



ČESKÝ METROLOGICKÝ INSTITUT

OBLASTNÍ INSPEKTORÁT BRNO

ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA Č. 6014-TR-Z0001-24

o plnění úkolu TR č. UTR24E601401

Rozvoj nanometrologické optické laboratoře

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

Vypracovali: Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.
Mgr. Anna Charvátová Campbell, Ph.D.
Ing. Václav Šulc, Ph.D.
Ing. David Nezval, Ph.D.
Mgr. Miroslav Valtr, Ph.D.
Mgr. Radek Šlesinger, Ph.D.

Ředitel VOJ: Ing. Radovan Wiecek
ředitel OI Brno

Datum: 26. listopadu 2024

Schválil: Dr. Ing. Radek Strnad, PhD.
odborný ředitel pro vědu, výzkum a inovace



RESUMÉ

Cílem úkolu bylo vyvinout nástroje pro optická měření povrchů, tenkých vrstev a jejich plošné nehomogenity, povrchové kontaminace a související nástroje pro hybridní zpracování optických a SPM dat v oblasti polovodičového a optického průmyslu. Pro tyto účely jsme rozvíjeli různé metrologické techniky – interferometrii v bílém světle, měření koherentního či nekoherentního rozptylu, rastrovací optickou mikroskopii v blízkém poli a měření Ramanova rozptylu. Dále jsme se v druhé části úkolu věnovali otázce rozšíření možnosti pokročilejšího fitování dat pomocí algoritmu OEFPIIL do dalších laboratoří ČMI, i mimo rámec vyhodnocení optických dat.

OBSAH	2
1 ÚVOD	3
2 POPIS ŘEŠENÍ ÚKOLU	5
2.1 Optická laboratoř pro měření rozptylu a parametrů tenkých vrstev	5
2.1.1 Koncepce laboratoře a úpravy místnosti	5
2.1.2 Popis přístroje pro měření rozptylu	5
2.1.3 Justáž a zprovoznění přístroje pro měření rozptylu	8
2.1.4 Popis přístroje pro mapování tloušťky tenkých vrstev	10
2.2 Zpracování dat z interferometrie v bílém světle	12
2.2.1 Základní princip WLI	12
2.2.2 Matematický popis interferogramu	13
2.3 Metrologická návaznost při měření koherentního rozptylu	14
2.4 Rekonstrukce zařízení pro rastrovací optickou mikroskopii v blízkém poli	19
2.5 Zprovoznění senzoru pro měření Ramanova rozptylu	24
2.6 Fitování dat algoritmem OEFPIIL	29
2.6.1 Popis algoritmu OEFPIIL	30
3 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY	31
3.1 Zpracování dat z interferometru v bílém světle	31
3.2 Fitování dat algoritmem OEFPIIL	35
3.2.1 Rozhraní pro aplikaci Microsoft Excel	35
3.2.2 Příklady využití algoritmu OEFPIIL v různých oblastech metrologie	36
4 ČERPANÉ NÁKLADY NA ÚKOL	45
5 ZÁVĚR	46
SEZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH CITACÍ	47
PŘÍLOHA Č. 1 – PLÁNOVACÍ LIST	48
PŘÍLOHA Č. 2 – POUŽITÉ ZKRATKY	52
PŘÍLOHA Č. 3 – SEZNAM TABULEK A OBRÁZKŮ	53



1. ÚVOD

Úkol technického rozvoje se zaměřuje na optické metody využívané v nanometrologii, tj. při měření rozměrů a dalších fyzikálních vlastností objektů v mikro- a nanoměřítku. Přestože hlavním prostředkem metrologické návaznosti v nanometrologii jsou dotykové metody s vysokým rozlišením, jako je mikroskopie atomárních sil, optické metody mají některé nepopíratelné výhody, především rychlost. V případech, kdy je možné smířit se s nižším prostorovým rozlišením jsou proto velmi oblíbené. Další výhodou je, že optické metody jsou zcela bezdotykové, bez nutnosti jakékoliv mechanické interakce mezi sondou a povrchem, což zvyšuje robustnost a bezúdržbovost měření, což jsou kvality oceňované zejména v průmyslu.

Optických metod využívaných v nanometrologii je celá řada a různé přístupy se zaměřují na různé typy problémů – měření topografie povrchu (např. konfokální mikroskopie, interferometrie v blízkém světle), jeho drsnosti (měření rozptylu, optická profilometrie), měření parametrů tenkých vrstev (reflektometrie, elipsometrie), či měření chemického složení (infračervená spektroskopie, měření Ramanova rozptylu). Při plánování tohoto úkolu technického rozvoje v roce 2023 jsme primárně uvažovali o rozvoji technik souvisejících s tenkými vrstvami, konkrétně o spektroskopické elipsometrii, které jsme chtěli věnovat většinu úsilí. S ohledem na fakt, že v té době připravovaný nákup zobrazovacího spektroskopického elipsometru, nebyl nakonec realizován, jsme se zaměřili na rozvoj měření jinými optickými metodami, zčásti vyvinutými na našem pracovišti, zčásti získaných zápůjčkou ve spolupráci s Fakultou strojního inženýrství VUT v Brně. V předchozích dvou letech jsme se v rámci řešení obdobných úkolů již optickým metodám věnovali a zpráva na tyto aktivity navazuje – například při vývoji zařízení pro koherentní fourierovskou skaterometrii, nebo při vývoji zařízení pro hybridní měření pomocí kombinace dotykových a bezdotykových metod. V návaznosti na různé dílčí problémy a nedostatky, které jsme identifikovali při provozu, a to jak u technik nových, tak tradičnějších (např. rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli) jsme se proto snažili dosáhnout pokroku v optické metrologii nanostruktur hned v několika směrech současně a naplnit tak cíle úkolu.

Zpráva je primárně členěna podle jednotlivých metod, o jejichž zdokonalení jsme se snažili:

- Měření rozptylu světla (skaterometrie) umožňuje stanovení rozptýleného světla na površích v širokém rozmezí úhlů a vlnových délek. Po dohodě s VUT v Brně jsme do naší laboratoře zapůjčili přístroj pro měření rozptylu dříve vyvinutý na Ústavu fyzikálního inženýrství a věnovali jsme se jeho instalaci, zprovoznění a zapojení do metrologického systému. V té souvislosti jsme také připravili novou laboratoř lépe vyhovující potřebám optických měření do které byl instalován přístroj pro měření rozptylu a do které bude v budoucnosti instalován také zobrazovací spektroskopický reflektometr pro mapování tenkých vrstev.
- Koherentní fourierovská skaterometrie (Coherent Fourier Scatterometry – CFS) je alternativní zobrazovací metoda měření rozptylu, která umožňuje analýzu periodických struktur s rozlišením překonávajícím difrakční limit. V návaznosti na experimenty v minulém roce jsme zařízení pro CFS doplnili o interferometrické odměřování polohy vzorku, abychom umožnili validaci metody a další složitější experimenty.
- Zobrazovací interferometrie v bílém světle (White Light Interferometry – WLI) umožňuje mapování topografie vzorků na velkých plochách s vysokým rozlišením v ose z . V návaznosti na naše praktické zkušenosti s komerčním WLI zařízením jsme vytvořili vlastní software pro zpracování interferogramů, abychom zvýšili rozlišení, lépe pochopili některé artefakty související s zpracováním dat komerčním programem a dokázali stanovit příspěvky k nejistotě měření související s vyhodnocením dat.
- Rastrovací optická mikroskopie v blízkém poli (SNOM – Scanning Near-field Optical Microscopy)



umožňuje měření optických vlastností překonávající difrakční limit na základě využití velmi malé apertury optického vlákna osvětlujícího vzorek, pohybujícího se v těsné blízkosti povrchu. Zprovoznili jsme sestavu pro měření v režimu osvětlování a snímání odrazu stejným vláknem, což umožňuje snáze interpretovat data. Kromě toho jsme se zaměřili na rekonstrukci celého zařízení bez nutnosti používat staré neefektivní polohovací systémy z dříve používaného mikroskopu Aurora II od firmy Thermomicroscopes a na doplnění hardwarových a softwarových nástrojů pro měření lokální fluorescence.

- Měření Ramanova rozptylu je optická metoda umožňující získat chemické složení vzorku. Zprovoznili jsme modul od firmy Lightnovo, který umožňuje integraci jednoduchého měření Ramanova rozptylu do našich experimentálních zařízení a snažili jsme se o jeho automatické ovládání.

Pro všechny výše uvedené metody prezentujeme stručný popis, provedené úpravy, klíčové výsledky a hlavní body metodických postupů, který byly pro účely dalšího využití těchto metod navrženy.

Na závěr je ve zprávě diskutována problematika fitování dat pomocí algoritmu OEFPIIL (Optimum Estimate of Function Parameters by Iterated Linearization). Tato část má s optickými metodami jen velmi volnou spojitost a v této zprávě úkolu technického rozvoje je prezentována do jisté míry jako následek administrativních přesunů interních výzkumných projektů v průběhu roku. Algoritmus OEFPIIL umožňuje provádět obecné fitování dat metodou kolmé vzdálenosti (orthogonal distance regression) a jeho implementaci pro účely mikroskopie atomárních sil se věnujeme v bilaterálním projektu MŠMT. V tomto úkolu jsme se pokusili o využití tohoto algoritmu při zpracování dat z různých oborů metrologie, ve spolupráci s kolegy z jiných oddělení ČMI, případně s kolegy věnujícími se na našem oddělení jiným typům měření. Jedinou vazbou na optická měření je zde fitování spekter odrazivosti tenké vrstvy, což je nicméně v optické oblasti poměrně důležitý úkol. Cílem práce bylo nejen vypracovat příklady využití algoritmu v různých oborech, ale také vytvořit dostatečně robustní a uživatelsky přístupnou metodiku zpracování dat, tak, aby výhody algoritmu OEFPIIL, mezi něž patří například možnost pracovat s korelovanými daty a získat nejistotu měření, mohli využívat i další kolegové.

S ohledem na fakt, že zpráva se zaměřuje na popis řady víceméně nezávislých dílčích experimentů, není předepsané členění zprávy (Kapitola 2: popis řešení – Kapitola 3: dosažené výsledky) pro čtenáře právě nejvhodnějším formátem. Proto jsme výsledky měření a zpracování dat menšího rozsahu začlenili již do druhé kapitoly a v třetí kapitole uvádíme výsledky měření a zpracování jen pro dva rozsáhlejší celky – měření a zpracování dat z interferometru v bílém světle a zpracování dat algoritmem OEFPIIL.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 5/54
--	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	--------------------------------------

2. POPIS ŘEŠENÍ ÚKOLU

2.1. Optická laboratoř pro měření rozptylu a parametrů tenkých vrstev

2.1.1. Koncepce laboratoře a úpravy místnosti

Optická měření probíhala v minulých letech v podzemních laboratořích oddělení nanometrologie. S rozvojem některých technik rastrovací mikroskopie – například konstrukcí mikroskopu atomárních sil pro měření na velkých plochách a konstrukcí vakuového dvousondového termálního mikroskopu – nicméně laboratoře přestaly kapacitně dostačovat a ani velký pohyb pracovníků po laboratořích nebyl pro optické přístroje ideální. S ohledem na fakt, že optické metody nejsou obecně tak náchylné na vibrace jako dotykové metody, byla vybrána volná místnost 7208 v 1. nadzemním podlaží a tato místnost byla upravena pro účely optické laboratoře pro zobrazovací metody a pro metody měření rozptylu.

V této fázi byla místnost primárně určena pro umístění přístroje SM3 (Scatterometer 3), goniometrického skaterometru pro měření rozptýleného světla z povrchu a přístroje ISR, zobrazovacího spektroskopického reflektometru, zapůjčených z Ústavu fyzikálního inženýrství fakulty strojní VUT v Brně. Možnost zápůjčky přístrojů se vyvinula v souvislosti s personálními změnami a také v souvislosti se změnami dispozic laboratoří po rekonstrukci místností na VUT. Zařízení pro nás nicméně nejsou neznámá – jak skaterometr tak reflektometr byly na VUT byla vyvinuty v rámci řady společných grantového projektu a byly v minulosti využity při společném výzkumu, jehož výsledkem byla řada publikací. V naší laboratoři jsme navíc v minulých letech vyvinuli svůj vlastní zobrazovací reflektometr alternativní konstrukce a cca před 20 lety také jednoduchý sketerometr, takže nám tyto metody byly blízké i po přístrojové stránce.

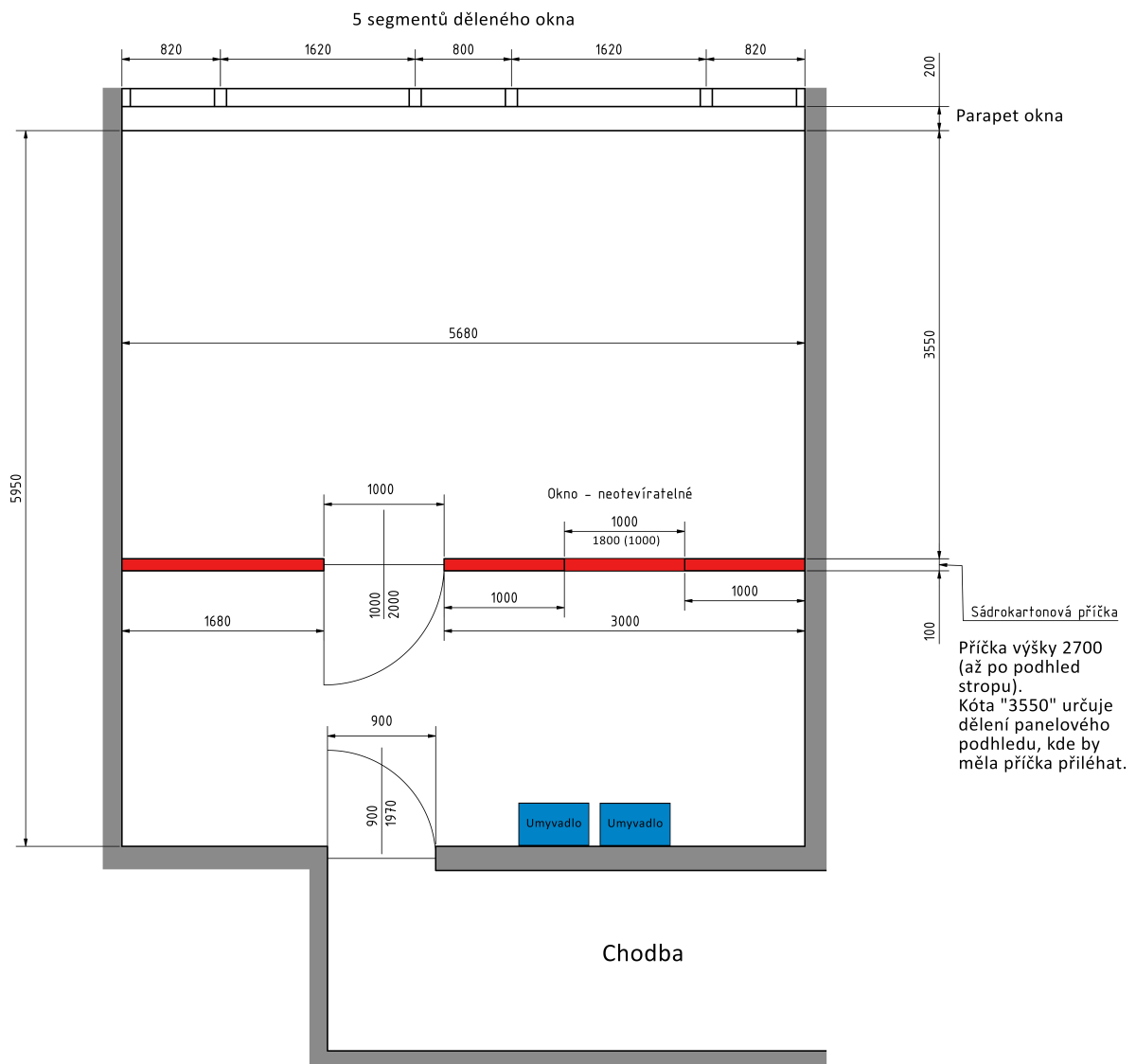
Pro zajištění vhodných podmínek v okolí tohoto optického přístroje se výběr místnosti se samostatnou klimatizační jednotkou a oddělenými jištěními okruhy elektrických zásuvek jevil jako vhodná volba. Za účelem udržení stabilního prostředí a čistoty byly provedeny stavební úpravy místnosti. Byla navržena a postavena příčka rozdělující místnost na dvě části zobrazené na obrázku 1. V první části této místnosti tak zůstal k dispozici přístup k umyvadlům a vodovodnímu řadu. V druhé části vznikl uzavřený prostor o ploše 20 m² umožňující nerušený chod přístrojů a jejich obslužných systémů (chlazení a vzduchotechnika), výstup klimatizační jednotky a k standardní elektroinstalaci byla přidána přípojka na 380 V. V případě potřeby lze celou druhou část místnosti zatemnit, jelikož optické přístroje, které zde měly být umístěné, jsou citlivé na okolní světlo.

V průběhu roku byly provedeny všechny stavební úpravy, nastěhován prvního z přístrojů a byla provedena jeho justáž a zprovoznění.

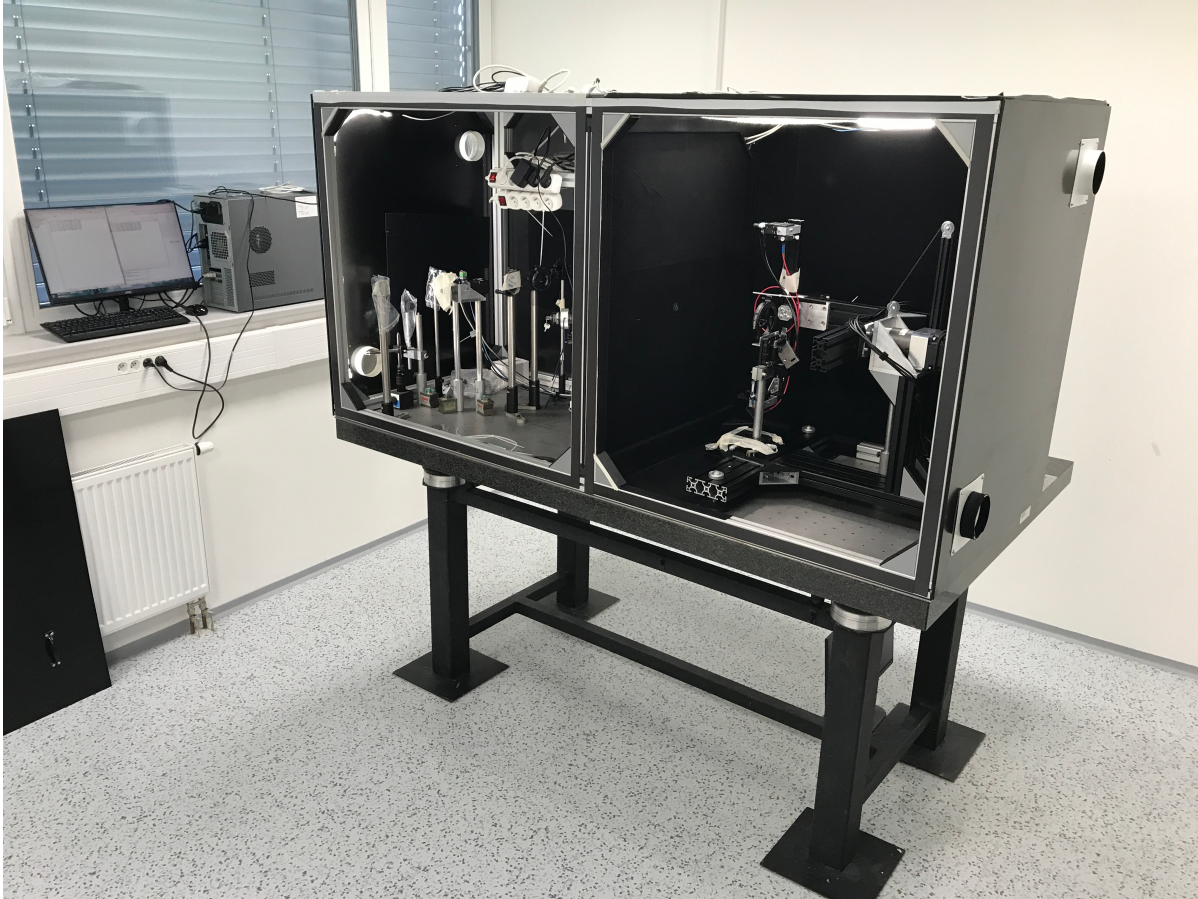
2.1.2. Popis přístroje pro měření rozptylu

Přístroj Scattermeter 3. generace, zkráceně SM3, je třetí dokončenou verzí přístroje pro měření úhlového rozložení rozptýleného laserového světla z povrchu pevného tělesa. Byl vyvinut v laboratoři koherenční optiky ÚFI FSI VUT v Brně pod vedením prof. Miloslava Ohlídala a byl dlouhodobě zapůjčen a v průběhu roku 2024 převezen na ČMI v Brně, oddělení primární nanometrologie a technické délky do nově upravené optické laboratoře (viz obrázek 2).

Tento přístroj umožňuje měřit rozložení rozptýleného světla z povrchu v prostoru okolo něj. Na rozdíl od zařízení pro měření koherentního rozptylu, které jsme vyvíjeli v rámci Úkolu technického rozvoje v minulém roce, se nejedná o zobrazovací metodu, ale o přímé měření rozptýleného světla pomocí malého detektoru pohybujícího se v prostoru okolo vzorku. Výhodou tohoto řešení je možnost detekovat velký dynamický rozsah intenzity světla a přístroje podobné konstrukce se proto používají pro měření rozptylu i v jiných metrologických institutech, například při charakterizaci zrcadel. Typický společný výzkum, který jsme dosud na přístroji prováděli, ve spolupráci s pracovištěm prof. Ivana Ohlídala na Přírodovědecké



Obrázek 1: Půdorys místnosti 7208 s navrženou příčkou.



Obrázek 2: Přístroj SM3 umístěný v optické laboratoři ČMI.

Fakultě Masarykovy Univerzity, je charakterizace rozptylu na drsných površích o různých hodnotách drsnosti a korelační délky a srovnáním parametrů této drsnosti měřených pomocí mikroskopie atomárních sil a stanovené z rozptylu světla.

Přesto, že je přístroj po funkční stránce dokončen, je z velké části sestaven z běžně dostupných optických a optomechanických komponent zakoupených u běžných dodavatelů pro laboratoře. Z největší části tak bylo zakoupeno u dodavatele Thorlabs, Inc., který dlouhodobě udržuje vysoký standard, variabilitu a dostupnost nabízených položek. Zařízení SM3 tak je spíše pracovní verzí v optické laboratoři, než ucelený komerční přístroj, jak je i patrné na obrázku 3. Přístroj se skládá ze dvou částí: část pro úpravu optického svazku a detektorová část.

Schéma přístroje je možné vidět na obrázku 4. Jedná se o gonioskatterometer umožňující měřit rozptýlené světlo v odražené i prošlé části poloprostoru od roviny vzorku. Zdrojem světla je laditelný Ar-Kr plynový laser se spektrálními čarami ve viditelné oblasti. Optická část přístroje je navržena a sestavena s využitím prvků zrcadlové optiky, díky čemuž je optická trasa celého systému v závislosti na použité vlnové délce světelného svazku neměnná.

Přesto, že je zdroj světla omezen pouze na viditelnou část elektromagnetického spektra, přístroj byl vyvíjen a zamýšlen s možností rozšíření do spektrální oblasti blízké UV. Je tak používán detektor APD410A2 výrobce Thorlabs, Inc., který má citlivost ve spektrálním rozsahu 200–1000 nm, a zrcadla použitá v celé optické sestavě jsou vybrána s povrchovou úpravou pro spektrální rozsah 225–700 nm.

Světelný laserový svazek je za prostorovým filtrem fokusován do ohniskové roviny, která souhlasí se

	Český metrologický institut	Zpráva úkolu TR č.	Počet příloh: 3
	Oblastní inspektorát Brno	6014-TR-Z0001-24	Počet listů: 8/54

Tabulka 1: Přehled vzorků anodicky leptaných křemíkových substrátů a uvedená RMS drsnost a autokorelační délka určená ze snímků mikroskopie atomárních sil.

Označení	RMS drsnost (nm)	Autokorelační délka τ_c (nm)	Označení	RMS drsnost (nm)	Autokorelační délka τ_c (nm)
CMI-2022-13	19,3 ± 1,5	425	CMI-2022-17	16,2 ± 1,2	342
CMI-2022-20	12,7 ± 1,1	195	CMI-2023-18	22,1 ± 1,5	251

zadní rovinou goniometru, viz obrázek 4. Vzdálenost středu goniometru od zmíněné ohniskové roviny je stejná jako poloměr sféry, kterou opisuje vstupní apertura detektoru okolo středu goniometru. Držák vzorků leží uprostřed tohoto goniometru a je možné s ním pohybovat a rotovat ve všech osách. Tím je možné dosáhnout libovolné geometrie a správného nastavení vzorku vůči dopadajícímu svazku a detekčnímu systému.

Řízení pohybu goniometru je provedeno dvěma krokovými motory. Jemné nastavení polohy apertury detektoru je s využitím převodovek na každém z motorů dostatečně přesné, ale i rychlé. Z důvodu malé apertury na lavinové fotodiodě, sloužící jako detektor, je světlo rozptýlené ze studovaného povrchu sbíráno kolimátorem optického vlákna, které je vyvedeno a navázáno na senzor detektoru. Většinou tak, když je psáno „apertura detektoru“, je myšlena vstupní apertura kolimátoru optického vlákna.

Naměřený signál je řídicí jednotkou zpracován a v prostředí ovládacího programu na PC zobrazen. Jakým způsobem se má detektor při měření pohybovat po měřící hemisféře stanovuje nastavená měřící sekvence (procedura). Rozdělujeme na dva typy měřících sekvencí: 3D procedura zachycující celou rozptýlenou hemisféru v odraženém směru od vzorku a měřící sekvenci v rovině, která zaznamená hodnoty v poledníku pod jedním azimutálním úhlem φ_S . Naměřená data jsou spolu s hodnotami referenčního (2. kanálu) uložena do textového souboru.

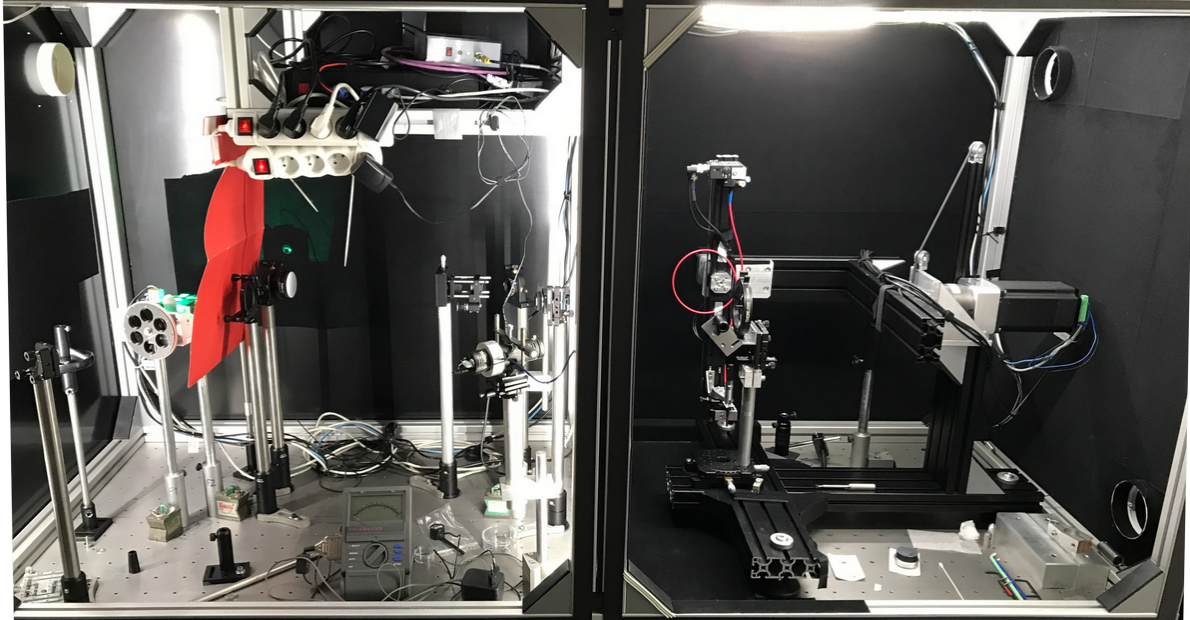
Pokud je přístroj správně nastaven a kalibrován, je za účelem porovnatelnosti výsledků s předchozími naměřenými daty vždy proměřen kalibrační odrazivý standard Spectralon výrobce Labsphere, Inc.. Je tak možné stanovit korekční parametr upravující případnou odlišnou úroveň intenzity použitého zdroje světla. Zmíněné kalibrační měření umožňuje vhodnou korekci dat korekčním parametrem získat přímo hodnoty úhlově rozlišeného rozptylu ARS (Angle Resolved Scattering) v jednotkách sr^{-1} . Vyhodnocení a zpracování dat poté může probíhat nezávisle na použitém přístroji.

Celý přístroj je umístěn na mramorové desce optického stolu s pasivním tlumením vibrací vzduchovými měchy. Přístroj je obklopen konstrukcí boxu umožňující zastínění okolního světla v laboratoři se zapojenou filtrační vzduchotechnikou snižující prašnost vzduchu v bezprostředním okolí optických součástí přístroje. Vnitřní stěny světlotěsného boxu jsou v detektorové části přístroje polepeny černým papírem absorbujícím světlo, aby byly případné nežádoucí odrazy a rozptyl světla z konstrukce přístroje a jeho součástí tlumeny.

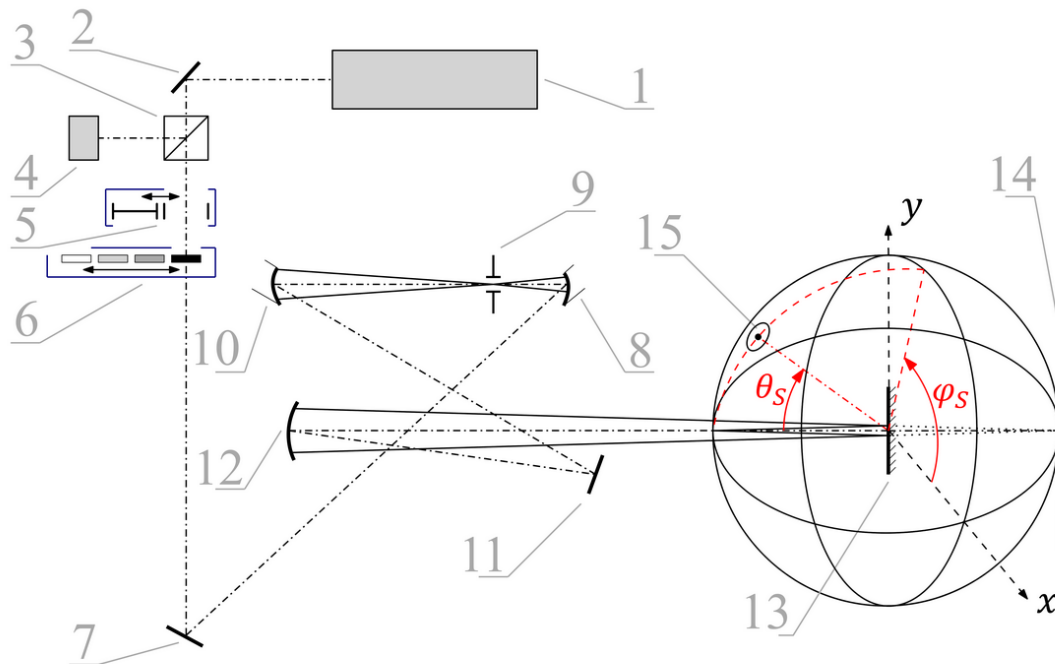
2.1.3. Justáž a zprovoznění přístroje pro měření rozptylu

Po instalaci přístroje jsme provedli jeho justáž a zprovoznění v podmínkách nové laboratoře. Zde popisujeme z prvních orientačních měření demonstrujících jeho funkčnost.

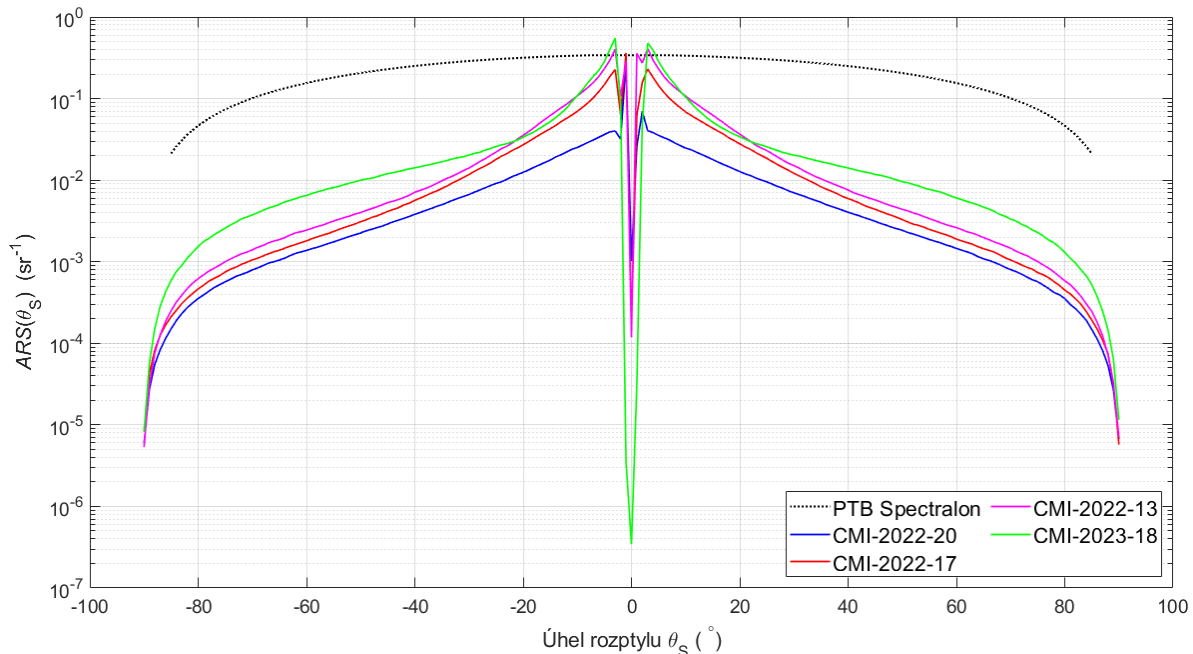
Naměřená data úhlově rozlišeného rozptylu světla ARS z povrchů anodicky leptaných Si substrátů lze vidět na obrázku 5. Jedná se o isotropně rozptylující povrchy a tedy pro každý vzorek jsou zobrazena data pouze v jednom azimutálním poledníku v rozsahu -90° až 90° elevačního úhlu. Každý z vybraných povrchů má rozdílné hodnoty RMS drsnosti povrchu, což bylo změřeno pomocí metody mikroskopie atomárních sil a hodnoty jsou zobrazeny v tabulce 1. Ze zobrazených grafů lze pozorovat rozdílné průběhy hodnot ARS, které jsou způsobeny právě odlišnou RMS drsností povrchu.



Obrázek 3: Odkrytý přístroj SM3: vlevo lze pozorovat část přístroje určenou pro úpravu optického svazku a vpravo detekční část skládající se z goniometru a detektoru.



Obrázek 4: Schéma přístroje Scattermeter 3: 1) laserový zdroj světla, 2) rovinné zrcadlo, 3) dělicí kostka, 4) referenční detektor, 5) clonka, 6) měnič intenzitních filtrů, 7) rovinné zrcadlo, 8) parabolické zrcadlo, 9) modální clona prostorového filtru, 10) parabolické zrcadlo, 11) rovinné zrcadlo, 12) fokusační sférické zrcadlo, 13) studovaný vzorek, 14) ohnisková rovina fokusačního zrcadla, 15) možná poloha pohyblivého detektoru definovaná úhly θ_S , φ_S .



Obrázek 5: Experimentální data z přístroje SM3 zobrazující závislost úhlově rozlišeného rozptylu světla ARS při vlnové délce 514 nm z vybraných anodicky leptaných vzorků s různou RMS drsností povrchu. Křivka „PTB Spectralon“ je kalibrační standard.

2.1.4. Popis přístroje pro mapování tloušťky tenkých vrstev

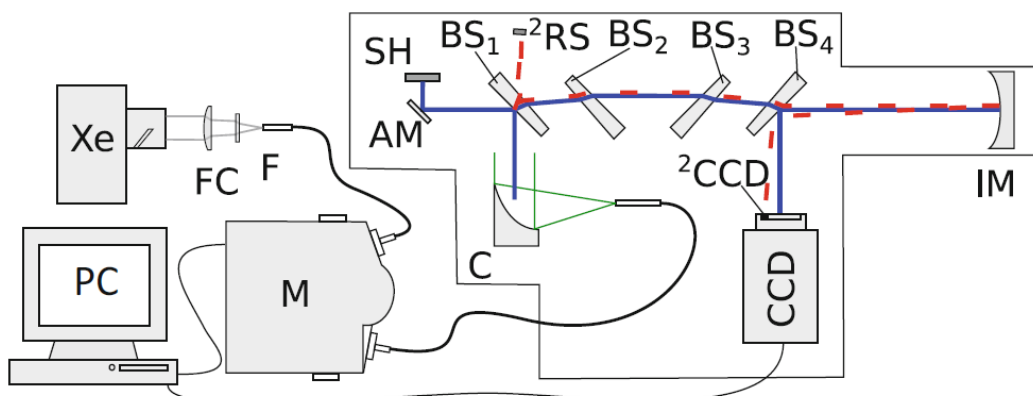
Druhým přístrojem, který bude převezen do nové optické laboratoře z provozních důvodů až v roce 2025, je zobrazovací spektroskopický reflektometr („imaging spectroscopic reflectometer“). Jedná se o přístroj taktéž vyvinutý v laboratoři koherenční optiky ÚFI FSI VUT v Brně (obrázek 6), umožňující zaznamenat a vyhodnotit lokální relativní odrazivost studovaného povrchu (optické vrstvy). Se znalostí materiálových vlastností povrchu tak lze určit topografii – lokální tloušťku optické vrstvy a tedy jej charakterizovat. Tento přístroj unikátní konstrukce doplňuje optické metody charakterizace povrchu a optických vrstev. Tato metoda také byla použita při řešení dílčích cílů úspěšného projektu (TRIO MPO FV40328 „Realizace vrstevnatých systémů s požadovanými spektrálními závislostmi odrazivosti a propustnosti ve střední ultrafialové oblasti spektra“), kterým se naše pracoviště také zabývalo.

Jedná se o laboratorní sestavu umožňující zaznamenávat lokální intenzitu světla odraženého z povrchu měřeného vzorku. Sestava je schematicky znázorněná na obr. 7 a skládá se z xenonové výbojky vyzařující polychromatické světlo o vlnové délce >270 nm vedené optickým vláknem do monochromátoru založeném na difrakční mřížce, kde je vybráno světlo o určité vlnové délce. To je dále optickým vláknem navedeno do hlavní optické části přístroje. Zde nejprve na kolimační parabolické zrcadlo, které vytváří rovnoběžný svazek. Ten děličem svazku osvětluje studovaný povrch vzorku. Systémem klínových děličů svazku a kompenzačních klínových desek je světlo odražené z povrchu vzorku zobrazeno na čip CCD kamery zaznamenávající intenzitu ve spektrálním rozsahu 200–1100 nm s rozlišením přibližně $48 \mu\text{m}$.

Jelikož se jedná o metodu umožňující vyhodnocení relativní odrazivosti, je potřeba měřit také referenční vzorek o známých vlastnostech. Ty mohou být o velikosti až 25×25 mm. Při nastavení měření je vybrán spektrální rozsah a rozlišení, s kterým má být nastavován monochromátor. Ovládání přes uživatelské rozhraní na PC umožňuje celé měření automatizovat.



Obrázek 6: Přístroj ISR v laboratoři koherenční optiky ÚFI FSI VUT v Brně.



Obrázek 7: Schéma přístroje ISR: Polychromatické světlo z XeUV výbojky je navedeno na PC ovládaný monochromátor M, který vybírá úzké spektrum, které je vedeno dále do přístroje. Pomocí kolimační optiky C je dopadající vlna směřována přes rovinné zrcadlo AM na vzorek uložený v držáku vzorků SH. Od tohoto vzorku je odražené světlo směřováno přes systém klínových děličů BS a zobrazovací zrcadlo IM na CCD kameru, kde je obraz povrchu zaznamenán.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 12/54
--	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	---------------------------------------

2.2. Zpracování dat z interferometrie v bílém světle

Interferometrie v bílém světle (WLI) je jednou z metod optické interferometrie, která využívá zdroj širokospektrálního světla (bílého světla) k měření optických vzdáleností a povrchových vlastností materiálů s vysokou přesností. Na rozdíl od tradiční interferometrie, která často pracuje s monochromatickým světlem, přináší interferometrie bílého světla několik výhod. První z nich je vysoká přesnost měření, kdy umožňuje měřit s přesností v řádu nanometrů, což je klíčové například v mikroskopii nebo v polovodičovém průmyslu. Dále potlačuje falešné interference, protože díky širokému spektru bílého světla vznikají interferenční pruhy pouze tehdy, když jsou optické dráhy velmi blízko sebe. To snižuje pravděpodobnost vzniku nežádoucích interferencí. Další výhodou je možnost měření i na hrubších površích na rozdíl od monochromatické interferometrie. To vše je vykoupeno nutností použití přesnějších a kvalitnějších optických komponent než v případě monochromatické interferometrie. Tato technika se široce využívá v oblastech, kde je třeba přesně měřit povrchové profily, tloušťky vrstev a další mikroskopické charakteristiky v oblastech, jako je například mikroskopie, polovodičový průmysl či metrologie povrchů a tenkých vrstev. V případě námi využívaného zařízení pro měření v bílém světle (od firmy SIOS) jsme naráželi na problémy při vyhodnocení dat z velmi hladkých povrchů, nebo v případě, kdy jsme se pokoušeli spojovat více map topografie do jednoho celku. V tomto úkolu jsme se proto snažili celý řetězec vyhodnocení dat implementovat našimi vlastními nástroji, abychom lépe zařízení rozuměli a tyto problémy obešli.

2.2.1. Základní princip WLI

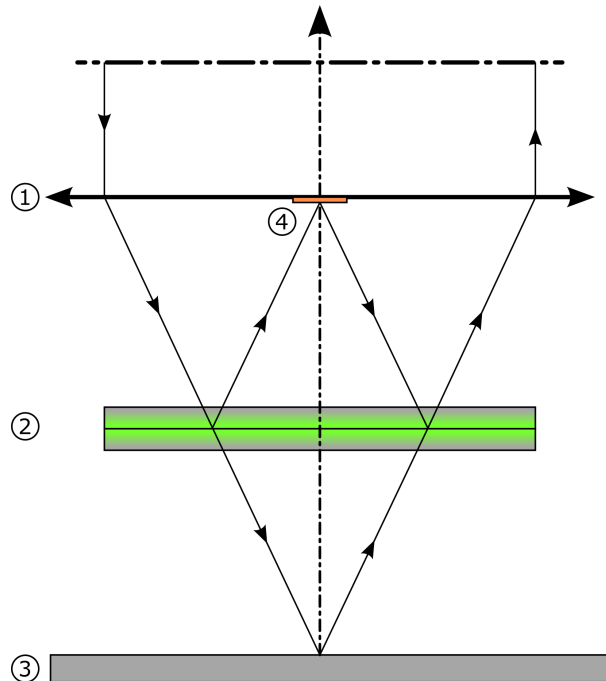
Interferometrie v bílém světle je založena na interferenci dvou paprsků bílého světla, které vznikají jeho rozdělením na referenční a měřený paprsek. Při průchodu optickým zařízením, jako je Michelsonův nebo Mirauův interferometr [1], se světelný paprsek rozdělí na dvě cesty. Jeden paprsek se odráží od známého referenčního povrchu, zatímco druhý paprsek se odráží od zkoumaného povrchu vzorku. Po odrazu od obou povrchů se tyto paprsky opět spojí, čímž vznikne interferenční obrazec, jehož intenzita je závislá na rozdílu optických drah obou paprsků.

V interferenčních mikroskopech měřících na bázi WLI je většinou využíván Mirauův interferometr. Využívá princip interference mezi dvěma paprsky světla – referenčním a měřeným, podobně jako Michelsonův interferometr, avšak jeho konstrukce je přizpůsobena pro kompaktní použití s mikroskopickými objektivy.

Mirauův interferometr obsahuje malé referenční zrcadlo umístěné blízko předmětu zkoumání. Paprsek ze zdroje světla je dělen na dvě části pomocí dělicího zrcadla integrovaného do objektivu. Jeden paprsek směřuje k referenčnímu zrcadlu, zatímco druhý osvětluje zkoumaný objekt. Odražené světlo od referenčního zrcadla a od zkoumaného povrchu se opět setkává v dělicím zrcadle, kde dochází k interferenci, čímž vznikají vzory závislé na výškových rozdílech zkoumaného povrchu. Pro přesnější pochopení vizualizace na obrázku 8.

Vzhledem k tomu, že bílé světlo obsahuje široké spektrum vlnových délek, vznikají viditelné interferenční pruhy pouze tehdy, když jsou optické dráhy obou paprsků téměř shodné (obvykle v řádu jednotek mikrometrů). Tento jev umožňuje, aby interferometrie bílého světla dosahovala velmi vysoké prostorové přesnosti a současně potlačovala falešné interference, což je u monochromatických systémů často obtížné.

Při měření povrchových profilů nebo tloušťky vrstev se často používá technika zpracování obrazu, která analyzuje změny intenzity interferenčních pruhů v závislosti na optické dráze, která je realizována měněním vertikální vzdálenosti mezi objektivem a vzorkem. Výsledný obraz interferenčního pole lze následně převést na topografickou mapu povrchu, která odráží jemné detaily a nepravidelnosti na povrchu vzorku. Konkrétněji, interferometrie v bílém světle zaznamenává interferenční vzor, známý jako interferogram, pro každý pixel obrazu. Tento interferogram obsahuje informace o rozdílu optické dráhy mezi referenčním a měřeným paprskem. Ideální příklad interferogramu je zobrazen na obrázku 9. Díky



Obrázek 8: Schématické znázornění objektového a referenčního svazku v Mirauově interferometru. (1) je čočka objektivu, (2) polopropustné dělicí zrcadlo, (3) povrch měřeného objektu a (4) referenční zrcadlo odrážející referenční část svazku.

lokalizaci interferenčního obrazce na úrovni jednotlivých pixelů lze analyzovat vlastnosti s vysokým rozlišením napříč celým polem zobrazení. Výškový profil povrchu je určen z polohy středu interferogramu. Vzhledem k drsnosti povrchu má fáze interferogramu náhodnou hodnotu. Povrchu objektu je proto určen pouze z obálky interferogramu. Obálka interferogramu je znázorněna přerušovanou čarou na obrázku 9. Obálka je vypočítána pomocí demodulační metody. Klasickou metodou pro demodulaci interferogramu je detekce obálky pomocí Hilbertovy transformace [2].

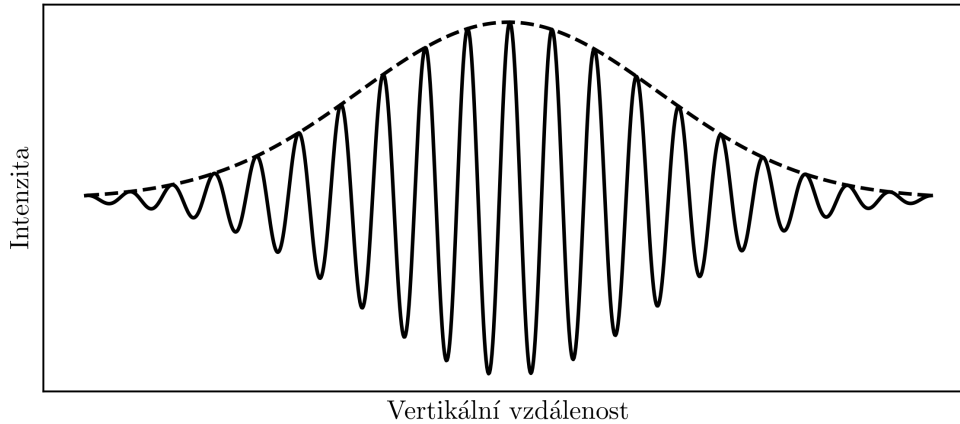
Nicméně, naměřený interferogram je ovlivněn šumem. Hlavními složkami šumu jsou šum způsobený světelnými částicemi, šum polohy a šum z diskretizace. Tyto šумы interferogramu ovlivňuje obálku a to může snižovat přesnost určení výškového profilu. Detailně zkoumala jaký vliv má tento šum na nejistotu měření WLI na drsných površích studie [3].

2.2.2. Matematický popis interferogramu

Interferogram bílého světla může být matematicky vyjádřen jako:

$$g(x, y, z) = a(x, y) + b(x, y) \exp\left(-\frac{[z - h(x, y)]^2}{L^2}\right) \cos\left(\frac{4\pi}{\lambda_0}[z - h(x, y)] + \alpha(x, y)\right), \quad (1)$$

kde x a y jsou laterální souřadnice objektu a obrazu, určené pixely CCD kamery. Souřadnice z je vertikální, kolmá na povrch vzorku. Člen $a(x, y)$ je offset interferogramu a $b(x, y)$ je intenzita modulace. Exponenciální funkce v rovnici slouží jako Gaussovský popis obálky měřené funkce, kde L je koherenční délka související se spektrální šířkou světla. Dále funkce $h(x, y)$ popisuje výškový profil měřeného objektu, tedy pozice středu interferogramu respektive maxima obalové funkce. Nakonec λ_0 je střední vlnová délka použitého světla.



Obrázek 9: Ideální interferogram (plná čára) v interferometrii bílého světla a jeho obálka (čerchovaná čára).

Pro jednotlivý pixel lze rovnice přepsat do přehlednější formy:

$$g(z) = a + b \exp\left(-\frac{(z-h)^2}{L^2}\right) \cos\left(\frac{4\pi}{\lambda_0}(z-h) + \alpha\right). \quad (2)$$

Hilbertova transformace, vyjádřená jako:

$$\hat{f}(x) = \mathcal{F}^{-1}\{-i \operatorname{sgn}(n) \mathcal{F}[f](n)\}, \quad (3)$$

se používá k demodulaci interferogramu, posouvá jeho fázi o $\pi/2$ a odstraňuje offsety.

Účel úkolu této části projektu bylo navrhnout software na zpracování interferogramů, který bude přesnější než současný dostupný a bude umožňovat opravovat artefakty, které vznikají šumem měření a v případě velkého povrchu vzorku pomocí více na sebe navazujících měření.

Pro zpracování dat byl využit programovací jazyk Python, zejména numerická knihovna NumPy a vědecká knihovna SciPy. Byl vytvořen program, jenž transformuje jednotlivé měření v různých vertikálních vzdálenostech objektivu a vzorku na interferogramy jednotlivých pixelů reprezentujících měřenou oblast. Tato transformovaná data jsou následně zpracována a je z nich vytvořen povrchový profil vzorku. Finální algoritmus zpracování dat je dán testováním různých přístupů jako je hledání obáلكové funkce pomocí Hilbertovy transformace nebo fitováním celého signálu podle rovnice 2. Byly řešeny problémy s filtrováním šumu signálu a tím způsobením šumu obáلكové funkce a fitování obáلكové funkce Gaussovou funkcí za účelem hledání maxima a stanovení profilu povrchu. Zpracování interferogramu každého pixelu může být výpočetně náročná práce a pracuje se s velkými objemy dat. Proto byla vyvinuta paralelizace procesu zpracování a program je možný spustit z příkazové řádky na superpočítači s více jádry, což může masivně urychlit zpracování.

Výsledky měření a zpracování dat z interferometru v bílém světle jsou uvedeny a podrobně komentovány v kapitole 3.

2.3. Metrologická návaznost při měření koherentního rozptylu

Koherentní fourierovská skaterometrie (CFS - coherent Fourier scatterometry) je metoda umožňující měření tvaru a periody velmi malých periodických struktur, vyskytujících se například v polovodičovém průmyslu jako motiv využívaný pro přesné sesazování litografických masek. Jedná se o zobrazovací metodu mapující překryv různých řádů difrakce z periodického povrchu a fázové rozdíly mezi jednotlivými

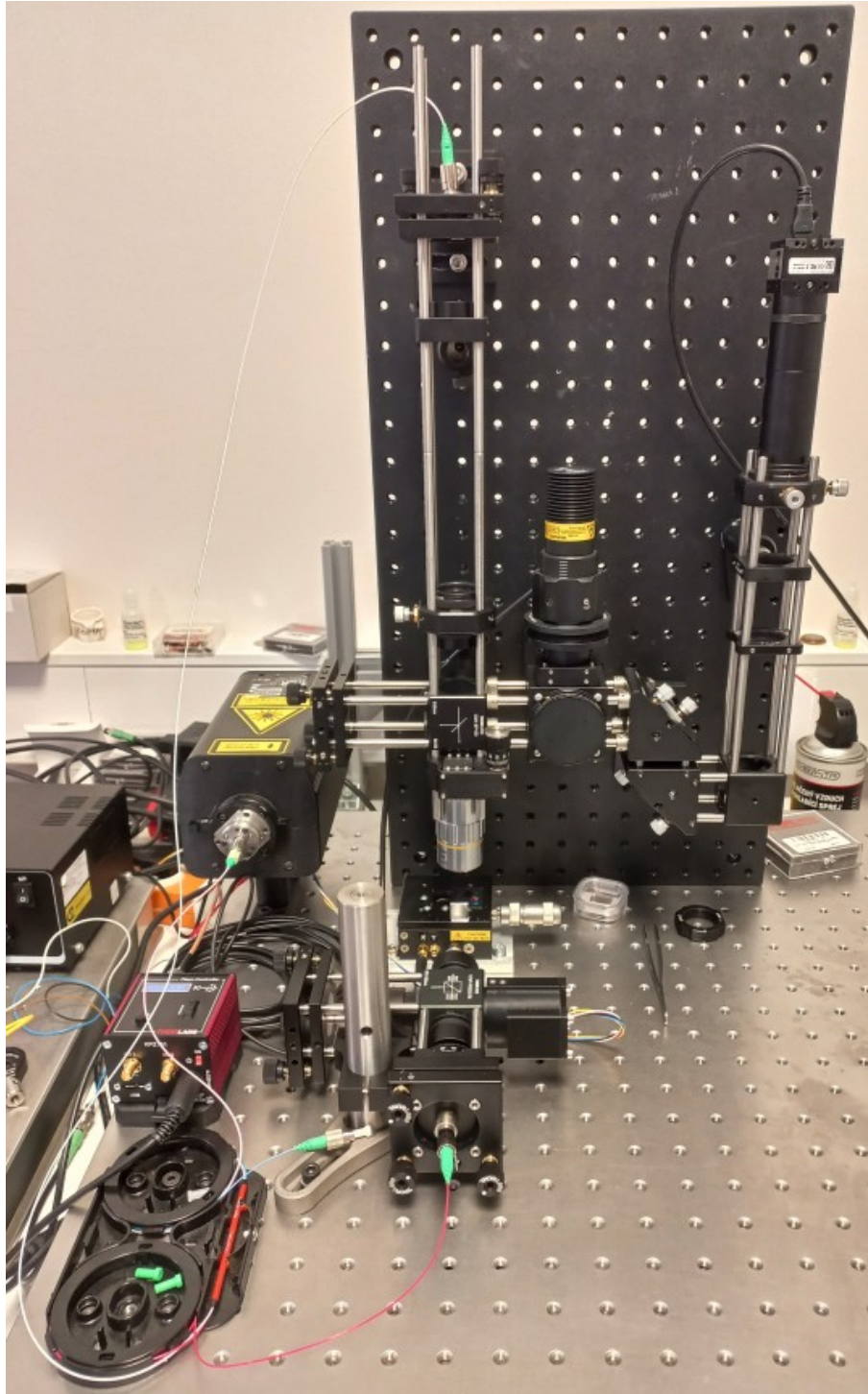


řády difrakce. Pomocí výpočetních nástrojů je pak možné řešit inverzní úlohu, tj. získat tvar periodické struktury, který by odpovídal experimentálně získaným datům. Vývoji zařízení pro CFS jsme se věnovali v minulém roce, jak po experimentální, tak po teoretické stránce. Metrologická návaznost byla přitom dána laserem využívaným pro osvětlení vzorku, což nám umožňovalo stanovit geometrické vlastnosti měřeného vzorku. V tomto roce jsme se rozhodli systém doplnit také o odměřování posunu vzorku v jedné ose, což by nám mohlo umožnit nejen data snáze validovat, ale v budoucnosti provádět také komplexnější experimenty, například měření vlnové délky osvětlujícího laseru.

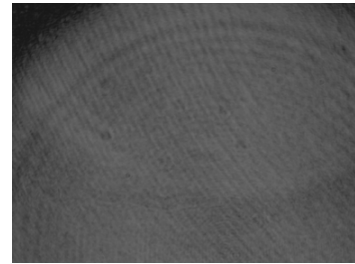
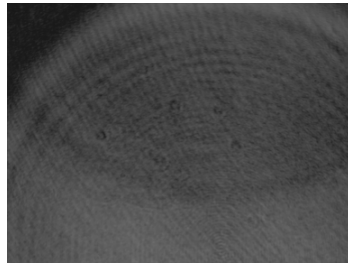
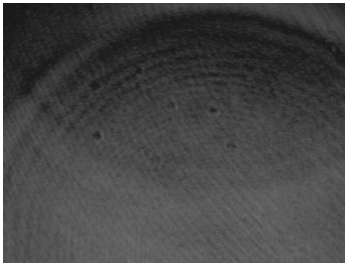
Na obrázku 10 je fotografie sestavy pro měření Fourierova koherentního rozptylu, která byla doplněna o jednoosý interferometr pro odměřování polohy polohovacího systému (stolku) od firmy Thorlabs. Zdrojem světla byl nestabilizovaný HeNe laser Thorlabs emitující na vlnové délce 633 nm s výkonem cca 0,9 mW. Svazek byl navázán do vláknového děliče (50:50) pomocí fiber portu Thorlabs. Jeden z výstupů děliče byl přiveden do Michelsonova interferometru a druhý sloužil jako zdroj laserového svazku v CFS. Pro zfokusování světla na mřížku jsme použili objektiv s velkou pracovní vzdáleností Mitutoyo PLAN APOCHROMAT s desetinasobným zvětšením, který se nám již osvědčil v minulosti. Vysoké napětí přiváděné na piezoelektrický posuv ve stolku Thorlabs bylo generováno Thorlabs piezo zesilovačem na základě externího signálu řízeného kartou od firmy National Instruments PCI-6221. Stejnou kartou pak bylo odměřováno napětí z kvadraturního detektoru v interferometru. Pro řízení experimentu jsme vyvinuli vlastním software, který vyhodnocuje polohu z interferometru, řídí posuv stolku a ukládá fotografie interferenčního obrazce v CFS pořízené kamerou od Edmund Optics. Příklady takovýchto obrazců pro tři různé polohy stolku jsou uvedeny na obr. 11.

Funkčnost sestavy CFS s interferometrem jsme otestovali na 1D mřížce NPL RSB, kterou jsme získali v rámci řešení EMPIR projektu BeCOMe. Vzorek sestává z křemíkového substrátu, do kterého je vyleptáno kromě několika mřížek s konstantní periodou i tzv. chirped mřížka, která je zajímavá tím, že se její perioda postupně mění s polohou na vzorku. Pro měření jsme nastavili stopu laseru do oblasti kolem 2000 nm (viz obr. 12) a postupně jsme zvyšovali napětí na piezo posuvu stolku a ukládali fotografie z CFS. Pro zpracování jsme použili další krátký program, který každou fotografii načte a vypočítá průměrnou intenzitu ze zadané oblasti. CFS tedy v tomto případě používáme jen jako velmi citlivý senzor. V grafu 13 je uvedena závislost vypočtené průměrné intenzity na poloze mřížky určené interferometrem. Můžeme vidět, že se periodicky opakuje určitý obrazec a můžeme tedy odečíst jeho periodu. Pokud ji budeme určovat jen z jeho minim, vyjde nám průměrná perioda 2,003 μm . Pokud jsme k vyhodnocení použili jen maxima, je výsledná perioda stejná, lišil se jen rozptyl výsledku (RMS), kdy v případě minim vyšlo 34 nm a v případě maxim 27 nm. Je tedy vidět, že tímto způsobem určená perioda mřížky souhlasí s nominální hodnotou (2 μm). Rozptyl při měření by šel snížit hned několika způsoby, nabízí se možnost umístění celé sestavy na optický stůl a uzavření do akustického boxu, nebo použití stabilizovaného laseru. Malý vliv na zde prezentovaný výsledek může mít i změna periody mřížky podél její polohy - měřilo se na rozsahu cca 28 μm a podle dokumentace k mřížce se její perioda změní o 100 nm/mm.

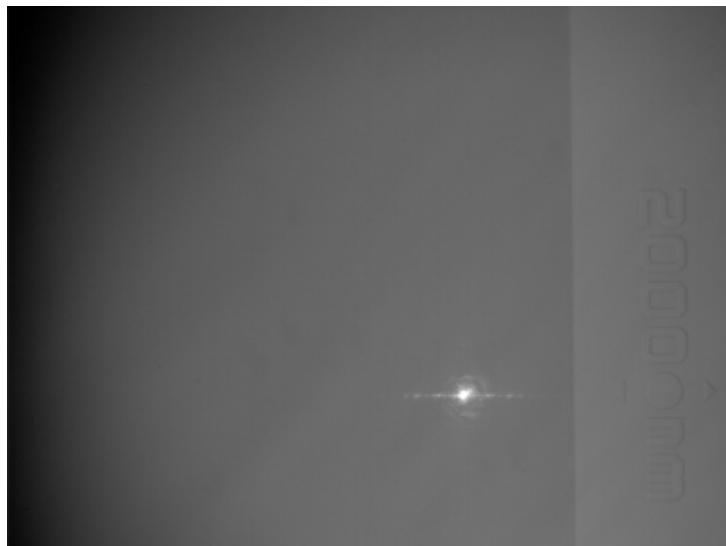
Upravené zařízení bude dále využíváno pro CFS experimenty kombinující oba přístupy, vyhodnocení fázových posuvů mezi jednotlivými řády difrakce (vyvinuté v minulém roce) a interferometrické odměřování polohy mřížky s CFS jako senzorem (vyvinuté v tomto roce).



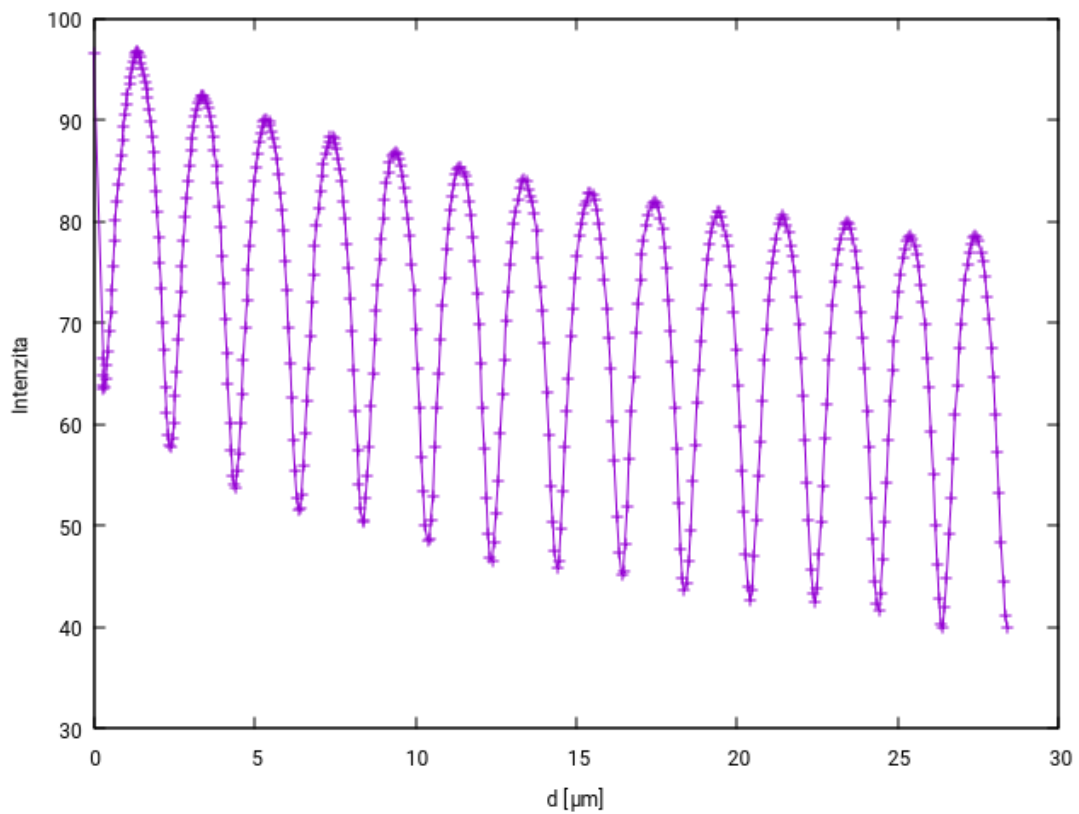
Obrázek 10: Sestava pro měření Fourierova koherentního rozptylu s 1D interferometrem.



Obrázek 11: Interferenční obrazce z CFS na třech vybraných místech na mřížce. Polohy byly postupně $2,23 \mu\text{m}$, $2,629 \mu\text{m}$ a $3,3 \mu\text{m}$.



Obrázek 12: Poloha stopy laseru na 1D mřížce při měření pomocí CFS



Obrázek 13: Graf závislosti průměrné intenzity CFS mapy na poloze mřížky odměřované interferometrem.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 19/54
--	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	---------------------------------------

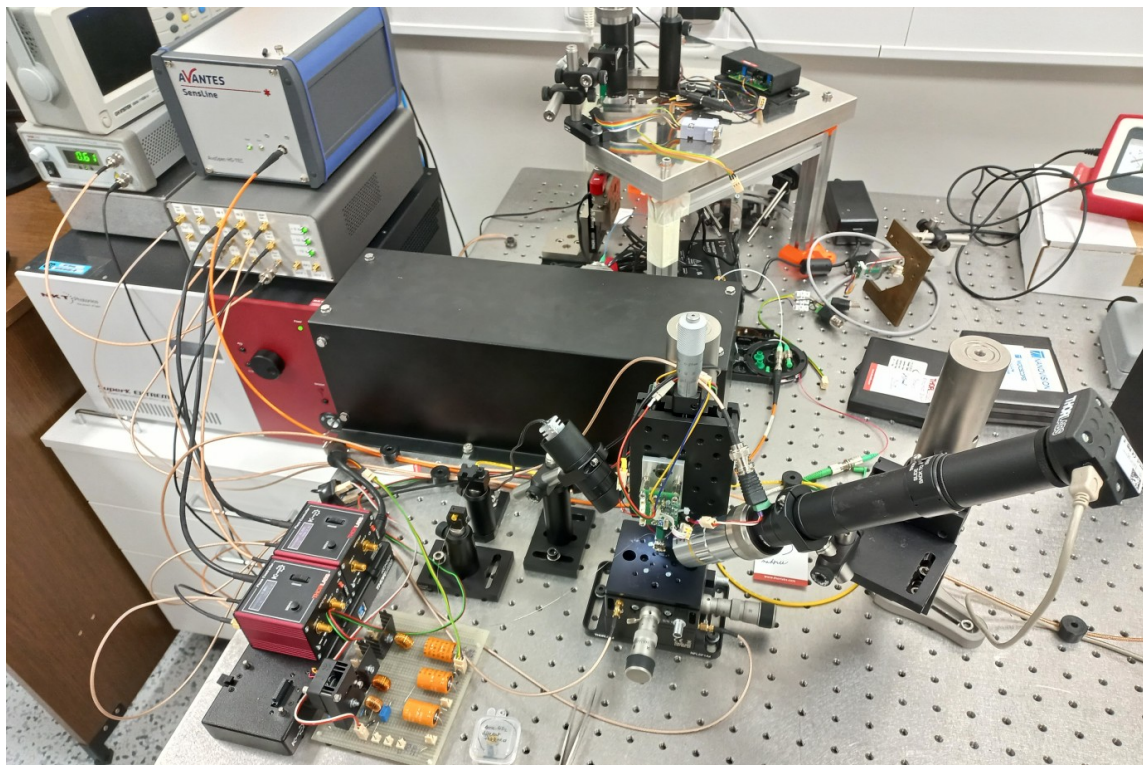
2.4. Rekonstrukce zařízení pro rastrovací optickou mikroskopii v blízkém poli

Rastrovací optický mikroskop v blízkém poli (SNOM – Scanning Near-field Optical Microscope) je typem mikroskopu, který poskytuje zároveň informaci o topografii studovaného vzorku a optické odezvě s vysokým laterálním rozlišením. V případě aperturního SNOMu je optické rozlišení dáno velikostí apertury sondy (optického vlákna, které je na konci zúžené), která je typicky v rozsahu 50 nm až 150 nm. Rastrovací optické mikroskopii jsme se věnovali před mnoha lety s využitím mikroskopu Aurora od firmy Thermo-microscopes. Tento mikroskop vykazoval mnohá omezení a řada jeho komponent byla problematická již v okamžiku nákupu v roce 2002. O to výraznější morální zastarání systému můžeme pozorovat dnes. Mezi hlavní problémy patřila omezená velikost měřené plochy ($30 \times 30 \mu\text{m}$), využití skeneru bez zpětné vazby, omezená možnost hrubého posunu vzorku, složitá justáž a obecně velmi nespolehlivá zpětná vazba využívající útlumu oscilací sondy laterálními silami. V souvislosti s vytvořením našeho nového kontroléru pro rastrovací mikroskopii Gwyscope [4] v minulém roce se otevřela možnost zkusit využít z původního systému jen samotné sondy (tj. optické vlákno integrované na ladičce jako senzoru síly mezi koncem vlákna a povrchem vzorku) a provozovat SNOM nezávisle na původní elektronice a původním polohovacím systémem. Rekonstrukce aparatury kromě toho umožnila využití jiných zdrojů a detektorů – například bílého superkontinua od firmy NKT Photonics jako zdroje širokospektrálního záření, či spektrometru Avantes jako detektoru.

Na obrázku 14 je ukázka námi sestavené aparatury, která oproti standardní konfiguraci SNOM pracující s jednou vlnovou délkou, umožňuje snímání celých spekter. Systém Gwyscope, který byl pro řízení mikroskopu využit, je řídicí elektronika mikroskopu využívající hradlové pole FPGA (Field Programmable Gate Array) pro rychlé řízení zpětné vazby, řadu AD a DA převodníků pro detekci ovládání různých signálů a dva nezávislé synchronní detektory (lock-in). Optické vlákno je v mikroskopu umístěno kolmo k studovanému povrchu a snahou je, aby vzdálenost jeho konce od povrchu byla konstantní. Není proto možné zprovoznit bezkontaktní zpětnou vazbu založenou na vertikálních oscilacích, jako je to zvykem v bezkontaktní mikroskopii atomárních sil. Řešením je nechat oscilovat sondu laterálně a sledovat (podstatně méně výrazný) útlum oscilací daný vlivem laterálních sil. Na obrázku 15 můžeme vidět spektrum sondy SNOM tak, jak je můžeme naměřit elektronikou Gwyscope. Následně můžeme zpětnou vazbu mikroskopu nastavit buď na sledování konstantního poklesu amplitudy, nebo na sledování konstantního posunu fáze. Přestože v původním mikroskopu bylo nastavení zpětné vazby založené na laterálních silách velmi problematické, s využitím naší elektroniky Gwyscope to nepředstavuje větší problém, což bylo velmi pozitivní zjištění. Další významnou úpravou byla modifikace umožňující měření v režimu „illumination-collection“, ve kterém je optické vlákno využito jak pro osvětlení vzorku, tak pro sběr signálu. Pro tyto účely jsme do sestavy přidali vláknový dělič svazku, pomocí kterého jsme odražený signál ze sondy přivedli do detektoru. Výhodou takového uspořádání oproti „standardnímu“ režimu, kde se osvětluje sondou a signál se sbírá čočkou umístěnou stranou od vlákna (tj. ve vzdáleném poli), je to, že vlákno samotné nestíní signál a výsledky nezávisí na vzájemné geometrické orientaci vlákna a optické sestavy ve vzdáleném poli.

Na obrázku 16 je detail experimentální sestavy mikroskopu s 2D stolcem, na kterém je umístěn vzorek. Jak je možno vidět, stále se jedná o sestavu, která není mechanicky či termálně optimalizovaná, i tak nicméně co do schopnosti měření v mnohém překonává staré komerční řešení v mikroskopu Aurora.

Na obrázku 17 je příklad měření na různě tlustých vrstvách SiO_2 deponovaných na křemíkovém substrátu. Topografie s vybraným profilem je zobrazena vlevo. Uprostřed je ukázka signálu, který je úměrný intenzitě odraženého světla na vlnové délce 627 nm. Fotografie SNOM sondy a vybraná spektra odrazivosti jsou pak vpravo. Na spektru odrazivosti můžeme vidět, že je velmi složité, a i když je dobře opakovatelné, jak bylo zjištěno při dalších experimentech, nijak nepřipomíná standardní spektrum odrazivosti tenké vrstvy, které by pro tyto tloušťky vrstvy připomínalo mírně zvlněnou hladkou křivku. Problematika interpretace reflexních spekter z metody SNOM je stále otevřená a v minulosti jsme podnikli řadu



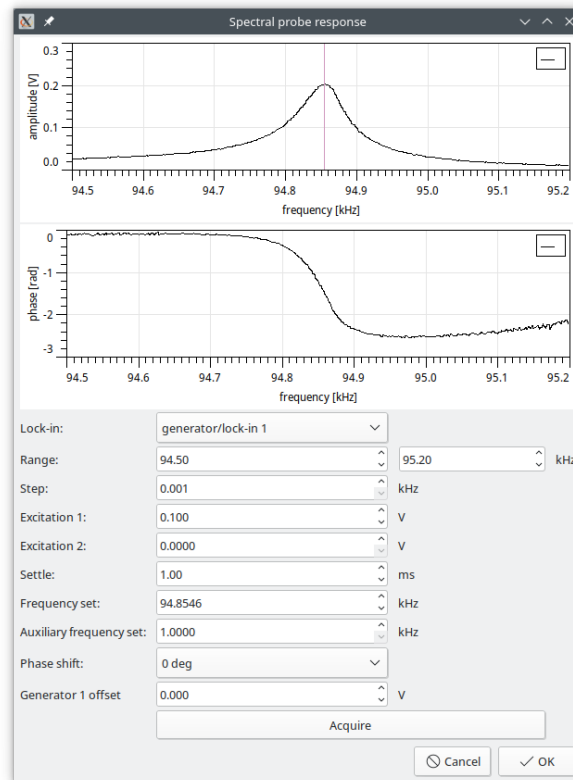
Obrázek 14: Spektroskopický SNOM.

neúspěšných pokusů o modelování celého procesu vzniku spektra. Hlavním problémem je, že spektra závisí na lokální geometrii konce sondy, které se při měření může vinou chyb zpětné vazby různě deformovat. Doufáme proto, že aktuální sestava, která umožňuje podstatně robustnější experimenty, nám umožní získat dostatek dat abychom dokázali úskalí této problematiky překonat. Je nicméně nutné zmínit, že v tomto směru jsme očekávali výrazné zlepšení již od zavedení režimu „illumination-collection“, který však zjednodušení tvaru spekter nepřinesl.

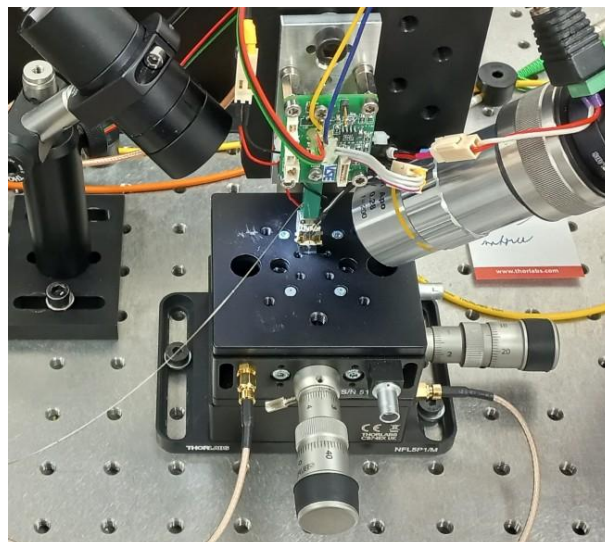
Další příklad měření je možné vidět na obr. 18, kde jsou výsledky měření na struktuře nazývané jako Siemens Star, která se běžně používá pro určování rozlišení optických mikroskopů. Jedná se o tenkou vrstvu chromu deponovanou na skleněném substrátu. Kromě topografie povrchu a snímku sondy při měření, je možné vidět i optický signál, který je úměrný intenzitě odraženého světla na vlnové délce 923 nm.

Měření na struktuře „20“, je patrné z obr. 19. Porovnáním topografie povrchu (na obrázku vlevo) s optickým signálem (vpravo) můžeme odhadnout, že optické rozlišení je v tomto případě větší než rozlišení při měření samotné topografie. To naznačuje, že konec optického vlákna je už značně opotřebovaný a měření topografie je tak zatíženo četnými artefakty.

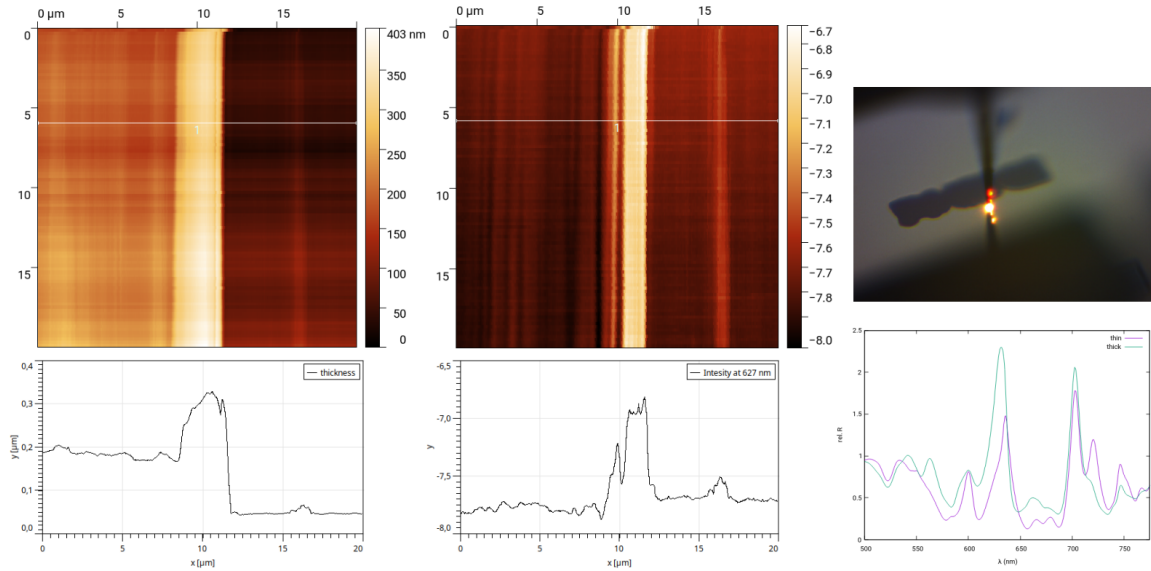
Dalším typem měření, které jsme testovali, bylo měření lokalizované fluorescence. V minulých letech jsme získali vzorky, u kterých by bylo žádoucí změřit fluorescenci s vysokým rozlišením, například vločky MoS₂ z National Physical Laboratory. Omezené možnosti polohování a optické kontroly místa měření v mikroskopu Aurora nám v takovém měření bránily. V první řadě jsme se pokoušeli použít opět režim „illumination-collection“, tj. vláknem jak osvětlovat, tak sbírat signál. Pro tyto účely jsme do optické cesty přidali filtry pro oddělení excitačního a fluorescenčního signálu. Intenzita signálu byla nicméně velmi nízká, nižší než parazitní fluorescence optických komponent. To dáváme za vinu faktu, že světlo musí přes aperturu, na které dochází k velkým ztrátám, projít dvakrát, což pro již tak slabý signál fluorescence představuje problém. Sestavu jsme pro tyto účely museli proto modifikovat pro snímání objektivem ve



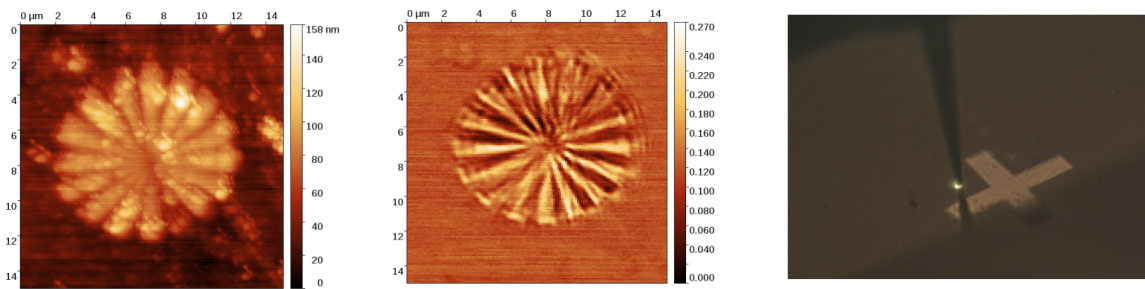
Obrázek 15: Rezonanční křivka sondy SNOM měřená elektronikou Gwyscope.



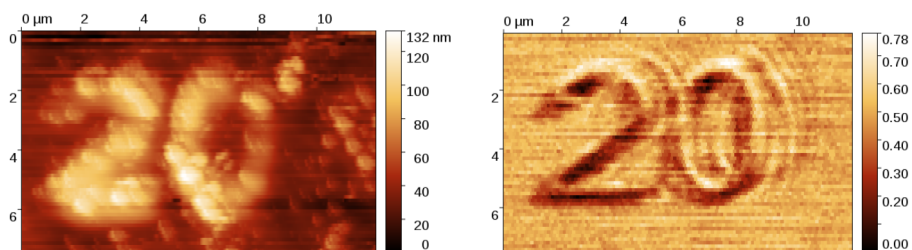
Obrázek 16: Detail hlavy SNOM s 2D stolkem a studovaným vzorkem.



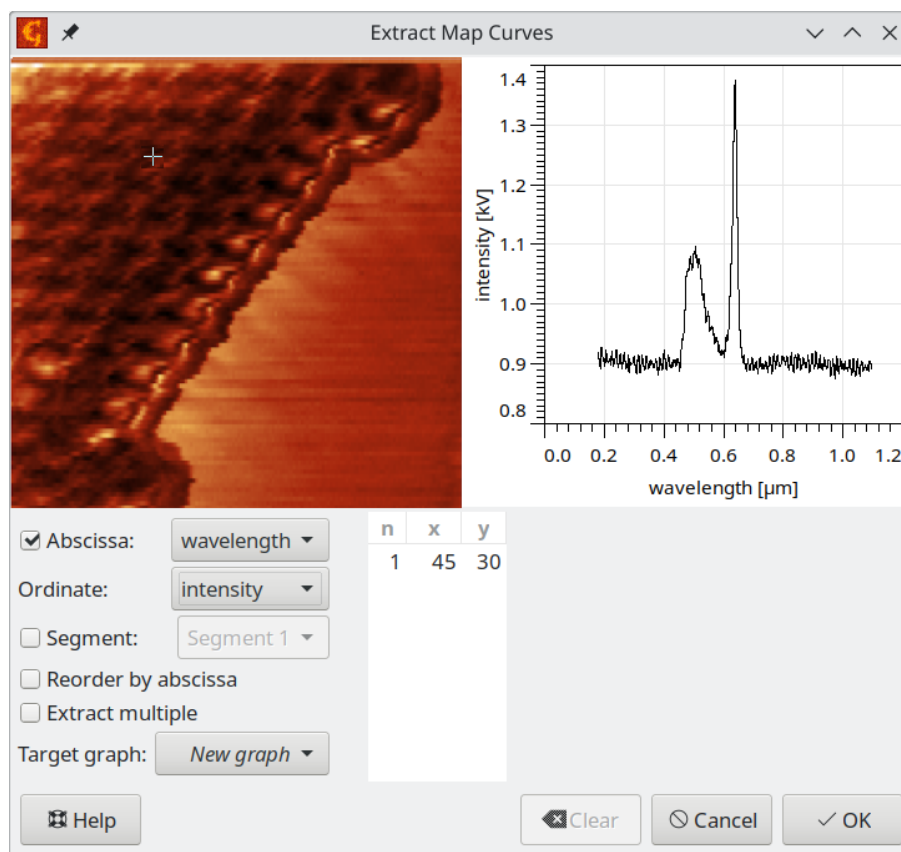
Obrázek 17: Ukázka měření na SiO₂ vrstvě – vlevo je topografie, uprostřed optický signál, vpravo pak fotografie sondy a ukázka spekter odrazivosti.



Obrázek 18: Ukázka měření na struktuře Siemens Star – vlevo je topografie, uprostřed optický signál, vpravo fotografie sondy.



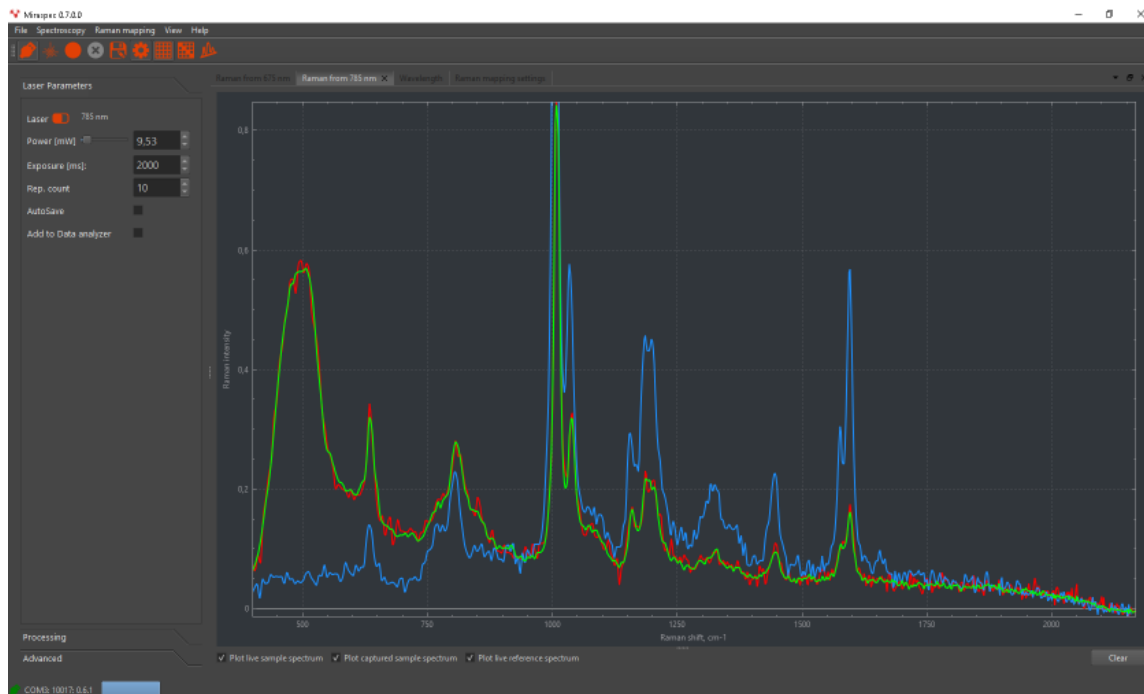
Obrázek 19: Ukázka měření na struktuře – vlevo je topografie, vpravo optický signál.



Obrázek 20: Fluorescenční spektra získaná pomocí SNOM na fluorescenčních částicích deponovaných na křemíku, reprezentovaná v programu Gwyddion jako mapa křivek.

vzdáleném poli – se všemi nevýhodami tohoto řešení. V této sestavě jsme nicméně byli schopni měřit signál fluorescence, což zde demonstrujeme měřeními na mikrometrových fluorescenčních částicích.

Rekonstrukce mikroskopu také umožnila ukládat data ve formátu vhodnějším pro další zpracování. Měření pomocí elektroniky Gwyscope jsou již nativně ukládána ve formátu programu Gwyddion, který spoluvyvíjíme pro účely zpracování dat v rastrovací mikroskopii již od roku 2003. Pro účely zpracování fluorescenčních spekter jsme doplnili možnost načítat také data ze spektrofotometru Avantes. Výsledkem měření je tak mapa křivek (nový datový typ programu Gwyddion), obsahující jedno spektrum pro každý pixel, kterou je možné zpracovávat řadou existujících nástrojů programu Gwyddion. Příklad mapy křivek obsahující fluorescenční spektra je uveden v obrázku 20. Fluorescenci částic můžeme pozorovat mezi 480 a 600 nm, úzké maximum na vlnové délce cca 640 nm pochází od červené diody, kterou jsme použili pro osvětlení vzorku.



Obrázek 21: Snímek obrazovky se softwarem pro Ramanovská měření Miraspec.

2.5. Zprovoznění senzoru pro měření Ramanova rozptylu

Před několika roky jsme v rámci Úkolu technického rozvoje vytvořili sestavu pro hybridní měření v oblasti nanometrologie. Sestava se skládá z polohovacího systému schopného zajistit pohyb vzorku na ploše až několika centimetrů čtverečních a z několika senzorů: mikroskopu atomárních sil, senzoru fluorescence, senzoru odrazivosti a senzoru rozptylu světla. Spolu s tehdy vyvinutou metodikou polohování vzorku jsme schopni získávat data z různých senzorů na stejném místě vzorku a využít je pro komplexní charakterizaci vzorku metodami hybridní metrologie. V tomto roce jsme se snažili sestavu doplnit o další senzor – jednoduchý spektrometr pro měření Ramanova rozptylu. Ten by umožnil získat také informace o chemickém složení vzorku, což je aspekt, který nám v nanometrologii dlouhodobě chybí. Cílem přitom nebylo získat celý mikroskop pro měření Ramanova rozptylu (což je komerčně možné, s velkým rozptylem v kvalitě, rozlišení i ceně), ale právě jen senzor, který by bylo možné kombinovat s ostatními senzory.

Pro naše pokusy jsme využili senzor od firmy Lightnovo, což je dánský startup zaměřující se na kompaktní systémy pro měření Ramanova rozptylu. Zakoupený model miniRaman Standard Dual 675/785 by měl splňoval všechny naše požadavky – jedná se o kompaktní senzor umožňující integraci do optické sestavy (např. připojení různých objektivů). K senzoru je dodáváno i ovládací rozhraní, nicméně, jak se při prvních pokusech ukázalo, nejedná se o vývojové prostředí, které by umožňovalo ovládání senzoru na dálku, jak nás původně mlhavě informoval prodejce. To je teprve na straně výrobce ve vývoji a je otázkou kdy, jak a za kolik bude možné takovou funkcionalitu získat. Proto jsme se snažili najít způsob, jakým by bylo možné spektra ze senzoru získávat již nyní.

Samotný ovládací software Miraspec, aktuálně ve verzi 0.7.0.0, nabízí moderně vypadající, ovšem ne příliš intuitivní grafické rozhraní. Po připojení k senzoru a aktivaci laseru dokáže průběžně zobrazovat snímané spektrum a měnit parametry snímání. Snímek obrazovky při měření pomocí sw Miraspec je uveden na obr. 21



Capture Zachycení spektra pro účely dalšího zpracování a analýzy lze provést funkcí Capture. Získaná data je pak možné uložit do jednoho ze tří textových formátů (TSV, TXT, JCAMP-DX0). Soubory ve formátech TSV a TXT jsou totožné, formát JCAMP-DX0 se od nich v liší jen vyšším počtem položek v metadatech na začátku souboru a předznamenáním všech řádků kromě samotných číselných dat dvěma dvojkřížky. Je možné aktivovat funkci Autosave, která sama provede uložení po každém zachycení, které však již automatizovat nelze a je třeba je spouštět ručně. Nabízí alespoň nastavení délky expozice v milisekundách a počtu opakování.

Raman mapping Na kartě Raman mapping settings je možné nastavit časované skenování s možností volby časových parametrů a počtu opakování. Tato funkce svůj výstup ukládá ve vlastním formátu pro export spekter. Ten je tvořen dvojicí souborů se stejným základem názvu a různými koncovkami:

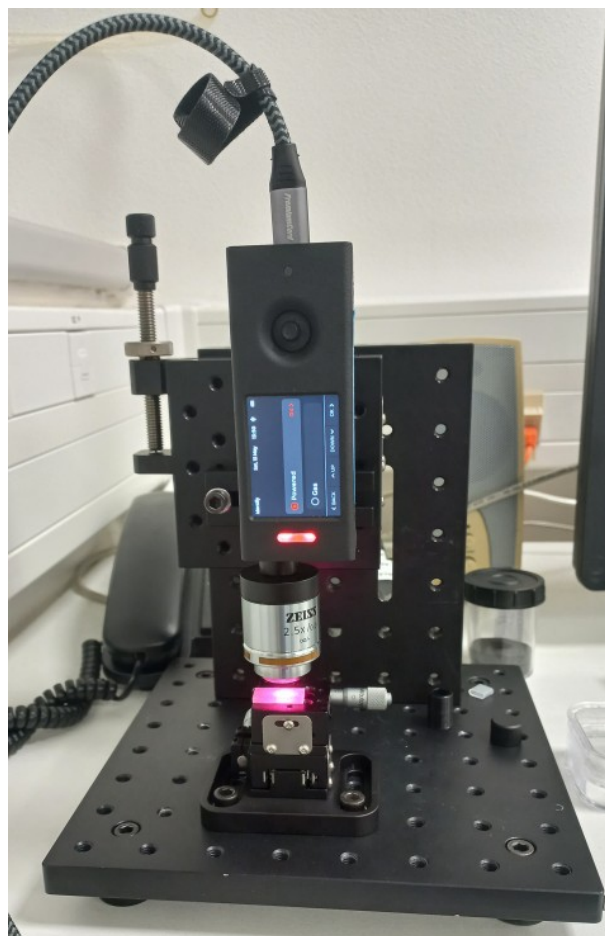
- *.json* – informace o nastavení laseru, časování a zejména o struktuře dat na jednotlivých osách; je zapsán až po skončení celého měření;
- *.mrspectra* – binární soubor se samotnými daty; informace se do něj připisují postupně po změření jednotlivých spekter.

V dřívější komunikaci nám výrobce poskytl jednoduchý skript v jazyce Python, který dokáže data z této dvojice souborů extrahovat – na základě popisu v souboru JSON správně rozčlení binární data do jednotlivých spekter a os v rámci nich, a je tak možné je exportovat k další analýze. Jelikož je však struktura binárního souboru známá až po skončení celého měření, nelze tento nástroj přímo použít k automatickému průběžnému extrahování dat a předávání k vyhodnocení za běhu měření.

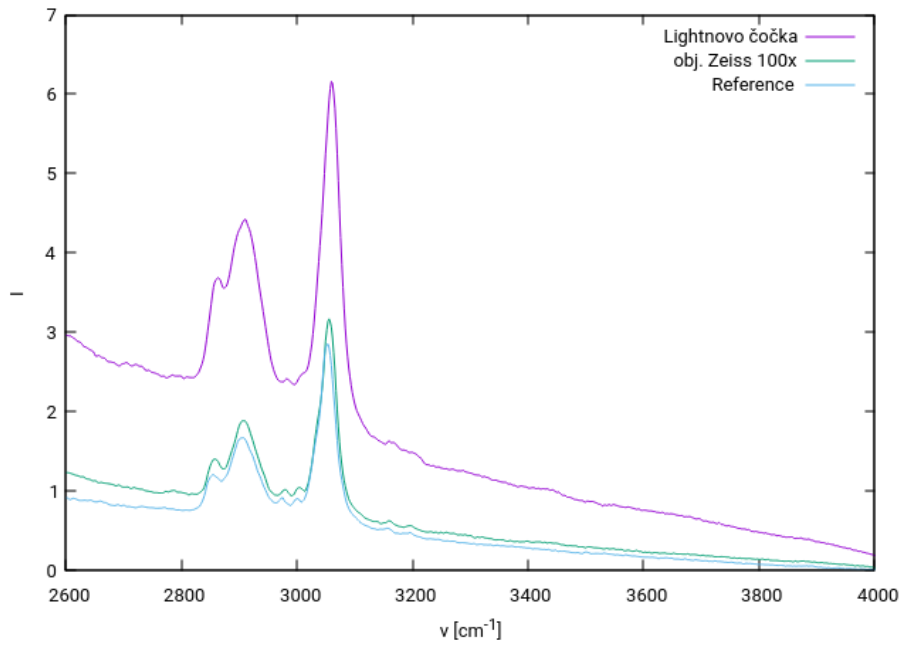
Protože ze strany výrobce senzoru v blízké době nepředpokládáme zpřístupnění softwarové vývojové sady nebo obecné ovládací knihovny, plánujeme do konce roku provést ruční analýzu struktury ukládaných dat v závislosti na nastavení parametrů v ovládacím softwaru a poté implementaci načítání dat z přírůstků v binárním souboru.

Sensor Lightnovo jsme otestovali v jednoduché sestavě, jejíž fotografie je na obr. 22. V grafech 23 a 24 jsou spektrální závislosti Ramanova rozptylu na polystyrenu - standardním vzorku od firmy Bruker, který jsme v minulosti zakoupili. Jsou uvedeny závislosti získané při excitaci oběma lasery. V grafech je srovnání spekter, kdy v jednom případě byl laserový svazek fokusován čočkou dodanou výrobcem a ve druhém případě se pro fokusaci použil objektiv Zeiss A Plan 100x (možnost využít vlastní optiku patří mezi hlavní výhody senzoru). Uvedeno je i referenční spektrum, které sensor měří souběžně na interní referenci (polystyren) a také ukládá. Obdobné měření jsme provedli i na naftalenu, druhém standardním vzorku od firmy Bruker. Grafy s Ramanovými spektry jsou vedeny na obrázcích 25 a 26. Pro srovnání jsou opět uvedena i referenční měření samotného senzoru na polystyrenu. V případě naftalenu můžeme vidět, že spektrum pořízené pomocí objektivu Zeiss vykazuje relativně malou intenzitu. To je pravděpodobně dáno faktem, že nebylo možné objektiv doostřit, protože vzorek je nahoře opatřen krycím sklíčkem, které je cca 1 mm tlusté. Pracovní vzdálenost objektivu je však menší - 0,93 mm.

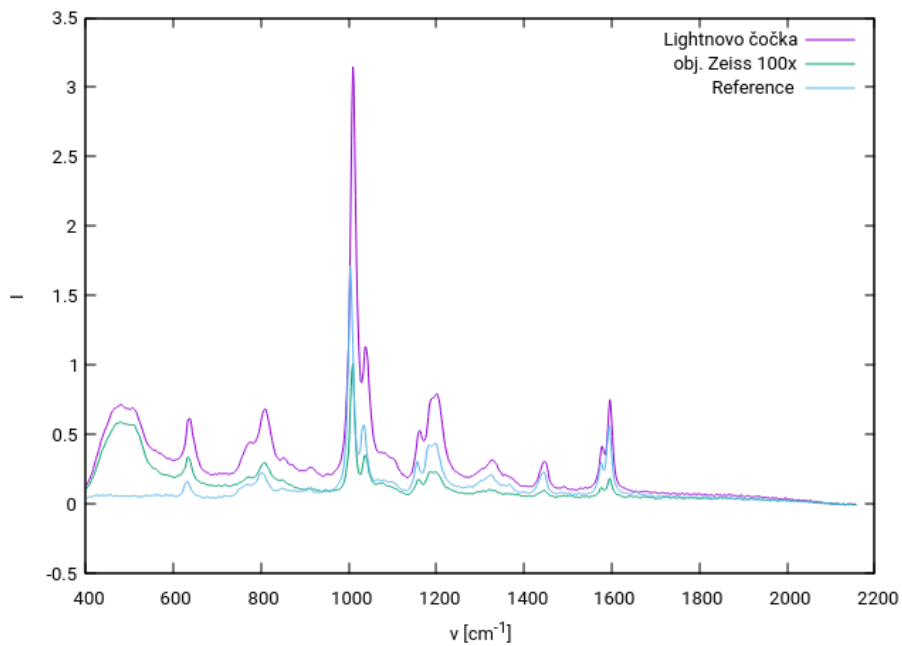
Z provedených experimentů je patrné, že sensor po technické stránce splňuje naše požadavky, jediným problémem zůstává automatizované vyčítání dat, což v tuto chvíli řešíme pomocí prolomení struktury ukládaných dat jak je zmíněno výše.



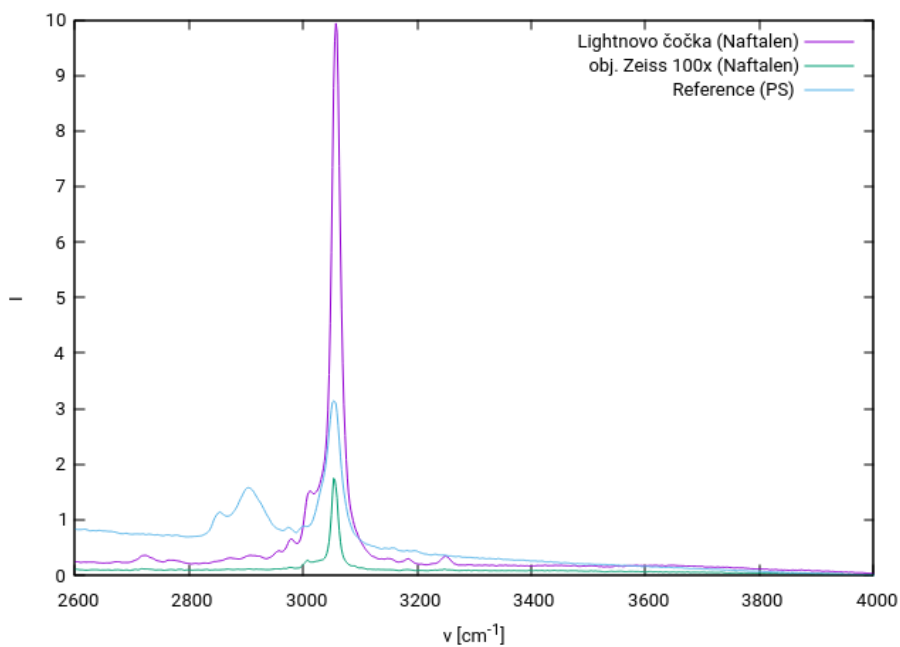
Obrázek 22: Fotografie jednoduché testovací sestavy pro měření Ramanova rozptylu.



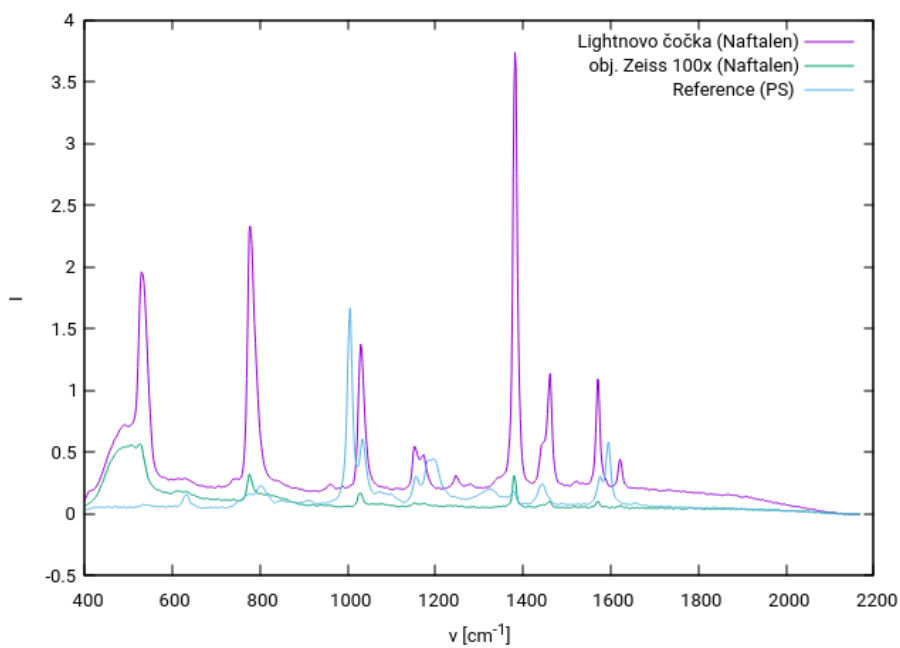
Obrázek 23: Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na polystyrenu při excitaci laserem 675 nm.



Obrázek 24: Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na polystyrenu při excitaci laserem 785 nm.



Obrázek 25: Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na naftalenu při excitaci laserem 675 nm.



Obrázek 26: Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na naftalenu při excitaci laserem 785 nm.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 29/54
--	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	---------------------------------------

2.6. Fitování dat algoritmem OEFPIIL

Problém prokládání dat křivkou zadaného tvaru vystupuje v celé řadě metrologických úloh. Nejběžnějším postupem je prokládání metodou nejmenších čtverců (nonlinear least squares, NLS), při které se minimalizuje suma čtverců vertikálních odchylek bodů od křivky. Tato metoda je implementována ve většině softwaru, určených ke zpracování dat, např. v MATLABu, Octave. Nejjednodušší a nejběžnější případ, proložení přímkou, je implementován i v Excelu. V metrologii obvykle uvažujeme, nebo bychom uvažovat měli, data zatížená nejistotami, příp. i korelacemi. Nejistoty v závislé (y -ové) souřadnici lze zahrnout snadno zobecněním na tzv. metodu vážených nejmenších čtverců. Pro zahrnutí nejistot v nezávislé (x -ové) ose je nutno přejít k některé z variant modelu s chybami v proměnných (Errors-in-Variables, EIV). Těchto modelů je dostupno již méně, většinou omezují buď výběr fitované funkce a/nebo výběr kovarianční matice pro vstupy x, y a vykazují většinou menší uživatelský komfort. Z těch dostupných můžeme uvést např. ODRPACK (fortranová knihovna, příp. její implementace ve Pythonové knihovně SciPy), CCC (samostatný software), onls (balík pro jazyk R). Dále jsou v literatuře popsány algoritmy, ovšem jejich není vždy triviální a přesahuje odborné i časové možnosti běžného uživatele. Pro obecné kovarianční matice jsou dostupné např. COLSGN nebo ISO-TS pro přímkou.

V rámci projektu TAČR byl v letech 2019–2020 ve spolupráci s Přírodovědeckou fakultou Masarykovy univerzity vyvinut algoritmus OEFPIIL (Optimum Estimate of Function Parameters by Iterated Linearization). Umožňuje zadání libovolné kovarianční matice i téměř libovolné funkce, implicitní i explicitní, libovolného počtu proměnných. Dále umožňuje řešit i obecnější problémy, které jsou vyjádřeny jako vazby mezi veličinami měřenými přímo a nepřímo. V následujících letech byl algoritmus dále studován a zdokonalován. Některé vlastnosti algoritmu jako je konvergence, správnost odhadu nejistot, citlivost na správná vstupní data apod. závisí na konkrétním matematickém problému, tj. data, funkce, kovarianční matice, a je obtížné je zobecnit.

Podrobně jsme studovali analýzu zatěžovacích křivek v nanoindentaci [5], funkci plochy nanoindentoru [6] a silových křivek v AFM [7]. V literatuře je bohužel poměrně málo dostupných příkladů s obecnou kovarianční maticí a nelineární funkcí, se kterými by jsme se mohli porovnat. Pro zhodnocení reálného přínosu OEFPIILu v porovnání s obvyklou metodou nejmenších čtverců je nutné prostudovat další reálné příklady i z jiných oborů metrologie. Ač jsme se obrátili s prosbou i na jiná oddělení, bylo obtížné najít vhodné příklady. V mnoha případech jsou nejistoty v ose x tak malé, že mohou být zanedbány, v jiných případech se prokládá pouze přímkou, v některých případech se vůbec neprokládá pouze se hodnoty tabelují. Ze shromážděných příkladů jsme vybrali nejvhodnější pro podrobnější posouzení. V rámci samotných optických metod vystupuje fitování dat např. v rámci fitování odražených spekter měřených reflektometrem. Fitováním lze určit např. tloušťku vrstvy příp. i její optické parametry, tj. index lomu a index absorpce. Fitovaná funkce závisí od předpokládaného modelu, ale již pro homogenní tenkou vrstvu na homogenním substrátu má netriviální tvar, zahrnující vyhledávání v tabulce a využití komplexních čísel. Takovouto funkci nelze zadat přímo do stávajících implementací OEFPIILu a bylo nutné vytvořit samostatný program.

V současnosti jsou dostupné dvě implementace, jedna je v jazyce MATLAB a druhá je knihovna pro fitování funkcí v jazyce C. Dále je dostupný program spustitelný z příkazové řádky, který umožňuje fitování funkcí s explicitním vyjádřením pomocí elementárních funkcí. Nicméně tyto možnosti nejsou dostatečně snadno dostupné pro běžné metrologické činnosti. Proto jsme v tomto úkolu snažili také vytvořit implementaci do programu Microsoft Excel za využití makra, které by umožnilo nahradit vestavěné funkce SLOPE, INTERCEPT a LINREGRESE.



2.6.1. Popis algoritmu OEFPIIL

Pro přehlednost zde uvedeme stručný popis algoritmu. OEFPIIL je založen na iterativních linearizacích EIV modelu s nelineárními parametrickými omezeními specifikovanými v implicitní formě, která je zapsána jako:

$$\mathbf{X} = \beta + \epsilon, \quad \mathbf{f}(\mu, \beta) = 0. \quad (4)$$

Zde \mathbf{X} je vektor přímých měření, μ představuje (neznámé) očekávané hodnoty \mathbf{X} , β jsou parametry a ϵ jsou chyby měření. Předpokládáme nulovou očekávanou hodnotu chyb měření, dále předpokládáme že jejich kovarianční matice je známá

$$E[\epsilon] = 0 \quad \text{cov}(\epsilon) = \mathbf{U}. \quad (5)$$

Vazebná podmínka f může být libovolná spojitá vektorová funkce. Pokud jde o fitování křivky, β odpovídá parametrům přizpůsobené křivky, \mathbf{X} vstupním proměnným x_i a y_i a f je fitovaná funkce, zapsaná v implicitní formě. Pro lineární vazebnou podmínku ve tvaru

$$\mathbf{B}_1\mu + \mathbf{B}_2\beta + \mathbf{b} = 0, \quad (6)$$

Ize odhady parametrů β a měření μ určit pomocí metody Best Linear Unbiased Estimate (BLUE) [8] následovně:

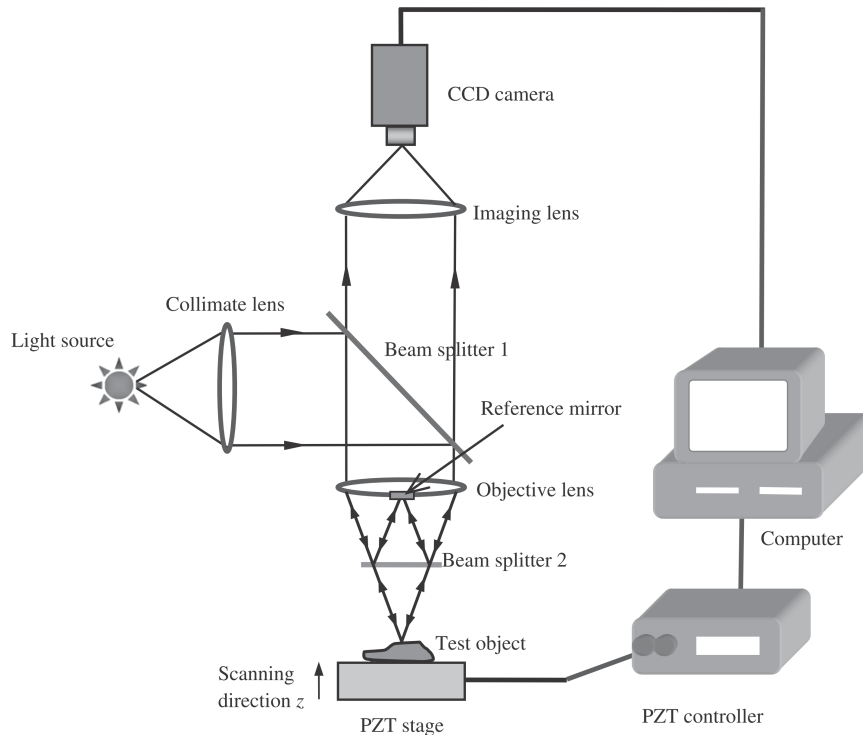
$$\hat{\beta} = -\mathbf{U}\mathbf{B}_1^T\mathbf{Q}_{11}\mathbf{b} + (\mathbf{I} - \mathbf{U}\mathbf{B}_1^T\mathbf{Q}_{11}\mathbf{B}_1)\mathbf{X} \quad (7)$$

$$\hat{\mu} = \mathbf{Q}_{21}\mathbf{b} - \mathbf{Q}_{21}\mathbf{B}_1\mathbf{X}, \quad (8)$$

kde \mathbf{I} je jednotková matice a matice \mathbf{Q} jsou bloky matice \mathbf{Q} definované jako:

$$\mathbf{Q} = \begin{pmatrix} \mathbf{Q}_{11} & \mathbf{Q}_{12} \\ \mathbf{Q}_{21} & \mathbf{Q}_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \mathbf{B}_1\mathbf{U}\mathbf{B}_1^T & \mathbf{B}_2 \\ \mathbf{B}_2^T & \mathbf{0} \end{pmatrix}^{-1}. \quad (9)$$

Nelineární vazebnou podmínku linearizujeme v konkrétních bodech μ_0 a β_0 , v každém kroku aplikujeme metodu BLUE. Pro konvergenci je nutné definovat kritérium např. relativní změnu v odhadech parametrů, a hodnotu tolerance.



Obrázek 27: Schématické znázornění experimentální sestavy WLI mikroskopu s Mirauovým interferometrem.

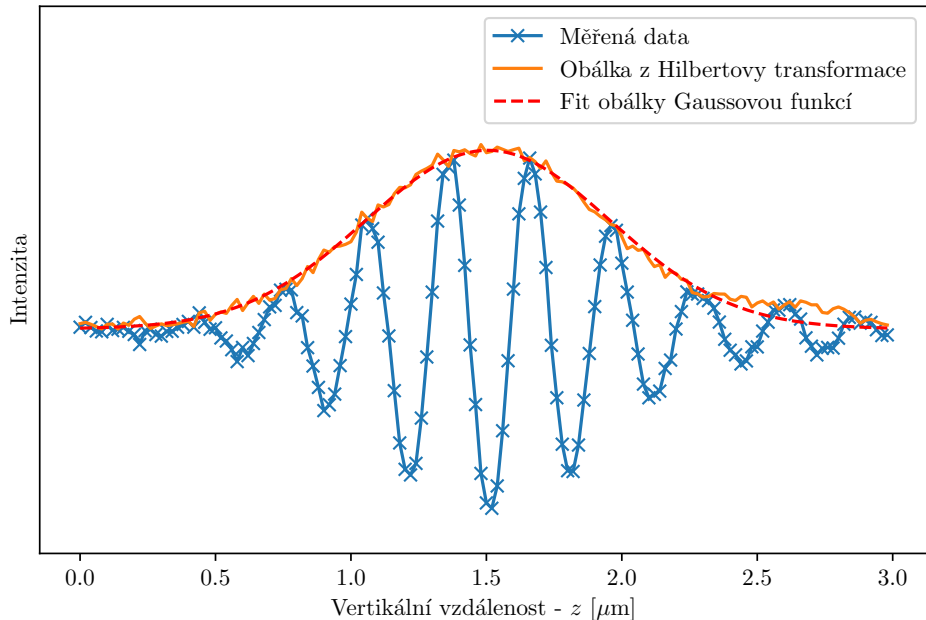
3. DOSAŽENÉ VÝSLEDKY

Jak bylo zmíněno v úvodu zprávy, drobnější dílčí výsledky byly prezentovány již v předchozí kapitole u popisu činnosti, z důvodu lepší čitelnosti textu. V této části zprávy jsou proto uvedeny pouze dvě rozsáhlejší sady výsledků, týkající se zpracování dat z interferometru v bílém světle a fitování dat algoritmem OEFPIIL.

3.1. Zpracování dat z interferometru v bílém světle

Měření probíhalo na sestavě jež je zobrazena na obrázku 27. Zkoumaný vzorek (test object) je umístěn na piezoelektrickém posuvném stolku (PZT stage), který je ovládán přes počítač (computer) a řídicí jednotku piezoelektrického převodníku (PZT controller) v průběhu měření po každém snímku mění polohu v z směru. Hodnoty intenzity interferovaných paprsků jsou zaznamenány na CCD kameře (CCD camera) a v počítači uloženy. Sestava umožňuje i definovaný posun ve směrech x a y , tedy měnění místa na vzorku, které je měřeno. Rozlišení kamery je 1032×776 pixelů.

Vývoj algoritmu se ubíral dvěma hlavními směry pro hledání středu obáلكové funkce. První směr využíval Hilbertovu transformaci pro hledání obáلكy, konkrétně využíval předprogramovanou funkci "hilbert" v knihovně vědeckého pythonu a podknihovně na zpracování signálu "scipy.signal". Tato funkce vrací analytický signál v komplexním oboru a pokud spočteme její absolutní hodnotu v každém bodě dostaneme obáلكovou funkci. Nicméně v závislosti na kvalitě vstupních dat může docházet k zašumění takovéto obáلكy a proto pro zjištění jejího středu byl aplikován fit Gaussovou křivkou, kde střední hodnota tohoto fitu je považována za výškovou souřadnici daného bodu na vzorku. Pro lepší pochopitelnost je příklad zpracování na obrázku 29. Za účelem kvalitnější zpracování bylo testováno i několik přístupů



Obrázek 28: Ukázka naměřeného interferogramu se spočtenou obálkou pomocí hilbertovy transformace a fitování Gaussovou křivkou. Střed obálky určuje parametr střední hodnoty Gaussovy křivky.

(konvoluce, Gaussovské filtrování) pro vyhlazování signálu a to jak v preprocesu, tak v postprocesu. Ukázalo se, že zásadní význam na kvalitu obálkové funkce má zejména omezení počítaných dat interferometru pouze na stěžejní oblast a zanedbání dat, kdy optické větve v interferometru mají výrazně rozdílné délky a nedochází u nich k interferenci (takovýto výřez je i na obrázku 28).

Druhý přístup využíval fitování rovnice pro popis interferogramu v jednom bodě vzorku podle rovnice 2. Střed obálky následně určuje přímo parametr rovnice h . U tohoto přístupu bylo opět dosaženo lepších výsledků v případě zkrácení interferogramu pouze na skutečně aktivní část signálu a zanedbání okrajů, kdy nedochází k interferenci (takovýto výřez je i na obrázku 29).

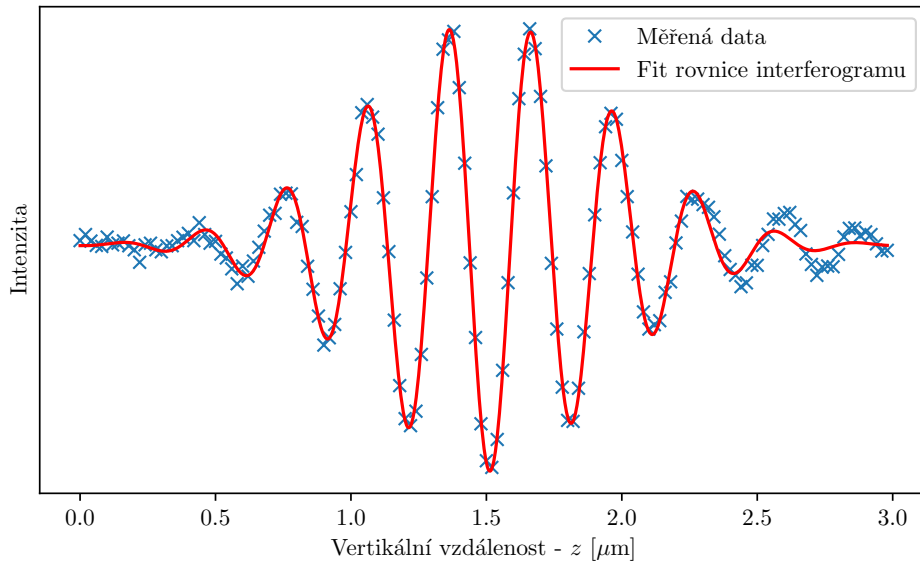
Srovnání obou přístupů zpracování dat můžete vidět na dvou topografiích téhož vzorku zobrazených na obrázku 30. Horní obrázek reprezentuje topografii zpracovanou pomocí Hilbertovy transformace, spodní obrázek pomocí fitu rovnice interferogramu. Rozdíl ve zpracování dosahoval v z směru hodnot jednotek nanometrů.

Přístup, který byl vybrán pro následující a budoucí zpracování dat z WLI je první popsáný, jež využívá Hilbertovu transformaci. Vybrán byl protože probíhá s menší náročností na výpočetní kapacitu než druhý přístup a dále z důvodu větší stability algoritmu při testování na reálných vzorcích. U druhého přístupu je totiž nutné vzhledem k fitování složitější funkcí být pečlivější při volbě počátečního odhadu parametrů a zároveň při omezování intervalů parametrů během fitování. Jinak mohlo v některých případech docházet k neúspěšným pokusům o určení parametrů nebo hůře nalezení parametrů v lokálním extrému funkce, jež ale neodpovídají fyzikální podstatě fitované funkce.

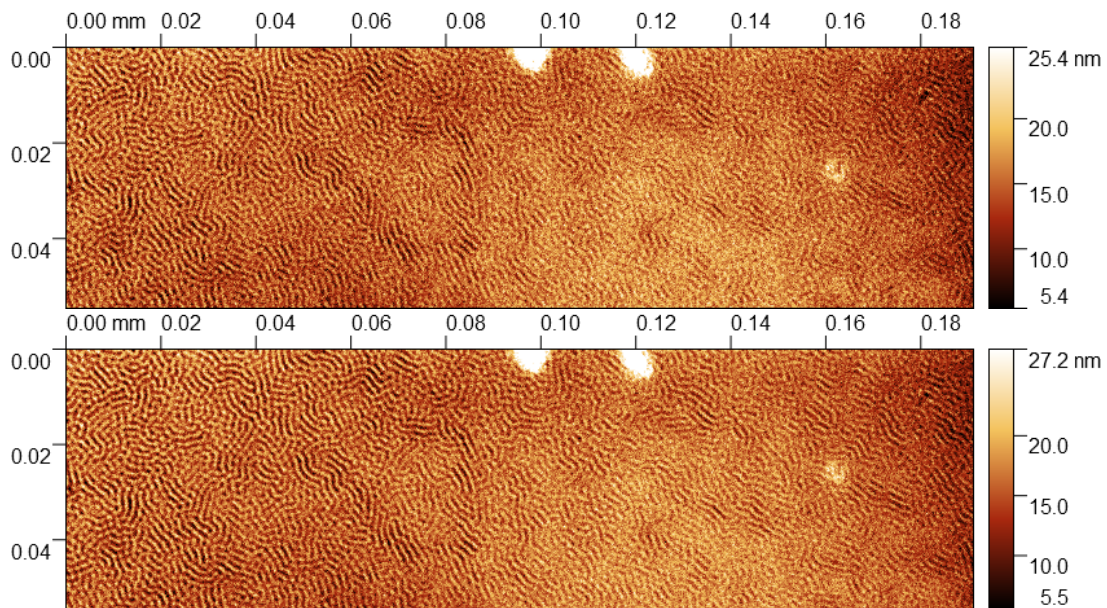
Na obrázku 31 je ukázka topografie vzorku z Německého národního metrologického institutu (PTB) zpracovaného vybraným algoritmem s Hilbertovou transformací.

Hlavní cíl vytvoření programu pro zpracování dat z WLI byl splněn. Konkrétněji program byl vytvořen v programovacím jazyce Python a umožňuje:

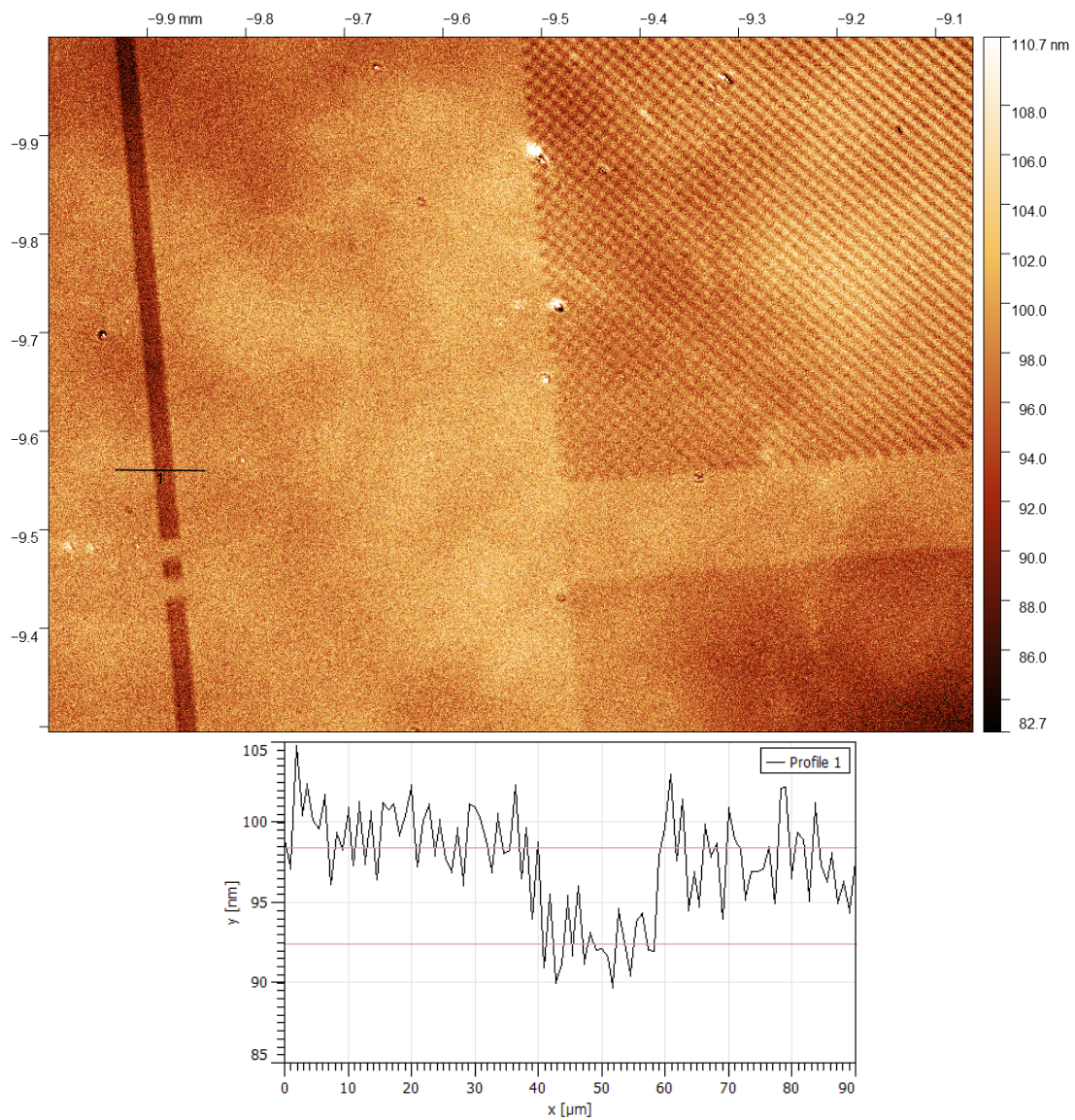
- Rozbalení a načtení výstupních dat z interferometru (a to i z více měření s podélným posuvem na



Obrázek 29: Ukázka naměřeného interferogramu a fitu analytickou funkcí popisující přímo interferogram. Střed obálky následně určuje přímo jeden z parametrů.



Obrázek 30: Výsledné struktury po zpracování interferogramů dvěma přístupy. Horní obrázek reprezentuje hledání obálkové funkce pomocí Hilbertovy transformace, spodní obrázek reprezentuje metodu, kdy byl vždy proveden fit celého interferogramu a z něho odvozen střed obálky.



Obrázek 31: Zpracované struktury na vzorku z Německého národního metrologického institutu - PTB. Ukázka výškového profilu přes drážku na vzorku.



povrchu vzorku).

- Transformování a zpracování dat pro zjištění topografie povrchu.
- Implementována paralelizace zpracování dat pro využití zpracování na superpočítači.
- Ukládání výsledků do souborů ve standardním formátu ".gwy" pro potencionální následné upravení v programu Gwyddion.

Tento program nám pomáhá lépe a přesněji zpracovávat výsledky a umožňuje nám analyzovat a odstranit artefakty z měření, což u komerčních programů nebylo možné. Paralelizace programu a spouštění na superpočítači nejenom urychluje zpracování dat, ale v některých případech usnadňuje práci s velkým objemem dat. To se týká zejména vzorků s velkým náklonem nebo výrazným výškovým rozdílem v profilu vzorku. V těchto případech totiž musí být ve vertikálním směru z provedena velká množství měření, aby byla pokryt celá škála profilu a to pak vede k velkým souborům dat, jež by na normální pracovní stanici musely být rozděleny, řešeny postupně a až následně složeny dohromady.

3.2. Fitování dat algoritmem OEFPIIL

3.2.1. Rozhraní pro aplikaci Microsoft Excel

Ve snaze o větší rozšíření využití algoritmu OEFPIIL v rámci ČMI jsme se snažili zjednodušit jeho využití pro běžné metrology, pro které by volání samostatného programu či funkce v prostředí Matlab mohlo být obtížné a kteří standardně používají jednodušší nástroje, jako jsou tabulkové procesory. Pilotním projektem proto bylo vytvoření rozhraní pro volání stávající implementace algoritmu v jazyce C z prostředí tabulkového procesoru Microsoft Excel. Toto rozhraní je realizováno na dvou úrovních:

1. Ke stávající funkci *oefpil()* softwarové knihovny OEFPIIL je v jazyce C vytvořena doplňková funkce *oefpilexcel()* poskytující rozhraní pro volání jinými aplikacemi na platformě Microsoft Windows. Softwarová knihovna OEFPIIL je pak přeložena do podoby dynamicky linkované knihovny (DLL) exportující funkci *oefpilexcel()*.
2. V prostředí jazyka Visual Basic for Applications (VBA) sady Microsoft Office je vytvořeno makro *oefpil()*, které zprostředkovává volání funkce *oefpilexcel()* z knihovny *oefpil.dll*. Makro je pak součástí souboru *oefpil.xlb*. Formát XLB (Excel Toolbar) slouží k ukládání přizpůsobení nástrojové lišty a nabídek aplikace, a umožňuje tak implementovat rozšíření aplikace.

Kvůli nedostatečné dokumentaci a absenci použitelných příkladů se vývoj celého propojení ukázal jako značně nepřímý.

Prvním omezením je nutnost implementace ve VBA ve formě makra, nikoli uživatelské funkce, neboť uživatelská funkce může vracet svůj výstup jen do buňky, v níž je volána, a nemá možnost zapisovat další výstupy do jiných oblastí. Nevýhodou makra je ovšem nemožnost přijímat oblasti s daty jako vstupní parametry – v kódu makra tak musí být oblasti, v nichž se nacházejí vstupní hodnoty, stejně tak i oblasti, do kterých se má vyplnit výstup, pevně uvedeny. To flexibilitu při integraci nástroje OEFPIIL do vlastních výpočetních tabulek uživatelů do jisté míry snižuje.

Ani oficiální dokumentace společnosti Microsoft neposkytuje dostatečný návod ke spolehlivě funkčnímu nastavení deklarace funkce exportované z dynamicky linkované knihovny. Nejasnosti panují zejména ve volacích konvencích specifických pro platformu Windows (dodatečné deklarace `__cdecl`, `__stdcall` a `__declspec(dllexport)`) a ve způsobu předávání parametrů (hodnotou či odkazem) pro jednotlivé datové



typy mezi VBA a C. Vývoj probíhá na 64bitovém operačním systému s 64bitovou variantou MS Office, avšak nelze zatím vyloučit, že se požadavky mezi 32- a 64bitovými systémy liší.

Jak bylo uvedeno v předchozím odstavci, použití makra *oefpil()* předpokládá pevně dané umístění vstupních a výstupních hodnot v rámci listu následujícím způsobem:

Sloupec	Účel	Popis
A	vstup	hodnoty x
B	vstup	hodnoty y
C	vstup	nejistoty v x
D	vstup	nejistoty v y
G	výstup	odhady parametrů (G1: směrnice, G2: úsek na ose y)
H	výstup	kovarianční matice parametrů (vypsána po řádcích/sloupcích)

Jen podotýkáme, že nejistotami se rozumí parametry příslušných náhodných rozdělení, tj. standardní nejistoty.

Současný stav implementace je následující:

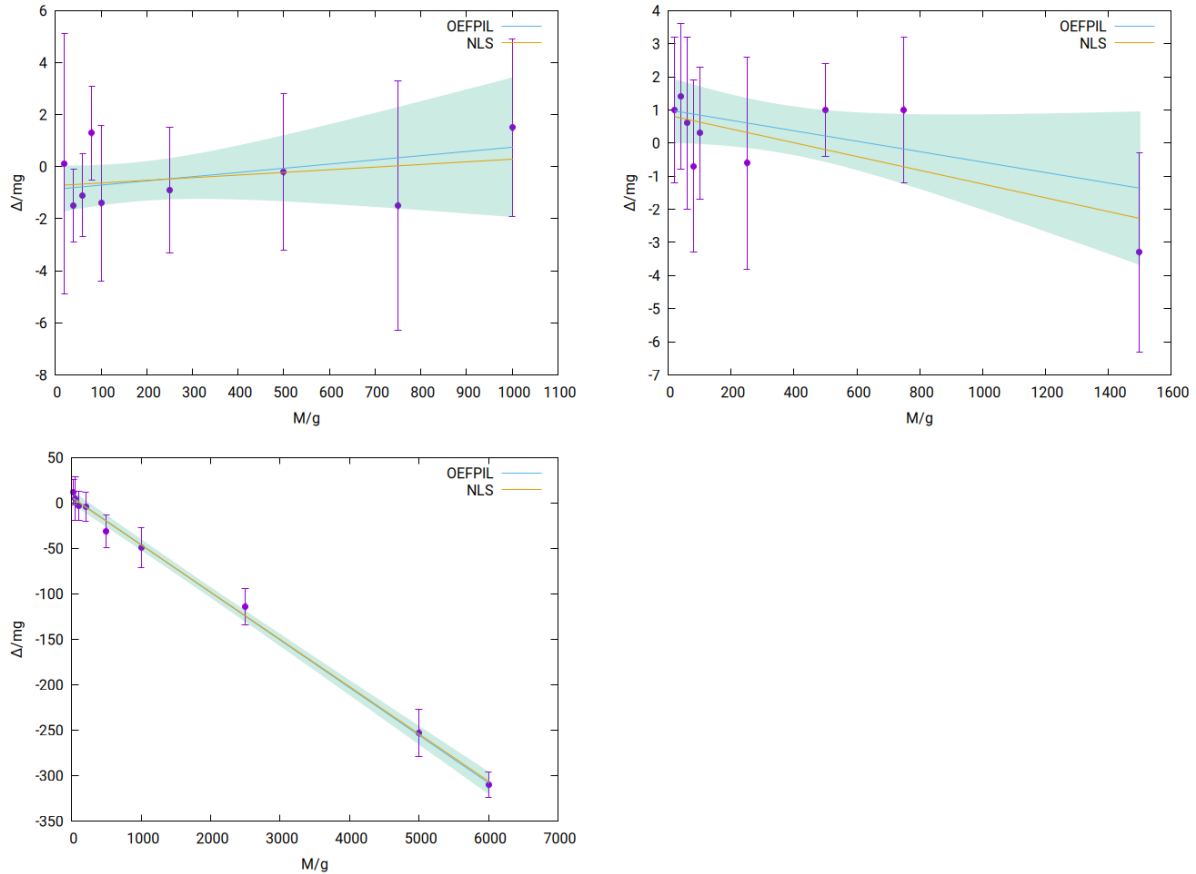
- Projekt knihovny OEFPIIL v jazyce C byl doplněn o možnost tvorby dynamicky linkované knihovny na platformě Microsoft Windows s využitím nástrojů Intel Fortran Compiler a Microsoft Visual Studio.
- V jazyce Visual Basic for Applications bylo vytvořeno makro pro aplikaci Microsoft Excel umožňující volání funkce *oefpilexcel()* exportované touto knihovnou.
- U některých argumentů funkce nefunguje správné předávání hodnot mezi VBA a C, způsobující pád aplikace. Probíhá analýza problému, kterou však komplikuje zmiňovaná absence potřebné dokumentace. Mělo by se jednat spíše o technickou záležitost, jejíž vyřešení předpokládáme do konce roku.

3.2.2. Příklady využití algoritmu OEFPIIL v různých oblastech metrologie

Jak bylo zmíněno v úvodu, cílem úkolu bylo rozšířit možnosti využití algoritmu OEFPIIL mimo oblast fitování silových křivek z mikroskopie atomárních sil a zatěžovacích/odtěžovacích křivek v nanoindentaci, kterým se věnujeme v jiném grantovém projektu a které byly primární motivací pro náš výzkum v oblasti fitování. V této kapitole uvádíme výsledky testování algoritmu na data z různých oblastí metrologie, tak jak se nám podařilo v průběhu roku je zajistit, fitovat a ve spolupráci s kolegy z jiných oddělení ČMI výsledky interpretovat.

Kalibrace váhy

V určitých aplikacích, např. plnění tlakové láhve směsí plynů, potřebujeme znát průběh chybové funkce váhy v celém rozsahu vážení. Pomocí závaží můžeme určit chybu v určitých bodech, z těchto potom hledáme aproximaci přímkou, kterou poté uživatel používá pro stanovení chyby mimo kalibrační body. EURAMET Calibration Guide CG18 „Calibration of non-automatic weighing instruments“. V rámci kalibrace neautomatické váhy se určuje vztah mezi hmotností etalonu a chybou indikace. Nejistoty hmotností etalonu jsou dány kalibračním listem, nejistoty indikace jsou dány směrodatnou odchylkou opakovaných měření chyby indikace. Korelaci mezi daty neuvažujeme. Tři příklady takového proložení jsou na obr. 32. Vidíme, že vzhledem k intervalu spolehlivosti proložené křivky je rozdíl mezi metodami velmi malý. Výsledné hodnoty parametrů přímkou spolu s jejich nejistotami jsou uvedeny v tabulce 2. Při použití algoritmu popsaném v technické specifikaci ISO 28037 dostaneme totožné výsledky jako metodou OEFPIIL.



Obrázek 32: Příklady kalibrace hmotnostního komparátoru s vyznačením přímek proložených metodou NLS a OEFPIL. Chybový interval odpovídá rozšířených nejistotám $k = 2$.

Měření zatěžovací charakteristiky zdroje

Cílem měření bylo určit zatěžovací charakteristiku zdroje střídavého napětí SWG (SineWaveGenerator, výroba ČMI). SWG byl různě zatěžován přidáváním odporu R_s a měřen pokles výstupního napětí. Jako zátěž byly použity běžné součástkové odpory. Výstupní napětí bylo měřeno programovatelným kvantovým etalonem (PJVS, Programmable Josephson Voltage Standard), který fungoval v módu střídavého voltmetru. PJVS sám o sobě zatěžuje měřený zdroj vstupní impedancí vzorkovací karty R_d , takže celková zátěž SWG je dána paralelní kombinací R_s a R_d . SWG byl modelován jako kombinace idealizovaného zdroje napětí V_z a vnitřního odporu zdroje R_z . Zjednodušené schéma měřícího obvodu, ale obsahující všechny relevantní prvky, je uvedeno na obr. 33 Řešení měřícího obvodu pomocí Kirchhoffových zákonů vede na vztah

$$U_{PJVS} = U_z \frac{R_1}{R_z + R_1} \quad (10)$$

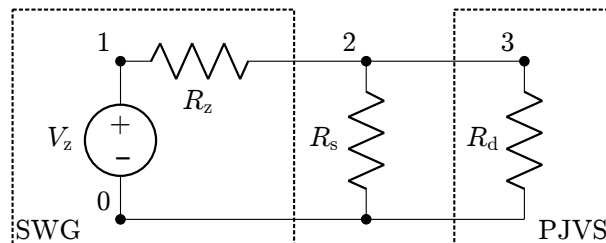
kde U_{PJVS} je napětí měřené na etalonu, R_1 celkové zatížení zdroje, U_z napětí zdroje a R_z je vnitřní odpor zdroje. Celkové zatížení je dáno paralelním součtem vstupní impedance vzorkovací karty a odporu součástky

$$R_1 = \frac{1}{\frac{1}{R_s} + \frac{1}{R_d}} \quad (11)$$

A	OEFPIIL	NLS	B	OEFPIIL	NLS
a	0.001615	0.001015	a	-0.001574	0.002076
u(a)	0.001545	0.001174	u(a)	0.000956	0.000803
b	-0.8681	-0.7258	b	1.0005	0.8389
u(b)	0.4564	0.5388	u(b)	0.4944	0.4750

C	OEFPIIL	NLS
a	-0.052394	-0.051990
u(a)	0.001269	0.001029
b	6.3718	5.7872
u(b)	3.6508	2.8390

Tabulka 2: Výsledky fitování pro tři příklady zobrazené na obr. 32.



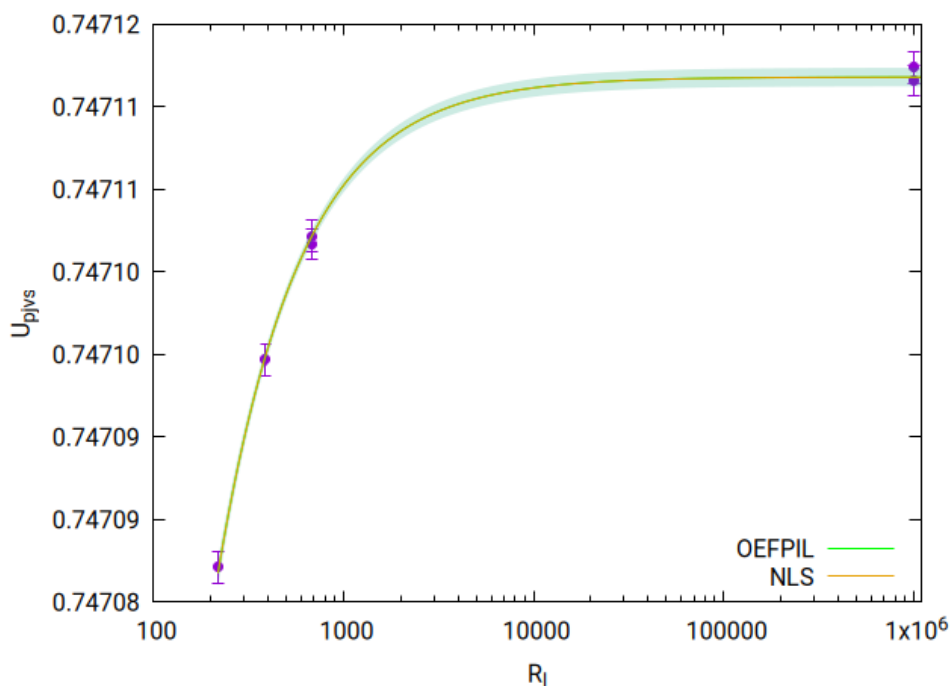
Obrázek 33: Schéma měřícího obvodu se všemi relevantními prvky.

Tento vztah byl použit k proložení naměřených dat. Nejistoty naměřených dat vychází z kalibrace odporů součástek, odhadu vstupní impedance karty získané z literatury a z výsledků měření střídavého napětí pomocí PJVS.

Zajímavá je otázka korelace dat. Jelikož měříme všechny hodnoty napětí tímž přístrojem můžeme očekávat jejich korelaci. Obdobně to lze říci i pro odpory součástek, které byly změřeny stejným měřidlem. Ovšem vyčíslit tuto korelaci v současnosti nedokážeme. Lze odhadnout teoretickou hodnotu pro korelaci zatěžovacích odporů v důsledku nejistoty vstupní impedance vzorkovací karty kvantového etalonu. Korelace se liší pro jednotlivé páry hodnot a pohybuje se řádově mezi 10^{-9} a 10^{-3} . Další nevýhodou je, že hodnota vnitřní impedance karty je založena na literatuře zatímco odpor součástek je měřený přímo. Abychom demonstrovali vliv korelace, provedli jsme výpočty pro různé kombinace konstantních korelací jak pro napětí tak pro odpor. Pro porovnání jsme proložili data bez korelace i metodou nejmenších čtverců a pro všechny případy jsme provedli i Monte Carlo simulaci. Výsledné odhady jsou uvedeny v tabulce 3. Graf proložení křivky pro nulovou korelaci je uveden na obrázku 34. Je zřejmé, že vizuálně nelze rozlišit mezi výsledky proložení metodou nejmenších čtverců a metodou OEFPIIL. Zde můžeme ilustrovat vliv volby konkrétní implementace algoritmu na počet potřebných iterací a dobu trvání výpočtu. Pro MATLAB jsou dostupné dvě metody, které se liší metodou pro inverzi jedné z pomocných matic. Jedna metoda využívá SVD rozklad, druhá QR rozklad. Čas potřebný pro výpočet se drobně liší. Např. pro korelace $\rho_x = \rho_y = 0, 1$ je celkový čas 3,1 s (SVD) a 2,9 s (QR), čas strávených na jednotlivých jádrech počítače 22,7 s (SVD) a 23,3 s (QR). Rozdíl nemá praktický vliv, z dlouhodobého hlediska máme lepší zkušenosti s QR rozkladem, kterou využívá implementace v C. Konkrétní zadání může velmi ovlivnit počet iterací a tím i celkový čas výpočtu. Pro ilustraci můžeme uvést že pro korelace $\rho_x = \rho_y = 0, 1$ je potřeba 689 iterací, zatímco pro korelace $\rho_x = \rho_y = 0, 9$ je potřeba pouhých 122 iterací. Jako u všech iterativních algoritmů je tedy nezbytné kontrolovat postup konvergence. Z hlediska času je samozřejmě výrazně rychlejší využití implementace v jazyce C, kde srovnatelné výpočty, byť jen pro QR metodu, získáme v čase pod 0,1 s. Počet kalibrací je pouze 8 až 10. Je tedy vhodné zohlednit i tyto aspekty při volbě

	ΔU_z (μV)	$u(\Delta U_z)$ (μV)	R_z ($\text{m}\Omega$)	$u(R_z)$ ($\text{m}\Omega$)	$\text{corr}(U_z, R_z)$
NLS	-2888.206	0.254	8.79364	0.14795	0.73
OEFPIIL (bez korelací)	-2888.201	0.280	8.79616	0.16389	0.78
MonteCarlo (bez korelací)	-2888.201	0.281	8.79636	0.16385	0.76
OEFPIIL (teoretické korelace)	-2888.201	0.280	8.79616	0.16391	0.78
OEFPIIL (obě korelace 0,9)	-2888.153	0.453	8.79600	0.05252	0.11
Monte Carlo (obě korelace 0,9)	-2888.152	0.459	8.79619	0.05254	0.12

Tabulka 3: Odchyly napětí zdroje od nominální hodnoty a vnitřní odpor zdroje, získané různými metodami.



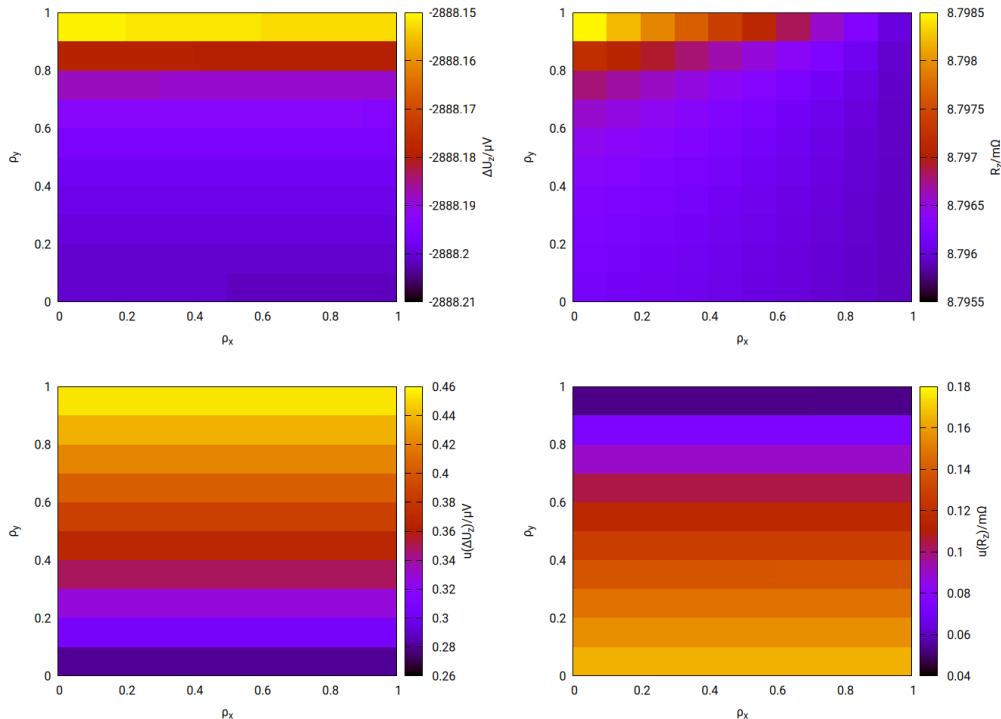
Obrázek 34: Výsledek fitování naměřených dat, nejistoty jsou rozšířené pro $k = 2$.

implementace.

Jak jsme již uvedli, nejsou dostupné dostatečné informace pro odhad skutečné korelace mezi daty. Můžeme alespoň odhadnout míru vlivu porovnáním pro různé kombinace. Mapy hodnot pro jednotlivé veličiny v závislosti na volbě konstantních korelačních koeficientů ρ_x a ρ_y jsou uvedeny na obr. 35. Vidíme, že dominantní vliv má korelace v naměřeném napětí.

Kalibrace rastrovacího termálního mikroskopu

Rastrovací termální mikroskopie umožňuje měřit lokální tepelnou vodivost pevných vzorků pomocí malé vyhřívané sondy u které vyhodnocujeme tepelné ztráty do měřeného vzorku. S ohledem na množství mechanismů a směrů ve kterých sonda ztrácí teplo není možné získat analytický vztah pro tepelnou vodivost vzorku a je nutné mikroskop kalibrovat na vzorcích se známými vlastnostmi. Kalibrace rastrovacího termálního mikroskopu silně závisí na parametrech systému včetně vlastností sondy, které se mohou významně měnit v čase. Proto nelze spoléhat na časovou stabilitu kalibrační křivky a samotná kalibrace je



Obrázek 35: Mapy pro odchylku napětí zdroje, vnitřní odpor zdroje a jejich nerozšířené nejistoty.

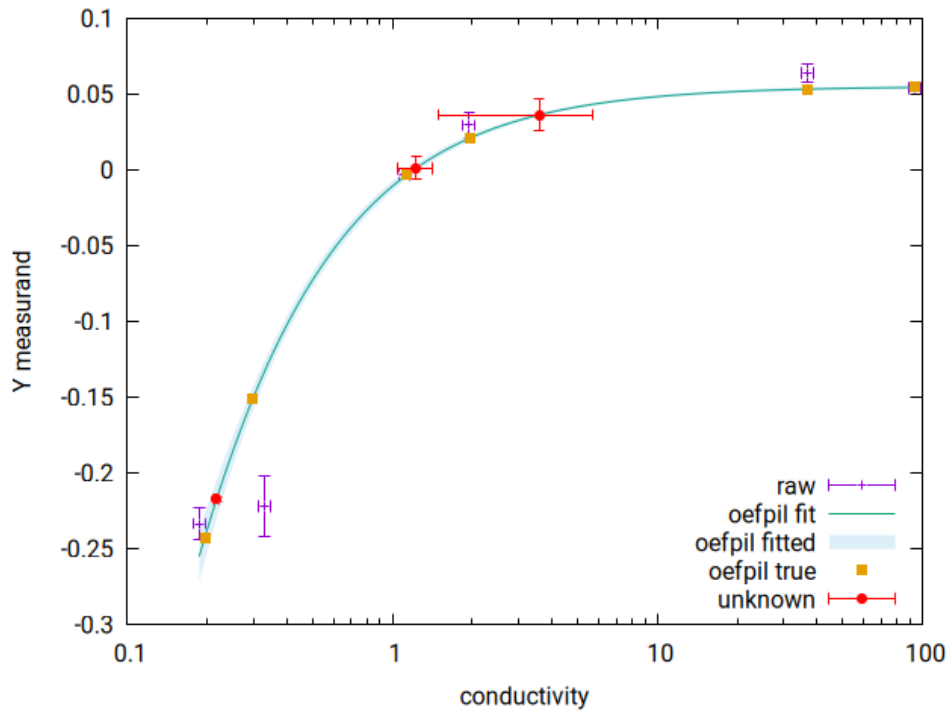
součástí každého měření. Předpokládáme následující vztah mezi tepelnou vodivostí vzorku x a odezvou mikroskopu Y

$$Y = \frac{ax}{b+x} + c \quad (12)$$

Odezvová funkce je definována jako rozdíl mezi napětím změřeným na vybraném vzorku a napětím změřeným na referenčním vzorku. Pro následující příklad byly použito šest kalibračních vzorků (PMMA, POM, křemenné sklo, ZrO_2 , Al_2O_3 a dopovaný křemík), jeden referenční vzorek (SiO_2) a tři neznámé vzorky. V tomto případě lze použít OEFPIIL dvojím způsobem. Při prvním postupu nejdříve proložíme data z kalibračních vzorků křivkou a poté pomocí této funkce vyčíslíme hodnoty tepelných vodivostí neznámých vzorků. Při druhém postupu vyhodnotíme tepelné vodivosti neznámých vzorků současně s parametry křivky. Z definice problému v rovnici (4) můžeme rozšířit vektor přímých měření $\mu = (x_1, \dots, x_6, Y_1, \dots, Y_6)$ kde x_i a Y_i jsou tepelné vodivosti kalibračních vzorků a odpovídající odezvy, o naměřené odezvy neznámých vzorků Y_j složky. Vektor nepřímých měřených veličin β bude nyní zahrnovat nejen parametry kalibrační křivky a, b, c ale i tepelné vodivosti neznámých vzorků. Počet vazeb se rozšíří o vazby plynoucí ze vztahu (12) pro neznámé vzorky. Příklad takové kalibrace je na obr. 36 a v tabulce 4. Vidíme, že pro více vodivé vzorky dostáváme velmi vysokou nejistotu, která omezuje použití této metody. Výsledky jsou stejné pro oba postupy.

Fitování optických spekter odrazivosti povrchu

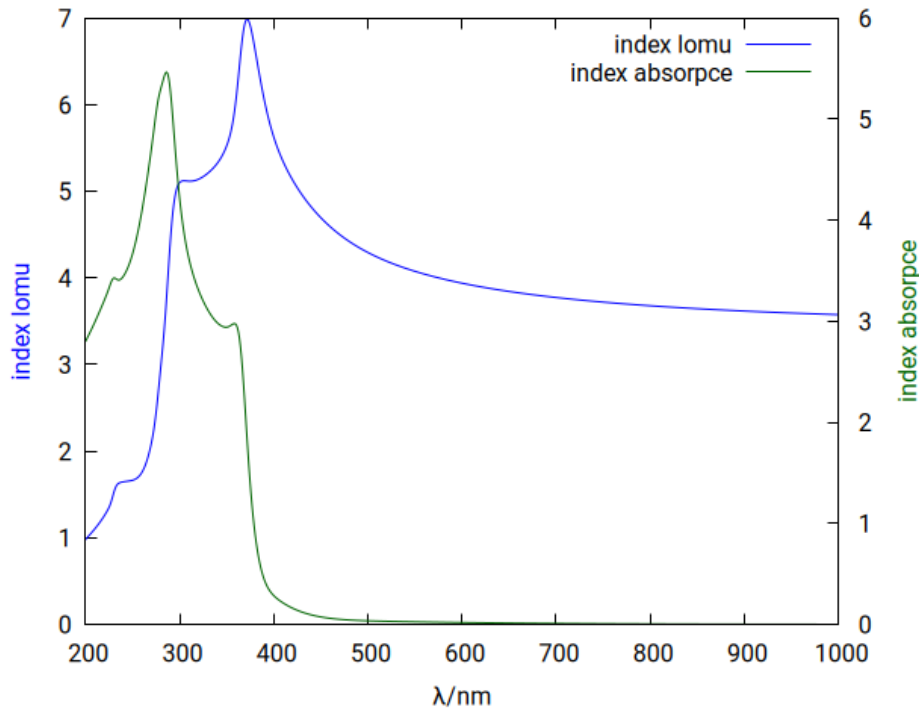
Spektra odrazivosti povrchu získaná pomocí spektroskopické reflektometrie jsou velmi citlivá na změny v optických parametrech studovaného vzorku a v případě vrstvy či vrstev i na tloušťku vrstev. Pro testování možnosti využití algoritmu OEFPIIL jsme se zaměřili na nejjednodušší případ, kterým je určení tloušťky tenké vrstvy SiO_2 na křemíku. Pro křemík jsme použili závislost optických konstant na vlnové délce z literatury [9], viz obr. 37, používáme lineární interpolaci. Pro SiO_2 jsme vyšli z Cauchyho formule pro



Obrázek 36: Proložení dat kalibrační křivkou SThM. Hodnoty „true“ jsou skutečné hodnoty vodivosti resp. odezvy, odpovídají očekávaným hodnotám přímého měření.

a	2.080 ± 0.631	$k_A / (\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1})$	1.2306 ± 0.1811
b	0.0328 ± 0.0109	$k_B / (\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1})$	3.584 ± 2.085
c	-2.025 ± 0.631	$k_E / (\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1})$	0.21738 ± 0.00602

Tabulka 4: Tabulka odhadů a nejistot pro parametry kalibrační křivky a , b , c a vodivosti neznámých vzorků k_A , k_B a k_E . Vzorky C a D nebylo možné touto metodou měřit.



Obrázek 37: Závislost optických konstant na vlnové délce.

index lomu a index absorpce

$$n = n_1 + \frac{n_2}{\lambda^2} + \frac{n_4}{\lambda^4} \quad (13)$$

$$k = k_1 + \frac{k_2}{\lambda}. \quad (14)$$

Hodnoty n_i a k_i byly určeny fitováním tabelovaných dat [10] pro viditelnou oblast jako $n_1 = 1,47787$ a $n_2 = 3604$, ostatní byly položeny rovny nule. Odrazivost pro systém vzduch-vrstva-substrát je

$$R = \left| \frac{r_1 + r_2 e^{ix}}{1 + r_1 r_2 e^{ix}} \right|^2 \quad (15)$$

kde i je imaginární jednotka, r_1 a r_2 jsou pro kolmý dopad svazku vyjádřeny pomocí komplexního indexu lomu $\hat{n} = n + ik$ jako

$$r_1 = \frac{1 - \hat{n}_{SiO_2}}{1 + \hat{n}_{SiO_2}} \quad (16)$$

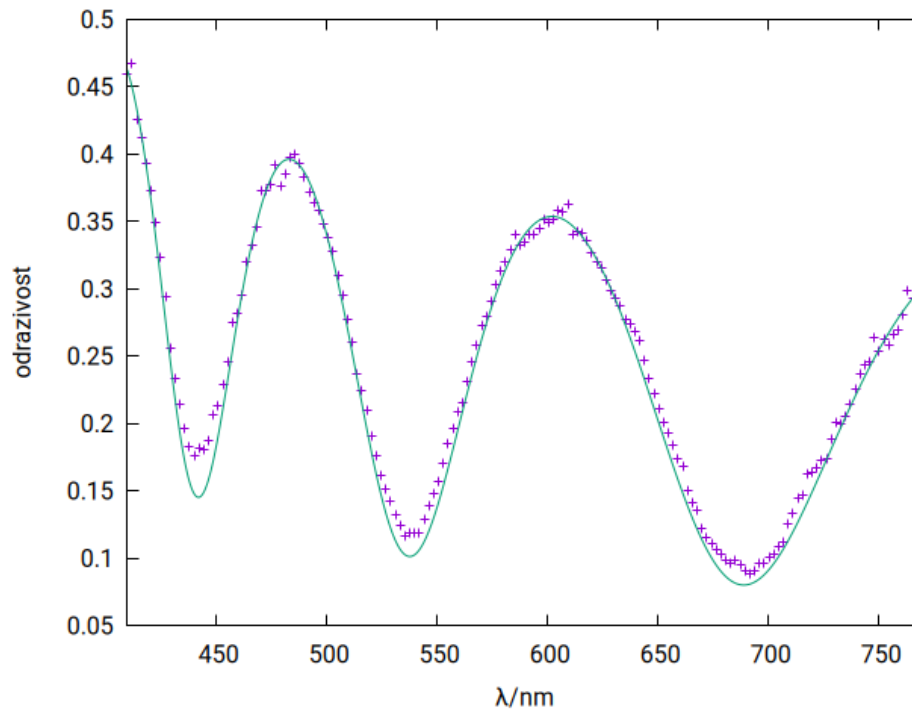
$$r_2 = \frac{\hat{n}_{SiO_2} - \hat{n}_{Si}}{\hat{n}_{SiO_2} + \hat{n}_{Si}} \quad (17)$$

$$(18)$$

a x závisí na tloušťce vrstvy d

$$x = \hat{n}_{SiO_2} \frac{4\pi}{\lambda} d. \quad (19)$$

Problematické je zde opět určení vstupních nejistot. Nejistoty ve vlnové délce jsme odhadli na 1–2 nm, nejistoty v reflektanci na 0,01–0,05. Korelaci mezi daty neuvažujeme. Výsledné hodnoty jsou v tabulce 5.



Obrázek 38: Příklad naměřených dat odrazivosti a proložené křivky.

$u_x \backslash u_y$	0,01	0,02	0,05
1 nm	$827,947 \pm 0,286$	$828,038 \pm 0,507$	$828,095 \pm 1,207$
1.5 nm	$827,857 \pm 0,324$	$827,988 \pm 0,537$	$828,079 \pm 1,223$
2 nm	$827,823 \pm 0,366$	$827,947 \pm 0,572$	$828,059 \pm 1,243$

Tabulka 5: Výsledky fitování spektra odrazivosti pro jednotlivé volby nejistot. Nejistoty jsou nerozšířené.

	Český metrologický institut	Zpráva úkolu TR č.	Počet příloh: 3
	Oblastní inspektorát Brno	6014-TR-Z0001-24	Počet listů: 44/54

Vidíme, že pro různé nejistoty vstupních dat dostáváme odlišné odhady tloušťky. Nicméně rozdíly mezi křivkami pro různé tloušťky jsou méně než 1 %.

XPS analýza povrchu pokrytého částicemi

Metoda rentgenové fotoelektronové spektroskopie (XPS, X-ray photoelectron spectroscopy) umožňuje určit chemické složení zkoumaného vzorku. Pokud máme povrch pokrytý nanočásticemi očekáváme, že jeho chemické S složení bude odpovídat složení substrátu S_{sub} a částic S_{part}

$$S_{\text{mix}} = \alpha S_{\text{part}} + (1 - \alpha) S_{\text{sub}}, \quad (20)$$

kde α je podíl plochy zabrané částicemi. Samotné složení S je určeno procentuálně, musí tedy vždy součet jednotlivých složek být roven 1. Dále když vztah (20) přepíšeme do formy

$$S_{\text{mix}} - S_{\text{sub}} = \alpha(S_{\text{part}} - S_{\text{sub}}) \quad (21)$$

dostáváme sice tvar vhodný pro prokládání, ale s netriviální korelací jak mezi x a y (díky S_{sub}) tak mezi jednotlivými x a jednotlivými y (díky normování). Příklad takových dat je v tabulce 6

	O (at.%)	err O (at. %)	N (at.%)	err N (at. %)	C (at.%)	err C (at.%)	S (at.%)	err S (at.%)
part	22.2714	0.2925	—	—	77.0914	0.2899	0.6357	0.0318
sub	7.4925	0.1380	11.285	0.2712	81.2225	0.2174	—	—
mix	11.7666	0.5273	7.0066	0.7111	81.2266	0.1873	—	—

Tabulka 6: Příklad dat z analýzy XPS, nejistoty jsou odhady přístroje.

Označme μ vektor přímých měření

$$\mu = (O^{\text{part}}, N^{\text{part}}, C^{\text{part}}, S^{\text{part}}, O^{\text{sub}}, N^{\text{sub}}, C^{\text{sub}}, S^{\text{part}}, O^{\text{mix}}, N^{\text{mix}}, C^{\text{mix}}, S^{\text{mix}}), \quad (22)$$

vektor nepřímých měření pak bude obsahovat pouze jedinou složku α

$$\beta = (\alpha). \quad (23)$$

Pro použití OEFPI Lu můžeme zapsat podmínky ve tvaru

$$\mu_1 + \mu_2 + \mu_3 + \mu_4 - 100 = 0 \quad (24)$$

$$\mu_5 + \mu_6 + \mu_7 + \mu_8 - 100 = 0 \quad (25)$$

$$\mu_9 + \mu_{10} + \mu_{11} + \mu_{12} - 100 = 0 \quad (26)$$

$$\mu_9 - \mu_5 - \beta_1 * (\mu_1 - \mu_5) = 0 \quad (27)$$

$$\mu_{10} - \mu_6 - \beta_1 * (\mu_2 - \mu_6) = 0 \quad (28)$$

$$\mu_9 - \mu_7 - \beta_1 * (\mu_3 - \mu_7) = 0 \quad (29)$$

přičemž první tři podmínky odpovídají normování ve všech třech měření a druhé tři podmínky vyjadřují rovnici (20). Uvedené nejistoty se ukázaly být poněkud problematické a výsledný odhad β není fyzikálně realistické. Předpokládáme-li stejnou nejistotu pro všechny prvky a zvolíme-li realistickou hodnotu v rozmezí 0,5 - 2 at. % už dostáváme "správnou" hodnotu $\beta = 0,305$. Nejistota se pohybuje od 0,03 (pro vstupní odhad 0,5 at. %) po 0,13 (pro vstupní odhad 2 at. %).

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 45/54

4. ČERPANÉ NÁKLADY NA ÚKOL

Plánované a čerpané náklady (s výhledem do konce roku 2024) jsou uvedeny v následující tabulce:


	Plán	Odhad čerpání do 31. 12. 2024
Cena hodin	2 276 000	2 276 000
Materiál	220 000	220 000
Cestovné zahraniční	0	0
Náklady na oponenturu	4 000	4 000
Celkem	2 500 000	2 500 000

Tabulka 7: Tabulka plánovaných a čerpaných nákladů (v Kč):

Náklady byly primárně čerpány formou interně účtovaných hodin (tj. kombinace mzdových a režijních nákladů, celkem cca 10 člověkoměsíců) pracovníků oddělení primární nanometrologie a technické délky (kolektiv autorů této zprávy a dalších pracovníků, kteří se podíleli na měřeních), pracovníků oddělení, která poskytla data a interpretaci výsledků pro testování algoritmu OEFPIL, a formou DPP také spoluprací s Mgr. Davidem Nečasem, Ph.D. na vývoji programu Gwyddion, který byl využit při zpracování různých experimentálních dat v projektu.

Materiální náklady byly využity pro doplnění drobných optomechanických a elektronických komponent pro stavbu jednotlivých experimentálních sestav, nicméně klíčové součásti byly již na začátku projektu k dispozici z minulých let.

Zahraniční cesty nebyly v projektu plánovány ani realizovány.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 46/54
-----------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	---------------------------------------

5. ZÁVĚR


V rámci řešení první části úkolu jsme se snažili prohloubit naše znalosti a schopnosti v oblasti optických měření v nanometrologii. Optická měření mají díky své rychlosti a bezúdržbovosti velký potenciál při měření ve výrobě a jsou díky tomu stále velmi atraktivní pro průmyslové aplikace nanometrologie, například v polovodičovém či optickém průmyslu. Vytvořili proto jsme řadu nástrojů, ať hardwarových, či softwarových, jejichž cílem bylo zlepšení metrologických vlastností různých optických měřicích metod, kterým jsme se nějakou měrou zabývali v minulosti:

- Vyvinuli jsme nástroje pro lepší zpracování dat v zobrazovací interferometrii v bílém světle, využitelné při studiu topografie povrchů v rozsahu desítek mikrometrů až po centimetry.
- Zapůjčili jsme a instalovali zařízení pro měření rozptylu na drsných površích a tenkých vrstvách s potenciálními aplikacemi v optickém průmyslu a v té souvislosti jsme připravili novou laboratoř také na instalaci dalších optických přístrojů.
- Zařízení pro měření koherentního rozptylu na periodických površích jsme doplnili o interferometrický senzor polohování stolku pro lepší návaznost a rozšíření experimentálních možností.
- Zrekonstruovali jsme rastrovací optický mikroskop v blízkém poli pro jeho využití s námi vyvíjenou elektronikou a modernějšími polohovacími mechanismy a podnikli první experimenty.
- Doplnili jsme námi využitelné metody pro hybridní analýzu vzorků o jednoduchý senzor Ramanova rozptylu.

Paralelně s vývojem výše uvedených metod jsme se zabývali otázkou vhodných referenčních vzorků, které jsou pro každou techniku individuální a jsou komentovány v jednotlivých kapitolách.

Druhá část úkolu se zaměřovala na rozšíření možností využití algoritmu OEFPIIL mimo rámec velmi specifických úloh v nanometrologii i mimo rámec jiného běžícího projektu MŠMT. Zde jsme prozkoumali řadu možných oblastí a vyvinuli příklady využití algoritmu. Hlavní výhodou využití algoritmu OEFPIIL je možnost práce s obecně korelovanými daty a také možnost propagovat nejistoty měření paralelně s vyhodnocením.

Z pohledu rozvoje optických technik i z pohledu technik zpracování dat jsme v rámci úkolu dosáhli námi stanovených cílů, přestože s ohledem na nerealizovaný nákup zobrazovacího spektroskopického elipsometru byly tyto cíle adresovány jinými prostředky.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 47/54
-----------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	---------------------------------------

SEZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH CITACÍ

- [1] James C. Wyant and Katherine Creath. Advances in interferometric optical profiling. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 32(1):5–10, 1992. Proceedings of the 5th International Conference on Metrology and Properties of Engineering Surfaces.
- [2] Kieran G. Larkin. Efficient nonlinear algorithm for envelope detection in white light interferometry. *J. Opt. Soc. Am. A*, 13(4):832–843, Apr 1996.
- [3] Pavel Pavliček and Václav Michálek. White-light interferometry—envelope detection by hilbert transform and influence of noise. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(8):1063–1068, 2012. Fringe Analysis Methods & Applications.
- [4] Miroslav Valtr, Petr Klapetek, Jan Martinek, Ondřej Novotný, Zdeněk Jelínek, Václav Hortvík, and David Nečas. Scanning probe microscopy controller with advanced sampling support. *HardwareX*, 15:e00451, 07 2023.
- [5] A. Charvátová Campbell, Z. Geršlová, V. Šindlář, R. Šlesinger, and G. Wimmer. New framework for nanoindentation curve fitting and measurement uncertainty estimation. *Precision Engineering*, 85:166–173, 2024.
- [6] Anna Charvátová Campbell, Radek Šlesinger, Viktor Witkovský, Gejza Wimmer, and Vilma Buršíková. Applications of iterated linearization for non-linear errors-in-variable regression to metrological data. *Measurement: Sensor*, 2024. Accepted for publication.
- [7] Anna Charvátová Campbell, Petr Klapetek, Radek Šlesinger, Viktor Witkovský, and Gejza Wimmer. Fitting the afm force–distance curves the correct way. *Measurement Science and Technology*, 36(1):015022, nov 2024.
- [8] Lubomír Kubáček. *Foundations of Estimation Theory*. Elsevier, North Holland, 1988.
- [9] C. M. Herzinger, B. Johs, W. A. McGahan, J. A. Woollam, and W. Paulson. Ellipsometric determination of optical constants for silicon and thermally grown silicon dioxide via a multi-sample, multi-wavelength, multi-angle investigation. *Journal of Applied Physics*, 83(6):3323–3336, 03 1998.
- [10] H. R. Philipp. Silicon dioxide (SiO₂) (glass). In E. D. Palik, editor, *Handbook of Optical Constants of Solids I*, pages 749–763. Academic Press, Inc., 1985.

Plánovací list

Úkol technického rozvoje 2024

Číslo úkolu: UTR24E601401

Název úkolu: Rozvoj nanometrologické optické laboratoře

Stručná charakteristika úkolu: Cílem úkolu je vyvinout nástroje pro optická měření tenkých vrstev a jejich plošné nehomogenity, povrchové kontaminace a měření tvaru povrchu, a související nástroje pro hybridní zpracování optických a SPM dat v oblasti polovodičového a optického průmyslu.

Předpokládané náklady: 2 500 000 Kč

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

Schvalující osoba: Dr. Ing. Radek Strnad, PhD.

Datum vytvoření: 31.10.2023

1. Řešitelé úkolu:

- **Hlavní řešitel:**
 - o Mgr. Petr Klapetek, Ph.D.
- **Spoluřešitelé:**
 - o Mgr. Miroslav Valtr, Ph.D.
 - o Mgr. Anna Charvátová Campbell, Ph.D.
 - o Mgr. Radek Šlesinger, Ph.D.
- **Zástupce správce rozpočtu:**
 - o nevyplňovat, bude doplněno vvi

2. Hlavní cíle úkolu

Hlavním cílem úkolu je propojit stávající a nově vyvíjené optické přístroje pro analýzu povrchů a tenkých vrstev do jednoho celku umožňujícího metody kombinovat a provádět měření rozložení tlouštěk a optických parametrů tenkých vrstev, povrchové kontaminace, period a tvarů složitějších difrakčních struktur a obdobných úloh z oblasti polovodičového a optického průmyslu.

V rámci úkolu budou vyvinuty metodické postupy a referenční vzorky pro zobrazovací optické metody, jako je reflektometrie, elipsometrie a interferometrie v bílém světle, čímž bude zajištěna jejich metrologická návaznost. Bude provedeno interní porovnání jednotlivých metod a budou zahájena jednání o případném porovnání na vhodných vzorcích s dalšími metrologickými instituty. Kromě planárních struktur se budeme věnovat také problematice měření na nerovinných površích, jako jsou velké optické prvky (např. čočky). Velkou částí řešení bude zajištění nástrojů pro řešení inverzního problému při analýze měřených dat z více metod a více vzorků současně (fúzi dat metodou hybridní metrologie), tj. fitování dat vhodným optickým modelem. V této souvislosti bude také řešena problematika volby optického modelu vzorku na nejistotu měření. Jako referenční metoda bude využita mikroskopie atomárních sil na velkém rozsahu vyvíjená v minulých letech.

Z pohledu fitování dat bude také rozvíjena alternativní cesta pro zpracování komplexnějších typů měřených dat. Ve většině případů se používá metoda nejmenší čtverců. Hlavní výhodou této metody je její snadná implementace a přítomnost v prakticky všech softwarech zaměřených na zpracování dat (Excel, Matlab apod.). Nicméně tato metoda nedokáže zohlednit případné nejistoty v x -ové proměnné nebo dokonce korelace mezi daty. V mnoha oblastech použití přitom nelze považovat x -ové nejistoty za zanedbatelné. Korelace mezi daty může vzniknout např. transformací dat měřených přístrojem na data použita pro vyhodnocení nebo použitím referenčního vzorku. Tyto problémy řeší tzv. Errors-in-variables modely (EIV). Ty ovšem nebývají přímo implementované v běžných softwarech, ale pouze jako knihovna (např. ODRPACK) nebo jsou použitelné pouze pro některé případy (např. CCC software). V rámci projektu TAČR bylo na odd. 6014 ve spolupráci s Přírodovědeckou fakultou MUNI vyvinut algoritmus OEFPIIL, který umožňuje fitování libovolnou funkcí a pro libovolné nejistoty. Ten je momentálně dostupný jako knihovna a jeho teoretická koncepce je dále rozvíjena v rámci mezinárodního projektu LUASK. Poněkud opomíjeným aspektem EIV je fakt, že i nejistoty vstupních dat v x a y fungují jako vstupy a ovlivňují výsledek. V běžných

situacích je tento vliv zanedbatelný, nicméně pro patologické odhady nejistot nebo speciální případy může být vliv značný. Pro další validaci metody je nicméně potřeba studium více různorodých příkladů, nejen v oblasti nanometrologie, které se v tomto úkolu věnujeme primárně. Nicméně v literatuře se podařilo dohledat jen poměrně málo případů, které by byly dostatečně obecné (např. nenulové korelace, nelineární funkce) a zároveň dostatečně podrobně poskytovaly všechna potřebná data. Cílem této práce je proto také vytipovat a prostudovat další příklady užití EIV v metrologii a najít způsob, jakým by bylo možné co nejsnadněji využívat metodu OEFPIIL i na dalších pracovištích ČMI. Budou zmapovány rozdíly ve výsledcích včetně nejistot při použití metody nejmenších čtverců a EIV, i v závislosti na nejistotách vstupních hodnot. V rámci toho bude i nutnost ověřit adekvátnost odhadů vstupních nejistot příp. kovariancí.

3. Předpokládané výsledky řešení úkolu:

- 2x J_{imp} , článek popisující vyvinuté metody fúze dat a fitování dat.
- Interní metodiky pro jednotlivé optické metody.
- Sada referenčních vzorků

4. Zdroj financování: MPO

5. Náklady na úkol:

Číslo střediska	6014	6011	6012	6016
Nákladové položky	Částky uvedené v Kč			
Osobní náklady vč. režii	2 216 000	20 000	20 000	20 000
Náklady spolupracujících středisek				
Materiál	220 000			
Služby				
Cestovné				
Náklady na oponenturu	4000			
Celkem	2 500 000			

Materiál: optomechanické komponenty, hroty do AFM mikroskopu


6. Navrhování oponenti úkolu:

Doc. RNDr. Viktor Witkovský, Ústav merania, SAV, Bratislava

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

7. Prohlášení

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.

	Český metrologický institut Oblastní inspektorát Brno	Zpráva úkolu TR č. 6014-TR-Z0001-24	Počet příloh: 3 Počet listů: 52/54
-----------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------	---------------------------------------

PŘÍLOHA Č. 2 – POUŽITÉ ZKRATKY

Seznam zkratek

AFM	Atomic Force Microscopy
ARS	Angle Resolved Scattering
CFS	Coherent Fourier Scatterometry
DLL	Dynamic Link Library (dynamicky linkovaná knihovna)
FPGA	Field Programmable Gate Array
OEFPIL	Optimum Estimate of Function Parameters by Iterated Linearization
NLS	Nonlinear Least Squares
SNOM	Scanning Near Field Optical Microscopy
SPM	Scanning Probe Microscopy
VBA	Visual Basic for Applications
WLI	White Light Interferometry
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy



PŘÍLOHA Č. 3 – SEZNAM TABULEK A OBRÁZKŮ

Seznam tabulek

1	Přehled vzorků anodicky leptaných křemíkových substrátů a uvedená RMS drsnost a autokorelační délka určená ze snímků mikroskopie atomárních sil.	8
2	Výsledky fitování pro tři příklady zobrazené na obr. 32.	38
3	Odchyšky napětí zdroje od nominální hodnoty a vnitřní odpor zdroje, získané různými metodami.	39
4	Tabulka odhadů a nejistot pro parametry kalibrační křivky a , b , c a vodivosti neznámých vzorků k_A , k_B a k_E . Vzorky C a D nebylo možné touto metodou měřit.	41
5	Výsledky fitování spektra odrazivosti pro jednotlivé volby nejistot. Nejistoty jsou nerozšířené.	43
6	Příklad dat z analýzy XPS, nejistoty jsou odhady přístroje.	44
7	Tabulka plánovaných a čerpaných nákladů (v Kč):	45

Seznam obrázků

1	Púdorys místnosti 7208 s navrženou příčkou.	6
2	Přístroj SM3 umístěný v optické laboratoři ČMI.	7
3	Odkrytý přístroj SM3: vlevo lze pozorovat část přístroje určenou pro úpravu optického svazku a vpravo detekční část skládající se z goniometru a detektoru.	9
4	Schéma přístroje Scattermeter 3: 1) laserový zdroj světla, 2) rovinné zrcadlo, 3) dělicí kostka, 4) referenční detektor, 5) clonka, 6) měnič intenzitních filtrů, 7) rovinné zrcadlo, 8) parabolické zrcadlo, 9) modální clona prostorového filtru, 10) parabolické zrcadlo, 11) rovinné zrcadlo, 12) fokusační sférické zrcadlo, 13) studovaný vzorek, 14) ohnisková rovina fokusačního zrcadla, 15) možná poloha pohyblivého detektoru definovaná úhly θ_S , φ_S	9
5	Experimentální data z přístroje SM3 zobrazující závislost úhlově rozlišeného rozptylu světla ARS při vlnové délce 514 nm z vybraných anodicky leptaných vzorků s různou RMS drsností povrchu. Křivka „PTB Spectralon“ je kalibrační standard.	10
6	Přístroj ISR v laboratoři koherenční optiky ÚFI FSI VUT v Brně.	11
7	Schéma přístroje ISR: Polychromatické světlo z XeUV výbojky je navedeno na PC ovládaný monochromátor M, který vybírá úzké spektrum, které je vedeno dále do přístroje. Pomocí kolimační optiky C je dopadající vlna směřována přes rovinné zrcadlo AM na vzorek uložený v držáku vzorků SH. Od tohoto vzorku je odražené světlo směřováno přes systém klínových děličů BS a zobrazovací zrcadlo IM na CCD kameru, kde je obraz povrchu zaznamenán.	11
8	Schématické znázornění objektového a referenčního svazku v Mirauově interferometru. (1) je čočka objektivu, (2) polopropustné dělicí zrcadlo, (3) povrch měřeného objektu a (4) referenční zrcadlo odrážející referenční část svazku.	13
9	Ideální interferogram (plná čára) v interferometrii bílého světla a jeho obálka (čerchovaná čára).	14
10	Sestava pro měření Fourierova koherentního rozptylu s 1D interferometrem.	16
11	Interferenční obrazce z CFS na třech vybraných místech na mřížce. Polohy byly postupně 2,23 μm , 2,629 μm a 3,3 μm	17
12	Poloha stopy laseru na 1D mřížce při měření pomocí CFS	17



13	Graf závislosti průměrné intenzity CFS mapy na poloze mřížky odměřované interferometrem.	18
14	Spektroskopický SNOM.	20
15	Rezonanční křivka sondy SNOM měřená elektronikou Gwyscope.	21
16	Detail hlavy SNOM s 2D stolcem a studovaným vzorkem.	21
17	Ukázka měření na SiO ₂ vrstvě – vlevo je topografie, uprostřed optický signál, vpravo pak fotografie sondy a ukázka spekter odrazivosti.	22
18	Ukázka měření na struktuře Siemens Star – vlevo je topografie, uprostřed optický signál, vpravo fotografie sondy.	22
19	Ukázka měření na struktuře – vlevo je topografie, vpravo optický signál.	22
20	Fluorescenční spektra získaná pomocí SNOM na fluorescenčních částicích deponovaných na křemíku, reprezentovaná v programu Gwyddion jako mapa křivek.	23
21	Snímek obrazovky se softwarem pro Ramanovská měření Miraspec.	24
22	Fotografie jednoduché testovací sestavy pro měření Ramanova rozptylu.	26
23	Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na polystyrenu při excitaci laserem 675 nm.	27
24	Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na polystyrenu při excitaci laserem 785 nm.	27
25	Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na naftalenu při excitaci laserem 675 nm.	28
26	Graf s Ramanovým spektrem pořízeným na naftalenu při excitaci laserem 785 nm.	28
27	Schématické znázornění experimentální sestavy WLI mikroskopu s Mirauovým interferometrem.	31
28	Ukázka naměřeného interferogramu se spočtenou obálkou pomocí hilbertovy transformace a fitování Gaussovou křivkou. Střed obálky určuje parametr střední hodnoty Gaussovy křivky.	32
29	Ukázka naměřeného interferogramu a fitu analytickou funkcí popisující přímo interferogram. Střed obálky následně určuje přímo jeden z parametrů.	33
30	Výsledné struktury po zpracování interferogramů dvěma přístupy. Horní obrázek reprezentuje hledání obálkové funkce pomocí Hilbertovy transformace, spodní obrázek reprezentuje metodu, kdy byl vždy proveden fit celého interferogramu a z něho odvozen střed obálky.	33
31	Zpracované struktury na vzorku z Německého národního metrologického institutu - PTB. Ukázka výškového profilu přes drážku na vzorku.	34
32	Příklady kalibrace hmotnostního komparátoru s vyznačením přímek proložených metodou NLS a OEFPIIL. Chybový interval odpovídá rozšířených nejistotám $k = 2$	37
33	Schéma měřícího obvodu se všemi relevantními prvky.	38
34	Výsledek fitování naměřených dat, nejistoty jsou rozšířené pro $k = 2$	39
35	Mapy pro odchylku napětí zdroje, vnitřní odpor zdroje a jejich nerozšířené nejistoty.	40
36	Proložení dat kalibrační křivkou SThM. Hodnoty „true“ jsou skutečné hodnoty vodivosti resp. odezvy, odpovídají očekávaným hodnotám přímého měření.	41
37	Závislost optických konstant na vlnové délce.	42
38	Příklad naměřených dat odrazivosti a proložené křivky.	43