosti až 16 T a současná možnost dostatečně velké modulace tohoto magnetického pole v okolí měřeného vzorku. Z toho vyplývá, že použité materiály by měly být nemagnetické a ideálně i nemetalické, aby se omezila možnost vzniku vířivých proudů. Modulační cívka bude součástí mikromanipulátoru a její magnetické pole by v okolí vzorku mělo být homogenní. Vzorek také musí být umístěn ve vlnovodu, který zajišťuje přívod mikrovlnného záření nutného pro měření. Pod vzorkem ve vlnovodu bude umístěno zrcadlo, jež záření odráží.

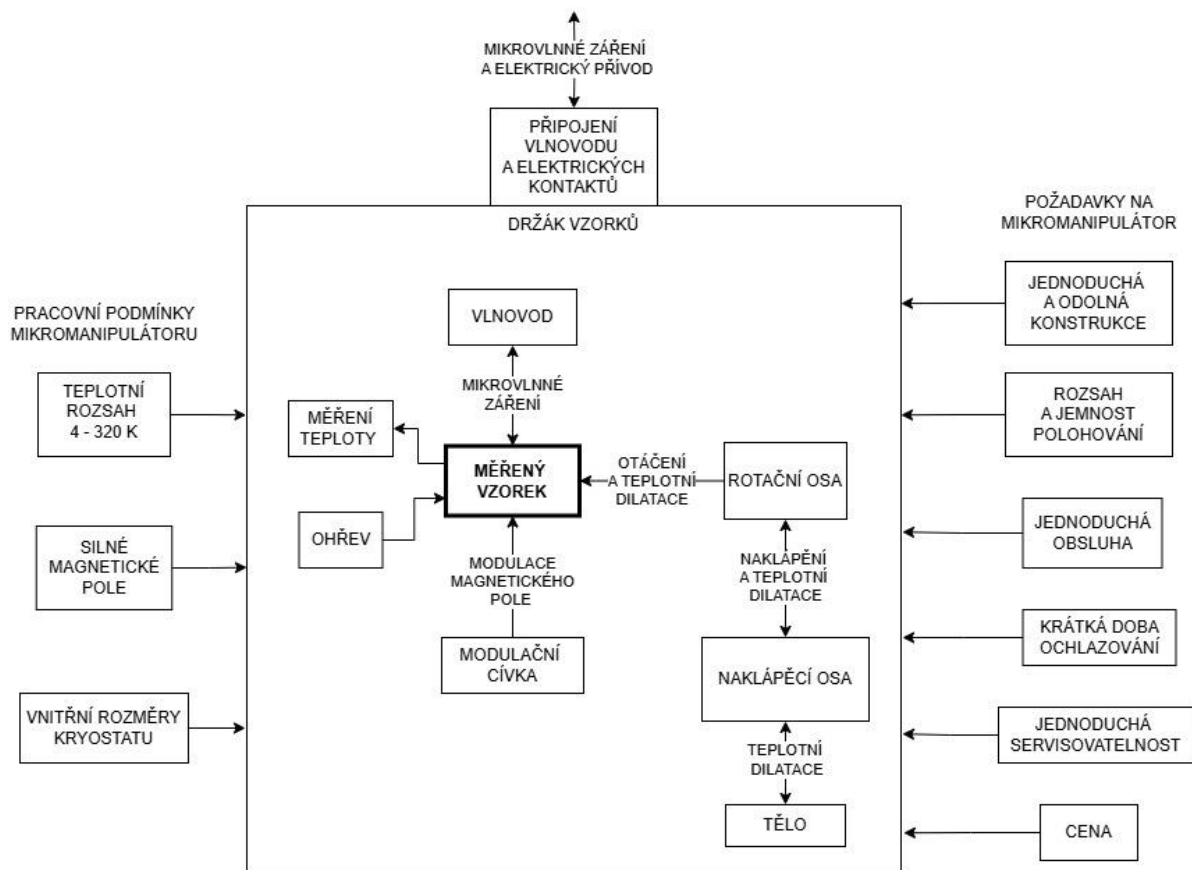
Mikromanipulátor by také měl být kompatibilní s připojováním ostatních držáků vzorků. Držáky mají bajonetové upínání, jehož součástí je i připojení k vlnovodu a všem potřebným elektrickým přívodům. Navrhovaný držák by měl umožňovat i měření teploty a případný ohřev vzorku.

### 3.3 Systémový rozbor

Na obrázku 21 je zobrazen systémový rozbor navrhovaného držáku vzorků. Centrálním prvkem systému je měřený krystalický vzorek a od něj se celý systém rozvíjí. Orientaci vzorku zajišťují rotační a naklápěcí osa dle výše uvedených požadavků rozsahu a jemnosti. Ke vzorku je dále vlnovodem přiváděno mikrovlnné záření a modulace magnetického pole je zajišťována cívkou, ve které je vzorek umístěn. Dále je zajišťováno měření teploty senzorem a ohřev topným odporem v blízkosti vzorku.

Měřený vzorek a všechny výše zmíněné části jsou umístěny v těle držáku vzorků. Konstrukce těla držáku vzorků umožňuje připojení k vlnovodu spektrometru a ke všem přívodním elektrickým kontaktům, které celý držák vzorků potřebuje. Bajonetové připojování je kompatibilní s ostatními používanými držáky vzorků. Tělo také zajišťuje vnější krytování a uložení ostatních podsestav i kabeláže na svém místě.

Na levé straně obrázku systémového rozboru jsou uvedeny vnější podmínky prostředí, ve kterých musí být mikromanipulátor schopen pracovat. Na pravé straně schématu jsou uvedeny další požadavky, které by měla konstrukce mikromanipulátoru splňovat. Mezi ně patří jednoduchost a odolnost celé sestavy. Dále by navrhovaný držák vzorků měl být konstruován tak, aby zaručoval snadnou, ergonomickou a intuitivní obsluhu pro uživatele. Celý držák vzorků také musí být jednoduše rozebíratelný a má umožňovat nenáročný servis a případné opravy. Pro zajištění rychlejšího ochlazování na potřebné kryogenní teploty má být celý návrh dostatečně otevřený a odlehčený. V neposlední řadě by se při tvorbě návrhu mělo hledět na technologičnost konstrukce a výslednou cenu.



Obr. 21) Systémový rozbor navrhovaného mikromanipulátoru

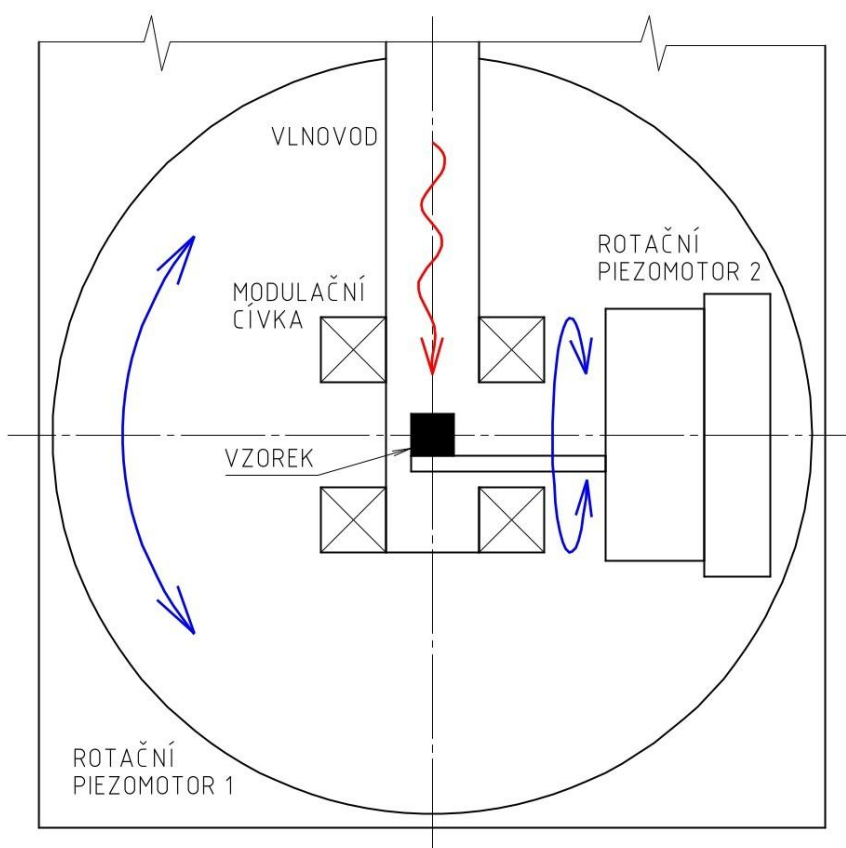


## 4 KONCEPČNÍ ŘEŠENÍ

### 4.1 Varianta A

V první koncepční variantě zobrazené na obrázku 22 je pro orientování měřeného vzorku použito dvou rotačních piezoelektrických motorů. Vzorek ve vlnovodu je umístěn na tyčince, která je spojena s rotorem menšího piezomotoru a umožňuje otáčení se vzorkem v jedné ose. Pevná část menšího piezomotoru je připevněna na rotor většího piezomotoru, jenž zajišťuje naklápění vzorku. Modulační magnetické pole je zajišťováno Helmholtzovou cívkou. Ta vytváří homogenní magnetické pole a umožňuje přístup ke vzorku do vlnovodu.

Pro výměnu vzorků na tyčince je ve vlnovodu otvor souosý s osou rotace většího piezomotoru. Při manipulaci se vzorkem je nutné napřed natočit menší piezomotor do polohy tak, aby byl výše zmíněným otvorem ve vlnovodu přístup k rovné ploše tyčinky a mohl se na ni krystal připevnit.

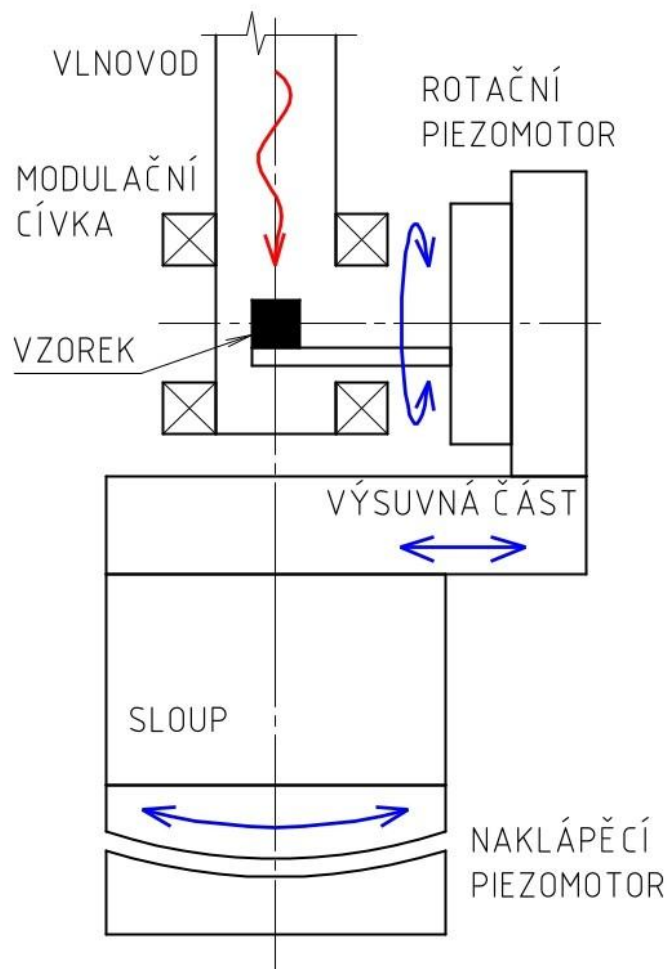


Obr. 22) Koncepční varianta A

## 4.2 Varianta B

Druhá varianta návrhu (na obrázku 23) využívá pro otáčení se vzorkem opět rotačního piezomotoru, k němuž je uchycena tyčinka držící měřený vzorek. Naklápění vzorku je realizováno naklápěcím piezoelektrickým motorem, který umožňuje rotaci se vzorkem v rozsahu několika stupňů na obě strany. Naklápěcí piezomotor má osu otáčení umístěnou v určité vzdálenosti nad pohyblivou částí motoru. Tuto vzdálenost kompenzuje vložený sloup a výška výsuvné části tak, aby byl vzorek umístěn v ose rotace naklápěcího piezomotoru a při jeho pohybu byla zachována poloha vzorku uprostřed vlnovodu.

Vzorek je do vlnovodu vkládán otvorem mezi částmi Helmholtzovy cívky, která zajišťuje modulaci magnetického pole v okolí měřeného vzorku. Pro manipulaci se vzorkem je zde nutné vysunout celou výsuvnou část, na níž je připevněn rotační piezomotor s tyčinkou držící krystal. Toto řešení usnadňuje obsluhu vkládání a vyjímání měřených krystalů, kdy nemusí vzorek vkládat a orientovat v malém prostoru vlnovodu, ale po vysunutí celé podsestavy má ke vzorku otevřený přístup a může jej na tyčince pohodlně ustavit dle potřeb.

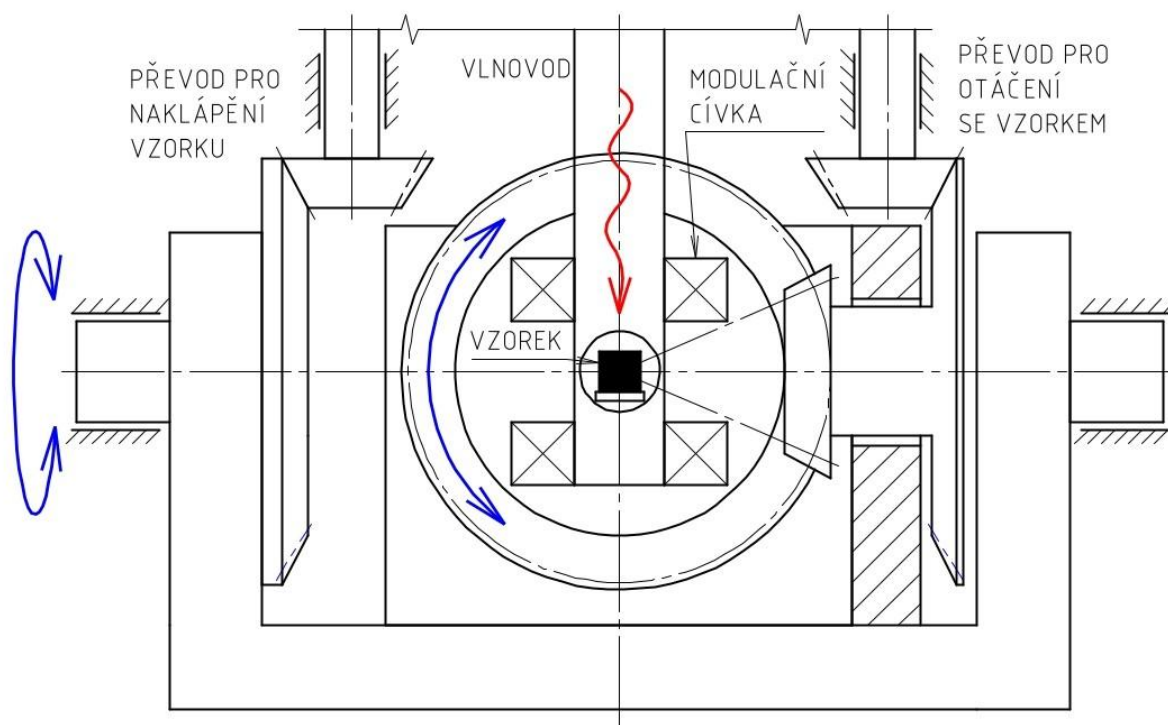


Obr. 23) Konceptní varianta B

### 4.3 Varianta C

Třetí navržená koncepční varianta mikromanipulátoru, kterou lze vidět na obrázku 24, používá pro pohon obou rotačních os krokové motory, které jsou umístěny mimo kryostat spektrometru, což umožňuje použití běžně dostupných krokových motorů. Kroutící moment je z motorů přenášen do kryostatu pomocí dvou hřídelí uložených vedle vlnovodu. Naklápění i otáčení vzorku je realizováno převody s kuželovými ozubenými koly.

Modulaci magnetického pole v okolí měřeného vzorku opět zajišťuje Helmholtzova cívka, mezi jejímiž částmi je průchozí otvor umožňující přístup do vlnovodu. Z jedné strany tímto otvorem vede do vlnovodu tyčinka, která je připevněna na ozubeném kole, jež je poslední částí převodového mechanismu realizujícího otáčení vzorku. Druhá strana otvoru ve vlnovodu je volná pro výměnu a ustavování měřených krystalů.



Obr. 24) Koncepční varianta C

#### 4.4 Multikriteriální výběr varianty řešení

Na základě porovnání tří uvedených koncepčních variant navrhovaného mikromanipulátoru byla vybrána varianta, která nejvíce vyhovuje níže uvedeným kritériím vycházejících z požadavků kladených na mikromanipulátor. Jednotlivým kritériím byla přiřazena váha v závislosti na jejich významu při rozhodování v rozpětí od 1 (nepodstatné kritérium) - 5 (velmi důležité kritérium). Jednotlivé varianty obdržely ke každému z kritérií bodové ohodnocení v rozsahu 1 (nejméně vyhovující) - 5 (nejvíce vyhovující). Následně byla přiřazena hodnocení jednotlivých kritérií u všech variant vynásobena váhou kritérií a dle jejich celkového součtu pro každou variantu byl vybrán koncepční návrh nejvíce vyhovující kladeným požadavkům. Nejvyššího bodového zisku v multikriteriálním hodnocení dosáhla koncepční varianta B, která byla vybrána pro další detailní konstrukční zpracování.

Vybraná kritéria:

- jednoduché a uživatelsky přívětivé ovládání
- velikost rozsahu a jemnost otáčení os orientujících vzorek
- složitost konstrukce, celkový počet dílů
- možné komplikace a ovlivnění funkce z důvodu velkých teplotních dilatací
- jednoduchá rozebíratelnost a servisovatelnost
- celkové množství použitého materiálu ovlivňujícího dobu ochlazování držáku vzorků
- předpokládaná cena mikromanipulátoru, poměr nakupovaných a vyráběných dílů

Tab 3) Multikriteriální výběr výsledné varianty řešení

Kritérium	Váha kritéria	Var. A	Var. B	Var. C
Jednoduchá obsluha	5	3	5	2
Velikost rozsahu a jemnost otáčení	5	4	3	3
Složitost konstrukce, celkový počet dílů	3	5	4	2
Možnost ovlivnění teplotní dilatací	3	4	3	2
Jednoduchá rozebíratelnost a servisovatelnost	4	3	4	2
Celkové množství použitého materiálu	2	4	3	3
Předpokládaná cena	2	2	3	4
Výsledný součet		86	89	59

## 5 KONSTRUKČNÍ ŘEŠENÍ

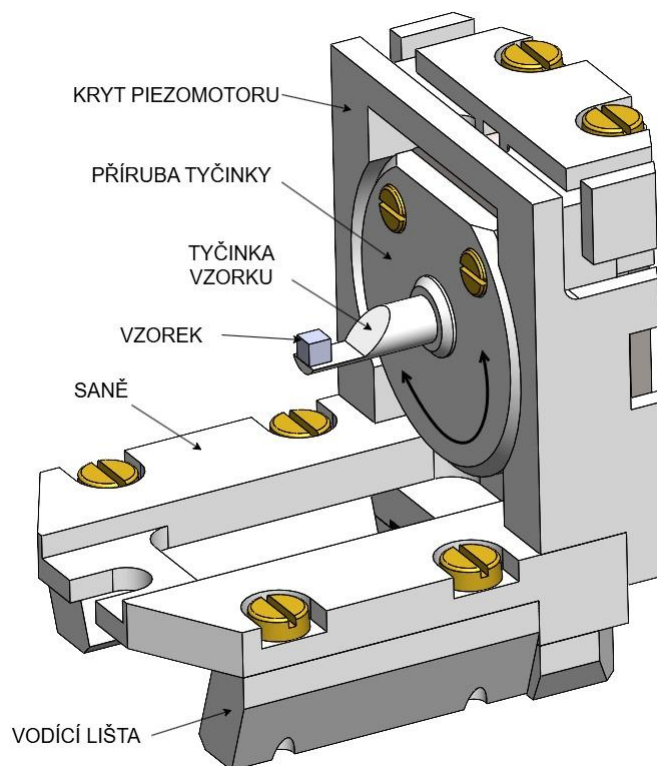
Vybraná koncepční varianta B byla dále detailně konstrukčně rozpracována. Díly navrhovaného držáku vzorků byly rozděleny do čtyř podsestav, jejichž funkce a konstrukční zpracování je popsáno níže.

Pro většinu komponent (kromě těch, u kterých je to v dalším textu uvedeno) byl jako materiál použit PEEK (polyetheretherketon). Tento termoplast byl zvolen díky svým vhodným vlastnostem, jako jsou dobrá mechanická odolnost, teplotní stálost a použitelnost v kryogenních podmínkách a vysokém vakuu. Také jako plast je to elektrický izolant, nijak neinteraguje s magnetickým polem a je dobře obrobitelný. Ke spojování komponent byly použity mosazné a titanové šrouby opět kvůli práci v magnetickém poli.

### 5.1 Saně s rotačním piezomotorem

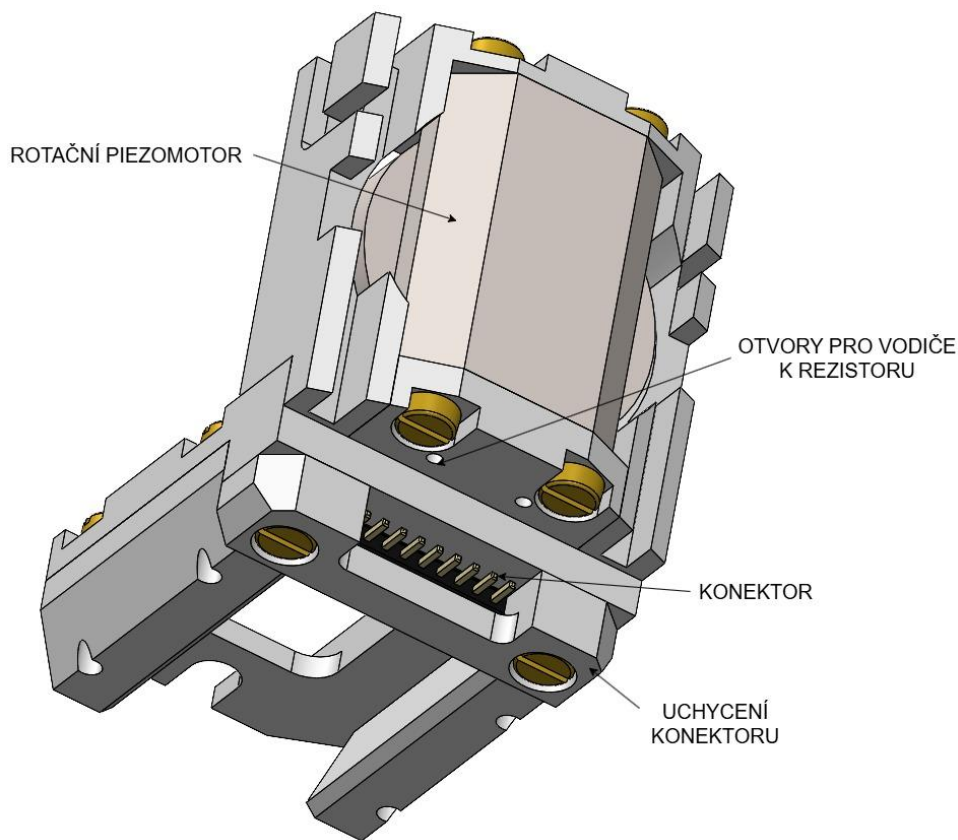
Tato podsestava je v přímém kontaktu s měřeným vzorkem. Vzorek je umístěn na tyčinku z rexolitu, k níž je přichycen nejčastěji speciálním tukem. Rexolit byl pro tyčinku zvolen, protože v předchozí verzi rotačního držáku vzorků ukazovala safírová tyčinka v měřeném spektru nežádoucí signály. Vhodnost tohoto materiálu pro držení vzorků bude ještě nutné ověřit měřením a případně vyzkoušet ještě jiný materiál (např. PTFE či HDPE).

Tyčinka z rexolitu pro nesení vzorků je nalisována do středového otvoru příruby přišroubované k piezomotoru, přes níž je na tyčinku přenášeno otáčení motoru. Zobrazeno na obrázku 25.



Obr. 25) Saně s rotačním piezomotorem, pohled zepředu

Rotační piezomotor ANRv51/RES/LT/HV, který otáčí se vzorkem, je připevněn pomocí dvou šroubů k saním. Na bocích saní jsou přišroubovány vodící lišty, které spolu se spodní stranou saní tvoří tři plochy rybinového vedení. Šroubový spoj saní a vodících lišt umožňuje v malém rozsahu vymezit vůle ve vedení. Na konci vedení je pomocí úchyty připevněn devítipinový konektor, viz obrázek 26. Na něj jsou připojeny všechny, na této podstavě potřebné, elektrické kontakty (5 kontaktů z piezomotoru, 2 kontakty z topného rezistoru a 2 kontakty z teplotního senzoru). Díky tomu lze manipulovat s celou podstavou saní a při jejím nasunutí na sloup se konektor zasune do protikusu a připojí všechny kontakty bez toho, aniž by se musely připojovat zvlášť. Na opačné straně saní je uprostřed drážka, která se při vložení saní do držáku vzorků nasune na zajišťovací šroub na sloupu. Po dotažení šroubu drží saně třením, aby se nemohly samovolně vysunout.



Obr. 26) Saně s rotačním piezomotorem, pohled zezadu

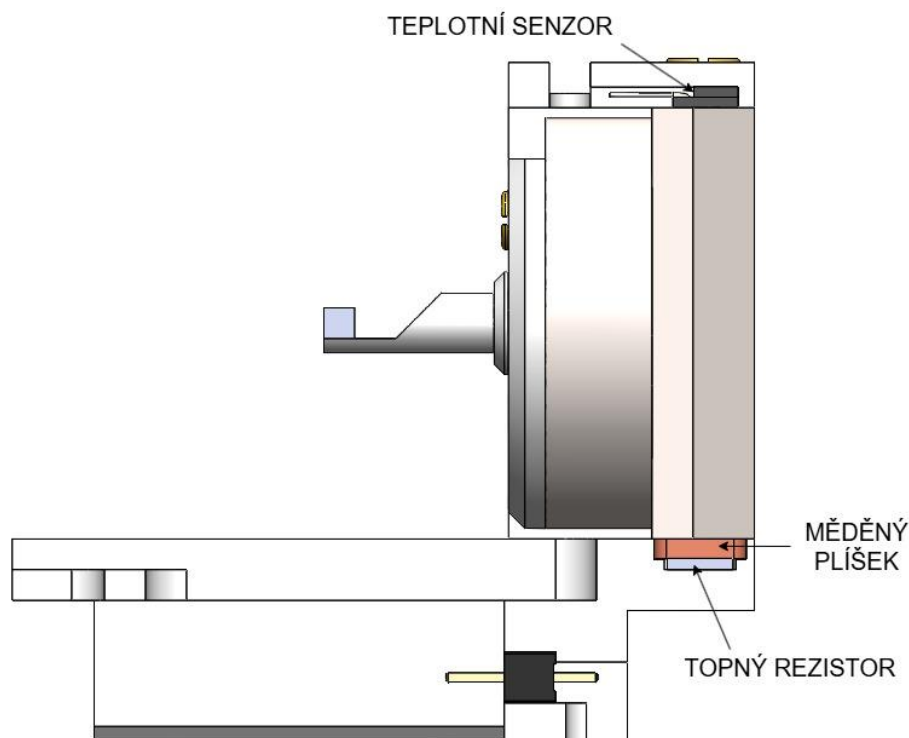
Piezomotor má kolem sebe ještě kryt, který je připevněn ke statorové části motoru dvěma šrouby shora. Kryt bude primárně chránit motor proti neopatrné manipulaci, aby obsluha např. při vysouvání podstavce během výměny vzorků nemohla piezomotor uchopit za rotor, a tím jej poškodit, protože motor má velmi malou únosnost.

Pod piezomotorem jsou v kapse saní vloženy rezistor a měděný plíšek sloužící k případnému přesnějšímu ohřevu měřeného vzorku v případě, kdy to vyžaduje měření. Je zde použit 100 Ohmový SMD rezistor s pouzdrem 2512 o výkonu 1 W. Generované teplo

je přenášeno vedením přes měděný plíšek a piezomotor až ke vzorku. Zobrazeno v řezu na obrázku 27. Přítlak, aby byl zajištěn kontakt ploch pro vedení tepla, je zajišťován šrouby, které připevňují piezomotor k saním. Elektrické napájení je k rezistoru přivedeno z konektoru vodiči procházejícími dvěma otvory na spodní straně saní. Ty pak jsou ke kontaktům rezistoru připájeny.

Na horní stranu statoru piezomotoru je pomocí drážky v krytu uchycen teplotní senzor Cernox CX-1050-SD-HT od firmy Lake Shore Cryotronics. Je to tenkovrstvý odporový teplotní senzor vhodný pro měření kryogenních teplot až do 1,5 K i v silných magnetických polích.

Po obvodu krytu piezomotoru jsou drážky sloužící pro přivedení vodičů od teplotního senzoru a od piezomotoru ke konektoru tak, aby se jejich obsluha při manipulaci nedotýkala a předešlo se jejich utržení z jednotlivých spojů. Drážky také umožňují namotat přebývající délku vodičů piezomotoru, aby se nemusely zkracovat.

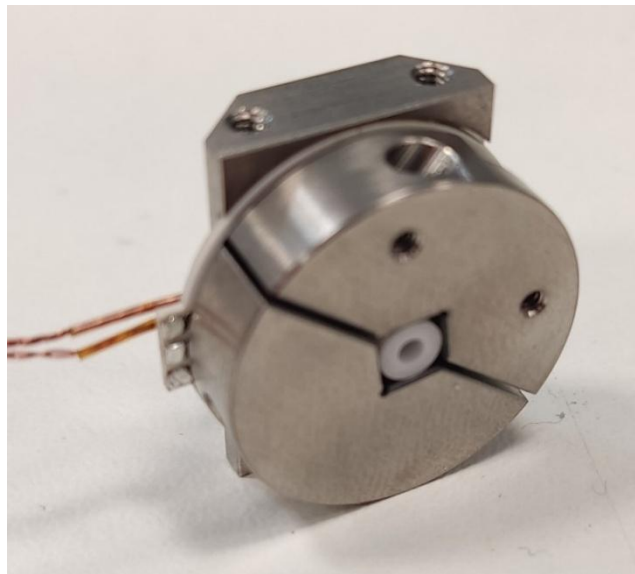


Obr. 27) Saně s rotačním piezomotorem, řez

### 5.1.1 Rotační piezoelektrický motor

Pro zajištění otáčení vzorků během měření v plném rozsahu  $360^\circ$  byl zvolen rotační piezoelektrický motor ANRv51/RES/LT/HV (na obrázku 28) od firmy attocube systems GmbH. Tento motor má horizontální osu otáčení rotoru. Tělo je vyrobeno z titanu, aby byl lehký, nemagnetický a koeficient roztažnosti byl přibližně stejný s piezoelektrickými členy z PZT keramiky. Piezomotor pracuje na principu slip-stick, kdy se pro otáčení rotoru přivádí pilovitý průběh napětí na piezoelektrický prvek a je využito setrvačnosti hmoty rotoru. Při pomalém nárůstu napětí se piezo člen pomalu roztahuje a statickým třením pohybuje s rotorem. Při náhlé změně napětí zůstává rotor díky své setrvačnosti a menšímu koeficientu dynamického tření na místě.

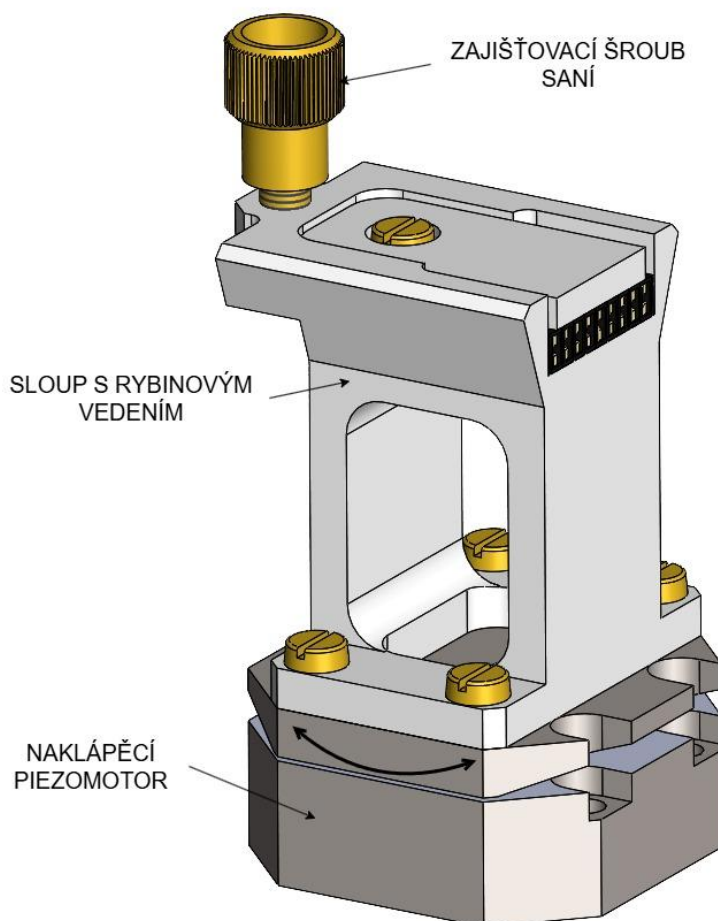
Piezomotorem lze bez omezení otáčet dokola rychlostí až  $10^\circ/\text{s}$ . Má vestavěný odporový snímač natočení (/RES v názvu motoru), který umožňuje řízení polohy rotoru v uzavřené smyčce. Snímač funguje na principu potenciometru, ale pouze v rozsahu  $315^\circ$ , což je pro natáčení vzorků dostačující. Motor lze polohovat s rozlišením  $0,006^\circ$  a jednosměrnou opakovatelností  $0,05^\circ$ . Maximální dynamický moment motoru je  $0,2 \text{ Ncm}$  a zatížitelnost rotoru je  $20 \text{ g}$ . Motor umožňuje práci v silném magnetickém poli až  $35 \text{ T}$ , a také je vhodný pro aplikace v teplotním rozsahu  $1\text{--}373 \text{ K}$  a do vakuového prostředí s minimálním tlakem do  $1 \times 10^{-8} \text{ mbar}$  (označení v názvu /LT a /HV). Zástavbové rozměry motoru činí  $21 \times 20 \times 10 \text{ mm}$  (VxŠxH) a jeho hmotnost je  $10 \text{ g}$ . [19; 20]



Obr. 28) Rotační piezomotor ANRv51/RES/LT/HV

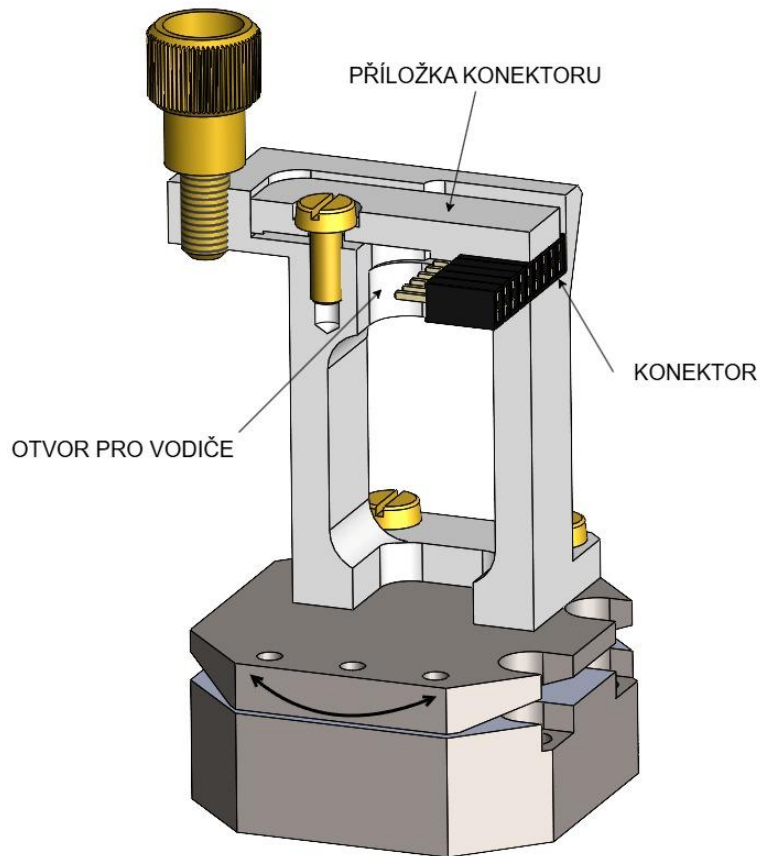
## 5.2 Sloup s naklápěcím piezomotorem

Základními částmi druhé podsestavy jsou naklápěcí piezomotor ANGt101/RES/LT/HV a sloup s rybinovým vedením (zobrazeno na obrázku 29). Tato podsestava zajišťuje dodatečné naklápění vzorků v průběhu měření, když měřený krystal není na tyčince orientován přesně dle požadavků měření. Na rybinové vedení sloupu se při umístění krystalu do držáku vzorků nasouvá podsestava saní se vzorkem připevněným na tyčince. Na konci vedení je zajišťovací šroub, kolem nějž se nasune drážka na jedné straně saní a utažením šroubu se saně pojistí proti samovolnému pohybu. Na zajišťovacím šroubu je rýhování umožňující ruční obsluhu, aby se eliminovala nutnost používání nástrojů při výměně vzorků. Rybinové vedení bylo zvoleno, aby zajišťovalo při zasouvání saní polohu vzorku i výškově. Pokud by toto nebylo zajištěno, mohlo by dojít ke kolizi vzorku s vlnovodem a vzorek by se musel na tyčince znovu ustavovat. Sloup, jenž je přišroubován na pohyblivé části piezomotoru, je vysoký tak, aby zajistil, že měřený vzorek bude po nasunutí saní na sloup ve středu rotace naklápěcího piezomotoru, protože střed otáčení je umístěn 40 mm nad horní došedací plochou motoru.



Obr. 29) Sloup s naklápěcím piezomotorem

Při nasunutí saní na sloup dochází také ke spojení elektrických kontaktů konektorů, které jsou v obou částech zabudovány. V zafrézování na horní straně sloupu je umístěn konektor typu samice a je upevněn šroubem přes příložku, viz obrázek 30. Materiál ze středu sloupu je odebrán kvůli snížení celkového množství ochlazovaného materiálu, a také aby se zde mohly protáhnout vodiče ke konektoru nutné pro napájení prvků na podsestavě saní.

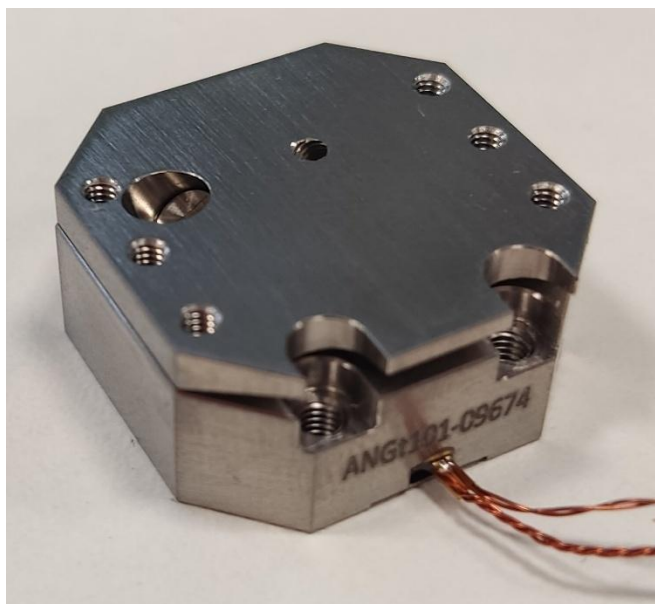


Obr. 30) Sloup s naklápěcím piezomotorem, řez

### 5.2.1 Naklápěcí piezoelektrický motor

Polohování ve druhé ose zajišťuje naklápěcí piezoelektrický motor ANGt101/RES/LT/HV opět od firmy attocube systems GmbH (zobrazen na obrázku 31). Tento piezomotor umožňuje naklápění v rozsahu  $\pm 3,3^\circ$ , což by mělo být dostatečné pro možnost úhlového dorovnání krystalu během měření ve spektrometru. Princip funkce piezomotoru a odměřování polohy motoru je obdobné jako u výše popsaného rotačního piezomotoru.

Maximální rychlost pohonu je  $1^\circ/\text{s}$ . Rozlišení odporového snímače polohy je  $0,0001^\circ$  s opakovatelností  $0,002^\circ$ . Maximální zatížitelnost tohoto piezomotoru činí 100 g a je schopen vyvinout dynamickou sílu podél osy polohování až 2 N. Střed rotace goniometru je umístěn 40 mm nad horní plochou piezomotoru. Motor lze používat pro aplikace v silném magnetickém poli až 35 T, v teplotním rozsahu 1–373 K a ve vakuu až do tlaku  $1 \times 10^{-8}$  mbar. Velikost motoru je 11x24x24 mm (VxŠxD) a hmotnost 18 g. [21]



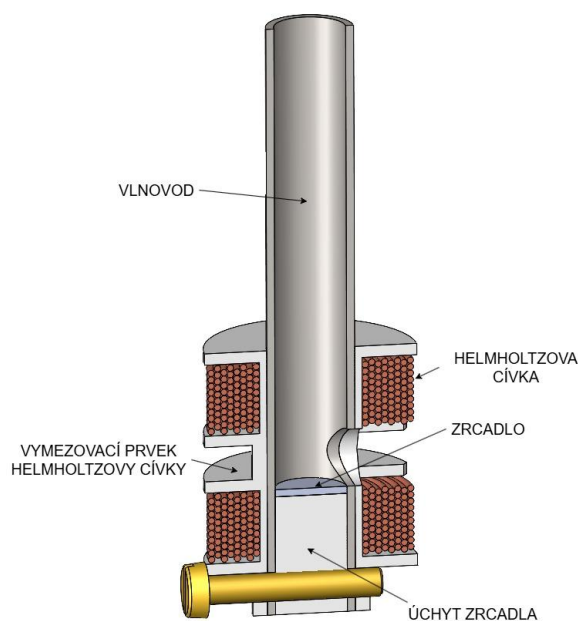
Obr. 31) Naklápěcí piezomotor ANGt101/RES/LT/HV

### 5.3 Vlnovod s modulační cívkou

Další podsestava je složena z vlnovodu a modulační cívkou, viz obrázek 32. Vlnovod zajišťuje přívod a odvod mikrovlnného záření ke vzorku. Je tvořen trubičkou s vnitřním průměrem 4,9 mm a vnějším průměrem 6 mm z hliníkové slitiny 7075, jejíž vnitřní povrch by měl mít co nejlepší jakost, aby nedocházelo k velkým ztrátám energie záření. Vzorek je do vlnovodu umisťován otvorem ve stěně trubičky. Pod měřeným vzorkem je umístěno zrcadlo sloužící pro odraz záření zpět. Zrcadlo je vytvořeno z křemíkového waferu o velikosti vnitřního průměru vlnovodu a tloušťce 0,5 mm. Na něj je nanášena hliníková vrstva o velikosti minimálně 0,273  $\mu\text{m}$  (tato hodnota byla spočítána jako hloubka vniku pro skin effect při 90 GHz, což je nejnižší používaná frekvence záření) a na ni je nanášena tenká vrstva zlata sloužící pro pasivaci hliníkové vrstvy. Zrcadlo je přilepeno na úchyt v podobě válečku, který umožňuje jeho výměnu.

Pro modulaci magnetického pole v okolí měřeného vzorku je použita Helmholtzova cívka. Ta, díky tomu, že je rozdělena na dvě části, umožňuje oproti běžné cívce umisťovat vzorek do středu magnetického pole cívkou a středu vlnovodu radiálně otvorem právě mezi jejími polovinami. Rozměry cívkou jsou mírně modifikovány kvůli malému prostoru mezi vlnovodem a rotačním piezomotorem, kde se cívka nachází. Magnetické pole uvnitř cívkou proto není úplně rovnoměrné jako u klasické Helmholtzovy cívkou, ale i přesto je jeho homogenita vyhovující pro modulaci pole během měření spektrometrem.

Poloviny cívkou jsou navinuty na vymezovacím dílu, který mechanicky ohraničuje prostor obou polovin Helmholtzovy cívkou. Tento díl umožňuje navinutí částí cívkou mimo sestavu, takže je možné s ním při navíjení bez problému manipulovat. V přepážkách má také dva výřezy pro vyvedení konců polovin cívkou směrem ke vstupním pinům, na něž jsou připojovány přívodní kontakty ze spektrometru. Vymezovací díl lze s navinutou cívkou pouze nasunout na vlnovod a připevnit pomocí šroubu procházejícího příčně skrz vymezovací díl cívkou, vlnovod a úchyt zrcadla, ve kterém je vnitřní závit. Uprostřed vymezovacího dílu mezi polovinami cívkou je otvor lícující s otvorem ve vlnovodu, kterým lze zasouvat vzorky na místo, kde mají být měřeny. Celá sestava vlnovodu je následně při montáži zalisována do díry ve víku těla držáku vzorků, která zajišťuje přívod mikrovlnného záření do držáku vzorků.



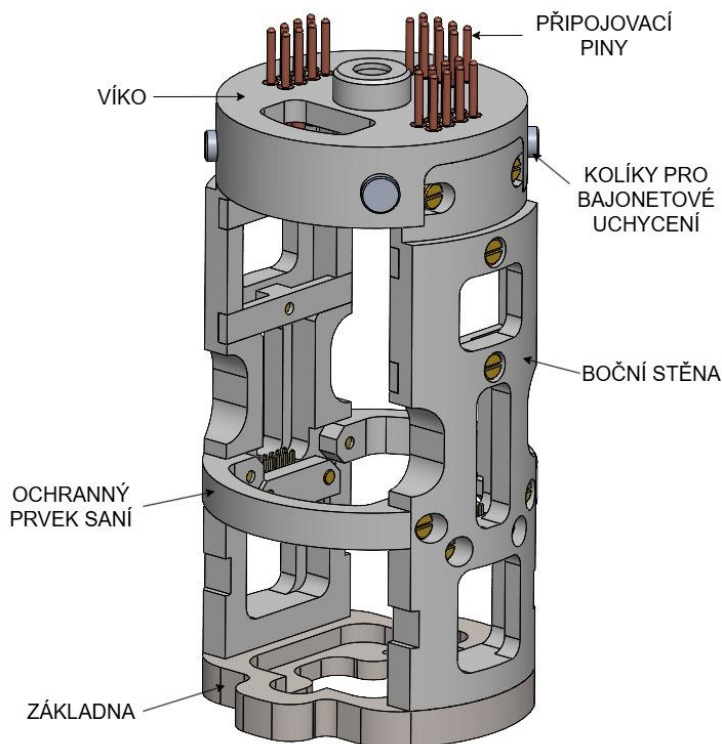
Obr. 32) Vlnovod s modulační cívkou

## 5.4 Tělo držáku vzorků

Poslední podsestavou je tělo držáku vzorků, v němž jsou umístěny ostatní výše zmíněné části. Tělo definuje polohu ostatních podsestav vůči sobě a chrání je proti poškození či kolizi během manipulace. Jeho vnější průměr je 43 mm, aby jej šlo bezpečně s vůlí zasunout do centra magnetického pole spektrometru a nedocházelo k podřetí stěn kryostatu. Také slouží k připojení na přívodní vlnovod a elektrické kontakty. Podsestava těla je tvořena hlavně čtyřmi díly, které jsou základna, víko a dvě boční stěny, viz obrázek 33.

Základna je spodním dílem celé sestavy držáku vzorků. Středová čtvercová kapsa slouží pro zasunutí a připevnění naklápěcího piezomotoru. Dva výřezy na stranách kapsy umožňují vyvedení kabelů od motoru. Průchozí otvor v kapse a výřezy na vnějším obvodu základny jsou použity pro odlehčení a pro lepší průchod helia během ochlazování, aby doba ochlazování byla co nejkratší. Na bocích základny jsou dva úzké výřezy, každý po stranách se dvěma zahlobenými pro šrouby, sloužící pro zajištění polohy a přišroubování bočních stěn. Základna je z titanu, aby byla ze stejného materiálu, jako tělo piezomotoru a komponenty měly stejnou teplotní roztažnost.

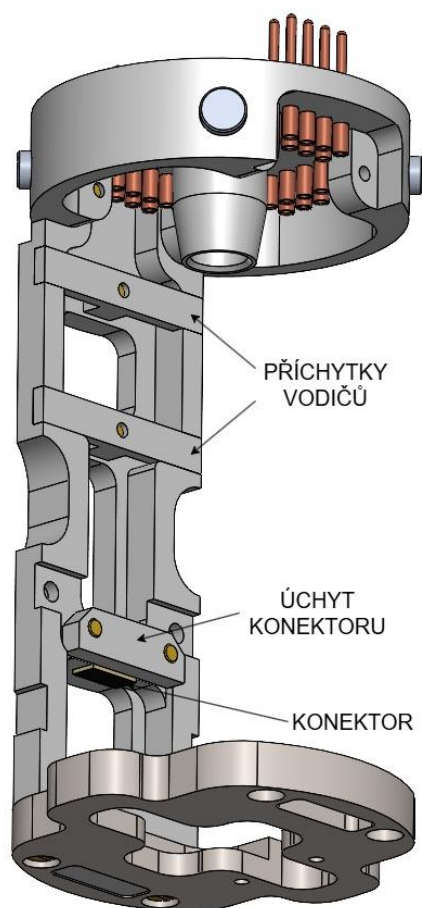
Víko slouží pro připojení všech nutných přívodů ze spektrometru do držáku vzorků. Po obvodu jsou do víka zalisovány čtyři hliníkové kolíky, tři o průměru 4 mm a jeden s průměrem 5 mm, které zapadají do bajonetového protikusů na konci přívodního vlnovodu. Na vrchní straně víka je 24 měděných pinů CPINM-10 od firmy LewVac, na něž se shora s vlnovodem připojí přívodní konektory a na spodní straně víka jsou na piny připájeny jednotlivé vodiče z držáku vzorků. Uprostřed víka je dlouhý otvor, do něž je zalisována podsestava vlnovodu s modulační cívkou. Otvor má na konci, kde se připojuje na přívodní vlnovod, krátké osazení, aby nedocházelo ke kontaktu kovových částí vlnovodů a tím k nadměrnému přenosu tepla do držáku vzorků. Na stranách víka jsou také vybrání pro připevnění konců bočních stěn.



Obr. 33) Tělo držáku vzorků, celkový pohled

Boční stěny drží pevnou vzdálenost mezi základnou a víkem a chrání komponenty umístěné uvnitř těla. K základně i víku jsou připevněny dvěma šrouby tak, aby celá podsestava byla dobře rozebíratelná pro případný servis. Na vnitřní straně bočních stěn jsou umístěny dvě příchytky vodičů, které drží vodiče vedoucí od přívodních pinů na svém místě, aby nemohlo dojít např. k zachycení vodičů rotačním piezomotorem. Znázorněno na obrázku 34. Ve spodní části bočních stěn jsou uchyceny desetipinové konektory, kterými jsou připojeny všechny elektrické kontakty z podsestavy sloupu s naklápěcím piezomotorem a současně i ze saní s rotačním piezomotorem. Toto připojení je zde opět kvůli jednoduše rozebíratelnosti, aby se vodiče nemusely odpojovat pájením.

Pod úrovní, kde se nasouvají do sestavy saně, jsou příčně umístěny ochranné prvky, které zajišťují, aby nemohlo dojít ke kolizi saní, ani pokud se držák vzorků do kryostatu spektrometru nasouvat přesně soustředně. Na stranách bočních stěn jsou umístěny výřezy. Výřezy uprostřed umožňují, aby šlo saně jednoduše chytit a vytáhnout prsty. Ve spodní části slouží výřezy k zasunutí vidlice pro zajištění naklápěcího piezomotoru.

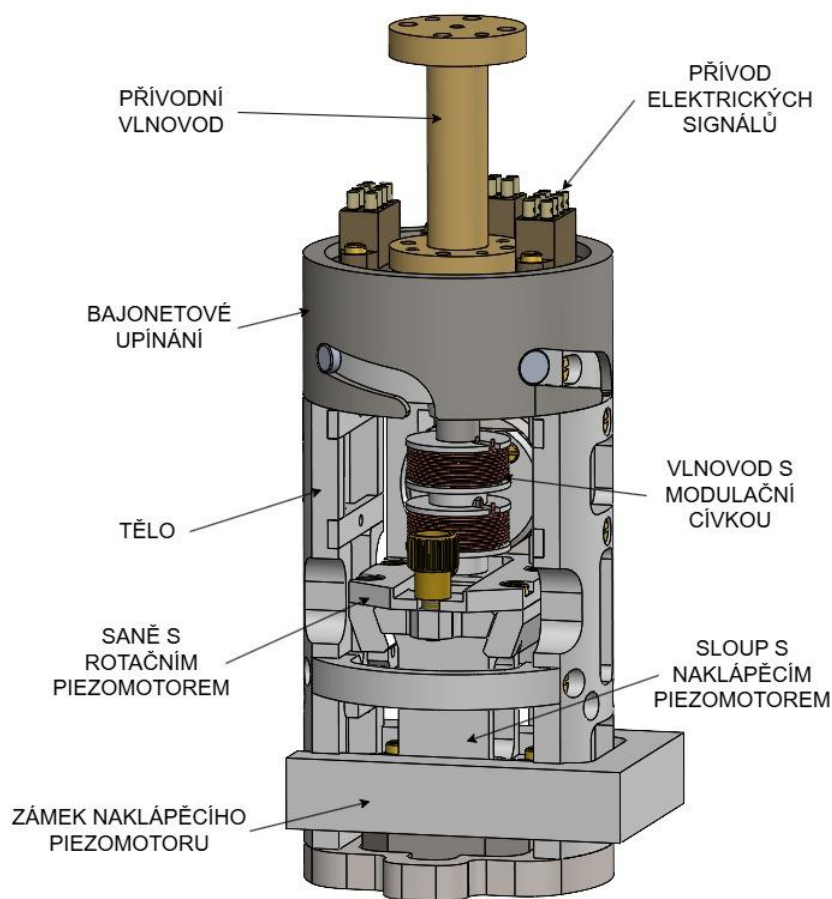


Obr. 34) Tělo držáku vzorků, otevřený pohled

## 5.5 Celková sestava držáku vzorků

Celková sestava držáku vzorků je složena z podsestav uvedených v předchozích kapitolách. Tělo tvoří vnější obal celého mikromanipulátoru a současně slouží pro připojení držáku vzorků k přívodnímu vlnovodu a elektrickým kontaktům. Ty jsou připojovány pomocí bajonetového upínání, viz obrázek 35. Bajonetové upínání je univerzální a spolehlivé. Současně umožňuje připojování i ostatních držáků vzorků.

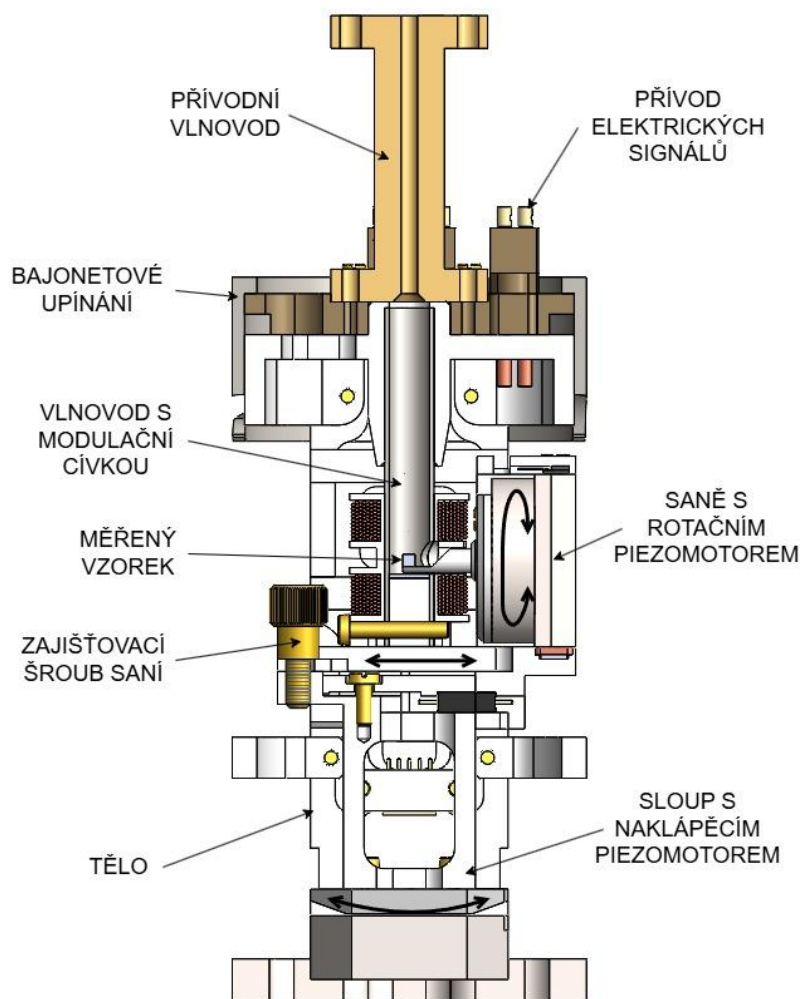
Na základnu těla je připevněna podsestava sloupu s naklápěcím piezomotorem. Vodiče z této podsestavy jsou připájeny na konektory v bočních stěnách, aby se při demontáži mohla odšroubovat pouze základna a vysunout i s naklápěcím piezomotorem a sloupem. Pro zajištění naklápěcího piezomotoru při manipulaci se saněmi se používá vidlice sloužící jako zámek, který fixuje pohyblivou část motoru, protože se během vnějšího zatížení kýve a při neopatrném zacházení by motor mohl být poškozen.



Obr. 35) Celková sestava navrhovaného držáku vzorků

Na obrázku 36 lze vidět řez celou sestavou navrženého mikromanipulátoru. Do otvoru ve víku je během montáže nalisován vlnovod s Helmholtzovou modulační cívkou, jejíž konce jsou připájeny k přívodním pinům.

Při nasunutí saně na vedení sloupu je vzorek umístěn otvorem přímo do vlnovodu, kde dochází k interakci s mikrovlnným zářením a kde je střed magnetického pole vnějšího magnetu i modulační cívky. Při zasunutí saně dochází k připojení elektrických kontaktů potřebných pro správné fungování této podsestavy. Saně jsou na svém místě proti samovolnému vysunutí upevňovány zajišťovacím šroubem. Po vysunutí saně je může obsluha i se vzorkem pohodlně odnést a vyměnit vzorek, aniž by musela manipulovat s celým mikromanipulátorem.



Obr. 36) Řez celkovou sestavou držáku vzorků

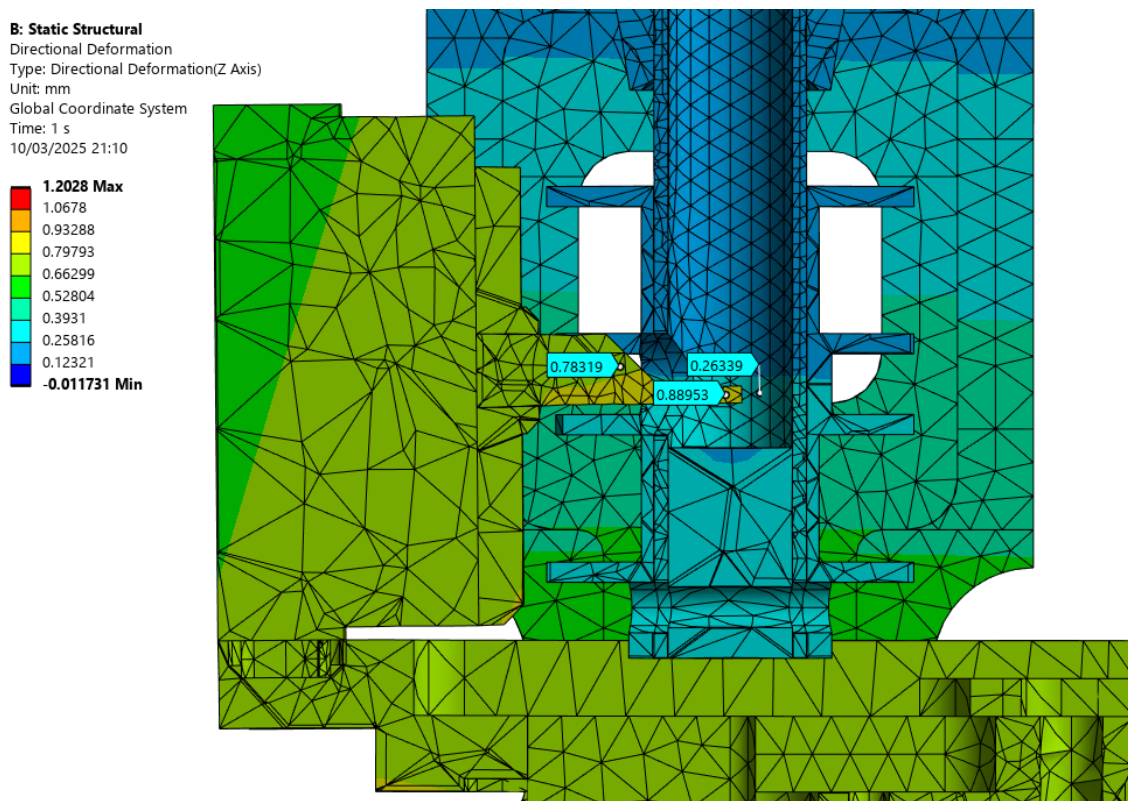
## 5.6 MKP simulace teplotní roztažnosti

Navrhovaný držák vzorků bude pracovat ve velkém rozsahu teplot od pokojové teploty až do 4 K, což je teplota kapalného helia, které se ve spektrometru k chlazení používá. Pro získání alespoň přibližného průběhu a velikosti teplotních deformací byly provedeny simulace pomocí metody konečných prvků v programu Ansys. Při numerickém výpočtu bylo zjednodušeně bráno, že se celá sestava ochladí z pokojové teploty na 4 K. Byly uvažovány deformace primárně v ose Z, tedy v ose vlnovodu. V ostatních osách je konstrukce držáku vzorků téměř symetrická a teplotní dilatace by neměly v těchto osách způsobovat nějaké problémy. U dlouhých dílů v ose Z (vlnovod, boční stěny, sloup atd.), které hrají z hlediska dilatací významnější roli, byla zjemněna konečnoprvková síť pro dosažení přesnějších výsledků výpočtu. Jako pevná referenční rovina byla vzata horní plocha víka těla držáku vzorků a od ní jsou uvažovány všechny teplotní deformace v ose Z. Výsledek numerického výpočtu lze vidět na obrázku 37.



Obr. 37) Výsledek MKP výpočtu velikosti teplotních dilatací, celý model

Nejvíce kritické místo, kde by se během ochlazování mohly vyskytnout problémy, je dle výpočtu průchod tyčinky se vzorkem otvorem do vlnovodu. To lze vidět na detailu z provedeného numerického výpočtu na obrázku 38, kde jsou ve vybraných místech zobrazeny i velikosti teplotních dilatací při ochlazení vůči horní referenční rovině. Rozdíl dilatace osy otvoru ve vlnovodu a osy rotace tyčinky se vzorkem činí více než 0,5 mm. To je způsobeno hlavně rozdílnou roztažností materiálů, kdy hliníková slitina vlnovodu má roztažnost 23,5  $\mu\text{m}/\text{mK}$  a PEEK, ze kterého je vyrobena většina ostatních součástí, má roztažnost přibližně 53  $\mu\text{m}/\text{mK}$ . Pokud je při pokojové teplotě tyčinka ve středu otvoru ve vlnovodu, mohlo by docházet po ochlazení a při započítání i výrobních nepřesností ke kolizi nebo dření tyčinky o stěnu otvoru. Proto byla délka vlnovodu upravena tak, že při pokojové teplotě není tyčinka ve středu otvoru, ale je mírně posunuta, aby byla dostatečná vůle mezi tyčinkou a stěnou otvoru při pokojové teplotě i po ochlazení.

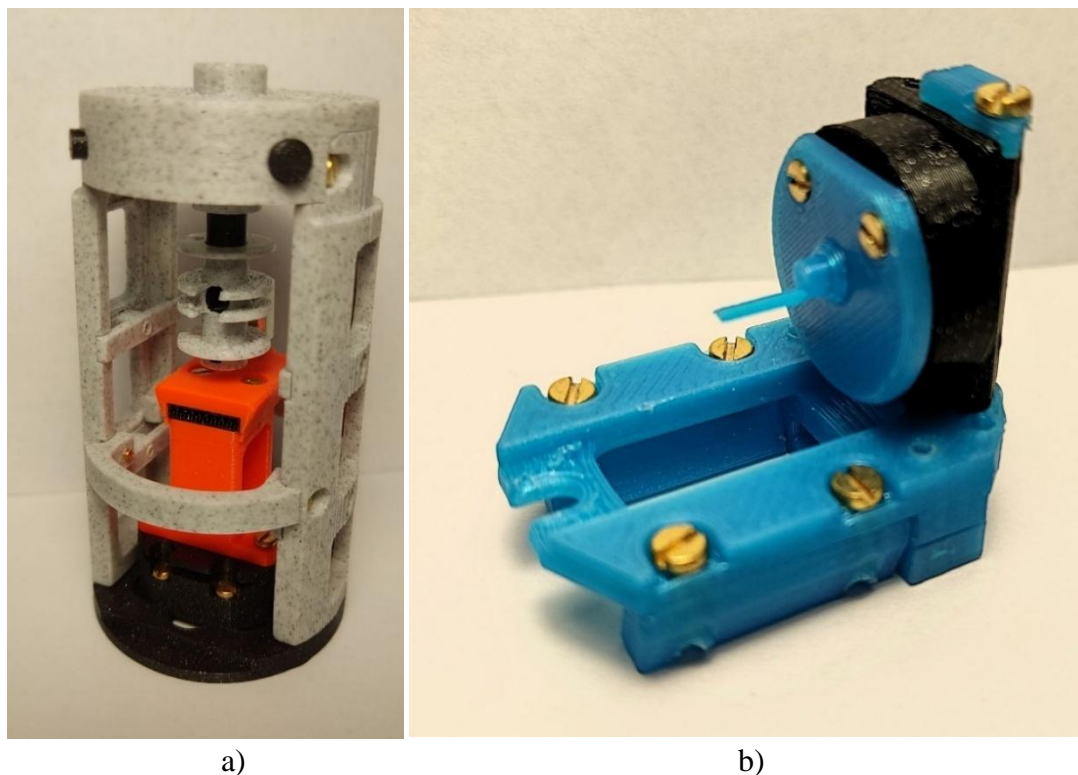


Obr. 38) Výsledek MKP výpočtu velikosti teplotních dilatací, detail

## 5.7 Tvorba prototypů pomocí 3D tisku

Během konstrukčního návrhu a tvorby CAD modelů bylo využito FDM 3D tiskáren na CEITEC VUT k tvorbě prototypů držáku vzorků. Prototypy byly použity k ověření funkčnosti a vhodnosti navrhované konstrukce, a také k vyzkoušení ergonmičnosti celého držáku vzorků. Tvorba prototypů se ukázala jako velmi přínosná část konstrukčního procesu. Zvláště u takto malých dílů může CAD model velmi zkreslovat představu o jejich reálné velikosti a mechanických vlastnostech.

Na obrázku 39 lze vidět první prototyp, na kterém bylo vyzkoušeno, zda jsou použité konstrukční prvky a principy správně zvoleny a jestli budou fungovat tak, jak je zamýšleno. V porovnání s obrázky z předchozích kapitol si lze všimnout, které části byly přepracovány. Rybinové vedení sloupu nebylo přímo částí sloupu, ale bylo na dílu, kterým se připevňoval konektor pro připojování kontaktů saní. To mohlo způsobit drobné výškové posunutí vedení, které záleželo na samotném konektoru a jeho montáži. Na základně byl zvětšen středový otvor kvůli lepšímu vyvedení vodičů od piezomotoru a na obvodu byly vytvořeny výkroje pro zajištění lepšího proudění chladicího média. Do spodní části bočních stěn byly také přidány konektory umožňující jednoduché odpojení vodičů vedoucích do sloupu, aby se vodiče při případném servisu a demontáži nemusely odpájet z přívodních pinů. Také bylo upraveno rozmístění úchytných vodičů na bočních stěnách. Na saně byl kolem piezomotoru přidán ochranný kryt umožňující obsluhu jednodušší manipulaci, aniž by musela dávat výrazný pozor, kde saně uchopuje. Do tohoto krytu byl také integrován držák teplotního senzoru umístěný nahoře na piezomotoru. Z důvodu ergonomie byly vytvořeny zářezy v bočních stěnách pro pohodlnější vyjímání saní z držáku vzorků. V neposlední řadě byla do sestavy přidána vidlice, která je používána k zamčení naklápěcího piezomotoru během vysouvání saní, protože bylo zjištěno, že se při tomto procesu vrchní část motoru výrazně kýve.



Obr. 39) První prototyp navrhovaného držáku vzorků a) tělo a sloup, b) saně



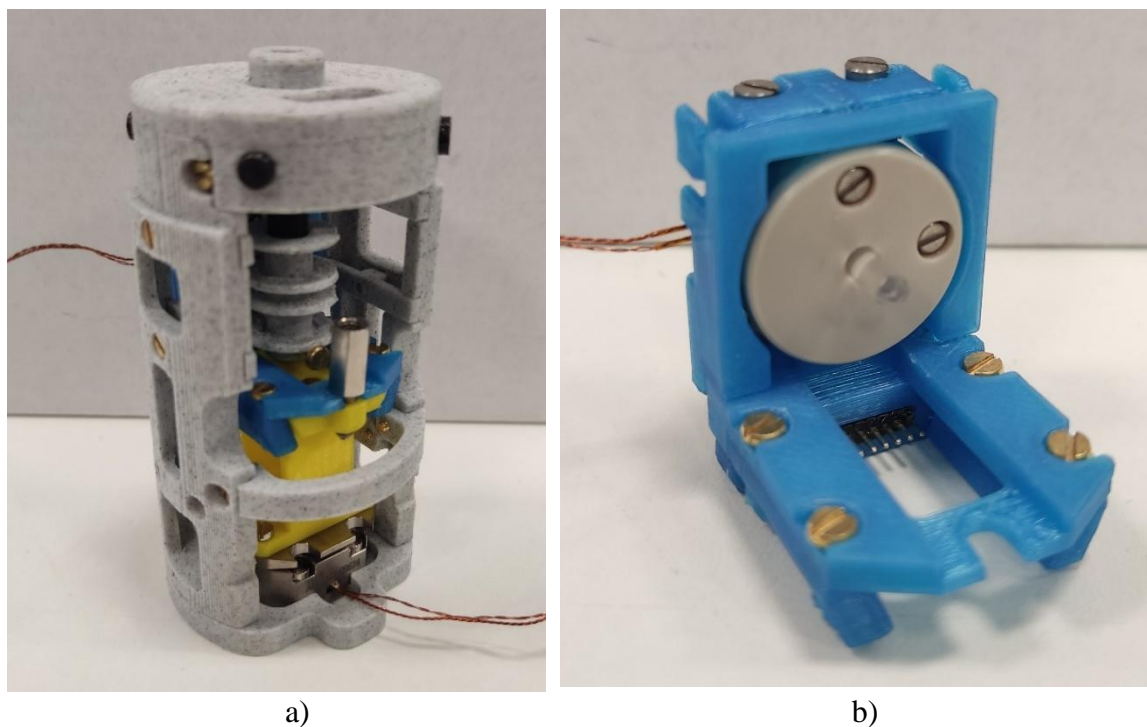
## 6 OŽIVENÍ A OTESTOVÁNÍ DRŽÁKU VZORKŮ

Pro finální otestování funkčnosti a možnost vyzkoušení oživit mikromanipulátor dříve, než se dokumentace uvolní do výroby, byl opět pomocí 3D tisku vyroben další prototyp. Tento prototyp byl vytvořen dle finální dokumentace, do které již byly promítnuty výše uvedené změny a byla téměř připravena na odeslání do výroby.

Do vytištěného modelu byly instalovány již koupené piezomotory (viz obrázek 40) a následně byly připojeny ke kontroleru ANC350. Tento kontroler, který také dodává firma attocube, umožňuje připojení a řízení až tří pohonů současně. Pohony se dají ovládat přímo, díky ovládacímu panelu na kontroleru, nebo lze kontroler napojit k nadřazenému řídicímu systému a ovládat polohování přes něj.

Piezomotory byly po instalaci do modelu oživeny a rozpohybovány. Pohyb pohonů byl vyzkoušen v celém jejich rozsahu pro ověření bezproblémového chodu. Motory během zkoušení fungovaly plynule dle požadavků obsluhy a nedocházelo při pohybu k žádným kolizím či tření mezi součástmi.

Po vyrobení všech dílů držáku vzorků bude nutné celý držák sestavit, rozvést a připájet potřebné vodiče a znovu funkčnost celé sestavy včetně modulační cívky, teplotního senzoru a topného rezistoru otestovat v celém rozsahu pracovních podmínek v kryostatu spektrometru.



Obr. 40) a) Konečný prototyp držáku vzorků s instalovanými piezomotory  
 b) Prototyp saní s instalovaným piezomotorem



## 7 ZÁVĚR

Cílem této práce bylo vytvořit a otestovat konstrukční návrh nového dvouosého mikromanipulátoru sloužícího jako rotační držák vzorků pro měření v EPR spektrometru na CEITEC VUT ve skupině MOTES. Navrhovaný držák vzorků navazuje na již používaný jednoosý rotační držák, který je ale značně závislý na preciznosti ustavení měřeného krystalu na rotační tyčinku. Nový mikromanipulátor má pomocí přidání druhé osy pro orientaci vzorku zjednodušit a zrychlit obsluhu přípravu i samotné měření s možností orientace obou os přímo v kryostatu spektrometru. Tím se výrazně zkrátí doba prostojů, k nimž dochází v případě, že se po ochlazení vzorku ve spektrometru zjistí jeho nesprávná orientace a je nutné jej znovu ustavit na měřicí tyčinku a celý proces opakovat.

V rešeršní části práce byla uvedena základní teorie EPR spektroskopie a zkoumání anizotropních magnetických vlastností látek s nepárovými elektrony. Tím byla zdůvodněna nutnost otáčení vzorku během měření ve spektrometru. Dále se rešerše zabývá pohony pro přesné polohování vzorků v kryogenních podmínkách. Zde byly rozebrány primárně piezomotory z důvodu jejich vhodnosti pro zamýšlenou aplikaci. Také byly uvedeny příklady používaných mikromanipulátorů pro pohybování se vzorky včetně jednoosého rotačního držáku vzorků, na něž tato práce navazuje.

Další částí práce je analýza problému a systémový rozbor navrhovaného mikromanipulátoru. Dále byly dle požadavků navrženy tři koncepční varianty a pro další konstrukční zpracování byla multikriteriálním výběrem zvolena nejlepší z nich.

V části s konstrukčním řešením byl mikromanipulátor rozdělen do čtyř podsestav a byla popsána a vysvětlena funkce jednotlivých konstrukčních prvků každé podsestavy i fungování držáku vzorků jako celku. Byla také provedena MKP simulace teplotních dilatací, které jsou i při malých rozměrech držáku v požadovaném rozsahu teplot poměrně velké. Byla popsána tvorba prototypů pomocí 3D tisku, které pomáhaly při ověřování funkčnosti a ergonomie mikromanipulátoru.

Na závěr bylo provedeno oživení a otestování navrženého mikromanipulátoru v podobě vytištěného modelu s instalovanými piezomotory. Zkoušení ukázalo, že alespoň při pokojové teplotě navržená konstrukce funguje bez zásadních problémů a splňuje kladené požadavky.

Navržený držák vzorků je dále nutné dle vytvořené výrobní dokumentace vyrobit, sestavit, zprovoznit a vyzkoušet i v celém rozsahu vnějších vlivů, ve kterých má mikromanipulátor fungovat.

Po otestování by měl navržený mikromanipulátor sloužit pro měření vzorků s anizotropními magnetickými vlastnostmi. Obsluha zjednoduší ustavování a manipulaci se vzorky a eliminuje prostoje během měření díky možnosti orientace vzorku ve dvou osách přímo ve spektrometru.



## 8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] DUIN, Evert. *Electron Paramagnetic Resonance Theory* [online]. [cit. 2025-01-22]. Dostupné z: [https://webhome.auburn.edu/~duinedu/epr/1\\_theory.pdf](https://webhome.auburn.edu/~duinedu/epr/1_theory.pdf)
- [2] BRUSTOLON, Marina a Elio GIAMELLO, ed. *ELECTRON PARAMAGNETIC RESONANCE: A Practitioner's Toolkit*. Hoboken: Wiley, c2009. ISBN 978-0-470-25882-8.
- [3] SOJKA, Antonín. *DEVELOPMENT OF A NOVEL TERAHERTZ MAGNETIC RESONANCE SPECTROMETER FOR SPIN DYNAMICS INVESTIGATIONS*. Brno, 2022. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. CEITEC VUT.
- [4] HALLIDAY, David, Robert RESNICK a Jearl WALKER, DUB, Petr, ed. *Fyzika. 2. přeprac. vyd.* Brno: VUTIUM, c2013. Překlady vysokoškolských učebnic. ISBN 978-80-214-4123-1.
- [5] GOLDFARB, Daniella a Stefan STOLL. *EPR spectroscopy: fundamentals and methods*. Chichester: Wiley, 2018, xviii, 626 stran : ilustrace (některé barevné). ISBN 978-1-119-16299-5.
- [6] SOJKA, Antonín, Matuš ŠEDIVÝ, Adam LAGIŇ, Andrej GABRIŠ, Tomáš LÁZNIČKA, Vinicius Tadeu SANTANA, Oleksii LAGUTA a Petr NEUGEBAUER. Sample Holders for Sub-THz Electron Spin Resonance Spectroscopy. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* [online]. 2022, **2022**(71) [cit. 2025-02-10]. Dostupné z: doi:10.1109/TIM.2022.3164135
- [7] WEBER, R. T. *Xenon User's Guide: An EPR Primer*. Version 1.3. Billerica (Massachusetts): Bruker BioSpin Corporation, c2011.
- [8] LAGIŇ, Adam. *DESIGN OF NON-RESONANT SAMPLE HOLDERS*. Brno, 2020. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav konstruování.
- [9] GABRIŠ, Andrej. *Návrh držáku vzorku pro studium orientovaných krystalů pomocí vysokofrekvenční paramagnetické resonance*. Brno: Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2020. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie.
- [10] RUPITSCH, Stefan Johann. *Piezoelectric Sensors and Actuators: Fundamentals and Applications* [online]. Springer, 2018 [cit. 2024-12-14]. ISBN 978-3-662-57534-5. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1007/978-3-662-57534-5>
- [11] HURÁK, Zdeněk, Ondřej HOLUB a Martin ŠPILLER. Řízení piezoelektrických motorů pro mikropolohování. *AUTOMA* [online]. 2007, **2007**(04) [cit. 2024-12-17]. Dostupné z: [https://www.automa.cz/cz/casopis-clanky/rizeni-piezoelektricky-motoru-pro-mikropolohovani-2007\\_04\\_33904\\_626/?utm\\_source=chatgpt.com](https://www.automa.cz/cz/casopis-clanky/rizeni-piezoelektricky-motoru-pro-mikropolohovani-2007_04_33904_626/?utm_source=chatgpt.com)

- [12] *Piezomotory* [online]. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2021 [cit. 2024-12-16]. Dostupné z: <http://352lab.vsb.cz/Podklady/skripta2021/Piezomotory.pdf>
- [13] Atto3DR. *Attocube* [online]. c2025 [cit. 2025-01-30]. Dostupné z: <https://www.attocube.com/en/products/measurement-tools/atto3dr>
- [14] AttoTMS. *Attocube* [online]. c2025 [cit. 2025-01-30]. Dostupné z: <https://www.attocube.com/en/products/measurement-tools/attotms>
- [15] MÖBIUS, Klaus a Anton SAVITSKY. High-field/High-frequency EPR Spectroscopy in Protein Research: Principles and Examples. *Applied magnetic resonance* [online]. Vienna: Springer Vienna, 2023, **54**(2), 207-287 [cit. 2025-02-02]. ISSN 0937-9347. Dostupné z: doi:10.1007/s00723-022-01511-w
- [16] AIURA, Yoshihiro, Kenichi OZAWA a Makoto MINOHARA. A wide-angle drivable and high-precision sample goniometer for angle-resolved photoemission spectroscopy. *Measurement: journal of the International Measurement Confederation* [online]. Elsevier, 2023, **217**, 112866 [cit. 2025-02-05]. ISSN 0263-2241. Dostupné z: doi:10.1016/j.measurement.2023.112866
- [17] PEVERINI, Luca. *Study of the processes of layer growth and ion beam etching using specular and diffuse X-ray scattering* [online]. Grenoble, 2005. Dizertační práce. University Joseph Fourier.
- [18] CVITANIĆ, Tonči, Marin LUKAS a Mihael S. GRBIĆ. Two-axis goniometer for single-crystal nuclear magnetic resonance measurements. *Review of scientific instruments* [online]. MELVILLE: Amer Inst Physics, 2019, **90**(4), 043903-043903 [cit. 2025-02-05]. ISSN 0034-6748. Dostupné z: doi:10.1063/1.5075521
- [19] ANRv51/RES/LT - rotator (360° endless). *Attocube* [online]. c2025 [cit. 2025-03-18]. Dostupné z: <https://www.attocube.com/en/products/nanopositioners/low-temperature-nanopositioners/anrv51reslt-rotator-360-endless>
- [20] Glossary. *Attocube* [online]. c2025 [cit. 2025-03-18]. Dostupné z: [https://www.attocube.com/en/glossary?request\\_pid=212](https://www.attocube.com/en/glossary?request_pid=212)
- [21] ANGt101/RES/LT - goniometer for "theta" tilting. *Attocube* [online]. c2025 [cit. 2025-03-18]. Dostupné z: <https://www.attocube.com/en/products/nanopositioners/low-temperature-nanopositioners/angt101reslt-goniometer-theta-tilting>
- [22] SUCKERT, Maximilian. *Microwave Methods and Detection Techniques for Electron Spin Resonance* [online]. 2013 [cit. 2024-12-21]. Dostupné z: <https://www.semanticscholar.org/paper/Microwave-Methods-and-Detection-Techniques-for-Spin-Suckert/f8928626e69a4a5d3dc6b0eb6ab6c5ef3e29cde1#related-papers>
- [23] COLLINS, Danielle. What are walking piezo motors? *LINEAR MOTION TIPS* [online]. [cit. 2024-12-21]. Dostupné z: <https://www.linearmotiontips.com/what-are-walking-piezo-motors/>

- [24] *Magneto-Optical and THz Spectroscopy* [online]. © 2025 [cit. 2025-01-23]. Dostupné z: <https://spectroscopy.ceitec.cz/>
- [25] SPANNER, Karl a Burhanettin KOC. Piezoelectric Motor Using In-Plane Orthogonal Resonance Modes of an Octagonal Plate. *Actuators* [online]. 2018, 7(1) [cit. 2025-05-22]. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.3390/act7010002>



## 9 SEZNAM ZKRATEK, SYMBOLŮ, OBRÁZKŮ A TABULEK

### 9.1 Seznam zkratek

Atd.	A tak dále
CAD	Počítačová podpora konstruování
CEITEC	Středoevropský technologický institut
EPR	Elektronová paramagnetická rezonance
ERS	Elektronová spinová rezonance
FDM	Fused Deposition Modeling
HDPE	High-density polyethylene
HF-EPR	Vysokofrekvenční EPR
MOTES	Skupina Magneto-optické a THz spektroskopie
MW	Mikrovlny
Např.	například
Obr.	Obrázek
PEEK	Polyetheretherketon
PTFE	Polytetrafluorethylen
PZT	Olovo-zirkonát-titanát
SMD	Surface Mounted Device
SMM	Single-molecule magnet
Tab.	Tabulka
Tj.	To je
Tzv.	takzvaný
Var.	Varianta

### 9.2 Seznam symbolů

$A_{pp}$	[A/T]	velikost amplitudy (peak-to-peak) derivovaného signálu
$B$	[T]	velikost magnetické indukce
$B_0$	[T]	velikost magnetické indukce vnějšího pole
$B_1$	[T]	velikost magnetické indukce záření
$B_{res}$	[T]	velikost magnetické indukce potřebné pro rezonanci
$B_{mod}$	[T]	velikost magnetické indukce modulačního pole
$B_Z$	[T]	složka velikosti magnetické indukce v ose Z
$e$	[C]	elementární náboj

$E_{\alpha}$	[eV]	velikost potenciální energie ve stavu $\alpha$
$E_{\beta}$	[eV]	velikost potenciální energie ve stavu $\beta$
$E_{\alpha\beta}$	[eV]	velikost potenciální energie elektronu v mag. poli
$f$	[Hz]	frekvence elektromagnetického záření
$g$	[-]	Landeho faktor
$g_e$	[-]	Landeho faktor pro volný elektron
$g_x$	[-]	složka Landeho faktoru pro osu X
$g_y$	[-]	složka Landeho faktoru pro osu Y
$g_z$	[-]	složka Landeho faktoru pro osu Z
$g_{ax}$	[-]	Landeho faktor pro axiální symetrii
$g_{\perp}$	[-]	složka Landeho faktoru pro směr kolmý na B
$g_{\parallel}$	[-]	složka Landeho faktoru pro směr rovnoběžný s B
$h$	[J·s]	Planckova konstanta
$k_B$	[J·K]	Boltzmanova konstanta
$m_e$	[kg]	hmotnost elektronu
$M_s$	[-]	kvantové magnetické spinové číslo
$N_{\alpha}$	[-]	počet spinů s vyšší energetickou hladinou
$N_{\beta}$	[-]	počet spinů s nižší energetickou hladinou
$S$	[J·s]	spinový moment hybnosti
$S_z$	[J·s]	Z složka spinového momentu hybnosti
$T$	[K]	termodynamická teplota
$\Delta E$	[eV]	velikost energie při přechodu z jednoho stavu do druhého
$\Delta I$	[A]	velikost změny proudu
$\Delta B_{pp}$	[T]	vzdálenost extrémů v 1. derivaci absorbovaného signálu
$\Theta$	[°]	úhel mezi vektorem B a osou Z
$\mu_B$	[J/T]	Bohrův magneton
$\mu_s$	[J/T]	spinový magnetický dipólový moment
$\mu_{sz}$	[J/T]	spinový magnetický dipólový moment v ose Z
$\Phi$	[°]	úhel mezi průmětem vektoru B a osou X
$\hbar$	[J·s]	redukovaná Planckova konstanta

### 9.3 Seznam tabulek

Tab 1)	Vliv na poměr počtu spinů v energetických hladinách $\alpha$ a $\beta$ [8] .....	23
Tab 2)	Vlastnosti dvouosého držáku vzorků atto3DR [13] .....	32
Tab 3)	Multikriteriální výběr výsledné varianty řešení.....	46

## 9.4 Seznam obrázků

Obr. 1) Zeemanův jev a absorbovaný EPR signál [6] .....	19
Obr. 2) Anizotropní molekula s axiální symetrií [9].....	20
Obr. 3) Znázornění úhlové závislosti natočení vektoru magnetického pole [1].....	21
Obr. 4) Absorpční EPR signál a jeho první derivace [22] .....	22
Obr. 5) a) Změna rozlišení při různé velikosti frekvence záření [8].....	23
b) Vliv parametrů měření na výsledné EPR spektrum u vzorku TEMPO [5] .....	23
Obr. 6) HF-EPR spektrometr FRASCAN na CEITEC VUT [24] .....	24
Obr. 7) Schéma EPR spektroskopu s heterodynní detekcí [9].....	25
Obr. 8) Rozdělení piezomotorů [12].....	27
Obr. 9) Princip piezomotoru s využitím stojaté vlny [10] .....	28
Obr. 10) Princip fungování piezomotoru s postupnou elastickou vlnou [10].....	28
Obr. 11) Rázový piezomotor [25].....	29
Obr. 12) Skluzový piezomotor [10] .....	30
Obr. 13) Sekvence pohybu inchworm piezomotoru [10].....	31
Obr. 14) Princip funkce kráčejícího piezomotoru [23].....	31
Obr. 15) Dvouosý držák vzorků atto3DR [14] .....	32
Obr. 16) W-band Fabry-Perotův rezonátor s goniometrem pro monokrystaly [15].....	33
Obr. 17) Goniometr pro ARPES spektroskopii [16].....	34
Obr. 18) Držák vzorku pro studium vrstev pomocí rozptylu rentgenového záření [17].....	35
Obr. 19) Goniometr pro měření krystalů v NMR spektroskopii [18].....	36
Obr. 20) Aktuálně používaný rotační držák vzorků na CEITEC VUT [6].....	37
Obr. 21) Systémový rozbor navrhovaného mikromanipulátoru .....	41
Obr. 22) Koncepční varianta A .....	43
Obr. 23) Koncepční varianta B .....	44
Obr. 24) Koncepční varianta C .....	45
Obr. 25) Saně s rotačním piezomotorem, pohled zepředu.....	47
Obr. 26) Saně s rotačním piezomotorem, pohled zezadu .....	48
Obr. 27) Saně s rotačním piezomotorem, řez .....	49
Obr. 28) Rotační piezomotor ANRv51/RES/LT/HV .....	50
Obr. 29) Sloup s naklápěcím piezomotorem.....	51
Obr. 30) Sloup s naklápěcím piezomotorem, řez.....	52
Obr. 31) Naklápěcí piezomotor ANGt101/RES/LT/HV .....	53
Obr. 32) Vlnod s modulační cívkou.....	54
Obr. 33) Tělo držáku vzorků, celkový pohled .....	55
Obr. 34) Tělo držáku vzorků, otevřený pohled.....	56
Obr. 35) Celková sestava navrhovaného držáku vzorků .....	57
Obr. 36) Řez celkovou sestavou držáku vzorků .....	58
Obr. 37) Výsledek MKP výpočtu velikosti teplotních dilatací, celý model .....	59
Obr. 38) Výsledek MKP výpočtu velikosti teplotních dilatací, detail.....	60
Obr. 39) První prototyp navrhovaného držáku vzorků a) tělo a sloup, b) saně .....	61
Obr. 40) a) Konečný prototyp držáku vzorků s instalovanými piezomotory .....	
b) Prototyp saní s instalovaným piezomotorem.....	63



## 10 SEZNAM PŘÍLOH

- Výkresová dokumentace navrženého držáku vzorků
- CAD model navrženého držáku vzorků