



ČESKÝ METROLOGICKÝ INSTITUT

OBLASTNÍ INSPEKTORÁT BRNO

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA Č. 6014-TR-Z0001-21

o plnění úkolu TR

Platforma pro hybridní měření v nanometrologii

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

Vypracovali: Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.
Mgr. Miroslav Valtr, Ph.D.
Mgr. Radek Šlesinger, Ph.D.
Bc. Václav Hortvík


Ředitel VOJ: Ing. Radovan Wiecek
ředitel OI Brno

Datum: 23. listopadu 2021

Schválil: RNDr. Pavel Klenovský
odborný ředitel pro FM

Rozdělovník: 2x ČMI 0211, ČMI 6014
2x oponenti

výtisk č.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 2/43
---	---	---	--------------------------------------

Resumé

Cílem úkolu bylo vyvinout hardwarové a softwarové nástroje pro hybridní měření různých typů vzorků, se kterými se setkáváme v nanometrologii, jako jsou vzorky pro přenos návaznosti, tenké vrstvy či kompozitní materiály. Hybridním měřením rozumíme kombinaci dat z různých senzorů nebo dat měřených s různým prostorovým rozlišením, za účelem zpřesnění měření parametrů, které se jednotlivými metodami měří jen obtížně. Pro tyto účely byly vyvinuty různé nástroje, jak hardwarové (především platforma pro polohování ve velkém rozsahu s vysokou přesností), tak softwarové (nástroje pro zpracování dat v programu Gwyddion). Použitelnost těchto nových nástrojů byla demonstrována na několika reálných příkladech.



Obsah

Resumé	2
Obsah	3
1 ÚVOD	4
2 POPIS ŘEŠENÍ ÚKOLU	6
2.1 Platforma pro hybridní měření s velkým rozsahem	6
2.1.1 Konstrukce	7
2.1.2 Zpětná vazba	7
2.1.3 Nerovinnost skeneru a šum v ose z	16
2.1.4 Tuhost systému	17
2.2 Detekční jednotky	19
2.2.1 Sonda pro měření spektroskopické odrazivosti	19
2.2.2 Sondy pro měření fluorescence	22
2.2.3 Mikroskopie atomárních sil	23
2.2.4 Senzor pro měření rozptylu	26
2.3 Držák vzorku pro hledání oblastí zájmu	27
2.4 Softwarové nástroje pro zpracování dat	29
3 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY	32
3.1 Měření spektrální odrazivosti kombinované s mikroskopií atomárních sil	32
3.2 Měření rozptylu kombinované s mikroskopií atomárních sil	35
3.3 Mapování drsnosti povrchu	38
4 ČERPANÉ NÁKLADY NA ÚKOL	40
5 ZÁVĚRY	41
Seznam bibliografických citací	42
PŘÍLOHY	43



1. ÚVOD

Na oddělení primární nanometrologie a technické dílky se dlouhodobě zaměřujeme na problematiku měření různých fyzikálních veličin v mikro- a nanoměřítku. To zahrnuje nejčastěji měření pomocí metod mikroskopie skenující sondou, která nám umožňuje měřit lokální rozměrové, mechanické, elektrické, magnetické, termální či optické vlastnosti. Není to však jediná skupina metod, které se věnujeme, dlouhodobě vyvíjíme také optická měření pomocí digitální spektroskopické reflektometrie, měření mechanických vlastností pomocí nanoindentace a podnikali jsme i pokusy v oblasti fluorescenční mikroskopie, interferometrie v bílém světle, měření povrchových elastických vln, apod. Při řešení různých projektů v oblasti nanometrologie jsme se setkali s mnohými dalšími metodami a snahou porovnávat měření z nich s našimi výsledky, případně z kombinace všech těchto výsledků vyvozovat nějaké závěry.

Měření v oblasti mikro- a nanotechnologií se stále častěji zaměřuje na vzorky, které mají složitou strukturu a u kterých nás zajímají parametry, které nám jedna, byť sebelepší, měřicí technika nemůže poskytnout. Příčinou může být například korelace mezi vlivem více parametrů na výstup z dané měřicí techniky, jak je tomu v případě měření tloušťky tenkých vrstev, kde jsou optická data podobným způsobem ovlivněna samotnou tloušťkou a indexem lomu. Nejjednodušší možností je v takovém případě srovnat výsledky měření různými metodami a pokusit se výsledky kombinovat. V tomto konkrétním případě bychom tedy mohli naměřit tloušťku vrstvy jinou metodou a při vyhodnocení reflexních spekter fitováním nějakým strukturním modelem vrstvy tloušťku zafixovat na nám již známé hodnotě. Takový přístup však otevírá řadu otázek. Jak zahrnout vliv nepřesnosti různých metod při vyhodnocení? Jak se stavět k situaci, kdy metody sice měří nominálně stejnou veličinu, ale vlivem jejich různorodých principů se nejedná o totéž? Příkladem může být měření drsnosti pomocí mikroskopie atomárních sil a pomocí elipsometrie - v obou případech můžeme získat drsnost (střední kvadratickou odchylku výšek nerovností), ale tato je vyhodnocena pro zásadně jiný rozsah prostorových frekvencí tvořících drsnost a byť by se lišily, není možné říct, která z nich je správně a která špatně.

Na všechny tyto otázky se pokouší odpovědět nový metodický přístup stále více používaný v metrologii - hybridní měření. Pomocí metod hybridní metrologie se snažíme o zpřesnění měření s využitím více nezávislých zdrojů informací. Hybridní metrologie či fúze dat, se tak staly svého druhu zaklínadlem v řadě projektů, přestože snahy o kombinaci více metod nejsou ničím novým. Co je nové jsou možnosti pokročilého zpracování dat a také množství dat, které současné přístroje mohou generovat. V minulých letech jsme se tak zapojili například do projektu HyMet zabývajícím se metodikou hybridních měření pro charakterizaci tenkých vrstev. I na našem oddělení máme řadu požadavků, které by mohla hybridní měření uspokojit – například charakterizaci referenčních vzorků, které využíváme při kalibraci optických senzorů pro systémy tenkých vrstev nebo pro kalibraci elektronových mikroskopů.

Pojem hybridní metrologie je velmi obecný a můžeme na něj nahlížet z mnoha stran. Jednou z možností dělení typu úloh v hybridní metrologii může být vztah mezi jednotlivými měřicími metodami:

- Můžeme se snažit sloučit měření pomocí více sond využitých v rámci jednoho přístroje, přičemž měříme stejný vzorek a ostatní podmínky měření jsou zachovány. Příkladem může být kombinace více sond v rámci rastrovací sondové mikroskopie, nebo více excitačních vlnových délek při měření fluorescence.
- Můžeme se snažit měnit škálu nějakého parametru a měřit stále stejnou sondou - například při měření složitých optických prvků můžeme v rámci mikroskopie atomárních sil skládat sadu měření topografie z různých rozsahů abychom pokryli jak tvar tak lokální drsnost měřené součástky.



- Můžeme využít více zcela nezávislých metod poskytujících různý typ výsledků a kombinovat je až ve fázi celkového vyhodnocení. Příkladem může být již zmiňovaná elipsometrie, kde využijeme drsnost měřenou pomocí mikroskopie atomárních sil až v rámci více-vzorkového vyhodnocení elipsometrických dat fitováním.
- Můžeme se snažit kombinovat lokální data z různých metod. Příkladem může být kombinace měření rozložení fluorescence na biologické tkáni a měření lokální mechanické odezvy na stejných místech ve snaze získat vztah mezi chemickým složením a mechanickými vlastnostmi. Pokud jsou výsledkem takového měření mapy různých veličin, které reprezentují stejná místa na povrchu vzorku, hovoříme často také o korelativní mikroskopii.

V rámci řešení tohoto úkolu technického rozvoje se zaměřujeme na poslední dva zmiňované přístupy. Cílem je kombinovat více měřicích technik, a to buď ve fázi vyhodnocení výsledků, nebo již ve fázi získávání dat. Aby bylo možné provést fúzi dat, potřebujeme kromě příslušných metodických nástrojů (které byly vyvinuty do velké míry v rámci projektu EMPIR HyMet), mít také nástroje pro reálné využití těchto metod. Klíčovým faktorem pro velkou řadu metod fúze dat je vzájemný souhlas jednotlivých sad bodů – je nutné aby data s vysokou přesností odpovídala stejným polohám na vzorku. To není v oboru nanometrologie, s ohledem na potřebu získat rozlišení v řádu nanometrů, snadný úkol a pokud je prováděn jen metodou pokus-omyl, je výtěžnost takových metod velmi nízká. Cílem úkolu je proto vyvinout hardwarový systém, který by umožnil provádět měření více sondami s vysokou přesností. Také je důležité, aby taková měření šlo provádět relativně jednoduše, tj. aby byly nově vyvinuté metody využitelné v běžné praxi a nestaly se jen pouhou kuriozitou. S tím částečně souvisí také další dílčí cíl, kterým je vyvinout metodu pro hybridní měření v situacích, kde není přímá kombinace metod snadná a je nutné vzorky přenášet mezi různými přístroji. Konečně jsme se zabývali také softwarovými nástroji, které by nám umožnily naměřená data zpracovat.

V následujících kapitolách je popsána řada hardwarových komponent. Klíčovým prvkem je nový polohovací systém, který výrazně rozšířil naše možnosti měření na velkých plochách, až na centimetry. Ačkoliv je jeho konstrukce částečně odvozena od staršího systému (který jsme používali do rozsahu 1x1 cm), využili jsme řadu nových přístupů (vzduchová ložiska, hradlové pole FPGA, apod.) a také zkušeností získaných v posledních deseti letech. K tomuto systému je pak možné přidat řadu senzorů, ať už existujících, tak nově vytvořených. Pro demonstraci druhého z těchto přístupů jsem sestavili několik jednoduchých sond, na kterých jsme provedli měření na různých vzorcích, typických pro měření v nanometrologii.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 6/43
--	---	---	--------------------------------------

2. POPIS ŘEŠENÍ ÚKOLU

Základním úkolem nanometrologie je provádět měření fyzikálních vlastností pevných vzorků s velmi vysokým rozlišením a metrologickou návazností. Pro taková měření na našem oddělení využíváme různé specializované přístroje (např. rastrovací mikroskop, reflektometr, nanoindentor) a pokud se tedy chceme zabývat hybridními měřeními využívajícími kombinace více metod, jak je zmíněno v úvodní kapitole, je často nutné, aby vzorek postupně procházel jednotlivými přístroji. Při tom je vždy nutné znovu nalézt oblast zájmu a ve fázi zpracování se pokusit měřená data vzájemně přiřadit, což není snadné. O to těžší je takové přiřazení provést, pokud chceme data sloučit lokálně, tj. získat měřené hodnoty z různých metod v každém bodě měřené oblasti. To znamená měřit všemi metodami na stejném místě, se stejným rozlišením a se stejně orientovaným vzorkem, což v případě mikroskopických metod znamená dosáhnout shody s prostorovou přesností v řádu jednotek až desítek nanometrů.

V této zprávě popisujeme dvě metody, kterými jsme se snažili výše popsany problém řešit. První je výstavba polohovacího systému s velkým rozsahem, který umožňuje integraci více různých měřicích sond, ať už jejich výměnou, nebo jejich montáží vedle sebe. Vzorek tak nemusí opouštět prostor mikroskopu a všechna měření pracují se stejným souřadným systémem, rozlišením i přesností. Druhou z metod je výroba speciálního držáku vzorku s integrovanými strukturami umožňujícími zavedení lokálního souřadného systému, který umožňuje nalézt oblast zájmu i při měření na různých zařízeních. Tento přístup je z pohledu přesnosti o něco horší, nicméně usnadňuje využití komerčních zařízení, která mají často unikátní parametry a bylo by proto škoda je nevyužít.

Výsledky charakterizace zařízení a pomůcek, které jsme nově vyvinuli jsou prezentovány současně s jejich popisem v této kapitole. V kapitole následující jsou pak výsledky měření na konkrétních vzorcích a ostatní úvahy týkající se interpretace výsledků. Kromě hardwarových nástrojů zde popisujeme i nástroje softwarové. Pro fúzi dat je nutné mít společný formát a platformu, ve které by bylo možné data analyzovat. V této zprávě proto prezentujeme nové možnosti programu Gwyddion, které se právě na hybridní měření zaměřují a které byly částečně také vytvořeny v rámci řešení tohoto úkolu technického rozvoje.

2.1. Platforma pro hybridní měření s velkým rozsahem

Přestože již máme na oddělení nanometrologie k dispozici různé polohovací systémy, rozhodli jsme se využít tohoto úkolu technického rozvoje ke konstrukci dalšího zařízení, které by mohlo překonat stávající omezení. Tím je především omezení rozsahu měřené plochy, který je u polohovacích stolků založených na piezoelektrických převodnicích typicky v řádu desítek až stovek mikrometrů. V praxi se nicméně setkáváme s požadavky zákazníků na měření větších struktur, například při měření rozmístění senzorů na CCD čipu a ty není možné s takovými zařízeními uspokojit. Proto metrologické instituty typicky budují mikroskopy s velkým laterálním rozsahem [1, 2]. Jedinou možností v tomto případě je pronájem zařízení CEITEC VUT, polohovacího systému NMM-1 (Nanomeasuring and Nanopositioning Machine) [3] od firmy SIOS. Ten je schopen pohybu v rozsahu až 25 mm x 25 mm s přesností v řádu nanometrů, takže se jedná o zařízení reprezentující vrchol měřicí techniky v této oblasti. Nicméně, i toto zařízení má svá omezení - limitovanou maximální velikost vzorku, omezenou rychlost i složitou integraci měřicích hlav s ohledem na omezený prostor v oblasti vzorku. Naší snahou bylo i tyto problémy překonat, i kdyby to mělo být za cenu o něco nižší přesnosti.

Požadavky na polohovací systém vycházející z potřeby překonat výše uvedená omezení byly následující:

- maximální velikost vzorku alespoň 100 x 100 mm²,

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 7/43
--	---	---	--------------------------------------

- rozsah skenování alespoň 50 x 50 mm²,
- přesnost polohování alespoň v řádu 10 nm,
- co největší volný prostor nad vzorkem pro integraci různých sond,
- konstrukční řešení umožňující co nejsnadněji zajistit metrologickou návaznost,
- otevřená platforma s možností dalšího zpřesnění a rozvoje.

Konstrukčně jsme se rozhodli navázat na naši starší práci s cívkovými mikroposuvy [4], kde jsme využili kombinaci interferometrů, cívek a lineárních vedení s válečkovými ložisky pro skenování na ploše až 3 x 3 cm², přičemž jsme reálně využívali plochu 1 x 1 cm². Zkušenosti s ložisky, které mohou způsobit drobná zadrhávání při posunu stolku nás vedly ke snaze využít pro lineární vedení vzduchová ložiska. Ta mají sama o sobě také rizika (jako jsou například vyšší šum a nižší mechanická tuhost systému), nicméně mají také nesporné výhody jako jsou minimální tření a snadná realizace delších posuvů. Považovali jsme proto za důležité tento princip vyzkoušet v praxi.

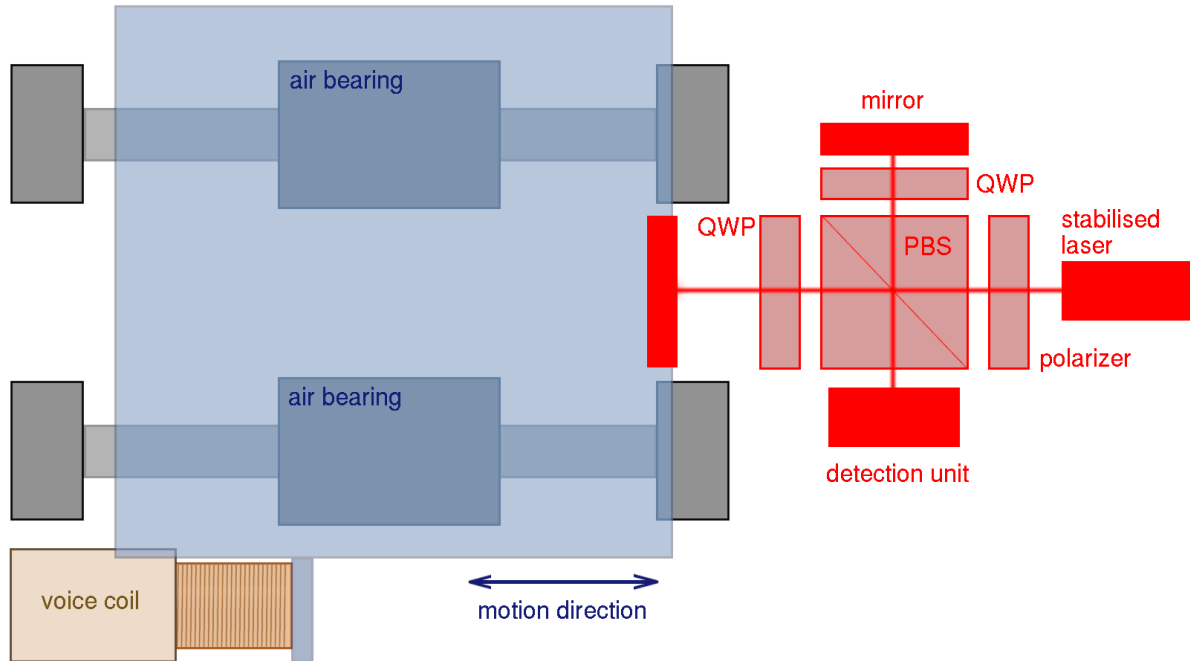
2.1.1. Konstrukce

Zařízení se skládá ze dvou oddělených polohovacích systémů, pro každou osu jednoho, umístěných na sebe, přičemž tyto systémy jsou v podstatě identické. Jako lineární vedení jsou využita vzduchová ložiska od firmy H2W, která se pohybují na přesných tyčích. Vzduchová ložiska by podle specifikací měla zajišťovat vystředění na tyči, přičemž tloušťka vzduchové vrstvy má být v řádu mikrometrů. S ohledem na to, že plánovaný rozsah pohybu je v řádu centimetrů, což je srovnatelné s délkou jednoho ložiska, byla pro konstrukci prototypu na každou osu použita jen dvě ložiska, umístěná vedle sebe. S ohledem na to, že se jedná o jednotlivé komponenty, je možné v budoucnosti zvětšit rozsah či mechanickou stabilitu přidáním delších tyčí a dalších ložisek. Pro pohyb využíváme elektromagnetů - cívek od firmy H2W Technologies. Sestava cívka-magnet umožňuje pohyb v rozsahu cca 8 cm, což je pro naše účely dostačující. Na každé ose je použita jedna cívka, která je umístěna vedle tyčí se vzduchovým vedením, jak je to znázorněno na obrázku 1. Celá sestava je vidět na obrázku 2 i s jednou z detekčních jednotek. Vzduchová vedení zajišťují jen pohyb v osách x a y , tj. v laterálním směru. V ose z je potřebný rozsah podstatně menší a je možné pohyb zajistit piezoelektrickými prvky.

2.1.2. Zpětná vazba

Obdobně jako v naší starší práci [4] je zpětná vazba zajištěna pomocí laserového interferometru. Ten je v prototypové sestavě nejjednoduššího možného typu, tj. jedná se o Michelsonův interferometr s jedním měřicím a jedním referenčním svazkem, využívající polarizovaného světla pro detekci fáze. Měřicí větve využívá odrazu od zrcátka o šířce 50 mm, které je umístěno na horní části polohovacího systému v na míru vyrobeném kinematickém uchycení. V budoucnosti by bylo možné uvažovat o zpřesnění využitím diferenciálního interferometru, který by lépe reagoval na změny indexu lomu vzduchu i drifty v rámci optického stolu, případně také o využití většího (na míru vyrobeného) zrcadla pro větší rozsah polohování. Nicméně, v první fázi jsme se snažili držet jednoduchých a komerčně dostupných komponent i za cenu o něco menšího rozsahu, než by umožňovaly samotné cívky a lineární vedení.

Realizace zpětné vazby je provedena prostřednictvím modulu RedPitaya, se kterým bylo možné se seznámit již ve zprávě úkolu technického rozvoje v roce 2020. Jedná se o elektronickou desku s mikroprocesorem Zynq 7010 firmy Xilinx a rychlými dvoukanálovými AD a DA převodníky, které jsou připojeny

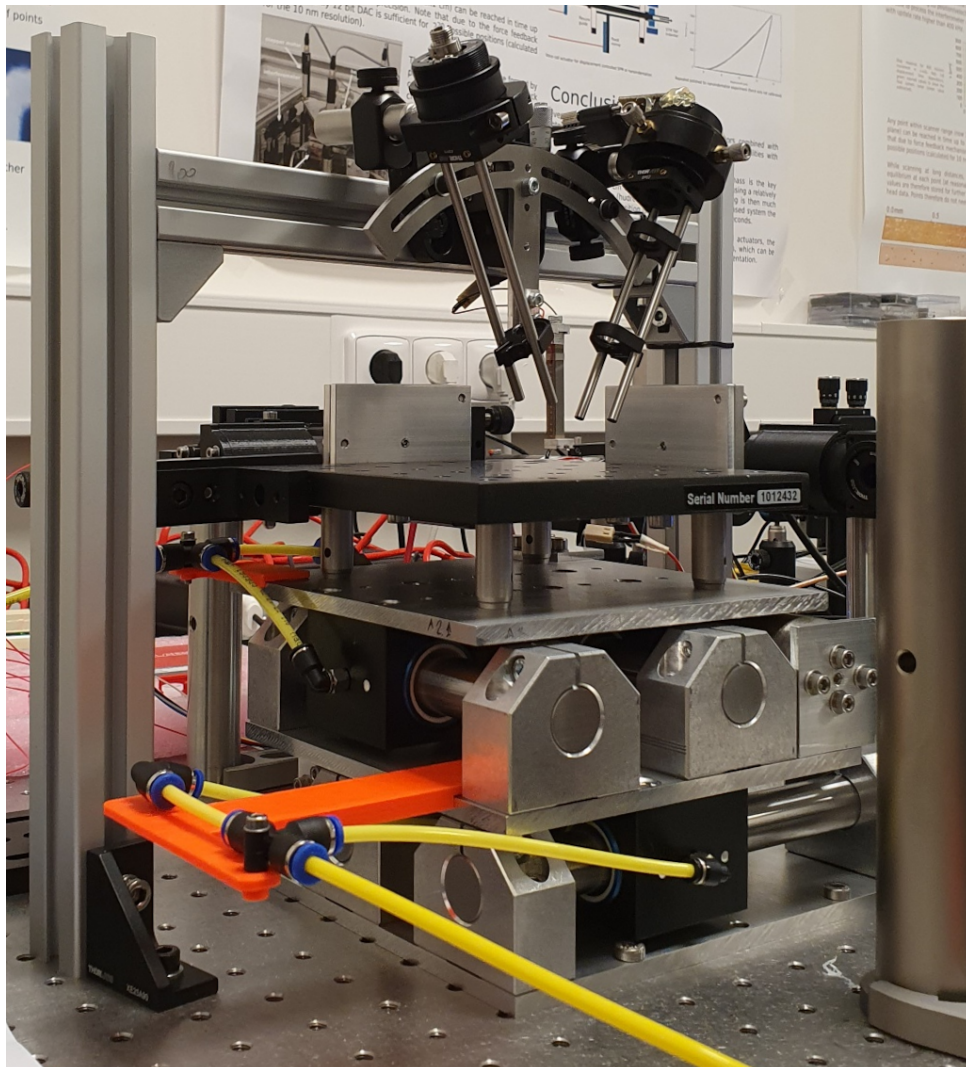


Obrázek 1: Schéma polohovacího systému i s interferometrickou detekcí, znázorněna je jedna osa.

k hradlovému poli FPGA, jež je součástí zmiňovaného mikroprocesoru. V našem případě jsou vstupy využity pro čtení signálu sinu a kosinu z předzesilovače interferometru a pro jejich interpretaci. Ta probíhá na hradlovém poli a je tedy velmi rychlá, což má potenciál pro řadu aplikací v nanometrologii. V následujícím odstavci si mechanismus čtení interferometrických dat popíšeme podrobněji.

Hradlové pole je programovatelný soubor jednoduchých logických prvků, které umožňují provádět jednoduché operace velmi rychle - při použití jen vybraných typů logických konstrukcí mohou být dokonce i poměrně složité operace provedeny v jediném tiku procesoru. Na rozdíl od konvenčního procesoru, který zpracovává instrukce jednu po druhé, jak jsou mu zadány prostřednictvím nějakého programu, je hradlové pole celé naprogramované tak, aby přímo plnilo daný účel. Vytvářet pro každou úlohu samostatný jednouúčelový procesor by se mohlo zdát jako neefektivní a pro řadu aplikací by to také neefektivní bylo. Nicméně, pokud se jedná o rychlost zpracování dat, jedná se o vynikající řešení. Obdobně jako procesor neprogramujeme přímo pomocí jednotlivých instrukcí, i pro hradlové pole existují vysokoúrovňové nástroje, které nám mohou programování usnadnit. Rozdílem je, že v případě hradlového pole je filozofie jazyka přizpůsobena vlastnostem pole. Oproti sekvenčnímu programování tvořenému sledem instrukcí se jedná spíše o zadávání jednotlivých logických konstrukcí či cest, kterými mají signály na hradlovém poli putovat. V našem případě jsme hradlové pole programovali pomocí prostředí Vivado od firmy Xilinx, s využitím jazyka Verilog. Na obrázku 3 je možno vidět propojení jednotlivých částí kódu na hradlovém poli - AD převodník, DA převodník, několik částí kódu provádějící vyhodnocení signálů z interferometru a sadu propojek do sdílené paměti procesoru, která nám umožňuje s hradlovým polem komunikovat z běžného prostředí operačního systému.

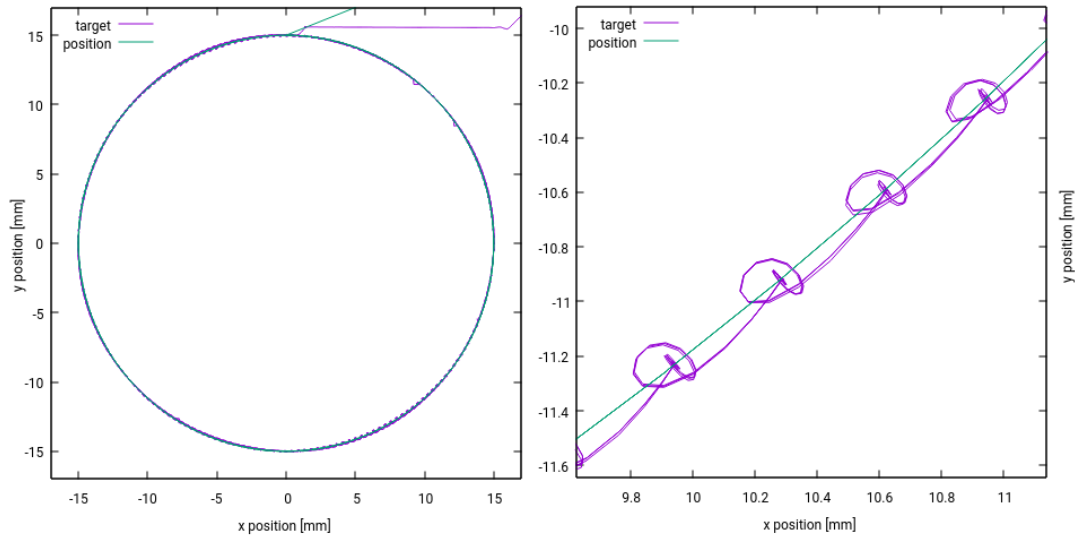
Na obrázku 3 můžeme vidět také některé zajímavé logické konstrukce, které jsou již implementovány výrobcem a můžeme je využít podobně jako knihovní funkce v klasickém počítačovém programu. Takto



Obrázek 2: Sestava dvouosého polohovacího systému s detekční jednotkou pro mikroskopii atomárních sil.

jsme řešili například vyhodnocení funkce $\text{atan2}()$ pomocí algoritmu CORDIC. Tuto funkci potřebujeme, abychom získali fázi interferometru. Zde je nutné zdůraznit, že hradlové pole je skutečně souborem velmi jednoduchých logických obvodů a i jiné běžné funkce, jako je dělení, je nutné nějakým způsobem implementovat. To je často možné provést pomocí již hotového kódu jako v našem případě funkce $\text{atan2}()$, i tak se nicméně jedná o konstrukci, která vyžaduje velké množství prostředků na hradlovém poli a je proto nutné k takovým částem kódu přistupovat s velkou rozvahou. V našem případě hradlové pole čte data z rychlého AD převodníku, detekuje fázový posun pomocí signálů \sin a \cos z polarizačního uspořádání interferometru a pomocí sdílené paměti procesoru předává informaci o aktuální poloze. Zpětná vazba jako taková je implementována na procesoru (což je pro vývoj podstatně jednodušší) a její výsledek je opět přes hradlové pole předáván do rychlého DA převodníku, který přes zesilovač napájí cívky.

Teoreticky by měla být takto zkonstruovaná detekční jednotka interferometru schopna zaznamenávat pohyb větší než 1 m/s bez ztráty informace o fázi; takových rychlostí v našem systému ani nedosahujeme. Výhledově by bylo možné i samotnou zpětnou vazbu přesunout na hradlové pole a tím ji výrazně zrych-



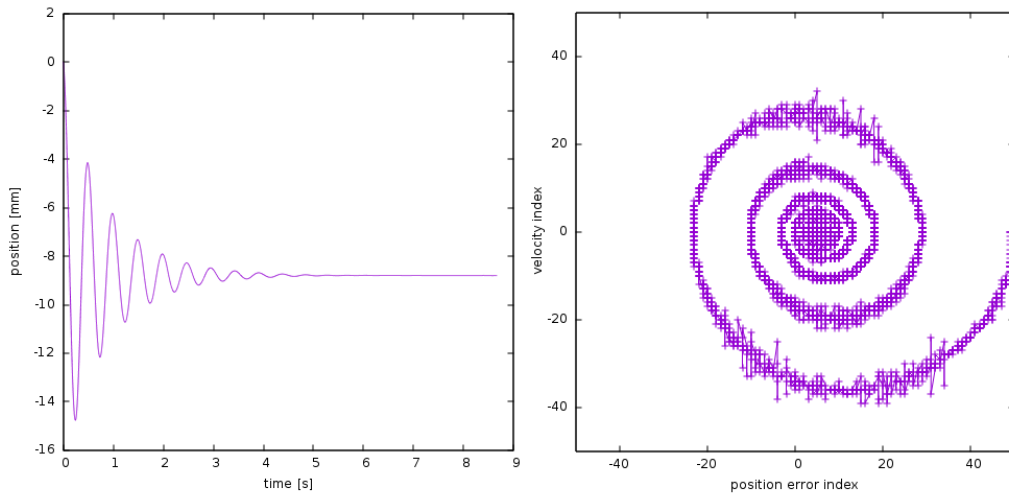
Obrázek 4: Odezva jednoduché zpětné vazby PID: (vlevo) pohyb po kruhové trajektorii, (vpravo) detail několika poloh na trajektorii.

trajektorii. Na detailu vidíme, že to není ideální - stolek okolo každého bodu, ve kterém má zastavit, zakmitá. Příčinou problému je velká setrvačnost stolku. Pokud chceme zastavit, potřebujeme aktivně brzdit, tj. podle aktuální rychlosti a vzdálenosti od cíle nastavit na cívku sílu opačným směrem než je směr pohybu, a to ještě předtím než dosáhneme cíle. To je v rámci PID kontroléru těžké zajistit. Lepším nastavením parametrů zpětné vazby a omezením maximální rychlosti je možné tento jev zmírnit. Také pomáhá na konci pohybu aktivně zpomalovat, nicméně tyto kroky jen minimalizují dopad setrvačnosti a problém neřeší.

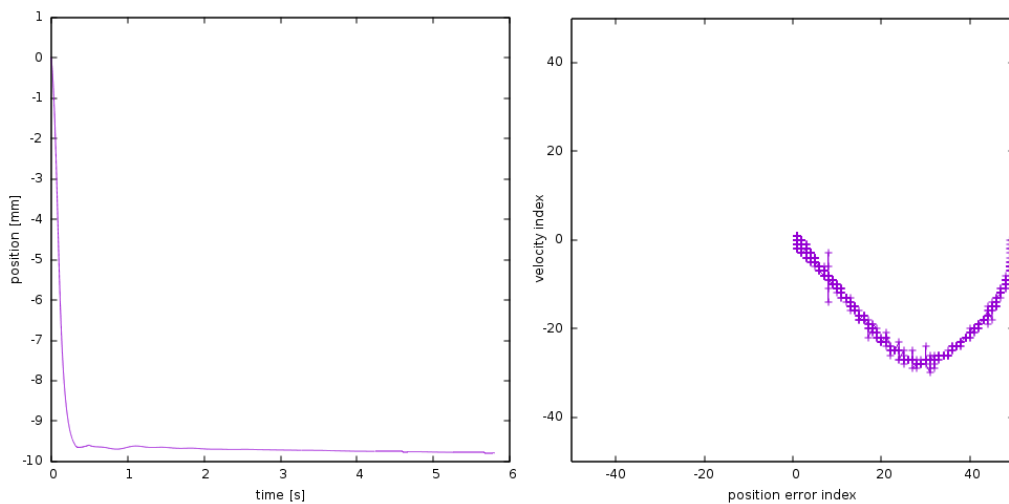
Aby bylo možné využít aktivního brzdění, implementovali jsme kromě PID kontroléru také zpětnou vazbu na principu fuzzy logiky. Jedná se o metodu, která se používá v průmyslovém řízení, například v robotizaci, a je pro pohyb systémů s velkou setrvačností velmi vhodná. V principu se v našem jednoduchém uspořádání jedná o stanovení polohy v dvojrozměrném prostoru chyba polohy (odchylka) vs. rychlost. Pro každou potenciální polohu v tomto prostoru máme k dispozici hodnotu napětí, kterou máme poslat na cívku. Je tedy možné setkat se s různými kombinacemi: velká chyba a malá rychlost vedou k tomu, že necháme cívku generovat sílu ve směru, kterým se chceme pohybovat (aby se chyba zmenšila), malá chyba a velká rychlost naopak vede k tomu, že necháme cívku brzdit. Pro ilustraci, jak se systém pohybuje v prostoru odchylka-rychlost, zde uvádíme příklad jednoduché PID zpětné vazby s nulovým integračním a derivačním členem, tj. vykazující tlumené oscilace okolo požadované hodnoty, jak je možno vidět na obrázku 5. Pro srovnání je na obrázku 6 uvedena reakce kontroléru využívající fuzzy logiku. Můžeme vidět, že systém účinně potlačuje oscilace právě tím, že včas začne brzdit.

Kontrolér využívající fuzzy logiku má nicméně také své vlastní nectnosti. V jednoduchém uspořádání, které jsme využili, například nedokáže dosáhnout výsledné polohy s dostatečnou přesností. Na rozdíl od PID kontroléru, kde se na malé korekce blízko požadované polohy využívá integrační člen, řízení pomocí tabulky hodnot v prostoru odchylka-rychlost nic takového neumožňuje. Řešením je buď implementace složitějších metod fuzzy logiky (v principu zahrnutím integračního členu), nebo kombinace obou přístupů, což je také náš případ. Pro pohyby na velké vzdálenosti, u kterých není nutné udržovat konstantní rychlost

ani není nutné dosahovat velké přesnosti, jako je to třeba v některých optických měřeních, můžeme využít fuzzy logiku. Pro pohyby, u kterých je udržení konstantní a také poměrně nízké rychlosti důležité, například při dotykových měřeních pomocí sondy mikroskopu atomárních sil, se jako výhodnější jeví PID kontrolér s plynule se měnícími hodnotami cílové polohy.

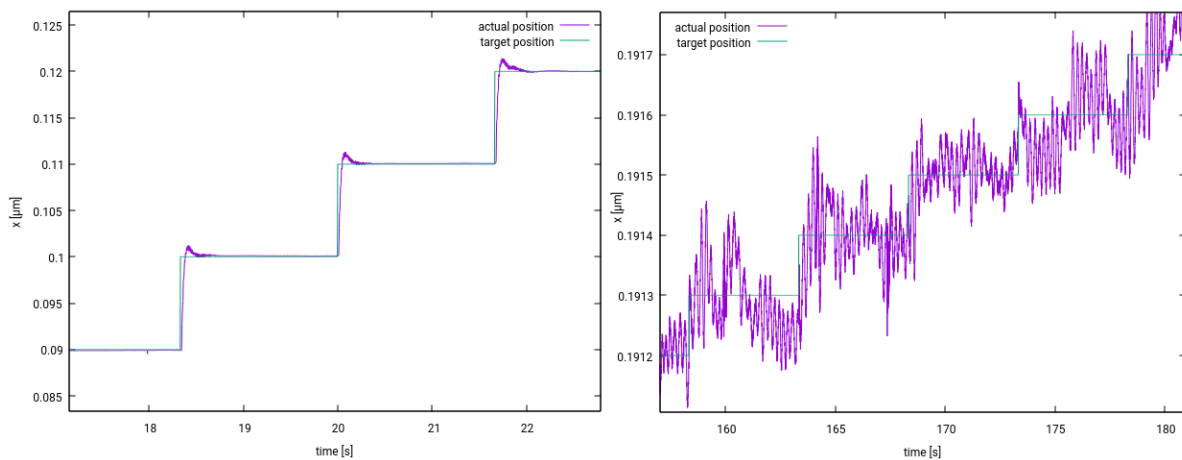


Obrázek 5: Odezva proporční zpětné vazby: (vlevo) závislost polohy na čase, (vpravo) časový vývoj polohy v prostoru odchylka-rychlost.

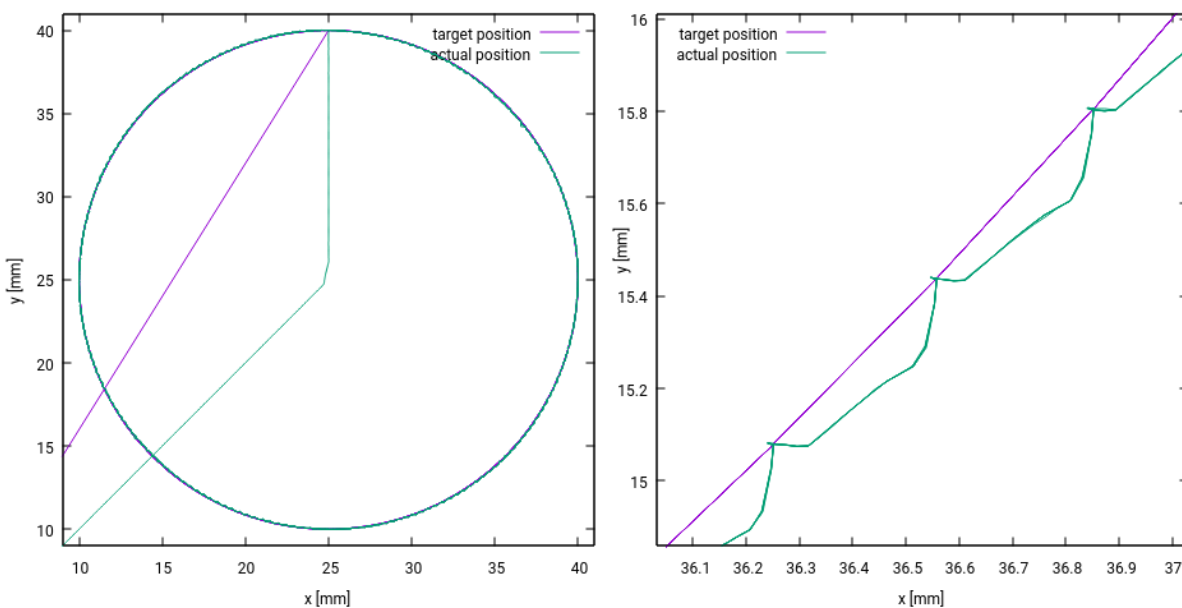


Obrázek 6: Odezva FL zpětné vazby: (vlevo) závislost polohy na čase, (vpravo) časový vývoj polohy v prostoru odchylka-rychlost.

Optimalizace zpětné vazby je dlouhodobý proces a její nastavení tak bylo v průběhu řešení úkolu několikrát měněno, přičemž se domníváme, že jsme se stále nedostali na hranici, které by bylo možné s daným technickým řešením dosáhnout. Na obrázcích 7 a 8 je možno vidět výsledky testů s nastavením, které bylo použito pro většinu optických měření v této zprávě. Z měření odezvy na posun o danou vzdálenost na obrázku 7 můžeme odhadnout dobu, kterou systém potřeboval pro dosažení dané přesnosti a přesnost samotnou. V tomto případě se posun o 10 mikrometrů odehrál za cca 300 ms, přičemž rozptýl hodnot v dané poloze (tj. šum v daném směru) byl cca 60 nm. To je postačující pro všechna optická měření (kde je limitujícím faktorem difrakční limit a většina sestav nedosahuje ani tuto hodnotu) i pro AFM měření na větších plochách (například $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ s rozlišením 500×500 pixelů).



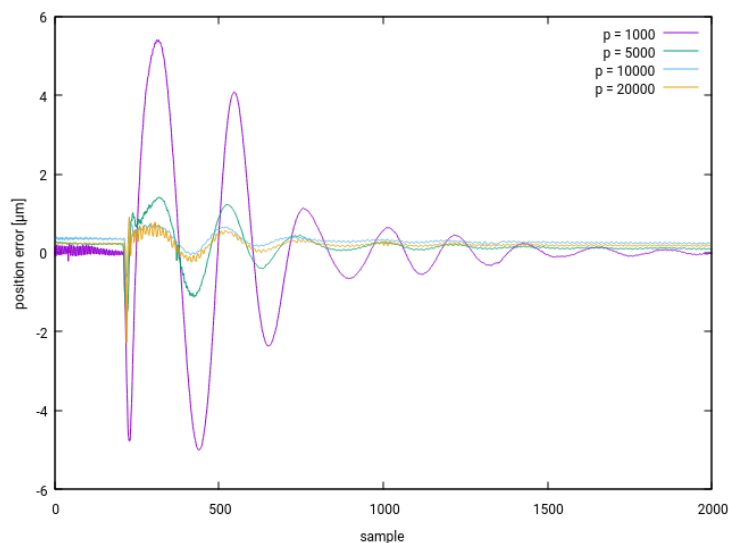
Obrázek 7: Odezva zpětné vazby, vlevo pro krok 10 mikrometrů, vpravo pro krok 100 nanometrů.



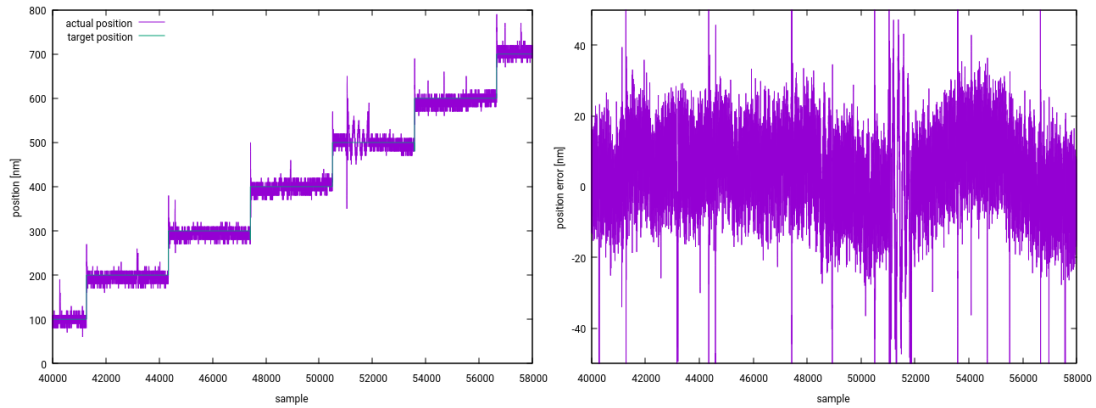
Obrázek 8: Odezva zpětné vazby pro měření po kruhové dráze, celek a detail.

Při pokusech o měření pomocí mikroskopie atomárních sil jsme si povšimli, že výše uvedené nastavení zpětné vazby nebylo ještě zdaleka optimální. Ve snímku optického mikroskopu, který využíváme pro nalezení vhodného místa na vzorku a pro seřízení stopy laseru na pružný držák hrotu, bylo patrné, že jakýkoliv mechanický impuls (například dotyk justážního šroubu při seřizování) vede k nezanedbatelnému rozkmitání systému. Tento jev jsme proto dále zkoumali, protože se ukázalo, že pro rozkmitání stačí i drobný dotyk optického stolu desítky centimetrů od zařízení, což by v praxi působilo nepochybně problémy. Na obrázku 9 můžeme vidět jak se podařilo jev do velké míry potlačit výrazným zvýšením hodnoty proporcionálního členu ve zpětné vazbě. Měření odezvy systému při pohybu po malých krocích jsou v tomto nastavení podstatně lepší, jak je možno vidět na obrázku 10. V tomto nastavení jsme také testovali možnosti pohybu po ještě menších krocích, 10 nm, a vyhodnocovali šum v každé z poloh. Na obrázku 11 je možno vidět, že až na některé polohy byl systém schopen udržet se na daném místě se střední kvadratickou hodnotou odchylek od požadované polohy (vyhodnocenou vždy z 2000 hodnot v dané poloze) jen lehce větší než 10 nm. To by již stačilo i na měření pomocí mikroskopických metod s vysokým rozlišením, například pro měření mikroskopem atomárních sil na oblasti 5 x 5 mikrometrů s rozlišením 500 x 500 pixelů, které typicky používáme při měření velmi jemné povrchové drsnosti. Vybočující body na grafu hodnot střední kvadratické hodnoty odchylek budou předmětem dalšího zkoumání a dávají tušit, že v oblasti zpětné vazby je ještě další prostor pro zlepšení. Pracovní hypotézou je, že se jedná o body, ve kterých přecházíme přes úhel, ve kterém inkrementujeme počet prošlých interferenčních proužků, a zároveň nám skočí hodnota funkce arkustangens. Nesouladem v časování vyhodnocení počtu proužků a funkce atan2() algoritmem Cordic bychom právě na takovém místě mohli dostat vybočující hodnoty chyby polohy.

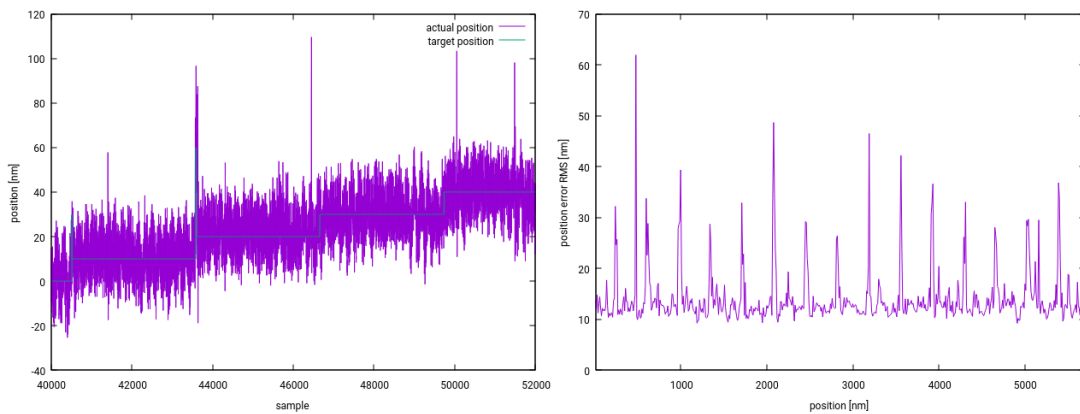
Nakonec jsme funkci optimalizované zpětné vazby zkontrolovali také při měření na kruhové dráze, obdobně jako při předchozích nastaveních. Výsledky je možno vidět na obrázku 12. Je dobré zdůraznit, že pohyb v obou osách je nezávislý a systém tedy nemá důvod pohybovat se mezi jednotlivými požadovanými body na kružnici po přímce - každá osa se do požadované polohy dostává samostatně a doba, kterou takový pohyb trvá, je dána vzdáleností v daném směru i hmotností, kterou je třeba přemístit (která je také různá).



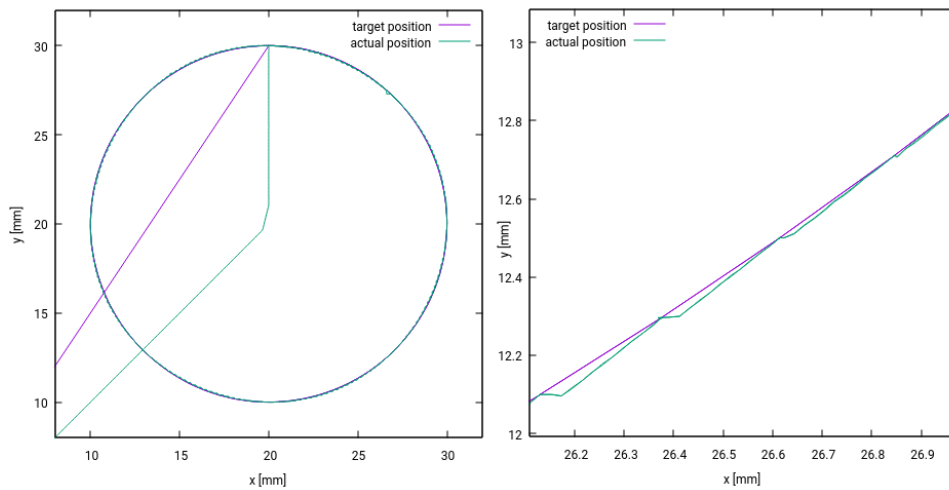
Obrázek 9: Odezva na vnější mechanický impuls pro různá nastavení proporcionálního členu zpětné vazby.



Obrázek 10: Odezva optimalizované zpětné vazby při pohybu po schodcích 100 nm.



Obrázek 11: Odezva optimalizované zpětné vazby při pohybu po schodcích 10 nm (detail několika schodků) a výsledná hodnota šumu pro cca 100 schodků.



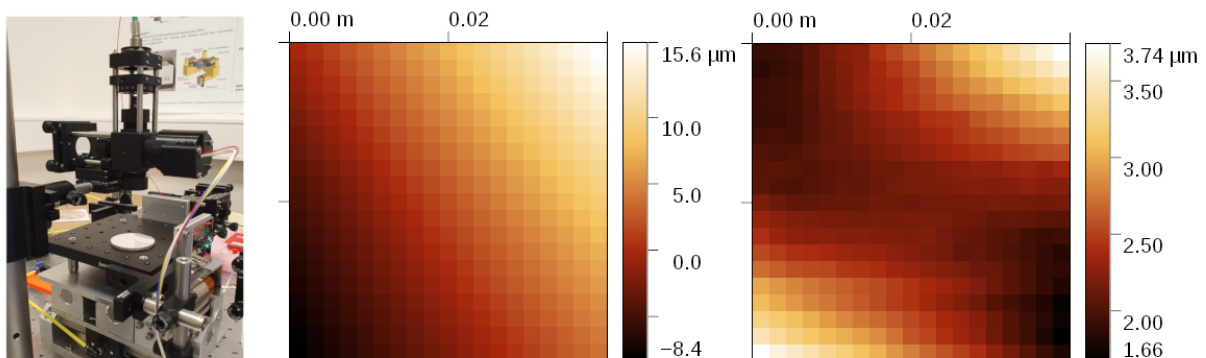
Obrázek 12: Odezva optimalizované zpětné vazby pro měření po kruhové dráze, celek a detail.

Parametry zpětné vazby v její aktuální podobě by umožnily měření až 2×10^{13} hodnot na ploše 5×5 centimetrů. Použijeme-li průměr oblíbený u firmy SIOS, která se zabývá vývojem interferometrů a polohovacích stolků, takový poměr měřené plochy a rozlišení by nám umožnil zmapovat zastavěnou část Brna (cca $10 \times 10 \text{ km}^2$) s rozlišením 2 mm. Polohovací systém NMM-1 od firmy SIOS je nicméně ještě cca 10x přesnější, čemuž odpovídá i cena cca 15 mil. Kč. Vzhledem k tomu, že je založen na obdobném principu, můžeme doufat, že i v našem případě bude možné další optimalizací přesnost ještě zvýšit.

2.1.3. Nerovinnost skeneru a šum v ose z

Jednou z největších otázek při návrhu polohovacího systému využívajícího vzduchová vedení bylo, nakolik bude takové lineární vedení stabilní v dalších osách, tj. nebude-li se celý systém nějakým způsobem pohybovat nejen v osách x a y , ale také v ose z . Zkušenosti z jiných metrologických institutů byly poměrně protichůdné, např. v PTB jsou vzduchová vedení využita pro poměrně složité přístroje, nicméně při diskuzích o jejich reálné (ne)stabilitě padala různá čísla, často neakceptovatelně velká. Každá konstrukce je nicméně jiná a nebylo možné dopředu stanovit, nakolik se v našem uspořádání (navíc s poměrně levnými průmyslovými ložisky) s parazitními pohyby setkáme.

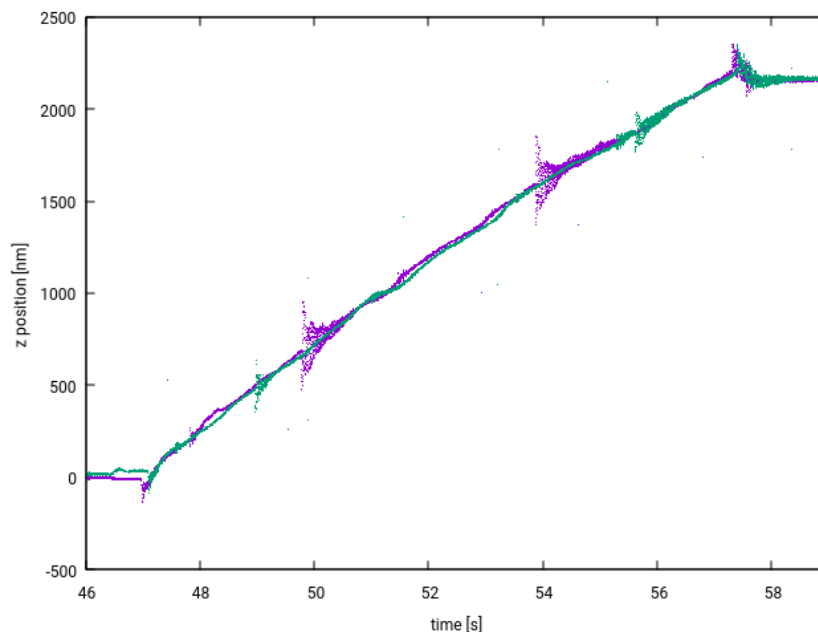
Pro analýzu pohybů v ose z jsme využili třetí interferometr, kterým jsme odměřovali rovinné zrcadlo položené na polohovacím systému, přičemž jsme pohybovali se stolem v pravidelném rastru v osách x a y . Výsledek mapování takové fiktivní nerovinnosti zrcadla (která je kombinací jeho reálné nerovinnosti a nerovinnosti polohování) je znázorněn na obrázku 13. Časová odezva na pohyb v ose xy je znázorněna na obrázku 14. Můžeme vidět především to, že celý stolek je vůči interferometru nakloněn. I po korekci tohoto náklonu je nerovinnost na ploše $4 \times 4 \text{ cm}$ cca 2 mikrometry. Nominální nerovinnost zrcátka po celé ploše je nicméně srovnatelná (5λ), nedá se tedy říct, že by polohovací systém měl nějaké vůle, které by zásadně zhoršovaly jeho stabilitu. Pokud bychom chtěli provádět měření na tak velké ploše, bylo by nutné použít přesnější zrcátko, nebo ještě lépe, nerovinnost kompenzovat.



Obrázek 13: Interferometr využitý při mapování nerovinnosti v ose z a mapa výšek při skenování zrcátka v rozsahu $4 \times 4 \text{ cm}^2$.

Podstatně horší je výsledek, který získáme, pokud analyzujeme dynamickou odezvu. Měření v této sekci byla prováděna s první verzí PID kontroléru, který i po optimalizaci parametrů zpětné vazby vykazoval nezanedbatelné oscilace při změně rychlosti (tj. například při zastavování v určeném místě). Tento jev se neblaze promítá také do odezvy na pojezd o 4 cm, znázorněné na obrázku 14. Zde vidíme, že vibrace způsobené nedokonalou zpětnou vazbou ovlivňují i polohu zrcátka v ose z , což by například pro měření pomocí dotykových metod (jako je mikroskopie atomárních sil) bylo velmi nepříznivé. Kromě toho jsme

pozorovali, že oscilace jsou patrné také na amplitudě interferometrických signálů používaných k řízení, tj. u interferometrů v ose x a y . Kombinace rychlých změn síly a nesymetrického umístění cívek vůči vzduchovému vedení patrně vede k rotaci stolku podél normály k jeho povrchu. Je tedy zřejmé, že řízení zpětné vazby musí být prováděno velmi citlivě. Jak bude zřejmé z další části zprávy, v aktuálním nastavení zpětné vazby bylo možné provádět měření pomocí dotykových metod bez jakýchkoliv obtíží, takže tento požadavek byl splněn.

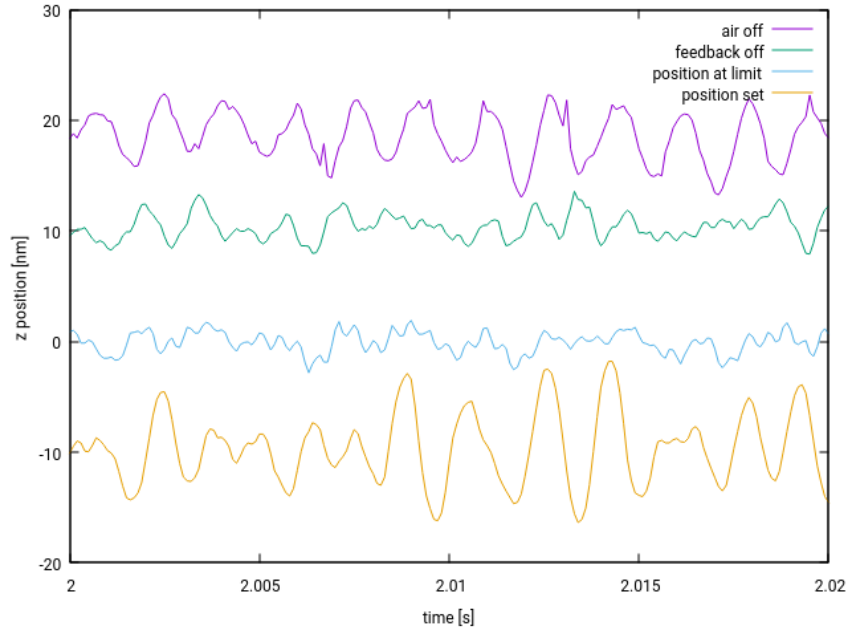


Obrázek 14: Odezva v ose z na pohyb v ose xy (diagonální profil).

Další parametr, který můžeme v této testovací sestavě analyzovat je šum ve směru osy z , pokud stolek stojí. Při návrhu konstrukce panovaly obavy, že vzduchová ložiska budou do sestavy přidávat mechanické vibrace. Průtok vzduchu ložiskem není zdaleka zanedbatelný a vzduch musí někudy odcházet, což by mohlo vést k nežádoucím jevům. Šum v ose z , naměřený v různých situacích, je vyneseno na obrázku 15. Jedná se o měření za různých podmínek: s vypnutým přívodem vzduchu, s vypnutou zpětnou vazbou, se zapnutou zpětnou vazbou a stolkem mechanicky blokováným a se stolkem v konkrétní aktivně kontrolované poloze (tj. tak, jak by se využíval v praxi). Můžeme vidět, že již uchycení samotného interferometru je poněkud nestabilní a můžeme na něm pozorovat vibrace i v případě, že je stolek zcela vypnutý. Při zapnutí přívodu vzduchu se paradoxně vibrace o něco sníží a opět se zvýší, až když je stolek ve zpětné vazbě. Nedá se nicméně říct, že by vibrace byly zásadně větší než v případě, kdy je stolek vypnutý a obavy o negativní vliv využití vzduchového vedení na celkový šum v systému se tedy nepotvrdily.

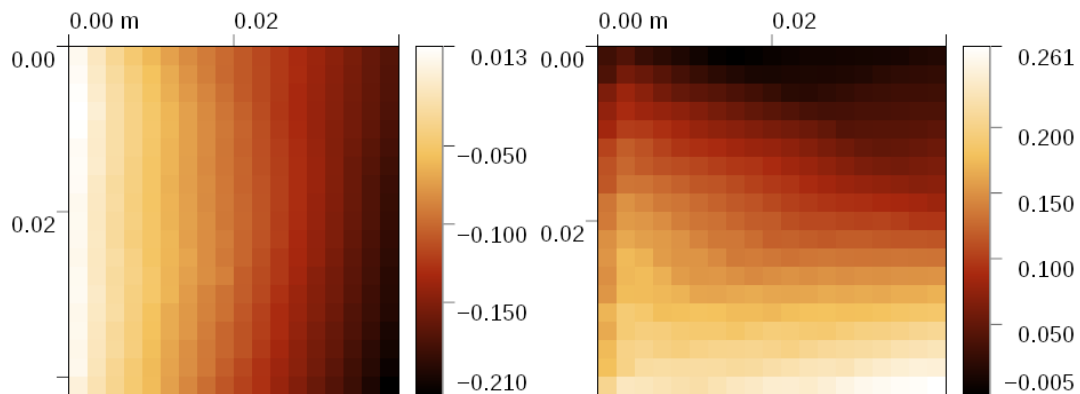
2.1.4. Tuhost systému

Při řízení polohování pomocí cívek, tj. generováním síly, je žádoucí, aby celý systém pokud možno co nejméně kladl odpor a to zejména v závislosti na poloze. To minimalizuje potřebu použít do cívek setrvalý elektrický proud, což by vedlo k jejich zahřívání. Pokud by síla působící proti cívkám byla velká, přiblížili bychom se z pohledu řízení k převodníku napětí-vzdálenost se všemi jeho nechtěnými souvisejícími s potřebou napěťového výstupu s velmi vysokou přesností. V ideálním případě bychom rádi do cívek



Obrázek 15: Šum v ose z měřený za různých podmínek.

pouštěli proud, jen když je potřeba udělit stolku nějaké zrychlení. Vinou přívodních kabelů k cívkám a hadiček k vzduchovým vedením se nicméně jisté vratné síle nevyhneme. Na obrázku 16 je možno vidět závislost výstupu zpětné vazby na poloze, tj. hodnoty výstupu, které byly potřebné pro překonání této vratné síly. Celý rozsah hodnot výstupu od -1 do 1 odpovídá po zesílení cca ± 3 V. Hodnota +1 by v tomto obrázku tedy odpovídala maximální síle generované cívkou v jednom směru, hodnota -1 maximální síle generované cívkou v opačném směru. Můžeme vidět, že vratná síla není zanedbatelná. Po zkušenostech z provozu, které jsme získali v druhé etapě řešení úkolu, jsme proto vodiče dodané výrobcem nahradili vodiči podstatně pružnějšími a tím snížili proudy potřebné pro polohování cca 5x. Konkrétní hodnoty proudů ve finálním stavu závisí více na vodorovnosti optického stolu než na tuhosti přívodních vodičů, tj. vliv gravitace je dominantním faktorem, který je nicméně možné potlačit lepším seřízením stolu.



Obrázek 16: Mapa napětí na cívkách potřebného pro skenování s přívodními vodiči od výrobce cívek.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 19/43
--	---	---	---------------------------------------

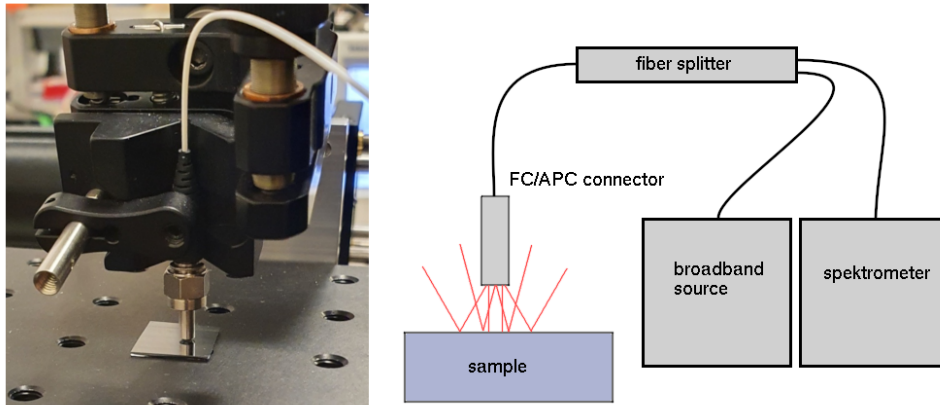
2.2. Detekční jednotky

S ohledem na velký dostupný volný prostor nad polohovacím systémem je možné nad vzorek snadno umístit různé typy sond - v principu cokoliv, co je schopno lokálních měření. V této části popisujeme především různé jednoduché sondy, které jsme sestavili pro testy koncepce hybridních měření. Pro většinu z nich jsme využili dostupné optické a mechanické komponenty a většinu z nich by bylo také možné dále vylepšovat, zejména co se týče prostorového rozlišení či mechanické stability. S ohledem na fakt, že smyslem úkolu bylo prozkoumat oblast měření více metodami dohromady, jsme se nicméně optimalizací jednotlivých sond nezabývali a naším cílem bylo spíše zmapovat celé spektrum možností, které integrace sond nad polohovací systém nabízí, a identifikovat zajímavé směry pro další vývoj.

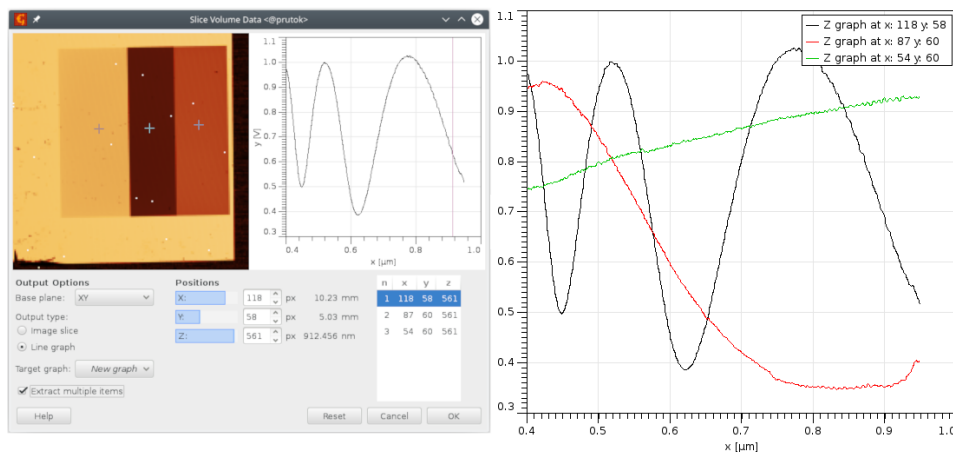
2.2.1. Sonda pro měření spektroskopické odrazivosti

Měření spektroskopické odrazivosti využíváme zejména při analýze tenkých vrstev. Měření provádíme ve směru normály povrchu, tj. vzorek osvětluje kolmo shora, a ve stejném směru vyhodnocujeme, kolik se odrazilo světla o dané vlnové délce. Vlivem interference světla ve vrstvě můžeme na výsledném spektru pozorovat řadu minim a maxim, která souvisí s tloušťkou vrstvy a jejími optickými vlastnostmi. Často je obtížné separovat oba vlivy, tj. vliv indexu lomu a tloušťky vrstvy, protože metoda je reálně citlivá na kombinaci obojího. Z tohoto pohledu se metoda jeví jako vhodná pro hybridní kombinaci s jinou metodou, která by nebyla optickými vlastnostmi vrstvy ovlivněna, jako je například mikroskopie atomárních sil. Plošné měření odrazivosti může být využito například při analýze nehomogenity tenkých vrstev dané depozičními podmínkami, nebo při analýze speciálních vzorků s mikrostrukturami používaných v metrologii tenkých vrstev. Pro tyto účely na našem oddělení typicky používáme zobrazovací reflektometr, ve kterém analyzujeme lokální odrazivost ze záznamů obrazu (tj. fotografií) vrstvy při různých vlnových délkách použitých pro osvětlení. Co se týče prostorového rozlišení, je to patrně nejlepší metoda, nicméně vyžaduje použití samostatného přístroje i poměrně složité zpracování dat. V tomto případě jsme se pokusili o podstatně jednodušší měření, využívající malé reflexní sondy, kterou skenujeme oblast zájmu na vzorku. Sonda je v našem případě tvořena jednou z větví optického cirkulátoru. Do něj vstupuje širokospektrální záření ze zdroje Avantes AvaLight-DHc. Vláknem, které se nachází na opačné straně cirkulátoru se i se svým SMA konektorem pohybuje v těsné blízkosti vzorku. Svazek vycházející z vlákna je v principu divergentní, nicméně předpokládáme, že s ohledem na jeho malý průměr (cca 100 mikrometrů, jedná se o multimódové vlákno) a řádově větší vzdálenost vlákna od měřeného povrchu se zpět do vlákna vrací jen zrcadlový odraz. Nepoužíváme tedy žádné dodatečné optické komponenty pro kolimaci svazku a očekávané rozlišení je srovnatelné s průměrem multimódového vlákna. Ten je třetí větví cirkulátoru odveden do spektrofotometru Avantes AvaSpec-HS1024x122TEC. Měření probíhá bod po bodu, v nejjednodušším případě tedy skenujeme postupně v pravidelném rasteru a v každém bodě snímáme jedno spektrum. Spektra jsou po načtení ze spektrofotometru ukládána jako objemová data programu Gwyddion.

S ohledem na velikost vlákna můžeme předpokládat, že prostorové rozlišení takové sondy bude v nejjednodušším případě cca 100 mikrometrů. I to je nicméně dostačující pro mapování řady vzorků, které využíváme. Na obrázku 17 je znázorněno schéma optického zapojení a fotografie sondy. Na obrázku 18 je znázorněn výstupní soubor s jedním vybraným spektrem, tak jak jej zobrazuje modul na prohlížení objemových dat programu Gwyddion. Toto měření bylo provedeno na prototypu vzorku pro testování rastrovací termální mikroskopie (S_{Th}M) vyrobeného v rámci projektu Quantiheat univerzitou v Glasgow. Jedná se o tři vrstvy SiO₂ různých tlouštěk, deponované na křemíku. V každém bodě mapy (zde 120 x 120 bodů) je jedno spektrum. Data jsou v tomto případě podělena referenčním spektrem, které je na počátku měření získáno z oblasti vzorku, kde není žádná tenká vrstva. Obdobně by bylo možné vedle vzorku položit referenční materiál, například kousek křemíku. V rámci maximální skenované plochy 5 x 5 cm² je pro umístění

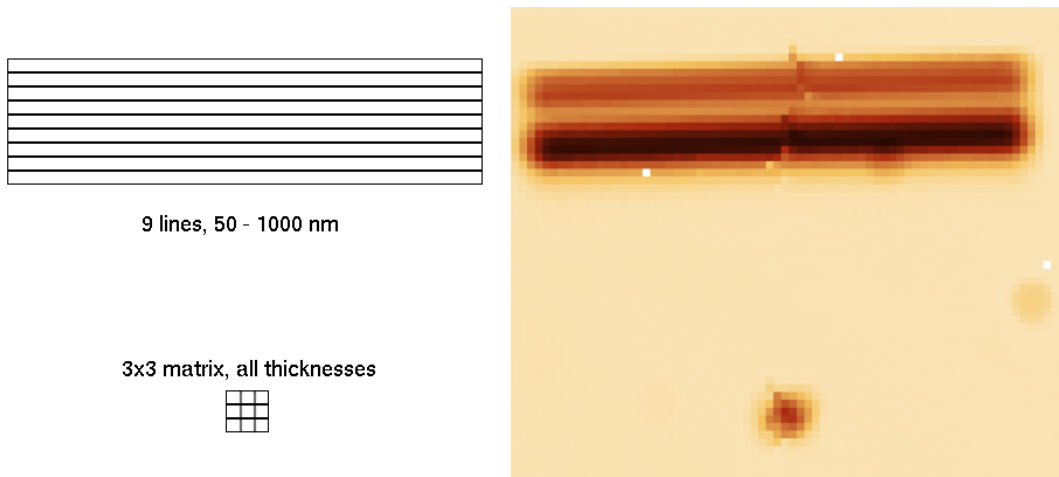


Obrázek 17: Fotografie a schéma sondy pro měření spektroskopické odrazivosti.

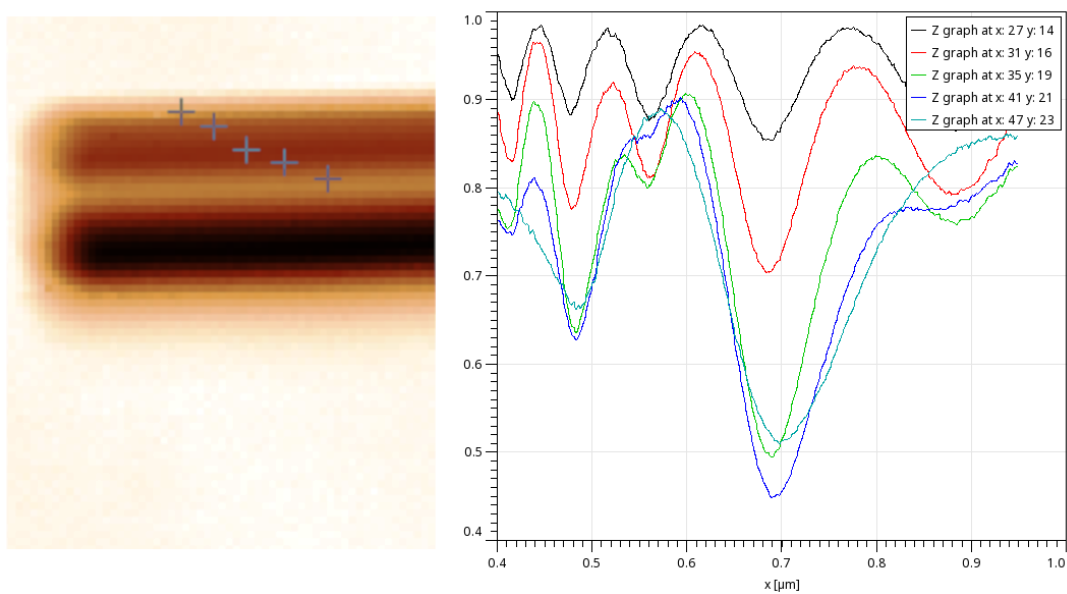


Obrázek 18: Výsledná objemová data z měření spektroskopické odrazivosti, zobrazena je celá mapa a jedno vybrané relativní spektrum odrazivosti.

takového vzorku místa dostatek. Na obrázku 18 je možné vidět jak vypadají spektra z jednotlivých vrstev. Výsledné mapy vypadají poměrně slibně co se týče rozlišení, rozhodli jsme se proto vyzkoušet i vzorek pro SThM druhé generace, který také v rámci projektu Quantiheat vyrobili na univerzitě v Glasgow. Motívy na tomto vzorku jsou podstatně menší: jejich velikost je 30 mikrometrů, zahrnují 9 tlouštěk vrstvy a mají formu úzkých pásků a matice 3 x 3. Na obrázku 19 je vidět schéma vzorku a přehledový obrázek z měření odrazivosti. Na obrázku 20 můžeme vidět výsledné měření, které bylo provedeno s krokem 8 mikrometrů. Je patrné, že již nejsme schopni rozlišit jednotlivé oblasti vzorku. Spektrální signál je výsledek odrazu z více vrstev současně (kromě měření na okraji první vrstvy, které je patrně kombinací měření na křemíku a vrstvě). Z výsledků získaných tímto a předchozím experimentem nejsme schopni přesně stanovit rozlišení tohoto typu sondy, nicméně je možné je odhadnout, jak z (ne)rozlišených detailů, tak ze strmosti hrany mezi jednotlivými oblastmi. Odhad rozlišení je 105 mikrometrů, což je velmi blízké nominální hodnotě velikosti vlákna. Předpoklad o nezávislosti výsledku na divergující části svazku vystupujícího z vlákna se v tomto směru tedy potvrdil, měření pracuje jen s částí svazku, která se odrazí kolmo zpět.



Obrázek 19: Schéma SThM vzorku nové generace z projektu Quantiheat a řez objemovými daty v jedné vlnové délce.

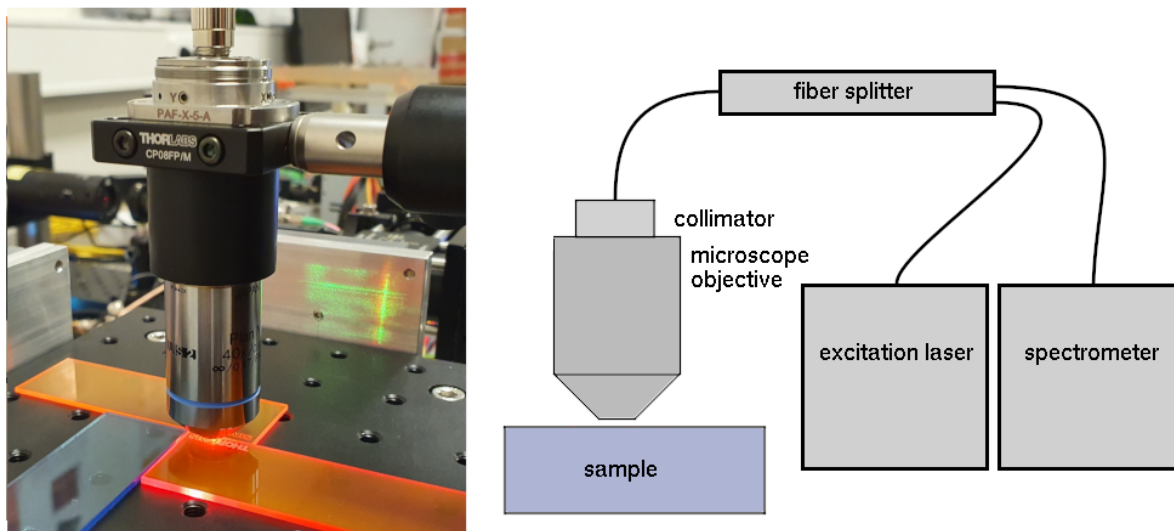


Obrázek 20: Výsledná objemová data z měření spektroskopické odrazivosti na SThM vzorku nové generace z projektu Quantiheat, zobrazena je celá mapa a několik vybraných spekter.

2.2.2. Sondy pro měření fluorescence

Měření fluorescence je hojně využívaná experimentální technika, se kterou se setkáváme zejména v oblasti živých věd. Nachází nicméně využití také při studiu 2D materiálů či kvantových teček, což jsou oblasti, ve kterých jsme se s tímto typem měření v minulosti také setkali. Pro měření fluorescence běžně využíváme jednoduchý mikroskop vybavený LED zdrojem ultrafialového záření (375 nm), děličem (filtrem), který odráží ultrafialovou část spektra a propouští ostatní části, sadou filtrů pro potlačení zbytkového excitačního signálu a kamerou s vysokým rozlišením. Takové měření je poměrně rychlé a setkali jsme se s ním ve zprávě o úkolu technického rozvoje v roce 2020. Nevýhodou je, že výsledkem nejsou fluorescenční spektra, ale jen integrální hodnota fluorescence v každém pixelu. Pokud bychom tedy chtěli například rozlišit dva různé materiály, museli bychom dopředu znát jaká spektra materiály mají a podle toho použít vhodně zvolenou kombinaci filtrů a víc měření.

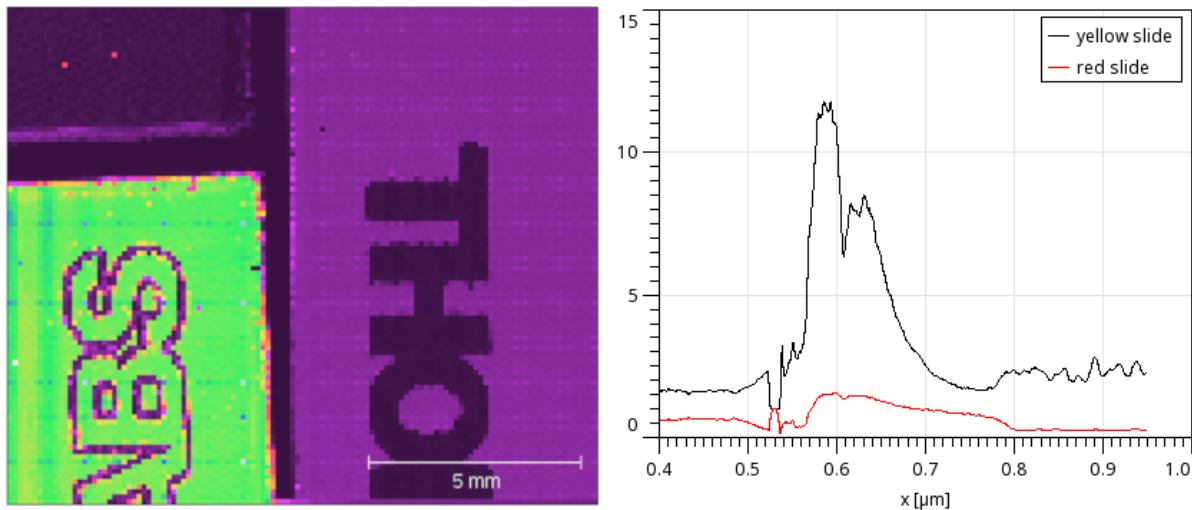
V této zprávě popisujeme alternativní metodu využívající lokální sondu, která měří jednotlivá fluorescenční spektra bod po bodu. To je podstatně pomalejší přístup, nicméně poskytuje to řádově větší množství dat. Sonda využívá stávající lasery pro excitaci fluorescence; v době konstrukce sondy byl k dispozici pouze laser Nd:YAG s vlnovou délkou 532 nm a v procesu nákupu byl další laser s vlnovou délkou 405 nm. Schéma sestavy je na obrázku 21. Opět je využit vláknový dělič. Tentokrát nicméně již neosvětlujeme a nesbíráme jen koncem jeho vlákna, ale využíváme 40x zvětšující objektiv, do kterého je světlo z vlákna přivedeno kolimátorem. Stejnou cestou se sbírá fluorescenční signál, aby byl po průchodu vláknovým děličem přiveden na vstup spektrofotometru.



Obrázek 21: Fotografie a schéma sondy pro fluorescenční měření.

Pro testování funkčnosti sondy jsme na stolek polohovacího systému umístili tři testovací fluorescenční podložní sklíčka od firmy Thorlabs, každé s jinou absorpční a excitační vlnovou délkou. Modré sklíčko by mělo být zcela mimo rozsah našeho zařízení (excitujeme zeleným světlem) a oranžové a červené sklíčko by měly vykazovat různou měrou fluorescence. Mapa získaná měřením fluorescence v oblasti, kde se všechna tři sklíčka dotýkají, je na obrázku 22, spolu s jedním spektrem z oranžového a jedním spektrem z červeného sklíčka. Fluorescenční signál z modrého sklíčka bylo v tomto případě použito jako reference, aby byla odstraněna excitační vlnová délka. Z tohoto prvního měření je patrné, že by bylo nicméně mnohem vhodnější excitační vlnovou délku potlačit pásmovým filtrem, jako to bylo prováděno následně, protože

zbytečně dochází k přebuzení spektrofotometru. Spektra obecně po podělení malým signálem z modrého sklíčka nejsou hezká, takže se také nejedná o vhodnou referenci. I tak můžeme vidět, že zařízení je schopno produkovat mapy fluorescenčních spekter, které by bylo možné kombinovat s jinými měřicími metodami.

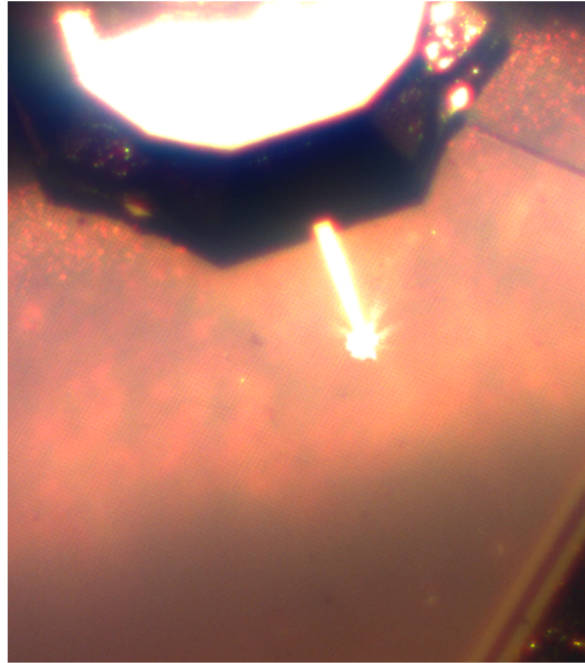
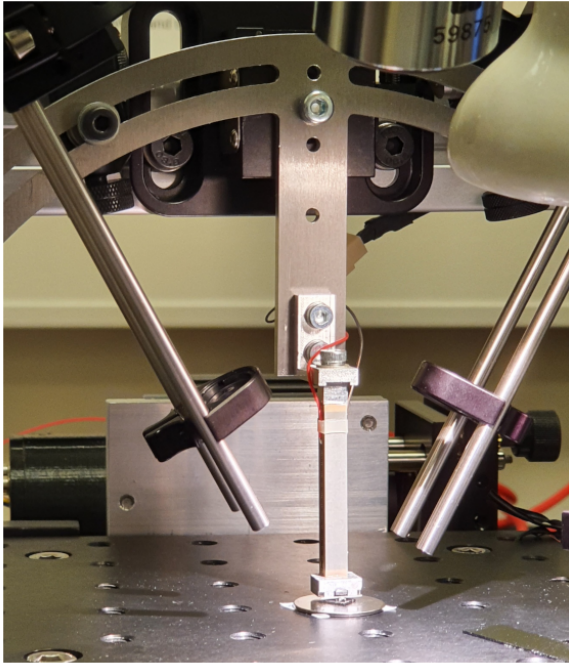


Obrázek 22: Výsledek fluorescenčního mapování tří testovacích podložních sklíček (modré, oranžové, červené) a spektrum z jednoho bodu na žlutém a jednoho bodu na červeném sklíčku. Modré sklíčko je na snímku vlevo nahoře, červené vlevo dole a oranžové vpravo.

2.2.3. Mikroskopie atomárních sil

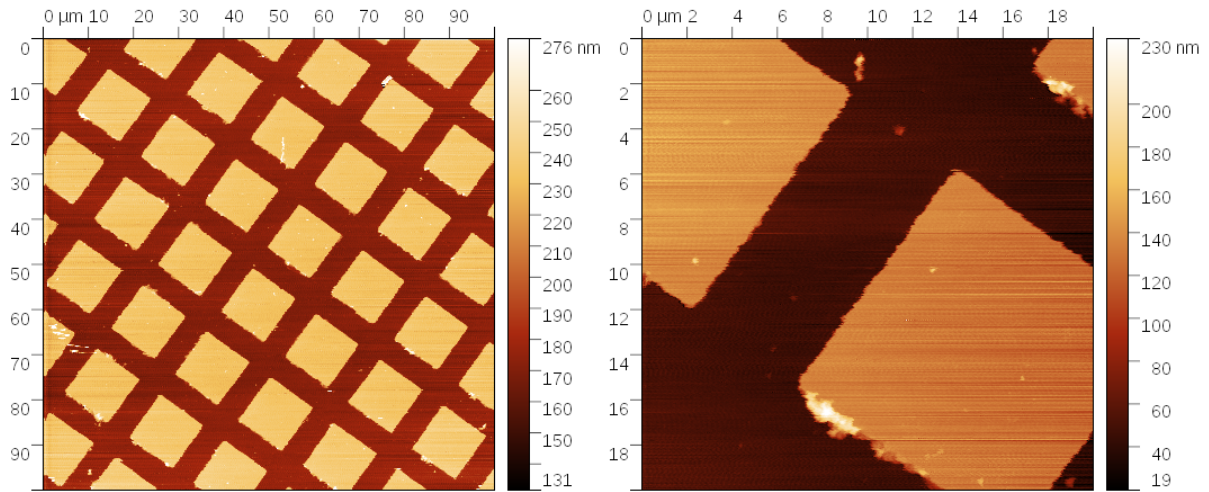
Měření pomocí některé z metod rastrovací sondové mikroskopie (SPM - Scanning Probe Microscopy) patří v oblasti nanometrologie k jedné z nejčastějších experimentálních metod. Pomocí různě funkcionalizovaných sond je možné měřit různé fyzikální veličiny s prostorovým rozlišením až na atomární úrovni. V této zprávě popisujeme testování jednoduché detekční jednotky pro měření topografie metodou mikroskopie atomárních sil, která do této rodiny patří a je svým způsobem základem všech těchto metod.

Detekční jednotka je znázorněna na obrázku 23. Pro detekci interakce mezi hrotem a povrchem využívá léty prověřenou technologii optické detekce ohybu držáku hrotu, ve které využíváme odrazu laserového svazku od pružného elementu, na kterém je umístěn hrot mikroskopu a následně odražené světlo snímáme polohově citlivým detektorem, například kvadrantní diodou. Pokud známe ohyb pružného elementu (držáku hrotu, tzv. cantileveru) a jeho tuhost, jsme schopni vyhodnotit sílu a tu pak ve zpětné vazbě udržovat konstantní. Detekční jednotku jsme vytvořili kombinací běžných optomechanických komponent. Pokusili jsme se přitom o minimalizaci velikosti stopy na cantileveru, což byla největší inovace oproti námi dříve sestaveným detekčním jednotkám. Toho je dosaženo využitím kolimovaného světla ze stabilizovaného laseru přivedeného do detekční jednotky optickým vláknem namísto starší koncepce využívající laserové diody a asférické čočky. Kombinací kolimátoru a další čočky jsme schopni světlo fokusovat na plochu o řádové velikosti cca 5 mikrometrů, což umožňuje zcela potlačit nežádoucí dopad světla na vzorek, který i v případě komerčních mikroskopů vede k přítomnosti nežádoucích interferenčních jevů při měření. Pro pohyb v ose z využíváme piezoelektrický převodník, který je napájen pomocí zesilovače od firmy Thorlabs.

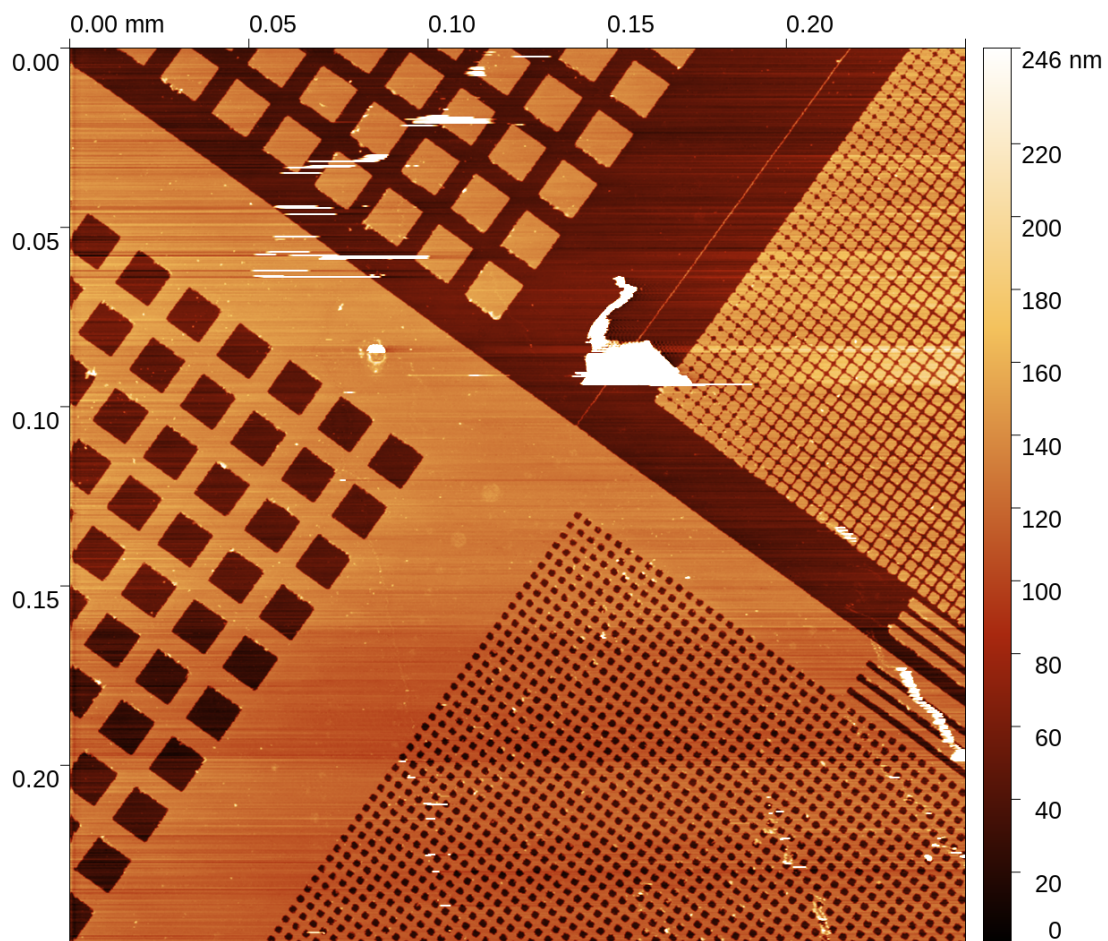


Obrázek 23: Detekční jednotky pro mikroskopii atomárních sil a snímek z optického mikroskopu zachycující oblast s pružným držákem hrotu (cantileverem), hrotem a měřeným vzorkem, zde difrakční mřížkou.

Zpětná vazba je řízena pomocí dalšího modulu RedPitaya, s využitím rychlých 14bitových převodníků a implementace PID kontroléru na hradlovém poli FPGA. Na obrázku 24 můžeme vidět výsledek měření difrakční mřížky od firmy Bruker, která se v mikroskopii atomárních sil používá často jako referenční vzorek. Je možno vidět, že můžeme zmenšovat velikost snímku do hodnoty 20×20 mikrometrů, aniž by to mělo vliv na kvalitu. U ještě menších zobrazovaných oblastí, tj. například 5×5 mikrometrů při zachování stejného množství pixelů (500×500) již narážíme na limit šumu stolku v laterálním směru. Ten je, jak bylo zmíněno v předchozím textu, řádově 10 nm a nemá proto smysl snažit se měřit se srovnatelnou či menší velikostí pixelu. Naopak můžeme systém snadno využít pro měření na velkých plochách až centimetrových. Měření na o něco větší ploše je demonstrováno na obrázku 25. Jedná se o oblast, kde se na stejném vzorku stýkají čtyři různé typy mřížek. Náklon vzorku nám bohužel neumožnil měřit na ještě větší oblasti, nicméně i tak bylo tímto měřením možné otestovat stabilitu systému (měření trvalo cca 3 hodiny). Měření na velkých plochách je přitom jedním ze základních postupů při snižování nejistoty při měření podobných referenčních vzorků - perioda vyhodnocená z velkého množství motivů má velmi malou nejistotu.



Obrázek 24: Výsledek měření difrakční mřížky pomocí mikroskopie atomárních sil.



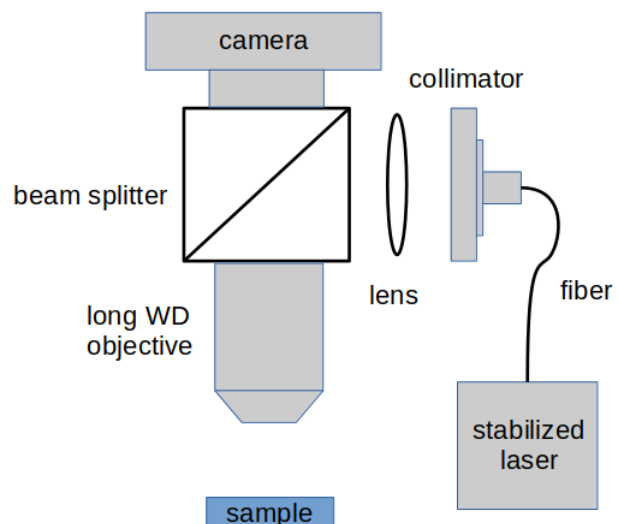
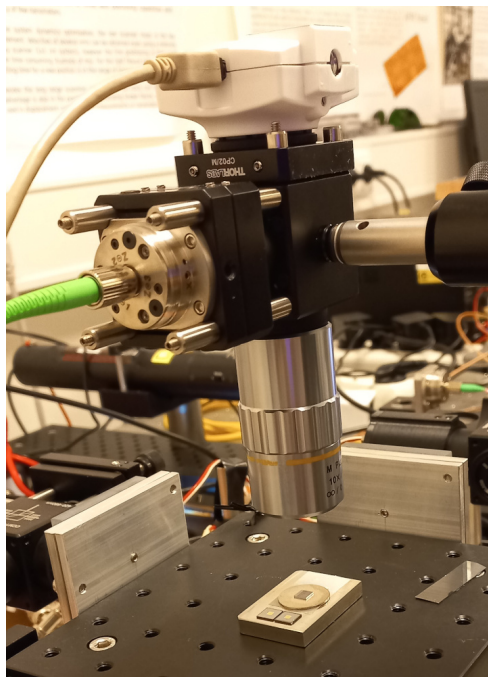
Obrázek 25: Výsledek měření difrakční mřížky pomocí mikroskopie atomárních sil na velké ploše. Defekty jsou způsobeny prachem na vzorku využívaném cca rok pro různé testy detekčních jednotek pro AFM.

2.2.4. Senzor pro měření rozptylu

Na obrázku 26 je fotografie a schéma senzoru pro měření světla rozptýleného od povrchu vzorku. Typicky se jedná o difrakční mřížky. Necháme-li na takovýto objekt dopadat laserový svazek, můžeme díky interferenci světla pozorovat kamerou difrakční obrazce podobné těm, které jsou uvedeny na obrázku 27. Odměření poloh maxim pro jednotlivé difrakční řády jsme pak schopni určit periodu dané mřížky a to v obou osách. Ve standardní konfiguraci, kterou pro svá měření používají např. kolegové z Laboratoře primární metrologie v Praze, necháme na mřížku dopadat kolimovaný svazek a ve vzdálenosti několika metrů odečítáme polohy jednotlivých maxim. Abychom byly schopni celou sestavu miniaturizovat a použít ji tak v kombinaci s budovanou hybridní platformou, museli jsme použít navíc čočku, objektiv s velkou pracovní vzdáleností a kameru. Výsledkem je, že difrakční maxima minimálně prvního řádu jsme schopni zachytit na čipu kamery, který měl v našem případě velikost 1/1,8". Ve standardní konfiguraci bychom byli schopni pomocí vzorce

$$\sin \phi_k = \frac{k\lambda}{a}$$

vypočítat periodu mřížky a ze znalosti vlnové délky λ a úhlu ϕ_k , který pro daný difrakční řád k můžeme vypočítat ze vzdálenosti mřížky od stínítka, kde odečítáme vzdálenosti maxim daného řádu od nultého řádu (zpětný odraz laserového svazku). V případě naší sestavy bychom tak analogicky museli přesně znát vzdálenost objektivu od vzorku a detailní rozložení jednotlivých pixelů na čipu použité kamery. Jako jednodušší řešení se jeví kalibrace jednotlivých snímků pořízených kamerou pomocí mřížky se známou periodou. Co se vlnové délky laserového svazku týče, využili jsme frekvenčně stabilizovaný Nd:YAG laser, kde známe vlnovou délku s nejistotou 1,5 pm. Příklad měření je pro dvě různé difrakční mřížky uveden na obrázku 27. Rozlišení senzoru, jak jsme ho odhadli v pokusech na různých mřížkách popsanych v následující kapitole je lepší než 30 μm .



Obrázek 26: Fotografie a schéma senzoru pro měření rozptylu.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 27/43
--	---	---	---------------------------------------



Obrázek 27: Difraktogramy pořízené na mřížkách s různě velkými periodami.

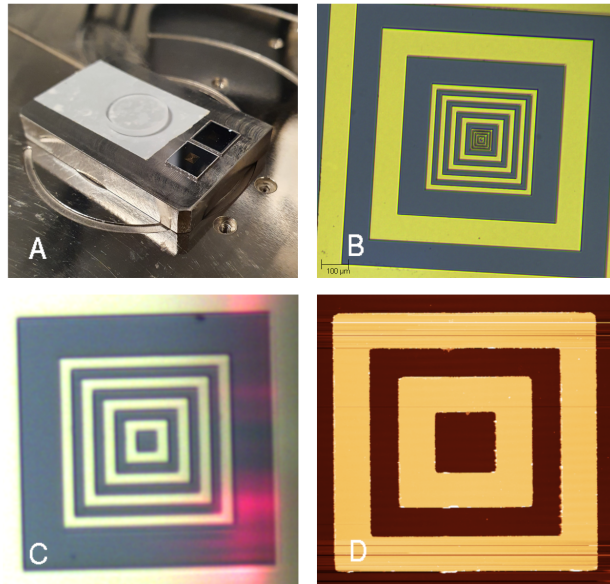
2.3. Držák vzorku pro hledání oblastí zájmu

Jak bylo zmíněno v úvodu kapitoly, často se setkáváme s případy, kdy chceme měřit pomocí specializovaných přístrojů a stále potřebujeme vzorky změřit na stejných místech a pokud možno tak, aby bylo možné data sesouhlasit a následně zpracovávat dohromady. Typickým příkladem, kdy taková měření provádíme téměř rutinně je nanoindentace. Při ní vyrobíme ve zkoumaném vzorku vtačováním ostrého hrotu vtisky a ty následně měříme pomocí mikroskopie atomárních sil. Metodika opětovného nalezení vtisku (který může být velký desítky až stovky nanometrů, tj. neviditelný na optickém mikroskopu) dosud vycházela z různých značek na povrchu vzorku, vytvořených například fixem, pomocí vtisků při podstatně větších silách, nebo využívajících přirozeně se vyskytujících defektů na povrchu. Ani tak nebylo nalezení stejného místa vždy jednoduché. Obdobný problém řešíme při skládání dat z jakýchkoliv jiných přístrojů - u některých vzorků můžeme použít například okraje vzorku, jeho rohy, ale i ty jsou někdy špatně viditelné, případně je vzorek kruhového tvaru a rohy postrádá.

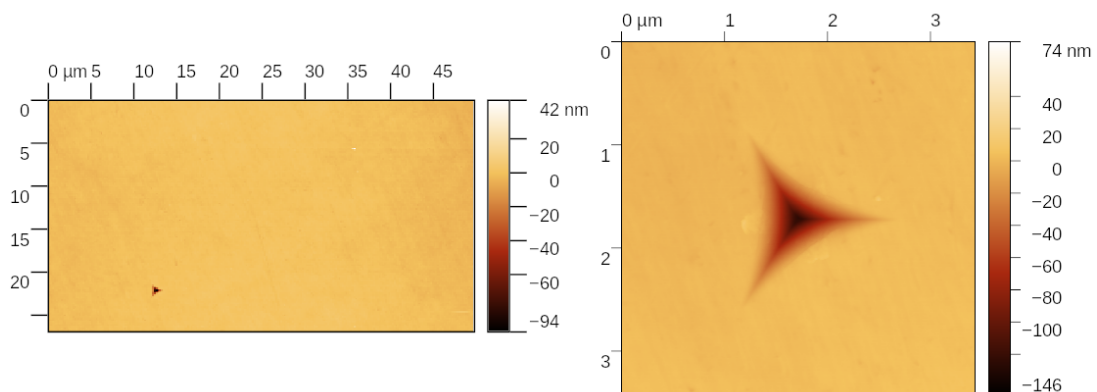
Abychom zjednodušili fúzi dat, nechali jsme vyrobit v CEITEC VUT zaměřovací struktury pomocí litografie a ty připevnili na přenosný držák vzorku tvořený invarovou destičkou. Zaměřovací struktury jsou tvořeny soustřednými čtverci; motiv je tvořen zlatou vrstvou na křemíkové podložce. To zajišťuje dostatečný kontrast ve většině optických metod a zároveň možnost měřit na struktuře i pomocí dotkových metod jako je mikroskopie atomárních sil. Ukázka zaměřovací struktury jak ji vidíme různými mikroskopy je uvedena na obrázku 28. Na držáku vzorku jsou tyto struktury umístěny dvě a jejich kombinací můžeme vytvořit lokální souřadný systém, který nám pomůže v různých zařízeních nalézt stejnou oblast zájmu.

Držák vzorku jsme vyzkoušeli pro sestavu nanoindentor - mikroskop atomárních sil, což je velmi častý typ kombinovaného měření. Pomocí optického mikroskopu a polohovacího systému v nanoindentoru UNHT od firmy CSM Instruments jsme identifikovali středy obou zaměřovacích struktur a vytvořili lokální souřadný systém. Poté jsme provedli indentaci do vzorku taveného skla, který byl umístěn na držáku vzorku. Držák vzorku jsme přemístili do rastrovacího mikroskopu Dimension Icon od firmy Bruker a pomocí optického mikroskopu a polohovacího systému jsme zavedli stejný souřadný systém. To nám umožnilo provést měření tvaru otisku indentoru jak je ukázáno na obrázku 29. Je třeba zdůraznit, že vtisk indentoru je velmi malý a není na optickém mikroskopu v zařízení Dimension Icon vidět, tj. bez využití držáku se zaměřovacími strukturami bychom jej nebyli schopni nalézt. Chyba nalezení byla cca 20 mikrometrů. To je dáno kombinací více faktorů - přesnost polohovacích systémů je v řádu mikrometrů, navíc bylo v obou zařízeních nutné zaostřovat do různých výšek (tavené sklo má větší tloušťku než křemíkový vzorek se zaměřovacími strukturami). Oba tyto jevy vedou k různým náhodným i systematickým chybám.

I tak je dosažená přesnost dostačující pro měření, protože hledaný vtisk je již v oblasti, kterou můžeme v mikroskopu skenovat a vtisk indentoru nalézt.



Obrázek 28: Struktura určená pro hledání oblasti zájmu: optický snímek v nízkém rozlišení a AFM snímek středu struktury.



Obrázek 29: AFM snímek vtisku nanoindentoru na taveném skle - přehledový snímek se středem ve vypočtených souřadnicích a detail.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 29/43
--	---	---	---------------------------------------

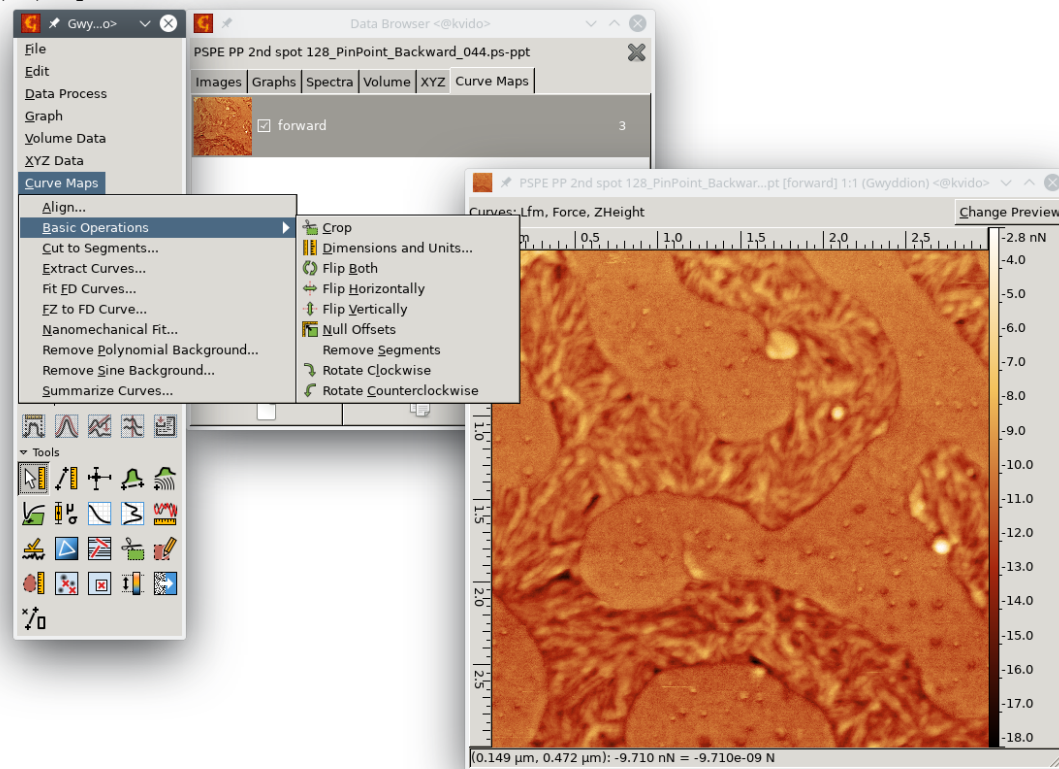
2.4. Softwarové nástroje pro zpracování dat

Zpracování dat v rámci hybridní metrologie může mít mnoho podob v závislosti na tom, jaké fyzikální vlastnosti vzorku nás zajímají a jaké metody využijeme pro měření, nedá se tedy mluvit o obecném přístupu. V této kapitole se proto věnujeme jen některým aspektům zpracování měřených dat, zejména těm, které souvisí s novými možnostmi volně šiřitelného programu Gwyddion, na jehož vývoji se dlouhodobě podílíme. Budeme se přitom zabývat jen typem úloh, kdy chceme porovnávat data naměřená různými metodami na stejném místě.

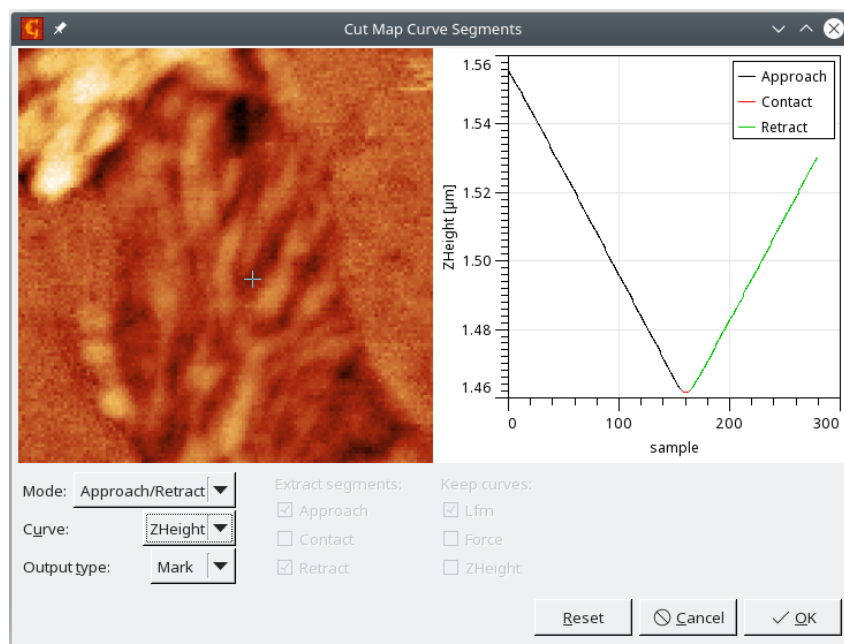
Klíčovým prvkem pro zpracování dat z více metod je mít možnost data vzájemně sesouhlasit v prostoru a vzájemně je při zpracování přiřadit. Prvním aspektem se zabýváme především po hardwarové stránce - s využitím platformy pro hybridní měření můžeme s různými sondami naměřit data ve stejném rastru a na stejných místech. Co se zpracování týče, můžeme využít kombinace různých datových typů v programu Gwyddion. Může se jednat o 2D mapy - mapy topografie, elektrického proudu, tepelné vodivosti, integrální fluorescence. Může se jednat o objemová, tj. 3D data reprezentující nějakou závislost v každém pixelu - magnetické pole nad vzorkem či reflexní spektra. A konečně se může jednat o zcela obecná spektra naměřená v každém pixelu, zahrnující obecný počet křivek nestejné délky - křivky síla-vzdálenost, IV charakteristiky, apod. Právě pro tento třetí typ dat jsme v letošním roce vytvořili řadu nástrojů, a přestože byly zčásti vyrobeny s finanční podporou firmy Park Systems, mají velký přesah do zpracování dat v hybridní metrologii a zabývali jsme se jimi proto i v tomto úkolu technického rozvoje.

Mapa křivek je nový datový typ v Gwyddionu, reprezentovaný n-ticí sad bodů v každém pixelu rastrované plochy. Příkladem mohou být měření síla-vzdálenost-tok tepla, které jsme prováděli v rámci řešení úkolu technického rozvoje v minulém roce. V té době jsme data reprezentovali jako několik objemových datových typů - kvádrů, kdy jeden reprezentoval výšky nad povrchem, další sílu mezi hrotem a povrchem, další tok tepla, apod. Při zpracování dat jsme museli tyto kvádry použít všechny a tedy mimo jiné vědět, který je který. Pokud namísto toho využijeme mapu křivek, máme v každém pixelu zaznamenaný průběh výšky, síly a toku tepla. Data, která spolu souvisí jsou tedy k sobě přiřazena už ve fázi jejich uložení do souboru. Počet datových bodů v každém pixelu může být navíc jiný, není tedy problém, pokud v některých místech vzorku křivky vůbec nenaměříme, nebo pokud na různých místech měříme různě dlouhé křivky (spektra o různém počtu bodů).

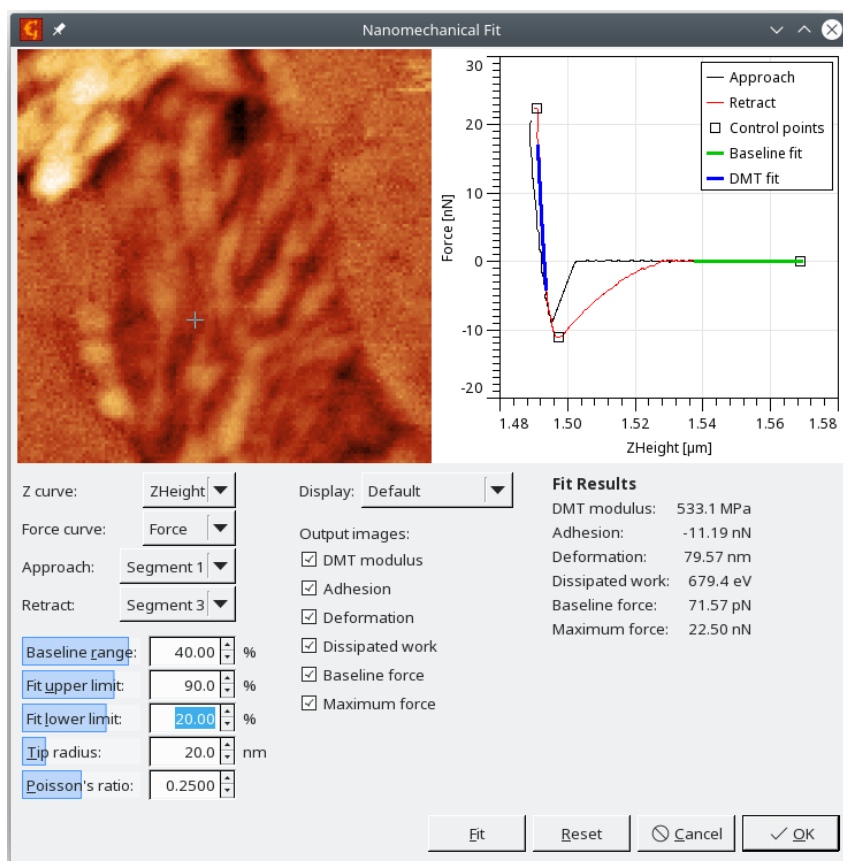
Pro mapy křivek jsme vytvořili řadu modulů umožňujících nejen různé základní operace (ořezání, kalibrace, apod.), ale také některé pokročilé operace. Nové menu určené pro zacházení s tímto typem dat je možno vidět na obrázku 30. Nástroj pro segmentaci křivek na různé význačné části, například případ měření silových křivek (viz zprávu ÚTR 2020) můžeme vidět na obrázku 31. Modul pro analýzu silových křivek způsobem analogickým k režimu PeakForceQNM (vyhodnocení nanomechanických dat v mikroskopech od firmy Bruker) můžeme vidět na obrázku 32. Silové křivky jsou tedy jedním z typů dat, které můžeme, spolu s objemovými daty, využít pro fúzi dat, protože nám umožňují pro daný pixel zaznamenat a zpracovávat měření různého charakteru (spektra, silové křivky, apod.). Tento přístup jsme také využili v následující kapitole, kde jsme společně zpracovávali některá měření.



Obrázek 30: Nové menu pro zacházení s mapami křivek v programu Gwyddion.



Obrázek 31: Modul pro segmentaci map křivek v programu Gwyddion.



Obrázek 32: Modul pro analýzu silových křivek v programu Gwyddion.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 32/43
--	---	---	---------------------------------------

3. DOSAŽENÉ VÝSLEDKY

V této kapitole uvádíme některé příklady kombinace různých měřících metod využívající nově vyvinuté nástroje, které jsme prezentovali v kapitole předchozí. Volba konkrétních problémů pro analýzu byla dána četností jejich výskytu v nanometrologii a z pohledu širšího využití se tedy jedná o poměrně banální struktury - schodky, mřížky, drsnost. Vyvinuté metody by patrně umožňovaly i aplikace na podstatně atraktivnějších vzorcích a v budoucnosti je pro tyto účely nepochybně využijeme. V této fázi jsme se nicméně zaměřili na otázky, se kterými se potýkáme dlouhodobě, a kombinace více metod by nám s nimi mohla pomoci. Kromě toho byla smyslem zde uvedených příkladů také validace celého přístupu - zjištění, jaké typy dat jsme skutečně schopni zpracovávat dohromady, a případně nalezení nedostatků našeho řešení.

Je nutno zdůraznit, že každý z příkladů by bylo možné dále rozvinout jak po oblasti metodiky měření, tak zdokonalením zpracování dat. To také plánujeme udělat, zde prezentované experimenty měly za cíl především vytyčit směr, kterým by se takové zdokonalení mohlo ubírat.

3.1. Měření spektrální odrazivosti kombinované s mikroskopií atomárních sil

Měření spektrální odrazivosti využíváme především při analýze optických vlastností tenkých vrstev. Jak bylo zmíněno v předchozí kapitole, taková měření provádíme zejména s využitím zobrazovacího reflektometru, který jsme sestavili před mnoha lety a který je schopen provádět plošná měření odrazivosti ve spektrálním rozsahu cca 400 nm až 900 nm s možností měření plochy až decimetrů čtverečních s prostorovým rozlišením až v mikrometrech (dle volby objektivu a spektrálního rozsahu). Nevýhodou této metody v našem provedení je omezené prostorové rozlišení, pokud se snažíme využít co nejširší spektrální rozsah (což je dáno konstrukcí našeho zařízení). Obecně je nevýhodou této metody potenciální korelace mezi optickými vlastnostmi a geometrickými vlastnostmi vzorku. Pomocí měření odrazivosti stanovíme optickou tloušťku vrstvy, která je kombinací indexu lomu a geometrické tloušťky a pokud se v rámci měřeného vzorku mohou měnit oba tyto parametry, je vyhodnocení obtížné. Využití další nezávislé měřící metody pro odstranění tohoto vlivu, tj. využití metod hybridní metrologie se proto přímo nabízí.

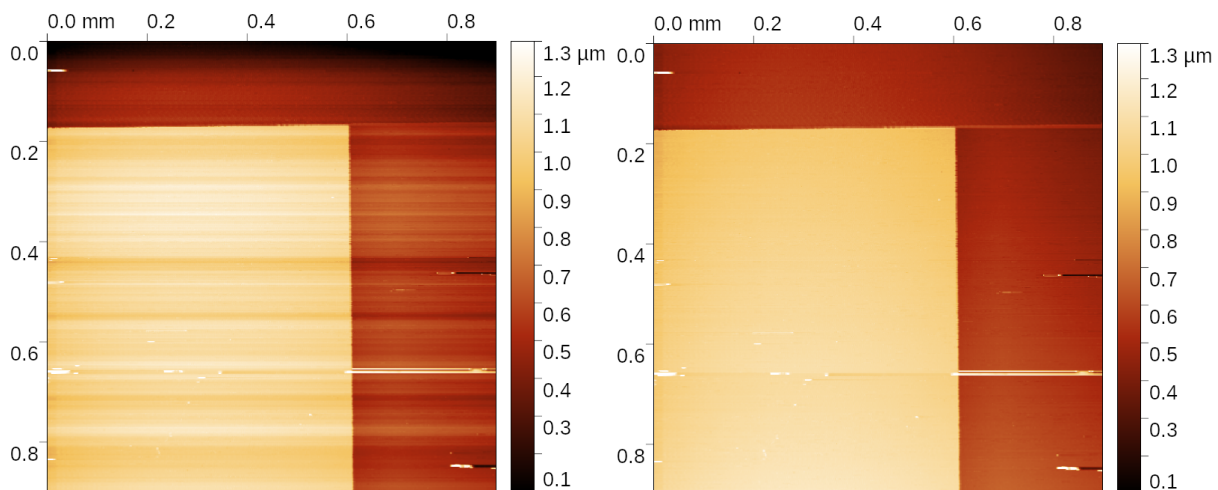
V této sekci prezentujeme výsledky měření vzorku s tenkými vrstvami o různé tloušťce kombinací lokálního měření odrazivosti a měření topografie pomocí mikroskopie atomárních sil, abychom demonstrovali vhodnost našeho zařízení pro takový typ úloh. Vzorek vyvinutý na univerzitě v Glasgow v rámci projektu Quantiheat byl představen již v minulé kapitole při popisu zařízení pro měření spektroskopické odrazivosti. Zde jsme kombinovali měření pomocí mikroskopie atomárních sil (AFM) a právě měření odrazivosti. Zaměřili jsme se na část vzorku, na které můžeme vidět křemíkový substrát a dvě vrstvy o různé tloušťce.

Pro měření pomocí AFM jsme využili senzor popsany v minulé kapitole. Rozsah piezoelektrického mikroposuvu jsme nastavili na cca 10 mikrometrů, abychom byli schopni kompenzovat případný náklon vzorku nebo polohovacího stolku vůči senzoru. Pro měření jsme využili kontaktní režim a hrot PPP-CONTR od firmy Nanosensors. Výsledek měření je uveden na obrázku 33. Na surových datech vidíme poměrně typický problém v AFM datech - jednotlivé řádky na sebe nenavazují. Tento jev můžeme často pozorovat i v nejlepších mikroskopech a má řadu příčin - teplotní drift, změny na špičce hrotu, nedokonalost zpětné vazby, apod. V našem případě je nejpravděpodobnější příčinou právě teplotní drift. I když je měření prováděno na poměry AFM poměrně vysokou rychlostí, 100 $\mu\text{m/s}$, na tak velké ploše trvá desítky minut. Sonda je přitom umístěna na hliníkové konstrukci a ta mění své rozměry s tím, jak se mění teplota v laboratoři. Problematika srovnání řádků se v AFM typicky řeší tak, že se ve fázi zpracování dat nechají jednotlivé řádky nastavit tak, aby měly stejnou střední hodnotu. To ale v případě našeho vzorku není

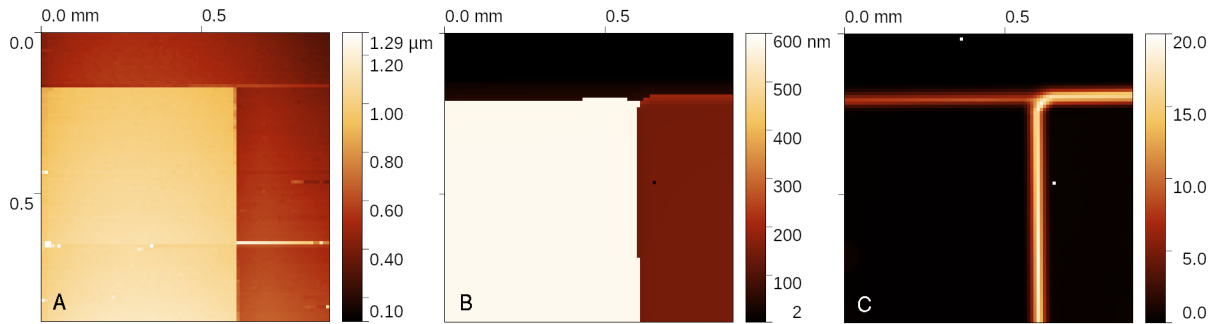
možné. Takto srovnaný snímek můžeme vidět na obrázku 33 vpravo a můžeme si na něm povšimnout, že jsme tímto postupem přišli o informaci o schodku mezi křemíkovým substrátem a oběma vrstvami, který je na obrázku orientován ve směru rychlé osy měření. Algoritmus pro srovnání profilů tedy není schopen rozeznat tento schodek od jiných jevů, které se snaží kompenzovat.

Optické měření jsme provedli na stejné oblasti. Fyzicky jsme senzor umístili vedle AFM senzoru a změřili jsme jejich vzájemnou vzdálenost. Kromě tohoto offsetu jsme parametry měření zachovali, až na prostorové rozlišení, které jsme o něco snížili, protože by v případě optických dat tak velké rozlišení nedávalo smysl. Optická data jsme po měření fitovali jednoduchým modelem tenké vrstvy SiO₂ na křemíku a získali tak mapu lokálních tloušťek. Po převzorkování jsme do stejných dat byli schopni vložit i naměřenou AFM topografii - získali jsme tedy data obsahující mnoho různých informací ve stejných polohách na vzorku, jak je možno vidět na obrázku 34.

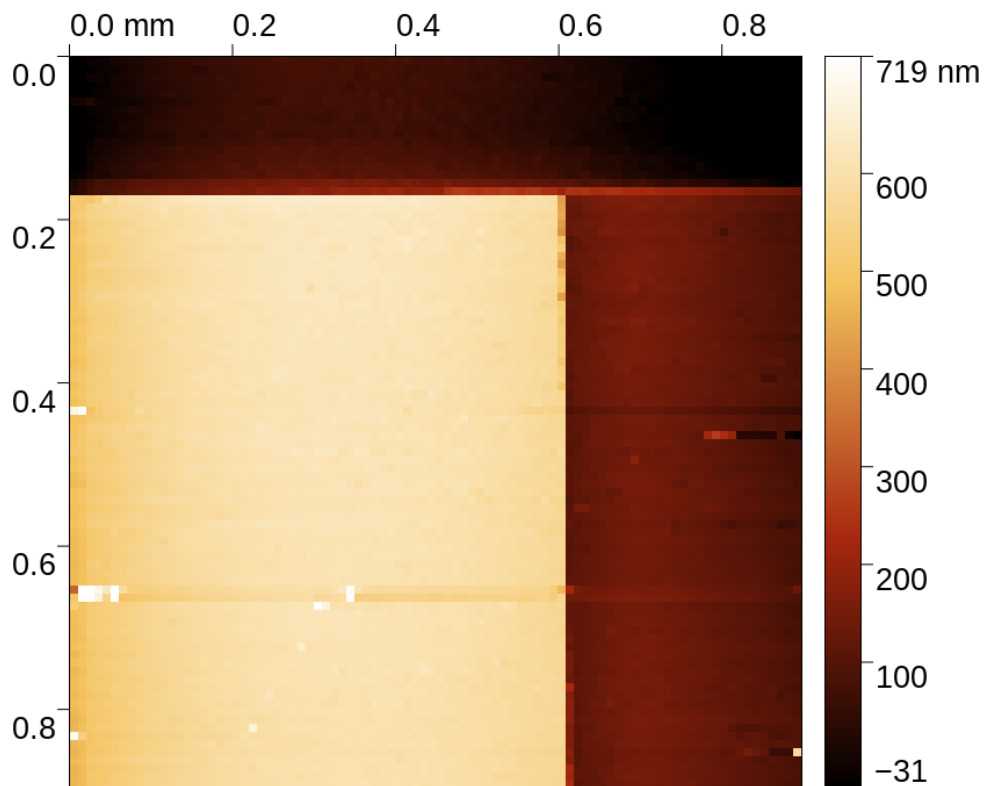
Jako jednoduchý příklad hybridního zpracování dat jsme využili optická data pro srovnání profilů v AFM datech. V tomto případě jsme použili algoritmus obdobný standardnímu srovnání profilů, nicméně namísto nastavení průměrné výšky profilu na stejnou hodnotu jsme průměrnou výšku profilu v AFM datech nastavili na hodnotu průměrné výšky v datech tloušťky. Výsledek takového srovnání profilů je uveden na obrázku 35. Můžeme na něm vidět, že kombinuje výhodu obou metod - přesnost v určení tloušťky optické metody a prostorové rozlišení AFM.



Obrázek 33: AFM topografie detailu schodků: surová data a data po korekci vzájemného posunutí profilů.



Obrázek 34: Sada dat zahrnující AFM topografii, tloušťku vrstvy a parametr úměrný chybě jejího určení; vše naměřeno v identických polohách.



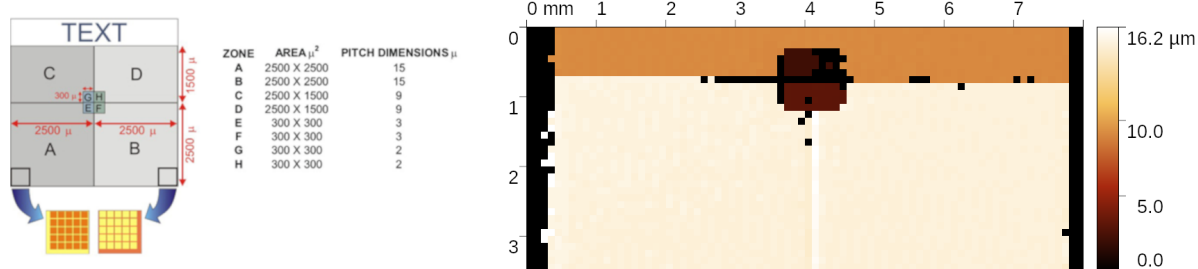
Obrázek 35: Výsledek kombinace dat: AFM snímek, u kterého byly profily srovnány podle výsledků měření tloušťky reflektometrem.

3.2. Měření rozptylu kombinované s mikroskopií atomárních sil

Difrakční mřížky jsou patrně nejčastějším typem referenční struktury využívané v nanometrologii. Jejich výhodou je fakt, že umožňují poměrně snadný přenos návaznosti z primárních etalonů délky, což jsou stabilizované lasery, na struktury o velikostech v řádu mikrometrů, které jsou snadno měřitelné různými mikroskopickými metodami. Difrakční mřížky jsou proto nejčastěji využívaným vzorkem při kalibraci komerčních (tj. ne-metrologických) mikroskopů, ať už pokud jde o mikroskopii atomárních sil, optickou mikroskopii nebo elektronovou mikroskopii. V naprosté většině se přitom jedná o 2D mřížky, tj. mřížky tvořené čtverci vyleptanými do povrchu, nebo z povrchu vystupujícími.

Přenos metrologické návaznosti při využití difrakční mřížky je poměrně jednoduchý: laserem o známé vlnové délce osvětlíme mřížku, například ve směru normály k povrchu, a na stínítku pozorujeme difrakční obrazec tvořený body v pravidelné mřížce. Z jejich rozložení pak můžeme na základě jednoduchého vztahu pro jednotlivé řády difrakce stanovit periodu mřížky. Hlavní nevýhodou tohoto přístupu je fakt, že toto měření je globální. Svazek laseru má v průměru alespoň stovky mikrometrů, často i milimetry, což je velikost srovnatelná s plochou celé mřížky. Při využití mřížky pro návaznost nějakého mikroskopu přitom měříme na mnohem menší oblasti, často se jedná jen o několik period mřížky, tj. například několik desítek mikrometrů. Pokud je mřížka nehomogenní, tj. její perioda není stejná ve všech místech, může se snadno stát, že měření z mikroskopu není provedeno ve statisticky srovnatelné oblasti jako měření pomocí laserové difrakce a při kalibraci mikroskopu vnášíme do celého procesu systematickou chybu. Celý problém je přitom skryt v nehomogenitě difrakční mřížky, kterou je obtížné standardními nástroji zmapovat - většinou se pouze spoléháme na přesnost litografu, či jiného nástroje, který byl při výrobě mřížky využit.

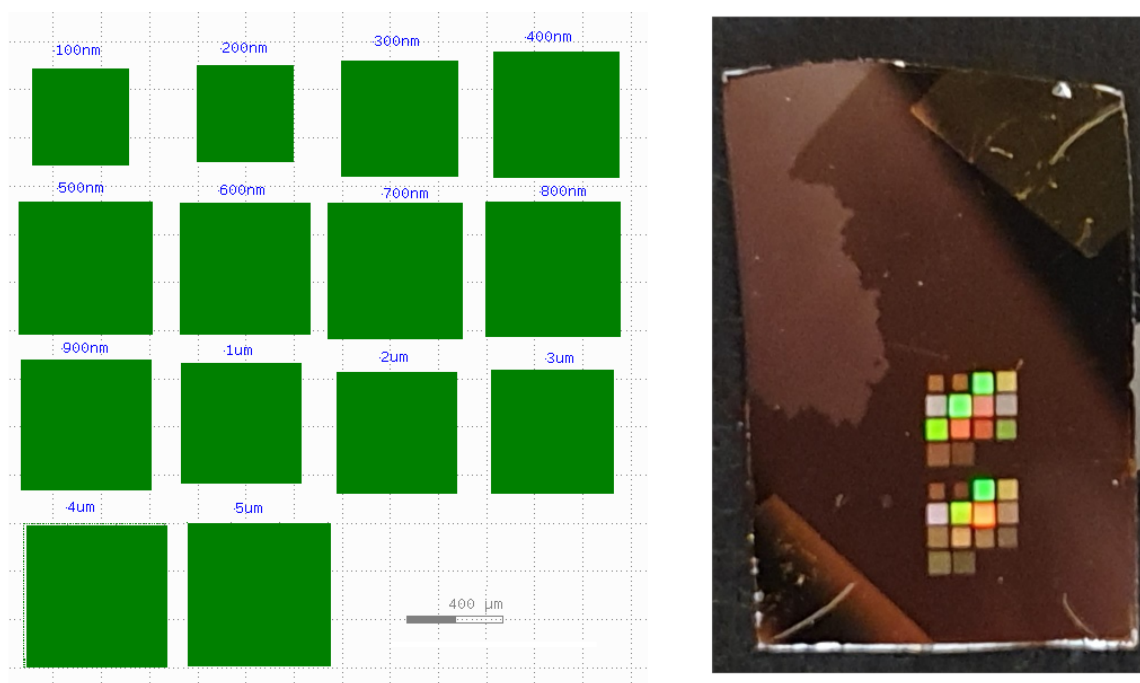
V této sekci demonstrujeme využití sondy pro měření lokálního rozptylu pro mapování nehomogenity difrakční mřížky a srovnání výsledků tohoto měření s mikroskopií atomárních sil. Měření jsme prováděli na dvou mřížkách. Nejprve jsme charakterizovali referenční vzorky pro AFM měření od firmy Bruker, jejichž AFM data jsou prezentována již v předchozí kapitole. Uspořádání vzorku a výsledek mapování periody je možno vidět na obrázku 36.



Obrázek 36: Mřížka od firmy Bruker: schéma a mapa periody získaná pomocí měření difrakce.

Druhým vzorkem byla sada mřížek vyrobená v CEITEC VUT. Jedná se o vzorek obsahující matici poměrně malých mřížek o různých periodách. Schéma vzorku je uvedeno na obrázku 37. Řada mřížek je mimo rozsah našeho senzoru, nicméně jak je možno vidět na obrázku 38, některé měřitelné jsou. Z naměřených dat můžeme vyhodnotit nepravidelnost v periodě mřížky, která je znázorněna vhodnou volbou falešných barev a numericky vyhodnocena v tabulce 1. S ohledem na fakt, že na všech mřížkách jsme pozorovali největší odchylky hodnot na okrajích mřížek, vyhodnotili jsme rozptyl hodnot jak přes celé mřížky, tak přes jejich střední části. Tento jev můžeme blíže pozorovat také v detailním snímku na ob-

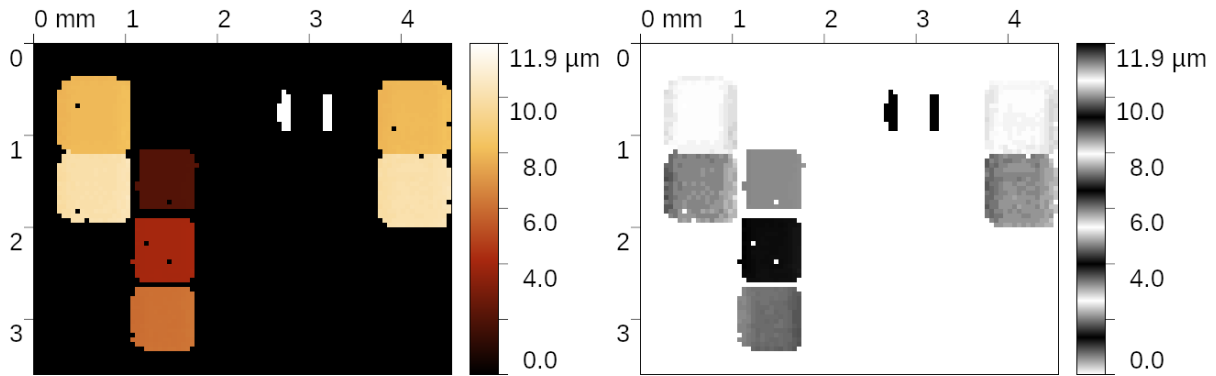
rázku 39. Naměřená hodnota rozptylu periody může sloužit jako podklad pro stanovení nejistoty měření při kalibraci AFM takovou mřížkou. Pro srovnání jsme mřížku měřili také na starším nekalibrovaném mikroskopu atomárních sil, čímž jsme simulovali situaci, kdy by byly mřížky využity pro kalibraci. Jak je možno vidět z tabulky, rozptyl dat měřených pomocí AFM je srovnatelný s rozptylem dat z měření difrakce. Také je dobré zdůraznit, že rozdíl mezi měřenými hodnotami nemusí být dán jen tím, že mikroskop nebyl kalibrován. Přestože jsou difrakční maxima z mřížky dané jednoduchým vztahem, tento vztah se týká úhlů. Polohy maxim na CCD čipu jsou dány i zobrazovacím systémem a jeho nastavením vůči vzorku, takže i toto zařízení je nutné kalibrovat.



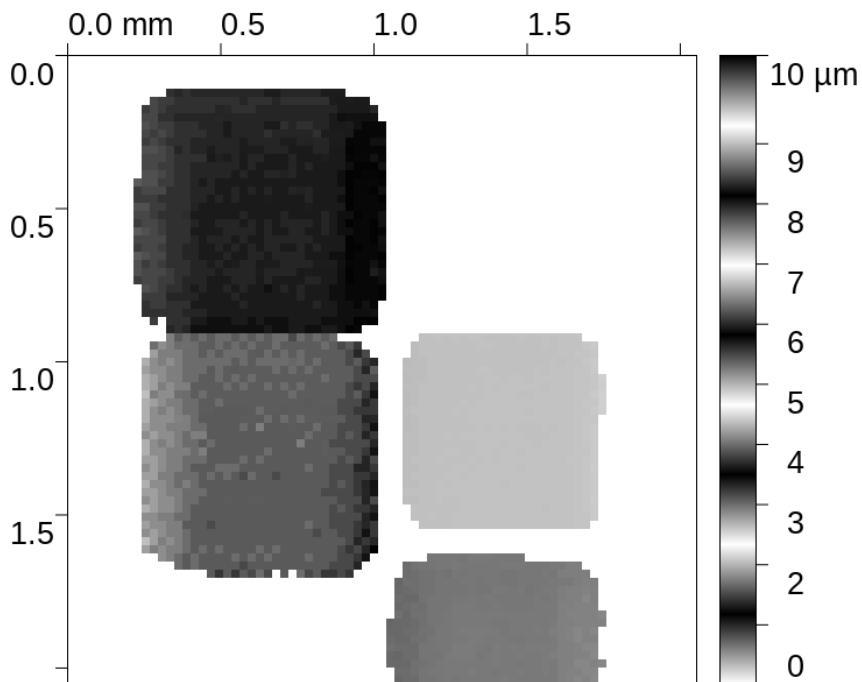
Obrázek 37: Mřížka vyrobená v CEITEC VUT: schéma a fotografie

Poloha	Difrakce celek [μm]	Difrakce střed [μm]	AFM [μm]
A	7.92 ± 0.1	7.98 ± 0.03	8.34 ± 0.02
B	10.0 ± 0.1	9.98 ± 0.04	10.44 ± 0.02
C	2.04 ± 0.01	2.04 ± 0.01	2.08 ± 0.01
D	4.03 ± 0.01	4.04 ± 0.01	4.18 ± 0.01
E	6.04 ± 0.07	6.05 ± 0.02	6.27 ± 0.02

Tabulka 1: Periody mřížek vyrobených v CEITEC VUT spolu s jejich rozptily. Vyhodnoceny jsou jak hodnoty v rámci celé mřížky, tak její střední část bez okrajových artefaktů (3 pixely na každé straně).



Obrázek 38: Mřížka vyrobená v CEITEC VUT: měření difrakce, obrázek s jednolitou barevnou škálou a obrázek se škálou zdůrazňující plošnou nehomogenitu jednotlivých mřížek.



Obrázek 39: Mřížka vyrobená v CEITEC VUT: detail výsledků měření difrakce se škálou zdůrazňující plošnou nehomogenitu jednotlivých mřížek.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 38/43
--	---	---	---------------------------------------

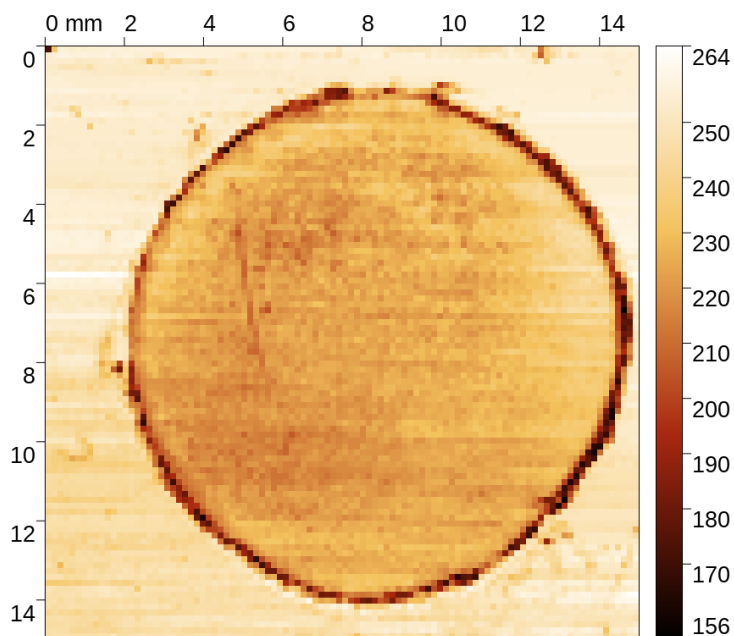
3.3. Mapování drsnosti povrchu

V prvním příkladu v této kapitole jsme přímo zpracovávali data ze stejných poloh na vzorku a ve druhém jsme porovnávali výsledky různých metod fungujících na různých škálách. Poslední příklad souvisí s hybridními metodami měření jen částečně, nicméně je z pohledu perspektivy měření více technikami na našem oddělení zdaleka nejdůležitější. Jedná se o mapování statistické homogenity na drsném křemíkovém vzorku.

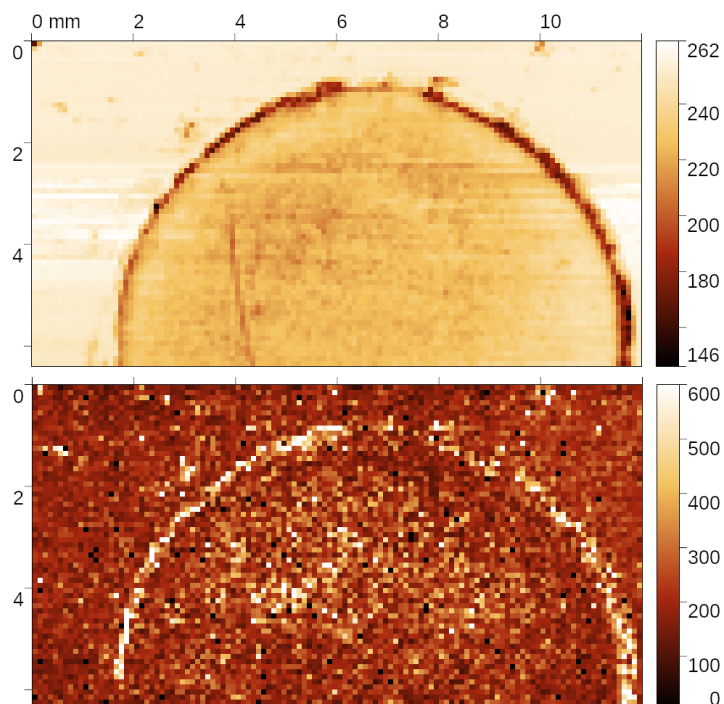
S metodou anodické oxidace jsme se ve zprávách ÚTR setkali již vícekrát. Jedná se o techniku umožňující připravit náhodně drsný povrch s hodnotou střední kvadratické odchylky výšek nerovností (parametr Sq) v rozsahu 0 nm až 25 nm. S ohledem na to, že drsnost povrchu je jedním z nejvýznamnějších příspěvků k nejistotě u řady metod, v minulosti jsme my i naši partneři takové vzorky měřili mnoha metodami, například pomocí AFM, rastrovací termální mikroskopie, elipsometrie, reflektometrie, či rtg. fotoelektronové spektroskopie. I v tomto roce jsme proto vytvářeli drsné povrchy a některá podrobnější optická měření na nich, provedená na Masarykové univerzitě, můžeme vidět i v příloze této zprávy. Již tato měření mají charakter hybridní metrologie, protože kombinují optická měření s měřením drsnosti pomocí AFM. V této části zprávy se nicméně zaměříme na jinou otázku, na kterou nám až nově vyvinuté metody umožnily odpovědět, a tou je statistická homogenita vzorku.

Pokud provádíme měření pomocí velmi rozdílných metod a na různých pracovištích, jako jsou například měření pomocí elipsometrie kombinovaná s AFM, je velmi obtížné provádět měření na stejných oblastech vzorku. S přípravky vyvinutými v tomto projektu by bylo možné situaci zlepšit jen částečně, neboť ne každé zařízení má polohovací a zobrazovací systém, ve kterém by bylo možné s potřebnou přesností registrovat struktury určené k nalezení oblasti zájmu. Proto je často nutné se spolehnout na statistickou homogenitu vzorku. Zmapovat jak je vzorek statisticky homogenní pomocí AFM je nicméně velmi zdoluhavý proces - drsnost má korelační délku v řádu desítek až stovek nanometrů a prostorové rozlišení, které musíme použít je velké. Se snímky o velikosti 5 x 5 mikrometrů, které pro měření drsnosti na takovém typu vzorku používáme, je obtížné mluvit o nějakém reálném pokrytí vzorku a naprostá většina oblastí zůstává nezmapovaná. Proto jsme se pokusili využít senzor pro měření rozptylu pro analýzu statistické nehomogenity měřením lokálního odrazu světla, a to jak jeho zrcadlové, tak rozptýlené složky. Pro tyto účely jsme využili stejný senzor jako při mapování mřížek, tj. využívající stabilizovaný laserový zdroj 532 nm a zachytávající odražené světlo přes objektiv mikroskopu na kameru. Při analýze dat v každém bodě měřené plochy jsme vyhodnotili jak maximum odrazu, tj. zrcadlově odražený svazek, tak integrál přes část oblasti mimo zrcadlový odraz.

Výsledek mapování celého vzorku vyrobeného anodickou oxidací můžeme vidět na obrázku 40, detail s vyšším rozlišením obou typů signálu pak také na obrázku 41. Je patrné, že oblast, ve které jsme integrovali signál mimo zrcadlový odraz, byla příliš malá, aby z ní bylo možné něco vyvodit, oproti tomu pokles zrcadlově odražené složky poskytuje poměrně zajímavá data. V dalším kroku na konci tohoto roku se pokusíme některé z oblastí, na kterých je zrcadlově odražená složka výrazně odlišná, proměřit pomocí AFM.



Obrázek 40: Mapování drsného vzorku pomocí měření rozptylu: celý vzorek a signál zrcadlově odraženého světla.



Obrázek 41: Mapování drsného vzorku pomocí měření rozptylu: detail s vyšším rozlišením, signál zrcadlově odraženého světla (nahore) a rozptýleného světla (dole).



4. ČERPANÉ NÁKLADY NA ÚKOL

Tabulka 2: Tabulka plánovaných a čerpaných nákladů (v tis. Kč):

		Plán	Odhad čerpání do 31. 12. 2021
Cena hodin	tis. Kč	1720	1720
Materiál	tis. Kč	250	250
Externí kooperace	tis. Kč	130	130
Výdaje na porovnání v zahraničí	tis. Kč		
Interní kooperace	tis. Kč		
Kooperující středisko			
Cestovné zahraniční	tis. Kč		
Celkem	tis. Kč	2100	2100

Většina výdajů byla čerpána formou hodin. Externí kooperace se týkala vývoje programu Gwyddion. Materiál byl použit na stavbu jednotlivých experimentálních zařízení zmíněných v technické části zprávy.


	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 41/43
--	---	---	---------------------------------------

5. ZÁVĚRY

Projekt se zaměřil na rozvoj metod hybridní metrologie v mikro- a nanooblasti, tj. na vývoj nástrojů pro kombinaci různých měřicích metod pro analýzu parametrů vzorků, které jsou těžko dosažitelné jen jednou měřicí metodou. Cílem bylo, aby taková vícesondová měření byla nejen v principu proveditelná, ale aby je bylo možné také provádět snadno. Jak je uvedeno v předchozích kapitolách, v rámci řešení projektu bylo dosaženo následujících cílů:


- Byl vyvinut polohovací systém, který umožňuje měření na oblasti $5 \times 5 \text{ cm}^2$ s přesností polohy cca 10 nm, což nám umožňuje snadné použití více různých typů sond a měřicích strategií při měření na velkých plochách.
- Byly vytvořeny jednoduché senzory pro měření lokální topografie, tloušťky vrstvy, rozptylu světla a fluorescence, které nám umožňují získávat prostorové rozložení různých fyzikálních veličin na tomtéž vzorku a se stejnými podmínkami měření.
- Byl vyvinut držák vzorku umožňující hybridní měření i v komerčních zařízeních, nebo jejich kombinací s novým polohovacím systémem.
- Software používaný pro analýzu dat byl doplněn o další datový typ vhodný pro hybridní zpracování dat.
- Byla provedena měření na různých vzorcích pro demonstraci výhod všech těchto nástrojů a pro nalezení směrů výzkumu, ve kterých by bylo možné vyvinuté zařízení rozvinout až do fáze odborných publikací.

Výsledky řešení tohoto úkolu technického rozvoje budou primárně využity pro zpřesnění měření v těch oblastech, kde není možno získat výsledky s dostatečně malou nejistotou jen jednou metodou. Vyvinuté metody si nicméně najdou své místo i v případě mnohem jednodušších úkolů, například při mapování defektů na různých referenčních vzorcích.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 42/43
---	---	---	---------------------------------------

Seznam bibliografických citací

- [1] C. Werner, P. C. J. N. Rosielle, and M. Steinbuch. Design of a long stroke translation stage for AFM. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 50:183–190, 2010.
- [2] B. J. Eves. Design of a large measurement-volume metrological atomic force microscope (AFM). *Meas. Sci. Technol.*, 20:084003, 2009.
- [3] E. Manske, T. Hausotte, R. Mastylo, T. Machleidt, K.-H. Franke, and G. Jäger. New applications of the nanopositioning and nanomeasuring machine by using advanced tactile and non-tactile probes. *Meas. Sci. Technol.*, 18:520, 2007.
- [4] P. Klapetek, M. Valtr, and M. Matula. A long-range scanning probe microscope for automotive reflector optical quality inspection. *Meas. Sci. Technol.*, 22:094011, 2011.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-21	Počet příloh: 2 Počet listů: 43/43
---	---	---	---------------------------------------

PŘÍLOHY

Příloha č. 1 Kopie plánovacího listu

Příloha č. 2 Výsledky optické charakterizace nehomogenních vrstev s drsnými rozhraními

Číslo úkolu*	Název úkolu	Stručná charakteristika úkolu Výsledek řešení úkolu	Termíny řešení		Neinvestič. prostředky tis. Kč
			zahájení	ukončení	
UTR21E601410	Platforma pro hybridní měření v nanometrologii	Cílem úkolu je vyvinout hardwarové a softwarové nástroje pro hybridní měření komplexních parametrů tenkých vrstev, kompozitů a referenčních vzorků využívaných v nanometrologii.	1/2021	12/2021	2 100,-
Předkládá: Český metrologický institut Úsek FM, Hvožd'anská 3, Praha 4		Bank. spojení / č. Účtu: 70338-621/0100			
		IČ / DIČ: 00177016 / CZ00177016	Č.j.:		
		Odpovědný řešitel: Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.	Došlo :		
		Podpis :	Financující organizace: ČMI		
		Tel. / Fax: 545 555 337 / 545 555 183	Poznámka:		
		Datum : 25. 11. 2020			

PLÁNOVACÍ LIST ÚKOLU TECHNICKÉHO ROZVOJE

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

Měření v oblasti mikro- a nanotechnologií se často zaměřují na vzorky, které mají složitou strukturu a u kterých je nutné získat fyzikální parametry, které není možné získat ve vysokém rozlišení a s dostatečnou nejistotou přímými metodami. Příkladem mohou být lokální mechanické parametry, optické parametry, nebo koncentrace dopantů. Důvodů může být celá řada, například mohou být měřitelné veličiny ovlivněny více parametry vzorku, které jsou korelované, jako je tomu v případě měření tloušťky tenkých vrstev, kde jsou optická data podobným způsobem ovlivněna samotnou tloušťkou a indexem lomu. Aby bylo možné tuto korelaci z měřicího řetězce vyloučit, jsou v metrologických institutech vyvíjeny metody hybridního měření, využívající více metod současně, s provedením následného společného vyhodnocení výsledků. V minulých letech jsme se tak zapojili například do projektu Hymet zabývajícím se metodikou hybridních měření pro charakterizaci tenkých vrstev. I na našem oddělení máme řadu požadavků, které by mohla hybridní měření uspokojit – například charakterizaci referenčních vzorků, které využíváme při kalibraci optických senzorů pro systémy tenkých vrstev nebo pro kalibraci elektronových mikroskopů.

Aby bylo možné provést fúzi dat, potřebujeme kromě příslušných metodických nástrojů (které byly vyvinuty do velké míry v rámci projektu EMPIR HyMet), mít také nástroje pro reálné využití těchto metod. Klíčovým faktorem pro velkou řadu metod fúze dat je vzájemný souhlas jednotlivých sad bodů – je nutné aby data s vysokou přesností odpovídala stejným polohám na vzorku. To není, s ohledem na potřebu získat rozlišení v řádu nanometrů, snadný úkol a pokud je prováděn jen metodou pokus-omyl, je výtěžnost takových metod velmi nízká. Cílem úkolu je proto vyvinout hardwarový systém, který by umožnil provádět měření více sondami s vysokou přesností. V rámci řešení bude zhotoven nový skener s velkým rozsahem (až centimetry) a s interferometrickou návazností, který bude kompatibilní s existujícími sondami vyvinutými v minulých letech (např. reflektometr, Raman, SPM, IR mikroskop, SNOM). Uchycení sond bude řešeno tak, aby byla dosažena vzájemná přesnost v řádu mikrometrů. K tomu budou vyvinuta také registrační platforma pro opakované uchycení vzorku v případě potřeby externích měření. Konečně, budou vyvinuty softwarové nástroje pro sjednocení takto získaných dat a vlastní fúzi, s využitím nástrojů programu Gwyddion a metodických výsledků projektu Hymet.

1.2 Objektivně ověřitelné výsledky řešení úkolu:

Hardwarová platforma a softwarové nástroje pro hybridní měření.

1.3 Způsob ověření: (uvést neopomenutelné účastníky):

Závěrečná oponentura za účasti oponentů.

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

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

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

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

Návrh skeneru pro hardwarovou platformu a testování jeho komponent.

2.2 Objektivně ověřitelné ukazatele dílčích cílů

Výsledky testování komponent skeneru pro hardwarovou platformu.

2.3 Způsob ověření dílčích cílů

Průběžná oponentura za účasti oponentů.

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

číslo střediska		6014
č. úkolu	neuvádět	
počet hodin střediska na celý úkol x sazba		879hx1955Kč=1720
materiál	tis. Kč	250
externí kooperace	tis. Kč	130
výdaje na porovnání v zahraničí	tis. Kč	
interní kooperace	tis. Kč	
kooperující středisko		
cestovné zahraniční	tis. Kč	
celkem	tis. Kč	2 100

4. Zdroj financování úkolu (v %):

100 % hrazeno z ČMI

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

Výsledky řešení úkolu budou využity při snížení nejistoty kalibračních vzorků využívaných pro externí kalibrace v oblasti nanometrologie (systémy pro měření tloušťky vrstev, rastrovací elektronové mikroskopy), při analýze nových typů vzorků z polovodičového a optického průmyslu a při další vědecké spolupráci s metrologickými instituty a akademickými partnery. Výsledky umožní efektivně využít zkušenosti získané v rámci skončeného projektu Hymet a sondy vyvinuté v minulosti na našem oddělení, jak pro další výzkum tak pro kalibrace.

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

Mgr. David Nečas, Ph.D. - vývoj software pro zpracování dat, 80 tis. Kč

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

- s ohledem na aktuální situaci nejsou

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

Název, adresa, razítko a podpis statutárního zástupce:

Český metrologický institut
Okružní 31
638 00 Brno

RNDr. Pavel Klenovský
generální ředitel ČMI

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

Výsledky optické charakterizace nehomogenních vrstev s drsnými rozhraními – závěrečná zpráva

Vypracovali:

Mgr. Jiří Vohánka, Ph.D.,

prof. RNDr. Ivan Ohlídal, DrSc.

V Brně dne 19.11.2021

1 Příprava vzorku a provedená měření

Nehomogenní vrstva a drsnými rozhraními byla připravena plazmochemickou depozicí z plynné fáze na křemíkový substrát se zdrsňeným povrchem. Příprava vzorku a měření elipsometrických a spektrofotometrických dat bylo provedeno v následujících krocích:

- Povrch substrátu z monokrystalického křemíku byl zdrsňen provedením anodické oxidace a následným odleptáním vzniklé vrstvy oxidu křemíku. Jelikož byl takto vytvořený zdrsňený povrch vystaven působení vzduchu, vytvořila se na něm tenká nativní oxidová vrstva.
- Pro takto připravený vzorek se zdrsňeným povrchem byly změřeny spektrální závislosti odrazivosti a elipsometrických veličin.
- Před depozicí vrstvy probíhá čištění povrchu vzorku v argonovém plazmatu, což má za důsledek narušení povrchu křemíkového substrátu, a tuto skutečnost je nutné zahrnout ve strukturním modelu, který je užit při vyhodnocení experimentálních dat. Abychom získali co nejvíce informací o tom, jaký vliv mělo čištění substrátu, byl vzorek se zdrsňeným povrchem rozdělen na dvě části.
- U první části vzorku se zdrsňeným povrchem proběhlo pouze čištění v argonovém plazmatu ale nebyla na něj deponována vrstva. Poté byl tento vzorek vystaven působení vzduchu, takže lze očekávat, že se na jeho povrchu vytvořila tenká nativní oxidová vrstva.
- U druhé části vzorku se zdrsňeným povrchem proběhlo čištění v argonovém plazmatu a následná depozice nehomogenní vrstvy pomocí plazmochemické depozice z plynné fáze, přičemž nehomogenity vrstvy bylo dosaženo plynulou změnou depozičních podmínek při tvorbě vrstvy. Při depozici nehomogenní vrstvy byl do depoziční aparatury rovněž vložen kontrolní vzorek tvořený substrátem z monokrystalického křemíku s hladkým (nezdrsňeným) povrchem.
- Pro vzorek křemíkového substrátu se zdrsňeným povrchem a nanesenou nehomogenní vrstvou byly změřeny spektrální závislosti odrazivosti a elipsometrických veličin.
- Pro vzorek křemíkového substrátu se zdrsňeným povrchem, u kterého proběhlo pouze čištění v argonovém plazmatu, byly změřeny spektrální závislosti odrazivosti a elipsometrických veličin.
- Pro vzorek tvořený křemíkovým substrátem s hladkým povrchem a nanesenou nehomogenní vrstvou byly změřeny spektrální závislosti odrazivosti a elipsometrických veličin.

Z výše popsaného postupu je zřejmé, že jsme provedli měření odrazivosti a elipsometrie pro čtyři různé vzorky reprezentované čtyřmi různými modely.

2 Studium struktury nehomogenní vrstvy s náhodně drsnými rozhraními

2.1 Strukturní a disperzní modely, zpracování dat

2.1.1 Model pro kontrolní vzorek tvořený křemíkovým substrátem s hladkým povrchem a nehomogenní vrstvou

Pro popis optických konstant nehomogenní vrstvy bylo užito Campi–Coriassova modelu. Jedná se o čtyřparametrický model, optické konstanty jsou tudíž dány funkcemi čtyř disperzních parametrů. Nehomogenita vrstvy byla modelována tak, že jsme pro každý z disperzních parametrů Campi–Coriassova modelu předpokládali lineární závislost na souřadnici z kolmé k rozhraní vrstvy,

příčměž $z = 0$ odpovídá spodnímu rozhraní nehomogenní vrstvy a $z = d$ kde d značí tloušťku vrstvy, odpovídá hornímu rozhraní. Každý z disperzních parametrů $p_\alpha(z)$, kde $\alpha = 1, 2, 3, 4$ je dán jako

$$p_\alpha(z) = p_\alpha^L + (p_\alpha^U - p_\alpha^L) \frac{z}{d}. \quad (1)$$

Optické veličiny nehomogenní vrstvy byly vypočteny tak, že jsme využili aproximace, kdy byla nehomogenní vrstva nahrazena vrstevnatým systémem s velkým počtem homogenních vrstev a optickými konstantami zvolenými tak, aby aproximoval spojitý průběh optických konstant nehomogenní vrstvy. Mezi nehomogenní vrstvou a křemíkovým substrátem jsme předpokládali přechodovou vrstvu reprezentující oblast na povrchu substrátu z monokrystalického křemíku porušenou při čištění v argonovém plazmatu. Tato přechodová vrstva byla modelována jako homogenní vrstva, přičemž optické konstanty této vrstvy byly zafixovány v hodnotách určených na základě optické charakterizace substrátu z monokrystalického křemíku s hladkým povrchem, který byl očištěn v argonovém plazmatu za stejných podmínek jaké byly užity v našem případě. Optické konstanty substrátu z monokrystalického křemíku byly, stejně jako u popisu ostatních modelů, kterými se budeme zabývat, zvoleny ve známých hodnotách. Optické konstanty nehomogenní vrstvy (t.j. hodnoty disperzních parametrů Campi–Coriassova modelu u horního a spodního rozhraní nehomogenní vrstvy), její tloušťka a tloušťka přechodové vrstvy byly určeny při zpracování experimentálních dat.

2.1.2 Model pro křemíkový substrát s anodicky zdrsňeným povrchem

Drsnost zdrsňeného povrchu křemíkového substrátu s nativní oxidovou vrstvou je popsána s užitím kombinace Rayleigh–Riceovy teorie (RRT) a skalární difrakční teorie (SDT). Nativní oxidová vrstva je modelována jako tenká homogenní vrstva s identicky drsnými rozhraními, přičemž optické konstanty této vrstvy jsou zvoleny v hodnotách odpovídajících amorfnímu SiO_2 .

V rámci Rayleigh–Riceovy poruchové teorie druhého řádu lze Fresnelovy koeficienty pro vrstevnatý systém s identicky drsnými rozhraními vyjádřit vzorcem

$$r_q^{\text{RRT}} = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f_q(k_x + k_0 \sin \theta, k_y) W(k_x, k_y) dk_x dk_y, \quad \text{kde} \quad k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$$

kde index q rozlišuje mezi p a s polarizovanými vlnami, $W(k_x, k_y)$ je PSDF funkce, $f(k_x + k_0 \sin \theta, k_y)$ je složitá funkce, která kromě vyznačené závislosti na prostorových frekvencích, závisí rovněž na vlnové délce světla, úhlu dopadu, tloušťkách vrstev a optických konstantách prostředí tvořících vrstevnatý systém. Symbol k_0 značí velikost vlnového vektoru ve vakuu, λ je vlnová délka a θ je úhel dopadu. V našem případě předpokládáme Gaussovskou PSDF funkci ve tvaru

$$W(k_x, k_y) = \pi \sigma_{\text{RRT}}^2 \tau_{\text{RRT}}^2 \exp\left(-\frac{1}{4} \tau_{\text{RRT}}^2 (k_x^2 + k_y^2)\right),$$

kde σ_{RRT} je rms hodnota výšek drsnosti a τ_{RRT} je autokorelační délka příslušející Rayleigh–Riceově teorii.

V rámci kombinace Rayleigh–Riceovy teorie a skalární difrakční teorie (bez zahrnutí sklonů) lze Fresnelovy koeficienty odrazu vyjádřit jako

$$r_q^{\text{RRT-SDT}} = r_q^{\text{RRT}} \exp\left(-\frac{8\pi^2 \sigma_{\text{SDT}}^2 \cos^2 \theta}{\lambda^2}\right),$$

kde σ_{SDT} je rms hodnota výšek drsnosti příslušející skalární difrakční teorii. Tento vzorec předpokládá, že rozdělení výšek v rámci SDT je dáno normálním rozdělením. Poznamenejme, že popis drsnosti pomocí SDT bez zahrnutí sklonů nemá žádný vliv na vypočtené elipsometrické parametry.

V případě odrazivosti je třeba zahrnout při výpočtu nejen koherentní část světla odpovídající zrcadlovému odrazu ale také nekoherentní část odpovídající rozptýlenému světlu, které spektrofotometr zachytí díky konečné velikosti přijímacího úhlu. Celková odrazivost je dána součtem dvou příspěvků

$$R = R_c + R_i,$$

kde koherentní část lze vypočítat vzorcem

$$R_c = |r^{\text{RRT-SDT}}|^2.$$

Index q jsme ve výše uvedeném vztahu vynechali, neboť v případě odrazivosti při kolmém úhlu dopadu není třeba rozlišovat mezi p a s polarizovanými vlnami. Nekoherentní příspěvek k odrazivosti lze vyjádřit vztahem

$$R_i = (R_0 - R_c) \left[1 - \exp\left(-\frac{\pi^2(\alpha_{\text{SDT}}\tau_{\text{SDT}})^2}{\lambda^2}\right) \right] \quad \text{kde} \quad R_0 = |r^{\text{RRT}}|^2,$$

kde $\alpha_{\text{SDT}}\tau_{\text{SDT}}$ je součin polovičního přijímacího úhlu a autokorelační délky a R_0 je odrazivost vypočtená bez zahrnutí drsnosti pomocí skalární difrakční teorie.

V rámci zpracování experimentálních dat byly hledány hodnoty parametrů σ_{RRT} , τ_{RRT} , σ_{SDT} , $\alpha_{\text{SDT}}\tau_{\text{SDT}}$ popisujících drsnost povrchu a tloušťka nativní oxidové vrstvy.

2.1.3 Model pro křemíkový substrát s anodicky zdrsňeným povrchem očištěným v argonovém plazmatu

V případě tohoto systému zahrnuje strukturní model na povrchu substrátu tenkou přechodovou vrstvou reprezentující vrstvou monokrystalického křemíku porušenou při čištění v argonovém plazmatu. Tato vrstva je reprezentována tenkou homogenní vrstvou, jejíž optické konstanty jsou popsány pomocí modelu, který kombinuje několik příspěvků odpovídajících Campi–Coriassovu modelu, kombinaci Gaussovských píků a příspěvku, který modeluje absorpci pod zakázaným pásem pomocí exponenciální funkce. Nad touto přechodovou je ještě uvažována tenká nativní oxidová vrstva, která je modelována homogenní vrstvou s optickými konstantami zvolenými opět v hodnotách odpovídajícím amorfnnímu SiO_2 . Drsnost je zahrnuta stejným způsobem jako v případě modelu pro křemíkový substrát s anodicky zdrsňeným povrchem, to jest s užitím předpokladu, že rozhraní v systému tvořeným přechodovou vrstvou a nativní oxidovou vrstvou jsou identicky drsné. Při zpracování dat byly určeny tloušťky přechodové vrstvy a nativní oxidové vrstvy a optické konstanty přechodové vrstvy (t.j. hodnoty odpovídajících disperzních parametrů).

2.1.4 Model pro křemíkový substrát s deponovanou nehomogenní vrstvou

V případě tohoto systému zahrnuje strukturní model nehomogenní vrstvou a přechodovou vrstvou mezi nehomogenní vrstvou a substrátem reprezentující povrch monokrystalického křemíku porušený při čištění v argonovém plazmatu. Optické konstanty nehomogenní vrstvy jsou popsány stejným způsobem jako v případě systému s hladkým povrchem substrátu a nehomogenní vrstvou. Pro výpočet optických veličin nehomogenní vrstvy bylo užito aproximace, kdy byla nehomogenní vrstva nahrazena vrstevnatým systémem s velkým počtem homogenních vrstev. Přechodová vrstva je modelována tenkou homogenní vrstvou s modelem pro optické konstanty totožným s modelem užitým pro popis substrátu s anodicky zdrsňeným povrchem, který byl pouze očištěn v argonovém plazmatu. Drsnost je zahrnuta stejným způsobem jako u předchozích systémů, předpokládali jsme tedy, že rozhraní přechodové vrstvy a rozhraní vrstev aproximujících nehomogenní vrstvou vykazují identickou drsnost.

2.1.5 Zpracování experimentálních dat

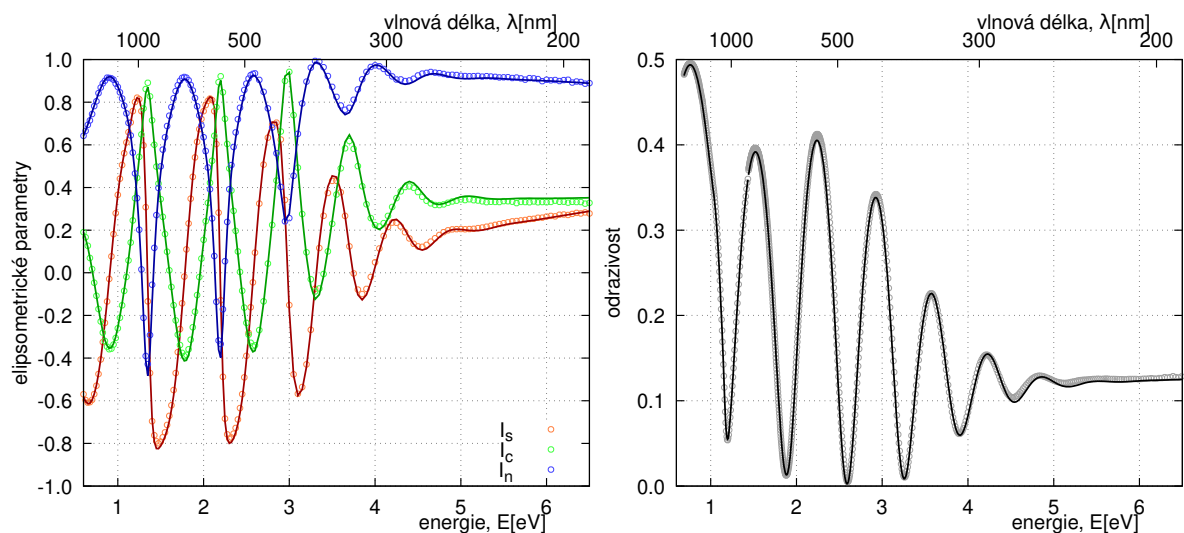
Zpracování experimentálních dat proběhlo tak, že experimentální data pro všechny čtyři výše popsané vzorky byla zpracovávána současně za pomoci metody nejmenších čtverců. Při zpracování bylo užito následujících předpokladů:

- Parametry drsnosti, to jest hodnoty parametrů σ_{RRT} , τ_{RRT} , σ_{SDT} , $\alpha_{\text{SDT}}\tau_{\text{SDT}}$ jsou shodné pro všechny vzorky vykazující drsnost, to jest pro systém s anodicky zdrsňeným povrchem, systém kdy je tento povrch očištěn argonovým plazmatem a systém, kdy je na tento povrch nanesena nehomogenní vrstva.
- Optické konstanty u horního a spodního rozhraní nehomogenní vrstvy jsou stejné u systému, kdy je nehomogenní vrstva připravena na substrátu s hladkým povrchem a na substrátu se zdrsňeným povrchem. Předpokládáme však, že tloušťka nehomogenní vrstvy může být pro každý z uvedených vzorků odlišná. Kromě toho předpokládáme, že tloušťka určená z elipsometrických dat a spektrofotometrických dat může být poněkud odlišná, neboť každá z metod vykazuje odlišné systematické chyby. Navíc vrstva může vykazovat mírnou neuniformitu v tloušťce a při měření nebylo možné zajistit, že elipsometrická a spektrofotometrická data byla měřena ve stejných částech vzorků.
- Optické konstanty přechodových vrstev jsou identické u systémů s drsným povrchem substrátu, to jest u vzorku, který byl pouze čištěn argonovým plazmatem, a u vzorku, kde proběhlo jak čištění v argonovém plazmatu tak depozice nehomogenní vrstvy. Tloušťky přechodových vrstev jsou hledány samostatně pro každý vzorek.

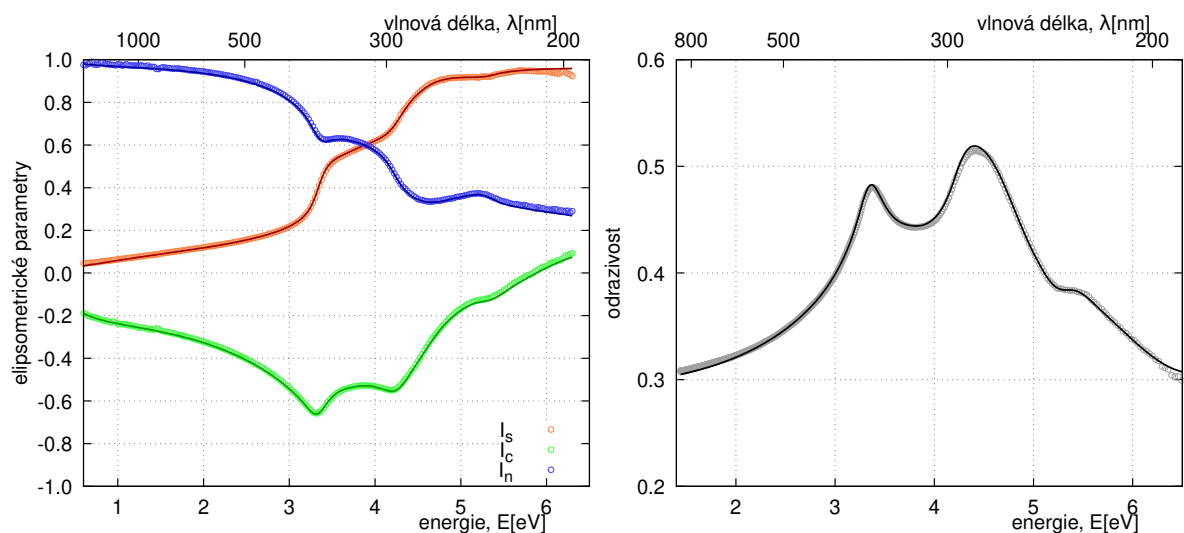
2.2 Výsledky optické charakterizace

parametr	hodnota		
<i>popis drsnosti</i>			
rms hodnota výšek drsnosti (RRT)	σ_{RRT}	7.8	nm
autokorelační délka (RRT)	τ_{RRT}	74.2	nm
rms hodnota výšek drsnosti (SDT)	σ_{SDT}	11.0	nm
součin autokorelační délky a polovičního přijímacího úhlu (SDT)	$\alpha_{\text{SDT}}\tau_{\text{SDT}}$	31.5	nm
celková rms hodnota výšek drsnosti	$\sigma_{\text{T}} = (\sigma_{\text{RRT}}^2 + \sigma_{\text{SDT}}^2)^{1/2}$	13.5	nm
<i>model s hladkým povrchem substrátu a nehomogenní vrstvou</i>			
tloušťka nehomogenní vrstvy určená z elipsometrických dat	d_{e}	466.6	nm
tloušťka nehomogenní vrstvy určená ze spektrofotometrických dat	d_{r}	465.3	nm
tloušťka přechodové vrstvy	d_{tl}	11.8	nm
<i>model s drsným povrchem</i>			
tloušťka nativní oxidové vrstvy	d_{o}	3.5	nm
<i>model s drsným povrchem substrátu očištěný argonovým plazmatem</i>			
tloušťka nativní oxidové vrstvy	d_{o}	8.5	nm
tloušťka přechodové vrstvy	d_{tl}	20.0	nm
<i>model s drsným povrchem substrátu a nehomogenní vrstvou</i>			
tloušťka nehomogenní vrstvy určená z elipsometrických dat	d_{e}	485.6	nm
tloušťka nehomogenní vrstvy určená ze spektrofotometrických dat	d_{r}	485.4	nm
tloušťka přechodové vrstvy	d_{tl}	26.0	nm

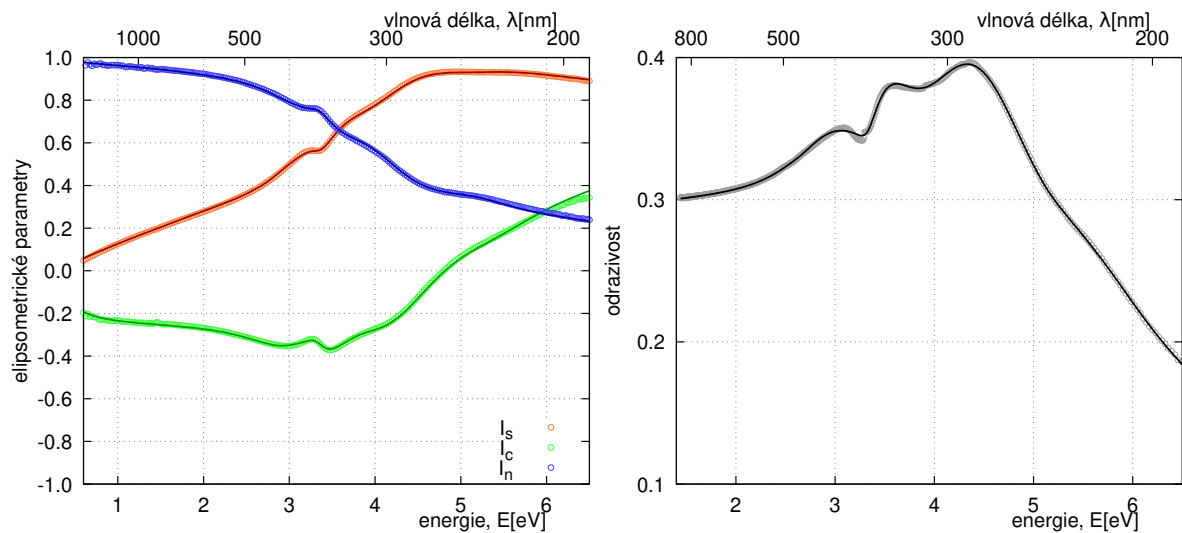
Tabulka 1: Hodnoty strukturních parametrů.



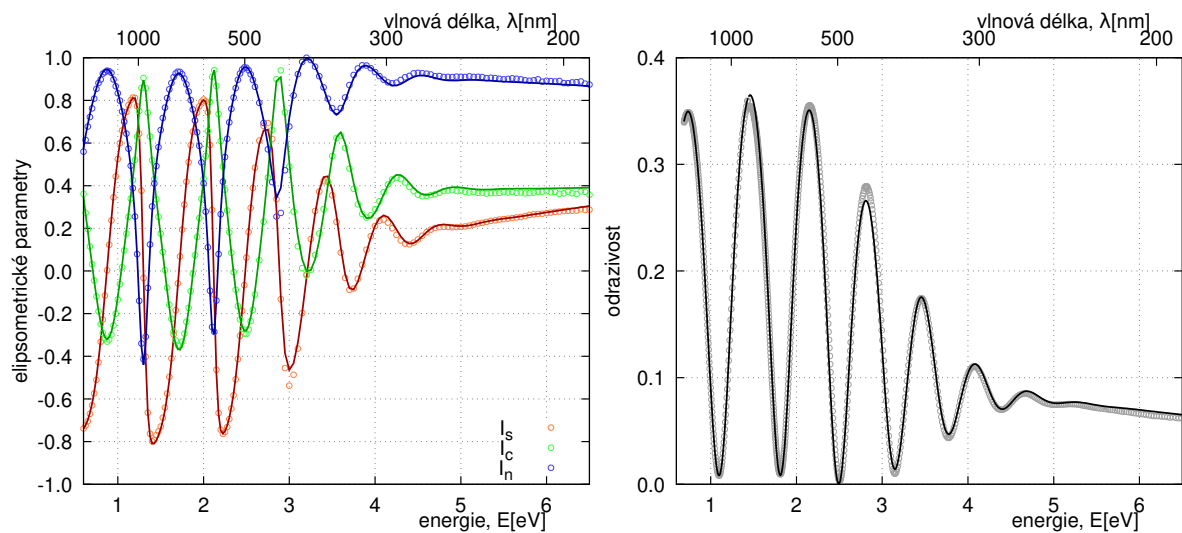
Obrázek 1: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek s hladkým povrchem substrátu a nehomogenní vrstvou. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



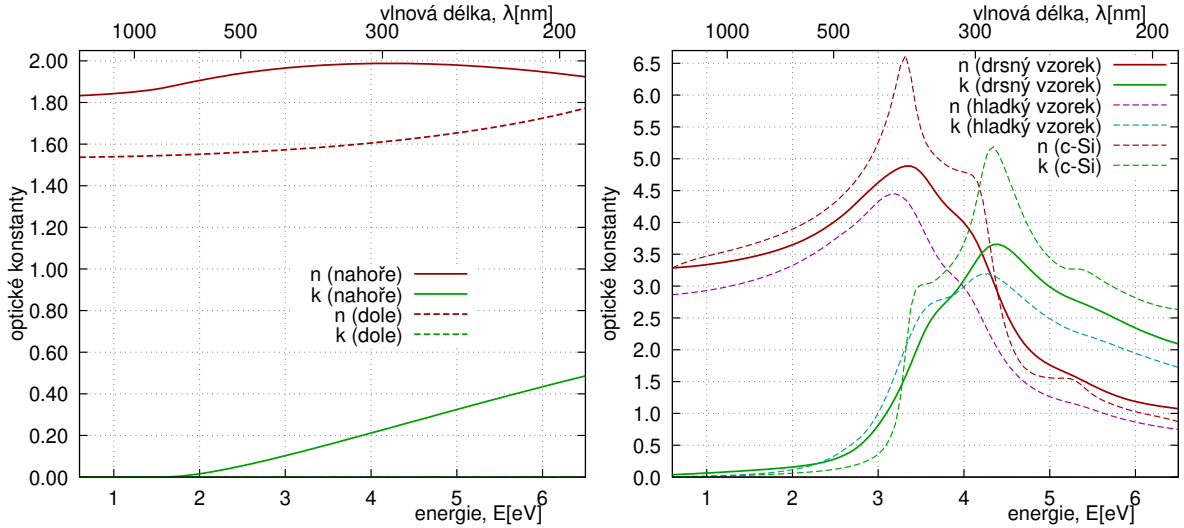
Obrázek 2: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek se zdrsněným povrchem. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



Obrázek 3: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek se zdrsněným povrchem očištěný argonovým plazmatem. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



Obrázek 4: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek se zdrsněným povrchem a nehomogenní vrstvou. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



Obrázek 5: Spektrální závislosti optických konstant nehomogenní vrstvy u horního a spodního rozhraní (nalevo) a optických konstant přechodové vrstvy (napravo). Pro srovnání jsou rovněž zobrazeny optické konstanty monokrystalického křemíku.

3 Optická charakterizace s užitím skalární difrakční teorie a modelu nehomogenní vrstvy s identicky drsnými rozhraními

V této části budou prezentovány výsledky optické charakterizace v případě, kdy vycházíme pouze z dat získaných měření na vzorku s deponovanou nehomogenní vrstvou s drsnými rozhraními.

3.1 Strukturní a disperzní modely, zpracování dat

V případě, kdy jsme užili pouze experimentálních dat vzorku s deponovanou nehomogenní vrstvou s drsnými rozhraními bylo optickou charakterizaci možné úspěšně provést pouze tehdy, když byl pro popis drsnosti užit velmi jednoduchý model. Užili jsme modelu, který předpokládá identicky drsné rozhraní a vliv drsnosti zahrnuje pouze s užitím skalární difrakční teorie. Vliv rozptýleného světla zaznamenaného spektrofotometrem při měření odrazivosti díky jeho konečně velkému přijímacímu úhlu byl rovněž započten. Výpočet optických veličin byl proveden tak jak je popsáno v částech 2.1.1–2.1.4 s tím rozdílem, že byly přeskočeny části odpovídající zahrnutí drsnosti pomocí RRT.

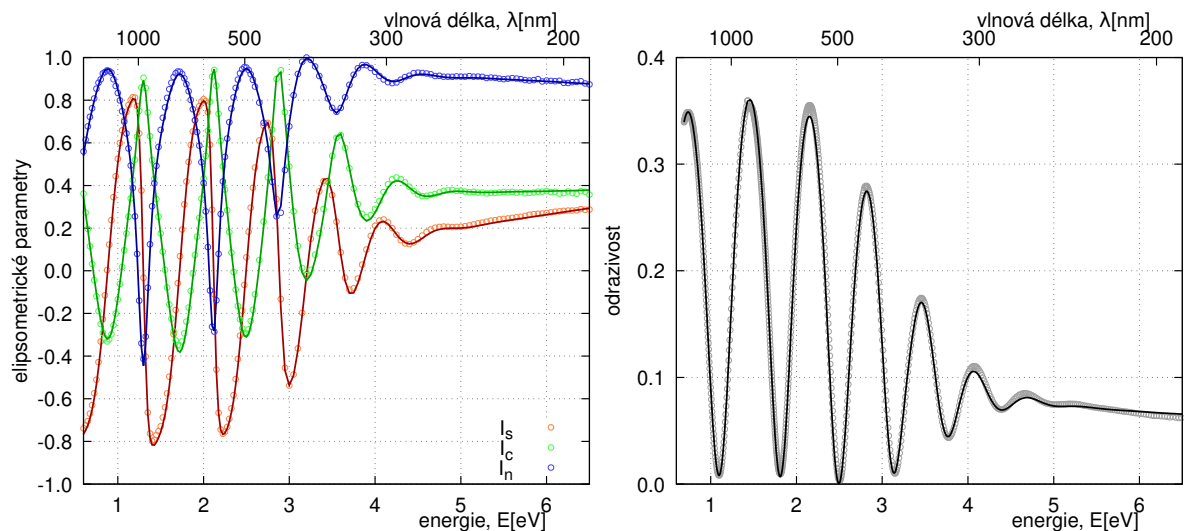
Při zpracování dat pak byly hledány parametry drsnosti, optické konstanty nehomogenní vrstvy a přechodové vrstvy a tloušťky těchto vrstev.

V případě, kdy jsme užili složitějšího modelu, který pro popis drsnosti užil větší počet parametrů, byly parametry mezi sebou příliš korelovány a nebylo možné určit jejich hodnoty při optické charakterizaci.

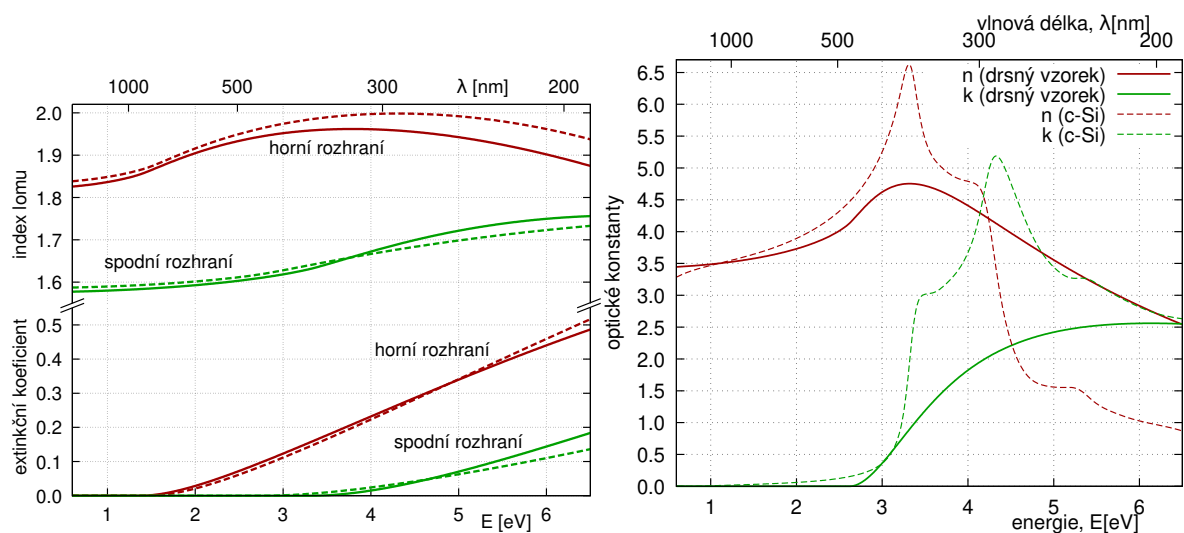
3.2 Výsledky optické charakterizace

parametr	hodnota		
tloušťka nehomogenní vrstvy určená z elipsometrických dat	d_e	503.6	nm
tloušťka nehomogenní vrstvy určená ze spektrofotometrických dat	d_r	498.1	nm
tloušťka přechodové vrstvy	d_{tl}	21.4	nm
rms hodnota výšek drsnosti (SDT)	σ_{SDT}	14.7	nm
součin autokorelační délky a polovičního přijímacího úhlu (SDT)	$\alpha_{SDT}\tau_{SDT}$	33.4	nm

Tabulka 2: Hodnoty strukturních parametrů.



Obrázek 6: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek se zdrsňeným povrchem a nehomogenní vrstvou. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



Obrázek 7: Spektrální závislosti optických konstant nehomogenní vrstvy u horního a spodního rozhraní (nalevo) a optických konstant přechodové vrstvy (napravo). Pro srovnání jsou rovněž zobrazeny optické konstanty monokrystalického křemíku.

4 Optická charakterizace s užitím kombinace skalární difrakční teorie a Rayleigh–Riceovy teorie

V této části budou prezentovány výsledky optické charakterizace v případě, kdy vycházíme z dat získaných měření na vzorku se zdrsňeným povrchem (t.j. před provedením deposice) a na vzorku deponovanou nehomogenní vrstvou s drsnými rozhraními (t.j. po provedení deposice).

4.1 Strukturní a disperzní modely, zpracování dat

V tomto případě bylo užito pro popis drsnosti modelu kombinujícího skalární difrakční teorii a Rayleigh–Riceovu teorii. V rámci SDT bylo užito předpokladu, že horní i spodní rozhraní nehomogenní vrstvy vykazují identickou drsnost. V rámci RRT jsme pak předpokládali, že spodní

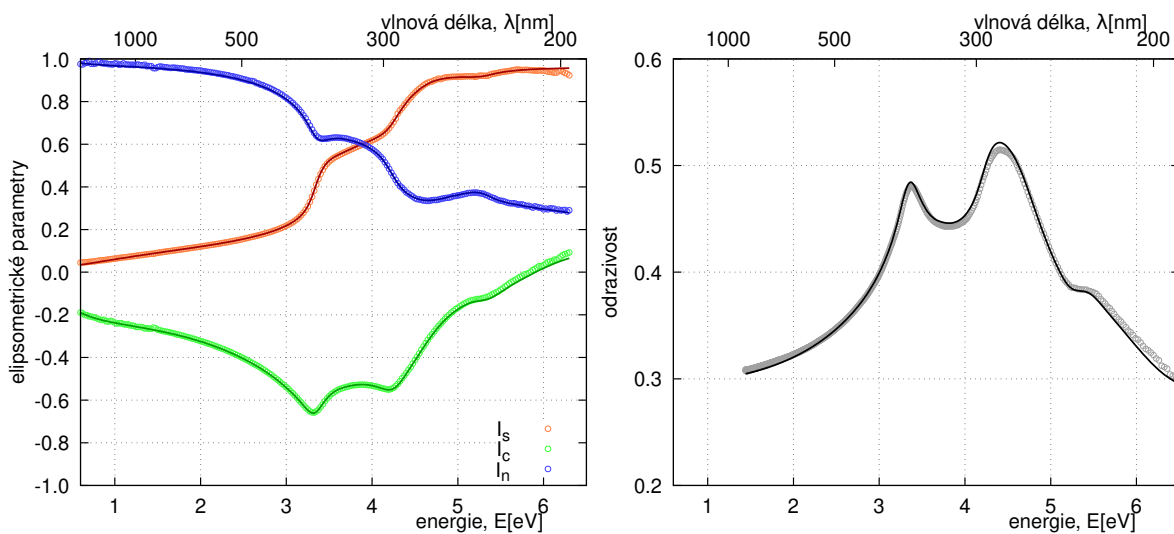
a horní rozhraní nehomogenní vrstvy mohou vykazovat odlišnou drsnost, přičemž jsme předpokládali, že rms hodnota výšek může být odlišná u horního a spodního rozhraní, ale autokorelační délku jsme uvažovali stejnou pro obě rozhraní. Výpočet optických veličin byl proveden tak jak je popsáno v částech 2.1.1–2.1.4 s tím, že rovnice odpovídající RRT byly upraveny tak, aby bylo možné uvažovat odlišnou drsnost u spodního a horního rozhraní nehomogenní vrstvy.

V rámci optické charakterizace jsme předpokládali, že parametry drsnosti popisující spodní rozhraní nehomogenní vrstvy jsou totožné s parametry popisujícími drsný povrch substrátu, před tím než na něj byla deponována vrstva. Při zpracování dat pak byly hledány parametry drsnosti, optické konstanty nehomogenní vrstvy a přechodové vrstvy a tloušťky nehomogenní vrstvy, přechodové vrstvy a nativní oxidové vrstvy na povrchu zdrsňeného povrchu křemíku.

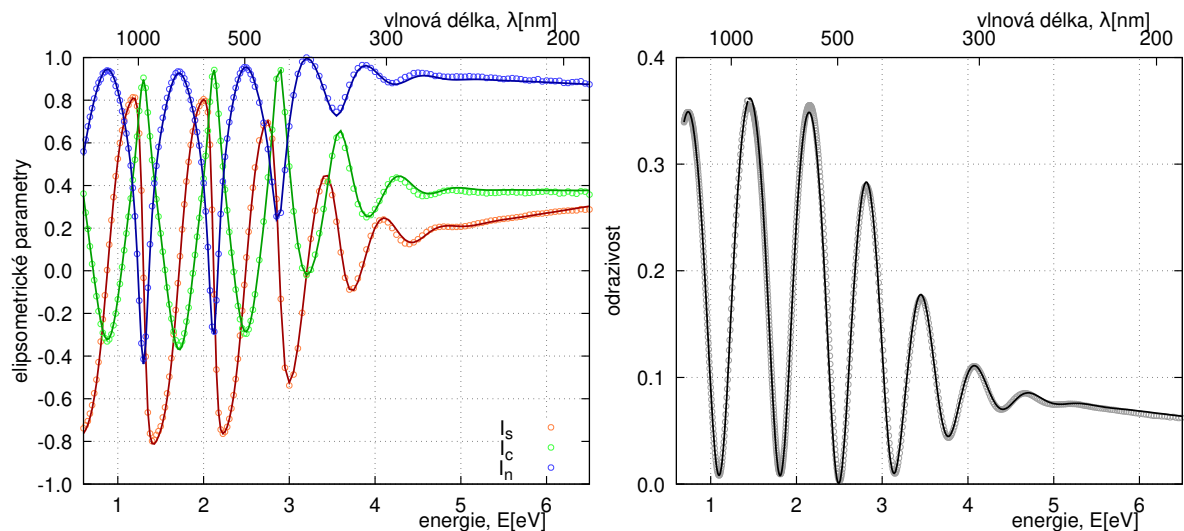
4.2 Výsledky optické charakterizace

parametr	hodnota	
<i>popis drsnosti</i>		
rms hodnota výšek drsnosti u horního rozhraní (RRT)	$\sigma_{\text{RRT}}^{\text{H}}$	8.2 nm
rms hodnota výšek drsnosti u spodního rozhraní (RRT)	$\sigma_{\text{RRT}}^{\text{H}}$	7.8 nm
autokorelační délka (RRT)	τ_{RRT}	68.1 nm
rms hodnota výšek drsnosti (SDT)	σ_{SDT}	10.8 nm
součin autokorelační délky a polovičního přijímacího úhlu (SDT)	$\alpha_{\text{SDT}}\tau_{\text{SDT}}$	22.9 nm
celková rms hodnota výšek drsnosti u horního rozhraní		13.6 nm
celková rms hodnota výšek drsnosti u spodního rozhraní		13.3 nm
<i>vzorek s drsným povrchem</i>		
tloušťka nativní oxidové vrstvy	d_o	3.5 nm
<i>vzorek s nehomogenní vrstvou</i>		
tloušťka nehomogenní vrstvy určená z elipsometrických dat	d_e	502.4 nm
tloušťka nehomogenní vrstvy určená ze spektrofotometrických dat	d_r	498.6 nm
tloušťka přechodové vrstvy	d_{tl}	25.6 nm

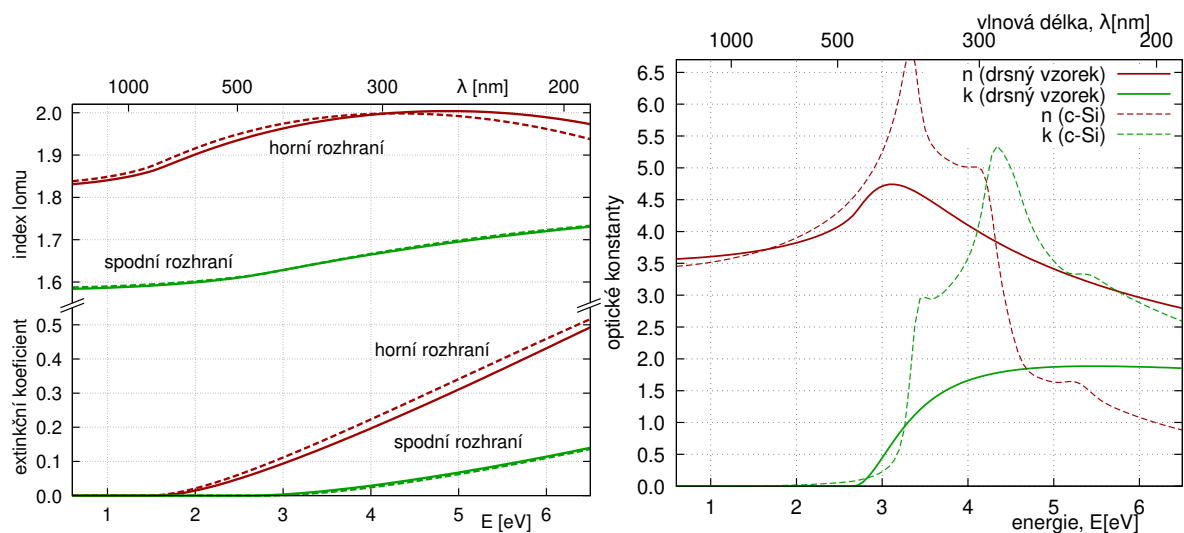
Tabulka 3: Hodnoty strukturálních parametrů.



Obrazek 8: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek se zdrsňeným povrchem. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



Obrázek 9: Spektrální závislosti elipsometrických parametrů při úhlu dopadu 70° a odrazivosti pro vzorek se zdrsňeným povrchem a nehomogenní vrstvou. Body odpovídají měřeným datům, křivky odpovídají proložení teoreticky vypočtenými hodnotami.



Obrázek 10: Spektrální závislosti optických konstant nehomogenní vrstvy u horního a spodního rozhraní (nalevo) a optických konstant přechodové vrstvy (napravo). Pro srovnání jsou rovněž zobrazeny optické konstanty monokrystalického křemíku.

5 Závěr

Pomocí plazmochemické depozice z plynné fáze byla na vzorek s anodicky zdrsňeným povrchem vytvořena nehomogenní vrstva vykazující výrazný profil optických konstant. Pro tento systém pak byla provedena optická charakterizace.

Nejdříve jsme studovali strukturu vytvořené vrstvy tak, že jsme současně zpracovávali experimentální data měřená na zdrsňeném povrchu křemíkového substrátu, zdrsňeném povrchu křemíkového substrátu po očištění v argonovém plazmatu, zdrsňeném substrátu s nanosenou nehomogenní vrstvou a na vzorku nehomogenní vrstvy připravené na substrát s hladkým povrchem. Ukázalo se, že drsnost rozhraní bylo možné popsat s užitím kombinace Rayleigh–Riceovy poruchové teorie a skalární difrakční teorie. Při zpracování bylo využito předpokladu, že všechna rozhraní vykazují identickou drsnost. Rovněž bylo nutné předpokládat existenci přechodové vrstvy mezi nehomogenní vrstvou a křemíkovým substrátem. Výsledky získané pro vzorek s

nehomogenní vrstvou deponovanou na substrát se zdrsňným povrchem jsou konzistentní s výsledky pro systém, kdy byla nehomogenní vrstva deponována na substrát s hladkým povrchem a výsledky získanými pro zdrsňný povrch bez deponované vrstvy.

Dále jsme provedli optickou charakterizaci pouze na základě experimentálních dat měřených na zdrsňném substrátu s nanosenou nehomogenní vrstvou. V tomto případě bylo nutné pro popis drsnosti užít jednoduchého modelu využívajícího pouze skalární difrakční teorii a předpokladu identicky drsných rozhraní.

V případě, kdy jsme při optické charakterizaci užili nejen experimentální data odpovídající zdrsňnému substrátu s nanosenou nehomogenní vrstvou ale i experimentální data odpovídající zdrsňnému substrátu bez vrstvy, bylo možné pro popis užít složitějšího modelu kombinujícího skalární difrakční teorii a Rayleigh–Riceovu poruchovou teorii. V tomto případě bylo dokonce v rámci Rayleigh–Riceovy teorie hledat samostatně výšky drsnosti u horního a spodního rozhraní. Nalezené výšky drsnosti u spodního a horního rozhraní vyšli téměř identické, což potvrzuje správnost výše užitého předpokladu identicky drsných rozhraní.

Výsledky našeho výzkumu ukazují, že na základě optické charakterizace lze určit parametry drsnosti studovaného systému, nicméně při volbě strukturních a disperzních modelů je třeba postupovat obezřetně. Popis nehomogenní vrstvy sám o sobě vyžaduje relativně velký počet parametrů a pokud zavedeme příliš mnoho parametrů v modelu pro popis drsnosti, pak dojde ke korelaci mezi hledanými parametry, což znemožňuje následné vyhodnocení experimentálních dat.