



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

VYUŽITÍ DUTÝCH OPTICKÝCH VLÁKEN PRO TVORBU A MODIFIKACI NANOSTRUKTUR

APPLICATION OF HOLLOW CORE OPTICAL FIBERS FOR THE PRODUCTION AND MODIFICATION OF
NANOSTRUCTURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

MICHAEL DEJMEK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. RNDr. JIŘÍ SPOUSTA, Ph.D.

BRNO 2024

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Michael Dejmek**
Studijní program: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Studijní obor: bez specializace
Vedoucí práce: **prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.**
Akademický rok: 2023/24

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

Využití dutých optických vláken pro tvorbu a modifikaci nanostruktur

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Měření topografických, optických a elektrických vlastností povrchů vzorků v komoře elektronového mikroskopu patří k novým a velmi slibným metodám charakterizace nanostruktur. Elektronové mikroskopy jsou ale stále častěji využívány i pro přípravu a modifikaci nanostruktur. Tato práce se zaměří na vývoj metody přímého ovlivňování povrchu vzorků v komoře mikroskopu využitím intenzivního laserového světla.

Cíle bakalářské práce:

- Shrňte problematiku vedení světla optickými vlákny
- Prověřte možnosti přivedení laserového světla do komory SEM mikroskopu s ohledem na jeho detektory, navrhněte vhodné řešení
- Proveďte lokální modifikaci povrchu vzorku intenzivním světlem v komoře elektronového mikroskopu s možností lokálního ovlivnění atmosféry

Seznam doporučené literatury:

VŮJTEK, Milan; KUBÍNEK, Roman a MAŠLÁŇ, Miroslav. Nanoskopie. V Olomouci: Univerzita Palackého, 2012. ISBN 978-80-244-3102-4.

Advanced fiber sensing technologies. Editor Lei WEI. Progress in optical science and photonics. Singapore: Springer, 2020. ISBN 978-981-15-5506-0.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2023/24

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Tato bakalářské práce se zabývá vývojem SPM sondy nové generace, konkrétně tvorbou a modifikací nanostruktur v komoře elektronového mikroskopu. V rámci předložené práce se věnujeme popisu vedení světla v standardních optických vláknech a popisu vedení světla a plynu vlákny na bázi fotonického krystalu. Dále popisujeme využití metody (depozice indukovaná elektronovým svazkem, depozice z plynné fáze) pro tvorbu nanostruktur. V experimentální části se věnujeme návrhu a následnému testování sestav využitých pro tvorbu nanostruktur. Výsledky ukazují, že námi použitá metoda je úspěšná a nabízí tak novou možnost tvorby nanostruktur na Ústavu fyzikálního inženýrství, FSI VUT.

Summary

This bachelor thesis deals with the development of a new generation of SPM probes, specifically the creation and modification of nanostructures in SEM. In the framework of the presented work, we describe the light guidance in standard optical fibers and the light and gas guidance through photonic crystal fibers. We also describe the methods used (electron beam induced deposition, chemical vapour deposition) for the creation of nanostructures. In the experimental part we discuss the design and subsequent testing of the setups used for the creation of nanostructures. The results show that our method is successful and thus offers a new possibility for the creation of nanostructures at the Institute of Physical Engineering, FME BUT.

Klíčová slova

duté optické vlákno, depozice z plynné fáze, SEM, SPM, nanostruktury, spousta metanu

Keywords

photonic crystal fiber, chemical vapour deposition, SEM, SPM, nanostructures, lots of methane

DEJMEK, M. *Využití dutých optických vláken pro tvorbu a modifikaci nanostruktur*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2024. 41 s. Vedoucí prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci na téma *Využití dutých optických vláken pro tvorbu a modifikaci nanostruktur* vypracoval samostatně pod odborným vedením prof. RNDr. Jiřího Spousty, Ph.D., a že veškerá použitá literatura je uvedena v seznamu literatury.

Michael Dejmek

Na začátek bych chtěl poděkovat především svému vedoucímu prof. RNDr. Jiřímu Spoustovi, Ph.D., za jeho odborné rady a nespočetné množství naučných a motivačních konzultací týkajících se této práce a běžného života. Také mu patří můj velký dík za vypůjčené knihy a za korektury této práce.

Dále bych chtěl poděkovat Ing. Zdeňkovi Nováčkovi, Ph.D., za pomoc s elektronovou mikroskopií a za jeho odborné vedení v předmětu semestrální projekt, který mi dal mnoho znalostí nutných pro tuto práci.

Děkuji také Ing. Martinu Konečnému, Ph.D., za pomoc s Ramanovou spektroskopií a za konzultace týkající se daného tématu.

Ing. Lukášovi Zezulkovi bych chtěl poděkovat za pomoc s SPM mikroskopem LiteScope a za pomoc při práci v laboratoři.

Bc. Jiřímu Spoustovi bych chtěl poděkovat za pomoc v laboratoři a za pomoc při výrobě vzorků pro tuto práci.

Na závěr bych chtěl vyjádřit mé srdečné díky mojí rodině, která mě vždy podporovala a to v ve chvílích, kdy se vše nedařilo tak, jak jsem si představoval. Taky bych chtěl poděkovat svým kamarádům spolužákům, zvláště těm, se kterými se scházíme v kafárně. Bez vás bych to nezvládl

Tato práce byla z části podpořena projektem INCHAR (FW03010504 Vývoj in-situ technik pro charakterizaci materiálů a nanostruktur) se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci programu TREND.

Michael Dejmek

Obsah

Úvod	1
1 SPM sonda nové generace	3
2 Optická vlákna	5
2.1 Standardní optické vlákna	5
2.2 Optická vlákna na bázi fotonického krystalu	7
2.2.1 Vlákna na bázi fotonického krystalu s plným jádrem	7
2.2.2 Optická vlákna na bázi fotonického krystalu s dutým jádrem	9
3 Vedení plynu kapilárami	11
3.1 Proudění plynu	11
3.2 Rozdělení typu proudění podle Knudsenova čísla	12
3.3 Vedení plynu v dutém optickém vlákně	13
4 Metody ovlivnění povrchu vzorku	15
4.1 Depozice indukovaná elektronovým svazkem	15
4.2 Chemická depozice z plynné fáze	16
5 Úpravy elektronového mikroskopu	17
5.1 Detektor	17
5.2 Vakuový mikromanipulátor	17
5.3 LiteScope	18
6 Možnosti přivedení plynu	19
6.1 Použitá optická vlákna	19
6.2 Metoda využívající jedno vlákno u povrchu vzorku	20
6.3 Metoda využívající dvě vlákna u povrchu vzorku	23
6.4 Shrnutí použité metody dvou vláken	24
7 Sestava využívající LiteScope a vlákno na SPM sondě	27
7.1 Použitá experimentální sestava	27
7.2 Provedené experimenty	29
7.3 Depozice z CH ₄ na tenkou vrstvu zlata	30
7.4 Depozice na křemíkový substrát	32
7.5 Analýza depozice na křemíkový substrát	32
Závěr	35
Literatura	37
Seznam použitých zkratk	41

Úvod

V rámci této práce se budeme věnovat části vývoje multifunkční SPM sondy nové generace. Tato práce je součástí projektu INCHAR (FW03010504 Vývoj in-situ technik pro charakterizaci materiálů a nanostruktur) se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci programu TREND.), který finančně podporuje vývoj nových multifunkčních SPM sond s využitím pro elektronovou mikroskopii. Tato sonda bude nabízet možnost korelativního měření za pomoci sondové a elektronové mikroskopie (CPEM - Correlative Probe and Electron Microscopy). Techniky korelativního měření jsou v dnešní době stále více populární. Nad rámec těchto korelativních měření bude multifunkční sonda nové generace, popsána v kapitole 1, umožňovat lokální ovlivňování povrchu vzorku. Pomocí této multifunkční sondy bude možné lokálně fázově měnit nebo odpařovat povrch vzorku. Dále bude tato sonda umožňovat lokální tvorbu a modifikaci nanostruktur za pomoci intenzivního světelného svazku a pracovního plynu. Této části vývoje SPM sondy se bude věnovat předložená bakalářská práce. Velkou výhodou bude možnost analyzovat tyto námi vytvořené struktury in-situ právě pomocí metod korelativní mikroskopie.

Na počátku této práce budeme nejdříve popisovat metody a teoretické znalosti nutné k pochopení problematiky související s využitím dutých optických vláken pro tvorbu a modifikaci nanostruktur. V kapitole 2 se budeme věnovat problematice vedení světla optickými vlákny standardního typu a typu na bázi fotonického krystalu. Jelikož pro nás bude důležité přivedení pracovního plynu (metan) k povrchu plynu, budeme se v kapitole 3 věnovat této problematice. Metody, s nimiž bychom mohli tvořit nanostruktury na povrchu vzorku, popíšeme v kapitole 4. Jelikož metoda tvorby a modifikace nanostruktur za pomoci intenzivního světelného světla a přivedeného pracovního plynu do komory elektronového mikroskopu je zcela inovativní, budeme se v kapitole 5 věnovat nutným konstrukčním úpravám použitého elektronového mikroskopu.

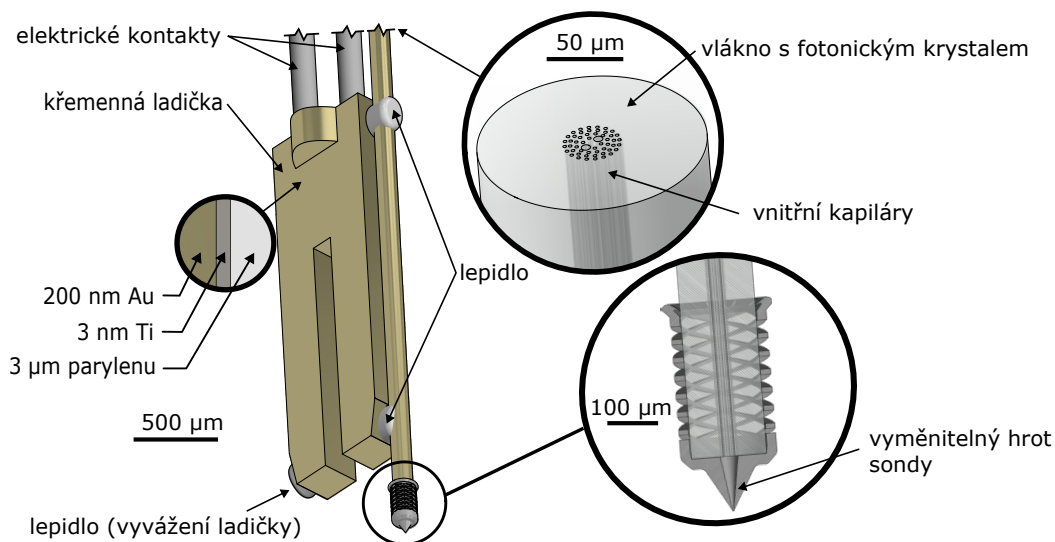
V kapitolách 6 a 7 budeme popisovat námi provedené experimenty, které vedou k potvrzení možnosti využití této metody pro tvorbu a modifikaci nanostruktur. Taktéž se ale budeme věnovat experimentům, které nebyly příliš úspěšné, ale pro vývoj SPM sondy nové generace jsou rovněž důležité. Ukazují totiž slepé uličky, které by nevedly k vytouženému výsledku. Na závěr této práce se budeme věnovat analýze nejúspěšnějších experimentů pomocí Ramanovy spektroskopie, od níž si slibujeme alespoň přibližné určení složení vrstev nadeponovaných na povrchu vzorku.

1. SPM sonda nové generace

V rámci této práce jsme se zabývali částí vývoje SPM sondy nové generace. Tato sonda je vyvíjena v rámci projektu INCHAR (FW03010504 Vývoj in-situ technik pro charakterizaci materiálů a nanostruktur), se státní podporou Technologické agentury ČR v rámci programu TREND. Mikroskopie skenující sondou (SPM - Scanning Probe Microscopy) využívá různé metody ke stanovení struktury povrchu v subatomárním rozlišení. V závislosti na zvoleném typu sondy a vlastnostech materiálu, jež chceme zkoumat, můžeme pomocí různých technik SPM získat o vzorku důležité informace, jako jsou například výškový profil, elektrická a magnetická odezva materiálu a mnoho dalších.

Námi vyvíjená SPM sonda nové generace bude umožňovat charakterizaci topografie povrchu, stejně jako ostatní typy SPM sond, ale na rozdíl od nich bude umožňovat i lokální modifikaci povrchu vzorku. Základem této multifunkční sondy je komerčně dostupná křemenná ladička. Tato ladička se běžně využívá i v jiných odvětvích, než je mikroskopie, slouží například jako frekvenční normál v hodinách. Pro využití v elektronové mikroskopii je nutné zaizolovat elektricky vodivé části. Toho dosáhneme nanesením tenké vrstvy (3 μm) parylenu. Poté celou sondu pokovíme vrstvou (200 nm) zlata. Pokovení zamezuje nabíjení sondy v komoře elektronového mikroskopu během současného měření SEM a SPM. Dále nám také dovoluje přivést napětí na hrot SPM sondy nové generace, což je důležité pro některé plánované techniky modifikace vzorků.

Po nanesení tenké vrstvy zlata na ladičku připevníme standardní nebo duté optické vlákno v závislosti na požadované funkci. Další možností je nasazení nástavce vyrobeného dvoufotonovým 3D tiskem. Tento nástavec umožňuje lepší přívod a sběr světla a usměrněné přivedení pracovního plynu k povrchu vzorku.



Obrázek 1.1: Schéma SPM sondy nové generace, převzato z [1], diplomová práce Ing. Lukáše Zezulky.

SPM sonda nové generace v konfiguraci z obrázku 1.1 umožňuje korelativní měření charakteristik vzorku jako je například AFM topografie, CAFM, katodoluminiscence, Ramanova spektroskopie vše za současného pozorování elektronovým mikroskopem.

Vzhledem k tomu, že tato multifunkční SPM sonda nové generace umožňuje nejen pozorování, ale i ovlivnění vzorku mnoha způsoby (intenzivní světlo, plyn, napětí), je množství metod, které lze pro tyto modifikace využít, poměrně rozsáhlé. Při použití světla můžeme fázově přeměnit nebo roztavit část vzorku a při přivedení plynu může světlo zahřát povrch vzorku tak, že dojde k chemickým reakcím mezi atomy povrchu a plynu. To může sloužit k provedení chemických reakcí jako je například lokální hydrogenace, nebo oxidace. Při přivedení napětí a vodní páry na hrot SPM sondy nové generace můžeme lokálně anodicky oxidovat povrch vzorku. Další možností je například depozice prvků na vzorek pomocí molekul vhodného plynného prekurzoru a elektronového svazku. V našem případě jsme se snažili vytvořit na povrchu vzorku vrstvu uhlíku rozkladem molekul CH_4 .

2. Optická vlákna

Jedním z prvních úkolů této bakalářské práce je shrnout problematiku vedení světla optickými vlákny. Optická vlákna tvoří základní prvek, nutný pro naše následující experimenty. V následujících částech shrneme principy vedení světla standardními optickými vlákny, popíšeme, jak se světlo šíří v dutých optických vláknech a také se budeme věnovat popisu šíření plynu těmito dutými vlákny.

Optické vlákno je plastový nebo skleněný vlnovod skládající se z několika vrstev umožňujících přenos elektromagnetického záření. Optická vlákna jsou všestranně využívaná a nachází uplatnění nejčastěji v komunikačních systémech, senzorech, medicíně a jiných odvětvích. V našem případě poslouží k lokálnímu přivedení intenzivního laserového svazku k povrchu vzorku v komoře elektronového mikroskopu. V následujících částech začneme nejdříve s popisem standardně používaných optických vláken. Dále se budeme věnovat optickým vláknům z fotonického krystalu. Velkou výhodou těchto vláken je, že obsahují kapiláry, které umožňují za určitých podmínek přivedení pracovního plynu k povrchu vzorku.

2.1. Standardní optické vlákna

Konvenčně používané singlemódová a multimódová vlákna se skládají ze tří částí. Nejsvrchnější část je tvořena nejčastěji materiálem vytvořeným z akrylátů či polyamidů a slouží pouze k ochraně dvou vnitřních částí před mechanickými vlivy. K přenosu elektromagnetického záření slouží pouze dvě vnitřní části - jádro a plášť. Tyto dvě části optického vlákna jsou nejčastěji tvořeny oxidem křemičitým a pro dosažení optimálních vlastností jsou dopovány nejrůznějšími chemickými prvky, jako jsou například fluor či germanium. Příměsí těchto prvků je dosaženo odlišného indexu lomu jádra a obalu. To je velmi důležité, neboť přenosu elektromagnetického záření je dosaženo principem totálního odrazu na rozhraní jádra a obalu [2], [3], [4].

Toto pravidlo vychází ze Snellova zákona:

$$n_1 \sin \alpha_1 = n_2 \sin \alpha_2, \quad (2.1)$$

kde jsme schopni za podmínek $n_1 > n_2$ a $\alpha_2 = 90^\circ$ určit mezní úhel α_m , při kterém by se světlo přicházející z jádra na rozhraní jádra a obalu dále šířilo právě po tomto rozhraní.

Pro mezní úhel α_m platí:

$$\alpha_m = \arcsin \frac{n_2}{n_1}. \quad (2.2)$$

S principem totálního odrazu v jádře úzce souvisí numerická apertura NA. Numerická apertura je bezrozměrná veličina, která popisuje, pod jakým maximálním úhlem může dopadnout paprsek elektromagnetického záření na systém, aby mohl být dále přenesen daným systémem. Pro vlákno nacházející se ve vzduchu vycházíme ze vztahu:

$$NA = n \sin \alpha = \sqrt{n_1^2 - n_2^2}, \quad (2.3)$$

kde n je index lomu prostředí okolo vlákna, n_1 je index lomu jádra a n_2 je index lomu obalu. Numerická apertura kvantitativně popisuje schopnost vlákna pojmout světlo

z okolního prostředí. Platí, že čím vyšší je hodnota numerické apertury, tím jednodušší je navázat světlo ze zdroje do vlákna [2], [5].

Po navázání světla do vlákna dochází k přenosu jednotlivých optických módů vláknem. Každý optický mód popisuje potenciální cestu, díky níž se světlo může šířit a interagovat v rámci optického vlákna. Jednotlivé módy vycházejí z řešení vlnové rovnice pro elektrickou intenzitu \mathbf{E} a magnetickou intenzitu \mathbf{H} s přihlédnutím k okrajovým podmínkám daného vlákna [6].

V závislosti na optických (resp. materiálových) vlastnostech vlákna, jako je například index lomu jádra a obalu, průměr jádra, a na vlnové délce použitého světla může vlákno podporovat šíření od jednoho módu až po několik tisíců módů. Pokud vlákno podporuje šíření pouze jednoho módu, tak ho nazýváme singlemódovým vláknem, v opačném případě multimódovým [2].

Počet módu, jež se mohou šířit v optickém vlákně, můžeme odhadnout pomocí bezrozměrné veličiny V :

$$V = \frac{2\pi a}{\lambda} \text{NA}, \quad (2.4)$$

kde a je poloměr jádra, λ je vlnová délka světla a NA je numerická apertura. V případě, že je veličina V menší než 2,4048, což je kořen Besselovy funkce prvního druhu J_0 , podporuje vlákno pouze šíření jednoho módu.

Pro multimódová vlákna lze přibližně určit počet módů M pomocí vztahu [5]:

$$M \approx \frac{V^2}{4}. \quad (2.5)$$

Poslední veličinou, která je důležitá pro charakterizaci světelného svazku vystupujícího z singlemódového optického vlákna, je mode field diameter (MFD). Jelikož tato veličina nemá český ekvivalent, budeme v rámci této práce používat její anglický název a zkratku MFD. Tato veličina je pro charakterizaci vláken použitých v této práci důležitá, neboť pro popis světelného svazku vstupujícího a vystupujícího z singlemódového vlákna poskytuje numerická apertura pouze základní informaci o chování daného vlákna. Naopak MFD je komplexní funkce, jejíž hodnota závisí na průměru jádra, indexu lomu jádra a obalu a na hodnotě vlnové délky světelného paprsku šířícím se vláknem.

I když se většina světla šíří jádrem, malá část intenzity se šíří obalem. Při aproximaci svazku vycházejícího z vlákna pomocí gaussovského svazku popisuje mode field diameter průměr kružnice, na níž dojde k poklesu intenzity světla na $1/e^2$ hodnoty maximální intenzity. Mode field diameter je většinou mírně větší než průměr jádra singlemódového vlákna. Mode field diameter umožňuje efektivně vypočítat rozbíhavost svazku a následně velikost stopy v určité vzdálenosti od vlákna [2].

Pro výpočet poloměru světelného svazku w vystupujícího z vlákna můžeme využít následující vztah [7]:

$$w = \frac{\text{MFD}}{2} \sqrt{1 + \left(\frac{z}{z_R}\right)^2}, \quad (2.6)$$

kde MFD je mode field diameter optického vlákna, z je vzdálenost na ose vlákna, z_R je Rayleighova vzdálenost.

Rayleighovu vzdálenost definujeme pro gaussovský svazek, kterým při našich výpočtech aproximujeme světelný svazek následujícím způsobem:

$$z_R = \frac{\pi}{\lambda} \left(\frac{\text{MFD}}{2} \right)^2, \quad (2.7)$$

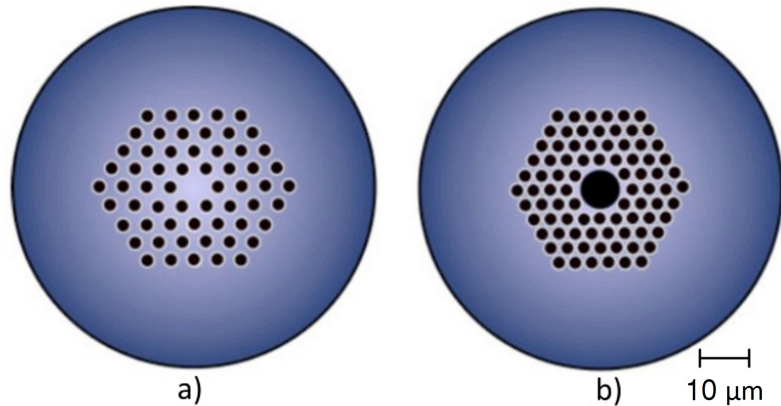
kde λ je vlnová délka použitého světla a MFD je mode field diameter [7].

2.2. Optická vlákna na bázi fotonického krystalu

Dalším typem optických vláken jsou vlákna pracující na bázi fotonického krystalu. Tato vlákna mohou mít v závislosti na určené funkci plné či duté jádro obklopené periodicky uspořádanými kapilárami.

Vlákna z fotonického krystalu byla navržena a zkonstruována relativně nedávno. Za objev vláken z fotonického krystalu vděčíme vědcům z univerzity v Bath, kteří v roce 1996 představili první funkční vlákno z fotonického krystalu s plným jádrem. Vzhledem k tomu, že tyto vlákna umožňují nejen přenos světla, ale díky kapiláram i přenos plynu, našla tato vlákna uplatnění v mnoha odvětvích. Jsou hojně využívána například v senzorech, interferometrech, nebo například pro povrchově zesílenou Ramanovu spektroskopii [13], [9].

Naším cílem je dutinkami v těchto vláknech přivést pracovní plyn k povrchu vzorku v komoře elektronového mikroskopu. Jelikož mají dutinky rozměry v řádu mikrometrů, je možné přivádět plyn molekul prekurzoru lokálně k určitému místu vzorku, aniž by došlo k přílišné kontaminaci komory mikroskopu a následnému zvýšení tlaku v komoře.



Obrázek 2.1: Vlákno na bázi fotonického krystalu s plným jádrem a) a dutým jádrem b).

2.2.1. Vlákna na bázi fotonického krystalu s plným jádrem

Standardně jsou vlákna z fotonického krystalu tvořena z křemenného skla. Jelikož jsou tvořena z jednoho materiálu a nenachází se v nich skokové rozhraní jádra a obalu, musí k přenosu světla docházet poněkud odlišným způsobem, než u standardně konvenčně používaných optických vláken. K šíření světla se využívá kapilár, které jsou periodicky uspořádané okolo jádra. Dutinky se nejčastěji nacházejí v trojúhelníkové bázi [10], [9].

Jelikož vlákno na bázi fotonického krystalu nemá oddělené jádro a obal, nelze pro popis šíření světla vlákem použít jednoduché vztahy z části 2.1 pro standardní optická vlákna. Birks *et al.* [11], vynálezci optického vlákna, prezentovali svůj model pro šíření světla v těchto vláknech a díky němu byli schopni zjistit V_{eff} pro vlákna na bázi fotonického krystalu podobně jako pro standardní optická vlákna v rovnici 2.4. Jejich model spočívá

v numerické aproximaci indexu lomu oblasti s dutinkami pomocí takzvaného efektivního indexu lomu n_{eff} .

Podobně jako u optických vláken s plným jádrem i vlákna z fotonického krystalu podporují v závislosti na jejich optomateriálových vlastnostech a na vlnové délce propagujícího se světla určité množství optických módů. Počet módů ve vlákne z fotonického krystalu podobně jako u standardních optických vláken v rovnici 2.4 charakterizuje pomocí V_{eff} :

$$V_{\text{eff}} = \frac{2\pi\Lambda}{\lambda} \sqrt{n_0 - n_{\text{eff}}}, \quad (2.8)$$

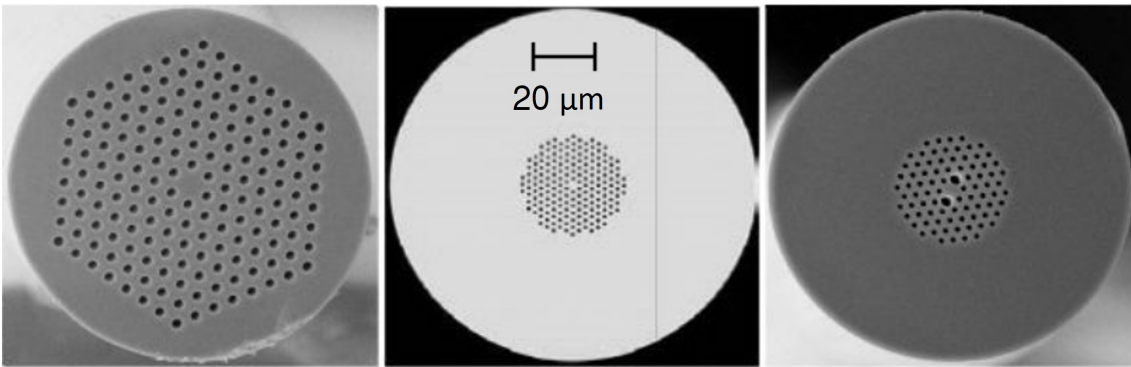
kde n_0 je index lomu materiálu vlákna, Λ je vzdálenost středů dvou dutinek a n_{eff} je efektivní index lomu části vlákna s dutinkami [11]. Pokud je V_{eff} menší než 2,4048, podporuje vlákno na bázi fotonického krystalu propagaci pouze jednoho optického módu [11], [12].

Jelikož se ve vzorc i2.8 nachází veličina Λ a efektivní index lomu n_{eff} , který na něm a na průměru dutinek d závisí, tak můžeme vhodnou volbou poměru d/Λ a vhodným uspořádáním dutinek dosáhnout toho, že se vlákem bude pro všechny vlnové délky šířit pouze fundamentální mód. Toto nastane při $d/\Lambda < 0,4$ [13].

Pokud chceme popsat šíření světla v vláknech na bázi fotonického krystalu, musíme použít komplexnější vztahy, než pouhý totální odraz jako to bylo u standardně používaných optických vláken. Pro analytické řešení popisu šíření světla ve vláknech na bázi fotonického krystalu bychom museli přistoupit na řešení Helmholtzovy rovnice [14]

$$\Delta^2 \mathbf{E} + (k_0^2 n^2 - \beta) \mathbf{E} = 0, \quad (2.9)$$

kde k_0 je vlnové číslo ve vakuu, β je propagační konstanta a n je index lomu závisící na poloze ve vlákne. Pro analytické řešení bychom byli nuceni zavést mnohé aproximace. Řešení této rovnice vede na Besselovy funkce prvního druhu. Další možností je přejít na numerické řešení. Pro tyto metody výpočtu šíření světla ve fotonickém krystalu se využívají například Metoda konečných diferencí v časové doméně nebo Fourierova modální metoda [11], [12].

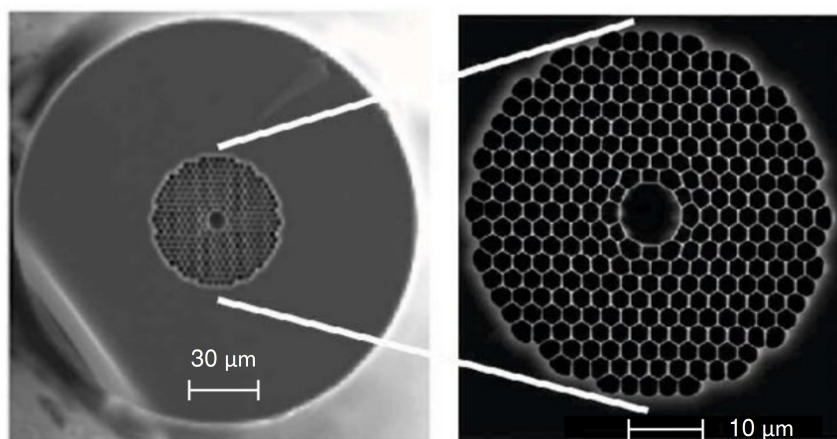


Obrázek 2.2: SEM obrázek různých typů optických vláken na bázi fotonického krystalu s plným jádrem, převzato z [15].

2.2.2. Optická vlákna na bázi fotonického krystalu s dutým jádrem

Posledním typem vláken, kterým se budeme zabývat jsou vlákna na bázi fotonického krystalu s dutým jádrem. Stejně jako vlákna z fotonického krystalu s plným jádrem jsou tvořena z křemenného skla. Na rozdíl od nich je ale pro tento typ vláken charakteristická dutina o průměru v řádech mikrometrů nacházející se ve středu vlákna. Tato centrální dutina je periodicky obklopena mnoha dutinkami menších průměrů. Jelikož index lomu jádra závisí na použitém plynu v jádře a blíží se 1 zprava, nelze pro přenos světla využít totálního odrazu, neboť index lomu jádra bude vždy menší než index lomu oblasti s dutinami. K přenosu světla slouží jiný princip. Pro šíření světla v těchto vláknech se využívá pásové struktury dutin. Pásovou strukturu mohou v tomto případě tvořit materiály s periodicky se opakujícím dielektrickým profilem. Tato pásová struktura zamezuje šíření elektromagnetického záření o určitých frekvencích a způsobuje vedení světla dutým jádrem [9], [12], [16].

Pro naše experimenty je existence centrální dutiny velkou výhodou, ta totiž může sloužit k podstatně většímu toku plynu, než je tomu v případě vláken na bázi fotonického krystalu s plným jádrem. Nevýhodou těchto vláken je vzhledem k jejich náročné výrobě vyšší pořizovací cena.



Obrázek 2.3: SEM obrázek vlákna na bázi fotonického krystalu s dutým jádrem, převzato a upraveno z [17].

3. Vedení plynu kapilárami

Jedním z úkolů bakalářské práce bylo přivedení plynu k povrchu vzorku. K tomu nám slouží dutá optická vlákna, která byla popsána v předchozí kapitole. V této kapitole se budeme věnovat vedení plynu v těchto vláknech. Tento problém se dá zjednodušeně charakterizovat jako proudění plynu kapilárami, pro něž platí, že jejich délka je mnohem větší než průřez kapiláry. V závislosti na tlaku v kapiláře se pro přenos plynu uplatní různé typy proudění plynu.

3.1. Proudění plynu

Základní veličinou, která charakterizuje pohyb molekul v prostředí o určitých vlastnostech, je střední volná dráha molekul. Je to průměrná dráha, kterou je molekula schopna urazit předtím, než se srazí s další molekulou. Střední volnou dráhu popisujeme vztahem:

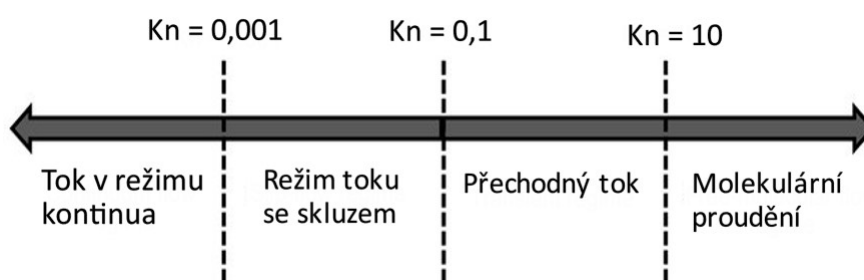
$$\lambda = \frac{k_B T}{\pi d_m^2 p \sqrt{2}}, \quad (3.1)$$

kde k_B je Boltzmannova konstanta, T je termodynamická teplota, d_m^2 je kvadrát průměru molekuly a p průměrný tlak okolí [18].

Tato střední volná dráha bezprostředně souvisí s bezrozměrným Knudsenovým číslem, které lze popsat vztahem

$$\text{Kn} = \frac{\lambda}{L}, \quad (3.2)$$

kde λ střední volná dráha již dříve zmíněná v rovnici 3.1 a L je charakteristický rozměr daného systému. V našem případě to je průměr kapiláry, v níž se nachází plyn. Knudsenovo číslo je veličina, která v závislosti na jeho velikosti popisuje typ proudění. V jednotlivých případech lze tedy proudění plynu rozdělit na několik typů podle velikosti Knudsenova čísla. V závislosti na velikosti Knudsenova čísla rozlišujeme kontinuální tok, tok se skluzem, přechodný tok a molekulární proudění [18], [19], jak můžeme vidět na obrázku 3.1.



Obrázek 3.1: Typy proudění v závislosti na velikosti Knudsenova čísla, převzato a upraveno z [20].

3.2. Rozdělení typu proudění podle Knudsenova čísla

Tok v režimu kontinua

Pokud se Knudsenovo číslo blíží 0, hovoříme o toku v režimu kontinua. V tomto režimu předpokládáme, že střední volná dráha je velmi malá vzhledem k rozměrům kapiláry. To má za následek, že tekutinu makroskopicky charakterizujeme z vnějšku jako souvislou látku na vzdálenostech mnohem větších, než je střední volná dráha, a ne jako soubor individuálních částic. Jelikož střední volná dráha molekul je mnohem menší než rozměr charakteristický pro daný systém, má kolize jednotlivých částic mezi sebou větší pravděpodobnost než kolize molekul se stěnami [21], [22].

Charakteristickým znakem tohoto typu proudění je předpoklad, že rychlost toku tekutiny na hranicích systému (např. hrana potrubí) je nulová, neboť molekuly tekutiny mají omezenou střední volnou dráhu a na rozhraní stěny potrubí na ně působí třecí síla, která jim zamezuje v pohybu [22].

Základní rovnicí pro popis proudění v tomto režimu je Navierova-Stokesova rovnice. Rychlostní profil kontinuálního toku má tvar paraboly s maximem na ose paraboly a s minimem na stěnách kapiláry [21].

Režim toku se skluzem

Režim toku se skluzem charakterizuje systémy, které mají velikost Knudsenova čísla v rozsahu od 0,001 do 0,1. Pro tento režim je charakteristické, že již není možné zanedbat velikost rychlosti proudění tekutiny na okraji systému, neboť velikost střední volné dráha se blíží charakteristickému rozměru systému a srážky se stěnou jsou méně časté. Tento režim stejně jako v přechodném případě popisuje Navierova-Stokesova rovnice, ale v tomto případě rozšířená o hraniční podmínku kluzného toku na rozhraní tekutiny a stěny. Tato hraniční podmínka přidává do výpočtu vliv třecí síly na pohyb molekul na okraji systému. Pro tvar rychlostního profilu režimu kontinuálního toku se skluzem platí, že vychází z parabolického profilu a je pozměněn kvůli započtení hraničních podmínek [23], [22].

Přechodný tok

Přechodný tok, jak již název napovídá, je přechodný jev nastávající v podmínkách mezi kontinuálním tokem a molekulárním prouděním. Nastává, pokud je velikost střední volné dráhy molekul srovnatelná s charakteristickým rozměrem systému. V tomto režimu se projevují vlastnosti kontinuálního toku i volného toku molekul. Pro popis tohoto toku plynu slouží Boltzmannova rovnice, neboť na rozdíl od Navierovy-Stokesovy rovnice započítává vliv srážek mezi molekulami, které v tomto režimu získávají na důležitosti. Pro numerické řešení můžeme použít například přímou simulaci Monte Carlo (DSMC - Direct Simulation Monte Carlo) [24], [22].

Molekulární proudění

Posledním typem proudění je molekulární proudění. To nastává pro $Kn > 10$, tedy když je střední volná dráha alespoň 10 krát větší než charakteristická velikost systému. V tomto případě téměř nedochází ke vzájemné kolizi molekul, a ty se pohybují nezávisle na ostatních molekulách. Plyn již tedy nelze považovat spojitou látku a ke změnám rychlosti molekul dochází nejčastěji při srážkách se stěnami. Plyn můžeme popsat pomocí kinetické

teorie plynů. V tomto případě se pro popis systému používá bezkolizní Boltzmannova rovnice a pro numerické řešení můžeme použít již výše zmíněnou DSMC metodu [24], [23].

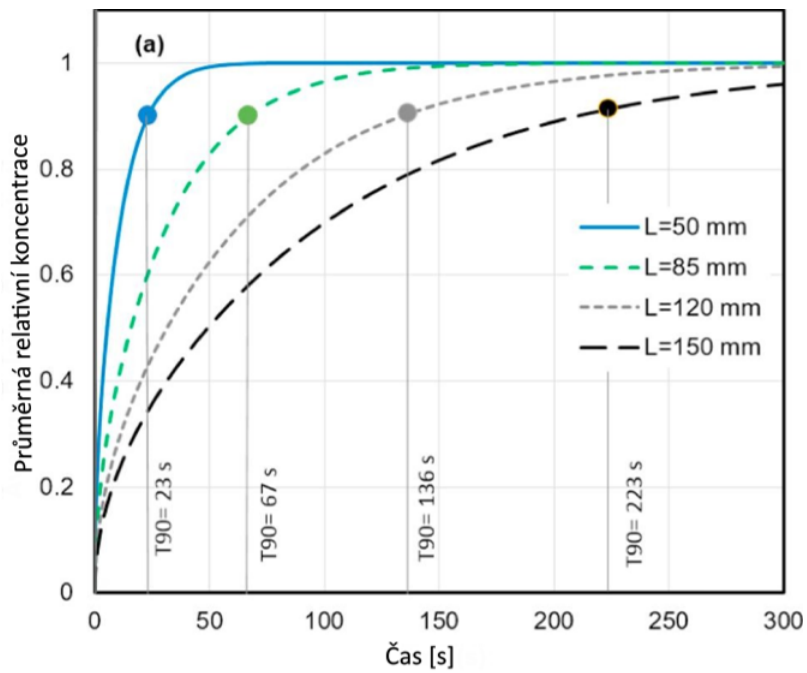
3.3. Vedení plynu v dutém optickém vlákně

Dutá optická vlákna jsou velmi často používána jako senzory pro analýzu chemického složení plynů v různých systémech. Jednou z dalších možností, k nimž mohou dutá optická vlákna sloužit a se kterou se v rámci naší bakalářské práce potýkáme, je usměrněné vedení plynu kapilárami k povrchu vzorku. Pro popis vedení plynu těmito kapilárami čerpáme z předchozí části, v níž se teoreticky věnujeme proudění plynu kapilárami. V této části na tyto nabyté znalosti navážeme a budeme se věnovat již provedeným experimentům, které se danému tématu věnují. Díky nim budeme moci popsat pro naši práci důležité veličiny spjaté s naší experimentální sestavou, jako jsou například maximální délka použitého vlákna, nebo objemový průtok plynu vláknem. V závislosti na rozdílu tlaku na vstupu a na výstupu lze rozdělit vedení plynu na dvě části podle toho jaké proudění plynu převažuje. Jednou možností je využití difuze plynu. Tento proces pro nás není příliš vhodný, neboť difuze pracovního plynu vzduchem, který je původně přítomný uvnitř kapilár je časově náročná a výsledný průtok plynů není příliš velký.

Druhou možností je využití tlakového rozdílu mezi vstupem a výstupem. Díky tomu jsme schopni využít i jiné typy vedení pracovního plynu, než je jeho difuze. To má za následek mnohem rychlejší nahrazení toku vzduchu z kapilár tokem pracovního plynu. Narůstající rozdíl tlaků rovněž pozitivně ovlivňuje objemový průtok plynu.

Masum *et al.* se v [25] a [26] věnují různým typům zavedení plynu do vlákna na bázi fotonického krystalu s dutým jádrem. Tento výzkum provedli z důvodu výzkumu rychlosti odezvy plnění vláken pro následné využití v senzorech plynu. Během jejich výzkumu zjistili, že pokud se do vláken vyvrtá několik děr metodou FIB (Focused Ion Beam - fokusovaný iontový svazek), tak se zlepší rychlost difuze plynu vláknem. Jelikož my máme v plánu přivádět plyn k povrchu vzorku pod určitým tlakem a vše se nachází v komoře elektronového mikroskopu, nebylo by příliš praktické do vlákna vrtat díry a mít tak několik výstupů plynu v komoře mikroskopu. Proto jsou pro nás zajímavé hlavně výsledky jejich experimentů s neprovrtaným vláknem. V těchto pokusech používali vlákno o čtyřech délkách, konkrétně o délkách 50, 85, 120, 150 mm a průměru dutiny 10 μm . Pro tyto délky vláken se snažili zjistit, kdy dosáhne koncentrace plynu na výstupu devadesáti procent koncentrace na vstupu. V jejich experimentech využívali metan a acetylen. Jelikož bylo našim cílem tvořit nanostruktury pomocí metanu, zajímají nás hlavně výsledky měření s metanem. Tyto výsledky můžeme vidět na obrázku 3.2. Díky tomu jsme zjistili, že pro 15 cm dlouhé vlákno dosáhne koncentrace na výstupu devadesáti procent původní koncentrace po cca 223 s. Ačkoliv se v bakalářské práci s vlákny o tak velkém průměru kapiláry nesetkáme, dávají nám tyto vědecké články určitý vhled do této problematiky, co se plnění vláken plynem a jeho následnému šíření týče.

V ve svých experimentech Masum *et al.* nezmiňují, jaký je rozdíl tlaků mezi vstupem a výstupem. V rámci našeho projektu budeme mít možnost využít sestavu, která umožňuje nastavit tlak na vstupu v řádu násobků tlaku atmosférického. Tímto způsobem se nám podaří dosáhnout gradientu tlaku mezi vstupem v tlakové komoře a výstupem ve vyvakuované komoře elektronového mikroskopu. Domníváme se, že se nám podařilo zajistit dostatečné proudění plynu i za předpokladu, že kapiláry v námi použitých vlák-



Obrázek 3.2: Relativní koncentrace plynu na konci vlákna, převzato z [25].

nech, se kterými se více seznámíme v části 6.1, nemají tak velký průměr, jako kapiláry ve zmíněných člancích [25], [26].

4. Metody ovlivnění povrchu vzorku

Jedním z hlavních úkolů, s nímž se v rámci této bakalářské práce budeme setkávat, je tvorba struktur na povrchu vzorku. K tomu bude sloužit pracovní plyn a intenzivní laserové světlo, které přivedeme k povrchu vzorku dutým optickým vláknem. Jelikož kapiláry ve vlákně mají rozměry v řádu mikrometrů, lze plyn přivádět k povrchu vzorku lokálně bez makroskopické změny tlaku v komoře elektronového mikroskopu.

V následujících částech se budeme věnovat dvěma procesům, které vedou k růstu struktur na povrchu vzorku. Obě tyto metody využívají plynný prekurzor, jehož disociací vznikají struktury na povrchu. Analýze funkčnosti těchto procesů pro bakalářskou práci se budeme věnovat později v experimentální části.

4.1. Depozice indukovaná elektronovým svazkem

Základním procesem modifikace povrchu vzorku, který využívá elektronů z elektronového děla mikroskopu, nazýváme depozicí indukovanou elektronovým svazkem (EBID - Electron Beam Induced Deposition). Při rastrování elektronovým svazkem primárních elektronů o dané energii (řádově jednotky až nižší desítky keV) dochází k jejich interakci se vzorkem. Při této interakci vznikají sekundární elektrony o energiích nejčastěji mezi 1 až 10 eV a maximální energii 50 eV. Právě tyto elektrony mají velkou pravděpodobnost srážky s molekulami prekurzoru, neboť účinný průřez pro srážku s molekulou prekurzoru je pro vyšší energii menší [27], [28], [29].

Původně byl EBID znám jako nechtěný vedlejší efekt elektronové mikroskopie, ke kterému docházelo kvůli nepříliš kvalitnímu vakuu v komoře, kdy docházelo k náhodné depozici prvků na vzorek z adsorbované zbytkové atmosféry v komoře elektronového mikroskopu [27].

V dnešní době je tato metoda hojně využívaná k depozici materiálu na povrchu vzorku. K takovéto depozici lze použít velké množství prekurzorů, jež slouží jako zdroj látky ukládané na vzorek. Tímto způsobem lze například na povrch vzorku nanést Al z $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$, Si z Si_2H_6 , nebo například Ti z $\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$ [30].

Depozicí těchto atomů na vzorek je možné vytvořit různé nanostruktury, jako jsou například nanodráty, či nanotrubky. Rozměry takto vytvořených struktur se obvykle pohybují od jednotek nm do několika μm . Pomocí této metody lze tedy deponovat struktury mnohem menší a lokálně více strukturované, než pomocí jiných metod. Parametr, který omezuje dolní hranici velikosti struktur, je průměr stopy elektronového svazku a následný pohyb sekundárních elektronů, jež vylétají z interakčního objemu vzorku a mají určitou ne přesně předvídatelnou trajektorii [29].

Limitujícím faktorem pro využití této metody je nízká čistota vytvořených struktur. K tomu dochází nejčastěji ze dvou důvodů. Prvním z nich je kontaminace z důvodu nedostatečného rozkladu molekul prekurzoru. Druhou možností kontaminace je znečištění z důvodu vyššího zbytkového tlaku v komoře, kdy se na vzorek mohou nadeponovat ionty vzniklé disociací z molekul zbytkové atmosféry [30].

I přes tento nedostatek je tato metoda hojně využívaná k lokální depozici struktur, u nichž je nutná vysoká prostorová přesnost.

4.2. Chemická depozice z plynné fáze

Chemická depozice z plynné fáze (CVD - Chemical Vapour Deposition) je účinná metoda pro tvorbu tenkých vrstev a povlaků. Tento pojem zahrnuje všechny procesy, při nichž dochází k depozici za pomoci chemických reakcí plynných reaktantů.

Rychlost reakce a kvalitu výsledného produktu ovlivňuje mnoho faktorů. Mezi hlavní parametry, jež se snažíme ovlivnit tak, aby byl výsledek reakce pro nás co nejpříznivější, patří správná volba substrátu, jeho teplota a teplota okolí a koncentrace jednotlivých složek plynné směsi. Standardní depozice z plynné fáze se skládá z několika částí. Při těchto jednotlivých částech měníme nejčastěji teplotu systému a koncentraci jednotlivých plynných prekurzorů pro dosažení optimálních výsledků depozice [31].

Výsledným produktem chemické depozice je pevná látka, která se na povrch substrátu nadeponuje ve formě tenké vrstvy. V závislosti na vstupních podmínkách reakce může výsledná tenká vrstva nabývat epitaxního, polykrystalického či amorfního charakteru [32].

Tato metoda je velmi všestranná a nachází využití v pracovních tlacích od atmosférického až po ultravysoké vakuum. V závislosti na těchto tlacích rozlišujeme různé typy CVD. Dále také záleží na tom, zda k rozkladu molekul prekurzoru využíváme teplo, nebo k depozici využíváme plazmatu, což má za následek snížení teploty nutné pro zdárný průběh reakcí [31], [33]. V rámci předložené práce se budeme zabívat depozicí z molekul CH_4 na zahřátém povrchu vzorku. K lokálnímu zahřátí povrchu vzorku nám bude sloužit intenzivní laserové světlo.

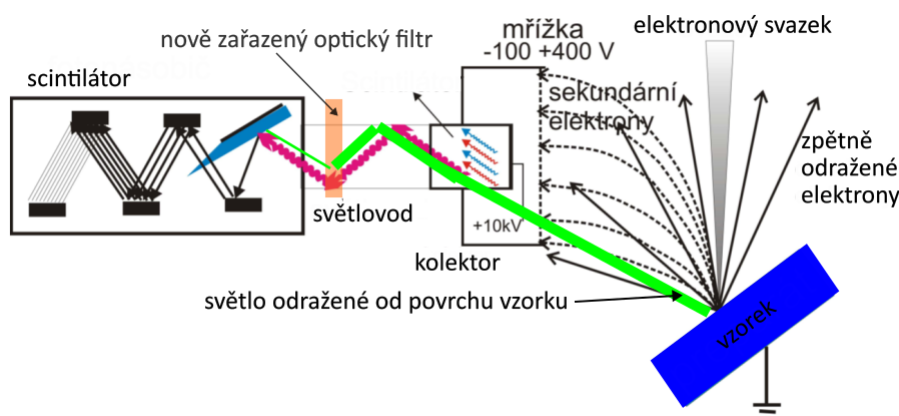
5. Úpravy elektronového mikroskopu

V rámci našich experimentů se setkáváme s několika malými rozšířeními elektronového mikroskopu, a to nad rámec jeho standardního vybavení. Poněvadž jsou tato rozšíření pro naše experimenty důležitá, věnujeme několik vět jejich popisu.

5.1. Detektor

Elektronový mikroskop, který v experimentální části používáme, získává informaci o vzorku například pomocí detekce sekundárních elektronů. K detekci sekundárních elektronů se používá detekční sestava vynalezena T. E. Everhartem a R. F. M. Thornleyem. Tento detektor se skládá ze tří částí. Nejdříve jsou elektrony přitaženy k detektoru elektrickým polem, které se nachází okolo kovové mřížky detektoru. Poté dopadají na scintilátor, kde vyvolají fotoluminiscenci, tedy emisi fotonů. Tyto emitované fotony dále postupují do fotonásobiče, kde jsou následně zpracovány a převedeny na elektrický signál [34].

Při použití intenzivního světelného svazku v komoře elektronového mikroskopu dochází na povrchu vzorku nejen k absorpci, ale i k jeho odrazu. Toto odražené parazitní světlo může projít scintilátorem a bude poté detekováno na fotonásobiči. Pokud by bylo světlo přicházející na fotonásobič příliš intenzivní, došlo by k přehlcení fotonásobiče a následnému zašumění signálu vlivem těchto parazitních fotonů [34].



Obrázek 5.1: Detektor sekundárních elektronů s námi zařazeným optickým filtrem, převzato a upraveno z [34].

K omezení tohoto jevu jsme mezi scintilátor a fotonásobič nově zařadili optický filtr oranžové barvy, který částečně blokuje fotony z laseru. Umístění tohoto filtru můžeme vidět na vizualizaci detektoru sekundárních elektronů na obrázku 5.1. Bohužel přidáním optického filtru dochází i k částečnému odfiltrování fotonů vyvolaných dopadem elektronů na scintilátor. Vhodnou volbou optických vlastností filtru ale můžeme dosáhnout podstatného omezení vlivu parazitních fotonů na kvalitu výsledného signálu, i za cenu únosného snížení citlivosti detektoru [34].

5.2. Vakuový mikromanipulátor

Vakuový mikromanipulátor, jehož návrhu, vývoji a sestavení se ve své bakalářské práci [35] věnoval Adam Palouda, je dalším nadstandardním vybavením našeho elektronového mik-

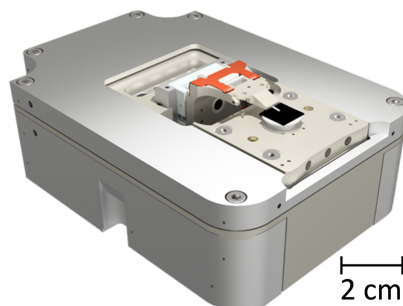
roskopu s mikrometrovou přesností. Tento mikromanipulátor, který se nachází na obrázku 5.2, umožňuje přivedení optického vlákna do komory elektronového mikroskopu. K oddělení prostoru elektronového mikroskopu od vnějšího prostředí slouží teflonové těsnění na horním konci mikromanipulátoru. Manipulace optického vlákna je umožněna pomocí otočného mechanismu, který se nachází uvnitř manipulátoru. Tento mechanismus je tvořený koulí, která v kombinaci s mikrometrickými hlavicemi umožňuje pohyb ve dvou osách. Zasunováním a vysunováním vnitřní části vakuového mikromanipulátoru v držáku je umožněno pohybovat s ním ve třetí ose [35].



Obrázek 5.2: Vizualizace vakuového mikromanipulátoru pro SEM, převzato z [35].

5.3. LiteScope

LiteScope je vestavný SPM mikroskop od brněnské spin-off firmy NenoVision [36]. Tento mikroskop umožňuje korelativní měření in-situ v elektronovém mikroskopu. Hlavní využití SPM LiteScopu tkví v jeho schopnosti využívat techniky SPM v komoře elektronového mikroskopu. Velkou výhodou je jeho schopnost výsledky těchto měření v reálném čase srovnávat s výsledky měření získanými pomocí elektronového mikroskopu. V rámci naší práce jsme jej použili jako vysoce přesný manipulátor pro naše dutá optická vlákna. Tento mikroskop nám umožňuje mikroposuv sondy s nalepeným vláknem v krocích v řádu μm , a je tedy velmi vhodným přístrojem pro přiblížení vlákna k povrchu vzorku a k jeho následné manipulaci.



Obrázek 5.3: SPM mikroskop LiteScope, převzato z [36].

6. Možnosti přivedení plynu

V rámci této práce jsme otestovali několik možností přivedení plynu a světla do komory elektronového mikroskopu s využitím optických vláken různých typů. V následujících částech se budeme věnovat problematice, která předcházela sestavení experimentální sestavy týkající se tohoto náročného experimentu. Při experimentech jsme narazili na mnoho omezení, jež tuto metodu provázejí. Těmto omezením se budeme podrobně věnovat, popřípadě se budeme věnovat návrhům lepšího řešení.

6.1. Použitá optická vlákna

V rámci předložené bakalářské práce jsme pracovali s několika typy optických vláken v závislosti na tom, jakou metodu zavedení současného světla a plynu do komory elektronového mikroskopu jsme použili. Pro naše experimenty byla důležitá následující 4 vlákna a jejich parametry.

První dva typy vláken jsou standardní optická vlákna od firmy Thorlabs, Inc. Jsou to konvenčně používaná singlemódová vlákna.

Prvním z nich je vlákno S630-HP. Toto vlákno má pro nás důležité následující parametry, dostupné z [37].

průměr jádra	3,5 μm
průměr pláště	(125 \pm 1) μm
mode field diameter	(4,2 \pm 0,5) μm při 630 nm

Tabulka 6.1: Důležité parametry vlákna S630-HP.

Druhým singlemódovým vláknem s podobnými vlastnostmi, jako má vlákno S630-HP, je vlákno S405-XP, jehož parametry jsou dostupné z [38].

průměr jádra	3 μm
průměr pláště	(125 \pm 1) μm
mode field diameter	(4,6 \pm 0,5) μm při 630 nm

Tabulka 6.2: Důležité parametry vlákna S405-XP.

Pro vedení plynu k povrchu vzorku jsme využili vlákna na bázi fotonického krystalu. Tato vlákna obsahují kapiláry, které mohou sloužit k přivedení plynu k povrchu vzorku. V této práci jsme používali dva typy dutých optických vláken. Prvním z nich bylo vlákno LMA-5 od firmy NKT Photonics. Toto vlákno má následující vlastnosti, dostupné z [39].

průměr jádra	(5,0 \pm 0,5) μm
průměr obalu	(125 \pm 2) μm
mode field diameter	(4,5 \pm 0,5) μm při 532 nm
průměr kapilár	1,05 μm

Tabulka 6.3: Důležité parametry vlákna LMA-5.

Posledním vláknem, s nímž jsme v rámci této práce, pracovali bylo vlákno PM-1550-01 od firmy Thorlabs, Inc., jehož technické údaje jsme převzali z [40].

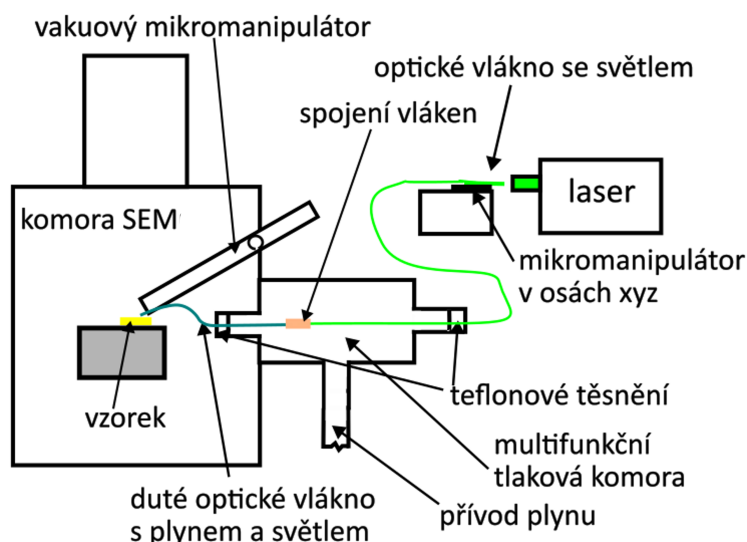
průměr jádra	$(6,3 \pm 0,5) \mu\text{m}$
průměr obalu	$(125 \pm 5) \mu\text{m}$
mode field diameter	$(5,5 \pm 0,8) \mu\text{m}$ při 532 nm
průměr velkých kapilár	4,5 μm
průměr menších kapilár	2,4 μm

Tabulka 6.4: Důležité parametry vlákna PM-1550-01.

Jak si můžeme všimnout, oproti vláknu LMA-5 má vlákno PM-1550-01 mnohem větší průměr dutinek. To má za následek mnohem kratší plnicí dobu, a tedy větší průtok pracovního plynu vláknem.

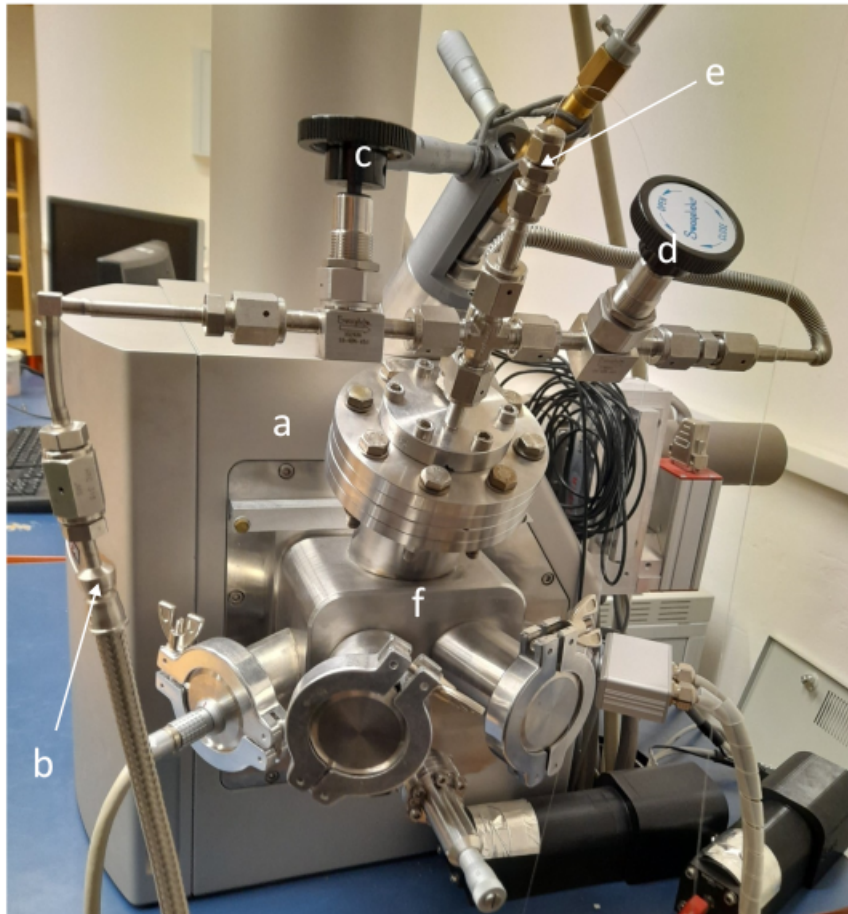
6.2. Metoda využívající jedno vlákno u povrchu vzorku

Prvním způsobem, kterým jsme přivedli světlo a plyn k povrchu vzorku, bylo využití spojení dvou na sebe navazujících vláken. Vizualizace sestavy využitě pro tuto metodu můžeme vidět na obrázku 6.1. Jedním optickým vláknem jsme přivedli světlo do multifunkční tlakové komory před komoru elektronového mikroskopu Tescan VEGA firmy Tescan GROUP. Fotografii této tlakové komory můžeme vidět na obrázku 6.2.



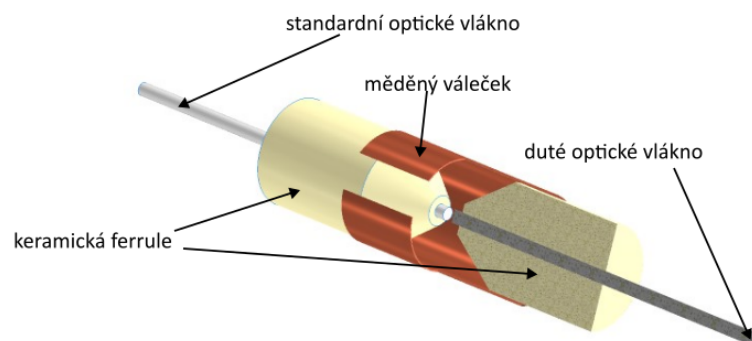
Obrázek 6.1: Vizualizace metody využívající jedno vlákno u povrchu vzorku.

V této multifunkční tlakové komoře jsme standardní vlákno (viz tab. 6.8, 6.9) spojili s dutým optickým vláknem (viz tab. 6.3, 6.4) pomocí spoje, jehož princip můžeme vidět na obrázku 6.3. Tento spoj se skládá ze tří částí. Obě dvě optická vlákna jsme vložili do keramických ferrulí a vlákno jsme v nich nastavili tak, aby z něj byl vystrčený pouze malý kousek o délce v řádu desetin milimetru. Tyto dvě ferrule jsou následně spojeny měděným válečkem, který není zcela uzavřený a umožňuje tak přívod plynu do míst spojení vláken. Oba tyto prvky jsou produktem firmy Thorlabs. Měděný váleček a dvě ferrule zajišťují zkolimování funkčních ploch vláken v osách x a y . V ose z , tedy ose, která probíhá rotační osou ferrulí, měděného válečku a vlákna, můžeme nastavit ideální vzdálenost vláken pomocí posunu vláken. Tento proces je ale složitý, neboť po vložení ferrulí do měděného válečku již konce vláken nevidíme a můžeme tak pouze odhadovat jejich vzájemnou vzdálenost. I přesto je takovéto spojení vláken překvapivě účinné a jsme schopni jím převést



Obrázek 6.2: Elektronový mikroskop Tescan VEGA s multifunkční tlakovou komorou: a) komora SEM, b) přívod pracovního plynu, c) uzávěr přívodu plynu, d) uzávěr pro vyčerpávání multifunkční tlakové komory, e) přívod optického vlákna, f) multifunkční tlaková komora.

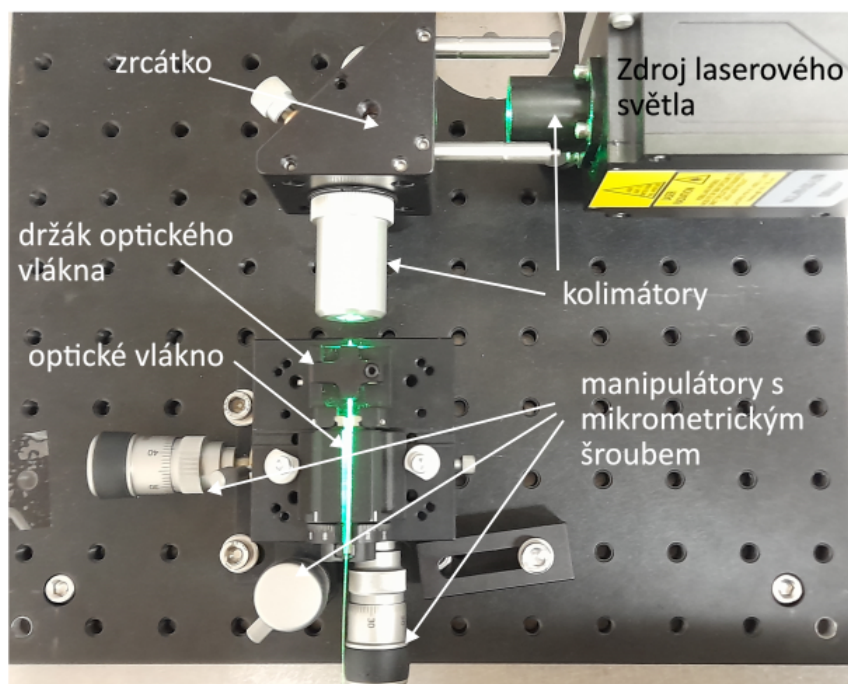
cca 50 % světelného výkonu z prvního standardního vlákna do dutého optického vlákna typu LMA-5 nebo PM-1550-01. Ztráty na tomto spojení jsou ale taktéž celkem vysoké, což na rozdíl od ztrát při navazování světla laseru do prvního optického vlákna na vzduchu přináší určité komplikace, s nimiž jsme nepočítali a objevily, se za specifických podmínek experimentů.



Obrázek 6.3: Vizualizace spojení dvou vláken, vytvořeno v programu Autodesk Inventor.

Při testování a používání této metody se ukázalo, že ačkoliv tato metoda zajišťuje ze všech námi používaných metod nejspolehlivější přivedení světla a plynu na určené místo na vzorku, má taky mnoho nedostatků, které poněkud omezují její využití.

Sestavu použitou pro navázání světla ze zdroje můžeme vidět na obrázku 6.4. První komplikace, co se přeneseného světelného výkonu týče, nastaly již při samotném spojování vláken. V tomto spojení dojde k navázání přibližně 50 % výkonu světla z prvního optického vlákna. Ke ztrátám ve výkonu dochází i při navazování světla z laseru do prvního vlákna. K určité formě ztrát dochází při průchodu světla z laseru kolimátorem a následně při odrazu na zrcátku. Zdrojem světla pro naše experimenty byl laser, typ MGL-FN532 firmy Changchun New Industries Optoelectronics, Čína o vlnové délce 532 nm a maximálním výkonu 1,5 W. Tento laserový svazek nejdříve prochází kolimátorem a poté se odráží od zrcátka. Následně je světlo zaostřeno druhým kolimátorem. Do ohniska tohoto zkolimovaného svazku se snažíme přesunout střed optického vlákna. Tohoto dosahujeme pomocí manipulátoru s mikrometrickým šroubem ve třech osách. I když je sestava laseru pečlivě zkalibrována a při navazování se pečlivě snažíme zfokusovat ohnisko ze světla laseru na střed přední části vlákna, jsme schopni převést do prvního vlákna maximálně 70 % původního světelného výkonu laseru. K přivedení 70 % procent ale docházelo pouze v ideálních případech, kdy bylo světlo z laseru perfektně zkolimováno a čelo prvního vlákna perfektně zastřiženo. Většinou jsme byli schopni navázat do vlákna přibližně 55 až 65 % původního světelného výkonu laseru.



Obrázek 6.4: Sestava použitá k navázání světla z laserového zdroje do prvního optického vlákna.

Zpočátku vypadalo toto spojení jako účinný způsob, jak přivést světlo z laseru a pracovní plyn k povrchu vzorku. Hlavní nevýhodou tohoto způsobu přivedení plynu a světla byl malý přivedený světelný výkon ke vzorku.

Pokus si uvědomíme, že jsme schopni navázat maximálně 70 % původního výkonu laserového svazku do prvního vlákna a ve spoji v multifunkční tlakové komoře jsme schopni přenést maximálně 50 % výkonu, tak nám vychází maximální účinnost tohoto spojení

$\eta = 0,35$. Této teoretické hodnoty se nám však nikdy nepovedlo dosáhnout a většinou jsme byli rádi, pokud se podařilo přivést ke vzorku 15 až 20 % z původní hodnoty.

Jelikož účinnost tohoto spojení nebyla příliš vysoká, byli jsme nuceni pro ovlivňování povrchu vzorků využívat vysoký výkon laseru. Jelikož jsou ferrule, ze kterých se spojení vláken skládá, keramické, a váleček, ze kterého je spoj tvořen, měděný, dochází vlivem ztrátového výkonu k zahřívání tohoto spojení. V průběhu několika experimentů se stalo, že došlo k chemickým reakcím v tomto spojení. To je celkem pochopitelné vzhledem k tomu, že jako pracovní plyn jsme použili metan a váleček je tvořen mědí, která s metanem reaguje. V některých případech byl výkon na spoji příliš vysoký, a tím došlo k zahřátí spoje. I díky této vysoké teplotě došlo k chemickým reakcím. Tyto chemické reakce měly za následek depozici uhlíkových vrstev na čelo dutého optického vlákna a následného zamezení průchodu světla do dutého optického vlákna. Při našich experimentech se nám zcela nepodařilo odhadnout, při jakých výkonech k tomuto dochází, neboť to, kdy k depozici uhlíkových vrstev dochází závisí podle našich pozorování i na vzdálenosti obou vláken. Dalším možným vysvětlením je, že vlivem zahřátí měděného spojovacího válečku dojde k jeho roztažení a následnému oddálení obou spojů vláken ve spoji.

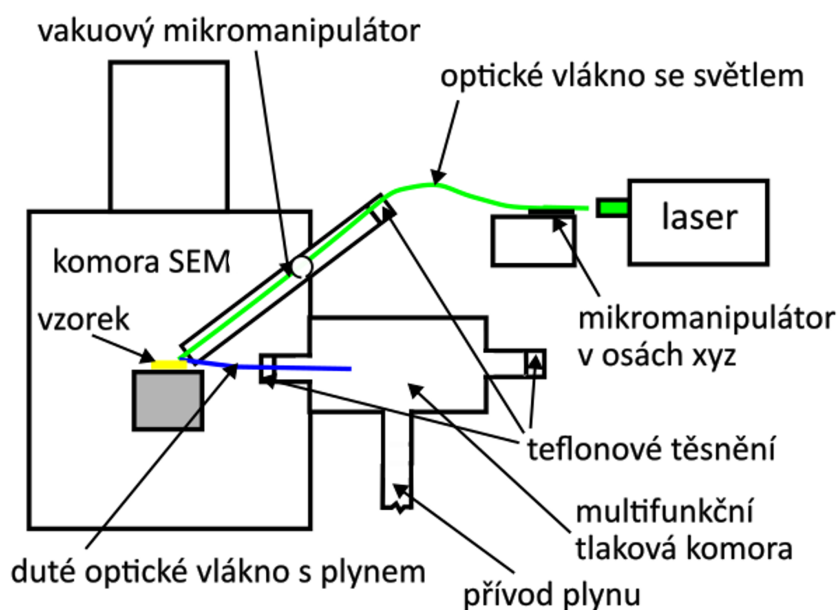
Využití této metody tedy provázely komplikace, které se v první fázi našich experimentů ukázaly jako příliš velké pro další pokračování v rámci této metody. Jelikož se nám nepovedlo ovlivnit povrch vzorku, přemýšleli jsme co by mohlo stát za neúspěchem našich experimentů. Zpočátku jsme si mysleli, že námi přenesený výkon není dostatečný. Jelikož jsme nemohli využít plný potenciál laseru z důvodu ucpávání kapilár, přemýšleli jsme nad alternativními metodami přivedení světla a plynu k povrchu vzorku. Úpravě této sestavy a experimentům provedených díky ní se budeme věnovat v následující sekci

6.3. Metoda využívající dvě vlákna u povrchu vzorku

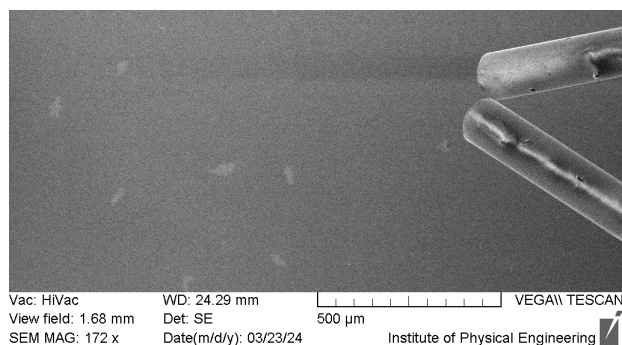
Po komplikacích spojených s jednovláknovou metodou popsanou v části 6.2 a nepřesvědčivým ovlivňováním povrchu vzorku jsme navrhli druhou metodu. Tato metoda používala oddělené přivedení světla a plynu k povrchu vzorku. K přivedení světla k povrchu vzorku pomocí standardního optického vlákna jsme využili vakuový mikromanipulátor. Jak jsme zjistili v části 5.2, tento manipulátor se nehodí pro přivedení vlákna s plynem do komory SEM, byl však primárně navržen k přivedení vlákna se světlem k vzorku, či ke sběru optického signálu z povrchu vzorku, například při měření katodoluminiscence. K přivedení intenzivního laserového svazku nám tedy vakuový mikromanipulátor dobře poslouží.

Jak je patrné z obrázku 6.5, do multifunkční tlakové komory jsme zavedli pouze duté optické vlákno (zobrazeno modře v obr. 6.5). Tímto vláknem jsme přivedli plyn do komory elektronového mikroskopu. Toto vlákno jsme poté upevnili na vakuový mikromanipulátor, kterým jsme přivedli optické vlákno se světlem (zelené v obr. 6.5). Výsledná vzájemná poloha těchto dvou vláken uvnitř komory SEMu je zobrazena na obrázku 6.6. Hlavní výhodou tohoto uspořádání bylo oddělení vedení světla a plynu. Díky tomu jsme byli schopni přivést k povrchu vzorku větší světelný výkon než v případě metody, při které se ke vzorku přivede světlo i plyn jedním vláknem.

V tomto případě jsme se snažili, aby se světlo z laseru „potkalo“ s plynem vycházejícím z dutého optického vlákna na povrchu vzorku. Toho se nám podařilo dosáhnout právě v tomto spojení, i když je zřejmé, že je složité odhadnout tvar molekulárního proudění na konci kapilár a dále v komoře elektronového mikroskopu. Narozdíl od metody popsané



Obrázek 6.5: Schéma metody využívající dvě optická vlákna u povrchu vzorku.



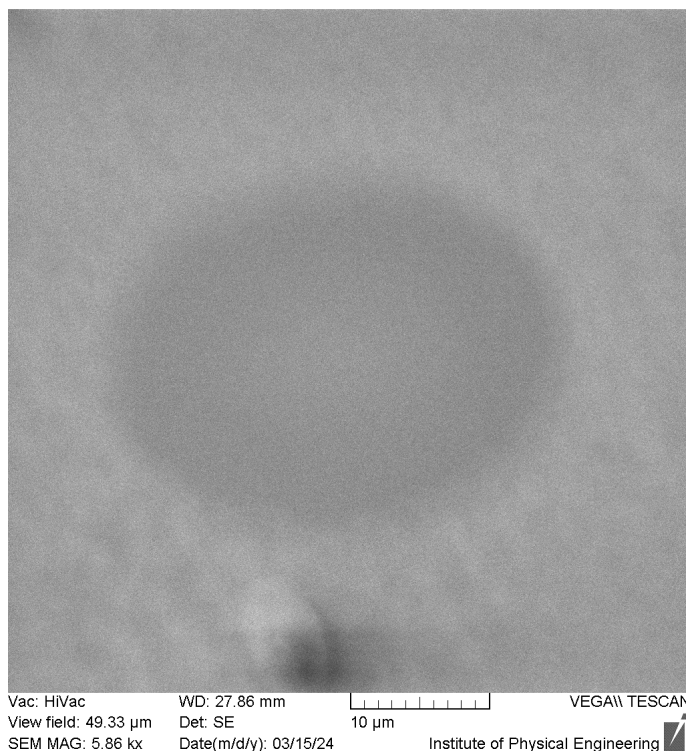
Obrázek 6.6: Spojení dvou vláken v komoře SEMu.

v části 6.2 je tato metoda podstatně rychlejší na přípravu, neboť spojování vláken pomocí ferrulí a měděného válečku je časově náročné. Dále je také velkou výhodou tohoto dvouvláknového uspořádání větší přivedený světelný výkon k povrchu vzorku, než tomu bylo při přivedení světla pomocí metody využívající pouze jednoho vlákna. Jelikož ale nyní světlo z laseru a plyn přicházejí k povrchu vzorku z jiného zdroje a proudění plynu z vlákna má molekulární charakter, je těžké určit, jak by měly být vlákna nastavena, aby co nejvíce molekul procházelo laserovým svazkem k povrchu vzorku.

6.4. Shrnutí použité metody dvou vláken

Metoda dvou vláken se ukázala být pro nás uživatelsky přijatelnější než využívání jednoho vlákna. Proto jsme většinu experimentů prováděli pomocí této metody. Použití této metody nám přineslo úspěchy, co se lokální modifikace týče. Vzorky, které jsme se pokoušeli ovlivnit, byly tenké vrstvy (100 nm) zlata nebo mědi na křemíkovém nebo skleněném substrátu. Zpočátku byly výsledky této metody nepříliš přesvědčivé. Při vyšším výkonu se nám podařilo vzorek zahřát či fázově přeměnit nebo odpařit, ale při snížení výkonu nedošlo k žádnému viditelnému ovlivnění povrchu vzorku ať už při pozorování elektronovým mikroskopem nebo při následné kontrole v optickém mikroskopu.

Po několika neúspěšných pokusech se nám ale přece jenom podařilo uskutečnit několik úspěšných experimentů. Naším prvním velkým úspěchem byla určitá forma modifikace povrchu tenké vrstvy zlata na křemíkovém substrátu. V tomto experimentu jsme použili světelný výkon na vzorku $P = 800$ mW, dále jsme byli přibližně $60 \mu\text{m}$ od povrchu vzorku, doba experimentu byla $t = 30$ min a jako pracovní plyn jsme použili CH_4 . Při těchto podmínkách jsme ovlivnili oblast přibližně o velikosti $40 \times 30 \mu\text{m}^2$. Ovlivněnou oblast můžeme pozorovat na obrázku 6.7.

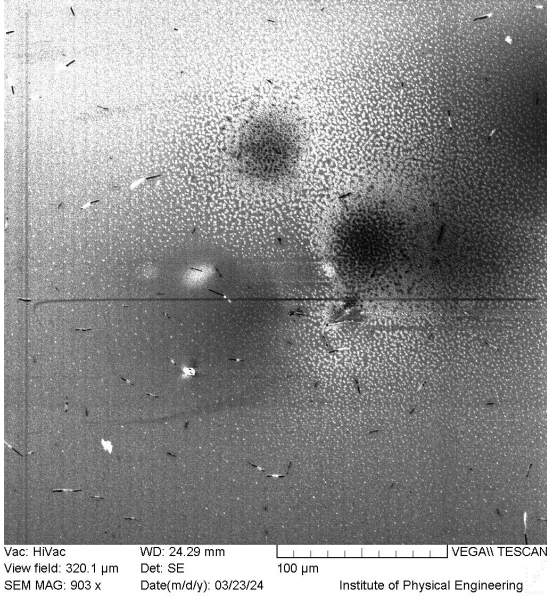


Obrázek 6.7: Ovlivněná oblast zlaté vrstvy na křemíkovém substrátu při $P = 800$ mW, $t = 30$ min a $d = 60 \mu\text{m}$, pracovní plyn: CH_4 .

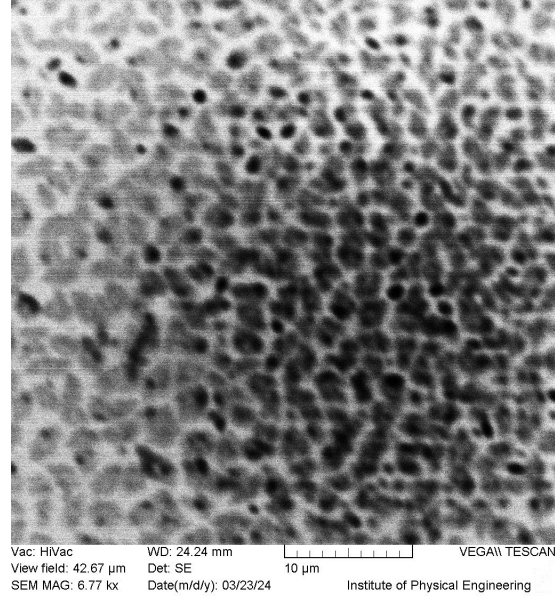
Výsledek tohoto experimentu jsme považovali za první velký úspěch naší metody, neboť ve své bakalářské práci [41] s názvem „Odpařování tenkých vrstev pomocí intenzivního laserového světla za současného pozorování elektronovým rastrovacím mikroskopem“ se E. Boleloucká věnuje simulacím a následnému experimentálnímu pozorování reakcí intenzivního světelného svazku se vzorkem. V rámci svých simulací a následnou verifikací pomocí experimentů zjistila, že v rámci naší experimentální sestavy není možné ovlivnit povrch zlata na křemíkovém substrátu. Výkon laseru by totiž musel být mnohem vyšší než maximální výkon naší sestavy. Toto zjištění se pro nás ukázalo jako velmi důležité, neboť jsme zjistili, že ovlivněná oblast je velmi tenká a již při urychlovacím napětí 10 keV není v elektronovém mikroskopu rozeznatelná. Jelikož tato struktura nebyla viditelná ani v optickém mikroskopu a na vzorcích jsme neměli žádné značky, podle kterých bychom se mohli orientovat, nemohli jsme využít Ramanovu spektroskopii pro analýzu ovlivněné oblasti. To nás ale neodradilo od dalších experimentů, při nichž jsme se pokoušeli zjistit jak spolu korelují jednotlivé parametry s výsledným ovlivněním povrchu vzorku.

V průběhu námi provedených experimentů se nám podařilo vytvořit mnoho ovlivněných oblastí. Tímto jsme splnili hlavní cíl bakalářské práce - provést lokální modifikaci povrchu vzorku intenzivním světlem v komoře elektronového mikroskopu s možností lokál-

ního ovlivnění atmosféry. Na následujících obrázcích bude patrná různorodost těchto vytvořených struktur. Na obrázku 6.8 můžeme vidět 2 velké ovlivněné oblasti na vrstvě zlata na křemíku. Tyto oblasti vznikly po třicetiminutovém osvitu laserem o výkonu 790 mW. Na obrázku 6.9 je detailní záběr jedné z modifikovaných oblastí, na níž si můžeme povšimnout modifikovaného povrchu vzorku.



Obrázek 6.8: Ovlivněné oblasti zlata na křemíku $P = 790$ mW, $t = 30$ min a $d = 50$ μm , pracovní plyn: CH_4 .



Obrázek 6.9: Detail ovlivněné oblasti zlata na křemíku $P = 790$ mW, $t = 30$ min a $d = 50$ μm , pracovní plyn: CH_4 .

Námi provedené experimenty mohou posloužit jako proof-of-concept této metody, mají však jeden velký nedostatek, a to ten, že se nám často nedaří experimenty zopakovat. Stává se, že pro stejné vstupní podmínky často dostaneme odlišné výsledky. Jedním z důvodů, který může souviset s tím, proč se nám nedaří výsledky experimentů zopakovat, by mohlo být z důvodu špatného započtení vlivu molekulárního proudění. Pro molekulární proudění platí, že částice se spolu nesráží a veškeré srážky probíhají mezi molekulami plynu a stěnami nádoby. Pravděpodobnost, pod jakým úhlem se molekula odrazí od stěny kapiláry, určíme vztahem [42]:

$$P(\theta) \sim \cos \theta, \quad (6.1)$$

kde θ je úhel od normály k povrchu. Z tohoto vztahu plyne, že téměř žádné molekuly se neodrazí rovnoběžně s vláknem a většina se jich odrazí buď do prostoru elektronového mikroskopu, nebo naopak na povrch vzorku pod vlákno, kam principiálně nemůže svítit laser.

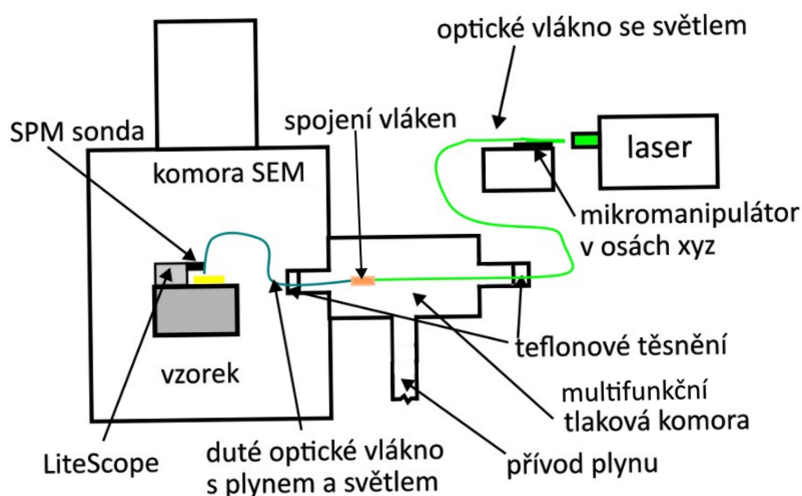
Podstatnou nevýhodou je samotné uspořádání. Jelikož duté vlákno svírá s povrchem vzorku úhel $\alpha = 45^\circ$ a dutinky se nacházejí v oblasti o průměru přibližně 40 μm a samotné vlákno má průměr 125 μm , je patrné, že se nikdy nedostane zakončení vlákna k povrchu vzorku blíže než 50 μm . Z tohoto důvodu jsme s pomocí Ing. L. Zzulky přistoupili k další úpravě naší experimentální sestavy, a to k přivedení světla a plynu k povrchu vzorku využitím SPM sondy nové generace upevněnou na SPM mikroskop LiteScope [36], který nám umožní přiblížit se vláknem až do úplného kontaktu se vzorkem.

7. Sestava využívající LiteScope a vlákno na SPM sondě

Jelikož experimenty, které jsme provedli a následně popsali v předchozí kapitole, nebyly dostačující a molekulární proudění plynu na konci vlákna a mezi vláknem a vzorkem se ukázalo jako značná komplikace, rozhodli jsme se opět změnit způsob přivedení plynu a světla k povrchu vzorku. Narozdíl od předchozích experimentů jsme nevyužívali vakuový mikromanipulátor, ale k manipulaci s vláknem nám posloužil SPM mikroskop v komoře elektronového mikroskopu LiteScope od brněnské spin-off firmy NenoVision. Jak ukážeme v následujících částech, tento krok přinesl podstatné zlepšení výsledků našich experimentů.

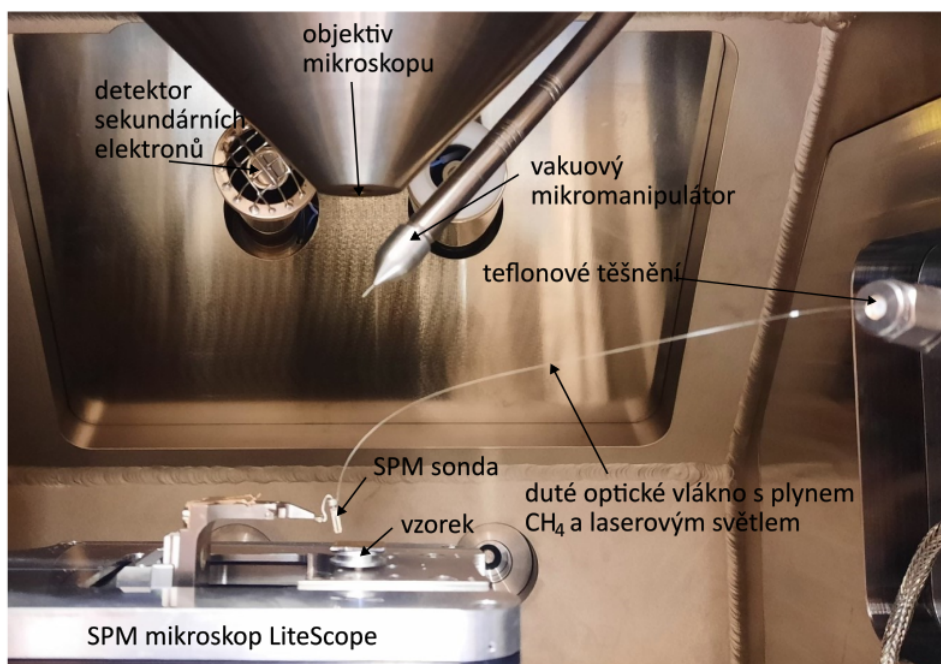
7.1. Použitá experimentální sestava

Základem experimentální sestavy tvoří SPM mikroskop LiteScope od spin-off firmy NenoVision. LiteScope umožňuje korelativní měření AFM v kombinaci s měřením pomocí elektronového mikroskopu. Díky tomu se dá s výhodou využít pro naše experimenty, při kterých jsme využili LiteScope jako manipulátor. Mikroskop LiteScope umožňuje nasazení a následné měření pomocí vyměnitelných sond. V rámci předložené bakalářské práce jsme používali SPM sondu nové generace, se kterou jsme se seznámili v kapitole 1. Na tuto sondu jsme přilepili duté optické vlákno. Tentokrát jsme použili vlákno PM-1550-01 místo vlákna LMA-5, které jsme používali v předchozích experimentech. Toto vlákno má větší kapiláry, takže jsme si od něho slibovali snadnější proudění plynu a díky tomu i větší koncentraci molekul CH_4 u povrchu vzorku. Nevýhodou tohoto vlákna je složitější navázání světla z laseru, neboť toto vlákno zachovává polarizaci v jedné své ose, což znamená, že množství přeneseného světla při navazování světla do vlákna pomocí spoje na obr. 6.3 záleží i na vzájemném natočení vláken. Tato sestava se kromě upevnění vlákna na SPM sondu příliš neliší od předchozích sestav a její schematické znázornění můžeme vidět na následujícím obrázku 7.1.



Obrázek 7.1: Vizualizace metody s využitím SPM mikroskopu LiteScope.

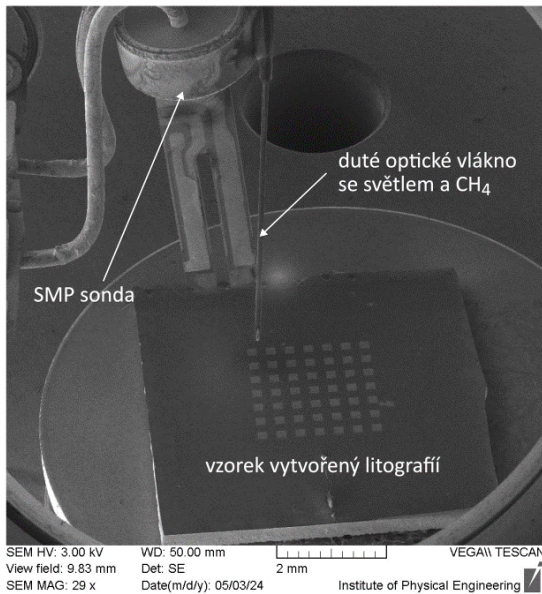
Tato sestava se ze všech námi použitých sestav nejvíce přibližuje výslednému uspořádání SPM sondy nové generace. Její pořízenou fotografii můžeme vidět na obrázku 7.2.



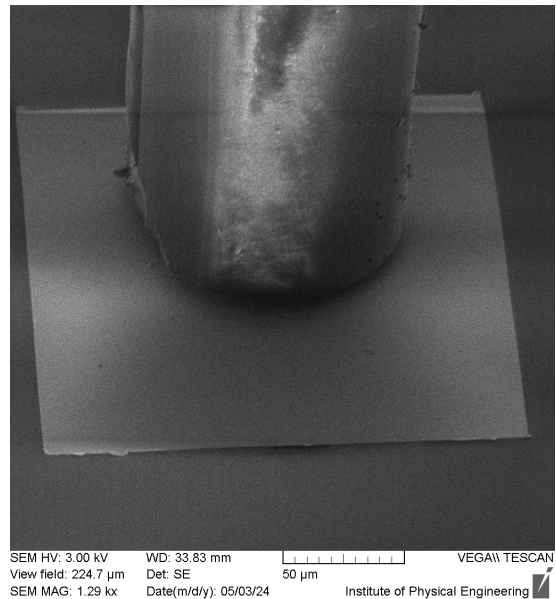
Obrázek 7.2: Fotografie výsledné sestavy.

Jelikož jsme potřebovali potlačit vliv molekulárního proudění, zvýšit tlak pracovního plynu (CH_4) a účinněji přivést světlo k povrchu vzorku, bylo pro nás použití SPM mikroskopu LiteScope velmi výhodné. Duté optické vlákno přilepené na sondu se totiž k povrchu vzorku přibližuje přibližně kolmo a po krocích o minimální velikosti $1 \mu\text{m}$. Díky tomu jsme byli schopni s dutým optickým vláknem přijet k povrchu vzorku na vzdálenosti v řádu nižších jednotek μm , nebo přímo do kontaktu se vzorkem. Toto je podstatné zlepšení oproti předchozím experimentům, při nichž jsme byli schopni k vzorku přijet nejvýše na vzdálenost $50 \mu\text{m}$. Taktéž se nám pomocí daného uspořádání povedlo zkvalitnit ohřev povrchu vzorku, a to hlavně ze dvou důvodů. Prvním z nich byl kolmý dopad světla z dutého optického vlákna na povrch vzorku, druhým byla menší stopa světelného svazku. Jak víme z části 2.1, světelný svazek vycházející z vlákna je rozbíhavý a snížením vzdálenosti mezi koncem vlákna a vzorkem tuto vlastnost eliminujeme.

Taktéž jsme ve spolupráci s Ing. L. Zezulkou, J. Štálníkem a Bc. J. Spoustou připravili nové vzorky. Tyto vzorky byly vytvořeny Ing. L. Zezulkou optickou litografií v laboratořích CEITEC Nano. Následně byla na některé vzorky nanášena 100 nanometrová vrstva mědi na evaporátoru na CEITECu za pomoci J. Štálníka a s pomoci Bc. J. Spousty jsme na některé vzorky nanášeli vrstvu zlata v depoziční komoře IBAD (Ion Beam Assisted Deposition) typu Kaufman na Ústavu fyzikálního inženýrství. Tyto vzorky, z nichž jeden je vidět na obrázku, obsahují 49 nadeponovaných čtverečků o rozměrech $200 \times 200 \mu\text{m}^2$. Na obrázku 7.4 můžeme vidět detailní záběr na jeden zlatý čtvereček s přiblíženým dutým optickým vláknem na mikroskopu LiteScope (viz obr. 7.2 a 7.3). Od těchto vzorků jsme si slibovali podstatně lepší způsob zacílení na ovlivněné místo (tj. „čtvereček“) o daných souřadnicích pro další analýzu, například pomocí Ramanovy spektroskopie, než tomu bylo v předchozích případech.



Obrázek 7.3: SEM obrázek výsledné sestavy v komoře elektronového mikroskopu.



Obrázek 7.4: SEM obrázek zlatého čtveřceku na substrátu ze skla s přiblíženým vláknem PM-1550-01.

7.2. Provedené experimenty

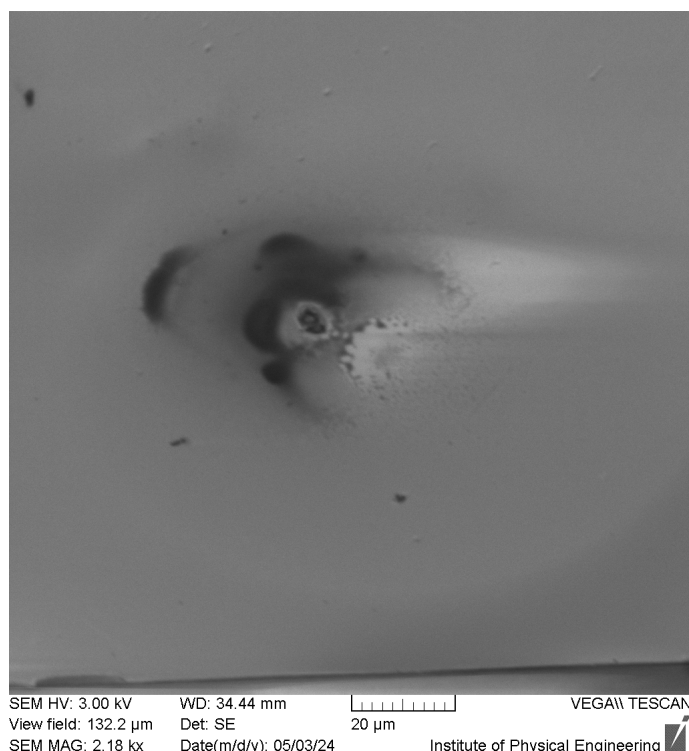
S pomocí této sestavy jsme provedli velké množství experimentů. Jelikož jsme počítali s tím, že nebudeme moci na povrch vzorku přenést tak velký výkon laseru, jako je tomu při depozici za pomoci oddělených vláken s plynem a světlem popsaných v části 6.3, pracovali jsme s vzorky na substrátu z SiO_2 , který má menší tepelnou vodivost, než námi používaný druhý substrát, křemík. Podobně jako u předchozích metod se nám povedlo lokálně modifikovat povrch vzorku. Překvapivě se ukázalo, že lokální depozice má pro nás příznivější výsledky na vrstvě zlata než na vrstvě mědi. V některých experimentech jsme rovněž deponovali přímo na křemíkový substrát.

V rámci experimentů se dařilo ovlivnit povrch vzorků s větším úspěchem než v předchozích experimentech. Jediným problémem bylo, že jsme pomocí Ramanovy spektroskopie nedokázali najít žádné píky, které by naznačovaly přítomnost jakýchkoliv nadeponovaných struktur na povrchu vzorku. Taktéž jsme ale nechtěli přijmout myšlenku, že došlo pouze k zahřátí a změně morfologie vzorku, neboť ovlivněné oblasti vypadaly v SEM obrázcích příliš nehomogenně na to, aby došlo k pouhému zahřátí povrchu vzorku. Taktéž světelný výkon nebyl tak vysoký, aby mohlo dojít k tavení povrchu. Ovlivněné oblasti se nacházely i mimo místa s nejvyšším výkonem, což je další důvod, proč jsme se domnívali, že se nám daří vzorek modifikovat více, než nám naznačovaly výsledky z Ramanovy spektroskopie.

Proto jsme pokračovali v experimentech. V rámci těchto experimentů jsme zjistili, že pro ovlivňování pro tvorbu struktur je velmi důležité být blízko povrchu vzorku. Což vedlo k tomu že pro všechny experimenty jsme se snažili být s dutým optickým vláknem maximálně 5 μm nad vzorkem, ideálně však 1 až 2 μm . To nebyl příliš složitý úkol, neboť SPM mikroskop LiteScope s mikroposuvy tyto pohyby definovatelně a opakovatelně umožňuje.

7.3. Depozice z CH_4 na tenkou vrstvu zlata

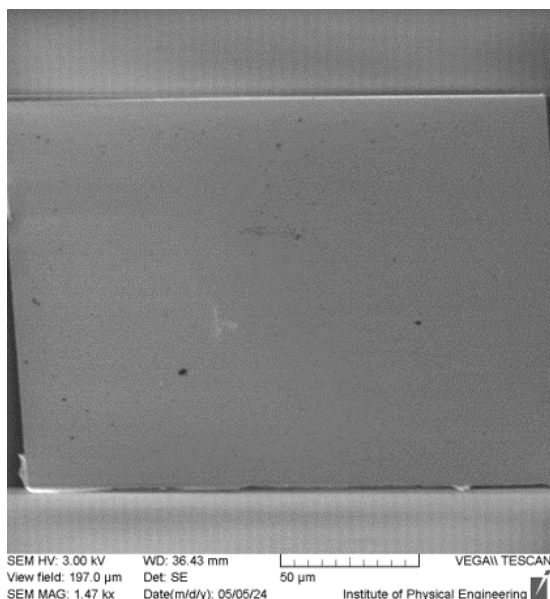
Prvním vzorkem, na který jsme se v rámci této metody zaměřili, byla 100 nanometrová vrstva zlata nadeponovaná na substrátu ze skla (Fused Silica). V rámci této metody jsme provedli několik experimentů, při nichž jsme měnili pro nás ovlivnitelné parametry. Pro jednotlivé experimenty jsme měnili výkon světelného svazku na povrchu vzorku od 45 do 150 mW. Doba, při níž depozice probíhala, byla buď 15 nebo 30 minut. Z těchto experimentů jsme zjistili, že i když se nám zdají změny parametrů jako velmi malé, tak výsledky experimentů jsou jimi hodně ovlivněny. Na obrázku 7.5 můžeme vidět oblast ovlivněnou ohřevem a dopadem plynu CH_4 právě na tenké vrstvě zlata na skle. Pro tuto depozici jsme použili následující parametry: výkon laserového svazku na povrchu vzorku byl $P = 45$ mW, čas depozice $t = 15$ minut a vzdálenost dutého optického vlákna od povrchu vzorku byla $d = 1,9$ μm . Z tohoto obrázku je patrné, že struktura nadeponovaných oblastí se mění v různých částech povrchu vzorku.



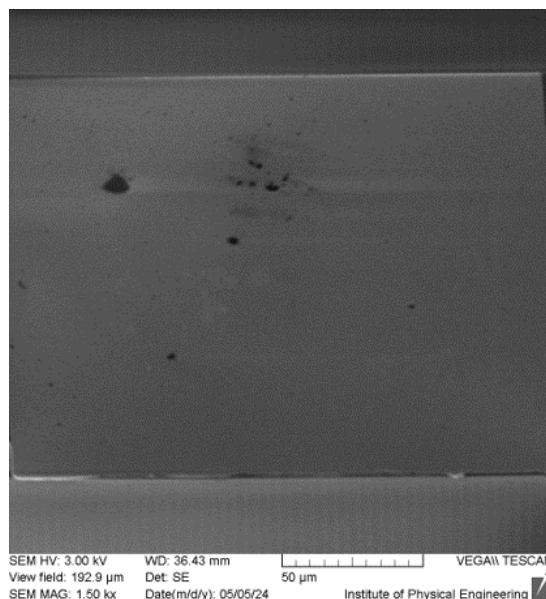
Obrázek 7.5: Ovlivněná oblast na povrchu zlata na skle při $P = 45$ mW, $t = 15$ min, $d = 1,9$ μm , pracovní plyn: CH_4 .

Pro další úspěšnou depozici, jíž se budeme zabývat, jsme poněkud oproti předchozímu experimentu změnili parametry depozice. Světelný výkon laseru na povrchu vzorku byl přibližně $P = 160$ mW, vzdálenost vlákna od povrchu vzorku byla přibližně $d = 1,3$ μm a doba, při níž experiment probíhal byla $t = 30$ minut a použitým pracovním plynem byl opět metan.

Jak je z obrázku 7.7 patrné, zvýšení výkonu laseru a delší čas experimentu měl za následek velkou změnu výsledného ovlivnění v porovnání s experimentem popsáním na obrázku 7.5. V tomto případě není ovlivněná oblast spojitá a příliš velká, ale na vzorku se nacházejí různě velké tmavé oblasti, které můžeme vidět, když porovnáme obrázky 7.6

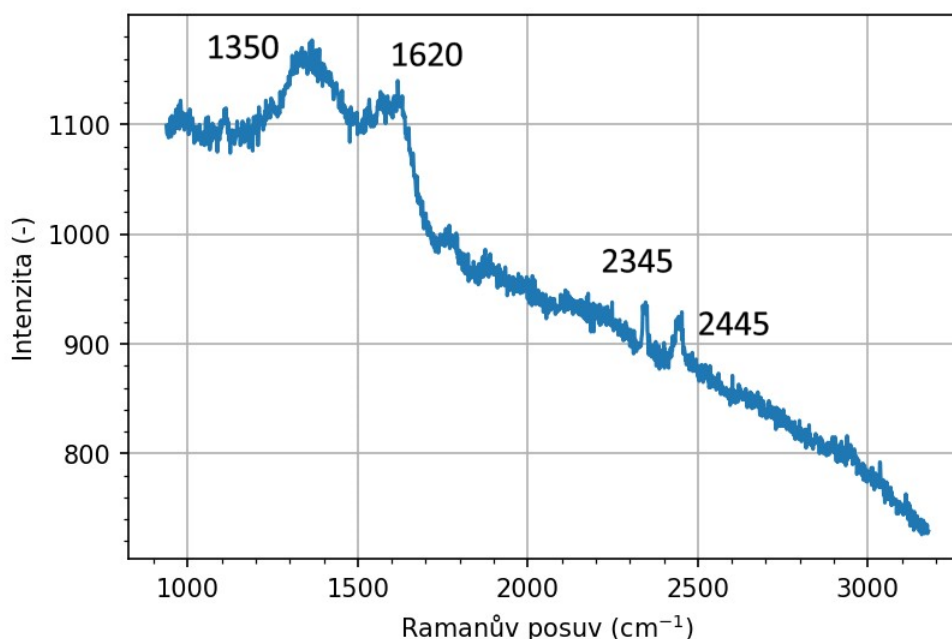


Obrázek 7.6: Obrázek referenčního měření v elektronovém mikroskopu na zlaté vrstvě na skle.



Obrázek 7.7: Ovlivněná oblast na zlaté vrstvě na skle, $P = 160$ mW, $t = 30$ minut, $d = 1, 3$ μm , pracovní plyn CH_4 .

(referenční povrch) a 7.7 (ovlivněný povrch). Tyto oblasti, které byly dobře viditelné i v optickém mikroskopu, jsme poté zanalyzovali pomocí Ramanovy spektroskopie.



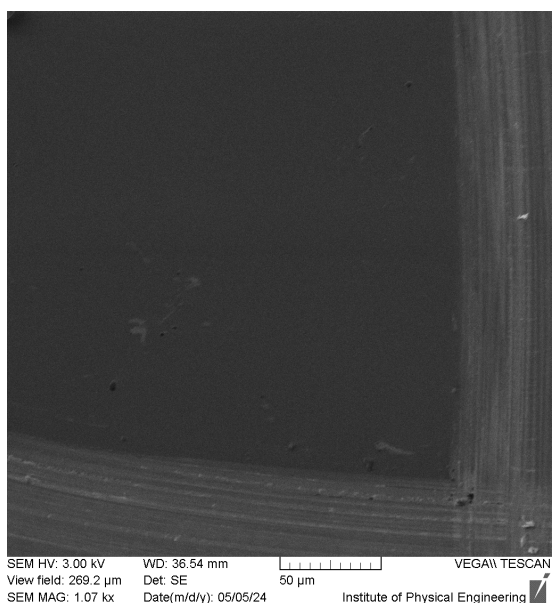
Obrázek 7.8: Ramanova spektra struktury nadeponované za pomoci CH_4 na zlatou vrstvu.

Tato získaná data z Ramanovy spektroskopie jsme poté zanalyzovali pomocí programu Python. Na zpracovaných datech na obrázku 7.8 můžeme vidět 4 charakteristické píky, a to na 1350, 1620, 2345 a 2445 cm^{-1} . První dva z nich přibližně odpovídají píkům amorfního uhlíku. Ty se přibližně nacházejí na 1350 a 1580 cm^{-1} [43]. To dokazuje využití naší vyvinuté metody pro depozici struktur na bázi uhlíku na povrch vzorku teplotně aktivovaným rozkladem CH_4

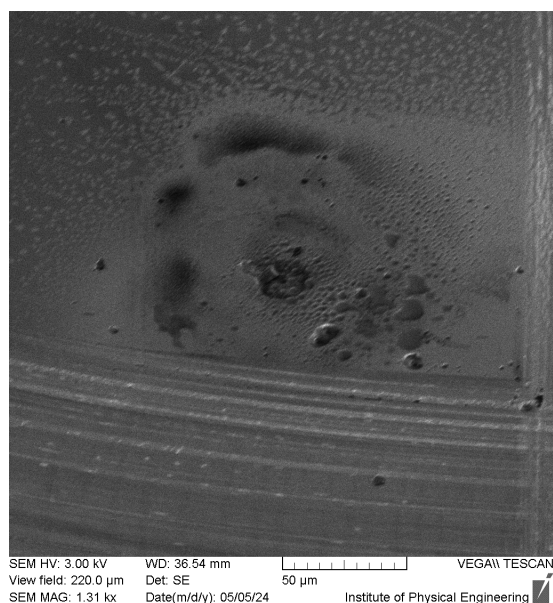
7.4. Depozice na křemíkový substrát

V rámci našich experimentů jsme se kromě depozice na standardně používané kovové vrstvy, jakými byly zlato a měď, zaměřili i na depozici na křemíkový substrát. Konkrétně se jednalo o křemík o orientaci krystalografických rovin $\langle 100 \rangle$. Pro depozici na tento vzorek jsme použili následující parametry depozice: výkon světelného svazku dopadajícího na vzorek byl přibližně 190 mW, vlákno se nacházelo v kontaktu se vzorkem, depozice probíhala po dobu 30 minut a pracovním plynem byl, stejně jako v předchozích experimentech, metan.

Po 30 minutách jsme vypnuli zdroj laserového světla a oddálili se s SPM sondou, která obsahovala duté optické vlákno do dostatečné vzdálenosti, aby nedošlo k dalšímu ovlivňování povrchu vzorku dopadem molekul metanu vycházejícího z dutého vlákna. Referenční měření a výslednou oblast, na níž jsme za pomoci metanu nadeponovali vrstvu můžeme vidět na obrázcích 7.9 a 7.10.



Obrázek 7.9: Referenční měření na vzorku Si.

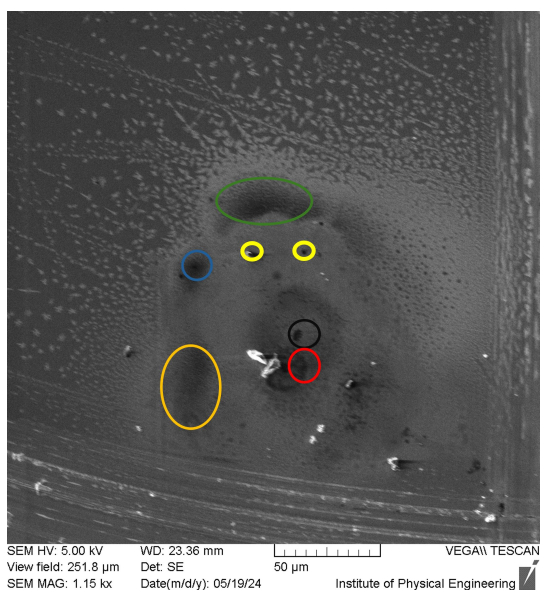


Obrázek 7.10: Ovlivněná oblast za pomoci CH_4 na Si.

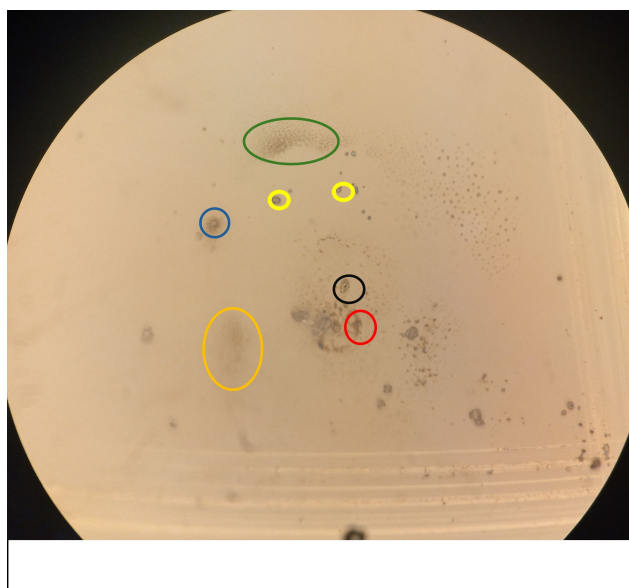
Z těchto obrázků je patrné, že lokální ovlivnění povrchu vzorku bylo velmi úspěšné. Ovlivněná oblast je přibližně stejně velká, jako přední strana dutého optického vlákna, s nímž jsme při dané depozici pracovali. Některé části této ovlivněné oblasti vykazují v elektronovém mikroskopu při detekci sekundárních elektronů podobnou odezvu.

7.5. Analýza depozice na křemíkový substrát

V části 7.4 jsme provedli úspěšnou depozici struktur rozkladem metanu na křemíkový vzorek, což byl jeden z hlavních cílů předložené práce. Nad rámec zadání této práce jsme se rozhodli námi nadeponované struktury zanalyzovat pomocí Ramanovy spektroskopie. Pro tuto formu analýzy jsme používali laserové světlo o vlnové délce $\lambda = 532$ nm. Od toho jsme si slibovali alespoň přibližné určení složení námi nadeponovaných struktur.

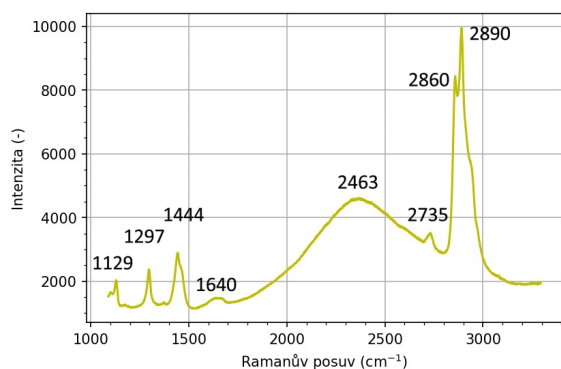


Obrázek 7.11: Ovlivněná oblast křemíkového substrátu v elektronovém mikroskopu.

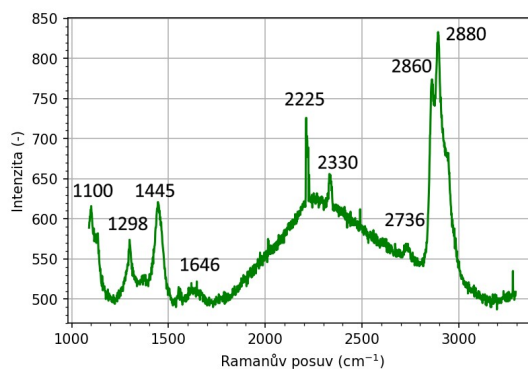


Obrázek 7.12: Odpovídající ovlivněná oblast křemíkového substrátu v optickém mikroskopu.

Na obrázcích 7.11 a 7.12 si můžeme povšimnout míst, na nichž jsme měření prováděli. Barva označení těchto oblastí odpovídá barvě spekter z měření pomocí Ramanovy spektroskopie. V některých případech se jedná o větší ovlivněné oblasti o rozměrech řádu desítek μm , v jiných případech se jedná o menší oblasti o velikostech v řádu jednotek μm . V rámci každé oblasti vykazovaly dané struktury podobné vlastnosti, o čemž jsme se přesvědčili měření Ramanovy spektroskopie na více místech v dané oblasti.



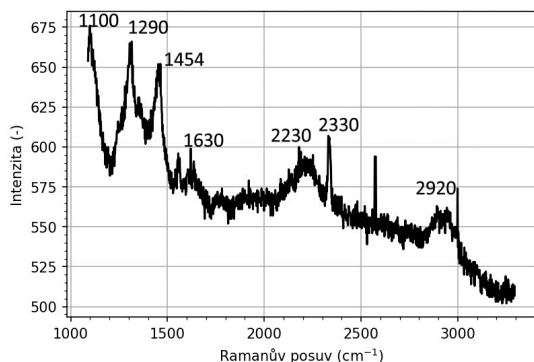
Obrázek 7.13: Ramanova odezva žlutě vyznačených oblastí na obr. 7.11 a 7.12.



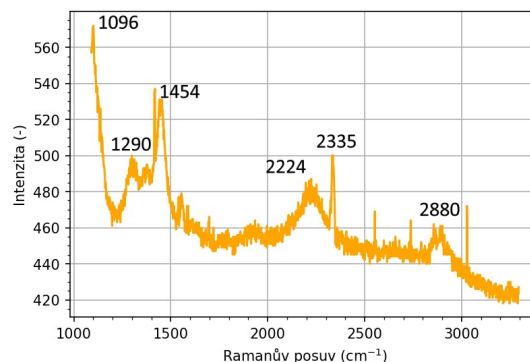
Obrázek 7.14: Ramanova odezva zeleně vyznačené oblasti na obr. 7.11 a 7.12.

Díky této metodě jsme mohli určit spektra materiálů deponovaných na povrch křemíkového substrátu. Na datech, které jsme zpracovali pomocí programovacího jazyka Python, je vidět různorodost námi nadeponovaných struktur. Z tohoto důvodu je náročné daná spektra analyzovat, neboť u mnoha píků došlo ke konvoluci a tedy k následnému rozmazání jednotlivých ramanovských spekter. Přesto se o to alespoň částečně pokusíme. Na obrázcích 7.13, 7.14, 7.16 a 7.17 jsou patrné dva intenzivní píky v okolí 2860 a 2890 cm^{-1} . Tyto píky odpovídají různým typům vazeb v molekulách typu CH_x . Pro tyto mo-

lekuly jsou charakteristické vazby vodíku navázaného na sp^2 nebo sp^3 uhlík, který má silnou odezvu v rozmezí od 2850 do 3050 cm^{-1} [44].

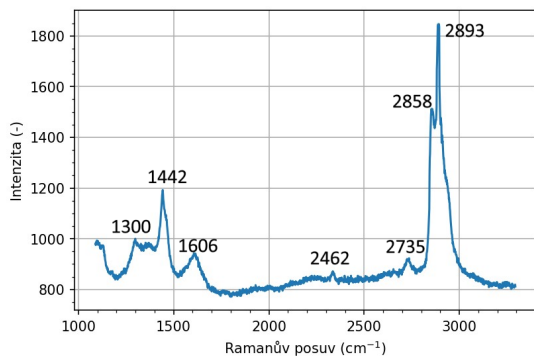


Obrázek 7.15: Ramanova odezva černě vyznačené oblasti na obr. 7.11 a 7.12

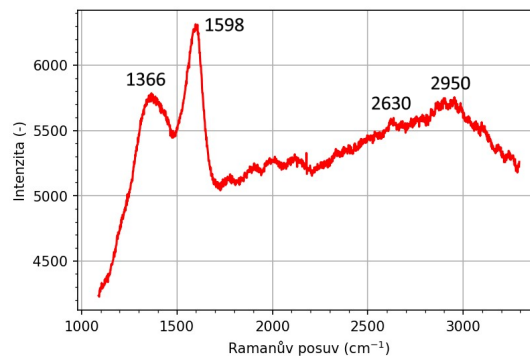


Obrázek 7.16: Ramanova odezva oranž. označené oblasti na obr. 7.11 a 7.12.

Dále je na obrázku 7.18 viditelná přítomnost uhlíku. Pro tento materiál jsou charakteristické 2 píky - D na 1350 cm^{-1} a G na 1580 cm^{-1} . Pro charakterizaci grafenu a grafitu je také důležitý 2D pík nacházející se přibližně na 2650 cm^{-1} . Na obrázku 7.18 se tyto píky nacházejí s menšími odchylkami. Díky poměru těchto píků jsme určili, že se na vzorcích nachází amorfni uhlík. To považujeme za velký úspěch, neboť depozici uhlíku z molekul metanu a následnou depozici například grafitu nebo grafenu považujeme za další krok, kterému by bylo možné se v rámci pokračování této práce věnovat [45], [46].



Obrázek 7.17: Ramanova odezva modře vyznačené oblasti na obr. 7.11 a 7.12.



Obrázek 7.18: Ramanova odezva červeně vyznačené oblasti na obr. 7.11 a 7.12.

Z námi vytvořených grafů patrné, že množství molekul a jejich vazeb nadeponovaných na vzorek je opravdu různorodé a v mnoha případech je složité určit, jakým prvkům přísluší. I přesto je vidno, že tato metoda je použitelná pro lokální tvorbu struktur v komoře elektronového mikroskopu.

Závěr

V rámci této práce jsme se věnovali části vývoje SPM sondy nové generace. Požadované vlastnosti a dosavadní vývoj SPM sondy jsme popsali v kapitole 1, v níž jsme také zmínili, na jaké části vývoje jsme se podíleli. Konkrétně jsme se věnovali tvorbě a modifikaci nanostruktur za pomoci dutého optického vlákna v komoře elektronového mikroskopu.

Poté jsme v kapitolách 2, 3 a 4 popsali potřebný teoretický základ, bez něhož bychom se neobešli v části zabývající se experimenty. V kapitole 2 jsme shrnuli problematiku vedení světla optickými vlákny a popsali jsme základní rozdíly mezi standardními optickými vlákny a vlákny na bázi fotonického krystalu, což byl jeden z úvodních cílů této práce. Dále jsme se věnovali právě již výše uvedeným vláknům na bázi fotonického krystalu, které se vyznačují přítomností kapilár umožňující proudění plynu. V kapitole 3 jsme se zabývali prouděním plynu v kapilárách dutých optických vláken, jež jsou stěžejním prvkem pro naše experimenty. V první části této kapitoly jsme popsali jednotlivé typy proudění plynu, a při kterých parametrech systému se dané typy proudění projevují. V další části jsme popsali výsledky dvou vědeckých skupin, které se zabývaly problematikou vedení plynu v dlouhých kapilárách. V kapitole 4 popisujeme dvě možnosti depozice struktur na povrch vzorku. Jedná se o depozici indukovanou elektronovým svazkem a depozici z plynné fáze. V předložené bakalářské práci jsme se zaměřili na tvorbu nanostruktur pomocí depozice s plynné fáze. Jelikož přístroje umožňující zavedení optických vláken do komory elektronového mikroskopu nepatří mezi jeho standardní vybavení, věnovali jsme se v kapitole 5 konstrukčním rozšířením elektronového mikroskopu, bez nichž by uskutečnění experimentů bylo obtížné. Konkrétně se jednalo o zavedení optického optického filtru, využití vakuového mikromanipulátoru a použití SPM mikroskopu pro elektronové mikroskopy LiteScope.

V experimentální části jsme otestovali 3 metody přivedení světla a pracovního plynu k povrchu vzorku za pomoci optických vláken různých typů. Tyto metody však ne vždy vedly k vytouženému cíli. Z těchto neúspěšných částí jsme se ale vždy snažili poučit, protože víme, že cesta k úspěchu je vydlážděna mnoha neúspěchy a slepými uličkami. Zpočátku nebyly naše experimenty příliš úspěšné, to nás ale neodradilo od pokračování v experimentech. Nakonec se nám podařilo s námi navrženou sestavou lokálně modifikovat povrch tenké vrstvy zlata a také jsme narostli struktury na bázi metanu na křemíkový substrát. Tyto vzorky popsané v kapitolách 6 a 7 jsme poté zanalyzovali pomocí Ramanovy spektroskopie. Spektra struktur na křemíkovém substrátu byla různorodá, jak je patrné z části 7.5. To potvrdilo možnost depozice různých typů struktur na povrch vzorku. Dále jsme zjistili, že se nám povedlo na povrch těchto vzorků deponovat amorfní uhlík. Díky těmto experimentům jsme dokázali funkčnost námi navržené sestavy pro využití v SPM sondě nové generace a splnili cíle zadání této práce. Výsledky ukazují, že námi použitá metoda je úspěšná a nabízí tak novou možnost tvorby nanostruktur na Ústavu fyzikálního inženýrství.

Mnoho otázek, které jsme si kladli prozatím zůstalo nezodpovězeno, ale to nás již tolik nepřekvapuje a neděsí, neboť je jasné, že by nebylo správné kdybychom hned na všechno znali odpověď...

Literatura

- [1] ZEZULKA, L.: *Multifunctional SPM Probes: Development, Preparation And Testing Of Exchangeable Caplike Tips Of The Probes*. Brno: Brno University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Physical Engineering, 2023, 71 p. Master's Thesis. Supervised by prof. RNDr. Jiří Spousta, Ph.D.
- [2] THORLABS. *Multimode fiber tutorial* [online]. [cit. 2024-04-08]. Dostupné z: https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=10417
- [3] STERLITE TECHNOLOGIES LIMITED. *Types Of Optical Fiber* [online]. [cit. 2024-04-08]. Dostupné z: https://stl.tech/blog/types-of-optical-fiber/#%201_Material_used
- [4] GENUINE MODULES. *What are the basic concepts of optical modes?* [online]. [cit. 2024-04-06]. Dostupné z: https://www.genuinemodules.com/what-are-the-basic-concepts-of-optical-modes_a3493
- [5] NEWPORT CORPORATION. *Fiber Optics Basics* [online]. [cit. 2024-04-08]. Dostupné z: <https://www.newport.com/t/fiber-optic-basics>
- [6] KAHN, J. M.: *Introduction to Optical Fiber Communications Lecture 3: Wave Optics Description of Optical Fibers* [online]. [cit. 2024-04-08]. Dostupné z: http://eeclass.stanford.edu/cgi-bin/handouts.cgi?s=\landt=1181774370\landcc=ee247\landaction=handout_download\landhandout_id=ID112717331418248\landviewfile=lecture_3.pdf
- [7] THORLABS. *Does NA provide a good estimate of beam divergence from a single mode fiber?* [online]. [cit. 2024-04-12]. Dostupné z: https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=14204
- [8] RUSSELL, P. Photonic Crystal Fibers. *Science*. 2003, (299), 358 - 362 s.,. Dostupné z: [doi:10.1109/JLT.2006.885258](https://doi.org/10.1109/JLT.2006.885258)
- [9] WEI, L.: *Advanced fiber sensing technologies*. Singapore: Springer, 2020., 39 - 44 s. Progress in optical science and photonics. ISBN 978-981-15-5506-0.
- [10] RP PHOTONICS ENCYCLOPEDIA. *Photonic Crystal Fibers: A Historical Account* [online]. [cit. 2024-04-08]. Dostupné z: [doi:10.61835/m68](https://doi.org/10.61835/m68)
- [11] BIRKS, T. A., KNIGHT, J. C. a RUSSELL, P. St. J.: Endlessly single-mode photonic crystal fiber. *Optics Letters*. 1997, 22(13). ISSN 0146-9592. Dostupné z: [doi:10.1364/OL.22.000961](https://doi.org/10.1364/OL.22.000961)
- [12] BROENG, J., et al.: Photonic Crystal Fibers: A New Class of Optical Waveguides. *Optical Fiber Technology*. 1999, 5(3), 305-330. ISSN 10685200. Dostupné z: [doi:10.1006/ofte.1998.0279](https://doi.org/10.1006/ofte.1998.0279)
- [13] RUSSELL, P. Photonic Crystal Fibers. *Science*. 2003, (299), 358 - 362 s.,. Dostupné z: [doi:10.1109/JLT.2006.885258](https://doi.org/10.1109/JLT.2006.885258)

LITERATURA

- [14] FEIT, M. D., FLECK, J. A.: Light propagation in graded-index optical fibers. *Applied Optics*. 1978, 17(24). ISSN 0003-6935. Dostupné z: [doi:10.1364/AO.17.003990](https://doi.org/10.1364/AO.17.003990)
- [15] JIN, W., et al.: Photonic crystal fibers, devices, and applications. *Frontiers of Optoelectronics* [online]. 2013, 6(1), 3-24 [cit. 2024-04-21]. ISSN 2095-2759. Dostupné z: [doi:10.1007/s12200-012-0301-y](https://doi.org/10.1007/s12200-012-0301-y)
- [16] KNIGHT, J. C., et al.: Photonic Band Gap Guidance in Optical Fibers. *Science*. 1998, 1998-11-20, 282(5393), 1476-1478. ISSN 0036-8075. Dostupné z: [doi:10.1126/science.282.5393.1476](https://doi.org/10.1126/science.282.5393.1476)
- [17] BAJCSY, M.: Switching of light with light using cold atoms inside a hollow optical fiber. *Laser Spectroscopy. WORLD SCIENTIFIC*, 2010, 2010-02-21, 127-136. ISBN 978-981-4282-33-8. Dostupné z: [doi : 10.1142/9789814282345_012](https://doi.org/10.1142/9789814282345_012)
- [18] PARMAR, V a BHATNAGAR,R.: Analysis of gas flow dynamics in hollow core photonic crystal fibre based gas cell. *Optik* 2014, 125(13), 3204-3208. ISSN 00304026. Dostupné z: [doi:10.1016/j.ijleo.2014.01.022](https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2014.01.022)
- [19] K. H., BERNHARDT. *Vacuum Technology Compendium*. Asslar: Pfeiffer Vacuum, 2014.
- [20] BARBOSA, G. S. de F., VISSING, K. a MAYER, K.: Creation and Evaluation of Construction Guidelines Using CFD for Low Pressure Plasma Gas Feed-in Systems to Homogenize the Precursor Gas Flow. *Open Journal of Fluid Dynamics*. 2016, 06(04), 391-405. ISSN 2165-3852. Dostupné z: [doi:10.4236/ojfd.2016.64029](https://doi.org/10.4236/ojfd.2016.64029)
- [21] DUBRAVCOVÁ, V.: *Vákuová a ultravákuová technika*. Bratislava: Alfa, 1992. ISBN 80-05-01090-7.
- [22] BESKOK, A., KARNIADAKIS, G.: Report: A model for flows in channels, pipes, and ducts at micro and nano scales. *Microscale Thermophysical Engineering*. 1999, 3(1), 43-77. ISSN 1089-3954. Dostupné z: [doi:10.1080/108939599199864](https://doi.org/10.1080/108939599199864)
- [23] VERMA, M.: Boltzmann equation and hydrodynamic equations: their equilibrium and non-equilibrium behaviour. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 2020, 378, 20190470, dostupné z: [doi:10.1098/rsta.2019.0470](https://doi.org/10.1098/rsta.2019.0470)
- [24] AISSA, A., et al.: Pressure-Driven Gas Flows in Micro Channels with a Slip Boundary: A Numerical Investigation. *Fluid Dynamics and Materials Processing*. 2020, 16(2), 147-159. ISSN 1555-2578. Dostupné z: [doi:10.32604/fdmp.2020.04073](https://doi.org/10.32604/fdmp.2020.04073)
- [25] MASUM, B.M., et al.: Numerical analysis of gas diffusion in drilled Hollow-Core Photonic Crystal fibres. *Measurement*. 2018, 127, 283-291. ISSN 02632241. Dostupné z: [doi:10.1016/j.measurement.2018.05.106](https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.05.106)
- [26] MASUM, B.M., et al.: Mathematical Modelling of Gas Flow in a Hollow Core Optical Fibre. 2017 *2nd International Conference for Fibre-optic and Photonic Sensors for Industrial and Safety Applications (OFSIS)*. IEEE, 2017, 52-55. ISBN 978-1-5090-5054-3. Dostupné z: [doi:10.1109/OFSIS.2017.13](https://doi.org/10.1109/OFSIS.2017.13)

- [27] LUKASCZYK, T, SCHIRMER, M, STEINRÜCK, H-P, MARBACH, H.: Electron-Beam-Induced Deposition in Ultrahigh Vacuum: Lithographic Fabrication of Clean Iron Nanostructures. *Small* [online]. 2008, 4(6), 841-846 [cit. 2024-03-29]. ISSN 1613-6810. Dostupné z: [doi:10.1002/sml.200701095](https://doi.org/10.1002/sml.200701095)
- [28] HARI, S., et al.: Combined Focused Electron Beam-Induced Deposition and Etching for the Patterning of Dense Lines without Interconnecting Material. *Micromachines*. 2021, 12(1). ISSN 2072-666X. Dostupné z: [doi:10.3390/mi12010008](https://doi.org/10.3390/mi12010008)
- [29] VAN DORP, W. F.: Sub-10 nm writing: focused electron beam-induced deposition in perspective. *Applied Physics A*. 2014, 117(4), 1615-1622. ISSN 0947-8396. Dostupné z: [doi:10.1007/s00339-014-8588-8](https://doi.org/10.1007/s00339-014-8588-8)
- [30] BOTMAN, A., MULDER, J.J.L., HAGEN, C.W.: Creating pure nanostructures from electron-beam-induced deposition using purification techniques: a technology perspective. *Nanotechnology*. 2009, 2009-09-16, 20(37), 1. ISSN 0957-4484. Dostupné z: [doi:10.1088/0957-4484/20/37/372001](https://doi.org/10.1088/0957-4484/20/37/372001)
- [31] *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology*. Third edition. Editor Peter M. MARTIN. Amsterdam: Elsevier, [2010]. ISBN 978-0-8155-2031-3.
- [32] CROWELL, J. E.: Chemical methods of thin film deposition: Chemical vapor deposition, atomic layer deposition, and related technologies *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*. 2003, 2003-09-01, 21(5), S88-S95. ISSN 0734-2101. Dostupné z: [doi:10.1116/1.1600451](https://doi.org/10.1116/1.1600451)
- [33] SCHMIDT, S.: *Beschichtung von Kohlenstofffasern durch Chemische Gasphasenabscheidung (CVD)*. [Dizertační práce.] Erlangen, Nürnberg: Technische Universität Erlangen-Nürnberg, 2004.
- [34] VŮJTEK, M., KUBÍNEK R., MAŠLÁN M.: *Nanoskopie*. Olomouc, Univerzita Palackého, 2012. ISBN 978-80-244-3102-4.
- [35] PALOUDA, A.: *Vývoj mikromanipulátoru pro rastrovací elektronový mikroskop*. [Bakalářská práce.] Brno: 2023. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/149915>.
- [36] NENOVISION. *LiteScope AFM-in-SEM* [online]. [cit. 2024-05-23]. Dostupné z: <https://www.nenovision.com/products/litescope-afm-in-sem>
- [37] THORLABS. *S630-HP - Single Mode Optical Fiber* [online]. [cit. 2024-05-15]. Dostupné z <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=S630-HP>
- [38] THORLABS. *S405-XP - Single Mode Optical Fiber* [online]. [cit. 2024-05-16]. Dostupné z <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=S405-XP>
- [39] NKT Photonics, *Large Mode Area photonic crystal fibers* [online]. [cit. 2024-05-16]. Dostupné z <https://www.nktphotonics.com/products/optical-fibers-and-modules/large-mode-area-photonic-crystal-fibers/>

- [40] THORLABS. *PM-1550-01 - PM Photonic Crystal Fiber* [online]. [cit. 2024-05-16]. Dostupné z <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=PM-1550-01>
- [41] BOLELOUCKÁ, E.: *Odpařování tenkých vrstev pomocí intenzivního laserového světla za současného pozorování elektronovým rastrovacím mikroskopem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2024. Vedoucí Ing. Zdeněk Nováček, Ph.D.
- [42] TESTBOOK, *Lamberts Cosine Law: Learn its Significance and Applications*. [cit. 2024-04-020]. Dostupné z: <https://testbook.com/physics/lambert-cosine-law>
- [43] LIFSHITZ, Y.: Role of nucleation in nanodiamond film growth. *Applied Physics Letters*. 2006, 2006-06-12, 88(24) ISSN 0003-6951. Dostupné z: [doi:10.1063/1.2213019](https://doi.org/10.1063/1.2213019)
- [44] BOUNOUH, Y., SPOUSTA, J., *et al.* Influence of the hydrogen evolution on the structural and electronic properties of a-C:H films. *Diamond and Related Materials*. 1996, 5(3-5), 453-456. ISSN 09259635. Dostupné z: [doi:10.1016/0925-9635\(95\)00502-1](https://doi.org/10.1016/0925-9635(95)00502-1)
- [45] TELL, A. E.: *Structural Investigations of HiPIMS-deposited Diamond-Like Carbon Thin Films using Raman Spectroscopy* [bakalářská práce.] Uppsalla: Uppsalla Universitet, 2017. 43 s.
- [46] ANALYZETEST. *Raman spectroscopis study of graphene* [online]. [cit. 2024-05-21]. Dostupné z: <https://www.analyzetest.com/2021/04/18/raman-spectroscopic-study-of-deposited-graphene-grown-on-001-si-by-cvd/>

Seznam použitých zkratek

AFM	Atomic Force Microscopy
CAFM	Conductive Atomic Force Microscopy
CPEM	Correlative Probe and Electron Microscopy
CEITEC	Central European Institute of Technology
DSMC	Direct Simulation Monte Carlo
CVD	Chemical Vapour Deposition
EBID	Electron Beam Induced Deposition
IBAD	Ion Beam Assisted Deposition
MFD	Mode Field Diameter
SEM	Scanning Electron Microscope
SPM	Scanning Probe Microscopy