

T D K D O L G O Z A T



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

Vezetőképesség és erő egyidejű
mérése atomi méretű
kontaktusokban

Magyarkuti András

Témavezetők: Dr. Halbritter András
Geresdi Attila

BME
2011

Vezetőképeség és erő egyidejű mérése atomi méretű kontaktusokban

OTDK 2013

FiFöMa

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	1
2. A kutatási terület bemutatása	3
2.1. Atomi méretű kontaktusok vezetésének elméleti leírása	3
2.1.1. Ideális kvantumvezeték	4
2.1.2. Landauer formalizmus	6
2.2. MCBJ mérési elrendezés bemutatása	8
2.3. Atomi kontaktusokban fellépő erők mérése	10
2.4. A vezetőképesség görbék kiértékeléséhez használt módszerek	12
2.4.1. Vezetőképesség hisztogramok	12
2.4.2. Memória jelenségek vizsgálata korrelációs módszerrel	13
3. Vezetőképesség méréseire alkalmas adatgyűjtő rendszer fejlesztése	15
3.1. Az adatgyűjtő kártya bemutatása	16
3.2. A mérést vezérlő program felépítése	17
3.3. A program implementációja	19
3.4. Demonstrációs célú mintatartó készítése	22
3.5. Teszt mérések a demonstrációs célú mintatartóval	24
3.6. Teszt mérések alacsony hőmérsékleten arany kontaktussal.	25
3.7. Teszt mérések alacsony hőmérsékleten nikkel kontaktussal.	30
4. Erő méréseire alkalmas mérőrendszer fejlesztése	32
4.1. A mérőrendszer bemutatása	32
4.1.1. Minta készítése	33
4.1.2. A kvarcoszcillátort leíró modell	35
4.1.3. A rezonanciafrekvencia eltolódásának detektálása	36
4.2. Erőmérésre alkalmas mérőrendszer fejlesztése	37
4.2.1. Erőmérés fix frekvenciás mérési módban	37
4.2.2. Kvarcoszcillátor kalibrálása	43
4.3. Vezetőképesség és erő mérése arany kontaktussal alacsony hőmérsékleten	45
4.3.1. Atomi méretskálánál kisebb rezgési amplitúdó beállítása	45
4.3.2. Erőgradiens mérése a vezetőképesség platók mentén	48
5. Összefoglalás	53
Irodalomjegyzék	55

1. fejezet

Bevezetés

Az elektronikai eszközök mérete folyamatosan csökken, a Moore-törvény¹ szerint az integrált áramkörökben alkalmazott tranzisztorok száma két évenként megkétszereződik. Ahhoz, hogy a fejlődés fenntartható legyen, egyre kisebb méretben kell megvalósítani az áramköröket. Ehhez egy idő után elengedhetetlenné válik a vezetési jelenségek ismerete az atomi méretskálán. Ezért napjainkban intenzíven kutatják a néhány atomból álló kontaktusok vezetési jelenségeit, ami sokszor meglepő, új jelenségek felfedezéséhez vezet.

A BME Fizika Tanszékének laboratóriumában az elmúlt időszakban készült egy olyan berendezés, mely alkalmas néhány vagy akár egyetlen atomból álló kontaktus létrehozására és vezetőképességének mérésére. A vizsgált minta egy közepén elvékonyított vezeték, amit egy piezo mozgató segítségével húzunk szét majd nyomunk össze egymás után sokszor. Amikor a vezeték legkisebb keresztmetszetében már csak néhány atom található, a vezetőképesség lépcsőzetesen változik. Ez első rendben az anyag atomos felépítésével magyarázható, de az elektronok kvantummechanikai viselkedése is fontos szerepet kap [1].

Munkám során ezt a mérőrendszert fejlesztettem tovább. Egy programot írtam, ami a mérőberendezést vezérli egy újabb generációs adatgyűjtő kártyát használva, melynek speciális szinkronizálási funkciói lehetővé teszik, hogy a mérési feladat jobban kontrollálható legyen: a kontaktust mindig megadott vezetőképesség határokig lehet széthúzni illetve összenyomni.

A program a mérési adatokat nem csak rögzíti, hanem azonnal ki is értékeli: képes a vezetőképesség görbék hisztogramjainak, ezek közti korrelációknak valamint adott vezetőképesség határok közötti platóhosszúság eloszlásnak számítására.

További fejlesztés eredménye, hogy a program egy léptetőmotort vezérelve képes automatikusan megkeresni a kontaktust, ezáltal sokat könnyítve a mérés menetén.

Kiegészítettem a berendezést az atomok közötti erő mérésére alkalmas eszközzel. Ehhez a vezeték egyik végét egy hangvilla alakú, éles rezonanciával rendelkező kvarcoszcillátor egyik ágához rögzítjük. A kvarcot a rezonanciafrekvenciáján rezgetjük, miközben a vezetéket széthúzzuk. A változó erőgradiens hatására a rezonancia eltolódik, ebből származtathatjuk a kontaktus atomjai között ható erőt [2, 3, 4, 5, 6]. Mivel az oszcillátort csak akkora amplitúdóval rezgethetjük, hogy a kitérése még elhanyagolható legyen a szomszédos atomok távolságához képest, a mérést nagyon alacsony jelszint mellett kell elvégezni. Ez tipikusan néhány pA amplitúdójú áram detektálását jelenti, melyhez speciálisan érzékeny eszközre, illetve a környezeti zajok ha-

¹Valójában nem törvény, hanem egy tapasztalat, melyet Gordon E. Moore, az intel egyik alapítója fogalmazott meg a 70-es években és azóta is teljesülni látszik.

tékony kiszűrésére van szükség. A sikeres mérésnek a kvarcoszcillátor megfelelő preparálása is előfeltétele, hiszen a fémszál felragasztása és kontaktálása az oszcillátor nagy jósági tényezőjének megőrzése mellett kell hogy történjen.

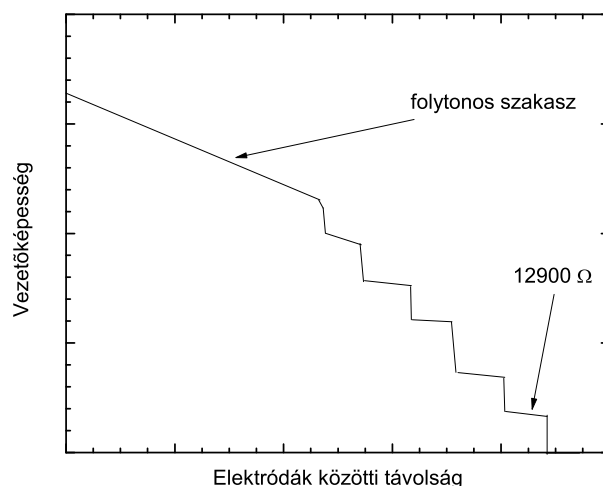
Dolgozatomban először röviden áttekintem a kutatási területet, majd bemutatom a vezetékeképesség méréssel kapcsolatos fejlesztéseket és az ezekhez kapcsolódó, a mérőrendszer működését demonstráló mérések eredményeit. Végül ismertetem az atomok közötti erő mérésére kifejlesztett mérőrendszert, valamint az ezzel végzett első mérések eredményeit.

2. fejezet

A kutatási terület bemutatása

2.1. Atomi méretű kontaktusok vezetésének elméleti leírása

Ha veszünk egy makroszkópikus méretű fém drótot és elkezdjük szétszakítani a két végének távolításával, akkor kezdetben a vezetőképesség folytonosan csökken, arányosan az egyre vékonyodó vezeték keresztmetszetével. Ha a vezeték már annyira elvékonyodik, hogy a legkisebb keresztmetszetében már csak néhány atom található, akkor a vezetőképesség már nem folytonosan, hanem lépcsőzetesen változik (2.1. ábra).



2.1. ábra. Szemléltető ábra: kontaktus vezetőképessége az elektródák távolságának függvényében. Ha ezt a mérést arany mintával végezzük, akkor azt találjuk, hogy az utolsó plató mindig $\approx 12900 \Omega$ -nak megfelelő vezetőképességnél jelenik meg.

2.1. ATOMI MÉRETŰ KONTAKTUSOK VEZETÉSÉNEK ELMÉLETI LEÍRÁSA

Ez a viselkedés elsősorban az anyag atomi felépítésével magyarázható, de mint a későbbiekben látjuk, az elektronok kvantummechanikai viselkedése is fontos szerepet játszik. A széthúzás közben egy adott atomi elrendezést először rugalmasan deformálunk, ilyenkor a vezetőképességben egy plató látszik. A vezetéket tovább nyújtva egy hirtelen atomi átrendeződést figyelhetünk meg, ami a vezetőképesség hirtelen ugrását eredményezi.

A teljes szétszakadás előtti utolsó plató a legtöbb esetben egy olyan kontaktushoz tartozik, melyben a két elektródát egyetlen atom köti össze. Bizonyos anyagok esetén (például: Au, Cu, Ag) az utolsó platóhoz tartozó vezetőképesség jól reprodukálhatóan $\approx 12900 \Omega$ -nak megfelelő értéket vesz fel.

A vezetőképesség atomi méretskálán történő vizsgálatához kvantummechanikai tárgyalás-mód szükséges. A következőkben megmutatom, hogy a vezetőképesség számításánál az elektronok hullámtermészete fontos szerepet tölt be.

2.1.1. Ideális kvantumvezeték

Az egyszerűség kedvéért egy kétdimenziós kontaktust modellezzünk, amelyben az elektronok az x irányban szabadon mozoghatnak, az y irányban pedig egy szűk, W szélességű keresztmetszeten kívül végtelen nagy potenciálfalat látnak, vagyis az y irányú potenciál:

$$U(y) = \begin{cases} 0, & \text{ha } 0 < y < W \\ \infty, & \text{egyébként.} \end{cases} \quad (2.1)$$

Az elektronok Hamilton-operátora:

$$\hat{H} = \frac{p_x^2}{2m} + \frac{p_y^2}{2m} + U(y) \quad (2.2)$$

$$\hat{H}\psi(x, y) = \varepsilon\psi(x, y) \quad (2.3)$$

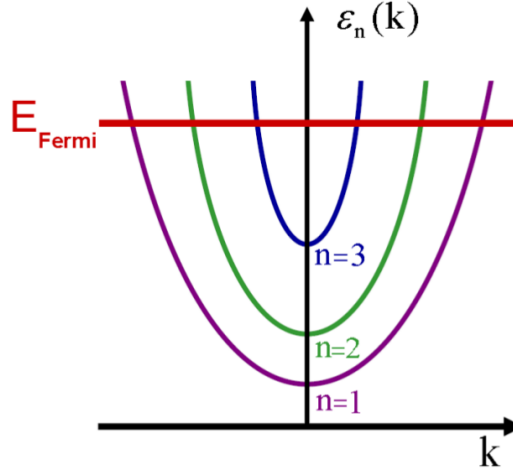
Az időfüggetlen Schrödinger egyenlet (2.3) szeparálható, tehát a megoldása felírható szorzat alakban: $\psi(x, y) = \varphi(x)\chi(y)$. Az x irányú mozgást $\varphi(x) = e^{ikx}$ alakú síkhullámok írják le. Az y irányú hullámfüggvénynek teljesítenie kell a peremfeltételt, vagyis $y \leq 0$ és $y \geq W$ esetén $\chi(y) = 0$ kell legyen. Az y irányú hullámfüggvény:

$$\chi(y) = \begin{cases} \sin\left(\frac{n\pi y}{W}\right), & \text{ha } 0 < y < W \\ 0, & \text{egyébként} \end{cases} \quad (2.4)$$

Ahhoz, hogy megkapjuk az adott hullámszámhoz és kvantumszámhoz tartozó energia-sajátértékeket azaz a diszperziós relációkat, a hullámfüggvényt vissza kell helyettesíteni a Schrödinger egyenletbe (2.3):

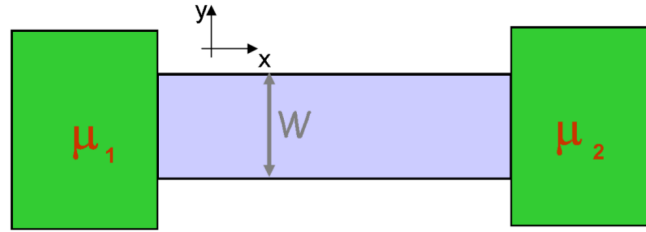
$$\varepsilon_n(k) = \frac{\hbar^2 k^2}{2m} + \left(\frac{\hbar^2 \pi^2}{2mW^2} \right) n^2 \quad (2.5)$$

Vagyis a diszperziós relációt különböző n, k kvantumszámok esetén a 2.2. ábrán látható parabolák írják le.



2.2. ábra. Diszperziós relációk különböző kvantumszámok esetén [7].

Az állapotok a Fermi-energiáig vannak betöltve, így a vezetésben csak azokhoz a kvantumszámokhoz tartozó módusok vesznek részt, melyekre teljesül az $\varepsilon_n(k=0) \leq \varepsilon_F$ reláció. Ezeket a módusokat nyitott csatornáknak is nevezzük.



2.3. ábra. Két elektródát összekötő ideális kvantumvezeték [7].

Most vizsgáljuk egy ideális kvantumvezeték (2.3. ábra) ellenállását. Ideális kvantumvezetékben az egyik elektródából a vezetékbe jutó elektron szóródás nélkül átjut a másik elektródára. Továbbá a kontaktusokat is ideálisnak tételezzük fel, tehát a vezetékből érkező elektronokat 1 valószínűséggel elnyelik, ezek az elektródában termalizálódnak és csak ezután képesek újból visszajutni a vezetékbe. Ekkor a vezetékben balról jobbra haladó elektronok populációja kizárólag a baloldali, μ_1 kémiai potenciálú elektródából származik. Hasonlóan a jobbról balra haladó elektronok a jobboldali, μ_2 kémiai potenciálú elektródából származnak.

Ha a két elektróda kémiai potenciálja megegyezik, akkor azonos a betöltöttség, nem folyik áram. Ha azonban az elektródák közé V feszültséget kapcsolunk, akkor $-eV$ különbség alakul ki az elektródák kémiai potenciáljai között, különbözni fog a két elektróda betöltöttsége, a vezetékben áram folyik.

Az áramerősség meghatározásához vizsgáljuk egy n kvantumszámú balról jobbra terjedő,

2.1. ATOMI MÉRETŰ KONTAKTUSOK VEZETÉSÉNEK ELMÉLETI LEÍRÁSA

tehát pozitív hullámszámú módus áramát:

$$I_n^+ = \frac{2e}{L} \sum_k v_k f_1(\varepsilon_n(k)) = \frac{2e}{L} \sum_k \frac{\partial \varepsilon_n(k)}{\hbar \partial k} f_1(\varepsilon_n(k)), \quad (2.6)$$

ahol L a vezeték hossza, $f_1(\varepsilon_n(k))$ a baloldali elektródából kilépő elektronok eloszlás függvénye, Fermi-eloszlás:

$$f_1(\varepsilon_n(k)) = \frac{1}{\exp\left(\frac{\varepsilon_n(k) - \mu_1}{k_B T}\right) + 1} \quad (2.7)$$

A kettes szorzó az elektronok spinje miatt jelent meg. Ha a hullámszám szerinti összegzésről áttérünk integrálásra, akkor a következő alakot kapjuk:

$$I_n^+ = \frac{2e}{L} \frac{L}{2\pi} \int_{E_n}^{\infty} \frac{1}{\hbar} \frac{\partial \varepsilon_n(k)}{\partial k} f_1(\varepsilon_n(k)) dk = \frac{2e}{h} \int_{E_n}^{\infty} f_1(\varepsilon_n(k)) d\varepsilon_n(k), \quad (2.8)$$

ahol $E_n = \varepsilon_n(0)$, az az energia, ami az n kvantumszámhoz tartozó diszperziós reláció minimuma, ennél kisebb energiájú elektron nem terjedhet ebben a módusban.

Hasonlóan kiszámíthatjuk a jobboldali elektródából jövő elektronok áramát (I_n^-). Az n -edik módus eredő árama ezek összegzésével kapható meg:

$$I_n = I_n^+ - I_n^- = \frac{2e}{h} \int_{E_n}^{\infty} [f_1(\varepsilon_n(k)) - f_2(\varepsilon_n(k))] d\varepsilon_n(k) \quad (2.9)$$

A teljes áramerősséget úgy kaphatjuk meg, hogy összegezzük az összes módus áramát. Ha a két elektródában megegyezik a nyitott csatornák száma, azaz nincs olyan energiasáv, aminek az alja a két oldal kémiai potenciálja közé esik, akkor a teljes áram:

$$I = \sum_n I_n = \sum_{n=1}^M \frac{2e}{h} \int_{E_n}^{\infty} [f_1(\varepsilon_n(k)) - f_2(\varepsilon_n(k))] d\varepsilon_n(k), \quad (2.10)$$

ahol M -el jelöltem a nyitott csatornák számát. Mivel a két elektróda eloszlás függvénye eV -vel van eltolva egymáshoz képest, ezért az (2.10) egyenletben az integrál értéke is éppen eV lesz, tehát az áram:

$$I = \frac{2e^2}{h} \cdot MV \quad (2.11)$$

Végül a vezetőképesség:

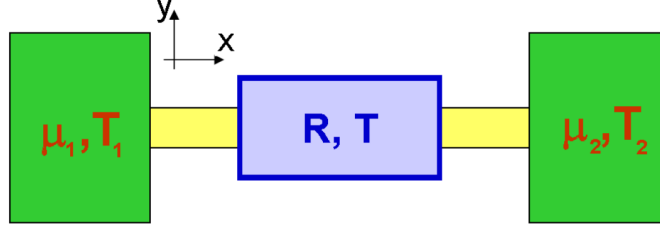
$$G = \frac{2e^2}{h} \cdot M = G_0 \cdot M, \quad (2.12)$$

ahol M a nyitott vezetési csatornák száma, G_0 a vezetőképesség kvantum, ami körülbelül 12900Ω ellenállásnak felel meg.

2.1.2. Landauer formalizmus

Most tételezzük fel, hogy a vezeték nem ideális, hanem egy szórócentrum található a két ideális vezeték között (2.4. ábra). Ilyenkor a vezetékbe bejutó elektronoknak csak egy része jut át az egyik elektródáról a másikra, valamilyen valószínűséggel visszaszóródnak. A Landauer

által bevezetett formalizmust használva egy ilyen rendszer leírásához csupán a szórócentrum transzmissziós és reflexiós valószínűségeit kell ismernünk.



2.4. ábra. A középső szórócentrum két ideális kvantumvezetéssel kapcsolódik az elektródákhoz [7].

Elsőnek vegyük azt az egyszerű esetet, amikor csak egyetlen vezetési csatorna van, melynek reflexiós és transzmissziós valószínűségeit $R(\varepsilon)$ és $T(\varepsilon)$ adják meg. Az elektronok a szórócentrumról vagy visszaverődnek vagy átjutnak, tehát: $R(\varepsilon) + T(\varepsilon) = 1$. A bal illetve jobboldali elektródából kilépő és a szórócentrum felé haladó elektronok áramjáruléka egy elemi energiatartományon belül:

$$dI_1^+ = \frac{2e}{h} \cdot f_1(\varepsilon)d\varepsilon, \quad dI_2^- = \frac{2e}{h} \cdot f_2(\varepsilon)d\varepsilon \quad (2.13)$$

A szórócentrumból az első elektróda felé haladó elektronok érkehetnek az első elektródából visszaszóródva vagy a második elektródából a szórócentrumon áthaladva. Ennek megfelelően az első elektródába érkező áram:

$$dI_1^-(\varepsilon) = R(\varepsilon)dI_1^+(\varepsilon) + T(\varepsilon)dI_2^-(\varepsilon) \quad (2.14)$$

Így az első elektródából kimenő és az abba bejövő áramok eredője:

$$dI_1 = dI_1^+ - dI_1^- = \frac{2e}{h} T(\varepsilon) [f_1(\varepsilon) - f_2(\varepsilon)] d\varepsilon \quad (2.15)$$

Ezt ε szerint integrálva kapjuk meg a vezetéken folyó áram nagyságát:

$$I = \int dI_1 = \frac{2e}{h} T(\varepsilon_F) \int [f_1(\varepsilon) - f_2(\varepsilon)] d\varepsilon = \frac{2e}{h} T(\varepsilon_F) (\mu_1 - \mu_2) \quad (2.16)$$

Tehát a vezeték vezetőképessége:

$$G = \frac{2e^2}{h} T(\varepsilon_F) = G_0 \cdot T(\varepsilon_F) \quad (2.17)$$

Ha feltesszük, hogy több nyitott vezetési csatorna is létezik, akkor (2.17) egyenletet általánosítva felírhatjuk a transzmissziós mátrixot ($\hat{\mathbf{t}}$), ami kapcsolatot teremt az egyik elektródából a vezetékbe bejutó és a szóródás után kijutó módusok között. A $|\mathbf{t}_{i,j}|^2$ mennyiség megadja a j -edik bejövő módusnak az i -edik kimenő módusba történő szóródásának valószínűségét, vagyis a bal oldalról jövő j -edik módus szórócentrumon való áthaladásának valószínűsége: $\sum_{i=1}^N |\mathbf{t}_{i,j}|^2$. Tehát a vezetőképesség N vezetési csatorna esetén:

$$G = \frac{2e^2}{h} \sum_{i,j=1}^N |\mathbf{t}_{i,j}|^2 \quad (2.18)$$

A vezetési csatornákat mindig meg lehet úgy választani, hogy az i -edik vezetési csatornából érkező elektron csak az i -edik csatornába tudjon szóródni τ_i valószínűséggel. Ekkor a rendszer egymástól független csatornák összegeként képzelhető el, így a vezetőképesség a következő alakot veszi fel:

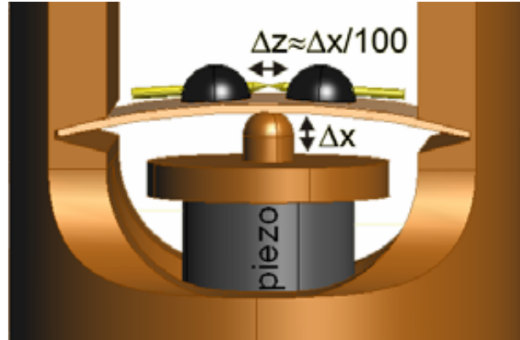
$$G = \frac{2e^2}{h} \sum_{i=1}^N \tau_i \quad (2.19)$$

Ebben a bázisban az egyes módusok transzmissziós valószínűségét megadó τ_i együtthatók jellemzik a kvantumvezeték vezetőképességét. Ezeket szokás az úgynevezett mezoszkópikus PIN-kódnak is hívni.

Az aranyból tapasztalt jelenség, hogy a vezetőképesség görbe utolsó platója mindig G_0 vezetőképességnél található. Ez mint további mérésekből kiderül egy darab tökéletes transzmissziójú vezetési csatornának felel meg [1].

2.2. MCBJ mérési elrendezés bemutatása

Az atomi kontaktusok vizsgálatára alkalmas mérőberendezések egyike az úgynevezett MCBJ technika (Mechanically Controllable Break Junction technique), melynek felépítése a 2.5. ábrán látható.



2.5. ábra. MCBJ mintatartó felépítése [7].

Egy közepesen elvékonyított fémzálat két ragasztópötty rögzít egy hajlítható lapkára. A szakításhoz a kontaktus végeinek nagyon precíz mozgatására van szükség, ezt teszi lehetővé a mintatartó, ami a mozgatáshoz egy piezo kerámiát alkalmaz. A piezóra feszültséget kapcsolva az megnyúlik, ezáltal benyomja a hajlítható lapka közepét, így az meghajlik és a vezeték két rögzített pontja távolodik egymástól.

Már magát a piezo mozgatását is nm alatti pontossággal végezhetjük és a berendezés geometriájának köszönhetően a szétszakítandó vezeték végeinek elmozdulása a piezo mozgásánál

két nagyságrenddel kisebb, így a közvetlenül a szakadás előtt kialakuló atomi kontaktusok vizsgálatára kiemelkedő mechanikai stabilitás mellett nyílik lehetőség.

Mivel a piezo deformációja igen kicsi, ezért szükség van mechanikus mozgatásra is, amivel a lapkát meghajlíthatjuk annyira, hogy a piezo néhány μm -es mozgása már elegendő legyen a minta szétszakításához. Ezt például egy finommenetes csavarral vagy differenciális csavarral lehet megoldani.

Ha a minta teljesen elszakadt és újra közelíteni kezdjük a vezetékek végeit, akkor a kontaktus újra felépül, így egy mintával akár több ezer szakítási görbe is felvehető. Azonban ha a minta környezetében más atomok vagy molekulák is jelen vannak, akkor a kontaktus szétszakítása majd újbóli összenyomása közben a kontaktushoz vándorolva beépülhetnek, ezzel meghamisítva a mérést. Vagyis meg kell akadályozni a kontaktus elszennyeződését. Ezt úgy tehetjük meg, hogy a kísérletet nagy vákuumban végezzük, ennek előállítására rotációs és turbomolekuláris szivattyút használunk. Tovább javítja a vákuumot, ha a mintatartót alacsony – a hélium forráspontjához közeli – hőmérsékleten tartjuk. Ekkor a héliumon és hidrogénen kívül minden más gáz gőznyomása elhanyagolhatóvá válik. Az alacsony hőmérsékleten végzett mérések másik előnye, hogy a nagyon stabil és alacsony hőmérsékletnek köszönhetően a hőtágulásból adódó elmozdulások lényegesen lecsökkennek.

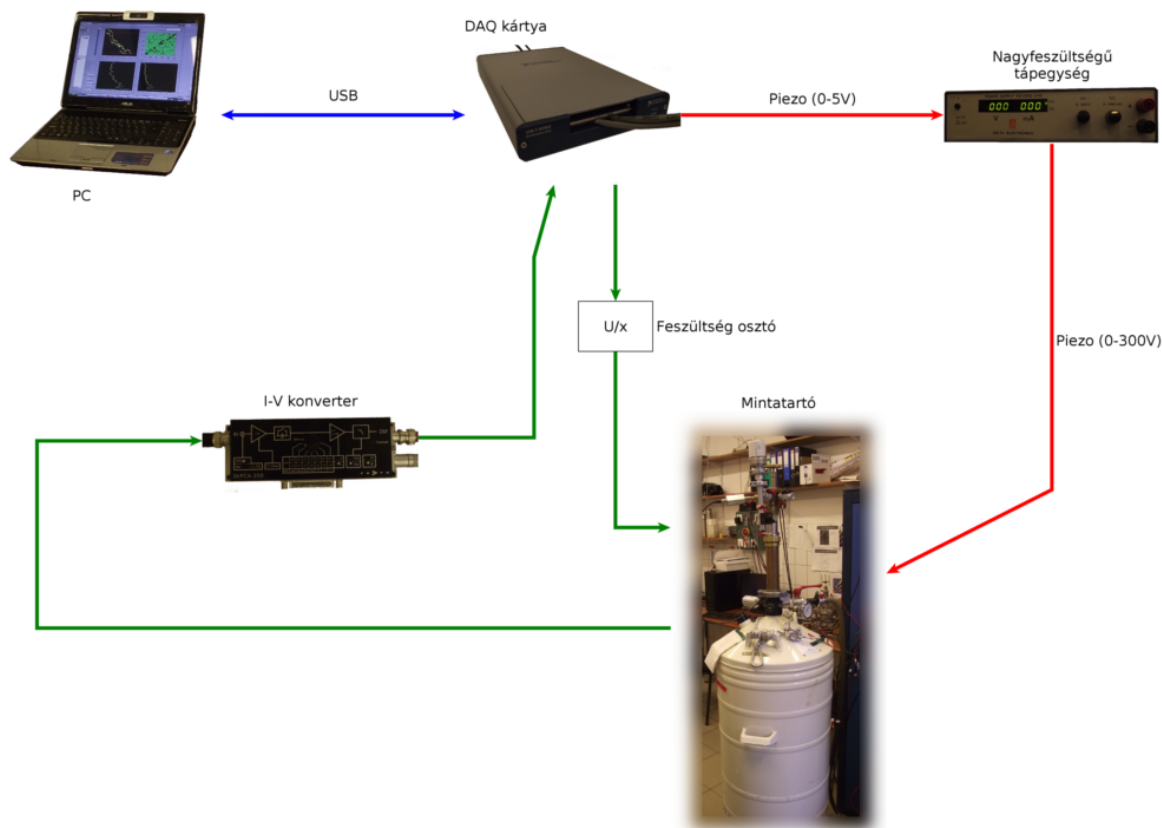
Munkám során a mérés vezérlését és az adatok rögzítését egy adatgyűjtő kártya segítségével végeztem, a mérési elrendezés a 2.6. ábrán látható.

A piezo vezérléséhez nagy feszültség (több száz volt) szükséges, ekkora feszültséget a mérőkártyáról nem tudok kiadni, ezért szükség van egy olyan nagyfeszültségű tápegységre, amit a mérőkártyáról kiadható feszültséggel lehet szabályozni. A tápegység, amit a mérések során használok, 0-5 V jellel vezérelhető és 0-300 V feszültséget képes a piezóra kapcsolni.

Mivel nagyon kis keresztmetszeten folyik keresztül az áram, ezért fontos, hogy a mintára ne kapcsoljunk túl nagy feszültséget, különben tönkremegy a kontaktus a nagy áramsűrűség miatt. Tipikusan 0.1-0.3 V feszültséget szoktam a mintára kapcsolni. Azért, hogy ezt nagyobb pontossággal tudjam megtenni, a mérőkártyáról ennél nagyobb feszültséget adok ki és azt egy egyszerű ellenállás osztó segítségével osztom le 50-ed vagy 10-ed részére.

A minta vezetőképessége a mintára kapcsolt feszültség és az ennek hatására a mintán folyó áram hányadosaként számítható. Az áramot nem közvetlenül mérem az adatgyűjtő kártyával, hanem egy I-V konverter segítségével feszültséggé alakítom. Azt, hogy a vezetőképességet milyen határok között tudom mérni, az I-V konverter erősítése szabja meg: minél nagyobbra veszem az erősítést, annál kisebb tartományon tudom mérni a vezetőképességet.

2.3. ATOMI KONTAKTUSOKBAN FELLÉPŐ ERŐK MÉRÉSE



2.6. ábra. MCBJ mérési elrendezés.

2.3. Atomi kontaktusokban fellépő erők mérése

Az atomi kontaktusokban fellépő erők mérését megnehezíti, hogy nagyon nagy érzékenységre van szükség, ez nem teljesül a hagyományos kontaktus elven működő AFM (Atomic Force Microscope - atomerő mikroszkóp) esetében. A nagy érzékenységre a nN nagyságrendű atomi erők megfelelően pontos kiméréséhez van szükség, a merevségre pedig azért, hogy a mérés során valóban csak az atomi kontaktusban fellépő erőhatásokat detektáljuk a szenzor rugalmas deformációjával szemben.

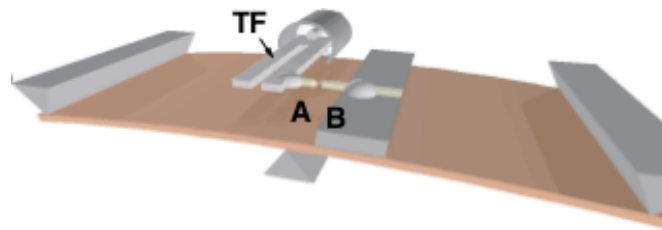
Az erő mérésének egy lehetséges módja, hogy egy úgynevezett kantilever-re (egy hajlítható hosszúságú lapka végére) helyezik fel a mintát. A kontaktust úgy hozzák létre, hogy egy STM (Scanning Tunneling Microscope - alagút mikroszkóp) tűt nyomnak bele a mintába. Ezután a tűt távolítva a mintától a kontaktust húzzák szét miközben a kantilever lehajlását mérik egy AFM mikroszkóppal. A mérési módszer nagy előnye, hogy a lehajlás közvetlenül arányos az erővel, a 2.7. ábrán látható egy ilyen mérés [1, 8].

Megfigyelhető, hogy az erő fűrészfog szerűen változik: folyamatosan növekszik, majd ugrás szerűen lecsökken. Az is jól látszik, hogy a vezetőképesség görbén jelentkező ugrásokkor az erőnek is ugrása van. Ez volt az egyik bizonyíték arra, hogy amikor a vezetőképesség nem változik, akkor a kontaktus rugalmasan deformálódik, a vezetőképesség ugrásokkor pedig atomi átrendeződések mennek végbe.

Elképzelhető olyan eset is, amikor a vezetőképesség konstans és az erőben ugrás jelenik meg, ilyen például a láncképződés, melynek során szintén végbemegy atomi átrendeződés de a kontaktus keresztmetszetében lévő atomok száma nem változik.

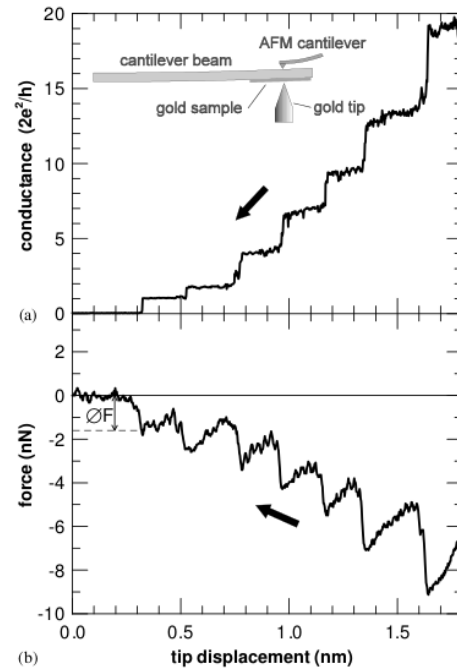
Az erőmérés egy másik lehetséges módja, hogy egy hangvilla alakú kvarcoszcillátor egyik ágához rögzítjük egy vezeték egyik végét. Egy ilyen minta sematikus ábrája látható a 2.8. ábrán.

A szakítás közben a kvarcoszcillátor ágára erő hat, aminek hatására a rezonanciafrekvenciája eltolódik. Az eltolódás mértékéből következtethetünk az atomi kontaktus rugóállandójára, és közvetetten a kontaktusban fellépő erőre [2, 3, 4, 5, 6].



2.8. ábra. Erő mérésre alkalmas minta sematikus rajza, Az ábra jelölései: TF - hangvilla alakú kvarcoszcillátor, A B - elektródák, a mintaként használt, középen elvékonyított vezeték két fele. [3]

A kvarcoszcillátorral megvalósított erőmérés előnye, hogy kizárólag elektronikai eszközök szükségesek a mérés kivitelezéséhez, nincs szükség az AFM-nél szokásos optikai detektálásra. TDK munkám során ezen az elven működő erőmérésre alkalmas berendezést fejlesztettem, amivel kiegészítettem a 2.2. fejezetben bemutatott MCBJ mérést.



2.7. ábra. Az arany minta és az STM tű távolságának függvényében mért vezetőképesség (a, ábra) és erő (b, ábra). A bal felső sarokban látható a méréshez használt elrendezés vázlata [1, 8].

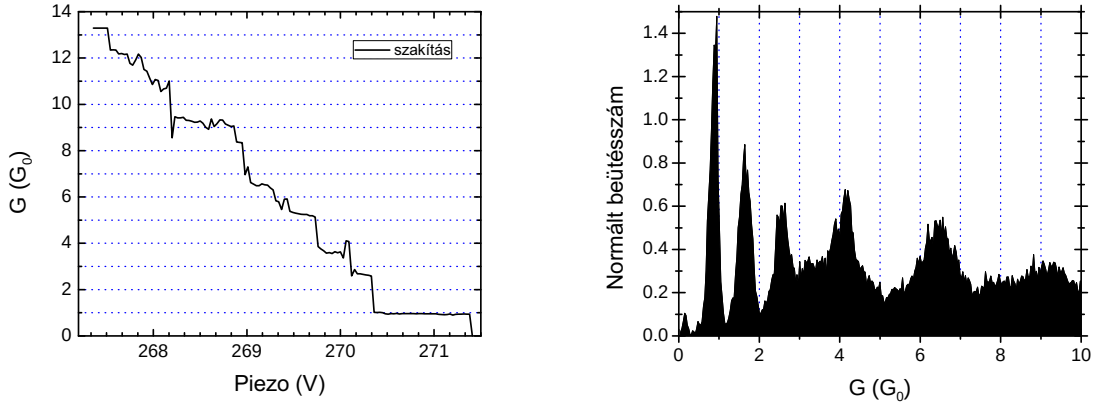
2.4. A vezetőképesség görbék kiértékeléséhez használt módszerek

2.4.1. Vezetőképesség hisztogramok

Az elektródák távolítása közben felvett szakítási görbék kiértékeléséhez használt alapvető módszer a vezetőképesség görbe hisztogramjának vizsgálata.

A szakítás közben a vezetőképesség gyors ugrásokkal változik, két ugrás között pedig közel állandó értéket mutat, azaz platók jelennek meg. A vezetőképességet első közelítésben az határozza meg, hogy a kontaktus legvékonyabb keresztmetszeténél hány atom kapcsolódik össze. Amikor a vezetőképesség közel konstans, akkor az atomi konfiguráció változatlan, a kontaktus rugalmasan deformálódik. Amikor ugrásszerűen lecsökken a vezetőképesség, akkor megváltozik a kontaktust alkotó atomok konfigurációja, az összecsatlakozó atomok száma.

A szakításkor bekövetkező atomi átrendeződések véletlenszerűek, ezért a felvett vezetőképesség görbék különbözőek lehetnek, ennek ellenére megfigyelhetők bizonyos hasonlóságok. Az egyes konfigurációkhoz tartozó platók mindig közel azonos vezetőképességnél találhatók, azonban ez csak sok görbe összehasonlításakor lesz látható. Az utolsó plató mindig hasonló vezetőképességnél jelenik meg, mivel ez éppen az egyatomos kontaktusnak felel meg.



2.9. ábra. Arany mintával mért szakítási görbe (bal oldal) és az összes mért görbéből számított hisztogram (jobb oldal).

A vezetőképesség görbék összehasonlítására használhatjuk a görbékéből számított hisztogramot. Ehhez a vezetőképesség tengelyt felosztjuk kis, egyenlő nagyságú intervallumokra, majd minden szakítási görbén külön megszámoljuk, hogy az adott görbének hány pontja esik az egyes vezetőképesség intervallumokba. Jelöljük $N_i(r)$ -el az r -edik görbe i -edik vezetőképesség intervallumában található pontjainak számát. Ez nem más, mint az r -edik egyedi görbe hisztogramja.

Az összes görbére számolt hisztogramot úgy kapjuk, hogy ezeket az egyedi görbére számolt hisztogramokat összegezzük, majd normáljuk a görbék számával. A 2.9. baloldali ábrán egyetlen vezetőképesség görbe látható, jobbra tőle pedig az összes mért görbéből számított normált hisztogram.

A hisztogram csúcsai mindig ugyanazokon – a minta anyagára jellemző – vezetőképesség értéknél jelennek meg.

2.4.2. Memóriajelenségek vizsgálata korrelációs módszerrel

Egyike a memóriajelenségek vizsgálatára alkalmas matematikai eszközöknek az egyedi vezetőképesség görbék hisztogramjai közti korreláció számítás [9]. Beszélhetünk auto- vagy keresztkorrelációról, elsőként az autokorrelációt ismertetem, ennek számítását az (2.20) egyenlet szerint végezhetjük.

$$C_{i,j} = \frac{\langle \delta N_i(r) \cdot \delta N_j(r) \rangle_r}{\sqrt{\langle [\delta N_i(r)]^2 \rangle_r \langle [\delta N_j(r)]^2 \rangle_r}}, \quad (2.20)$$

ahol $\delta N_i(r)$ jelöli az r -edik görbe i -edik vezetőképesség intervallumában lévő pontok számának eltérését az összes görbe i -edik intervallumában lévő pontok számának átlagától:

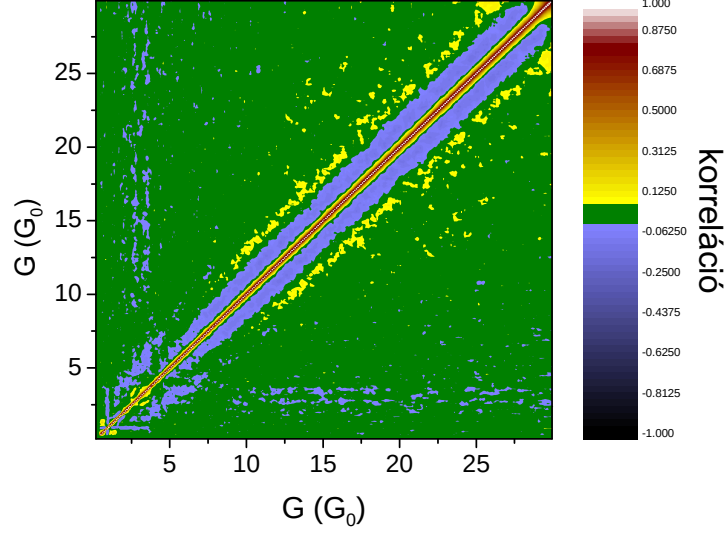
$$\delta N_i(r) = N_i(r) - \langle N_i(r) \rangle_r \quad (2.21)$$

A korreláció számítást tehát az egyedi görbék hisztogramjai között végzem, azonban a továbbiakban mindig a vezetőképesség görbék korrelációjaként fogom említeni, hogy ne lehessen úgy érteni, mintha az összes görbére átlagolt hisztogramnak a korrelációja lenne.

A korreláció ábrázolásához felülnézeti, háromdimenziós ábrát használok, ahol a vízszintes és függőleges tengelyeken a vezetőképesség van feltüntetve. A harmadik tengelyt – amin az i -edik és a j -edik vezetőképesség intervallumban lévő pontokhoz tartozó korreláció található – pedig színskála jelzi. A színskálát úgy állítottam be, hogy a nulla és az ehhez közeli korreláció értékek jól megkülönböztethető zöld színnel, a pozitív értékek sárga és piros, a negatívak pedig kék skálán legyenek ábrázolva. Egy példa látható erre a 2.10. ábrán.

A korreláció azt vizsgálja, hogy a szakítás közben jelentkező különböző konfigurációk kialakulása milyen mértékben függ össze egymással. Például, ha két konfiguráció mindig együtt jelentkezik – vagy mindkettő kialakul vagy egyik sem – akkor pozitív korrelációt tapasztalunk. Ezzel szemben ha két konfiguráció kizárja egymást – vagy az egyik, vagy a másik jelentkezik, de egyszerre mindkettő nem – akkor negatív korrelációt tapasztalunk.

A definícióból adódóan a korrelációs ábra átlójában mindig tökéletes pozitív korrelációt ($C_{ii} = 1$) tapasztalunk. A mérések gyakran mutatnak az átló melletti véges szélességű tartományban egy pozitívan korrelált sávot, illetve e mellett mindkét oldalon egy-egy negatívan korrelált sávot (ahogy az a 2.10. ábrán is látható). Ez a jelenség véges meredekségű platók megjelenéséhez kapcsolódik. Ha egy görbén (r) egy adott vezetőképesség intervallum (i) éppen egy plató közepéhez tartozik, akkor $\delta N_i(r) > 0$ lesz, hiszen nem lesz minden görbén ugyanott plató, így $N_i(r) > \langle N_i(r) \rangle_r$. Ha a szomszédos – szintén a platón lévő vezetőképesség intervallumokat (j) nézzük, ott továbbra is az átlagnál több pontot látunk, azaz $\delta N_j > 0$. Ha viszont kicsit tovább megyünk, és a j vezetőképesség intervallum már a platót követő ugráshoz tartozik, akkor $\delta N_j < 0$ lesz. Az első esetben a korreláció ($\sim \delta N_i \cdot \delta N_j$) pozitív, a másodikban pedig negatív lesz. Ez az egyszerű gondolatmenet szemlélteti az átló melletti pozitív és negatív sávok megjelenését.



2.10. ábra. Arany minta széthúzási görbéinek autokorrelációja.

Ha a következő plató távolsága mindig ugyan akkora (ΔG), akkor $G_i - G_j \approx \Delta G$ esetén ismét pozitív sávot tapasztalunk a korrelációban. Ha viszont a következő plató távolsága véletlenszerű, akkor több sávot már nem látunk.

Az előbbi gondolatmenet adott (például széthúzási) görbéken belüli autokorrelációt vizsgálta. Érdekes azonban az egyes széthúzási görbék és az utánuk következő összenyomási görbék közötti keresztkorrelációt is vizsgálni. Ha ebben megjelennek a sávok, az azt jelenti, hogy a platók a széthúzáskor és az azt követő összenyomáskor ugyan azokon a helyeken jelennek meg, vagyis a széthúzáskor mért görbe meghatározza, hogy milyen görbét mérünk összenyomáskor. Ha az összenyomási görbe független a széthúzási görbétől, akkor a korrelációra nullához közeli értéket fogunk kapni. Hasonlóan számolhatunk keresztkorrelációt az összenyomási és az azt követő széthúzási görbére is.

Ez alapján a kontaktus memórijelensége alatt azt értjük, hogy az egyes konfigurációk kialakulása mennyiben függ a kontaktus előéletétől.

3. fejezet

Vezetőképeség mérésére alkalmas adatgyűjtő rendszer fejlesztése

A 2.2. fejezetben bemutatott MCBJ mérőrendszert vezérlő programot fejlesztettem egy új generációs mérőkártyát használva. A korábban alkalmazott mérőkártyának a leváltására többek között azért volt szükség, mert az már nem kompatibilis sem a jelenleg használt Visual Studio környezettel, sem az új generációs adatgyűjtő kártyák meghajtó szoftverével. Így az általam fejlesztett program lehetőséget nyújt a legfrissebb szoftver és hardver környezetre történő átálásra.

A régebben használt program egy megfelelő amplitúdójú és eltolású háromszögjelet kapcsolt a kontaktust széthúzó és összenyomó piezóra, ezzel szemben az általam fejlesztett program a piezo vezérlése közben folyamatosan méri a minta vezetőképeségét és mindig az előre megadott vezetőképeség határokig húzza szét illetve nyomja össze a kontaktust. Ezt úgy éri el, hogy a széthúzáshoz a piezóra növekvő feszültséget kapcsol, de amikor a vezetőképeség eléri a megadott határt, egy trigger leállítja a piezót vezérlő kimenetet. Az összenyomás hasonló módon történik.

Az új program több előnnyel is rendelkezik a korábban alkalmazottal szemben. Lehetőség nyílik a kontaktus memóriajelenségeinek vizsgálatára az összenyomás és az azt követő széthúzás közben mért vezetőképeség görbék közötti keresztkorreláció számításával, amit a korábban alkalmazott módszerrel nem tehettünk meg, mivel mindig más vezetőképeség értékig volt összenyomva a kontaktus. A piezót vezérlő kimenetet és a vezetőképeséget mérő bemenetet szinkronizáltan időzíttem, így minden vezetőképeség adathoz rögzítem a piezo feszültségét is, melynek megváltozása arányos az elektródák távolságának változásával. A vezetőképeség határok változtatásával lehetőség nyílik a kontaktus összenyomásának mértéke és a vezetőképeség görbék tulajdonságai közötti összefüggések vizsgálatára.

A mérés vezérléséhez és az adatgyűjtéshez a National Instruments X-6363 mérőkártyájának USB-s változatát használtam. A mérést vezérlő programot C# nyelven, a Microsoft Visual Studio program fejlesztő környezetében készítettem, használtam még ehhez a National Instruments Measurement Studio nevű kiegészítést, ami olyan előre elkészített komponenseket tartalmaz, melyek segítségével a mérési adatokat, paramétereket könnyen megjeleníthetjük vagy állíthatjuk a grafikus felületen. A mérőkártya vezérlését a DAQmx driver segítségével végeztem.

A program az adatok rögzítése mellett részben azok feldolgozását is elvégzi: kiszámítja a szakítási görbék hisztogramjait külön a széthúzásra és az összenyomásra valamint ezek korrelációit is. Ez nagyon hasznos, mivel így már a mérés közben látható a vizsgálat eredmé-

3.1. AZ ADATGYŰJTŐ KÁRTYA BEMUTATÁSA

nye így azonnal eldönthető, hogy megfelelő-e a mérés, illetve ha nem, akkor változtathatunk a paramétereken.

Témavezetőmmel egy hallgatói mérés során használt mintatartót továbbfejlesztve létrehoztunk egy demonstrációs mintatartót, mellyel lehetőség nyílik a mérés bemutatására arany mintával, szobahőmérsékleten. Ezt a mintatartót használtam a programom tesztelésére illetve a léptetőmotor segítségével történő kontaktus keresés kifejlesztésére.

Ebben a fejezetben a program felépítését és működését illetve a mérőrendszer működését demonstráló vezetőképesség mérések eredményeit mutatom be.

3.1. Az adatgyűjtő kártya bemutatása

Az adatok rögzítésére és a mérés vezérlésére a National Instruments X-6363 adatgyűjtő kártyáját használom, a fontosabb technikai paramétereit a 3.1. táblázatban tüntettem fel. Ez egy nagysebességű mintavételezésre alkalmas kártya, 16 bit-es felbontással és több méréshatárral rendelkezik.

Összesen 32 analóg bemenete van, de valójában csak egy analóg/digitális átalakítója, így ha egyszerre több bemenetet használunk, akkor a különböző bemeneteket egyenként, egymás után mintavételezi. Két analóg triggerként használható bemenete van, ezek pontossága sajnos rosszabb, mint az analóg bemeneteké, csupán az alkalmazott méréshatár 1%-a.

A digitális csatlakozók mindegyike használható ki- és bemenetként is, attól függően, hogy hogyan konfiguráljuk a kártyát. A digitális bemenetek jelszintjét a TTL szabvány határozza meg. A digitális csatlakozók közül 16 PFI (Programmable Function Interface) csatlakozóként is működik. Ezek multifunkcionális csatlakozók, lehet rájuk külső órajelet kapcsolni, használhatjuk őket digitális triggerként illetve kivezethetjük rájuk a mintavételezés órajelét vagy valamelyik trigger jelét.

Analóg bemenet	száma tartomány felbontás mintavételi frekvencia	32 ± 10 V 16 bit 2 MS/s
Analóg kimenet	száma tartomány felbontás frissítési gyakoriság	4 ± 10 V 16 bit 2.86 MS/s
Digitális ki-/bemenet	száma PFI száma maximális órajelet logikai jelszintek	48 16 10 MHz TTL

3.1. táblázat. NI X-6363 adatgyűjtő kártya fő technikai paramétereit.

A méréshez a mérőkártya következő funkciói szükségesek:

- Analóg kimenet: a mintára kapcsolva előállítja a kívánt mérőfeszültséget.
- Analóg bemenet: a mintán átfolyó áramot egy I-V konverter segítségével feszültséggé alakítom és felerősítem, ezt a feszültséget mintavételezi a kártya, ebből és a mérőfeszültségből számítom a minta vezetőképességét.
- Analóg kimenet: a piezo mozgató vezérléséhez. Valójában a piezo vezérléséhez nagy feszültségre van szükség, ezt egy 0-300 V -os tápegységgel állítom elő, ezt vezérem a kártya analóg kimenetén 0-5 V feszültséggel.
- Analóg trigger: erre szintén az I-V konverter feszültségét kapcsolom, ez állítja le a piezo mozgatót, ha a vezetőképesség elérte valamelyik határt.
- Digitális kimenetek: lehetőség van úgynevezett léptetőmotor segítségével kontaktust keresni, a motor vezérlése digitális kimeneteken keresztül történik.

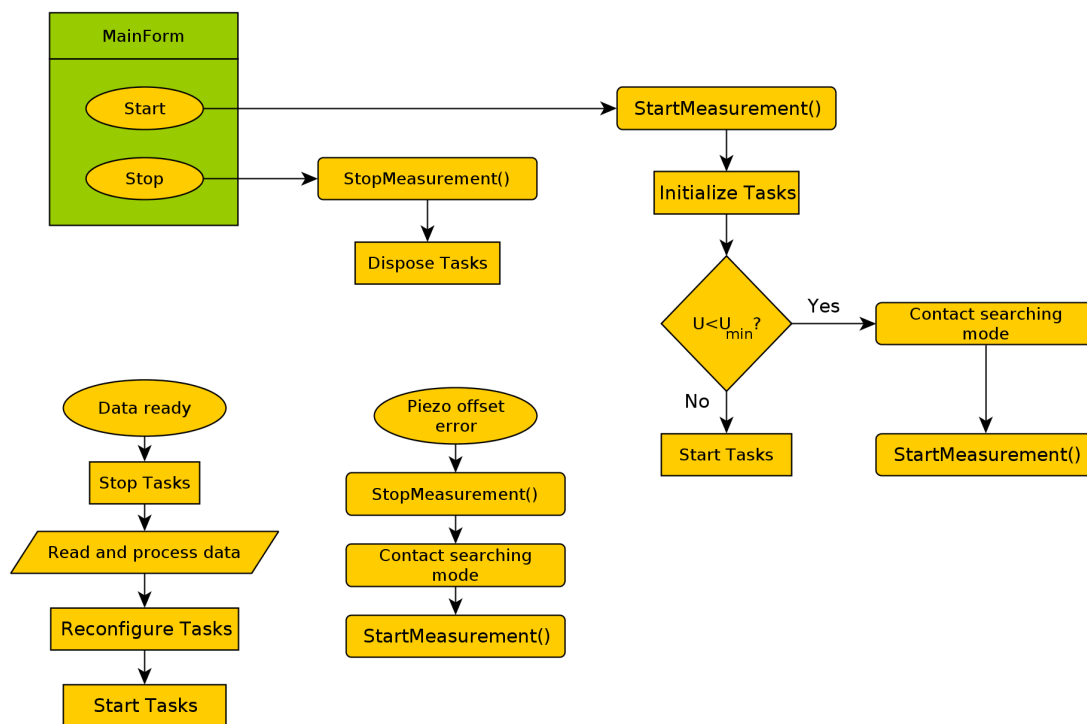
A mérőkártya vezérléséhez először különböző Task-okat kell létrehozni, majd ezekhez kell hozzárendelni a különböző analóg vagy digitális ki- illetve bemeneteket.

3.2. A mérést vezérlő program felépítése

A program felépítésének blokkvázlata látható a 3.1. ábrán. A program beindításakor megjelenő felület a MainForm, itt láthatóak a mérési beállítások, illetve ha már megy a mérés, akkor itt jeleníti meg az adatokat és itt vannak azok a gombok, amivel a programot kezelhetjük. A kezelő gombok közül a legfontosabb a Start/Stop gomb, amit megnyomva elindul a mérés, illetve ha megy a mérés, akkor ezt megnyomva leállíthatjuk azt. A mérés indításakor a StartMeasurement függvényt hívom meg, ez konfigurálja a kártyát: beállítja a Task-okat, és ellenőrzi, hogy a piezo mozgatóra 0 V feszültséget adva a mért vezetőképesség az alsó korlát felett van-e. Ha igen, akkor elindítja a széthúzást és a mintavételezést; ha nem, akkor átáll kontaktus keresés üzemmódba. Miután talált kontaktust újból meghívom a StartMeasurement() függvényt.

Amikor megy a mérés két esemény következhet be: a vezetőképesség elérte valamelyik korlátot (Data ready), a piezo mozgató maximális kitérésekor sem érte el a vezetőképesség az aktuális határt (Piezo offset error).

A Data ready eseményben először beolvasom az adatokat majd ábrázolom a vezetőképesség görbét. Mivel a széthúzási és összenyomási görbék közötti kapcsolatokat vizsgálom, ezért mindig akkor dolgozom fel az adatokat és írom ki fájlba, amikor a széthúzási görbéhez tartozó összenyomási görbe adatait is sikeresen beolvastam. Ezután újrakonfigurálom a Task-okat, átállítom a trigger szintet (alsó korlátról felső korlátra vagy fordítva), megfordítom a piezo mozgató irányát és elindítom a kimenetet és bemenetet.



3.1. ábra. A program blokkvázlata.

A `StartMeasurement()` függvény tehát miután konfigurálta a *Task*-okat, mindig a kontaktus széthúzásával kezd, és a `Data ready` esemény meghívásakor fordítom meg a piezo irányát és állítom át a triggereket.

A `Piezo offset error` esemény akkor következik be, ha állítani kell a kontaktus durva hangolását végző mechanikus csavarón. Ekkor a program meghívja a `StopMeasurement()` függvényt és átáll kontaktus keresés üzemmódba. Ha talált kontaktust, akkor meghívja a `StartMeasurement()` függvényt és újból elindítja a mérést egy széthúzással, ha nem talált kontaktust, akkor a mérés elindítása nélkül tér vissza.

A kontaktus keresés kétféle lehet, attól függően, hogy használunk léptetőmotort vagy nem. Ha nincs léptetőmotor, akkor kézzel kell állítani a mechanikus csavarón. A kézi kontaktus kereséskor előugrik egy új ablak, amin egy csúszka segítségével állítható a piezo feszültsége, és ami megjeleníti az I-V konverter feszültségét is. A motoros kontaktus keresés teljesen automatikus: ha például a széthúzás nem sikerült, akkor maximálisra állítom a piezo feszültségét és a motor olyan irányba mozog, hogy a kontaktust széthúzza. Az analóg trigger leállítja a motor vezérlését. Ha az összenyomás volt sikertelen, akkor a piezo feszültségét minimálisra állítom és a motorral a kontaktust összenyomom addig, amíg a trigger nem jelez.

3.3. A program implementációja

A program implementációjánál a legnagyobb feladat az adatgyűjtő kártya speciális triggerezési funkcióinak elérése volt, amit többek között a kártya dokumentációjának szűkszavúsága okozott. A mérőkártya vezérléséhez először különböző *Task*-okat kell létrehozni, majd ezekhez lehet hozzárendelni az egyes analóg vagy digitális ki- illetve bemeneteket. A mérést a `StartMeasurement()` függvény indítja el, ez a következő *Task*-okat hozza létre:

- *BiasVoltage*: mérőfeszültség kiadása, hardveres időzítést nem használ, miután létrehozom azonnal ráadja a mintára a beállított feszültséget.
- *InTask*: az I-V konverter feszültségét méri, ± 10 V méréshatárban, hardveres időzítést használva.
- *OutTask*: a piezót vezérlő feszültség kiadására 0 – 5 V határt állítok be, az *InTask*-kal megegyezően konfigurálom az időzítést, start triggerként az *InTask* mintavételezésének indulását adom meg. Analóg trigger állítok be, ami leállítja a kimenetet, ha elérte az aktuális határt.

Tehát a piezót vezérlő és az I-V konverter feszültségét mérő *Task*-okat szinkronizálva indítom el, így mindig egyszerre állítok a piezón és mérem a vezetőképességet. Ha az összes adatot kiírta az *OutTask*, és nem kapott trigger jelet, az azt jelenti, hogy a vezetőképesség nem érte el az aktuális határt, tehát mechanikus állításra van szükség, ekkor a `Piezo offset error` esemény hívódik meg.

A másik esemény, a `Data ready` létrehozása jóval bonyolultabbnak bizonyult, ugyanis a mintavételezést leállító triggerrek egyike sem alkalmas alapvetően arra, hogy a trigger jelzésekor befejezze a mintavételezést és beolvassa az adatokat. A mérés leállítására több fajta trigger is elérhető: a *PauseTrigger* és a *ReferenceTrigger*.

A *ReferenceTrigger*-nek meg kell adni, hogy hány mintát akarunk begyűjteni a trigger esemény előtt és hány mintát a trigger esemény után. A mintavételezés indulásakor először begyűjti a trigger esemény előtti mintákat, amíg ezeket nem gyűjtötte be, addig nem is vizsgálja a trigger feltételt, ha begyűjtötte őket, akkor a legrégebbi adat helyett mintavételez egy újat és nézi, hogy volt-e trigger esemény, ezt folytatja. Amikor bekövetkezik a trigger esemény, akkor begyűjt annyi mintát, amennyit a trigger utáni minták számának adtunk meg és végül leáll a mintavételezéssel, beolvashatjuk az adatokat.

A *PauseTrigger*-nek meg kell adni, hogy hány adatot akarunk begyűjteni, mindig csak akkor fog visszatérni a programba, ha begyűjtött ennyi adatot. Ha közben történik trigger esemény: például analóg trigger esetén a megadott szint felé nő a feszültség, akkor pause-ba állítja a mintavételezést és akkor indítja csak újra, ha újból a megadott szint alá csökken.

3.3. A PROGRAM IMPLEMENTÁCIÓJA

A *ReferenceTrigger* elvileg képes lenne arra, hogy a trigger esemény után visszatérjen és beolvassa az adatokat, ezzel azonban az a baj, hogy meg kell adni a trigger esemény előtt begyűjtendő adatok számát, és amíg ennyi adatot nem gyűjt be, addig nem is vizsgálja, hogy bekövetkezett-e a trigger esemény. Ha tehát a trigger előtti adatok számát nagyra veszem, akkor lehet, hogy már régen elszakadt a minta, jelzett a trigger, de tovább gyűjti az adatokat, húzza szét a kontaktust, mert még nem gyűlt össze elég adat. Ha kicsire veszem a trigger előtti minták számát, akkor gyorsan begyűjti ezeket az adatokat és a kontaktus elszakadásakor leáll a mintavételezés azonban nem tudom beolvasni a teljes szakítási görbét csak annak a legvégét: annyi pontot, amennyit a trigger előtti minták számára beállítottam.

A *PauseTrigger*-rel ilyen baj nincsen, az mindenképpen leállítja a mintavételezést ha a vezetőképesség eléri az alsó határt, de nem tér vissza a programba, hanem várja, hogy újra megnőjön a vezetőképesség és begyűjthesse a többi adatot is. A *PauseTrigger* mindig csak akkor tér vissza a programba, ha begyűjtött annyi adatot, amennyit megadunk a begyűjtendő minták számának.

A megoldást az jelenti, ha *PauseTrigger*-t használunk és beállítjuk, hogy a trigger jelzésekor generáldjon egy esemény a programban és itt beolvassuk a pufferben tárolt adatokat. Az esemény létrehozását a következő képpen végzem: az *OutTask* analóg triggerének jelét kivezetem egy PFI csatlakozóra. Ekkor a PFI kimeneten logikai alacsony jelszint jelenik meg, ha az *OutTask* pause módban van és várakozik és logikai magas jelszint, ha fut az *OutTask* és megy a piezo vezérlése.

A PFI csatlakozót összekötöm egy digitális bemenettel, amit beállítok úgy, hogy a lefutó éleket detektálja és generáljon eseményt. Ez az esemény a Data ready. Az eseményen belül először leállítom a bemenet mintavételezését. Ezt úgy teszem, hogy beállítok az *InTask*-nak egy digitális *PauseTrigger*-t, az ehhez tartozó csatlakozót összekötöm egy digitális kimenetként konfigurált csatlakozóval. Ha a digitális kimenetre logikai magas jelet adok, akkor engedí mintavételezni az *InTask*-ot, ha logikai alacsony jelszintet, akkor pedig pause-ba állítja azt.

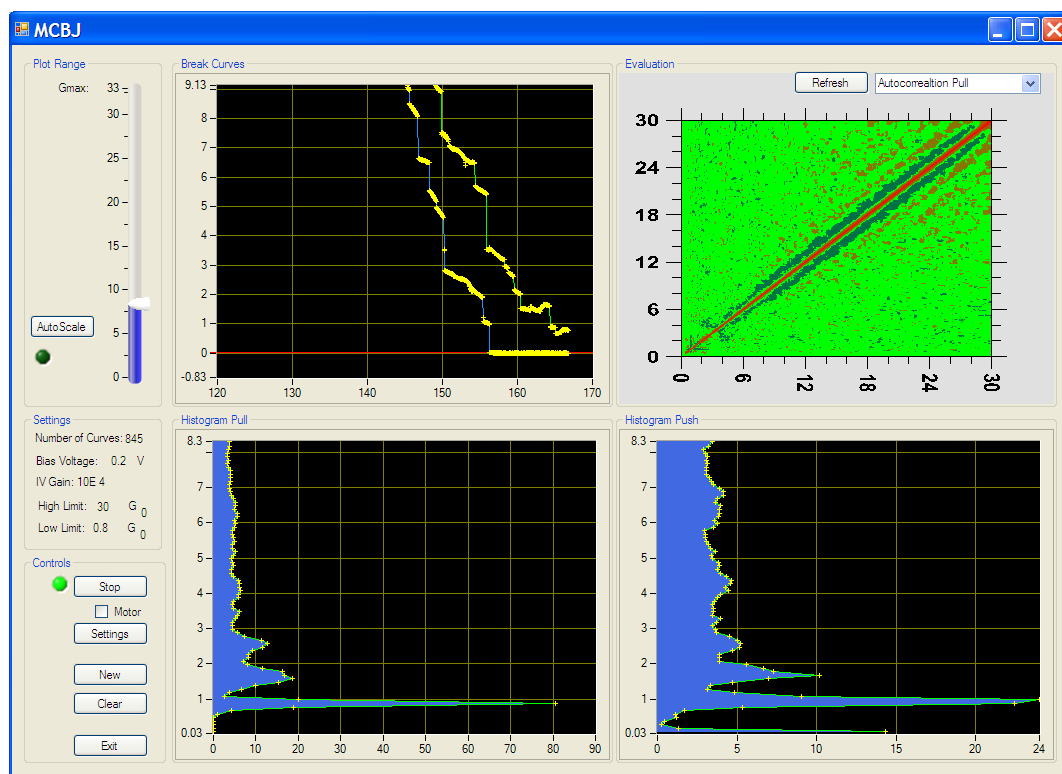
Tehát a trigger esemény generálására és a bemenet pause-ba állítására a fent felsoroltakon kívül további két digitális *Task*-ra van szükség:

- DigitIn: ChangeDetection módba állítom, a lefutó éleket detektálja, a Data ready eseményt generálja.
- DigitOut: az *InTask*-ot állítja pause-ba.

A *StopMeasurement()* függvény meghívásakor a program az összes *Task* erőforrását felszabadítja, a mérés leáll.

A *MainForm* a mérést indító/megállító gombon kívül tartalmaz még egy beállítások gombot, amit megnyomva felugrik egy ablak a beállításokkal, ahol a mérés minden paramétere állítható a mérőkártyán használt csatlakozókat is beleértve, itt kell megadni a fájlnevet is, ami-be az adatokat menti a program. A programról látható egy kép futás közben a 3.2. ábrán.

A mérési adatokat a mérés közben folyamatosan írja fájlba a program azért, hogy ha valami hiba okán leállna, akkor se vesszen el az addigi mérés eredménye. A szakítási görbék hisztogramjait is folyamatosan számolja és megjeleníti a képernyőn, ezeket 50 görbénként menti ki egy külön fájlba, amit mindig felülír. A hisztogram fájl a fejlécében tartalmazza a mérés összes beállítását is.



3.2. ábra. A mérést irányító program futás közben. A program a felhasználói felületen megjeleníti a szakítási görbéket, a hisztogramokat külön ábrán a széthúzáshoz és az összenyomáshoz, illetve a korrelációkat és a platóhosszúság hisztogramot is, amik közül a legördülő menüben lehet választani.

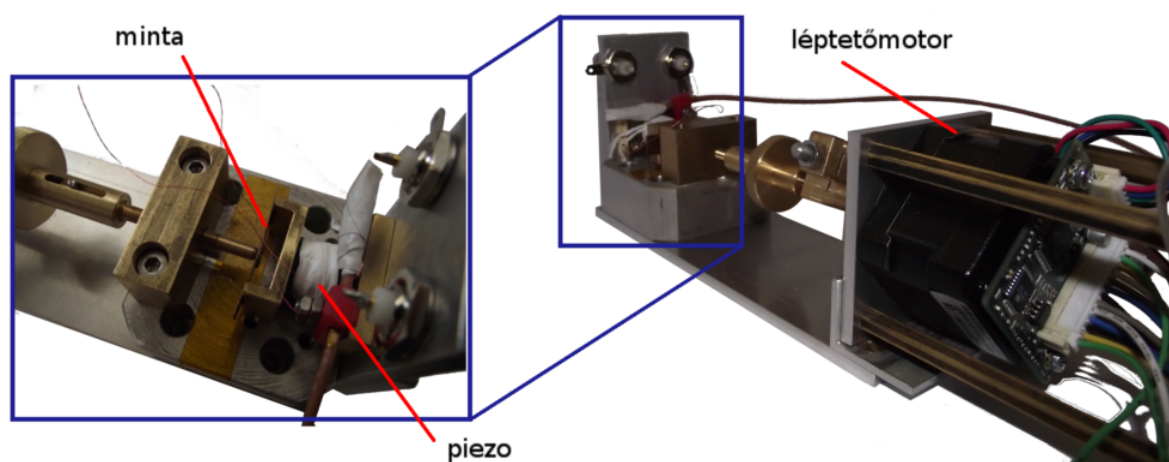
A program képes korreláció számításra is, azonban ennek a nagy számítási igénye miatt a korrelációs ábrát nem folyamatosan frissíti csak 50 görbénként, vagy ha megnyomjuk az ábra feletti „Refresh” feliratú gombot. Többféle korreláció számítást is képes végezni, ezek közül az ábra feletti legördülő menüből választhatunk:

- Pull-Push crosscorrelation: a széthúzási és az azt követő összenyomási hisztogram közötti keresztkorreláció.
- Pull-Push crosscorrelation: az összenyomási és az azt követő széthúzási hisztogram közötti keresztkorreláció.
- Pull autocorrelation: a széthúzási hisztogram autokorrelációja.
- Push autocorrelation: az összenyomási hisztogram autokorrelációja.

A program 200 görbénként kiszámítja az összes korrelációt és kiírja külön fájlba, amit mindig felülír.

3.4. Demonstrációs célú mintatartó készítése

A témavezetőmmel egy korábbi hallgatói mérésben használt mintatartót továbbfejlesztve elkészítettünk egy demonstrációs célú eszközt, amivel szobahőmérsékleten lehet szakítási görbéket mérni vákuumkamra nélkül. Az eszköz főként demonstrációs célra alkalmas, mivel a kontaktusok szobahőmérsékleten, vákuum nélkül nagyon gyorsan elszennyeződnek és nem mutatják tovább a vizsgált effektust. A méréseket leginkább arany kontaktussal érdemes végezni, ami nem szennyeződik el olyan könnyen. Ezt a berendezést használtam a programom fejlesztése közben tesztelésre és végül végeztem vele mérést is arany mintával szobahőmérsékleten. A berendezés fényképe látható a 3.3. ábrán.



3.3. ábra. A demonstrációs célokra fejlesztett mérőberendezés fényképe.

A berendezés korábban a minta rögzítésére szolgáló tartórészből, két elektromos csatlakozóból és a szakítást végző mikrométeres csavarából állt. A vezetőképes méréséhez szükség volt még egy nagysebességű oszcilloszkópra is: miközben kézzel csavartuk a mikrométeres csavart, a kontaktus szétszakadt, az oszcilloszkóp trigger segítségével rögzítette a szakítási görbét.

A továbbfejlesztés során az oszcilloszkópot a mérőkártya és az általam készített program váltotta fel, a mintatartóba pedig beleépítettünk egy piezo mozgatót. A piezót a fizika laborban található Michelson interferométerrel teszteltük: egy tükröt rögzítettünk a piezóhoz, és így az interferométer egyik ágában a piezofeszültséggel változtathattuk az optikai úthosszat. Az ernen megjelenő interferencia képen számoltuk az elhaladó csíkokat, majd a lézer hullámhosszának ismeretében meghatároztuk a piezo elmozdulását:

- He-Ne lézer hullámhossza: $\lambda = 633 \text{ nm}$
- elhaladó interferencia csíkok száma: $n = 12 \text{ db}$

$$d = \frac{n \cdot \lambda}{2} = 3.798 \text{ } \mu\text{m} \quad (3.1)$$

Ekkora elmozdulás a mechanikai csavaró megfelelő pozícionálásával a kontaktus elszakításához elegendő.

További fejlesztés, hogy a kontaktus keresés megkönnyítése és automatizálása érdekében egy úgynevezett léptetőmotort szereltünk a mikrométeres csavaró helyére. Ennek én végeztem a beüzemelését és vezérlésének kiismerését. A motort szintén az adatgyűjtő kártyáról vezérelm digitális kimenetek segítségével. A motornak szüksége van 7-30 V nagyságú tápfeszültségre, amit egy külön tápegységgel biztosítok (általában 12 V-ot). A motor vezérlése 3 digitális kimeneten keresztül történik:

- *Enable*: logikai magas jelszint esetén engedélyezi a motor működését, logikai alacsony jelszint esetén a motor áll függetlenül attól, hogy milyen jelet kap a többi bemeneten.
- *Direction*: a motor forgásának irányát határozza meg attól függően, hogy logikai magas vagy alacsony feszültség van a bemeneten.
- *Step*: ezen a bemeneten impulzusokat vár, egy impulzus hatására egy lépést tesz.

A *Step* bemenetre olyan TTL impulzusokat kell adni, melyek logikai magas szintje legalább $2\ \mu\text{s}$, logikai alacsony jelszintje pedig legalább $0.7\ \mu\text{s}$ hosszú. A kontaktus kereséshez nem nagyon gyorsan kell forgatni a motort, hanem inkább lassan és pontosan, ezért nem közelítem meg ezeket a pulzus szélességeket, csak ms nagyságrendű hosszúságú pulzusokat használok. A motor pontosságát az adja, hogy a teljes 360° -os kört valamivel több, mint 30000 lépésre osztja fel, így egy lépés során 0.012° -ot fordul a motor, vagyis a motor segítségével jóval pontosabban tudjuk állítani a mechanikus csavarót, mint a korábban használt mikrométerrel.

A fenti három bemeneten kívül még szükség van a logikai jelszintet előállító bemenetre, erre a logikai magas jelszintnek megfelelő feszültséget kell kapcsolni, azonban ezt nem a mérőkártyáról biztosítom, hanem a motornak van egy erre használható kimenete, amin konstans 5 V feszültség van, ezt kötöm össze a logikai jelszint referencia feszültségével.

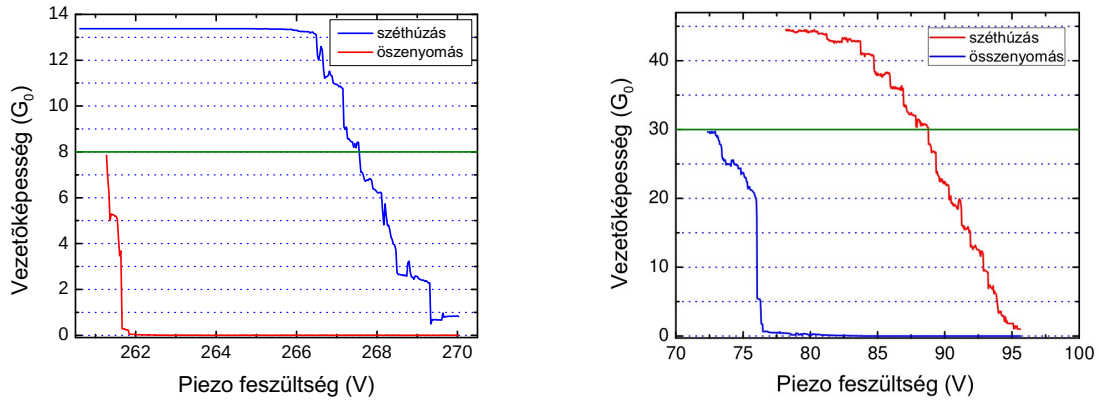
A motoros kontaktus keresés a következőképpen zajlik: létrehozok három digitális kimenetet kezelő *Task*-ot a motor három bemenetének kezelésére. A motor *Enable* bemenetét logikai magas jelszintre állítom. Beállítom a motor *Direction* bemenetét attól függően, hogy milyen irányba kell mozgatni a piezót. A motor *Step* bemenetét vezérlő digitális kimeneten hardveres időzítést használva másodpercenként 1000-szer megváltoztatom a jelszintet, ezzel generálok a pulzusokat. Ennek a digitális kimenetnek beállítok egy *PauseTrigger*-t, a trigger szintet a mozgatás irányának megfelelően beállítom: ha széthúzni kell a kontaktust, akkor a minimum, ha összenyomni, akkor a maximum vezetőképesség szintet állítom be. A *PauseTrigger* jelét kivezetve a programban a mérésnél alkalmazotthoz hasonló módon egy *ChangeDetection* esemény hívódik meg, amikor a trigger jelez, ekkor a motor *Enable* bemenetét logikai alacsony szintre állítom, felszabadítom a használt erőforrásokat és visszatérek a mérés üzemmódba a *StartMeasurement()* függvényt meghívva.

A léptetőmotoros kontaktus keresést ezen a demonstrációs célú mintatartón fejlesztettem ki, de később más mintatartókat is kiegészítettünk a léptető motorral, ami nagyban megkönnyíti az egyébként problémás kontaktus keresést. Amikor kézzel próbálunk kontaktust keresni, a mechanikus tekerőt kell kézzel állítani, ami általában elsőre nem sikerül, mert csak nagyon kicsiket kell rajta állítani és az hajlamos túlcsavarodni. A léptetőmotoros kontaktus keresés során legtöbbször elsőre megtaláljuk a kontaktust. A másik előny, hogy ha mérés közben elállítódik a kontaktus és újból állítani kell, akkor ezt a program teljesen automatikusan elvégzi.

3.5. Teszt mérések a demonstrációs célú mintatartóval

Szobahőmérsékleten nem lehet bármilyen kontaktussal mérni, hiszen a legtöbb fém a szakítás után nagyon gyorsan elszennyeződik, még ultra nagy vákuumot biztosító berendezésben is. Az aranyról viszont közismert, hogy még levegőre kitéve is viszonylag tiszták maradnak a szakítási felületek, így az elkészült demonstrációs eszközben a méréseket arany vezetékkel érdemes végezni.

A 3.4. ábrán látható két szobahőmérsékleten felvett széthúzási és összenyomási vezetőképesség görbe. A baloldali ábrán az összenyomást $8 G_0$ vezetőképességig végeztem, ezt a határt zöld vonallal jelöltem az ábrán. A széthúzási görbe egy hosszú vízszintes szakasszal kezdődik, ekkor az I-V konverter még telítésben van. A jobboldali ábránál $30 G_0$ vezetőképességig nyomtam össze a kontaktust.



3.4. ábra. Arany minta széthúzási és összenyomási vezetőképesség görbéi szobahőmérsékleten.

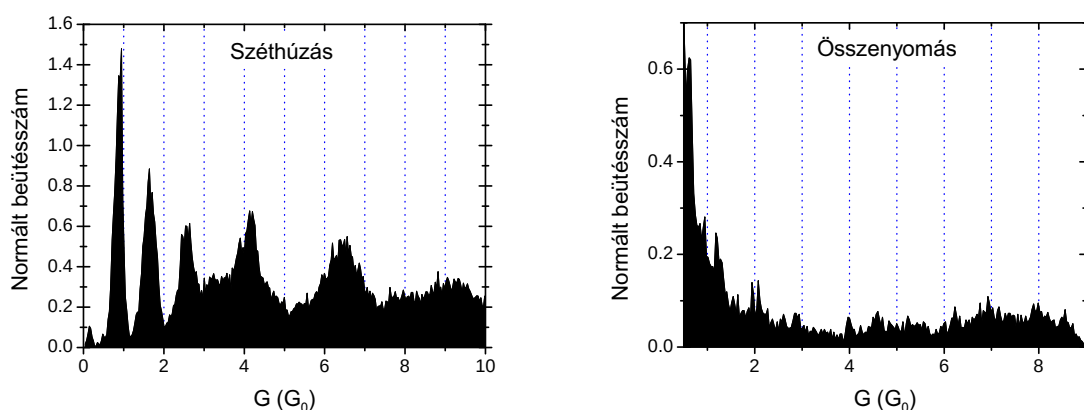
Az is megfigyelhető a szakítási görbéken, hogy hiába állítom le az összenyomást a megadott vezetőképesség határnál, a következő széthúzás indításáig mindig tovább nő a vezetőképesség (a baloldali ábrán telítésbe megy az I-V konverter) vagyis az összes szakítási görbe úgy indul, hogy a vezetőképesség nagyobb, mint a megadott határ, ameddig összenyomom a kontaktust. Ennek az a magyarázata, hogy szobahőmérsékleten az arany kontaktus hajlamos arra, hogy összenyomás után – a felületi diffúzióknak köszönhetően – tovább relaxálódjon és olyan konfigurációt alakítson ki, aminek nagyobb a vezetőképessége.

Megfigyelhető az is, hogy a széthúzási és összenyomási görbe kezdete nem ugyanannál a piezo feszültségnél található. Ilyenkor a kontaktus elállítódik, azaz görbéről görbére egyre kisebb vagy nagyobb piezo feszültségeknél érjük el a beállított feszültséghatárt. Ezt okozhatja a kontaktus belső átrendeződése, de a mintatartó például hőmozgásból adódó mechanikai elmozdulása is. Problémát jelent, ha annyira elállítódik a kontaktus, hogy a piezo mozgása már nem elegendő a szétszakításhoz, ilyenkor újra meg kell keresnünk a kontaktust.

Szobahőmérsékleten a széthúzás és összenyomás között jelentős histerézis jelentkezik, vagyis miután szétszakítottam a kontaktust és újra elkezdem összenyomni, nem egyből kezd el nőni

3.6. TESZT MÉRÉSEK ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN ARANY KONTAKTUSSAL.

a vezetőképesség. Ennek az a magyarázata, hogy miután elszakad a kontaktus, a szakításkor keletkező piramisszerű szakítási felületek a felületi diffúciónak köszönhetően átrendeződnek úgy, hogy mindkét oldalon egy lapos felület alakul ki. Ezért a szakítást követően a „kilapuló” felületeket közelítve többet kell mozogni visszafelé, míg azok újból összeérnek. Az összenyomás vezetőképességében ezért nem is látni annyi lépcsőt mint a széthúzáséban, akár egyetlen ugrásban is képes akkorát nőni, hogy a megadott maximális vezetőképesség fölé kerüljön. Ez azt is eredményezi, hogy szobahőmérsékleten mérve az összenyomás hisztogramjában nem láthatóak csúcsok. A széthúzási és összenyomási görbékre számolt vezetőképesség-hisztogramok láthatóak a 3.5. ábrán.



3.5. ábra. Vezetőképesség hisztogramok szobahőmérsékleten. Bal oldalon széthúzás, jobb oldalon összenyomás közben mért vezetőképességekre.

A széthúzási hisztogramon jól láthatóan megjelennek a csúcsok, az első csúcs $1 G_0$ vezetőképességnél jelenik meg, ez egy darab tökéletes transzmissziójú vezetési csatornának felel meg. A hisztogramok jó egyezést mutatnak a laboratóriumban korábban végzett mérésekkel [10].

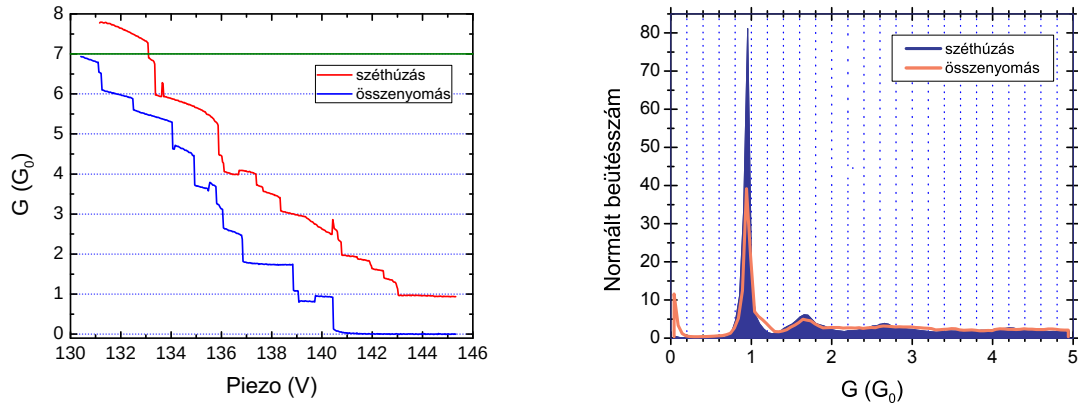
Az elvégzett mérések tehát azt mutatják, hogy szobahőmérsékleten a mintatartó mérsékelt stabilitása és a felületi diffúzió miatt nem lehet egy adott kontaktust stabilan tartani, de arany kontaktusok vezetőképesség hisztogramjai rutinszerűen mérhetők, így viszonylag kevés műszerrel (laptop, mintatartó, adatgyűjtő kártya, I-V konverter, nagyfeszültségű tápegység) bemutatható az anyag atomi kvantáltágát, és a vezetőképesség kvantum megjelenését demonstráló mérés. Nagy előnyt jelent a léptetőmotoros vezérlés, hiszen ennek köszönhetően a kontaktus elállítódása esetén is emberi beavatkozás nélkül, automatikusan működik a mérés.

3.6. Teszt mérések alacsony hőmérsékleten arany kontaktussal.

Kutatási célú méréseket érdemesebb alacsony hőmérsékleten végezni, hiszen itt a hőtágulási együttható lecsökkenésének, a stabil $4.2 K$ hőmérsékletnek és a felületi diffúzió kifagyásának köszönhetően lényegesen nagyobb stabilitás érhető el. Az elkészült mérőrendszerrel alacsony hőmérsékleten is végeztem tesztméréseket, ebben a fejezetben ezek eredményeit ismertetem.

3.6. TESZT MÉRÉSEK ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN ARANY KONTAKTUSSAL.

Az alacsony hőmérsékleten végzett mérés eredményei sok szempontból különböztek a szobahőmérsékleten mértektől. Egy példa látható a vezetőképesség görbék közül a 3.6. baloldali ábrán.



3.6. ábra. Vezetőképesség görbék a bal oldalon, hisztogram a jobb oldalon.

Megfigyelhető, hogy alacsony hőmérsékleten sokkal kisebb a hiszterézis a széthúzási és összenyomási görbék között, ami jól szemlélteti, hogy alacsony hőmérsékleten az elektródák már nem „lapulnak ki” a szétszakadás után, azaz a felületi diffúzió már nem számottevő. A kontaktus relaxációja az összenyomáskor is sokkal kisebb, így a megadott vezetőképesség szinthez képesti túllövés mértéke lényegesen kisebb, mint szobahőmérsékleten (kevesebb, mint $1 G_0$).

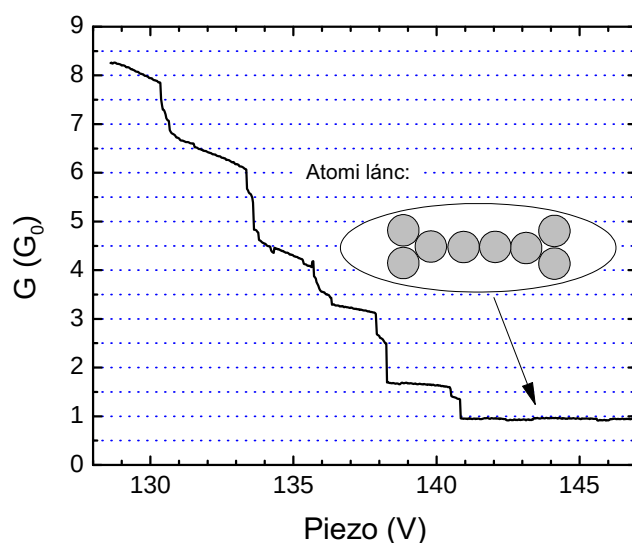
A vezetőképesség-hisztogramok a 3.6. jobboldali ábrán láthatóak. Szembetűnő különbség a szobahőmérsékleti mérésekhez képest, hogy a csúcsok az összenyomási hisztogramban is megjelennek, ami szintén a felületi diffúzió kifagyását jelzi. Az is egyértelműen látszik, hogy a szobahőmérsékleti méréshez képest alacsony hőmérsékleten lényegesen kevesebb csúcs jelenik meg a hisztogramban. Ez szintén a felületi diffúzió kifagyásához köthető, hiszen szobahőmérsékleten a felületi diffúzió segítségével a kontaktus „magától” megtalálja az energetikailag kedvező elrendeződéseket.

Az alacsony hőmérsékleten mért széthúzási és összenyomási hisztogramok összehasonlítása alapján egy további érdekes jelenséget figyelhetünk meg: a széthúzási hisztogramban az első csúcs lényegesen magasabb, mint az összenyomásiban. Az egyedi görbéken is egyértelműen látszik, hogy széthúzáskor az utolsó plató sokszor lényegesen hosszabb a többi platónál. Ez azzal magyarázható, hogy arany nanovezetékeknel ha egy egyatomos kontaktust elkezdünk széthúzni, akkor az nem feltétlenül szakad el, hanem egy több arany atomból álló atomlánc „húzódik” a két elektróda között [11]. Az atomi láncképződést az utolsó plató hosszának statisztikai vizsgálatával lehet kimutatni [11]. A lánc hosszúsága a vezetőképességben mért plató hosszúságával jellemezhető (3.7. ábra).

Ha felrajzoljuk, hogy különböző plató hosszúságok milyen gyakorisággal fordulnak elő, akkor az így készített platóhosszúság hisztogramban csúcsok jelennek meg egyenlő távolságokra egymástól. A különböző csúcsok különböző számú atomból álló láncnak felelnek meg, a csúcsok közötti távolság – megfelelő kalibráció után – két szomszédos atom távolságát adja meg a láncban.

3.6. TESZT MÉRÉSEK ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN ARANY KONTAKTUSSAL.

A vezetőképességben megfigyelt platók hosszúságának vizsgálatára a programomban létrehoztam egy funkciót, ami képes ezen platóhosszúság hisztogramok kiszámítására. Ezt úgy végzi, hogy meg kell adni azokat a vezetőképesség határokat, amiken belül van a vizsgált plató. Ezután a program végigmegy az összes mért görbén és görbénként megszámolja, hogy hány pont van a megadott határok között. Végül ábrázolja a görbék számát a megadott határok között lévő pontok számának függvényében.

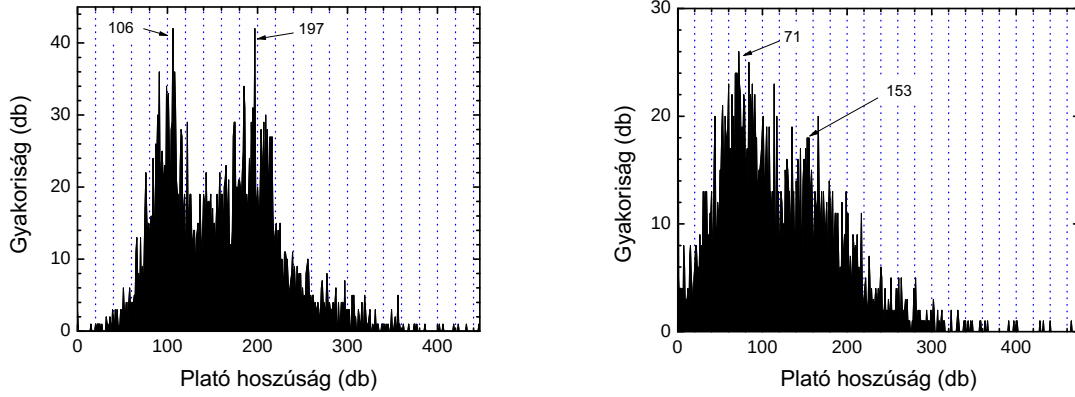


3.7. ábra. A vezetőképesség görbe utolsó platója meghosszabbodik: atomi lánc jön létre.

Ahhoz, hogy a program futás közben képes legyen a görbék korrelációinak számítására, szükséges, hogy a memóriában el legyen tárolva az összes egyedi görbéből számolt hisztogram. Ezekből az adatokból egyszerűen kiszámolható a platóhosszúság hisztogram is. Ez azt is lehetővé teszi, hogy a program futása közben megváltoztassuk a platóhosszúság számításához használt vezetőképesség határokat, ekkor a program rögtön újraszámolja a platóhosszúság hisztogramot, így már mérés közben megkereshetjük a legoptimálisabb vezetőképesség határokat.

Az 1 G_0 -os plató vizsgálatához megnéztem a széthúzási hisztogramot, és azt találtam, hogy az utolsó plató általában a 0.6 – 1.2 G_0 intervallumon belül található, kiszámítottam a platóhosszúság hisztogramot ezen az intervallumon. A kifejlesztett program lehetőséget nyújt arra, hogy az atomláncok kialakulását annak függvényében vizsgáljuk, hogy mennyire nyomjuk össze a kontaktust. Ennek érdekében két mérést végeztem: először 7 G_0 majd 30 G_0 vezetőképességig nyomtam össze a kontaktust és vizsgáltam a platóhosszúság hisztogramokat (a 3.8. ábra).

3.6. TESZT MÉRÉSEK ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN ARANY KONTAKTUSSAL.



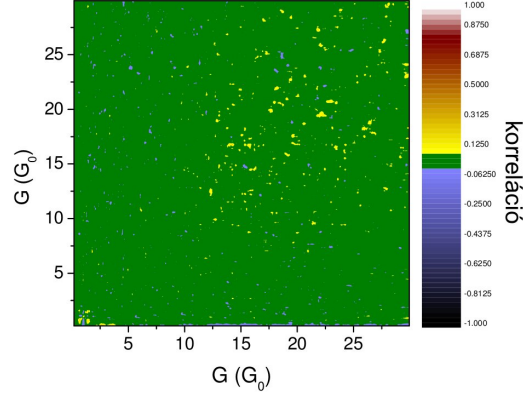
3.8. ábra. *Plató hosszúság hisztogramok alacsony hőmérsékleten. Bal oldalon 7 G_0 , jobb oldalon 30 G_0 vezetőképességig nyomtam össze a kontaktust.*

A 7 G_0 -ig történő összenyomás esetén jól láthatóan megjelenik két csúcs. A 30 G_0 -ig történő összenyomás esetén a csúcsok sokkal elmosottabbak. Ennek a különbségnek feltehetően az az oka, hogy ha a kontaktust jelentős összenyomás után húzzuk szét, akkor az elektródákat nem tekinthetjük merevnek, hanem azok a láncképződés közben is relaxálnak valamennyit. Ezért a lánc hosszát nem csak a piezo feszültség változása határozza meg, hanem az elektródák relaxációját is figyelembe kell venni, aminek a mértékét sem mérni sem kontrollálni nem tudjuk. Ez a jelenség a platóhosszúság hisztogram elmosódásához vezet. Kisebb összenyomás esetén ez a jelenség lecsökken, így a platóhosszúság hisztogram csúcsai élesebben látszanak.

Ez a mérés jól demonstrálja a kontrollált összenyomás előnyeit, hiszen ennek segítségével a platóhosszúság hisztogramok jobban tanulmányozhatók, mintha az összenyomás mértéke véletlenszerű lenne.

A korrelációkat is kiszámítottam, alacsony hőmérsékleten mérve csak az egyes hisztogramok autokorrelációjában jelentek meg sávok, a keresztkorrelációkban nem. Az összenyomás és az azt követő széthúzás közötti keresztkorreláció a 3.9. ábrán, az autokorrelációk pedig a 3.10. ábrán láthatóak.

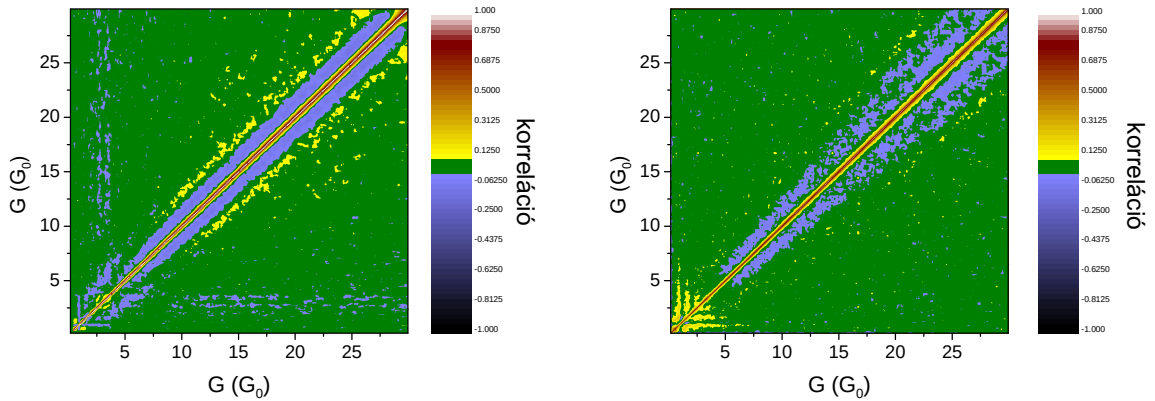
3.6. TESZT MÉRÉSEK ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN ARANY KONTAKTUSSAL.



3.9. ábra. Összenyomás és az azt követő széthúzás közötti keresztkorreláció.

A széthúzási és összenyomási hisztogramok autokorrelációja hasonló, de a megjelenő sávok a széthúzás esetén jóval erősebbek. Mindkét esetben megfigyelhető az átló mellett pozitív és az ezt követő negatív sáv. A széthúzási hisztogram autokorrelációja esetén még egy újabb pozitív sáv is megjelenik bizonyos helyeken, ami arra utal, hogy a szomszédos platók közötti vezetőképesség különbség jól definiált [9].

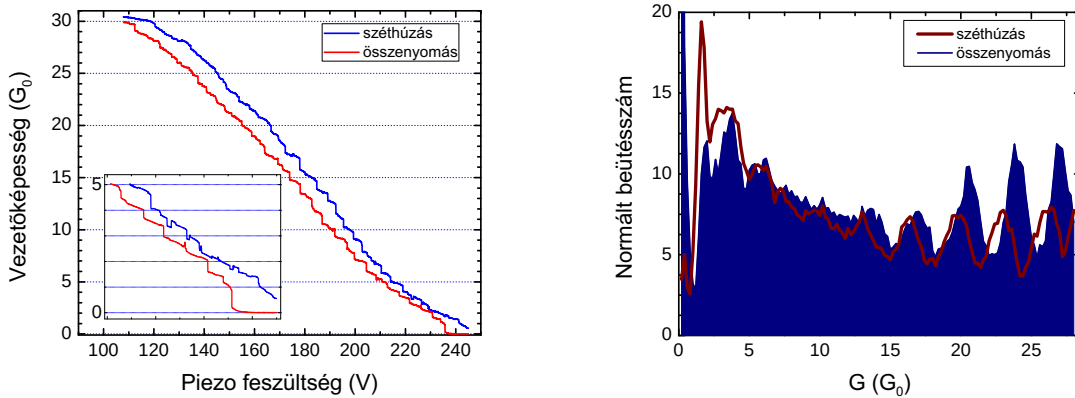
A keresztkorreláció minden tartományban nulla közeli korrelációt mutat, így arany kontaktusokban nem tapasztalhatunk memória effektusokat, azaz az összenyomásban (széthúzásban) jelentkező konfigurációk függetlenek az előző széthúzásban (összenyomásban) jelentkező konfigurációktól.



3.10. ábra. Vezetőképesség görbék autokorrelációja arany mintával, alacsony hőmérsékleten. Bal oldalon széthúzási, jobb oldalon összenyomási hisztogramokra számítva.

3.7. Teszt mérések alacsony hőmérsékleten nikkell kontaktussal.

Nikkell kontaktust csak alacsony hőmérsékleten mértem, mivel szobahőmérsékleten mérve nem tudunk elég nagy vákuumot létrehozni ahhoz, hogy ne szennyeződjön el a kontaktus. A mérést 4.2 K hőmérséklet közelében végeztem, az összenyomás mértékét $30 G_0$ vezetőképességre állítottam be. A mért szakítási görbék és az ezekhez tartozó hisztogramok láthatóak a 3.11. ábrán.



3.11. ábra. Szakítási görbék bal oldalon és az ezekhez tartozó hisztogramok jobb oldalon.

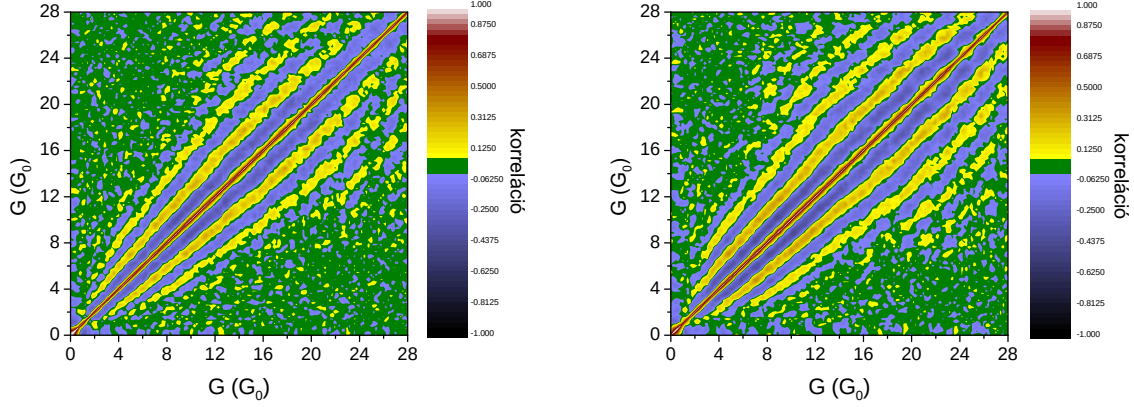
A szakítási görbéken jól látható, hogy a hiszterézis mértéke nagyon kicsi és a vezetőképesség nem nő túl jelentősen az összenyomás hatásán.

A széthúzási és összenyomási hisztogramokon is megjelentek csúcsok. Az arannyal ellentétben ezek a nagy vezetőképesség értékeknél is jól láthatóak.

Elsőnek a hisztogramok autokorrelációját vizsgáltam (3.12. ábra). A széthúzási és összenyomási hisztogramok esetén egyaránt jól látható sávok jelentek meg. Az átló mellett mindkét irányban három pozitív-negatív átmenet is látható a korrelációban. Ez azt jelenti, hogy a nikkell esetében a szomszédos platók egymáshoz képest jól meghatározott vezetőképesség különbségnél jelennek meg.

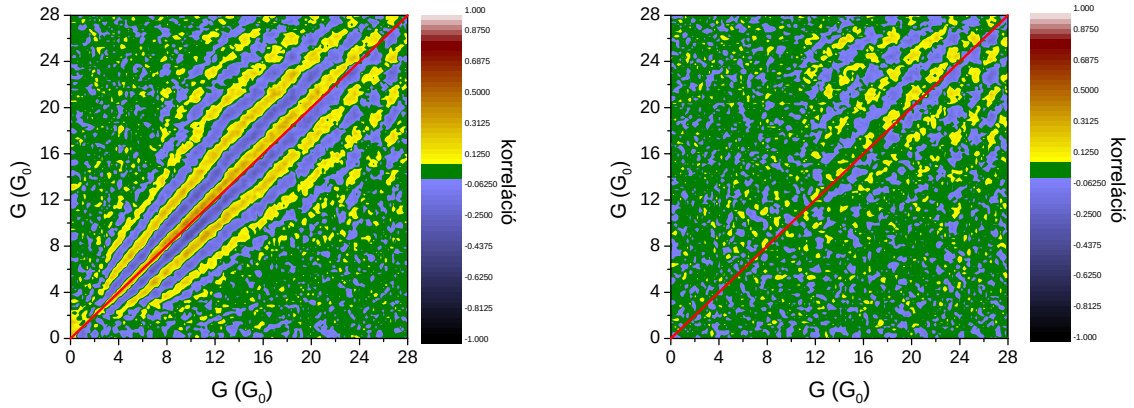
Nikkell kontaktussal a hisztogramok kereszt korrelációiban is megjelennek sávok. A 3.13. baloldali ábrán széthúzási görbe és az ezt követő összenyomási görbe közötti keresztkorreláció látható. A megjelenő sávok azt jelzik, hogy összenyomás közben hasonló konfigurációkat vesz fel a kontaktus, mint az azt megelőző széthúzás közben. Ugyanakkor a középső, legerősebb sáv nem teljesen az átlónál található (amit piros vonallal jelöltem), tehát a platók nem pontosan ugyan ott jelentkeznek a széthúzási és összenyomási görbékben, hanem egymáshoz képest el vannak tolva egy kicsivel.

3.7. TESZT MÉRÉSEK ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN NIKKEL KONTAKTUSSAL.



3.12. ábra. Autokorrelációk. Bal oldalon széthúzás, jobb oldalon összenyomás hisztogramokra számítva.

Az összenyomás és az ezt követő széthúzás (3.13. jobboldali ábra) esetén jóval gyengébb sávok figyelhetők meg és azok is csak a magasabb vezetőképesség értékeknél. Tehát az összenyomási görbe vége és a következő széthúzási görbe eleje hasonló csak.



3.13. ábra. Keresztkorrelációk. Bal oldalon széthúzás és az ezt követő összenyomás hisztogramja között, jobb oldalon összenyomás és az ezt követő széthúzás hisztogramja között számítva. Piros vonallal jelöltem a diagonálist, azaz a nulla eltoláshoz tartozó egyenest.

Összegezve tehát, a keresztkorrelációkban megjelennek sávok, a nikkel kontaktus tehát mutat memória effektust. A fenti mérésekkel sikerült megmutatni hogy az elkészült mérőrendszer a kontrollált összenyomásnak, illetve a korrelációk mérés közben történő számításának köszönhetően jól alkalmazható a memóriaeffektusok vizsgálatára. Továbbiakban tervezzük különböző anyagok memóriaeffektusainak szisztematikus vizsgálatát.

4. fejezet

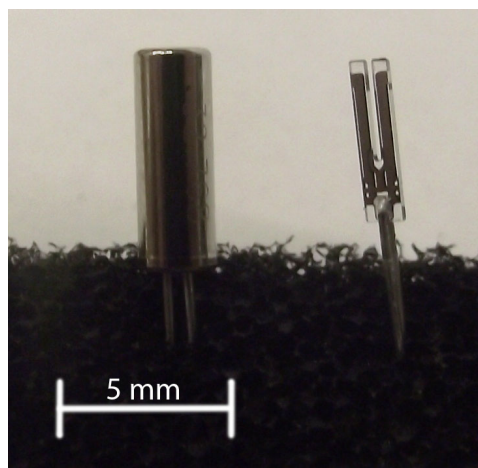
Erő mérésére alkalmas mérőrendszer fejlesztése

4.1. A mérőrendszer bemutatása

A 2.2. fejezetben bemutatott mérőberendezést továbbfejlesztettem, hogy lehetőség nyíljon a vezeték atomjai között ható erő mérésére is. Ehhez egy éles rezonanciával rendelkező kvarcoszcillátort használtam. Ezt kvarcórákban, elektronikai áramkörökben használják órajel előállítására, olcsón beszerezhető bármilyen elektronikai alkatrész üzletben. A legfontosabb jellemzője a rezonanciafrekvenciájának az értéke, ami a néhány kHz-től a 20 – 30MHz-ig terjedhet, az általam használt kvarc névleges rezonanciafrekvenciája 32.768kHz, ez az egyes darabok esetében $\pm 10\text{Hz}$ -el eltérhet.

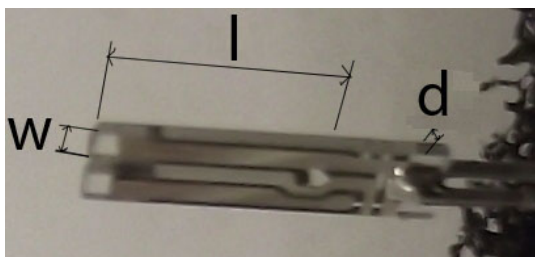
A kvarcoszcillátor fényképe a 4.1. ábrán látható, eredetileg egy henger alakú tokban helyezkedik el, maga az oszcillátor egy hangvilla alakú kvarc (Tuning Fork vagy röviden TF-nek is szokták nevezni).

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



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

Mikrométer-csavart használva megmértem az általam használt kvarcoszcillátor méreteit, illetve analitikai mérleggel megmértem a tömegét a teljes kvarcnak és a hangvilla egyik ágának külön, a kapott értékeket a 4.1. táblázatban tüntettem fel.



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

l	3.8 mm
w	600 μm
d	330 μm
m	7.57 mg
m_1	1.96 mg

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

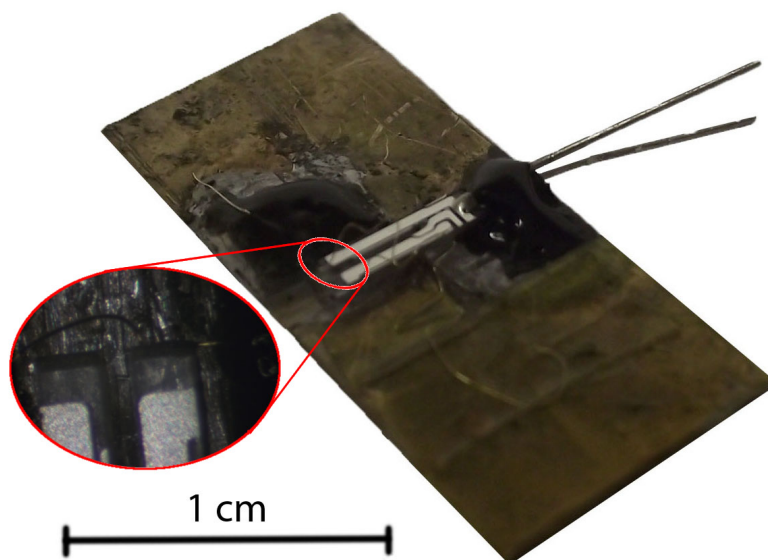
4.1.1. Minta készítése

A korábban használt MCBJ elrendezést annyiban kell módosítani, ahhoz, hogy alkalmas legyen a vezeték atomjai közötti erő mérésére is, hogy a hajlítható lapkára most egy hangvilla alakú kvarcoszcillátort is fel kell ragasztani. A vezeték egyik végét a lapkához, a másikat pedig a hangvilla egyik ágához ragasztjuk, az így elkészített minta fényképe látható a 4.3. ábrán. A lapkát meghajlítva a vezetéket széthúzzuk, a hangvilla egyik ágára erő hat, ami a rezonancia-frekvencia eltolódásához vezet. A frekvencia eltolódás mértékéből következtethetünk az atomok közötti erőhatásra.

A minta készítése a kvarcoszcillátor tokjából való kibontásával kezdődik, ehhez a művelethez csupán egy harapófogóra van szükség. A kvarc lábai egy műgyanta szerű anyagból készült körlap alakú lemezen keresztül vannak kivezetve a tokból. Ha a harapófogóval ráfogunk a tok aljára és megroppantjuk a körlapot, majd néhányszor megismételjük ezt a tok forgatása közben, akkor a műgyanta összeperlad és a kvarcot egyszerűen kihúzzuk a tokjából.

A lapkára két forrasztóón pöttyöt helyezek azokra a helyekre, ahova a kvarcoszcillátort fogom helyezni illetve ahova a vezeték egyik végét szeretném rögzíteni, majd ezután ezeket megcsiszolom. Erre azért van szükség, mert a ragasztáshoz használt speciális két komponensű ragasztó (Stycast 2850FT) a megcsiszolt ón felületre sokkal jobban ragad, mint a lapkáéra. A vezetéket tartó ón pöttyből éles penge segítségével egy padkát alakítok ki, hogy a kvarcoszcillátort minél közelebb lehessen hozzá helyezni.

4.1. A MÉRŐRENDSZER BEMUTATÁSA



4.3. ábra. Erőmérésre alkalmas minta: a közepén elvékonyított vezeték egyik vége a hangvilla alakú kvarcoszcillátor egyik ágához, a másik a lapkán lévő fekete ragasztó pöttyhöz van rögzítve.

Először a kvarcot kell felhelyezni, nagyon kell ügyelni, hogy a lapka síkjával párhuzamosan álljanak a villái illetve, hogy elég közel kerüljön a padkához. A kontaktus megfelelő stabilitása érdekében igyekezni kell, hogy minél rövidebb legyen a közepén elvékonyított vezeték darab, aminek egyik vége a padkához, másik az oszcillátor egyik ágához van rögzítve. A vezeték hosszának további rövidítése céljából célszerű a ragasztót a vezetékre ráhuzogatni mindkét oldalról, hogy csak azon a részen legyen szabadon, ahol a bevágást végezzük.

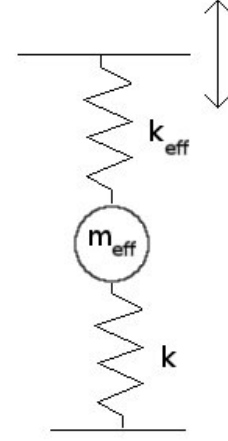
Végül az MCBJ minták készítésére is használt bevágó eszközzel bevágjuk a mintát. Itt fontos, hogy eléggé be legyen vágva, mert ha csak nagy erő hatására szakad el a vezeték, akkor elengedheti a kvarcoszcillátoron lévő ragasztópötty a vezetéket vagy letörhet az oszcillátor ága. A mintához $50\text{ }\mu\text{m}$ átmérőjű aranyzálat használtam. Azért fontos, hogy minél kisebb legyen a vezeték átmérője, hogy a hangvilla ágára rögzített viszonylag hosszú vezeték minél kevésbé terhelje az oszcillátort. Fontos továbbá, hogy ezt az ágak rezgésének irányára, azaz a lapka síkjára merőlegesen vezessük el és minél inkább lazára hagyjuk, még rugó szerű hajlításokat is célszerű bele tenni az oszcillátor ágának tehermentesítése céljából.

4.1.2. A kvarcoszcillátort leíró modell

A kvarcoszcillátort, mint rezgő rendszert legegyszerűbben egy rugóval és egy tömeggel modellezhetjük. A vezeték végek közötti kölcsönhatás szintén egy rugóval írható le (4.4. ábra). Ezzel a modellel számolva a rezonanciafrekvencia:

$$\omega = \sqrt{\frac{k_{eff} + k}{m_{eff}}} \approx \sqrt{\frac{k_{eff}}{m_{eff}}} + \frac{k}{2k_{eff}} \sqrt{\frac{k_{eff}}{m_{eff}}} \dots \quad (4.1)$$

Ahol k_{eff} , m_{eff} a hangvilla alakú oszcillátor effektív rugóállandója és effektív tömege, k a vezeték végek közötti kölcsönhatást jellemző rugóállandó.



4.4. ábra. A hangvilla alakú kvarcoszcillátor és az erre rögzített vezeték modellje.

A sorfejtést akkor végezhetjük el, ha feltesszük, hogy $k \ll k_{eff}$. A másod és magasabb rendű tagokat elhagyva a rezonanciafrekvencia eltolódása Δk rugóállandó változás hatására:

$$\Delta\omega = \omega - \omega_0 = \frac{\Delta k}{2k_{eff}} \omega_0, \quad (4.2)$$

ahonnan [4]:

$$\Delta k = 2k_{eff} \cdot \frac{\Delta\omega}{\omega_0}. \quad (4.3)$$

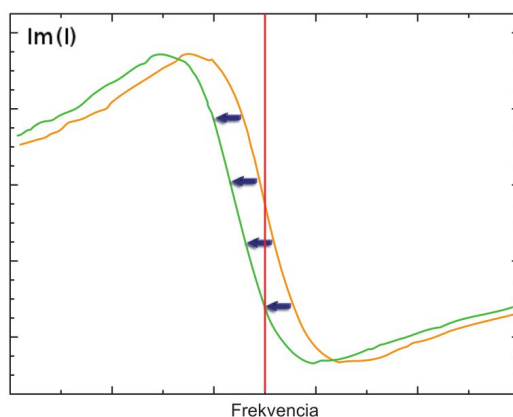
Ez az a mennyiség, amit a frekvencia eltolódásból számítani lehet, mértékegysége N/m, azaz egy erőgradiensnek feleltethető meg, ezt integrálva számítható az atomok között ható erő. Fontos továbbá megjegyezni, hogy mivel Δk -t, azaz k megváltozását tudjuk számolni, így k értékét csak egy konstans bizonytalanságának ereéig tudjuk meghatározni, a nulla szintet a teljesen szétszakított kontaktushoz tartozó rugóállandónak választjuk.

A 4.3. egyenletben szereplő változók közül mérni tudjuk a rezonanciafrekvenciát (ω_0) és a frekvencia eltolódást ($\Delta\omega$). Ahhoz, hogy Δk -t számítani lehessen meg kell határozni a hangvilla alakú oszcillátor effektív rugóállandóját, ehhez kalibráció szükséges, amit a 4.2.2. fejezetben mutatok be.

Fontos továbbá megjegyezni, hogy ez egy leegyszerűsített modell, mivel nem veszi figyelembe, hogy a hangvillának két ága is van. Ez főként akkor okozhat nagy eltérést a fenti modelltől, ha az egyik ágra jóval nagyobb erő hat, mint a másikra, ekkor nem lesz egyensúlyban az oszcillátor és az alap módustól különböző rezgési módusok jelenhetnek meg.

4.1.3. A rezonanciafrekvencia eltolódásának detektálása

A rezonanciafrekvencia eltolódásának detektálására két lehetséges módszer is van [6]. Az első a fix frekvenciás mód, ekkor a mérés kezdetén kimérjük az oszcillátor rezonanciagörbét, majd a rezonanciafrekvenciáján rezgetjük és detektáljuk a rezgés amplitúdóját. Ezt az oszcillátor anyagának piezoelektromos tulajdonságai teszik lehetővé. A méréshez tartozó elektronikai háttérrel később tárgyaljuk, itt most csak azt jegyezzük meg, hogy az oszcillátoron átfolyó áram képzetes része (azaz a meghajtó feszültséghez képest 90 fokkal eltolt komponense) lineárisan változik a rezonancia körül (4.5. ábra). A lineáris szakaszra illesztett egyenes alapján meghatározhatjuk a rezonanciafrekvencia eltolódásának mértékét.



4.5. ábra. Detektált áram képzetes része a rezonanciafrekvencia közelében. Narancssárga színben jelöltem a mérés elején kimért rezonanciagörbét és zölddel az erőgradiens hatására eltolódott - a rezonanciafrekvencia ebben az esetben lecsökkent. A mérés során folyamatosan a piros vonallal jelzett frekvenciával gerjesztjük az oszcillátort, ebben az esetben a komplex impedancia csökkenését mérhetjük, a frekvencia eltolódás a lineáris szakaszra illesztett egyenes alapján meghatározható.

A fix frekvenciás mérési mód egyszerűen megvalósítható, hátránya, hogy mivel az oszcillátor jósági tényezője¹ igen nagy, így ez azt is jelenti, hogy nehezen hangolódik el. Vagyis ha egyszer elkezd a rezonanciafrekvenciáján rezegni, majd az kis mértékben eltolódik, akkor egy ideig még az előző frekvencián rezeg, amíg a rezgés le nem csillapodik, ez azt eredményezi, hogy a mérést nem végezhetjük tetszőleges sebességgel, a vezeték széthúzása közben meg kell várni, hogy a rezgés lecsillapodjon és az új rezonanciafrekvenciához tartozó amplitúdót mérjük.

A másik lehetséges mód a frekvencia modulált mérési mód, ekkor az oszcillátort folyamatosan a rezonanciafrekvenciáján rezgetjük és egy PLL (Phase Locked Loop - fázis zárt hurok) segítségével szabályozunk, vagyis a rezonanciafrekvencia eltolódása esetén a gerjesztő jel frekvenciáját is eltoljuk. Ez nehezebben kivitelezhető, mint a fix frekvenciás mód - szükség van egy PLL szabályozóra - de gyorsabb mérést tesz lehetővé, mivel nem kell megvárunk a rezgés csillapodását. A másik nagy előnye, hogy jóval nagyobb frekvencia tartományon lehet vele mérni, mivel fix frekvenciás módban csak a rezonanciafrekvencia közelében lehet az amplitúdóból a

¹A jósági tényező a rezonancia görbét jellemzi: $Q = \frac{\omega_r}{\Delta\omega}$, azaz a rezonanciafrekvencia és a rezonanciagörbe félértékszélességének a hányadosa.

frekvencia eltolásra következtetni, frekvencia modulált módban viszont a szabályozó segítségével széles határok között eltolhatjuk a rezonanciafrekvenciát.

4.2. Erőmérésre alkalmas mérőrendszer fejlesztése

Az MCBJ mérőrendszert kiegészítettem egy a 4.1. fejezetben leírt elven működő, a vezeték atomjai közti erő mérésére alkalmas berendezéssel. A mérést a fix frekvenciás mérési módban végeztem, mivel ez viszonylag egyszerűen megvalósítható: egy LockIn erősítőre és megfelelő előerősítőre van szükség a komplex impedancia képzetes részének méréséhez. A további tervek között szerepel a frekvenciamodulált mérési mód megvalósítása is.

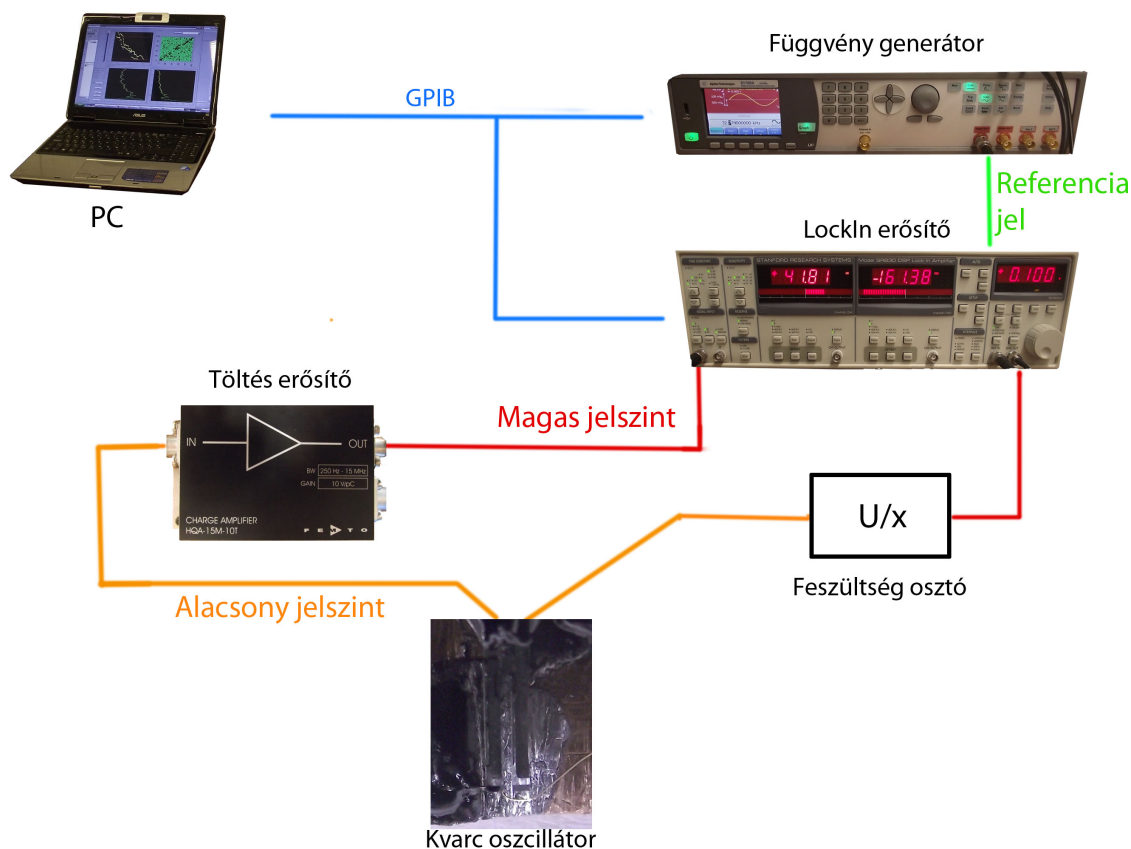
4.2.1. Erőmérés fix frekvenciás mérési módban

Fontos, hogy a kvarcoszcillátort legfeljebb csak akkora amplitúdóval rezgethetjük, hogy a kitérése még elhanyagolható legyen a szomszédos atomok távolságához képest, ennek eredménye, hogy a mérést nagyon alacsony jelszint mellett kell elvégezni. Ez tipikusan néhány pA amplitúdójú áram detektálását jelenti, melyhez speciálisan érzékeny eszközre, illetve a környezeti zajok hatékony kiszűrésére van szükség. Éppen ezért a detektálást egy LockIn erősítővel végzem.

A kvarcoszcillátor rezonanciagörbájének kimérésére alkalmas elrendezés vázlata látható a 4.6. ábrán. A kvarcoszcillátort rezgésbe hozó gerjesztő jelet egy *SRS SR830* típusú LockIn erősítő állítja elő. Mivel a rezonancia csúcs igen keskeny, így szükség van a gerjesztő jel frekvenciájának Hz vagy bizonyos esetekben akár tized vagy század Hz lépésekben történő változtatására, ehhez a LockIn erősítő belső függvénygenerátora nem elég nagy felbontású, viszont lehetőség van egy külső referencia jelet kapcsolni rá, amihez szinkronizálva képes azzal egyező frekvenciájú jelet előállítani. Erre a célra egy *Agilent 81150A* típusú függvénygenerátort használtam. Az így előállított gerjesztő jelet kapcsolom a kvarcoszcillátorra, mérem az ezen átfolyó áramot.

A gerjesztő jelet egy feszültségosztó (tipikusan 100 – 10000-szeres) segítségével csökkentem le akkorára, hogy a rezgés amplitúdója elhanyagolható legyen a tipikus atom-atom távolsághoz képest. A megfelelő amplitúdó meghatározását két módszerrel is elvégeztem, ezeket később ismertetem. A kvarcoszcillátor jelét erősítés után a LockIn erősítő bemenetére kapcsolom.

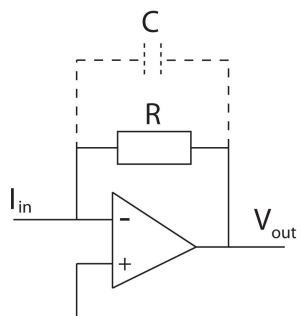
4.2. ERŐMÉRÉSRE ALKALMAS MÉRŐRENDSZER FEJLESZTÉSE



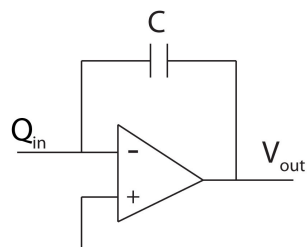
4.6. ábra. Kvarcoszcillátor rezonanciagörbéjének kiméréséhez használt mérési elrendezés.

Az előerősítő megválasztása kritikus lehet a mérés kivitelezhetősége szempontjából, az alacsony jelszint miatt nagy erősítésre van szükségünk. De ez még nem elég, mivel magas rezonanciafrekvencia (≈ 32 kHz) kiméréséhez ezt az erősítést nagy frekvenciájú jelek esetén is biztosítani kell. Erre egy lehetséges eszköz a vezetőképesség mérésénél már alkalmazott áramerősítő, melynek a 4.7. ábrán látható a kapcsolási elve. Az erősítés annál nagyobb, minél nagyobb ellenállást kapcsolunk párhuzamosan a műveleti erősítővel: $V_{out} = -R \cdot I_{in}$. A megjelenő szórt kapacitások miatt viszont az RC kör levágási frekvenciája az erősítés, azaz a párhuzamos ellenállás növelésével egyre csökken, a szükséges mértékű erősítés mellett már kHz nagyságrendbe esik, ezért ez az eszköz erre a célra nem alkalmas.

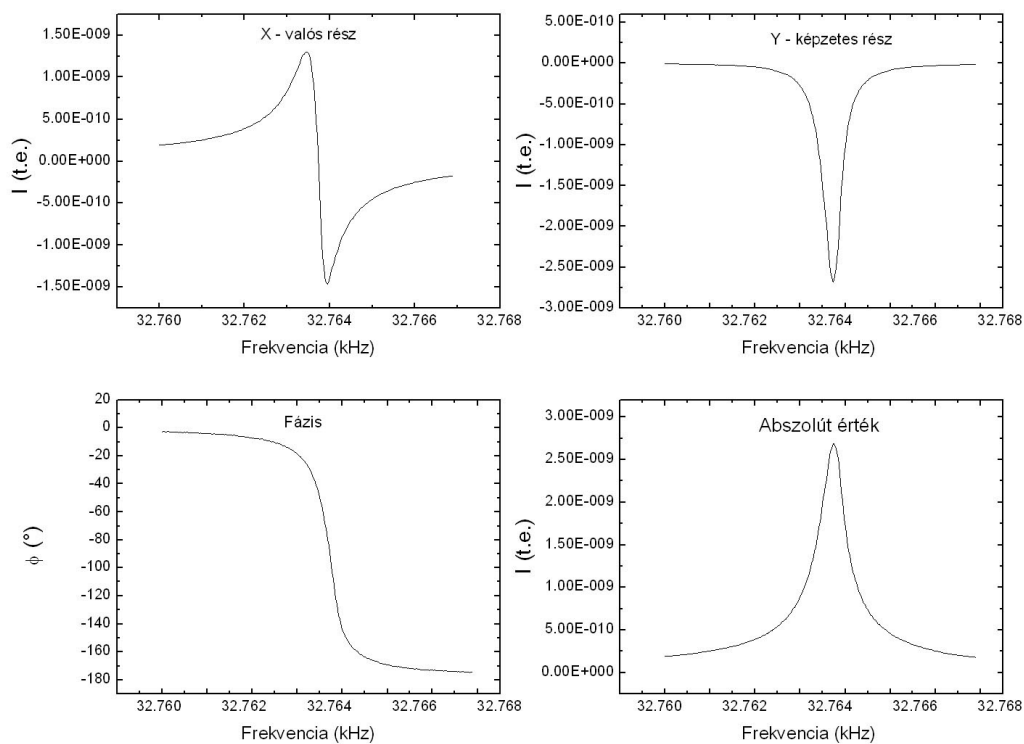
Ezért erősítőként egy *FEMTO HQA-15M-10T Charge Amplifier*-t használok (a továbbiakban töltéserősítő), amit kifejezetten a nagyfrekvenciás jelek erősítésére terveztek, kapcsolási elve a 4.8. ábrán látható. A műveleti erősítővel itt egy kondenzátor van párhuzamosan kötve, ω frekvenciájú jel esetén a kondenzátor töltése: $Q_{in} = \frac{1}{i\omega} I_{in}$, a kimenő feszültség: $V_{out} = -\frac{1}{C} \cdot Q_{in} = -\frac{1}{i\omega C} \cdot I_{in}$. Ez az eszköz széles frekvencia tartományon (250 Hz - 15 MHz) képes nagy erősítést elérni. Az adatlapján megadott adatok szerint 1 MHz frekvenciájú jel esetén az erősítés 1.6×10^6 V/A, ez alapján 32 kHz frekvencia esetén az erősítés 5×10^7 V/A.



4.7. ábra. IV konverter kapcsolási elve, a szórt kapacitást szaggatott vonallal jelöltem.



4.8. ábra. Töltéserősítő kapcsolási elve.



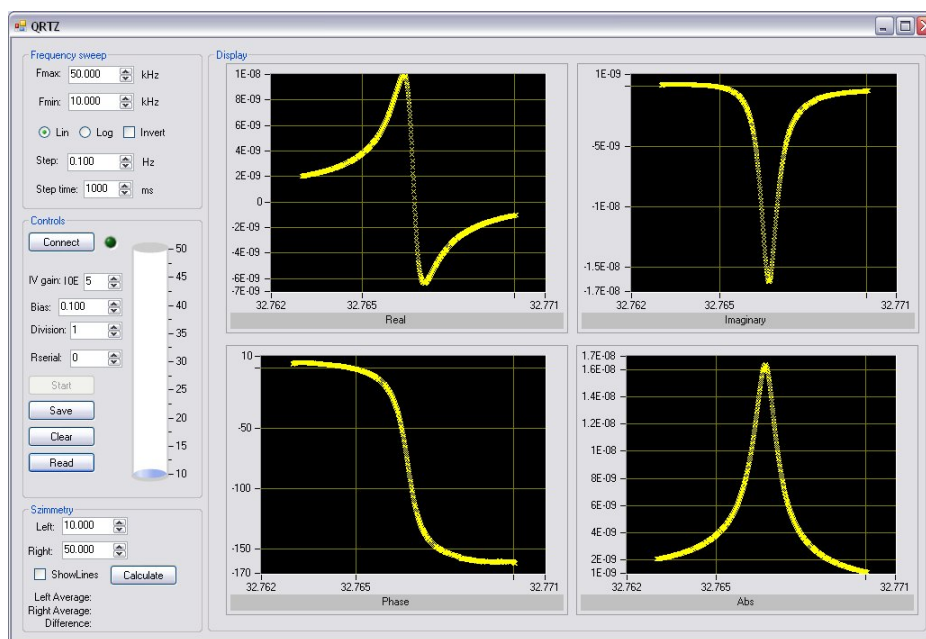
4.9. ábra. Bontatlan kvarcoszcillátor rezonanciagörbéje, $f_0 = 32.763 \text{ kHz}$, $FWHM = 0.5 \text{ Hz}$, $Q = 65527$.

4.2. ERŐMÉRÉSRE ALKALMAS MÉRŐRENDSZER FEJLESZTÉSE

A töltéserősítőnek köszönhetően egy $\approx 90^\circ$ -os fázistolás jelenik meg a LockIn által mért jelben, ennek következménye, hogy a komplex áram képzetes részének a LockIn által mért jel X komponense felel meg, a valós részének pedig a LockIn által mért Y komponens -1 -szerese. A 4.9. ábrán látható egy bontatlan, az eredeti tokozásban lévő kvarcoszcillátorral mért rezonanciagörbe, a főbb jellemzőit a képaláírásban tüntettem fel.

Mivel a feszültségosztó és a töltéserősítő között rendkívül alacsony a jelszint, ezért nagyon vigyázni kell arra, hogy minél kevesebb környezeti zajt szedjen fel a rendszer. Ez a probléma sok nehézséget okoz, de a kábelek megfelelő árnyékolásával valamint az alacsony jelszintű kábelhosszak minimalizálásával végső soron kiküszöbölhető. Az alacsony hőmérsékletű mintatartóban a minta körülbelül 1.5 m távolságra van az elektromos csatlakozási pontoktól, így különösen oda kell figyelni a felvett zaj illetve a kábelek kapacitásának minimalizálására. Ehhez semirigid koax kábelt használunk, ami a tömör réz árnyékolásának köszönhetően hatékonyan árnyékolja a környezeti zajokat és a kapacitása is kicsi.

A rezonanciagörbe méréséhez szintén C# nyelven írtam egy programot, a számítógép GPIB interfészen keresztül kommunikál a függvénygenerátorral és a LockIn erősítővel. A program kezelő felületéről látható egy kép a 4.10. ábrán.

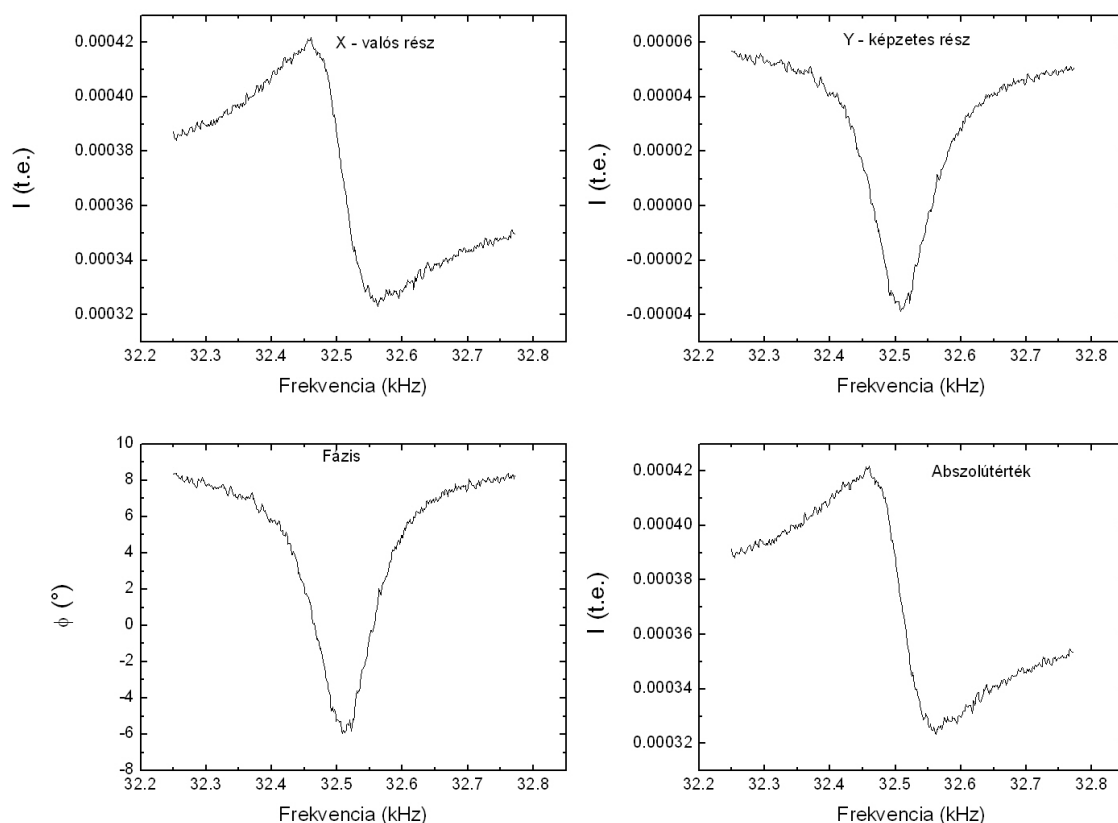


4.10. ábra. Rezonancia méréshez használt program futás közben.

A méréshez meg kell adnunk egy minimum és egy maximum frekvenciát illetve egy lépésközt és azt, hogy mennyit várjon a frekvencia léptetések között. Az utóbbi paraméter igen fontos, mivel a frekvencia léptetés után meg kell várnunk a kvarcoszcillátor előző frekvenciához tartozó rezgésének lecsengését, ami a rezonanciához közel relatív hosszú időt is igénybe vehet. Ezen kívül a léptetés idejét a LockIn erősítő integrálási ideje is korlátozza: úgy kell beállítani, hogy legalább az integrálási idő háromszorosát várjuk meg két lépés között. A mérésen gyorsíthatunk, ha csökkentjük a LockIn integrálási idejét de akkor a mérés is zajosabb lesz.

Jól látható az éles rezonancia, az Y jel félértékszélessége csupán 0.5 Hz, ez nagyságrendileg megegyezik az X jel lineáris szakaszának hosszával. A tokjából eltávolítva szobahőmérsékleten ez a félértékszélesség jelentősen megnő, akár több 10 Hz nagyságúra is, ha vákuumban mérjük, akkor újra lecsökken.

A rezonanciagörbe jellemzőit az aranyoszál minta felhelyezése is nagyban befolyásolhatja. A 4.11. ábrán látható egy elkészített mintán lévő oszcillátor rezonanciagörbéje szobahőmérsékleten. A mérést szétszakított kontaktus mellett végeztem.

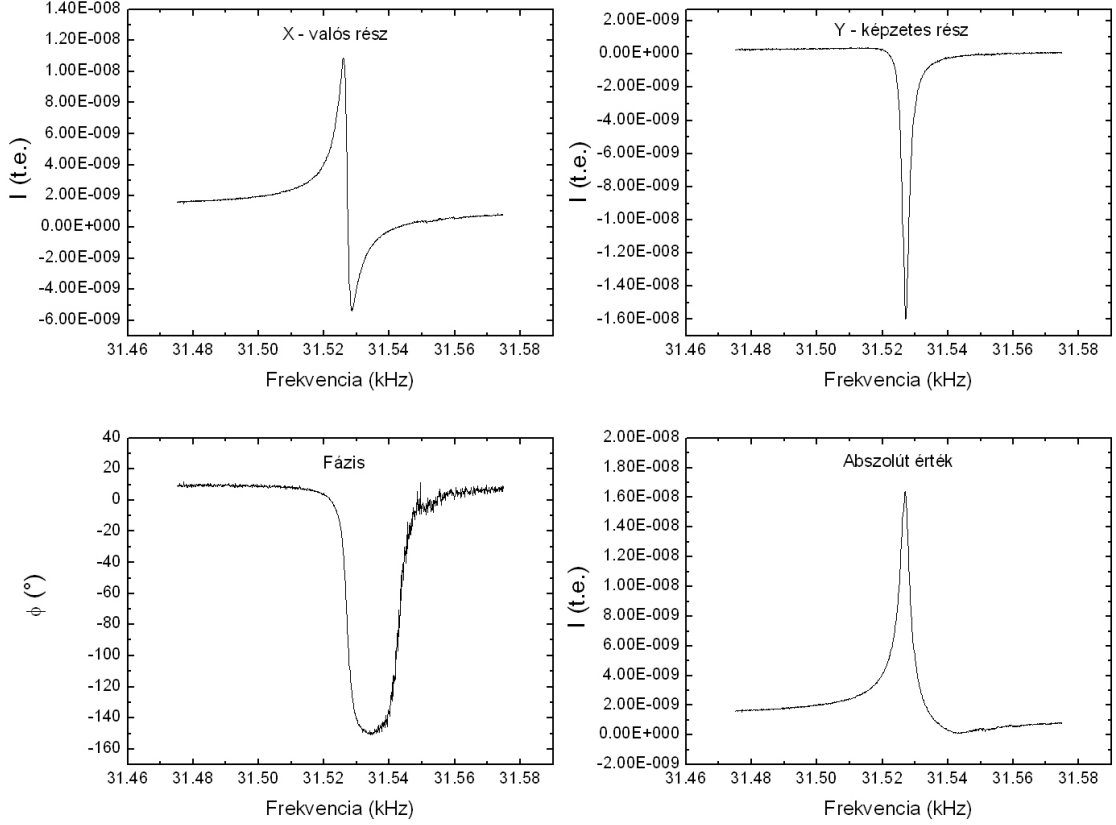


4.11. ábra. Mintára felszerelt kvarcoszcillátor rezonanciagörbéje légköri nyomású levegőben, $f_0 = 32.507 \text{ kHz}$, $FWHM = 78 \text{ Hz}$, $Q = 4153$.

Megfigyelhető, hogy a jelek sokkal zajosabbak, amit a jel lecsökkent amplitúdójával magyarázhatunk, változatlan zajhátter mellett. A félértékszélesség megnőtt: 78 Hz, ennek oka a megnőtt csillapítás, amit egyrészt a felragasztott aranyoszálnak, másrészt a levegő közegellenállásnak tulajdoníthatunk.

Alacsony hőmérsékleten a félértékszélesség láthatóan lecsökken 2.4 Hz körüli értékre (4.12. ábra).

4.2. ERŐMÉRÉSRE ALKALMAS MÉRŐRENDSZER FEJLESZTÉSE



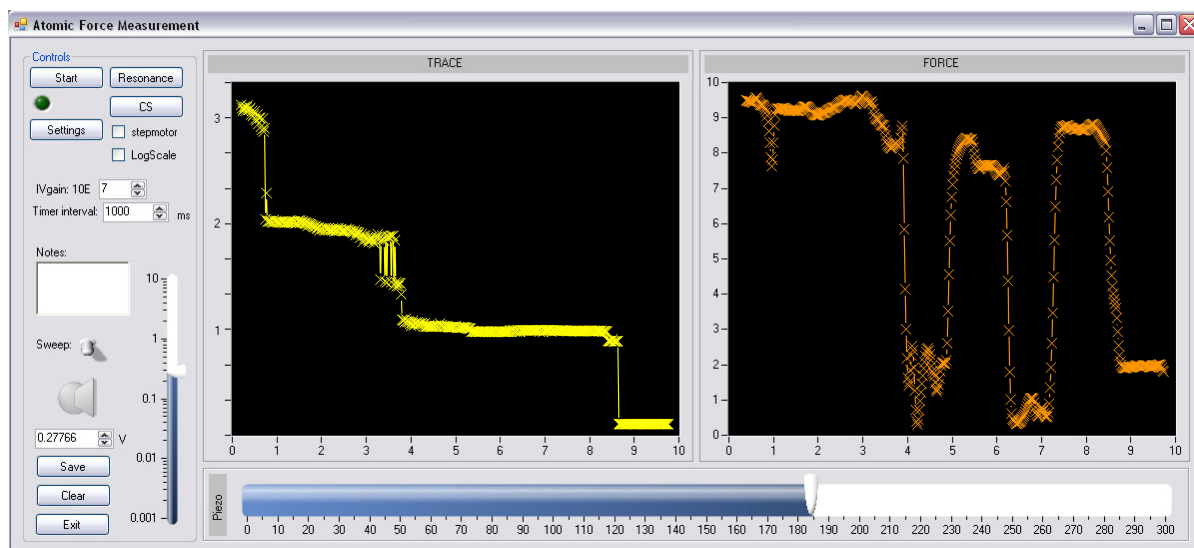
4.12. ábra. Mintára felszerelt kvarcoszcillátor rezonanciagörbéje alacsony hőmérsékleten, vákuumban, $f_0 = 31.527 \text{ kHz}$, $FWHM = 2.4 \text{ Hz}$, $Q = 13136$.

Az erő méréséhez a LockIn jelének valós részét (X) használom, a rezonancia körül erre egy negatív meredekségű egyenes illeszthető, a vezeték széthúzása közben a valós rész változásából az illesztett egyenes egyenlete alapján kiszámítom a rezonanciafrekvencia eltolódását, amiből az effektív rugóállandó megváltozása származtatható. A rugóállandó dimenziója N/m, vagyis ez valójában egy erőgradiensnek felel meg, ezt integrálva származtatható a vezeték atomjai között ható erő.

Ehhez azonban először meg kellett határoznom a hangvilla alakú kvarcoszcillátor effektív rugóállandóját, a következő fejezetben erről a kalibrációról számolok be.

Az erőméréshez egy külön programot készítettem, ismét C# nyelven, a felhasználói felülete látható a 4.13. ábrán. A mérési elrendezés tulajdonképpen az MCBJ mérés és a kvarcoszcillátor rezonanciagörbéjéhez használt elrendezés együtt. A LockIn erősítőnek van egy olyan analóg kimenete, amin az X jel nagyságának megfelelő feszültséget ad ki, ezt a kimenetet kötöm össze a mérőkártya egyik analóg bemenetével, amit a vezetőképességet mérő bemenettel együtt tudok

mintavételezni.



4.13. ábra. Az erőméréshez használt program felhasználói felülete.

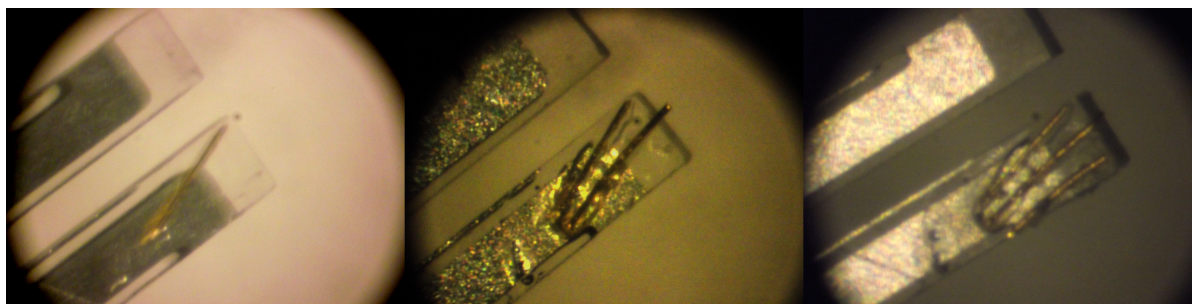
A vezetőképességhisztogram mérésekkel ellentétben itt most lassan kell széthúzni a kontaktust, hogy a frekvencia eltolódás követhető legyen, továbbá az is előnyös, ha szabadon irányíthatjuk a széthúzást, bármikor megállhatunk vagy visszafordulhatunk. Éppen ezért most szoftveres időzítést használok a mérés vezérlésére. A piezo csúszka segítségével állítható a piezo-ra kapcsolt feszültség, a *Sweep* kapcsolót felkapcsolva pedig automatikusan lépteti a piezo feszültséget a megadott időközönként, a megadott lépésekben. A léptetés iránya (széthúzás vagy összenyomás) a *Sweep* kapcsoló alatti kapcsolóval állítható.

4.2.2. Kvarcoszcillátor kalibrálása

Ahhoz, hogy a frekvencia eltolódásból az erőgradienst származtatni tudjuk szükség van a kvarcoszcillátor effektív rugóállandójának ismeretére, most ezt a kalibrációt ismertetem. A hangvilla alakú kvarcoszcillátor egyik ágára különböző nagyságú tömegeket ragasztottam, minden egyes tömeg mellett kimértem a rezonanciagörbét, meghatároztam a rezonanciafrekvencia értékét.

A kalibrációhoz minél kisebb tömegeket kellett az oszcillátorra ragasztanom, a laborban található analitikai mérleg pontossága az adatlapja szerint $\pm 0.1\text{mg}$, ennél nagyobb pontosság elérésére volt szükség. Ezért tömegnek $50\text{ }\mu\text{m}$ átmérőjű aranyszálat használtam, rövid (körülbelül 1mm) hosszú darabokat vágtam le belőle és pillanatragasztóval rögzítettem a kvarcoszcillátor egyik ágára. Az aranyszálak hosszát mikroszkóp alatt megmértem, ebből meghatároztam a tömegüket, a ragasztó tömege az aranyszál tömegéhez képest elhanyagolható volt. A 4.14. ábrán látható néhány fénykép a felragasztott aranyszálakról.

4.2. ERŐMÉRÉSRE ALKALMAS MÉRŐRENDSZER FEJLESZTÉSE



4.14. ábra. Kalibráláskor a hangvilla alakú kvarcoszcillátor egyik ágára ragasztott aranyszálak.

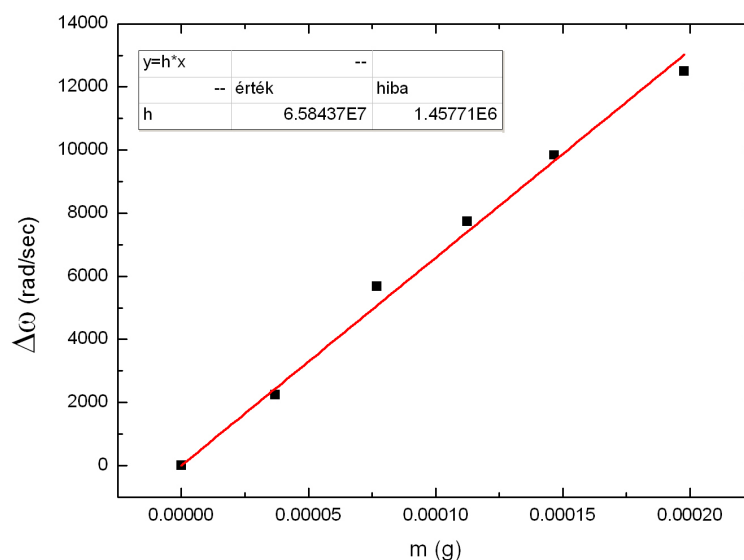
A rezonanciafrekvenciát sorba fejtve a felhelyezett tömeg (m) szerint:

$$\omega = \sqrt{\frac{k_{eff}}{m_{eff} + m}} \approx \sqrt{\frac{k_{eff}}{m_{eff}}} - \frac{m}{2m_{eff}} \sqrt{\frac{k_{eff}}{m_{eff}}} \quad (4.4)$$

A frekvencia eltolódás a rezonanciafrekvenciához képest:

$$\Delta\omega = \omega_0 - \omega = \frac{\omega_0}{2m_{eff}} \cdot m \quad (4.5)$$

A kvarcoszcillátor effektív tömege tehát meghatározható a 4.5. egyenlet szerint, ehhez a frekvencia eltolódás mértékét kell ábrázolni a felhelyezett tömeg függvényében, majd origón átmenő egyenest illeszteni az adatokra (4.15. ábra).



4.15. ábra. Kalibrációs egyenes: a frekvencia eltolódás mértéke a felhelyezett tömeg függvényében.

4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN

Az egyenes meredeksége: $h = \frac{\omega_0}{2m_{eff}} = 6.58 \cdot 10^7 \pm 1.5 \cdot 10^6 \frac{1}{g \cdot sec}$.

A meredekségből meghatároztam az effektív tömeg illetve rugóállandó értékét:

- $m_{eff} = 1.56 \cdot 10^{-3} g$
- $k_{eff} = 66.3 kN/m$

Az így meghatározott effektív rugóállandót használva most már számítható az erőgradiens a 4.3. egyenlet szerint. A rugóállandó pontosságát 20%-ra becsülöm. Ezt a relatív nagy hibát nem az egyenes illesztésből számítható hiba okozza, hanem az, hogy egyrészt a kalibrációhoz használt oszcillátor már mérésre nem használható, egy másik oszcillátor paraméterei kisebb mértékben eltérhetnek, másrészt a felragasztott aranyszálak nem pontosan úgy illeszkednek a hangvilla ágához, mint a mintaként használt aranyszál és végül a kalibrációhoz használt modell sem írja le pontosan a kvarcoszcillátor és a mintaként használt aranyszál által alkotott rezgő rendszert.

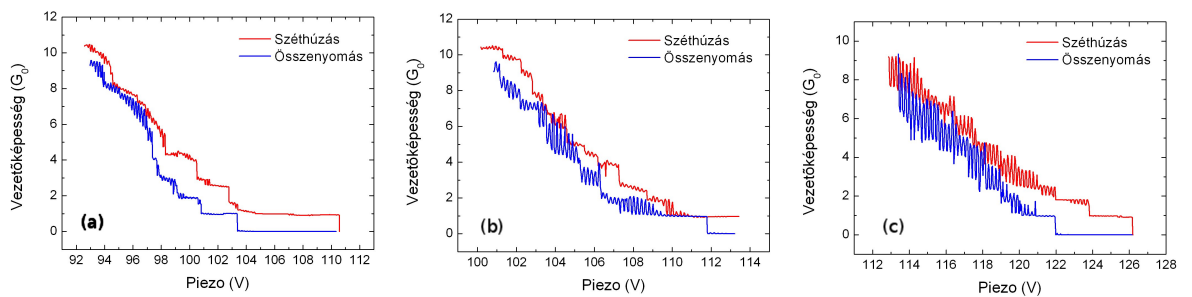
4.3. Vezetőképesség és erő mérése arany kontaktussal alacsony hőmérsékleten

A méréseket arany mintán végeztem, alacsony hőmérsékleten. Az alacsony hőmérsékletnek mind a mechanikai stabilitásban, mind a kvarcoszcillátor keskeny rezonanciájának elérésében fontos szerepe van.

4.3.1. Atomi méretskálánál kisebb rezgési amplitúdó beállítása

Mindenekelőtt ellenőriztem, hogy a kvarcoszcillátorhoz rögzített aranyszállal is ugyan olyan hisztogramokat lehet mérni, mint a korábbi minták esetén, azt tapasztaltam, hogy a hisztogramok megegyeznek. A vezetőképesség görbék mérése lehetőséget adott arra is, hogy kipróbáljam, mekkora amplitúdójú jellel lehet a hangvilla alakú kvarcoszcillátort meghajtani, hogy a kitérése még ne legyen összemérhető a tipikus atom-atom távolsággal. Ha ugyanis összemérhető vele, akkor az a mért vezetőképesség görbéken is meg kell jelenjen a platók közötti ingadozásként.

A gerjesztő jel amplitúdóját növelve mértem vezetőképesség görbéket. Azt tapasztaltam, hogy körülbelül 0.03 – 0.05 mV amplitúdó mellett megjelentek a platók közötti ugrálások, erről lehet látni egy példát a 4.16. ábrán.



4.16. ábra. Vezetőképesség görbék a kvarcoszcillátor különböző amplitúdójú gerjesztése esetén: (a) - 0.015 mV, (b) - 0.03 mV, (c) - 0.05 mV.

4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSEKLETEN

A vezetőképesség ugrálása a platók között a kvarcoszcillátor rezgésének köszönhető. Ilyen görbéket nem csak akkor tapasztaltam, ha a gerjesztő jel amplitúdója nagy volt, hanem akkor is, ha a környezeti mechanikus zajok berezgették az oszcillátort. Mivel az oszcillátor nagyon érzékeny, valamint a rezonanciafrekvenciája kHz nagyságrendbe esik, ezért rendkívül jól gerjesztik az akusztikus zajok is, akár hangosabb beszéd vagy a szivattyúk zúgása is képes az oszcillátort berezgetni. A mintatartó egy héliumos kannában helyezkedik el, ami sajnos elég jó rezonátor, így képes tovább erősíteni a mechanikus zajokat. A héliumos kanna mechanikailag el van választva az épülettől - gumi kötelekre van felakasztva, de ezek rezgése nincs csillapítva.

A mechanikai eredetű zajok általában nagyon megnehezítették a mérést, ezért hosszabb távon ezekhez a mérésekhez célszerű lesz építeni egy olyan mintatartót, ami el van szigetelve a mechanikai zajoktól.

Elvégeztem egy kalibrációt is a rezgés amplitúdójára, ehhez DC feszültséget kapcsoltam a hangvilla alakú kvarcoszcillátorra és meghatároztam az ágának elmozdulását. Feltettem, hogy a hangvilla ágának elmozdulása arányos a rákapcsolt DC feszültséggel. Az elmozdulás mérésére azt a módszert alkalmaztam, amit az MCBJ méréseknél is szoktak használni a piezo kalibrálására [12].

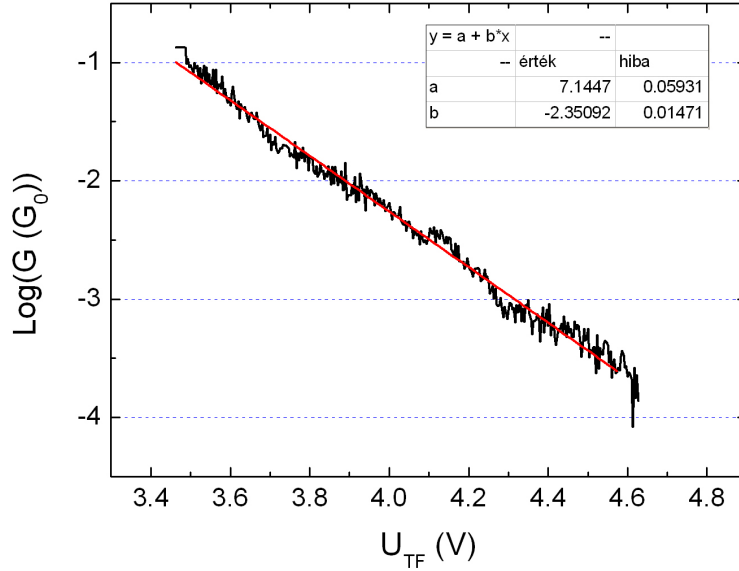
A kontaktust szétszakítva majd lassan közelítve a vezetékek végeit mérem a vezetőképességet az alagút tartományban, ami a 4.6. egyenlet szerint változik.

$$G = C \cdot \exp \left\{ -\frac{\sqrt{8m\Phi}}{\hbar} d \right\}, \quad (4.6)$$

ahol m az elektron tömege, Φ a kilépési munka, arany esetében tipikus értéke 5.1 eV. A konstansokat behelyettesítve kiszámítható, hogy a vezetőképesség egy nagyságrenddel történő megváltozásához $\approx 1 \text{ \AA}$ elmozdulás tartozik.

Az alagút tartományban mért vezetőképesség logaritmusa látható hangvilla alakú oszcillátorra kapcsolt DC feszültség függvényében a 4.17. ábrán.

4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSÉKLETEN



4.17. ábra. Vezetőképesség logaritmusa a kvarcoszcillátorra kapcsolt DC feszültség függvényében. A mérést az alagút tartományban végeztem.

Az illesztett egyenes paramétereiből meghatározható, hogy egy nagyságrendnyi vezetőképesség változáshoz $\Delta U = 0.426$ V feszültség változás tartozik.

A hangvilla alakú oszcillátort és a rá rögzített mintát leíró modell alapján a DC azaz $\omega = 0$ frekvenciához tartozó amplitúdó ismeretében ki lehet számítani a rezonanciafrekvenciához tartozó amplitúdót. Az amplitúdó változása a frekvencia függvényében:

$$A(\omega) = \frac{A(0)\omega_0^2}{\sqrt{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 + 4\beta^2\omega^2}}, \quad (4.7)$$

ahol a β a csillapítási tényező, amit a mért rezonanciagörbe félértékszélességéből határozhatunk meg: $\beta = \frac{1}{2} \cdot \Delta\omega = 7.5 \frac{1}{sec}$

A rezonanciafrekvencián az amplitúdó:

$$A(\omega_0) = A(0) \cdot Q \quad (4.8)$$

Ezek alapján kiszámítottam a 4.16. ábrán látható görbék esetében az oszcillátor amplitúdóját:

4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSEKLETEN

görbe	U [mV]	A(ω_0) [Å]
(a)	0.015	0.46
(b)	0.03	0.92
(c)	0.05	1.54

4.2. táblázat. Az oszcillátor rezonanciafrekvenciához tartozó amplitúdója a 4.16. ábrán látható vezetőképesség görbék esetén.

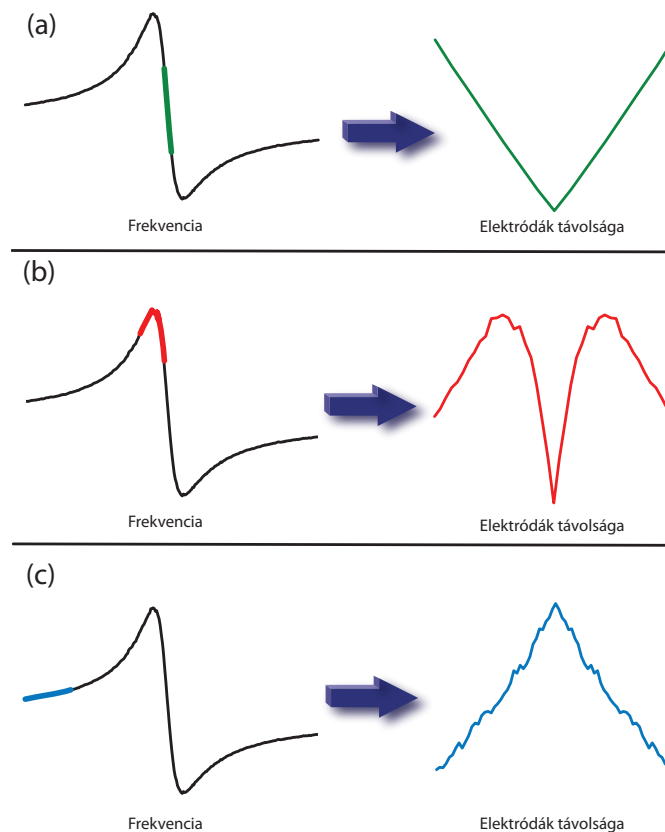
A kontaktusban két szomszédos atom távolsága tipikusan 2 – 3 Å, így reális eredmény, hogy a platók közötti ugrálások akkor kezdenek el megjelenni, amikor a rezgés amplitúdója megközelíti az 1 Å-t. A mérésekkor jellemzően 0.005 mV amplitúdójú gerjesztő jelet használtam, ami 0.15 Å rezgési amplitúdónak felel meg a rezonanciafrekvencián.

4.3.2. Erőgradiens mérése a vezetőképesség platók mentén

Az erő mérés úgy kezdődik, hogy szétszakítom a mintát és kimérem az oszcillátor rezonanciagörbét. A frekvencia eltolódás meghatározásához a LockIn által mért jel valós részét (X) használom, ezt szemléltetik a 4.18. ábrák. Az ábrák bal oldalán a rezonanciagörbét tüntettem fel, színessel bejelölve egy-egy szakaszt, a jobb oldalon az látható, hogy miként változik az X jel, ha a kontaktust húzzuk szét és közben például egy atomi átrendeződés következményeképpen az erőgradiens változásának hatására a rezonanciafrekvencia lecsökken majd ismét visszatér az eredeti értékre. A baloldali ábrákon azt a szakaszt jelöltem színessel, amit a kontaktus széthúzása közben bejár az X jel értéke.

Az (a) ábán látható az az eset, amikor a rezonanciafrekvenciához közeli lineáris szakaszon mérünk, ekkor a nagy meredekségnek köszönhetően nagy érzékenységgel detektálható a frekvencia eltolódás. A keskeny rezonancia miatt viszont előfordulhat, hogy akkora erő gradiens jelenik meg, aminek hatására a rezonanciafrekvencia annyira eltolódik, hogy „lecsúszunk” a lineáris szakaszból és a (b) ábrának megfelelő szakaszon mérünk. Ekkor az X jel egy adott értékéhez nem egyértelmű, hogy milyen rezonanciafrekvencia eltolódás tartozik, így ez a szakasz mérésre nem használható.

4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSEKLETEN

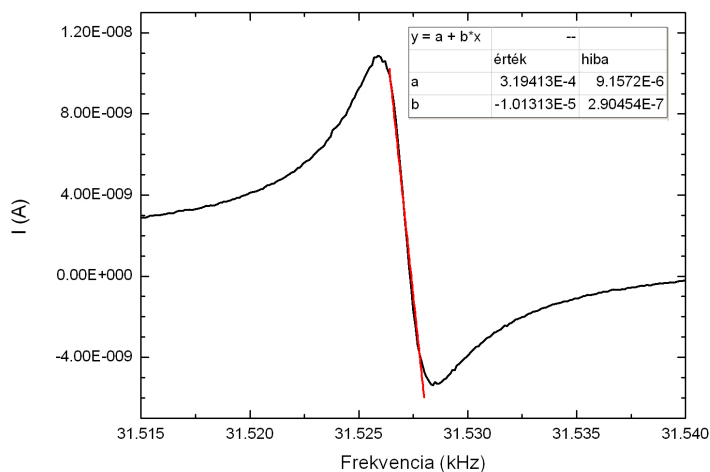


4.18. ábra. *Frekvencia eltolódás számítását szemléltető ábra.*

Lehetőség van viszont a rezonanciafrekvenciától messzebbi mérésre is, ezt a (c) ábra mutatja be. Ekkor jóval kisebb meredekségű egyenes illeszthető, aminek az a következménye, hogy kevésbé érzékeny a frekvencia detektálás - látható, hogy a jobboldali görbén az adatok kissé szórnak is de cserébe nagyobb frekvencia eltolódást detektálhatunk.

Először a 4.18. (a) ábrán látható, a rezonanciafrekvencia közelében lévő lineáris szakaszt használtam a mérésre, a 4.19. ábrán látható a rezonanciagörbe és az illesztett egyenes.

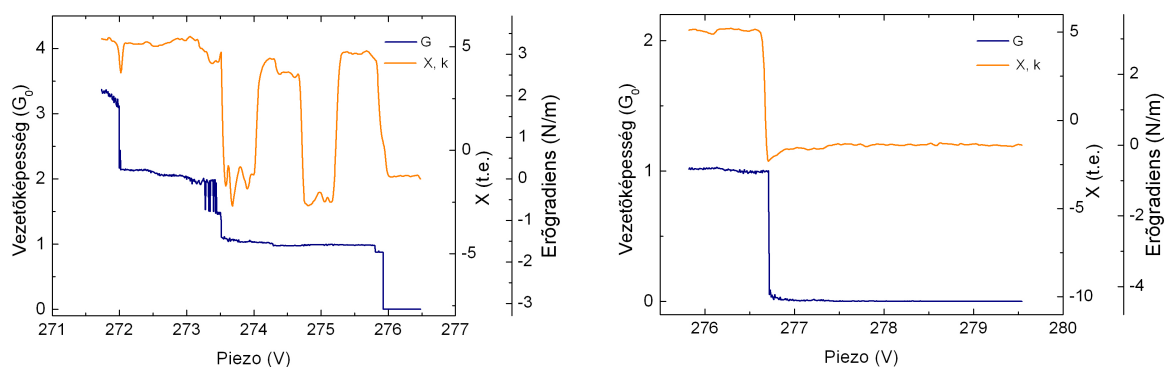
4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSEKLETEN



4.19. ábra. Kalibrációs egyenes illesztése a rezonanciafrekvencia körüli lineáris szakaszon a LockIn által mért jel valós részére.

Az illesztett egyenest invertálva a LockIn által mért jel valós részéből meghatározható a frekvencia eltolódás, ebből pedig a kalibráció után a kvarcoszcillátor effektív rugóállandójának (k_{eff}) ismeretében kiszámítható az erőgradiens (Δk).

A 4.20. ábra bal oldalon egy széthúzás, jobb oldalon egy összenyomás közben mért vezetőképesség és erőgradiens görbe látható. Az erőgradiens határozatlan konstansát úgy választottam meg, hogy a szétszakított kontaktus esetén legyen $k = 0$. Az ábrán a LockIn erősítő nyers X jelét és az ebből számított erőgradienst is feltüntettem külön tengelyeken.



4.20. ábra. Vezetőképesség és erőgradiens egyidejű mérése a kontaktus széthúzása (baloldali ábra) és összenyomása (jobb oldali ábra) közben.

Megfigyelhető, hogy a széthúzáskor az 1 G_0 vezetőképességű platón az erőgradiens lecsökken majd ismét megnő, ami a lánc húzáskor történő atomi átrendeződések eredménye. Ezen kívül

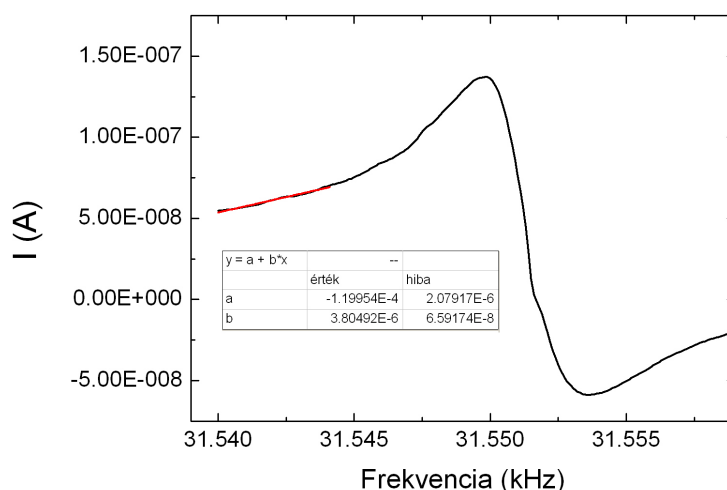
4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSEKLETEN

jól látható a vezetőképesség platók közötti átmenetekkor az atomi átrendeződések által keltett erőgradiens változás.

Az összenyomáskor mért görbén látható, hogy a vezetőképesség és az erőgradiens egyszerre ugrik meg, amikor létrejön az egyatomos kontaktus.

A teljesen szétszakított és az egy atomos kontaktus közötti erőgradiens különbség az összenyomáskor és a széthúzáskor is $\approx 3 \text{ N/m}$, ez nagyságrendileg egyezik az irodalmi adatokkal [5].

Az oszcillátor rendkívül keskeny félértékszélessége a minta vezeték felragasztása után is megmaradt, így nagyon érzékenyen reagált a rezonanciafrekvencia változásaira. Így a mérés közben nehéz volt a fix gerjesztő frekvenciát úgy megválasztani, hogy a rezonanciafrekvencia körüli lineáris szakszon belül tudjon maradni a mért jel. Éppen ezért kipróbáltam a rezonanciafrekvenciától távolabbi szakszon való mérést is, az ehhez használt kalibrációs egyenes látható a 4.21. ábrán.

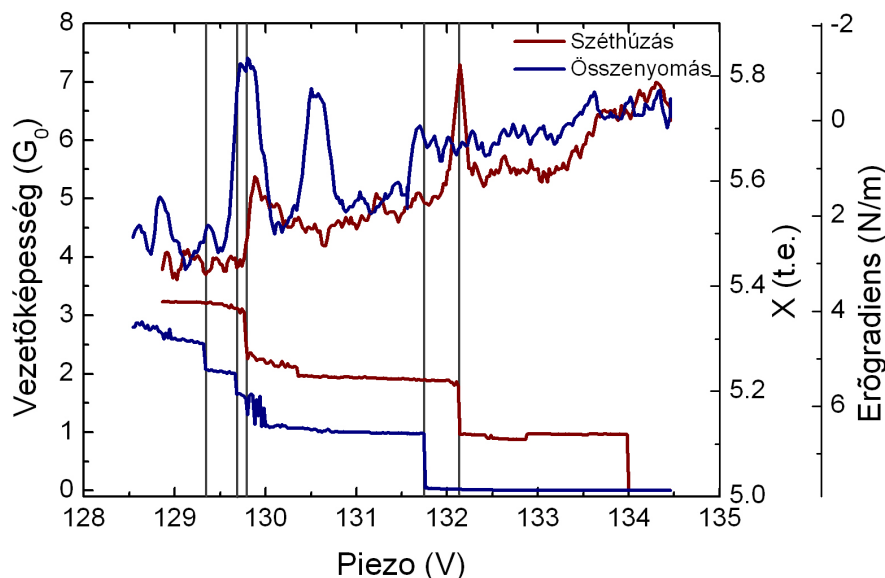


4.21. ábra. Kalibrációs egyenes illesztése a rezonanciafrekvenciától távoli lineáris szakszon a LockIn által mért jel valós részére.

A 4.22. ábrán láthatóak a vezetőképesség és erőgradiens görbék a kontaktus széthúzása és összenyomása között. Különbség az előző ábrákhoz képest, hogy itt a LockIn X-jelében pozitív csúcsok jelennek meg, ez a kalibrációs egyenes meredekségével magyarázható, ami ebben az esetben ellentétes előjelű a rezonanciához közeli méréshez képest.

Függőleges vonalakkal bejelöltem a vezetőképesség platók közötti átmenetek helyét, ekkor az erőgradiensben is megfigyelhetők ugrásszerű változások. Ez alól kivétel az utolsó plató, aminél ugyan lecsökken az erőgradiens de nem ugrásszerűen, mint a többi plató esetében, hanem lassan elkenve. Ez azzal magyarázható, hogy valószínűleg valamilyen szennyező került a két elektróda közé. Összességében az erőgradiens megváltozást nézve az 1 G_0 plató és az alagút tartomány között, az egyatomos kontaktus rugóállandója $\approx 2 \text{ N/m}$.

4.3. VEZETŐKÉPESSÉG ÉS ERŐ MÉRÉSE ARANY KONTAKTUSSAL ALACSONY HŐMÉRSEKLETEN



4.22. ábra. Vezetőképesség (alul) és erőgradiens (felül) mérése arany kontaktus széthúzása és összenyomása közben.

Az összenyomás közben az $1 G_0$ vezetőképességű platón megfigyelhető egy erőgradiens változás miközben a vezetőképesség nem változik. Ez egy olyan atomi átrendeződésnek felel meg, amikor a vezeték keresztmetszete állandó.

A fenti mérések jól mutatják, hogy az elkészült mérőrendszerrel sikerült az atomi szintű erőgradiens mérést megvalósítani. A mérési eredmények jól reprodukálják más csoportok korábbi eredményeit: a platókon konstans az erőgradiens - azaz lineárisan változik az erő a széthúzás közben. Platók között, azaz atomi átrendeződéseknél az erőgradiens ugrásszerűen lecsökken - egyatomos kontaktus esetén az erőgradiens $2 - 3 \text{ N/m}$ nagyságrendű.

Jól látszik, hogy a mérés felbontása megfelelő, a 2 N/m erőgradiensnél lényegesen kisebb értékeket is ki lehet mérni, főleg ha a rezonanciagörbe meredek középső tartományában végezzük a mérést. A mérésnél a fő gondot a mechanikai (főleg akusztikus) zajok kiküszöbölése jelenti, a jelenlegi berendezéssel csak késő este, teljes csend mellett volt célszerű a mérést végezni. A további fejlesztések fontos célja a mérőrendszer megfelelő hangszigetelése.

A mérésekből az is látszik, hogy az atomi szintű erőmérés már egy jó minőségű LockIn erősítő segítségével is elvégezhető (a fix frekvenciás mérési módot alkalmazva), nincs feltétlenül szükség egy lényegesen drágább PLL használatára. A PLL azonban lényegesen megkönnyítené a mérést, hiszen nem kell arra figyelni, hogy a mérés közben a rezonanciagörbe központi tartományában maradjunk. Másik nagy előnye a frekvencia modulált mérési módnak - ahogy a korábbiakban említettem - a lényegesen gyorsabb detektálás, hiszen nem kell a rezonanciától elhangolt oszcillátor rezgésének csillapodását megvárni. Mindezen előnyök miatt a későbbiekben tervezzük a frekvencia modulált mérési mód megvalósítását egy PLL-t illesztve a mérőrendszerünkhöz.

5. fejezet

Összefoglalás

Munkám során egy a néhány atomos kontaktusok vizsgálatára alkalmas mérőberendezést fejlesztettem tovább. Egy újabb generációs mérőkártyát használva írtam egy programot a mérés vezérlésére. A piezót vezérlő kimenetet és a vezetőképességet mérő bemenetet szinkronizáltan időzíttem, így minden vezetőképesség adathoz rögzíttem a piezo feszültségét is, melynek megváltozása arányos az elektródák távolságának változásával. A kontaktust mindig megadott vezetőképesség határokig húzom szét, illetve nyomom össze, így lehetőség nyílik a kontaktus összenyomásának mértéke és a vezetőképesség görbék tulajdonságai közötti összefüggések vizsgálatára is.

A program a mérés közben elvégzi az adatok kiértékelését is: hisztogramokat, platóhosszúság hisztogramot számol, illetve a görbék auto- és keresztkorrelációját is kiszámítja. Ezeket meg is jeleníti a felhasználói felületen, így a mérés közben azonnal látható az eredmény, ha szükség van rá változtathatunk a mérés paraméterein.

Témavezetőmmel továbbfejlesztettünk egy hallgatói mérés során használt mintatartót, mellyel lehetőség nyílik a mérés bemutatására arany mintával, szobahőmérsékleten. Ezt a mintatartót használtam a programom tesztelésére illetve a léptetőmotor segítségével történő kontaktus keresés kifejlesztésére, amit szintén implementáltam a programban.

Az elkészült berendezéssel méréseket is végeztem. Arany mintával sikerült a laboratóriumban végzett korábbi mérések eredményeivel egyező hisztogramokat mérnem [10]. Nikkel minta jól látható memóriajelenséget mutatott, a széthúzási és az azt követő összenyomási hisztogramok között számított keresztkorrelációban sávok jelentek meg. Az összenyomási és az azt követő széthúzási hisztogramok csak nagy vezetőképesség értékeknél korreláltak.

A mérőrendszert kiegészítettem a kontaktusban fellépő erő mérésére alkalmas eszközzel. Ehhez a mintaként használt vezeték egyik végét egy éles rezonanciával rendelkező hangvilla alakú kvarcoszcillátor egyik ágára kell rögzíteni. A vezeték széthúzása közben a hangvilla ágára erő hat, aminek következménye, hogy az oszcillátor rezonanciafrekvenciája eltolódik. A frekvencia eltolódásból meghatározható az atomok között ható erőgradiens, ezt integrálva származtathatjuk az erőt.

Mintákat készítettünk úgy, hogy megőrizzük a kvarcoszcillátor nagy jósági tényezőjét és a kontaktus mechanikai stabilitása is elegendően nagy legyen.

Elvégeztem a kvarcoszcillátor kalibrálását, így a mért rezonanciafrekvencia eltolódásból kiszámítható az elektródák közötti erőgradiens.

Kalibráltam a kvarcoszcillátor deformációját DC feszültséget kapcsolva rá, ebből megbe-

csültem a rezonanciafrekvenciához tartozó rezgés amplitúdóját. Azt találtam, hogy akkor kezdenek a mért vezetőképesség görbéken a platók közötti ugrások megjelenni, amikor az amplitúdó megközelíti az 1 Å-t.

Arany kontaktussal mértem erő, a vezetőképesség platók közötti átmeneteknél jól láthatóan megjelenik az erőgradiensben is változás. A teljesen szétszakított kontaktus és az 1 G₀ vezetőképességű plató között az erőgradiens változása $\approx 2 - 3$ N/m, ami jól egyezik az irodalmi adatokkal [5].

Kitekintés

A jövőben az elkészült mérőrendszert használva lehetőség nyílik a memóriajelenségek valamint a kontaktusban fellépő erők szisztematikus vizsgálatára különböző anyagok esetén.

Tervezem az erőmérő rendszer továbbfejlesztését a frekvencia modulált mérési mód alkalmazásával. Ehhez szükség van egy PLL (Phase Locked Loop - fázis zárt hurok) szabályozóra is, amivel a gerjesztő jel frekvenciáját úgy tudom szabályozni, hogy mindig a rezonanciafrekvencián gerjessze a kvarcoszcillátort. Ennek az a nagy előnye a jelenleg használt fix frekvenciás módhoz képest, hogy sokkal gyorsabban lehet vele mérni és nagyobb frekvencia eltolódást tudunk detektálni.

További fejlesztés során szeretnénk létrehozni egy AFM mikroszkópot (Atomic Force Microscope - atom erő mikroszkóp), ami egy kvarcoszcillátorra rögzített tűvel tapogatná le a mintát, az erő mérése pedig a frekvencia modulált mérési mód elvén működne [6].

Irodalomjegyzék

- [1] Nicolás Agraït, Alfredo Levy Yeyatib , Jan M. van Ruitenbeek: Quantum properties of atomic-sized conductors, *Physics Reports* **377**, 81 – 279 (2003).
- [2] A. Castellanos-Gomez, N. Agraït and G. Rubio-Bollinger: Dynamics of quartz tuning fork force sensors used in scanning probe microscopy, *Nanotechnology* **20** 215502 (2009).
- [3] G. Rubio-Bollinger, P. Joyez, and N. Agraït: Metallic Adhesion in Atomic-Size Junctions, *Physical Review Letters* **93**, 116803 (2004).
- [4] T. Shiotu, A. I. Mares, A. M. C. Valkering, T. H. Oosterkamp, and J. M. van Ruitenbeek: Mechanical properties of Pt monatomic chains, *Physical Review B* **77**, 125411 (2008).
- [5] A. M. C. Valkering, A. I. Mares, C. Untiedt, K. Babaei Gavan, T. H. Oosterkamp, and J. M. van Ruitenbeek: A force sensor for atomic point contacts, *Review of Scientific Instruments* **76**, 103903 (2005).
- [6] Hélène le Sueur: Cryogenic AFM-STM for mesoscopic physics, Thesis (2007).
- [7] Új kísérletek a nanofizikában jegyzet.
- [8] G. Rubio, N. Agraït, and S. Vieira: Atomic-Sized Metallic Contacts: Mechanical Properties and Electronic Transport, *Physical Review Letters* **76** 2302–2305 (1996).
- [9] A. Halbritter, P. Makk, Sz. Mackowiak, Sz. Csonka, M. Wawrzyniak, J. Martinek: Regular Atomic Narrowing of Ni, Fe, and V Nanowires Resolved by Two-Dimensional Correlation Analysis, *PRL* **105**, 266805 (2010).
- [10] Pósa László: Atomi szintű önszerveződő struktúrák vizsgálata törőkontaktus módszerrel, TDK (2010).
- [11] A. I. Yanson, G. Rubio Bollinger, H. E. van den Brom, N. Agraït, J. M. van Ruitenbeek: Formation and manipulation of a metallic wire of single gold atoms, *Nature*, **395**, 783 (1998)
- [12] Halbritter András: Investigation of atomic-sized conductors with the mechanically controllable break junction technique, Thesis (2003).