



**ČESKÝ METROLOGICKÝ INSTITUT**

OBLASTNÍ INSPEKTORÁT BRNO

**ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA Č. 6014-TR-Z0003-22**

**o plnění úkolu TR**

**Metrologická návaznost v KPFM**


Odpovědný řešitel: Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.

Vypracovali: Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.  
Dr. Nupinder Jeet Kaur  
Mgr. Miroslav Valtr, Ph.D.  
doc. Mgr. Jan Martinek, Ph.D.

Ředitel VOJ: Ing. Radovan Wiecek  
ředitel OI Brno

Datum: 23. ledna 2023

Schválil: RNDr. Pavel Klenovský  
odborný ředitel pro FM

	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 2/27
---	---	---	--------------------------------------

## Resumé

Cílem úkolu bylo vyvinout nástroje pro zajištění metrologické návaznosti a stanovení prostorového rozlišení v Kelvinově silové mikroskopii (KPFM). V rámci projektu byla zajištěna řada vzorků pro různé typy KPFM měření (návaznost, analýza příspěvků k nejistotě) a byla provedena řada měření pro účely stanovení limitů metody a pro otestování různých typů hrotů. Byla také testována implementace metody na našem vlastním kontroléru.



## Obsah

Resumé	2
Obsah	3
<b>1 ÚVOD</b>	<b>4</b>
<b>2 POPIS ŘEŠENÍ ÚKOLU</b>	<b>5</b>
2.1 Kelvinova silová mikroskopie . . . . .	5
2.1.1 Metrologická návaznost v KPFM . . . . .	7
2.1.2 Otázky rozlišení v KPFM . . . . .	7
2.1.3 Volba sond a optimálních parametrů měření, interpretace dat . . . . .	8
2.2 Navržené prvky pro zajištění metrologické návaznosti . . . . .	8
2.2.1 Vzorčky . . . . .	8
2.2.2 Sondy . . . . .	12
<b>3 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY</b>	<b>14</b>
3.1 Kvantitativní stanovení CPD . . . . .	14
3.2 Rozlišení . . . . .	15
3.3 Implementace KPFM na našem kontroléru . . . . .	20
3.4 Diskuse . . . . .	23
<b>4 ČERPANÉ NÁKLADY NA ÚKOL</b>	<b>24</b>
<b>5 ZÁVĚRY</b>	<b>25</b>
Seznam bibliografických citací	26
<b>PŘÍLOHY</b>	<b>27</b>



## 1. ÚVOD

Kelvinova silová mikroskopie (KPFM - Kelvin Probe Force Microscopy) je technika z rodiny metod mikroskopie skenující sondou (SPM - Scanning Probe Microscopy). Využívá měření lokálních elektrostatických sil pro mapování výstupní práce, což má aplikace při studiu kompozitních materiálů, defektů v polovodičích, kvantových teček, dvoudimenzionálních systémů a v obdobných situacích, kdy potřebujeme získat výstupní práci, či materiálový kontrast. S ohledem na to, že se jedná o metodu bezkontaktní, tj. měření probíhá v malé vzdálenosti nad povrchem, způsobem kompatibilním s bezkontaktním režimem měření topografie, získává tento typ měření oblibu v řadě oblastí, často i na úkor jiných elektrických metod, například vodivostní mikroskopie atomárních sil (CAFM - Conductive Atomic Force Microscopy), která pracuje v kontaktním režimu.

Princip KPFM je v nejjednodušším uspořádání velmi jednoduchý. Hrot se pohybuje několik desítek nanometrů nad povrchem vzorku a mezi něj a vzorek je přiloženo střídavé (AC) elektrické napětí o určité frekvenci. To vyvolává AC elektrostatickou sílu, na kterou pružný držák hrotu (tzv. cantilever) mechanicky reaguje. Reakce je odečítána prostřednictvím odraženého laserového svazku a polohově citlivého fotodetektoru. Na frekvenci, kterou jsme elektrostatické pole excitovali, je amplituda oscilací úměrná nejen amplitudě přiloženého AC napětí, ale také kontaktnímu rozdílu potenciálů. Pokud tedy na vzorek přiložíme další, tentokrát stejnosměrné, napětí, které kompenzuje kontaktní rozdíl potenciálů mezi hrotem a vzorkem, můžeme oscilace vynulovat a přiložené stejnosměrné napětí si uložit jako výsledek měření. Tento princip je možné dále rozvinout a optimalizovat, čímž se zabývá řada experimentátorů; některé z pokročilých metod jsou popsány také v dalším textu.

Získání kvantitativních dat v KPFM je v literatuře diskutováno, nicméně zatím se nejedná o metodu, která by byla metrologicky jednoznačně zakotvena. Typickým postupem pro kvantitativní KPFM je charakterizace výstupní práce sondy na známém vzorku (nejčastěji vysoce orientovaný pyrolytický grafit, HOPG) a následné odečtení této hodnoty z měřených dat. Otázky návaznosti referenčních vzorků, dalších vlivů nejistoty, vlivu nastavení experimentálních parametrů, typu sondy, či uspořádání zpětné vazby jsou v literatuře popsány jen výjimečně.

Cílem úkolu bylo získat a otestovat vzorky využitelné pro získání metrologické návaznosti KPFM, buď s využitím komerčně dostupných referenčních vzorků, či s využitím námi vytvořených struktur. S ohledem na krátkou dobu řešení úkolu (cca 1 měsíc) jsme nepředpokládali provádění externích měření, pokud by pro metrologickou návaznost byly nutné, nicméně snažili jsme se stanovit směr, kterým se v tomto ohledu ubírat.

Dalším cílem úkolu bylo také otestovat limity jeho rozlišení, které jsou obzvlášť důležité při studiu nízkodimenzionálních struktur, jako jsou kvantové tečky, či defekty v polovodičích. Snaha o co možná nejvyšší rozlišení je hnacím motorem vývoje nových KPFM metod i nových KPFM hrotů a v různých projektech se setkáváme s požadavky na měření s rozlišením v řádu nanometrů. Naším cílem bylo kombinací rešerše literatury a experimentů s různými postupy měření navrhnout další postup, kterým by bylo možné dosáhnout co možná nejvyššího rozlišení. Nakonec jsme se zabývali i otázkami volby typu sondy a dalších parametrů měření na přesnost výsledků a na prostorové rozlišení.



## 2. POPIS ŘEŠENÍ ÚKOLU

### 2.1. Kelvinova silová mikroskopie

KPFM měření můžeme chápat jako speciální variantu bezkontaktní mikroskopie atomárních sil, kdy se hrot pohybuje nad povrchem zkoumaného vzorku. To zajišťuje zpětná vazba, která udržuje konstantní pokles amplitudy oscilací hrotu, konstantní fázi, nebo konstantní posun rezonanční frekvence. Ve všech těchto případech je původcem signálu posun rezonanční frekvence pružného držáku hrotu poté, co na něj začne působit síla mezi hrotem a povrchem. Měření pomocí KPFM jsou tedy prováděna v malé vzdálenosti od povrchu (typicky jednotky až desítky nanometrů, podle režimu), hrot tedy není v elektrickém kontaktu s povrchem.

Ve své nejjednodušší podobě je Kelvinova silová mikroskopie založena na přivedení AC a DC elektrického napětí mezi hrot a vzorek. Napětí můžeme vyjádřit vztahem

$$V = V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t) \quad (1)$$

kde  $\omega$  je úhlová frekvence  $t$  je čas. V signálu síly mezi hrotem a povrchem, tak jak je zaznamenáme prostřednictvím optické detekce, pak nalezneme tyto složky

$$F_{DC} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left[ (V_{DC} + \Psi)^2 + \frac{V_{AC}^2}{2} \right] \quad (2)$$

$$F_{\omega} = \frac{\partial C}{\partial z} [(V_{DC} + \Psi)V_{AC} \sin(\omega t)] \quad (3)$$

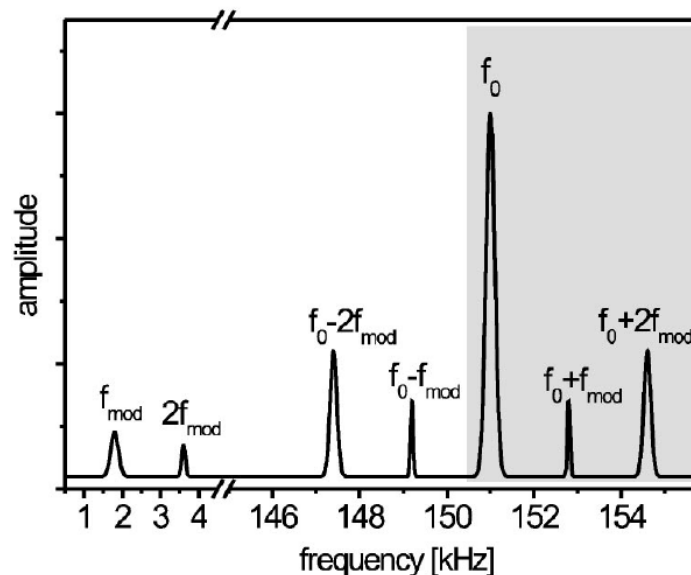
$$F_{2\omega} = - \frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} V_{AC}^2 \cos(2\omega t) \quad (4)$$

Nejjednodušší metoda měření, amplitudově modulovaná KPFM (AM-KPFM), je založena na minimalizaci složky  $F_{\omega}$  volbou vhodného napětí  $V_{DC}$ . To je zajištěno zpětnovazební smyčkou, jejíž výstup je obrácená hodnota kontaktního rozdílu potenciálů  $\Psi$  (který budeme v textu nazývat také *KPFM signál*, případně  $V_{CPD}$ , protože je hlavním výstupem metody). Derivace kapacity systému hrot-povrch ( $C$ ) je konstantní, protože střední výška hrotu nad povrchem  $z$  je při měření neměnná.

Metoda AM-KPFM, tj. amplitudově modulované KPFM [1] je nejjednodušším a nejčastěji používaným přístupem. Měření probíhá typicky tak, že v prvním průchodu sondy nad povrchem je zaznamenána topografie a v druhém průchodu je tato topografie sledována s tím, že se hrot pohybuje o jednotky až desítky nanometrů nad povrchem. Přitom je namísto mechanických oscilací aplikováno AC a DC napětí potřebné pro získání signálu KPFM. Frekvence AC napětí je totožná s frekvencí mechanických kmitů, tj. je naladěna na rezonanční frekvenci. Nevýhodou této metody nicméně je, že výsledný signál je integrován z poměrně velkého objemu hrotu i vzorku, což má negativní vliv na absolutní hodnoty měřeného KPFM signálu.

Metoda FM-KPFM (frekvenčně modulovaná KPFM) vznikla v souvislosti s měřeními ve vakuu, kde je bezkontaktní režim realizován nikoliv sledováním poklesu amplitudy, ale sledováním posunu rezonanční frekvence hrotu. Posun frekvence je úměrný derivaci síly podle osy  $z$  [1]. Při měření FM-KPFM používáme jen jeden průchod hrotu nad povrchem, tj. mechanické i elektrické oscilace jsou aplikovány současně. Elektrické oscilace jsou přitom na podstatně nižší frekvenci, v řádu jednotek kHz (mechanická rezonanční frekvence je cca 50-150 kHz, dle typu sondy). Složka síly úměrná derivaci podle osy  $z$  působí v blízkosti povrchu vznik vedlejších frekvenčních komponent v okolí rezonanční frekvence, jak je to znázorněno na obrázku 1. Cílem různých metod FM-KPFM je detekovat a minimalizovat amplitudu  $f_0 + f_{mod}$ , resp.  $f_0 - f_{mod}$ . Tato složka může být detekována různými postupy - buď přímo dalším kanálem synchronního detektoru, v tomto případě se někdy setkáváme i s pojmem *sideband KPFM*. Častěji je detekce prováděna zřetěžením synchronních detektorů, kdy jeden detekuje mechanické oscilace (a

udržuje jejich amplitudu konstantní pomocí zpětné vazby v ose  $z$ ), a druhý v jeho fázovém výsledku detekuje složku  $f_{\text{mod}}$ , která je využita pro zpětnou vazbu KPFM. V případě měření ve vzduchu, kde typicky AFM nepoužíváme v režimu detekce frekvenčních posunů, tak může být terminologie poněkud zavádějící. Patrně proto se setkáváme i s jinými názvy, například fázově modulované KPFM (phase-modulated KPFM, PM-KPFM) [2], kterou autoři používají právě pro tento princip měření (využití bočních maxim  $f_0 + f_{\text{mod}}$ , resp.  $f_0 - f_{\text{mod}}$ ) aplikovaný při měření ve vzduchu. Pro terminologické odlišení modulační signálu KPFM (AM/FM) a detekční metody síly (která se také často popisuje jako AM/FM) také můžeme nalézt označení typu měření AM-FM, FM-FM, apod. Některé metody se také snaží různým způsobem optimalizovat volbu jednotlivých frekvencí, například tak, aby některá z detekovaných frekvencí odpovídala druhé harmonické frekvenci mechanických kmitů ( $6,28 \times$  vyšší než je rezonanční frekvence) a docházelo tak k žádoucímu mechanickému zesílení signálu [1]. Nejobecnější možností měření je snímat celý průběh silového signálu a provádět demodulaci až z dat samplovaných s vysokou rychlostí [3], v tomto případě je nicméně obtížné získat údaje pro zpětnou vazbu KPFM s dostatečnou rychlostí.



Obrázek 1: Spektrální závislost odezvy sondy při přivedení AC frekvence  $f_{\text{mod}}$ , v blízkosti povrchu a při mechanické rezonanční frekvenci  $f_0$ . Převzato z Ref. [1].

V předchozím odstavci jsme popsali metody, kdy dochází k průběžné kompenzaci kontaktního rozdílu potenciálů zpětnou vazbou. Ani to nicméně není nutné. V režimu *open loop* KPFM, dříve nazývaném také EFM (Electrostatic Force Microscopy) je snímána pouze amplituda AC signálu a ta je zaznamenávána. Pokud je toto provedeno pro různé hodnoty DC napětí, můžeme z výsledných dat zrekonstruovat kontaktní rozdíly potenciálů. Výhodou tohoto přístupu je, že odpadá zpětná vazba, která je zdrojem nejistoty a prvkem, který měření výrazně zpomaluje.

V této práci se zabýváme převážně metodou AM-KPFM, kterou máme k dispozici na mikroskopu Dimension Icon od firmy Bruker. Jak je patrné z výše uvedeného textu, nejedná se o nejpokročilejší metodu měření, nicméně je to metoda, která je zdaleka nejrobustnější. Amplituda kmitů vyvolaných AC signálem přímo na mechanické rezonanční frekvenci cantileveru je velká, signál neobsahuje další komponenty a odstup signálu od šumu je tak také velký. Metody FM poskytují potenciál pro získání vyššího rozlišení, nicméně jsou podstatně choulostivější. Kromě měření na mikroskopu Dimension Icon jsme metodu AM-KPFM implementovali také do našeho vlastního kontroléru. V rámci řešení úkolu jsme se pokusili

	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 7/27
--	---	---	--------------------------------------

alespoň o test, jakým způsobem bychom se při vývoji elektroniky měli ubírat, abychom mohli v tomto kontroléru provádět i FM-KPFM měření, případně přímé měření vedlejších komponent ve frekvenčním spektru.

### 2.1.1. Metrologická návaznost v KPFM

Metrologická návaznost při měření rozměrů je v principu stejná jako u jakýchkoliv jiných SPM metod a zabývat se jí nebudeme, popis různých referenčních vzorků a interferometrických senzorů jsme ve zprávách ÚTR podali mnohokrát.

V případě měření výstupní práce je nalezení vhodného zdroje návaznosti obtížnější. Vzorek, typicky používaný v literatuře, je vysoce orientovaný pyrolitický grafit (highly oriented pyrolytic graphite - HOPG). V nejjednodušším přístupu je sonda kalibrována měřením na tomto vzorku, tj. měření na neznámém vzorku jsou vztažena ke známé hodnotě výstupní práce HOPG, čímž je možné vyloučit vliv (neznámé) sondy. Nevýhodou je, že HOPG není ani homogenní ani dlouhodobě stabilní vzorek a disperze hodnot výstupní práce je až 0,5 eV [4], v závislosti na lokálních nehomogenitách a kontaminaci. Proto se můžeme v literatuře setkat s alternativním přístupem, kdy je využita sada elektrod z různých kovů nanesených na substrát [2,4]. Ani jejich výstupní práce nicméně není známa, resp. tabulkové hodnoty (např. [5]) jsou známy jen s velkým rozptylem. V ideálním případě je proto referenční vzorek měřen jinou metodou, výstupní práce je například stanovena pomocí fotoelektronové spektroskopie v ultrafialové oblasti [2]. Ve výsledku je tak možné stanovit výstupní práci s nejistotou v řádu jednotek procent.

Metodu využití více kovů jsme proto testovali také my, zatím jen z pohledu KPFM, abychom stanovili její opakovatelnost a vhodnost pro praktická měření. Referenční měření výstupní práce námi vyvinutého vzorku by bylo nutné provést následně na vhodném pracovišti, například již zmíněnou metodou fotoelektronové spektroskopie v UV oblasti.

### 2.1.2. Otázky rozlišení v KPFM

Jednou ze základních otázek, kterou jsme si při řešení tohoto úkolu technického rozvoje kladli, je dosažitelné rozlišení v KPFM. V AM-KPFM režimu se obecně soudí, že rozlišení odpovídá v nejlepším případě poloměru špičky hrotu s tím, že nejlepšího rozlišení dosáhneme hroty, které jsou velmi dlouhé a relativně tupé, aby se minimalizoval vliv držáku hrotu a dalších jeho částí na signál [6]. Vliv vzdálenějších částí hrotu na měřený signál (absolutní hodnoty určené výstupní práce) je považován za největší problém metody [7, 8].

V případě použití metody FM-KPFM je udávané rozlišení o něco vyšší, nicméně stále v řádu desítek nanometrů, například 50 nm při analýze signálu na okrajích ostrůvků KCl [1], nebo 20 nm při analýze signálu na okrajích ostrůvků grafénu [2]. V obou těchto případech je rozlišení stanoveno jako pokles signálu mezi dvěma hodnotami (v prvním případě 10-90 procent a v druhém 20-80 procent).

Při měření za extrémních podmínek (vysoké vakuum, nízká teplota) je možné dosáhnout i vyššího rozlišení a například sledovat individuální dopanty v polovodičích [9] s rozlišením 16 nm. Konečně, pokud se pohybujeme v *open loop* režimu, tj. bez zpětné vazby, s FM detekcí, můžeme narazit i na práce dosahujícího atomárního rozlišení [10].

Z pohledu elektrického rozlišení se můžeme v literatuře setkat s limitními hodnotami šumu 10 mV [2], případně až 5 mV, pokud je optimalizována šířka pásma zesilovačů, tj. dochází i k průměrování [1].

Z výše uvedeného textu je patrné, že nám dostupné metody mohou být použity s rozlišením až do cca 10-20 nm. Menší struktury stále mohou poskytovat signál, nicméně nedokážeme je odlišit od sebe a jejich signál je natolik ovlivněn okolím, že nedokážeme kvantitativně stanovit hodnotu výstupní práce. Otázku, nakolik musí být struktura velká, aby měřená hodnota již nezávisela na okolí, jsme řešili v experimentální části práce také.

	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 8/27
--	---	---	--------------------------------------

### 2.1.3. Volba sond a optimálních parametrů měření, interpretace dat

Při měření můžeme využívat různé sondy, dopované, či pokovené, s různými rezonančními frekvencemi i poloměry hrotu. V naší práci jsme využívali pouze dva typy, dostupné v nabídce firmy Bruker, nicméně reálná variabilita na trhu je podstatně větší. Obecně se soudí, že pro AM-KPFM měření je vhodné používat sondy s měkkými držáky hrotu, například 3 N/m, 70 kHz [1], které poskytují dostatečné rozlišení i pro malé elektrické signály. V případě FM-KPFM je možno využít i tužší držáky hrotu.

Je důležité, aby sonda byla buď homogenní, nebo pokovená dostatečně silnou vrstvou, například více než 40 nm, aby nebyl signál ovlivněn její nehomogenitou [2].

Výsledky měření mohou záviset na řadě parametrů, které si může uživatel zvolit. Jedním z nich je rychlost, která se v případě využití zpětné vazby doporučuje velmi nízká - například 35 Hz [1], případně 10 Hz [2] pro získání sousedních bodů, které jsou zcela nekorelované. Zde autoři sledovali rychlost odezvy na změnu nastavení zpětné vazby a při přeskočení mezi dvěma materiály. Rychlejší měření je možno provádět bez zpětné vazby, tj. v režimu *open loop*.

Interpretace dat je typicky prováděna nejjednodušším možným způsobem, tj. odečtené hodnoty kompenzujícího napětí jsou přímo interpretovány jako výsledek. Někteří autoři se nicméně pro účely zvýšení rozlišení a lepší charakterizace sondy snaží provádět dekonvoluci zobrazovací funkce hrotu (point spread function) [11]. Tu se snaží získat experimentálně s využitím speciálních vzorků v kombinaci s elektrostatickým modelováním [12, 13], přičemž tímto způsobem bylo dosaženo cca trojnásobného zvýšení prostorového rozlišení [13]. Ani v tomto případě nicméně prostorové rozlišení nepřekonalo výše uvedené limity (desítky nanometrů).

## 2.2. Navržené prvky pro zajištění metrologické návaznosti

V tomto úkolu jsme se se zaměřili na následující aktivity, nutné pro provádění kvantitativních KPFM měření:

- Zajištění vhodných vzorků pro metrologickou návaznost, nastavení parametrů měření a stanovení rozlišení.
- Testování různých typů sond a jejich odezvy.
- Testování komponent zpětné vazby KPFM na naší vlastní elektronice.
- Testování základních prvků metodického postupu pro měření.

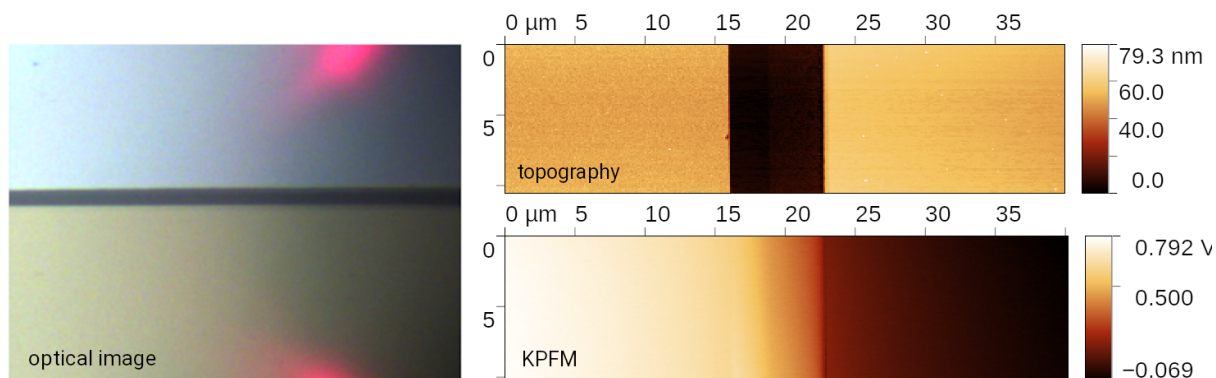
Vyrobené vzorky a zvolené sondy jsou prezentovány v této kapitole, ostatní části jsou v kapitole následující.

### 2.2.1. Vzorky

První vzorek, který jsme využívali pro nastavení parametrů v KPFM měření již v minulosti, je vzorek PFKPFM-SMPL od firmy Bruker. Jedná se o proužky hliníku a zlata nanosené na křemíku. Mezi jednotlivými proužky je malá mezera, ve které je patrný i křemík, ten však podle našich zkušeností může být různým způsobem kontaminován z depozice zlata a hliníku. Optický snímek vzorku a ilustrační měření provedená mikroskopem Dimension Icon v AM KPFM režimu jsou na obr. 2. Nevýhodou vzorku je, že v rámci jedné měřené oblasti vidíme vždy jen jedno rozhraní, výhodou je nízká cena.

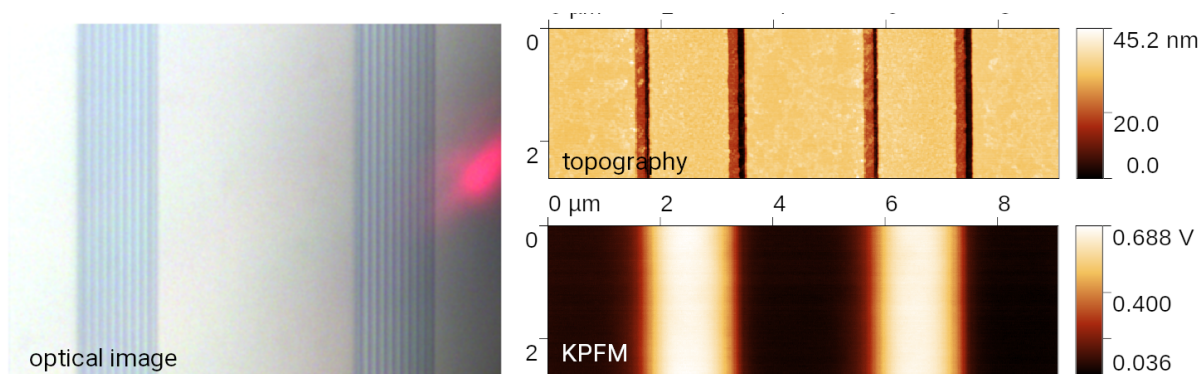
V rámci řešení úkolu jsme zakoupili i KPFM vzorek od konkurenčního výrobce, firmy Budgetsensors (KPFM-EFM-Sample). Ten se skládá z několika polí střídajících se proužků zlata a hliníku, s různou periodou. Výhodou oproti vzorku Bruker je, že můžeme vidět více oblastí i v jednom snímku, a to dokonce





Obrázek 2: KPFM referenční vzorek firmy Bruker a ukázka měřených dat

při různých zvětšeních. Kromě toho je možné zlaté i hliníkové elektrody samostatně připojit na zdroj napětí a tak například generovat různé rozložení elektrostatického pole. Optický snímek vzorku a ilustrační měření provedená mikroskopem Dimension Icon v AM KPFM režimu jsou na obr. 3.



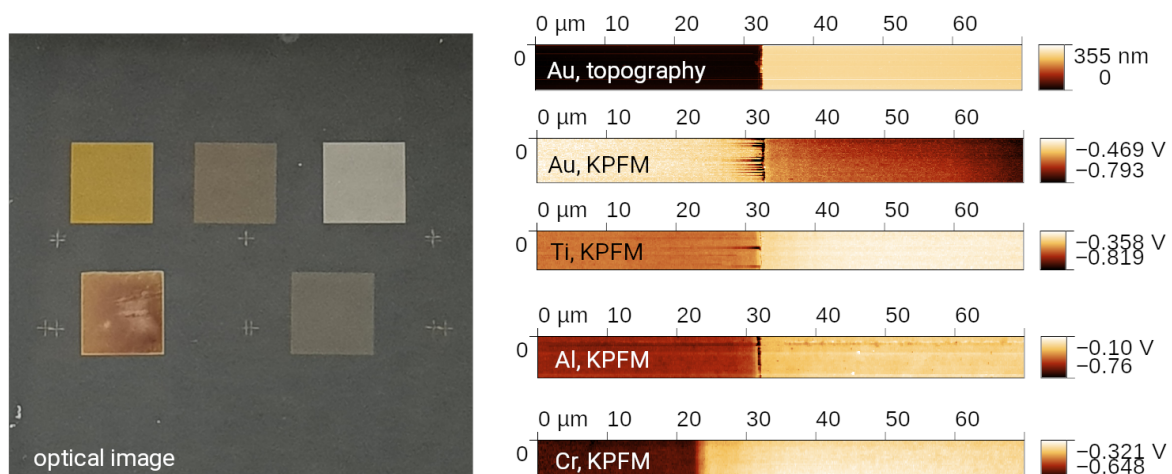
Obrázek 3: KPFM referenční vzorek firmy BudgetSensors a ukázka měřených dat

Pro účely zajištění metrologické návaznosti jsme využili námi připravený vzorek různých kovů na křemíkovém substrátu, původně vytvořený pro nanomechanické experimenty. Jedná se o čtvercová pole různých kovů (Au, Cr, Ti, Al, Ag) o výšce cca 300 nm, připravená v laboratořích VUT CEITEC. Níže je v jednotlivých bodech popsán postup výroby vzorku.

- Příprava křemíkových substrátů (orientace 100) o velikosti  $1 \times 1$  cm.
- Ultrazvukové čištění substrátů v acetonu po dobu 10 minut.
- Ultrazvukové čištění substrátů v isopropanolu po dobu 10 minut.
- Sušení ofukováním pomocí čistého dusíku.
- Nanesení fotorezistu AZ 5214 E metodou spin-coating v přístroji LabSpin 6.
- Expozice fotorezistu UV zářením v přístroji Heidelberg Instruments DWL 66-fs.

- Odstranění exponovaného fotorezistu ve vývojce (TMAH) po dobu 90 s, čištění deionizovanou vodou a sušení dusíkem.
- Depozice 100 nm tlusté vrstvy zlata pomocí elektronového evaporátoru BESTEC.
- Odstranění zbylé vrstvy fotorezistu v acetonu.
- Kroky od nanesení fotorezistu až po odstranění zbylé vrstvy fotorezistu byly opakovány pro další kovy.

Stříbrná vrstva na vzduchu velmi rychle degradovala a pro další měření jsme ji nevyužili. Optický snímek vzorku a ilustrační měření provedená mikroskopem Dimension Icon v AM KPFM režimu jsou na obr. 4. V tomto případě jsme prováděli měření jen několika málo profilů napříč okrajem kovové plošky, ve snaze použít signál z křemíkové oblasti jako referenci. Nevýhodou vzorku je, že není možné jednotlivé oblasti naměřit v rámci jednoho snímku, na druhou stranu výška a velikost kovových oblastí by měla být dostatečná, aby bylo možné je z elektrického hlediska považovat za homogenní materiál (bulk).



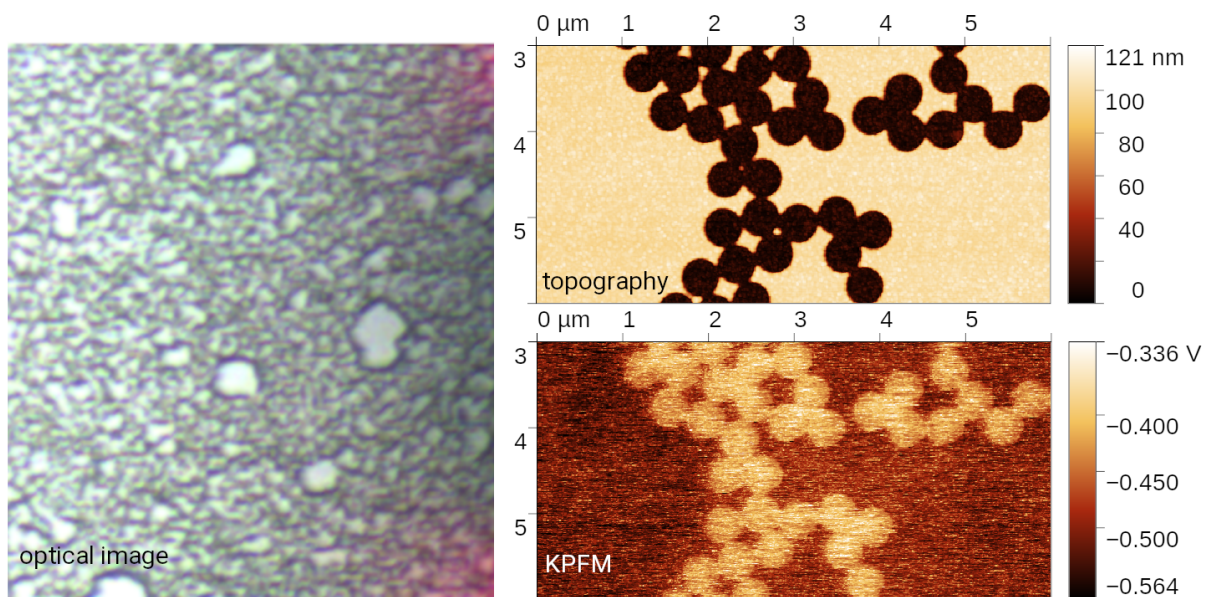
Obrázek 4: Vzorek pro přenos návaznosti a ukázka měřených dat

Aby bylo možné stanovit lépe rozlišení a zároveň v rámci jednoho snímku měřit více kovových materiálů, vyvinuli jsme vzorek kombinující platinu a zlato. Postup jednotlivých kroků při výrobě vzorku je popsán níže.

- Příprava křemíkových substrátů (orientace 100) o velikosti  $1 \times 1$  cm, tloušťce 525  $\mu\text{m}$  a rezistivitě 1-10  $\Omega\text{cm}$ .
- Ultrazvukové čištění substrátů v acetonu po dobu 10 minut.
- Ultrazvukové čištění substrátů v isopropanolu po dobu 10 minut.
- Sušení ofukováním pomocí čistého dusíku.
- Depozice 100 nm tlusté vrstvy titanu na substráty pomocí elektronového evaporátoru BESTEC.
- Ředění suspenze PSL nanočástic (Thermo Scientific) o velikostech 300 nm nebo 450 nm pomocí etanolu v poměru 1:1.

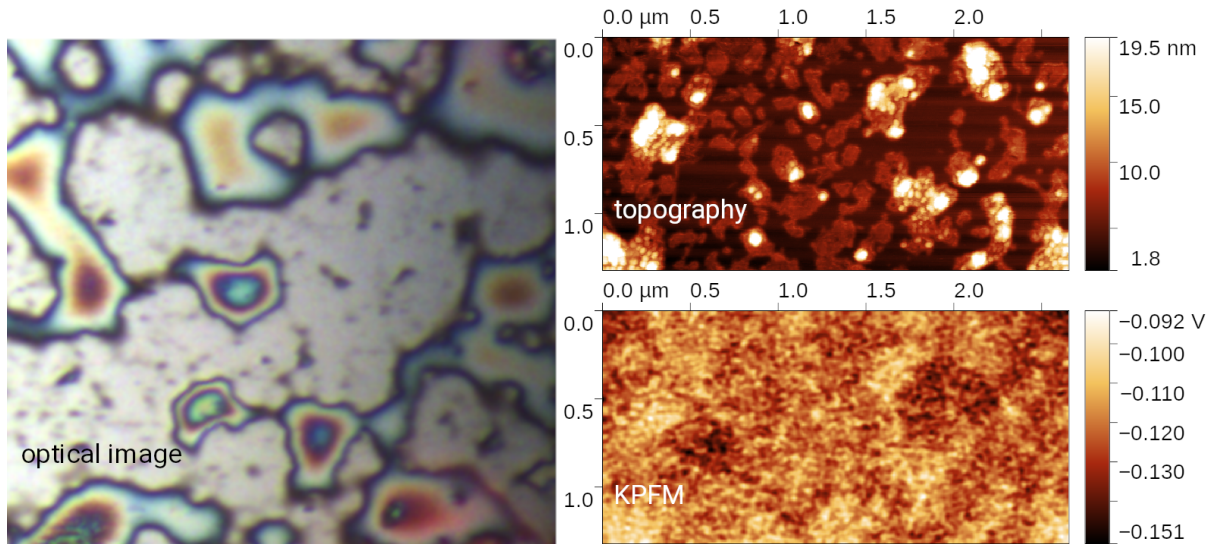
- Nanesení roztoku nanočástic na substráty (s titanovou vrstvou) metodou spin-coating přístrojem Laurel WS-650-23B.
- Depozice 100 nm tlusté vrstvy zlata (evaporátor BESTEC).
- Odstranění nanočástic proběhlo formou namočení vzorků do toluenu na 2 minuty, následovaného ultrazvukovým čištěním po dobu 1 minuty.
- Získané vzorky byly proměřeny na elektronovém mikroskopu Tescan LYRA3.

Cílem bylo získat různě velké ostrůvky. Princip výroby vzorku byl obdobný jako u vzorků pro testování rozlišení v rastrovací optické mikroskopii v blízkém poli, rozdílem bylo použití druhého kovu a křemíkového substrátu. Optický snímek vzorku a ilustrační měření provedená mikroskopem Dimension Icon v AM KPFM režimu jsou na obr. 5. Výhodou vzorku je přítomnost jasně definovaných sub-mikrometrových oblastí s různými kovy, i přítomnost ostrůvků jednoho kovu na druhém o velikostech v desítkách nanometrů.



Obrázek 5: Vzorek pro analýzu rozlišení a ukázka měřených dat

Na konec jsme se pokusili vytvořit také vzorek s nano-objekty, abychom mohli zajít s testováním rozlišení ještě dál. Jako substrát jsme využili HOPG a na něj jsme deponovali z roztoku různé nanočástice a nanodrátky. V naprosté většině případů se ukázalo jako problém na vzorek nanést jednotlivé nanostruktury, jistého úspěchu jsme dosáhli jen v případě zlatých nanočástic o velikosti 15 nm. Optický snímek vzorku a ilustrační měření provedená mikroskopem Dimension Icon v AM KPFM režimu jsou na obr. 6. I zde nicméně vidíme, že většina částic zůstala aglomerovaná, navíc signál v KPFM je podle všeho převážně ovlivněn rezidui ze surfaktantů, které můžeme vidět mezi částicemi. I s ohledem na fakt, že předpokládané rozlišení KPFM by nemělo být tak velké, jsme od dalších měření upustili. Nicméně tuto metodu výroby by bylo vhodné do budoucna nějakým způsobem zdokonalit.



Obrázek 6: Vzorek nanočástic na grafitu a ukázka měřených dat

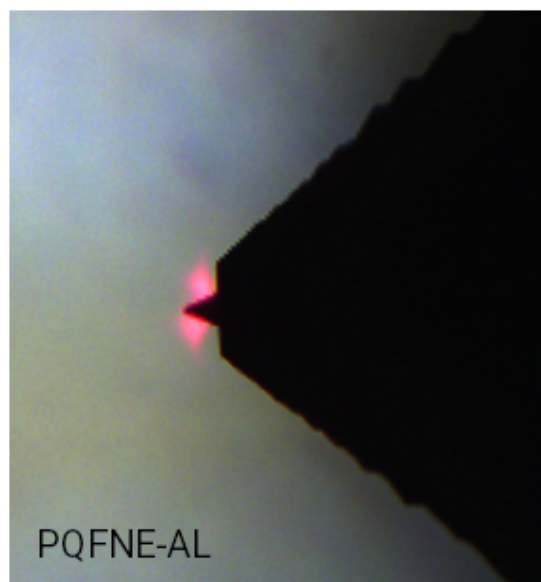
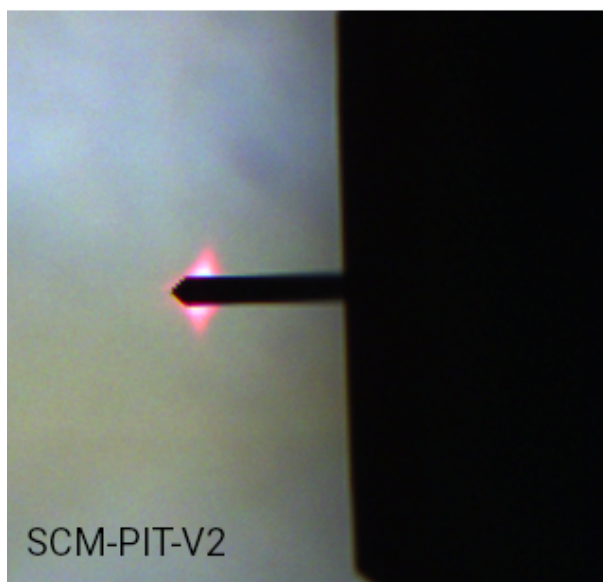
### 2.2.2. Sondy

V této práci jsme využili dva typy sond doporučené pro KPFM měření firmou Bruker (viz návody na [brukeracfmprobes.com](http://brukeracfmprobes.com)), a znázorněné na obrázku 7.

Sonda SCM-PIT-V2 je křemíková sonda pokovená Pt-Ir vrstvou neurčené tloušťky. Poloměr hrotu je 25 nm, což je podstatně víc, než u obdobných sond bez pokovení (8 nm), z čehož lze usuzovat, že přibližná tloušťka pokovení by mohla být cca 10 nm. To je podstatně méně, než doporučuje literatura - buď se tedy jedná o kompromis mezi prostorovým rozlišením a elektrickými vlastnostmi, nebo je geometrie sondy jiná a není možné o tloušťce vrstvy uvažovat takto jednoduše. Sonda má rezonanční frekvenci 75 kHz.

Sonda PFQNE-AL je vyrobena z dopovaného křemíku, problém s pokovením u ní tedy odpadá. Poloměr hrotu je 5 nm a dle firmy Bruker se jedná o sondu s nejlepšími možnými charakteristikami při nanoelektrických měřeních, včetně KPFM. Rezonanční frekvence je 300 kHz. Sonda byla optimalizována tak, aby měla vysokou rezonanční frekvenci, která zajišťuje rychlejší odezvu a zároveň nízkou tuhost (3 N/m, srovnatelnou se sondou SCM-PIT-V2), potřebnou pro dostatečnou citlivost při AM-KPFM měření. Vysoké frekvence je oproti jiným sondám proto dosaženo malou délkou cantileveru, nikoli jeho tuhostí. To má nicméně za následek problémy při nastavování odrazu laserového svazku (paprsek zasahuje i vzorek) a díky tomu také výrazně horší spektrum rezonačních frekvencí (širší a s řadou parazitních vrcholů).

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 13/27
--	--	---	---------------------------------------



Obrázek 7: Sondy SCM-PIT-V2 a PFQNE-AL jak je možno vidět je v mikroskopu Dimension Icon při nastavování laseru pro detekci síly

	Český metrologický institut	Zpráva úkolu TR č.	Počet příloh: 1
	Oblastní inspektorát Brno	6014-TR-Z0003-22	Počet listů: 14/27

### 3. DOSAŽENÉ VÝSLEDKY

#### 3.1. Kvantitativní stanovení CPD

Pro účely kvantitativního stanovení kontaktního rozdílu potenciálu jsme nejprve charakterizovali vlastnosti hrotů. Pro tento experiment jsme využili vzorek s více kovovými čtverci, vyrobený v CEITEC VUT. Postupovali jsme následujícím způsobem:

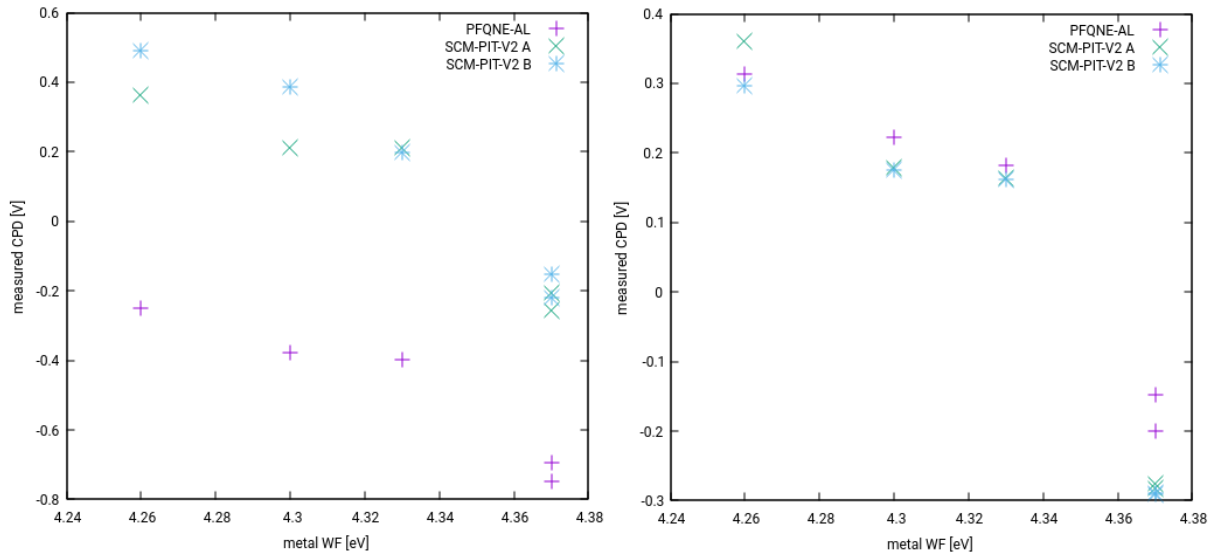
1. Vzorek jsme orientovali tak, aby pomalá osa měření byla kolmá na hranu kovových čtverců.
2. Provedli jsme sérii měření na všech čtyřech kovech, vždy cca 20 profilů přes hranu čtverce, pokud možno symetricky kolem hrany, v maximálním rozsahu mikroskopu. Prvním z kovů bylo zlato.
3. Na závěr jsme zopakovali měření na zlatě.
4. Na stejném místě (tj. na zlatě) jsme provedli také měření odezvy na přiložené přídavné napětí (offset); na vzorek jsme postupně přiložili 0 mV, 200 mV, 400 mV, -200 mV, -400 mV, 0 mV a vždy zaznamenali cca 20 profilů.

Smyslem první části experimentu bylo získat hodnotu výstupní práce hrotu, smyslem druhé části experimentu bylo vyloučit případnou chybu škálování celého systému (danou například nedokonalostí elektrických obvodů). Při vyhodnocení dat jsme brali v potaz vždy cca 10 procent rozsahu profilů, nejdále od hrany, jak na křemíku, tak na zkoumaném kovu. Hodnotu měřenou na křemíku jsme v některých případech od hodnoty na kovu odečítali, jak je diskutováno v dalším textu. Hodnotu rozptylu jsme stanovili jako střední kvadratickou odchylku ve vyhodnocované ploše. Analýza proběhla v programu Gwyddion.

Měření jsme provedli se třemi sondami: dvou sondách SCM-PIT-V2 a jedné sondě PFQNE-AL. Vzhledem k tomu, že určení výstupní práce jednotlivých kovů plánujeme provést až následně, vynášíme v následujících grafech jen výsledky vztahené na tabulkové hodnoty, s vědomím, že chyba může být poměrně velká. I tak je možné data využít pro analýzu opakovatelnosti měření, nejistoty stanovení parametrů hrotu či jevů souvisejících s přiblížením a oddálením hrotu.

Na obrázku 8 jsou uvedena data, vyhodnocená jak bez odečtení hodnot získaných na křemíku, tak po jejich odečtení. Výsledky získané bez odečtení hodnoty na křemíku je možné využít pro kalibraci sondy, z prezentovaných dat například vidíme, že systematický posun  $V_{CPD}$  mezi sondou PFQNE-AL a SCM-PIT je cca 0,68 V. Také můžeme vidět, že opakovatelnost měření jen s obtížemi dosáhne hodnoty 10 mV, která je v literatuře prezentována jako nejlepší nejistota metody a vliv uvedení sondy do kontaktu je nezanedbatelný. To je patrné i pokud vyneseme hodnoty naměřené jen na křemíku, jako je tomu na obrázku 9. Hodnoty měřené na křemíku mohou být ovlivněny přítomností kovového čtverce v okolí, nicméně v datech nic takového pozorováno nebylo (ve vzdálenosti větší než 20  $\mu\text{m}$  od hrany se signál již neměnil). Rozdíly mezi hodnotami na křemíku proto musíme považovat také za příspěvek do nejistoty měření, pokud není celý experiment proveden na pouze jednom snímku, bez výměny vzorku, či opakovaném uvedení sondy do kontaktu.

Dále jsme vyhodnotili také test odezvy KPFM na posun DC napětí (tak že na vzorek přidáváme DC offset). Vzhledem k tomu, že přiřkládání DC napětí na vzorek je principem celé metody KPFM, je důležité vědět, že celý mechanismus pracuje správně, tedy pokud přiložíme na vzorek napětí, o stejnou hodnotu se posune i měřený signál. Na obrázku 10 můžeme vidět výsledek takového experimentu. Měření jsme provedli na okraji zlatého čtverce a postupně jsme nastavovali hodnoty posunu napětí na vzorku od -400 mV do 400 mV. Jak je možno vidět, hodnota výsledného KPFM signálu je tomuto signálu úměrná, nicméně i tak můžeme pozorovat rozdíly v řádu desítek mV. Ty obzvlášť vyniknou, pokud vyneseme rozdíl mezi hodnotou na zlatě a na křemíku, tj. v ideálním případě by měl být výsledek konstantní, nezávislý na dodatečně přivedném napětí. I toto je příspěvek do nejistoty měření.



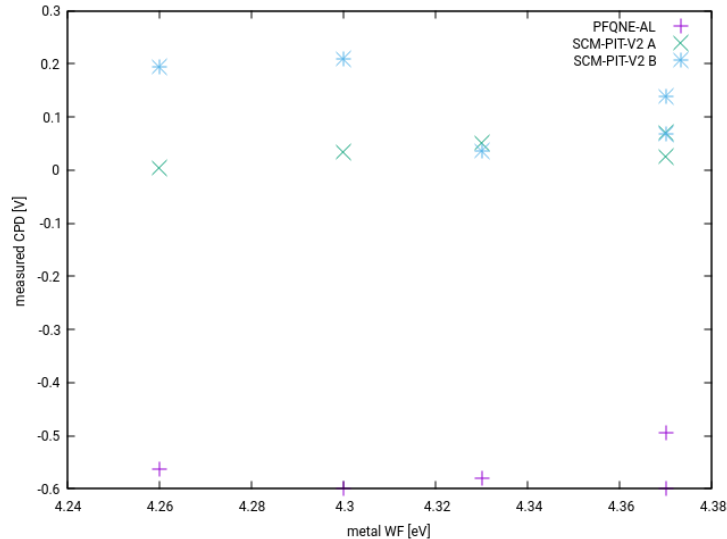
Obrázek 8: Porovnání měřeného napětí  $V_{CPD}$  vůči tabulkovým hodnotám. Vlevo bez odečtení hodnoty naměřené na křemíku, vpravo po jejím odečtení.

S ohledem na fakt, že nemáme k dispozici referenční data k našim kovovým čtvercům, nemůžeme provést přímé srovnání určené výstupní práce s nezávislým experimentem. Co však provést můžeme, je přímé srovnání dvou měřených hrotů. Pro tyto účely jsme vodivým lepidlem připevnili sondu SCM-PIT-V2 ke kovovému substrátu tak, aby hrot směřoval nahoru, a provedli na něm měření KPFM pomocí sondy PFQNE-AL. Mikroskop není schopen udržovat kontakt na hrotu, který je umístěn na cantileveru o tak nízké tuhosti, proto jsme pracovali v režimu falešného kontaktu, kdy mikroskop skenuje bez ohledu na přítomnost povrchu. Správnou výšku skenujícího hrotu nad pevným hrotem jsme určili metodou pokus-omyl, kdy jsme postupně krokovým motorem přibližovali skenující hrot k měřenému až do okamžiku, kdy na chybovém signálu byl zaznamenán kontakt, následné měření bylo provedeno o jeden krok krokového motoru výše. Výsledek měření je uveden na obrázku 11. Hodnota  $V_{CPD}$  průměrovaná z oblasti hrotu je v tomto případě  $(-0,71 \pm 0,04)$  V, což můžeme porovnat s výše diskutovaným rozdílem mezi sondami získaným z analýzy kovových čtverců  $(0,65 \pm 0,05)$  V. I z takového experimentu můžeme odhadnout, že chyba určení  $V_{CPD}$  bude větší, než 50 mV, nicméně využití kovových čtverců pro stanovení parametrů hrotu je konzistentní přístup.

### 3.2. Rozlišení

Pro účely stanovení maximálního dosažitelného rozlišení jsme využili vzorek od firmy BudgetSensors a vzorek připravený pomocí polystyrenových částic v CEITEC VUT.

Pomocí vzorku od firmy BudgetSensors jsme se snažili odhalit jak malá struktura ještě poskytuje správnou hodnotu výstupní práce, tj. jaký je vliv průměrování z okolního materiálu, který má být v případě AM-KPFM podle odborné literatury klíčovým problémem. Měřili jsme vždy na všech velikostech periodických struktur a vyhodnocovali jsme závislost výsledného kontrastu na velikosti struktur, pro oba typy sond. Výsledky, uvedené na obrázku 12, vyznívají jednoznačně v neprospěch sondy PFQNE-AL. Ta vykazuje výrazně horší odstup signálu od šumu, ale také výrazně horší závislost kontrastu na velikosti motivu. Oproti tomu sonda SCM-PIT-V2 poskytuje pro všechny větší motivy stejně velký kontrast, což bychom očekávali. Z pohledu kvantitativního vyhodnocení je nicméně varující, že už pro motiv o velikosti



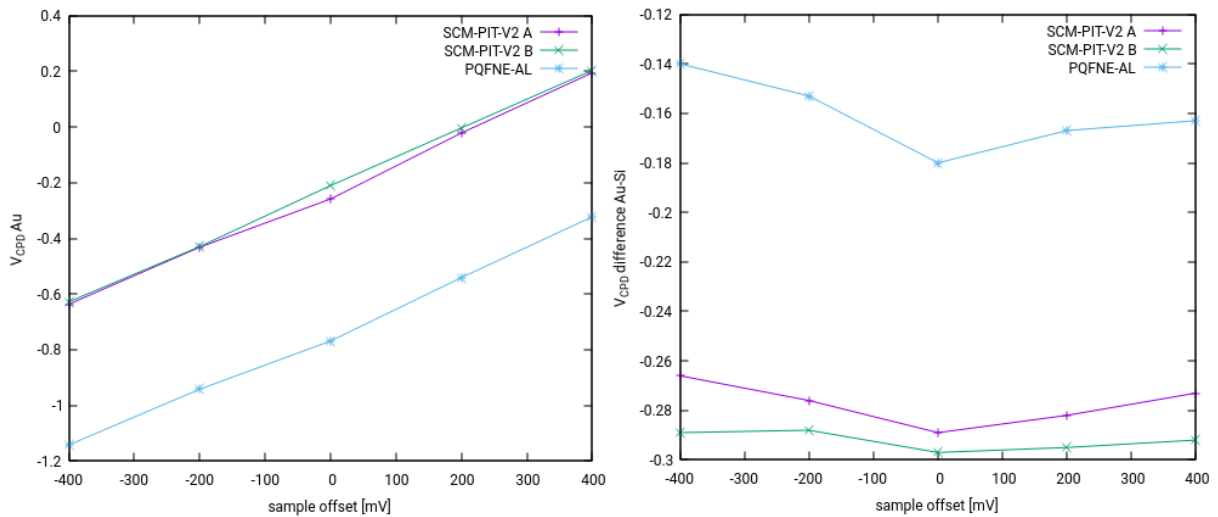
Obrázek 9: Porovnání měřeného napětí  $V_{CPD}$  na křemíku.

1,5 mikrometru pozorujeme i v případě této sondy snížení kontrastu. Pokud nám jde o správné měření výstupní práce, je metoda AM-KPFM vhodná jen pro poměrně velké objekty.

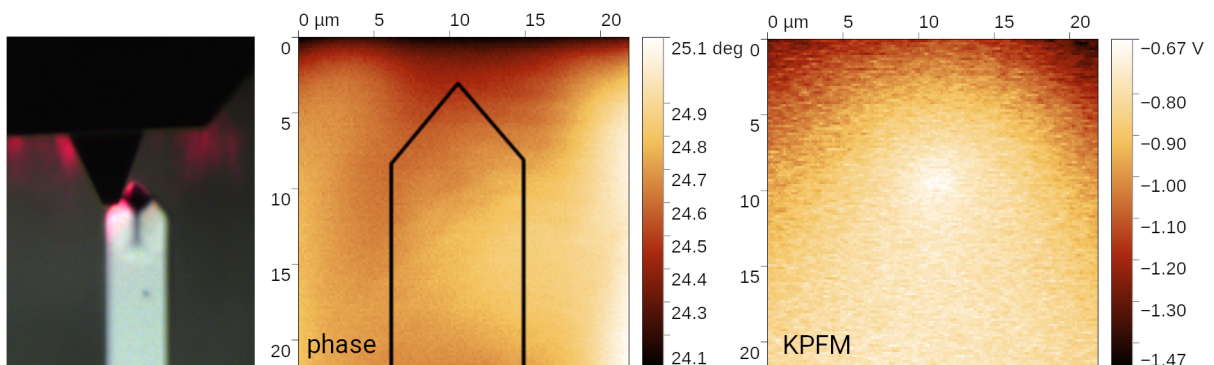
Na obrázku 13 jsou uvedeny výsledky měření, při kterém jsme se pohybovali stále na nejmenší ze struktur, ale měnili výšku, ve které se KPFM signál měří. Využili jsme „úspěšnější“ sondu SCM-PIT-V2. Je patrné, že výška je velmi zásadní parametr, který ovlivňuje jak velké množství lokálního signálu souvisejícího s objekty v blízkosti špičky hrotu se promítne do výsledku. Pro kvantitativní měření je tedy klíčové udržovat výšku co možná nejmenší. To s sebou nese jistá rizika - kolize se vzorkem a elektrický zkrat, nicméně z pohledu kvantitativního měření jsou přínosy nesporné.

Při měření na vzorku připraveném pomocí polystyrenových částic jsme se zaměřili na prostorové rozlišení, bez ohledu na to, zda by výsledná hodnota výstupní práce byla správná, nebo ovlivněná průměrováním s okolím. Proto jsme se nejprve snažili nalézt oblasti s co nejmenšími ostrůvkami. Příklad takového měření je uveden na obrázku 14. V dolní části snímku jsou vyznačeny dvě takové oblasti, ve kterých můžeme identifikovat ostrůvky o velikosti 50 nm a 88 nm (jak bylo určeno z dat topografie). Na řezech signálem KPFM můžeme vidět, že oba ostrůvky jsou v signálu zřetelně vidět. Sonda PFQNE-AL je tedy schopna je při měření ve výšce 20 nm od povrchu rozlišit struktury minimálně o této velikosti. Obdobně můžeme využít hrany kterékoliv z oblastí, abychom použili kritérium 20-80 procent signálu, které se využívá v literatuře. Tím dostaneme hodnotu rozlišení cca 15 nm. I to by odpovídalo teoretickým možnostem sondy. Prezetovaná data jsou nicméně zatížena poměrně velkým šumem, zejména pokud je srovnáme s měřením sondou SCM-PIT-V2. Toto srovnání KPFM dat je uvedeno na obrázku 15. Na druhou stranu je patrné, že třikrát větší sonda SCM-PIT-V2 se nedostane do kruhových ostrůvků tak snadno jako ostrá sonda PFQNE-AL, díky čemuž jsou ostrůvky zdánlivě menší. I srovnání na hraně, kritériem 20-80 procent signálu, vyznívá hůř pro sondu SCM-PIT-V2, která má podle tohoto kritéria rozlišení pouze cca 100 nm. Lepší odstup signálu od šumu je u této sondy tedy vykoupen horším prostorovým rozlišením.

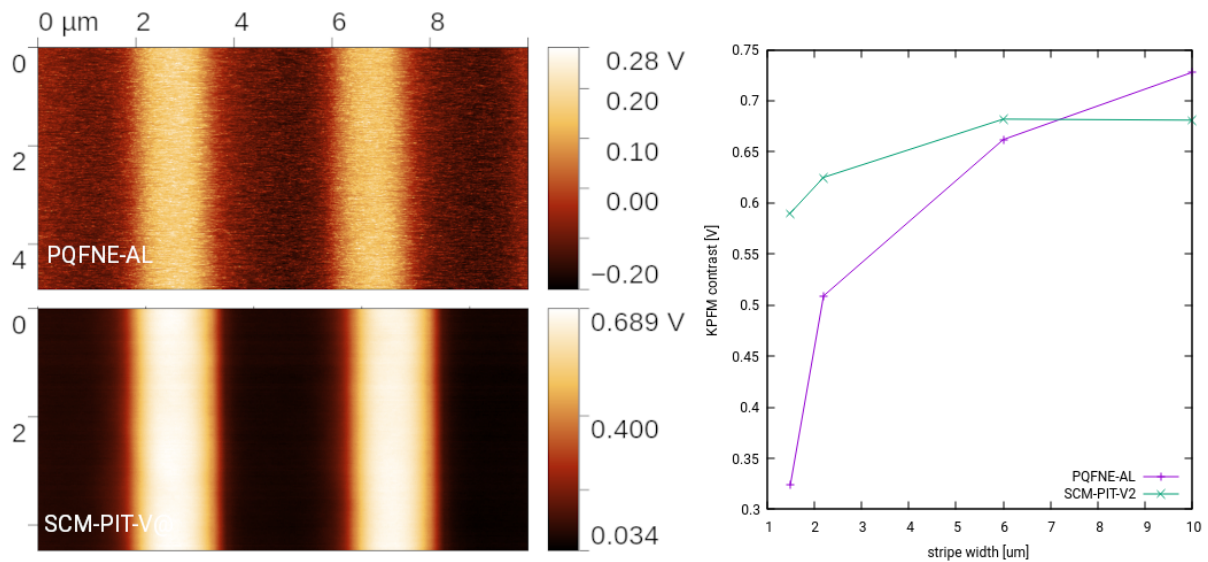




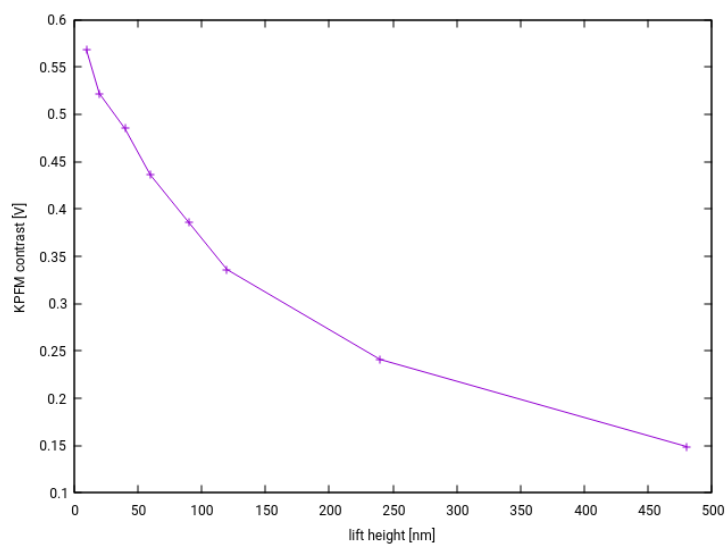
Obrázek 10: Závislost KPFM výsledku na přiloženém napětí na vzorek: hodnota  $V_{CPD}$  na zlatě (vlevo) a rozdíl mezi zlatem a křemíkem (vpravo).



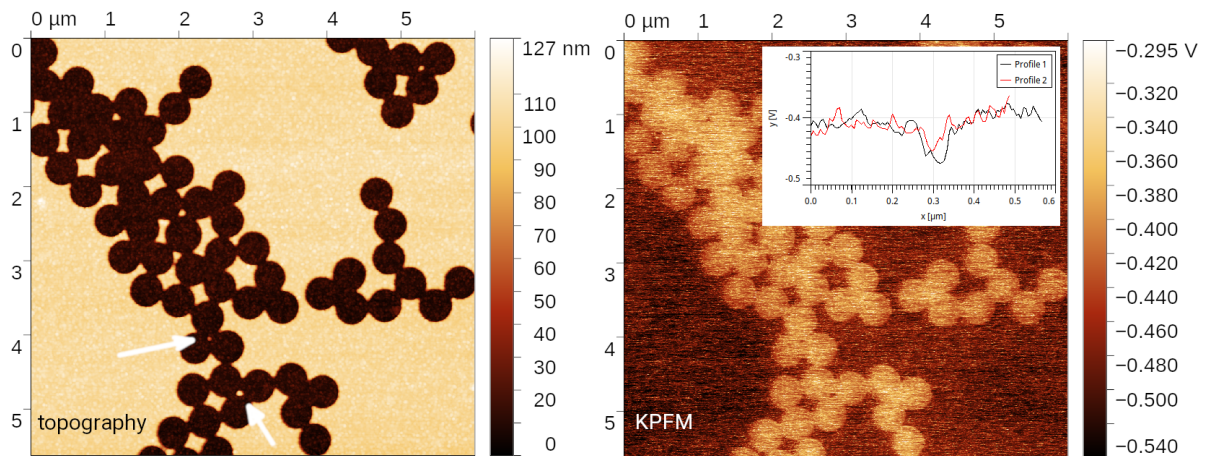
Obrázek 11: Optická snímek z měření jednoho hrotu druhým hrotem, signál fáze (s naznačeným obrysem cantileveru) a KPFM signál



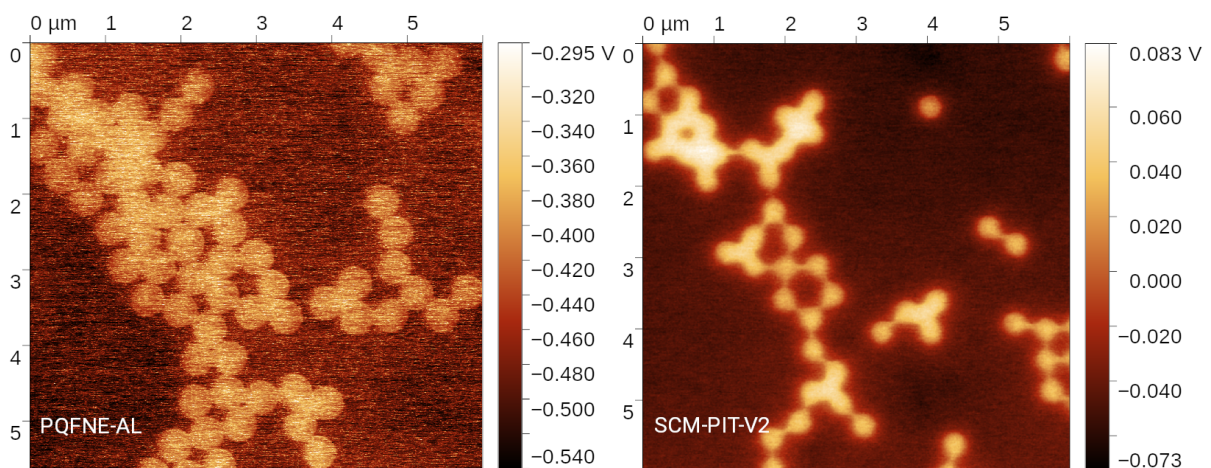
Obrázek 12: Snímek vzorku BudgetSensors pořízený dvěma sondami a závislost kontrastu v KPFM signálu na velikosti motivu. Zobrazené snímky jsou z nejmenšího motivu.



Obrázek 13: Kontrast na vzorku BudgetSensors pro různé výšky nad povrchem, sonda SCM-PIT-V2



Obrázek 14: Snímek vzorku pro určení rozlišení s nejmenšími měřitelnými ostrůvky a s odečtenými profily přes dvě nejmenší struktury.



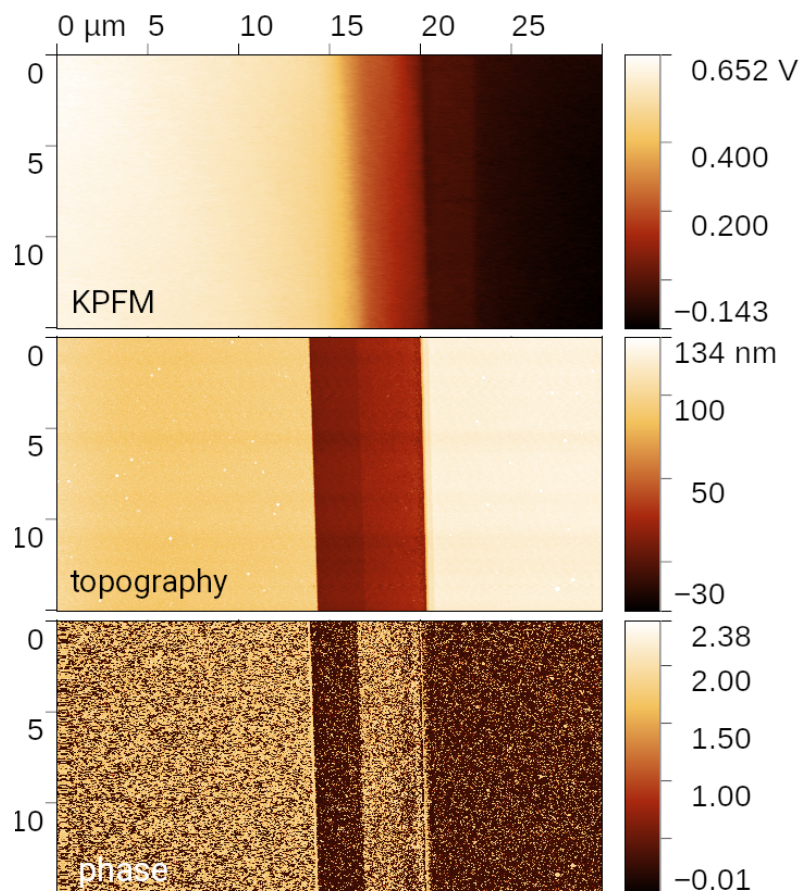
Obrázek 15: Srovnání KPFM snímků měřených dvěma různými sondami.

### 3.3. Implementace KPFM na našem kontroléru

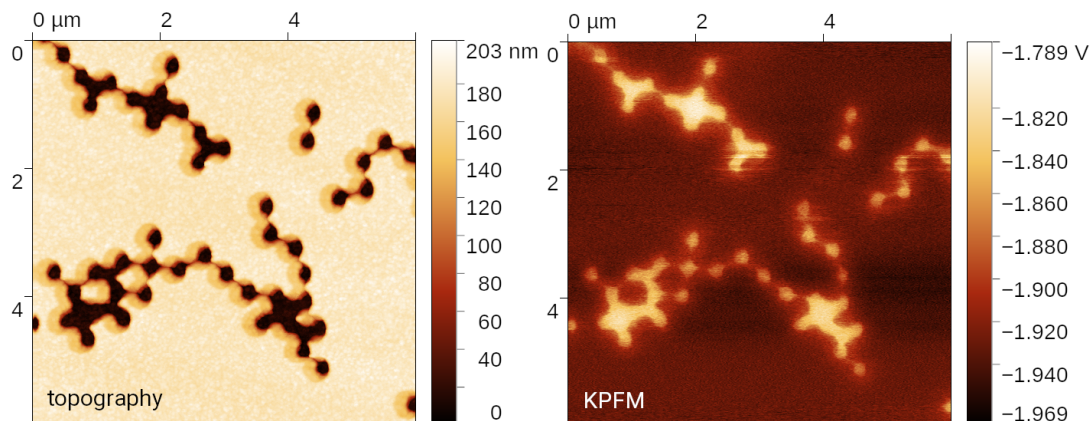
Open hardware kontrolér Gwyscope jsme vyvinuli v rámci řešení již ukončeného projektu MPO Trio, ve kterém jsme také prováděli první pokusy s KPFM. S ohledem na to, že kontrolér máme v úmyslu dále rozvíjet i po ukončení projektu a jeho konstrukce je pro pokusy s KPFM velmi příhodná, jsme i v rámci tohoto úkolu technického rozvoje provedli sadu měření na získaných vzorcích. Cílem bylo demonstrovat, že metoda AM-KPFM je i po elektrické stránce snadno realizovatelná a také zjistit, jak by bylo možné implementovat metodu FM-KPFM, která by měla potenciál pro vyšší prostorové rozlišení.

Kontrolér Gwyscope je založen na využití elektronického modulu RedPitaya, který je jedním z cenově nejdostupnějších nástrojů pro programování hradlových polí FPGA. I většina koncepčních prvků tohoto systému byla již popsána v jiných zprávách ÚTR, protože stejnou elektronickou desku používáme také pro vyhodnocování interferometrů, nebo řízení polohovacích systémů. V případě Gwyscope je modul RedPitaya doplněn o další desky s AD a DA převodníky s větší bitovou hloubkou.

Implementace AM-KPFM na kontroléru Gwyscope využívá druhého synchronního detektoru (lock-in), který při měření v druhém průchodu generuje AC signál přiložený mezi hrot a vzorek. K němu se přičítá DC složka, stejně jako je tomu na mikroskopu Dimension Icon. Také obrázky získané v tomto režimu jsou velmi obdobné: pro ilustraci uvádíme měření na standardním vzorku Bruker na obr. 16 a vzorku pro testování rozlišení na obr. 17.

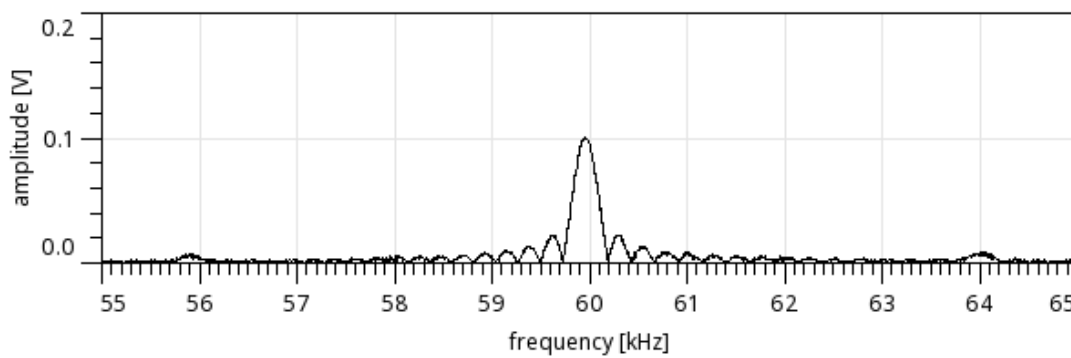


Obrázek 16: Snímek KPFM vzorku od firmy Bruker měřený v AM-KPFM režimu naší elektronikou. Na signálu fáze je patrný defekt na vzorku, kdy je část mezery mezi oběma kovy překryta dalším materiálem.

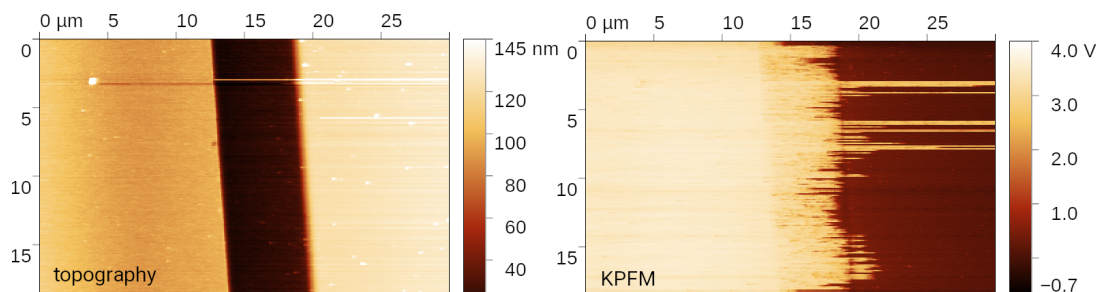


Obrázek 17: Snímek našeho vzorku pro testování rozlišení měřený v AM-KPFM režimu naší elektronikou

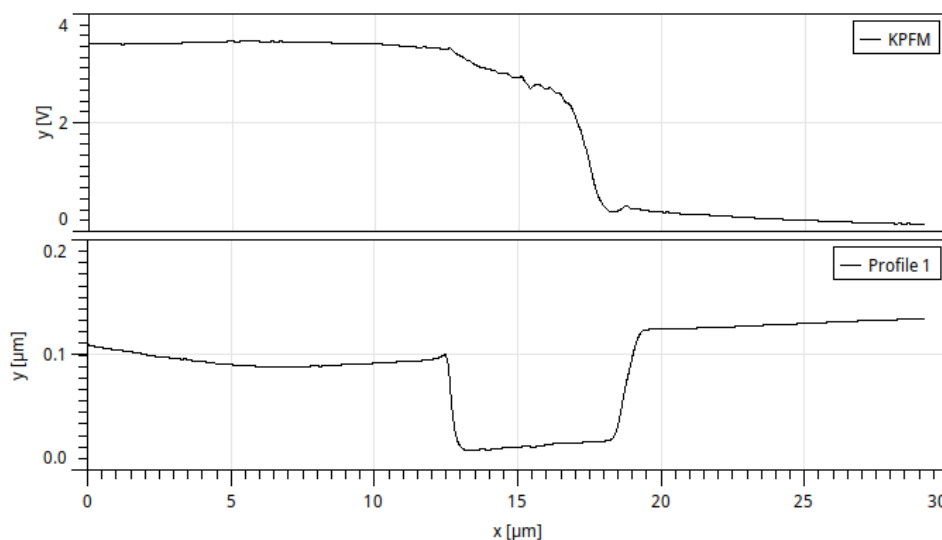
Zajímavější data můžeme získat, pokud se pokusíme o pokročilejší metody měření, například některou z metod FM-KPFM. I pro taková měření disponuje náš kontrolér dostatkem vstupů, nezávislých synchronních detektorů a dalších komponent. Problémem se nicméně je velikost signálu. Pokud mezi hrot a povrch přivedeme AC napětí o nízké frekvenci, jako se tomu děje ve FM-KPFM, a za stálých mechanických oscilací na rezonační frekvenci se s hrotem přiblížíme do blízkosti povrchu, skutečně pozorujeme vznik bočních maxim, viz obr. 18. Jejich amplituda je nicméně na hranici měřitelnosti vstupním AD převodníkem desky RedPitaya, který je bohužel jen 14bitový. Patrně proto se také naše snahy o využití FM signálu pro zpětnou vazbu KPFM nenesly s velkým úspěchem, jako je vidět na obrázku 19. I tak je vidět, že metoda jako taková je slibná, protože získané profily slibují hezké rozlišení jednotlivých fází vzorku. Bez vhodného zesílení signálu, nebo potlačení vlivu rezonační frekvence, který celému elektrickému signálu dominuje, například vhodným filtrem, jsme tak odkázáni jen na měření bez zpětné vazby, s vysokým podílem šumu, jako je to patrné z obrázku naší struktury pro určení rozlišení, viz obr. 21. Hlubším vývojem metody FM-KPFM bychom se proto rádi zabývali v dalších letech.



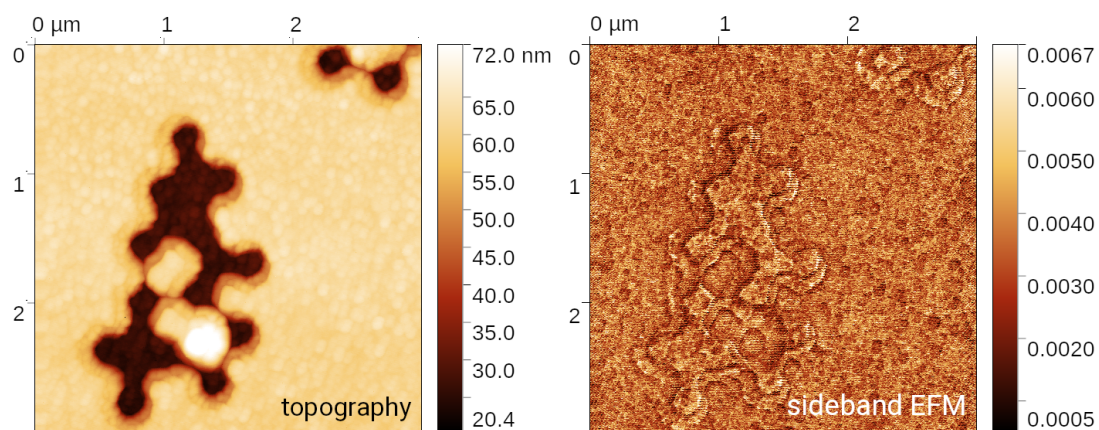
Obrázek 18: Frekvenční spektrum v těsné blízkosti povrchu měřené naší elektronikou, na frekvenci 56 a 64 kHz jsou patrné boční maxima, které vyvolalo AC napětí o frekvenci 4 kHz.




Obrázek 19: Pokus o zpětnou vazbu FM-KPFM na KPFM vzorku od firmy Bruker



Obrázek 20: Pokus o zpětnou vazbu FM-KPFM na KPFM vzorku od firmy Bruker: profily KPFM a topografie.



Obrázek 21: Měření FM-KPFM bez zpětné vazby na našem vzorku

	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 23/27
---	---	---	---------------------------------------

### 3.4. Diskuse

Z pohledu metodického postupu pro kvantitativní měření pomocí KPFM si z výše provedených experimentů můžeme odnést následující závěry:

- Pro přenos návaznosti je vhodné využít vzorek s více různými kovy. Ještě lepší vzorek by byl uspořádán tak, že by všechny kovy bylo možné zobrazit v rámci jednoho snímku, tj. čtverce by na sebe přiléhaly. Tím by se snížila nejistota měření související s opakovaným uváděním mikroskopu do kontaktu. Dílčím řešením je eliminovat tuto nejistotu využitím referenčních hodnot na substrátu.
- Pro analýzu rozlišení je možné využít vzorek připravený pomocí polystyrenových částic. Na vzorku by bylo patrně možné najít vhodnější místa s malými ostrůvky, navíc je možné využít pro analýzu rozlišení pokles signálu na hraně některé z větších oblastí. Tloušťku vrstvy by bylo možné patrně dále snížit a snížit tím vliv konvoluce hrotu při měření hrotu s větším poloměrem. Ideální by bylo využít zcela planární strukturu, tu nicméně není možné touto technologií vyrobit.
- Hroty vytvořené pro dosažení co nejvyššího rozlišení se z pohledu kvantitativního určení výstupní práce chovají podstatně hůř, než konvenční pokovené hroty s větším poloměrem.
- Při experimentech souvisejících s kvantitativním měřením jsme zaznamenali řadu vlivů nejistoty pohybujících se v desítkách mV, pro získání lepšího obrazu o celkové nejistotě bude vhodné provést stejné experimenty s větším množstvím sond. Hodnoty výsledné nejistoty diskutované v literatuře je možné dosáhnout jen velmi pečlivým měřením, s minimalizací všech vlivů.
- Pro rozvoj techniky FM-KPFM bude nutné poradit si s velkým rozdílem mezi amplitudou detekovaného signálu vedlejšího maxima souvisejícího s derivací elektrostatické síly vůči amplitudě signálu mechanických oscilací na rezonanční frekvenci.



#### 4. ČERPANÉ NÁKLADY NA ÚKOL

Tabulka 1: Tabulka plánovaných a čerpaných nákladů (v tis. Kč):

		Plán	Čerpání do 31. 12. 2022
Cena hodin	tis. Kč	185	149
Materiál	tis. Kč	185	122
Externí kooperace	tis. Kč		
Výdaje na porovnání v zahraničí	tis. Kč		
Interní kooperace	tis. Kč		
Kooperující středisko			
Cestovné zahraniční	tis. Kč		
Celkem	tis. Kč	370	271

Většina výdajů byla čerpána formou hodin a nákupu materiálu pro KPFM měření (hroty, referenční vzorky). V souvislosti s vyčerpáním fondu odpracovaných hodin se nepodařilo vyčerpat všechny plánované mzdové náklady.




	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 25/27
--	---	---	---------------------------------------

## 5. ZÁVĚRY

Projekt se zaměřil na rozvoj kvantitativní Kelvinovy silové mikroskopie. V rámci jeho řešení jsme získali (tj. zakoupili, vyrobili, případně znovu našli) řadu vzorků vhodných pro přenos návaznosti a odhad různých příspěvků k nejistotě měření. Dílčí poznatky a závěry jsou diskutovány v přechozích částech zprávy, zde proto zmiňujeme jen nejpodstatnější závěry a doporučení pro další rozvoj:


- Metodu AM-KPFM je možné využít pro kvantitativní měření kontaktního rozdílu potenciálů pro mikrostruktury o velikosti v řádu mikrometrů. U menších struktur jsou data ovlivněna průměrováním z oblasti okolo hrotu. Prostorové rozlišení může dosáhnout zhruba velikosti poloměru hrotu, elektrické rozlišení se pohybuje v desítkách mV.
- Pro získání návaznosti bude dobré oslovit pracoviště zabývající se fotoelektronovou spektroskopií v UV oblasti a navázat spolupráci.
- Pro zvýšení rozlišení a zvýšení přesnosti kontaktního rozdílu potenciálů při měření malých struktur bude dobré dále rozvíjet metodu FM-KPFM na námi vyvinutém zařízení.
- Požadavky na kvantitativní KPFM měření s rozlišením v řádu jednotek nanometrů (např. defekty na širokopásmových polovodičích), jak je formulují někteří zahraniční partneři, jsou nereálné, patrně jakoukoliv stávající KPFM technikou a bude dobré v tomto duchu jejich představy revidovat.

Projekt splnil účel a získané poznatky využijeme pro další a lepší spolupráci s různými pracovišti v oblasti elektrických měření v nanoměřítku.

	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 26/27
---	---	---	---------------------------------------

## Seznam bibliografických citací

- [1] Ulrich Zerweck, Christian Loppacher, Tobias Otto, Stefan Grafström, and Lukas Eng. Accuracy and resolution limits of kelvin probe force microscopy. *Physical Review B*, 71, 03 2005.
- [2] Eli Castanon, Alexander Scarioni, Hans Schumacher, Steve Spencer, Richard Perry, James Vicary, Charles Clifford, and Héctor Corte-León. Calibrated kelvin-probe force microscopy of 2d materials using pt- coated probes calibrated kelvin-probe force microscopy of 2d materials using pt-coated probes. *Journal of Physics Communications*, 4, 09 2020.
- [3] Gheorghe Stan. High-speed digitization of the amplitude and frequency in open-loop sideband frequency-modulation kelvin probe force microscopy. *Nanotechnology*, 31, 06 2020.
- [4] Pablo Fernandez Garrillo, Benjamin Grévin, Nicolas Chevalier, and Lukasz Borowik. Calibrated work function mapping by kelvin probe force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 89:043702, 04 2018.
- [5] Gregory Derry, Megan Kern, and Eli Worth. Recommended values of clean metal surface work functions. *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 33:060801, 11 2015.
- [6] Heiko Jacobs, Pascal Leuchtmann, O.J. Homan, and A. Stemmer. Resolution and contrast in kelvin probe force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 84:1168 – 1173, 09 1998.
- [7] Eiichi Inami and Yoshiaki Sugimoto. Accurate extraction of electrostatic force by a voltage-pulse force spectroscopy. *Physical Review Letters*, 114:246102, 06 2015.
- [8] Giovanna Elias, Thilo Glatzel, Ernst Meyer, Alex Schwarzman, Amir Boag, and Yossi Rosenwaks. The role of the cantilever in kelvin probe force: Microscopy measurements. *Beilstein journal of nanotechnology*, 2:252–60, 05 2011.
- [9] Maciej Ligowski, Michiharu Tabe, and Ryszard Jablonski. Kelvin probe force microscope measurement uncertainty. *Advanced Materials Research*, 222:114–117, 04 2011.
- [10] Shin'ichi Kitamura and Masashi Iwatsuki. High-resolution imaging of contact potential difference with ultrahigh vacuum noncontact atomic force microscope. *Applied Physics Letters*, 72(24):3154–3156, 1998.
- [11] Andrea Liscio, Vincenzo Palermo, and Paolo Samorì. Probing local surface potential of quasi one dimensional systems: A kpfm study of p3ht nanofibers. *Advanced Functional Materials*, 18:907–914, 03 2008.
- [12] Fei Lan, Minlin Jiang, Quan Tao, Fanan Wei, and Guangyong Li. Reconstruction of kelvin probe force microscopy image with experimentally calibrated point spread function. *Review of Scientific Instruments*, 88:033704, 03 2017.
- [13] T Machleidt, E Sparrer, Daniel Kapusi, and K-H Franke. Deconvolution of kelvin probe force microscopy measurements - methodology and application. *Meas. Sci. Technol*, 20:84017–6, 08 2009.

	<b>Český metrologický institut</b> Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. <b>6014-TR-Z0003-22</b>	Počet příloh: 1 Počet listů: 27/27
---	---	---	---------------------------------------

## PŘÍLOHY

Příloha č. 1 Kopie plánovacího listu

**PLÁNOVACÍ LIST ÚKOLU TECHNICKÉHO ROZVOJE**

Číslo úkolu*	Název úkolu	Stručná charakteristika úkolu Výsledek řešení úkolu	Termíny řešení		Neinvestič. prostředky tis. Kč
			zahájení	ukončení	
UTR22E601416	Metrologická návaznost v KPFM	Cílem úkolu je vyvinout nástroje pro zajištění metrologické návaznosti a stanovení prostorového rozlišení v Kelvinově silové mikroskopii (KPFM).	11/2022	12/2022	370,-
Předkládá: Český metrologický institut, úsek FM, Hvožd'anská 3, 148 01, Praha 4		Bank. spojení / č. účtu: 198139621/0710			
RNDr. Pavel Klenovský odb. řed. pro FM		IČO / DIČ: 00177016/CZ00177016		Č.j.:	
		Odpovědný řešitel: Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.		Došlo:	
		Podpis:		Zdroj financování: ČMI	
		Tel. / Fax: 545 555 239 / 545 555 183		Poznámka:	
		Datum: 26. 10. 2021			

\* v případě externího zadavatele (např. ÚNMZ), nezadává toto číslo ČMI

1.1 Hlavní cíle úkolu (důvod zadání úkolu, např. zákonné požadavky, plnění koncepce rozvoje NMS, plnění požadavků CIPM MRA):

Kelvinova silová mikroskopie (KPFM – Kelvin Probe Force Microscopy) je rychle se rozvíjející mikroskopická technika umožňující mapování výstupní práce, což má aplikace při studiu kompozitních materiálů, defektů v polovodičích, kvantových teček, dvoudimenzionálních systémů a obdobných situacích, kdy potřebujeme získat lokální elektrostatickou odezvu vzorku, výstupní práci, či materiálový kontrast. Získání kvantitativních dat není nicméně v literatuře podchyceno – typicky se charakterizuje sonda na nějakém známém vzorku, například pyrolytickém grafitu a poté proběhne měření na neznámém vzorku. Jaký má tento postup vliv na přesnost není známo a stejně tak není příliš zřejmé jaký mají na výslednou nejistotu vliv další nastavení celého procesu měření.

Cílem úkolu je získat a otestovat vzorky využitelné pro získání metrologické návaznosti KPFM a také otestovat limity jeho rozlišení, které jsou obzvlášť důležité při studiu nízkodimenzionálních struktur, jako jsou kvantové tečky. Při analýze nejistot budou také zohledněny aspekty jako je volba typu sondy, výška měření, typ měření (jednoprůchodové, dvouprůchodové), amplituda a fáze synchronní detekce, apod.

1.2 Objektivně ověřitelné výsledky řešení úkolu:

Odhad příspěvků k nejistotě při měření KPFM.

1.3 Způsob ověření: (uvést neopomenutelné účastníky):

Závěrečná oponentura za účasti oponentů.

1.4 Navrhovaní oponenti úkolu (minimálně 2, podléhají odsouhlasení zadavatelem úkolu):

Prof. RNDr. Miloslav Ohlídal, CSc., VUT v Brně

Mgr. Petr Klenovský, Ph. D, Masarykova univerzita v Brně

2.1 Dílčí cíle nezbytné k dosažení hlavních cílů úkolu (I. etapa řešení) :

Výběr vhodných referenčních vzorků pro KPFM měření.

2.2 Objektivně ověřitelné ukazatele dílčích cílů

Referenční vzorky pro KPFM měření.

2.3 Způsob ověření dílčích cílů

-

3. Kalkulace úkolu (rozpis nákladů) a ekonomické zhodnocení (přínos ekonomický): odhad jednorázových nákladů (stroje, zařízení, budovy) a odhad nákladů na projekt (pracovní hodiny, materiál, kooperace)

číslo střediska		<b>6014</b>
č. úkolu	neuvádět	
počet hodin střediska na celý úkol x sazba		<b>105h x 1755 Kč = 185</b>
materiál	tis. Kč	<b>185</b>
externí kooperace	tis. Kč	
výdaje na porovnání v zahraničí	tis. Kč	
interní kooperace	tis. Kč	
kooperující středisko		
cestovné zahraniční	tis. Kč	
celkem	tis. Kč	<b>370</b>

4. Zdroj financování úkolu (v %):  
100 % hrazeno z ČMI

5. Praktické využití výsledků řešení a požadavky pro udržovatelnost výsledků (včetně vlivu výsledku na životní prostředí):

Výsledky řešení úkolu budou využity při měření v projektech vědeckého charakteru a pro další rozvoj služeb v oblasti lokálních měření veličin jiných, než je délka.

6. Spoluřešitelé úkolu (uvést rozsah spolupráce-věcný, finanční):

7. Nároky na zahraniční cesty (stát, organizace, délka pobytu, finanční nároky):

-

8. Prohlašujeme, že naše organizace současně nenárokovala, resp. nemá přislíbeny finanční prostředky na řešení úkolu ze státního rozpočtu prostřednictvím jiného orgánu státní správy, popř. nevyužila jiné, duplicitní cesty k financování navrhovaného úkolu.  
Název, adresa, razítko a podpis statutárního zástupce:

Český metrologický institut  
Okružní 31  
638 00 Brno

doc. RNDr. Jiří Tesař, Ph.D.  
generální ředitel

Pozn.: Pokud nestačí formulář, je možno příslušný bod rozvést na další přílohu.