

## REDAKČNÍ RADA

**Předseda:** RNDr. Miloslav VYCHODIL, CSc., Meopta-optika, a.s., Přerov

**Členové:** RNDr. Ing. Ján BARTL, CSc., ÚM SAV, Bratislava, doc. Dr. RNDr. Zdeněk BOUCHAL, UP, Olomouc, Ing. Igor BREZINA, Bratislava, Ing. Jan DUPÁK, CSc., ÚPT AV ČR, Brno, prof. Ing. Pavol HORŇÁK, DrSc., STU, Bratislava, Ing. Libor HOVORKA, H & H hodinářská s.r.o., Nové Město nad Metují, prof. RNDr. Miroslav HRABOVSKÝ, DrSc., SLO UP a FZÚ AV ČR, Olomouc, RNDr. Vladimír CHLUP, Olomouc, RNDr. Lubomír JASTRABÍK, CSc., FZÚ AV ČR, Praha, RNDr. Karol KAROVIČ, DrSc., Předsednictvo SAV, Bratislava, RNDr. Pavel KLENOVSKÝ, Český metrologický institut, Brno, RNDr. Josef KRÁSA, CSc., FZÚ AV ČR, Praha, Ing. Jiří KRŠEK, VUT, Brno, RNDr. Vojtěch KRĚSÁLEK, CSc., UTB, Zlín, Ing. Jan KŮR, Mesing, spol. s r.o., Brno, doc. Ing. Martin LIBRA, CSc., ČZU, PRAHA, prof. RNDr. Miroslav LIŠKA, DrSc., VUT, Brno, RNDr. Zdeněk LOŠŤÁK, Meopta-optika, a.s., Přerov, doc. Ing. Petr LOUDA, CSc., TU, Liberec, Ing. Vladimír MATELA, Meopta-optika, a.s., Přerov, prof. RNDr. Jan PEŘINA, DrSc., UP, Olomouc, prof. Ing. Jaromír PIŠTORA, CSc., VŠB - TU, Ostrava, prof. RNDr. Ing. Jaroslav POSPÍŠIL, DrSc., UP, Olomouc, Jan ŘÍDKÝ, CSc., FZÚ AV ČR, Praha, RNDr. Dagmar SENDERÁKOVÁ, CSc., UK, Bratislava, prof. Ing. Karel STUDENOVSKÝ, DrSc., ČVUT, Praha, prof. RNDr. Anton ŠTRBA, CSc., UK, Bratislava

Gerd HÄUSLER, Lehrstuhl für Optik, Universität Erlangen - Nürnberg, Erlangen (Germany), Michael J. LALOR, Liverpool John Moores University, U. K.; Paul RAUSNITZ, TCI New York, U. S. A.; Gisbert O. SCHAUER, Sylvania Lighting International, Erlangen, Germany; Rodney J. SOUKUP, University of Nebraska-Lincoln, U. S. A.; M. C. TEICH, Boston University, U. S. A.; Emil WOLF, University of Rochester, U. S. A.

## JEMNÁ MECHANIKA A OPTIKA

Vydává Fyzikální ústav Akademie věd České republiky za spoluúčasti The International Society for Optical Engineering (SPIE/CS) v Nakladatelství Fyzikálního ústavu Akademie věd České republiky.

**Ředitel FZÚ AV ČR:** Ing. Karel JUNGWIRTH, DrSc.

**Odpovědný zástupce vydavatele:** Jan ŘÍDKÝ, CSc.

**Šéfredaktor:** dipl. tech. Jaroslav NEVŘALA

**Adresa redakce v Olomouci** (předplatné, nakladatelské služby):

SLO UP a FZÚ AV ČR, Tř. 17. listopadu 50, 772 07 Olomouc,  
tel.: 585 631 576, fax: 585 631 531, e-mail: pelcova@optnw.upol.cz

**Adresa redakce v Přerově** (šéfredaktor): Kabelíkova 1, 750 02 Přerov,  
tel.: 581 242 151, mobil: 776 011 925, fax: 581 242 222.

Otisk povolen se svolením redakce a se zachováním autorských práv. Nevyžádané materiály se nevrací. Za původnost a správnost příspěvků odpovídají autoři.

**Předplatné:** Celoroční 420,- Kč/rok. Ceny jsou jednotné pro Českou i Slovenskou republiku. Do všech ostatních zemí je časopis JMO distribuován za jednotnou cenu 10 EUR/ks. Pro členy SPIE/CS činí předplatné 120,- Kč/rok. Předplatné pro studenty Bc., Mgr., Ph.D. a studenty středních škol při osobním odběru činí 120 Kč/rok; v případě zaslání poštou 300,- Kč/rok.

**Rozšiřuje** vydavatel, Podniková prodejna Meopta-optika, a.s., Přerov, Kabelíkova 1, 750 02 Přerov a KNIHKUPECTVÍ ACADEMIA, Václavské nám. 34, 110 00 Praha 1.

**V Slovenské republice je kontaktní místo:** prof. RNDr. Anton Štrba, CSc., katedra experimentální fyziky FMFI UK, Mlynská dolina F2/148, SK - 842 48 Bratislava, tel.: 00421 7 65 426 706, e-mail: Strba@fmph.uniba.sk

**V Slovenské republice rozšiřuje a objednávky přijímá:**

prof. Ing. Ivo Čáp, CSc., Žilinská univerzita - FPV, Hurbanova 15, SK - 010 26 Žilina, tel.: +421 415 136 350, e-mail: ivo.cap@fpv.uts.sk

**Tiskne** TYPOSERVIS Holešov, Masarykova 650, 769 01 Holešov, tel.: 573 398 746, e-mail: typoservis@iol.cz

**Inzerce:** redakce, Kabelíkova 1, 750 02 Přerov, tel.: 581 242 151, mobil: 776 011 925, fax: 581 242 222.

Odborné články jsou lektorovány.

© JEMNÁ MECHANIKA A OPTIKA 2005

# JEMNÁ MECHANIKA A OPTIKA

VĚDECKO-TECHNICKÝ ČASOPIS  
ROČNÍK 50 11 - 12/2005

## OBSAH

<b>Český metrologický institut se představuje</b> (P. Klenovský) .....	311
<b>Symposium SPIE: Optical Systems Design (12. – 16. září 2005, Jena, Německo)</b> (I. Ohlídal).....	312
<b>Elektronová litografie pro nanotechnologie</b> (Z. Výborný).....	313
<b>Snímání povrchu pomocí mikrovlnného mikroskopu</b> (V. Křesálek, M. Navrátil) .....	319
<b>Vysoké státní ocenění Prof. MUDr. Mojmiru Petráňovi, CSc.</b> .....	321
<b>3. mezinárodní seminář o analýze dat rastrovací sondové mikroskopie</b> (I. Ohlídal).....	322
<b>Studium mechanických vlastností tenkých vrstev kombinací nanotvrdosti a AFM</b> (V. Buršíková, P. Klapetek, A. Bousquet, M. Eliáš) ....	323
<b>Z technické knihovny</b> (V. Malíšek) .....	326
<b>Rastrovací termální mikroskopie: teorie a aplikace</b> (P. Klapetek, I. Ohlídal, J. Buršík) .....	327
<b>Biologické aplikace AFM Explorer - naše zkušenosti</b> (R. Kubínek, M. Vůjtek, H. Dušková).....	330
<b>Přírůstky knihovny SPIE/CS</b> .....	333
<b>Měření nano DAC deformace pomocí zatěžovacích mikrografů</b> (D. Vogel, B. Michel).....	334
<b>Tvarová relaxace a nanotvrdost</b> (P. M. Nagy, P. Horváth, D. Aranyi, E. Kálmán).....	338
<b>Kalibrace rastrovacího kapacitního mikroskopu: teorie a aplikace</b> (Š. Lányi) .....	342
<b>Solární fotovoltaický systém instalovaný a testovaný na České zemědělské univerzitě v Praze</b> (P. Bican, M. Libra, V. Poulek) .....	345
<b>Užívání a zkoušení přesnosti souřadnicových měřících strojů (CMM) ve Škoda Auto a.s. Mladá Boleslav</b> (F. Kopřiva, J. Štěpán) .....	348
<b>DEOM - měřicí přístroje pro měření rozměrů</b> (M. Suchomel) .....	350
<b>Prof. RNDr. Ivan Ohlídal, DrSc. jubilující</b> (P. Klenovský).....	351

Obsah časopisu Jemná mechanika a optika je uveden na internetu: <http://jmo.fzu.cz>

Informace o předplatném podá, objednávky přijímá, objednávky do zahraničí vyřizuje: SLO UP a FZÚ AV ČR, Tř. 17. listopadu 50, 772 07 Olomouc, tel.: 585 223 936, fax: 585 631 531.

Cena čísla 40 Kč včetně DPH

## ADVISORY BOARD

**Chairman:** Miloslav VYCHODIL - Meopta-optika, a.s., Přerov (Czech Rep.)

**Members:** Ján BARTL - Inst. of Measurement Science Slovak Academy of Sciences, Bratislava (Slovak Rep.), Zdeněk BOUCHAL - Palacky Univ. (Czech Rep.), Igor BREZINA - Bratislava (Slovak Rep.), Jan DUPÁK - Inst. of Scientific Instruments of Czech Academy of Science, Brno (Czech Rep.), Pavol HORNÁK - Slovak Tech. Univ., Bratislava (Slovak Rep.), Ing. Libor HOVORKA, H & H hodinářská s.r.o., Nové Město nad Metují, Miroslav HRABOVSKÝ - Joint Lab. of Optics of Palacky Univ. and Inst. of Physics of Czech Academy of Science, Olomouc (Czech Rep.), Vladimír CHLUP - Olomouc (Czech Rep.), Lubomír JASTRABÍK - Inst. of Physics of Czech Academy of Science, Praha (Czech Rep.), Karol KAROVIČ - Presidium of the Slovak Academy of Science, Bratislava (Slovak Rep.), Pavel KLENOVSKÝ - Czech Metrology Inst., Brno (Czech Rep.), Josef KRÁSA - Inst. of Physics of Czech Academy of Science, Praha (Czech Rep.), Jiří KRŠEK - Tech. Univ., Brno (Czech Rep.), Vojtěch KŘESÁLEK - Tomas Bata Univ. in Zlín (Czech Rep.), Ing. Jan KÜR, Mesing, spol. s r.o., Brno (Czech Rep.), Martin LIBRA - Czech Univ. of Agric., Praha (Czech Rep.), Miroslav LIŠKA - Tech. Univ., Brno (Czech Rep.), Zdeněk LOŠŤÁK - Meopta-optika, a.s., Přerov (Czech Rep.), Petr LOUDA - Tech. Univ., Liberec (Czech Rep.), Vladimír MATELA - Meopta-optika, a.s., Přerov (Czech Rep.), Jan PEŘINA - Palacky Univ., Olomouc (Czech Rep.), Jaromír PIŠTORA - Tech. Univ., Ostrava (Czech Rep.), Jaroslav POSPÍŠIL - Palacky Univ., Olomouc (Czech Rep.), Jan ŘÍDKÝ - Inst. of Physics of Czech Academy of Science, Praha (Czech Rep.), Dagmar SENDEŘÁKOVÁ - Comenius Univ., Bratislava (Slovak rep.), Karel STUDENOVSKÝ - Czech Tech. Univ., Praha (Czech Rep.), Anton ŠTRBA - Comenius Univ., Bratislava (Slovak Rep.),

Gerd HÄUSLER, Lehrstuhl für Optik, Universität Erlangen - Nürnberg, Erlangen (Germany), Michael J. LALOR, Liverpool John Moores University, U. K.; Paul RAUSNITZ, TCI New York, U. S. A.; Gisbert O. SCHAUER, Sylvania Lighting International, Erlangen, Germany; Rodney J. SOUKUP, University of Nebraska-Lincoln, U. S. A.; M. C. TEICH, Boston University, U. S. A.; Emil WOLF, University of Rochester, U. S. A.

## FINE MECHANICS AND OPTICS

Published by Institute of Physics Academy of Sciences of the Czech Republic under participation of The International Society for Optical Engineering (SPIE/CS) in the Publishing House of the Institute of Physics of the Academy of Sciences of the Czech Republic.

**Director of Institute of Physics, Academy of Sciences of the Czech Republic:** Karel JUNGWIRTH

**Editor:** Jan ŘÍDKÝ

**Managing Editor:** Jaroslav NEVŘALA

**Address of the Editor's office in Olomouc** (subscription, publisher services): SLO UP a FZÚ AV ČR, Tř. 17. listopadu 50, 772 07 Olomouc, Czech Republic, phone: ++420 585 631 576, fax: ++420 585 631 531, e-mail: pelclovea@optnw.upol.cz

**Address of the Editor's office in Přerov** (Managing Editor): Kabelíkova 1, 750 02 Přerov, Czech Republic.

Reproduction only with permission of the Editor and under observing the copyright. Unasked manuscripts are not sent back. The authors are responsible for originality and correctness of their contributions.

**Subscription fee:** Annual fee is 420,- CZK. This price of subscription is the same for both Czech and Slovak Republics. Fine Mechanics and Optics journal is distributed into other countries for uniform price 10 EUR/Pcs. For members of SPIE/CS the annual subscription fee is 120,- CZK. For Bc., Mgr., Ph.D. and secondary school students the subscription fee is 120,- CZK per year, annual subscription including postage is 300,- CZK.

**Distribution:** by the Publisher, Company Sales shop of Meopta-optika, a.s., Přerov, Kabelíkova 1, 750 02 Přerov, Czech Republic.

**Contact place for the Slovak Republic:** Anton Štrba, Department of Experimental Physics, Faculty of Mathematics, Physics and Informatics, Comenius University, Mlynská dolina F2/148, SK - 842 15 Bratislava, phone: 00421 7 65 426 706, e-mail: strba@fmph.uniba.sk

**Printing:** TYPOServis Holešov, Masarykova 650, CZ-769 01 Holešov, phone: 573 398 746 (from abroad: ++420 573 398 746). e-mail: typoservis@iol.cz

**Advertising:** editor's office, Kabelíkova 1, CZ-750 02 Přerov, fax: 581 242 222.

Papers are reviewed.

© FINE MECHANICS AND OPTICS 2005

# FINE MECHANICS AND OPTICS

SCIENTIFIC-TECHNICAL JOURNAL  
VOLUME 50 11 - 12/2005

## CONTENTS

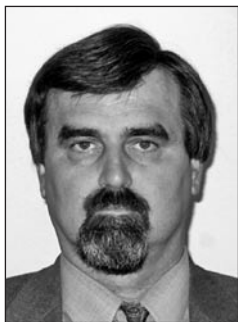
<b>Czech Metrology Institute introduces itself</b> (P. Klenovský).....	311
<b>SPIE symposium: Optical Systems Design (12<sup>th</sup> - 16<sup>th</sup> September 2005, Jena, Germany)</b> (I. Ohlídal).....	312
<b>Electron Beam Lithography for nanotechnology</b> (Z. Výborný).....	313
<b>Surface scanning with microwave microscope</b> (V. Křesálek, M. Navrátil).....	319
<b>Grand state prize awarded to Prof. MUDr. Mojmír Petrář, CSc.</b> .....	321
<b>Third international workshop on data analysis of scanning probe microscopy</b> (I. Ohlídal).....	322
<b>Study of the mechanical properties of thin films using combined nanoindentation and AFM measurements</b> (V. Buršíková, P. Klapetek, A. Bousquet, M. Eliáš).....	323
<b>Scanning thermal microscopy – theory and applications</b> (P. Klapetek, I. Ohlídal, J. Buršík).....	327
<b>Biological applications of AFM Explorer – our experiences</b> (R. Kubínek, M. Vůjtek, H. Dušková).....	330
<b>SPIE/CS library acquisition</b> .....	333
<b>nanoDAC Deformation Measurements Utilizing Load State Micrographs</b> (D. Vogel, B. Michel).....	334
<b>Shape effects and nanoindentation</b> (P. M. Nagy, P. Horváth, D. Aranyi, E. Kálmán).....	338
<b>Calibration of Scanning Capacitance Microscope transducers for high accuracy and lateral resolution analysis</b> (Š. Lányí).....	342
<b>Solar photovoltaic system installed and tested at the Czech Agricultural University in Praha</b> (P. Bican, M. Libra, V. Poulek).....	345
<b>Using and testing of precision of coordinate measuring machines (CMM) in Škoda Auto a. s. Mladá Boleslav</b> (F. Kopriva, J. Štěpán).....	348
<b>DEOM - measuring instruments used for size measurements</b> (M. Suchomel).....	350
<b>Prof. RNDr. Ivan Ohlídal, DrSc.'s jubilee</b> (P. Klenovský).....	351

You can also find the contents of the Journal on Internet:  
<http://jmo.fzu.cz>

Information on subscription rate and on ordering gives the SLO UP a FZÚ AV ČR, Tř. 17. listopadu 50, 772 07 Olomouc, tel.: 585 223 936, fax: 585 631 531.

Price for single copy: 40 Kč incl. VAT

# Český metrologický institut se představuje



Český metrologický institut (ČMI) je národním metrologickým institutem ČR, jenž se zabývá činnostmi ve všech základních oblastech metrologie. V oblasti fundamentální metrologie je jeho hlavním úkolem uchovávání a rozvoj státních/primárních etalonů a jejich mezinárodní porovnávání, v legální metrologii je to mimo jiné schvalování typu a ověřování stanovených měřidel a v oblasti průmyslové metrologie zasahuje institut svojí kalibrační službou téměř

do všech odvětví průmyslu. ČMI je účastníkem iniciativy evropských metrologických institutů EUROMET a má díky tomu přímý kontakt se špičkovou úrovní oboru ve světovém měřítku. Institut se podílí na řadě společných projektů EUROMET a na úspěšných projektech výzkumu a vývoje v tzv. rámcových programech. Má také trvalý zájem na spolupráci s výzkumnými a vývojovými pracovišti v České republice. Již nyní přináší dobré výsledky spolupráce s Matematicko-fyzikální fakultou UK, s Masarykovou univerzitou v Brně, s Palackého univerzitou v Olomouci, s Vysokou školou chemicko-technologickou, Elektrotechnickou fakultou ČVUT a s několika akademickými nebo resortními výzkumnými ústavy. Výzkumné a vývojové práce institutu jsou vesměs zaměřeny na zdokonalování realizace měřicích jednotek a přenosu jejich hodnot do praxe. Podstatný je také vývoj metod měření a kalibrace. Vítaná je spolupráce s průmyslem a dodavateli měřicí techniky.

Kromě technické základny činnosti institutu je velká pozornost věnována také stálému zvyšování důvěry ve správnost poskytovaných výkonů. Pro všechny prováděné kalibrace má ČMI zaveden jednotný systém řízení jakosti, který splňuje požadavky normy ČSN EN ISO/IEC 17025 a laboratoře institutu jsou pro své výkony akreditovány v oborech, kde to zákazníci potřebují. Systém řízení jakosti je dokumentován řízenou dokumentací, do které mají zadavatelé kalibrací možnost na požádání nahlédnout.

ČMI je pověřen výkonem státní správy v regulované oblasti metrologie podle zákona č. 505/1990 Sb. v platném znění a tyto výkony se opírají o další předpisy, jako je zákon č. 22/1997 Sb. v platném znění o technických požadavcích na výrobky, vyhláška Ministerstva průmyslu a obchodu č. 262/2000 Sb. ve znění vyhl. 344/2002 Sb., kterou se zajišťuje jednotnost a správnost měřidel a měření, vyhláška Ministerstva průmyslu a obchodu č. 345/2002 Sb. kterou se stanoví měřidla k povinnému ověřování a měřidla podléhající schválení typu, nařízení vlády č. 326/2002 Sb. o vahách s neautomatickou činností. Dalším důležitým dokumentem se stane nařízení vlády, kterým se zavádí do českého právního pořádku směrnice ES o měřicích přístrojích (MID – Measuring Instruments Directive).

Vysoká technická úroveň vybavení, kterým ČMI disponuje, a špičkoví odborníci v jednotlivých oborech měření jsou zárukou kvality prováděných kalibračních služeb. Laboratoře ČMI prošly v posledních letech modernizací, díky které dnes splňují vysoké nároky na laboratorní prostředí a pracují se špičkovým zařízením. Jen namátkou je možné jmenovat souřadnicové měřicí stroje, interferometry, kryogenní radiometr, etalony elektrických veličin na bázi kvantových jevů, mikrovlnný analyzátor obvodů a mnohé další.

Pro všechny fyzikální a technické veličiny uchovává a rozvíjí Český metrologický institut (ČMI) státní etalony, které jsou základem řetězce metrologické návaznosti a zajišťují jednotnost a správnost měření na nejvyšší soudobé technické úrovni. Odtud jsou odvozeny kalibrační služby pro široký okruh uživatelů. Detailní informace o oblastech a rozsazích kalibrační služby lze nalézt na stránkách [www.cmi.cz](http://www.cmi.cz).

ČMI také zajišťuje pro kalibrační laboratoře mezilaboratorní porovnávání zkoušek, prokazující způsobilost laboratoří v rámci

akreditačního procesu a zajišťující spolehlivost výsledků měření. Tato činnost je v současné době již tradicí a je podporována ročními plány zkoušek.

Významnou skutečností je to, že ČMI je signatářem mezinárodního ujednání, uzavřeného v rámci Metrické konvence, o vzájemném uznávání státních etalonů, kalibračních listů a výsledků měření. Ujednání se označuje běžně jako CIPM MRA (CIPM-Mezinárodní výbor pro váhy a míry, MRA – Mutual Recognition Arrangement).

Ujednání bylo podepsáno v roce 1999. Jeho cílem je vytvořit v oboru měření základnu důvěry pro širší smlouvy v obchodním styku a pro ochranu veřejných zájmů v oblastech regulovaných mezinárodními dohodami nebo předpisy. Protože se jedná o věc významnou ve sféře hospodářství a mezinárodních styků, je třeba proces vytváření důvěry vhodně institucionalizovat a důvěra musí být založena na znalostech, zkušenostech, ale také na vzájemné komunikaci a na důkazech. Pravidla jsou proto ujednáním přesně stanovena.

Technicky se Ujednání zakládá na soustavě **mezinárodních porovnání (tzv. klíčová porovnání)**, která explicitně nepracují se státními etalony nebo lépe řečeno s jejich popisem, ale s výsledky měření, kterých dosahují laboratoře národních metrologických institutů, provozovatelů státních etalonů. Publikovaným výsledkem je vyhodnocení ekvivalence výsledků měření a tzv. kalibrační a měřicí schopnosti (CMC), což jsou údaje o nejvyšší úrovni kalibrace nebo měření, běžně nabízené zákazníkům.

Druhým základním kamenem Ujednání je zavedení a **uznání systému řízení jakosti**. Systém je u signatářů CIPM MRA zaveden podle normy EN ISO/IEC 17025 a je velmi důkladně periodicky posuzován technickou komisí regionální metrologické organizace, v případě ČMI iniciativy EUROMET. Je zřejmé, že celý proces je obdobný akreditaci. Obsahuje prvky mezilaboratorních porovnání a prokázání technické kompetence i posuzování systému jakosti, ovšem na nejvyšší technické úrovni ve státě a pod přímou mezinárodní kontrolou.

Mezinárodní úřad pro váhy a míry (BIPM) udržuje databázi údajů, vztahujících se k Ujednání CIPM MRA. Jedná se o rozsáhlé soubory údajů pro všechny v úvahu přicházející obory, rozsahy měření a signatáře ujednání. Databáze BIPM KCDB (Key comparisons data base), [www.bipm.org](http://www.bipm.org), obsahuje ve čtyřech větvích údaje, odpovídající čtyřem přílohám CIPM MRA. Uvádí seznam signatářů, výsledky klíčových porovnání a obsahuje rozsáhlý soubor údajů o kalibračních a měřicích schopnostech jednotlivých institutů.

Signatáři Ujednání jsou oprávněni označit své kalibrační certifikáty logem CIPM MRA a deklarací v následujícím znění:

*This certificate is consistent with the capabilities which are included in Appendix C of the MRA drawn up by the International Committee for Weights and Measures (CIPM). Under the MRA, all participating institutes recognize the validity of each other's calibration and measurement certificates for the quantities, ranges and measurement uncertainties specified in Appendix C.*





Bližší údaje najde čtenář přímo v databázi na stránkách [www.bipm.org](http://www.bipm.org). Vzhledem k uznání a přijetí CMC z mnoha oborů do této databáze se ČMI podařilo významně proniknout do oblasti kalibrací za hranicemi České republiky. Pro ilustraci lze uvést smluvní kalibrace základnových stanic pro firmu RACAL pro střední a východní Evropu, kalibrace multifunkčních kalibrátorů pro Slovenskou republiku, Slovinsko a Polsko, certifikaci radiačních monitorovacích systémů v elektrárnách ve Slovenské republice a Bulharsku a další kalibrace pro firmy ze Slovenské republiky, pobaltských států, Slovinska, Chorvatska, Polska, Švédska i Spolkové republiky Německo.

Ujednání poskytuje konečnému uživateli služeb, prováděných signatářem, významné výhody. Výsledky měření a zkoušek, provedených institutem-signatářem ujednání, jsou uznávány všemi účastníky. Uživatel služeb může také porovnat kalibrační a měřicí schopnosti jednotlivých poskytovatelů a zvolit si služby potřebné

úrovně a posoudit, zda jsou certifikáty, vydané konkrétní institucí, podloženy prokázanou způsobilostí (viz také [www.bipm.org](http://www.bipm.org)).

Význam vzájemného uznávání výsledků měření podtrhuje jednotný evropský trh se směrnicemi, stanovujícími technické požadavky na široký okruh výrobků, protože posuzování shody výrobku s požadavky je většinou závislé na výsledcích měření. Globální význam má monitorování rizik pro zdraví obyvatelstva a pro životní prostředí, kde hrají významnou úlohu různé mezivládní dohody a smlouvy. Nezbytná je spolehlivost měření, používaných jako kritérium v národní legislativě a pro mezinárodní dohody. Jednotné a správné měření je samozřejmou podmínkou úspěšné výrobní kooperace, tak časté u firem s mnoha výrobními jednotkami a subdodavateli. Plnění této klíčové podmínky vyžaduje zajištění dokonalé metrologické návaznosti výsledků měření a zde hrají národní metrologické instituty a v ČR tedy ČMI rozhodující roli.

RNDr. Pavel Klenovský, generální ředitel, Český metrologický institut, Okružní 31, 638 00 Brno, tel.: 545 555 105, e-mail: [info@cmi.cz](mailto:info@cmi.cz), <http://www.cmi.cz>

## Symposium SPIE: Optical Systems Design (12. – 16. září 2005, Jena, Německo)

Ve dnech 12 – 16. září 2005 se konalo v Jeně (Německo) mezinárodní symposium s názvem *Optical Systems Design (Navrhování optických systémů)*, které bylo pořádáno evropskou sekcí SPIE. V rámci tohoto symposia probíhaly čtyři konference: *Optical Design and Engineering (Optické navrhování a inženýrství)*, *Advances in Optical Thin Films (Pokroky v optických tenkých vrstvách)*, *Detectors and Associated Signal Processing (Detektory a zpracování signálů)* a *Optical Fabrication, Testing and Metrology (Optická výroba, testování a metrologie)*. Program všech konferencí se sestával z plenárních přednášek, kratších ústních referátů a posterů (vývěsek).

V případě konference *Optical Design and Engineering* byly příspěvky zaměřeny hlavně na metody umožňující efektivně navrhovat zobrazovací systémy. Řada příspěvků byla věnována i matematickým a experimentálním metodám popisu šíření se světelných svazků zobrazovacími systémy a prostředními tvořícími tyto systémy. Z hlediska přístrojové optiky byla značná pozornost věnována moderním modifikacím optické mikroskopie (např. spirální phase contrast microscopy).

Program konference *Advances in Optical Thin Films* byl věnován systémům tenkých vrstev sloužícím pro výrobu různých interferenčních elementů jako např. interferenčních filtrů. Pozornost byla věnována také tenkým vrstvám se specifickými optickými vlastnostmi (např. „rugate optical coatings“). Několik příspěvků bylo věnováno i metodám charakterizace tenkých vrstev a jejich systémů, tj. způsobům určování hodnot optických parametrů tenkých vrstev. Zajímavé byly i příspěvky týkající se monitorování růstu optických tenkých vrstev připravovaných různými technologickými postupy a příspěvky zabývající se vývojem technologických metod umožňujících vytvářet vrstvy s požadovanými optickými vlastnostmi.

Příspěvky konference *Detectors and Associated Signal Processing* se týkaly konstrukce a popisu fyzikálních vlastností různých detektorů používaných v optice (např. detektorů používaných v infračervené oblasti spektra). Některé příspěvky byly věnovány i studiu optických vlastností materiálů používaných pro konstrukci

těchto optických detektorů (např. HgCdTe). Určitá pozornost byla věnována i studiu zvyšování citlivosti detektorů.

Konference *Optical Fabrication, Testing and Metrology* obsahovala příspěvky zaměřené především na mikrooptiku a nanooptiku. V rámci obou těchto velmi moderních a nadějných oblastí optiky byly prezentovány referáty zabývající se přípravou a charakterizací objektů používaných v mikrooptice i nanooptice. Mnoho příspěvků se týkalo i navrhování a přípravě refraktivních a difrakčních mikrooptických elementů používaných v zobrazovací optice. Hodně referátů bylo v rámci této konference věnováno také metodám interferometrie a metodám pro měření tvaru vlnoploch. Objevily se zde i příspěvky týkající se měření optických veličin různých objektů (např. fotomasek) ve vakuové ultrafialové oblasti a hluboké ultrafialové oblasti. Do programu výše zmíněné konference byly zařazeny i některé příspěvky spojené s metodami měření v elipsometrii a spektrofotometrii.

Většina příspěvků včetně pozvaných přednášek bude publikována ve speciálním sborníku SPIE, jak je to pravidlem u všech symposií a konferencí pořádaných nebo spolupřádaných organizací SPIE. Sborník týkající se symposia *Optical Systems Design* bude zveřejněn v průběhu první poloviny roku 2006.

Je potřebné ještě uvést, že účastníky konference byly odborníci nejen z Evropy, ale také s ostatních světadílů, tj. z Ameriky, Asie i Afriky. Je poněkud překvapivé, že se symposia zúčastnilo poměrně málo účastníků z České republiky (pouze šest účastníků).

V závěru je nutné poznamenat, že velmi vhodným místem, v němž se symposium konalo, byla část nově vybudovaného areálu Schillerovy univerzity v Jeně a že brěmčí organizace symposia leželo hlavně na zainteresovaných pracovnících této univerzity a Fraunhoferova institutu pro aplikovanou optiku a jemnou mechaniku v Jeně.

Prof. RNDr. Ivan Ohlídal, DrSc.  
Katedra fyzikální elektroniky  
Laboratoř fyziky plazmatu a plazmových zdrojů  
Přírodovědecká fakulta  
Masarykova univerzita

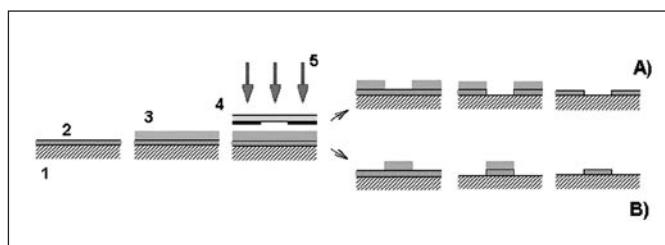
# Elektronová litografie pro nanotechnologie

*Fotolitografie je nejpoužívanější litografickou technologií tvarování mikrostruktur. Je předmětem trvalého rozvoje, který je zaměřen rovněž na zvyšování dosažitelného rozlišení. V současné době umožňuje přípravu detailů s rozměry již v oblasti 100 nm. Toto řešení má perspektivu dosažení ještě kratších délek, vzhledem k extrémní ekonomické náročnosti je však reálně využitelné jen v podmínkách velkovýroby. Alternativní litografické přístupy jsou převážně ve stadiu výzkumu a vývoje. Pokročilá je však již elektronová litografie (EBL) využívající zkušeností z rozvoje elektronové mikroskopie. Byly rozpracovány a aplikovány koncepce zařízení EBL od jednoduchých sestav pro laboratorní užití až po průmyslové aparatury pro výrobu fotolitografických masek. Jejich optimální výběr závisí na zaměření pracoviště, jeho výbavě a na vlastnostech zpracovávaných vzorků. Kupříkladu pro badatelské pracoviště orientované na výzkum nanostruktur a jejich diagnostiku je vhodným řešením sestava EBL založená na špičkovém rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) doplněném o litografický řídicí systém a o přesný stolek s posuvy řízenými laserovými interferometry.*

## 1 ÚVOD

Litografie je důležitou součástí technologie přípravy mikroelektronických, mikroelektromechanických (MEMS), mikrosenzorových, optoelektronických a příbuzných struktur. Využívá se k jemnému a přesnému tvarování polovodičových, izolačních a kovových součástí zpracovávaných struktur. Požadovaný topologický motiv (obrazec) se nejprve přenesou do vrstvy speciálního laku, tzv. rezistu, nanesené na povrchu vzorku. Místa, z nichž je rezist následným vyvoláním odstraněn, jsou pak zpřístupněna chemickému leptání, případně deposici např. kontaktní metalizace. Litografie jednotlivých součástí struktur se na vzorku provádí často opakovaně v tzv. úrovních. V případě fotolitografie se zmíněné obrazce promítají z masky do vrstvy fotorezistu optickou cestou. Jedná se vlastně o obdobu přípravy fotografií z negativu: namísto něho je však užitá fotomaska, namísto fotografické emulze fotopapíru vrstva světlocitlivého laku, který odolává používaným leptadlům (obr. 1).

Během téměř již půlstoletí prodělala fotolitografie rozsáhlý vývoj orientovaný podle aktuálních potřeb zpracovávaných mikrostruktur. Využití optické litografie i v současné době výrazně převažuje nad aplikací jiných litografických přístupů. Zvládnutí vybraných dalších z nich však bude zřejmě nezbytné pro řešení některých moderních problémů, zejména z oblasti nanotechnologií. Klíčovým požadavkem je totiž s postupem rozvoje vytvářet na vzorcích motivy se stále jemnějšími detaily. S ohledem na fyzikální, technická i ekonomická hlediska jsou možnosti a dosažitelné limity u těchto jednotlivých přístupů rozdílné. Výběr přístupu optimálního pro řešení daného problému proto musí vycházet ze zvážení všech těchto hledisek a z porovnání výsledků dosažitelných u aktuálních variant.

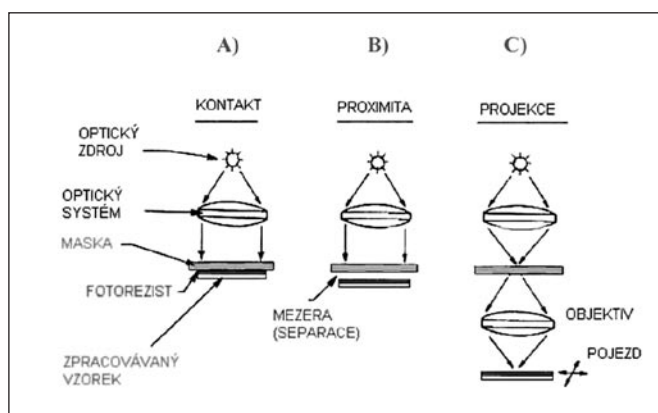


Obr. 1 Schematické znázornění fotolitografického procesu s využitím: A) pozitivního, B) negativního fotorezistu. Legenda: 1 – substrát, 2 – zpracovávaná část struktury, 3 – vrstva fotorezistu, 4 – fotomaska, 5 – exponující záření

## 2 NĚKTERÉ POZNATKY Z DOSAVADNÍHO ROZVOJE LITOGRAFICKÝCH METOD

### 2.1 Optická litografie

Uspořádání, využívaná pro optický přenos topologického motivu z fotomasky do vrstvy fotorezistu, jsou schematicky znázorněna na obr. 2. Při kontaktní metodě (obr. 2A) je povrch masky s motivem v dotyku s povrchem fotorezistu (pro dokonalý kontakt lze využít i vakuový přítlak). Jedná se o vcelku jednoduché a často využívané uspořádání. Jeho nevýhodou je však riziko poškození vrstvy rezistu i rychlého opotřebení fotomasek jejich znečištěním a poškrábáním vyvolaným dotykem s povrchem vzorku. Malou životnost měly fotomasky zejména v počátečních etapách rozvoje fotolitografie, kdy byl obrazec na povrchu skleněného substrátu masky vytvářen zpravidla ve vrstvě želatinové fotoemulze. Tato potíž byla později výrazně zmírněna nahrazením fotoemulze odolnější tenkou vrstvou chromu, principiálně však přetrvává. Poškozování vzorků a fotomasek lze předejít užitím proximitní varianty (obr. 2B), při které je povrch masky s topologickým motivem separován od povrchu fotorezistu mezerou (řádově jednotek mikrometrů až cca 10  $\mu\text{m}$ ).



Obr. 2 Uspořádání fotolitografických expozičních systémů: A) kontaktní, B) proximitní, C) projekční

Toto uspořádání je vhodné pro fotolitografii struktur nevyžadujících dosažení vyššího rozlišení (vyjadřovaného obvykle jako nejmenší vzdálenost  $R$  dvou čar, které je touto cestou možno na povrchu vzorku ještě vyexponovat resp. vytvarovat). Zatímco v kontaktním uspořádání je nejvyšší dosažitelné rozlišení [1]  $R_k$  dáno vztahem

$$R_k \sim \sqrt{d \cdot \lambda} \quad (1)$$

(v němž  $d$  je tloušťka fotorezistu a  $\lambda$  vlnová délka exponujícího záření), pro rozlišení  $R_s$  v proximálním uspořádání se separací s totíž platí

$$R_s \sim \sqrt{(d+s) \cdot \lambda} \quad (2)$$

Reálně dosahované mezní hodnoty  $R_k$  (při dostatečné kvalitě osvětlovacího systému i fotomasce) jsou např. pro  $d \approx 1 \mu\text{m}$  a  $\lambda \approx 0,4 \mu\text{m}$  jen o málo kratší než  $1 \mu\text{m}$ . Hodnoty  $R_s$  jsou přiměřeně (v závislosti na hodnotě  $s$ ) horší.

Zhruba od 80. let se ve fotolitografii začalo prosazovat projekční uspořádání (obr. 2C). Některá z projekčních epozičních zařízení promítají do vrstvy fotorezistu obraz topologického motivu z masky ve skutečné velikosti, u jiných se exponuje obraz zmenšený (redukce v poměru např. 1:2 až 1:10). Výhodou zmenšení obrazu projekcí je přiměřeně zmírnění požadavků na rozlišení v motivu na fotomasce a tedy na náročnost její přípravy. Využití redukčních expozičních kamer bylo tedy vítaným prostředkem usnadňujícím reálné tvarování jemných motivů na vzorcích. Zmenšený vyexponovaný obraz však pokrývá zpravidla jen část povrchu zpracovávaného vzorku (což je např. případ průmyslové fotolitografie na křemíkových deskách větších průměrů). Povrch takových vzorků se proto obvykle pokrývá mozaikou opakovaných expozičních pojezdů (krokování) pod optickým projekčním systémem zajišťuje stolek s  $x$ - a  $y$ - přesnými posuvy (řízenými laserovými interferometry). Alternativním řešením jsou tzv. skenery, využívající pojezd vzorku i masky. Dosažitelné mezní rozlišení  $R_p$  v projekčním uspořádání je (na základě Rayleighova kritéria) dáno vztahem

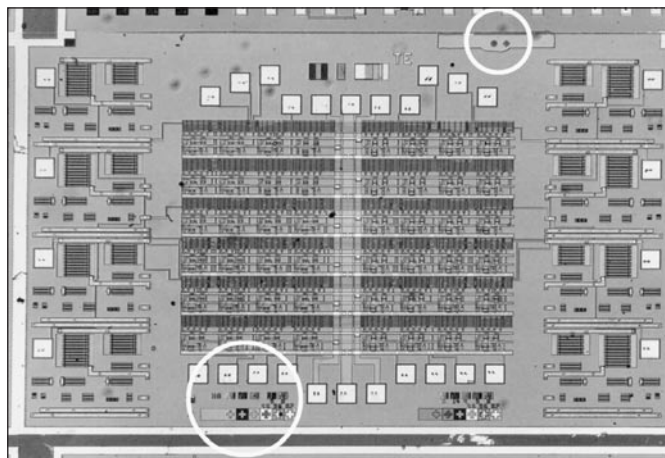
$$R_p = k_1 \cdot \frac{\lambda}{NA} \quad (3)$$

hloubka ostrosti  $\Delta f_p$  je přitom

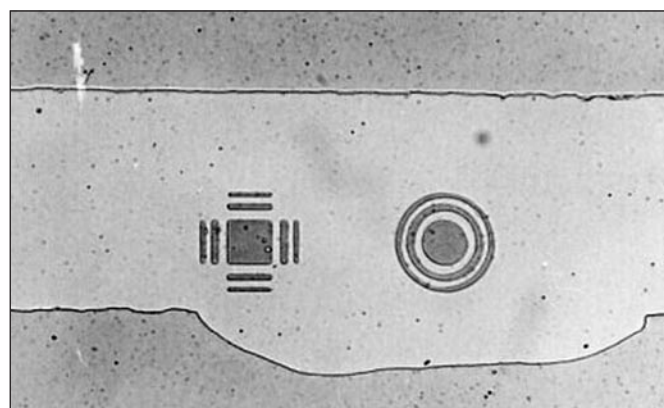
$$\Delta f_p = k_2 \cdot \frac{\lambda}{NA^2} \quad (4)$$

$NA$  je numerická apertura objektivu,  $k_1$  a  $k_2$  koeficienty závislé na některých dalších vlastnostech použitého optického systému [2]. U prvních typů projekčních kamer (při užití tenkého  $d \leq 1 \mu\text{m}$  pozitivního rezistu a  $\lambda \approx 0,4 \mu\text{m}$ ) reálně dosažitelné mezní rozlišení nepřesahovalo zhruba rovněž jen  $R_p \approx 0,7 \mu\text{m}$ .

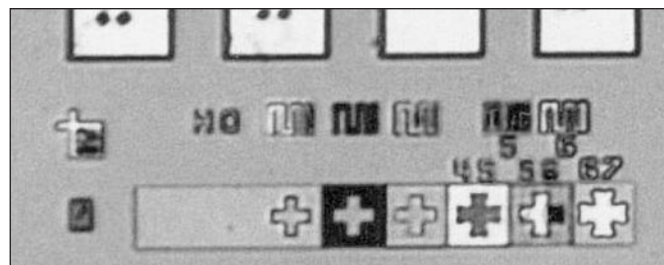
Vztah (3) ukazuje, že z hlediska zvyšování dosažitelného rozlišení je účelné sledovat možnosti zvyšování apertury projekčních systémů. Není to však jediná cesta a navíc přináší omezení vyvolaná rychlým poklesem hloubky ostrosti (vztah (4)). Před expoziční po každém kroku kamery je proto účelné kontrolovat resp. nastavovat zaostření. Tím se eliminují rovněž problémy s možnými nadměrnými odchylkami povrchu vzorku od roviny (průhyb desky, lokální nerovinnosti).



A)



B)



C)

Obr. 3 Fotografie mikrosystému (integrovaného obvodu připraveného s využitím projekční krokovací kamery TESLA Elstroj Praha s redukcí 1:10) s vyznačením sesazovacích značek:

A) - celkový pohled, umístění sesazovacích značek vyznačeno bílými kroužky (bílé čtvercové plošky jsou expandované kontakty, délka jejich strany je  $150 \mu\text{m}$ ), B) - detail globálních (Fresnelových) značek, C) - detail lokálních značek (křížů).

Důležitým požadavkem při litografii je přesnost sesazení aktuální exponované masky na předchozí úroveň. Do motivů ve všech úrovních jsou proto obvykle vloženy sesazovací značky (např. kříže). Krokovací systémy kromě těchto *lokálních* značek využívají i *globální* značky, pomocí nichž řídí pojezd stolku. Oba typy těchto značek ukazuje např. obr. 3 (fotografie digitálního integrovaného obvodu na GaAs připraveného pomocí krokovací kamery 1:10; polovina 80. let, TESLA VÚST Praha, [3]).

## 2.2 Expozice kratšími vlnovými délkami

Významnou možností dosažení vyššího rozlišení je využití kratších vlnových délek  $\lambda$  exponujícího záření. První komerční systémy tohoto druhu byly k dispozici již během 80. let. Namísto pásů  $g$  a  $i$  rtuťového emisního spektra (viz tab. 1) se nejprve začala využívat  $\lambda \approx 248 \text{ nm}$  (jedná se o oblast označovanou jako hluboká ultrafialová „Deep UV“ - DUV). Přechod na tuto vlnovou délku nebyl bez problémů, především vzhledem k tomu, že záření je již silně absorbováno skleněnými substráty do té doby běžných masek. Masky pro DUV se proto připravují na podložkách z křemenného skla, jejich náročnost (a tedy cena) jsou dále zvyšovány požadavky na vyšší rozlišení detailů na masce. Zpočátku se jednalo především o masky určené pro kontaktní DUV litografické systémy – jejich využitím se podařilo zpracovávat detaily s  $R_k \approx 0,5 \mu\text{m}$ . Projekční kamery s křemennou optikou se začaly využívat později během 90. let, i v jejich případě se jednalo o významné zvýšení technické a ekonomické náročnosti.

Dalším logickým krokem bylo následně využívání ještě kratších vlnových délek z vakuové UV oblasti (VUV): nejprve s  $\lambda \approx 193 \text{ nm}$ , posléze (což odpovídá vlastně již i současnému stavu) s  $\lambda \approx 157 \text{ nm}$ . Jako zdroje záření se používají excimerové lasery. Přechod na každou kratší vlnovou délku  $\lambda$  (byť se jedná o zdánlivě nevelké rozdíly)



vyžadoval např. vyvinutí nových, optimalizovaných typů foto-rezistů a tomu odpovídajících technologických postupů jejich zpracování. Rovněž náročnost konstrukce vakuových expozičních zařízení významně narůstala, jak z pohledu jemné mechaniky, tak i optiky. Pro oblast  $\lambda \approx 157$  nm již nepostačuje ani křemenná optika, optické díly je zapotřebí zhotovovat z  $\text{CaF}_2$ .

Tab. 1 Přehled využívaných typů fotolitografických expozičních systémů podle vlnové délky  $\lambda$  exponujícího záření.

$\lambda$ [nm]:	436	365	248	193	157	13,5
Typ:	<i>g</i> -Hg	<i>i</i> -Hg	Hg, Xe/KrF	laser ArF	laser F <sub>2</sub>	plasma
Oblast:	VIS	UV	DUV	VUV	VUV	EUV

Výrazný pokrok ve zvyšování rozlišení R, jenž postupuje již několik let, souvisí (kromě zkracování  $\lambda$ ) s úspěchy ve snižování hodnoty koeficientu  $k_1$  (viz vztah (3)). Tento trend je zřetelně ilustrován např. rychlým růstem pracovní frekvence počítačových procesorů či kapacity polovodičových pamětí – délky  $L_g$  hradel tranzistorů v masově vyráběných integrovaných obvodech (IO) jsou již v oblasti  $L_g \approx 0,13$   $\mu\text{m}$  a uvažuje se i o zvládnutí ještě až zhruba polovičních délek. Do počátku rozvoje DUV systémů se předpokládalo, že reálně může být stěží dosaženo menší hodnoty než přibližně  $(k_1/\text{NA}) \approx 1$  (jinými slovy, že při fotolitografii by nebylo možno vyexponovat zásadně kratší motivy než odpovídá vlnové délce  $\lambda$  použitého záření). Zavedením korekcí do topologického řešení a fotomasek i úprav do projekčních zařízení se však tuto hranici daří snížit (zhruba na polovinu a špičkově snad až na třetinu v závislosti na konkrétním uspořádání [4]). Snahou je především potlačovat zkreslení způsobená difrakcí: u fotomasek se jedná zejména o korekci tzv. optického proximálního jevu (OPC – Optical Proximity Correction) a o využití fázového posuvu (PSM – Phase Shift Masks) [5]. V případě projekčních kamer se využívá úprav osvětlovacího systému (užití částečně koherentního záření, OAI – Off-Axis Illumination resp. SHRINC - Super High Resolution by IllumiNation Control)[6].

Díky zmíněnému rozvoji má špičková optická litografie šanci k využití i pro přípravu struktur s detaily menšími než 100 nm (což je hodnota považovaná někdy už za horní hranici oblasti nanolitografie). Vzhledem k vysoké náročnosti (ceny sady masek pro výrobu IO řádově až 10<sup>5</sup> USD, ceny projekčních zařízení řádu 10<sup>7</sup> USD [1]) je však takové řešení schůdné jen v podmínkách masové výroby, která zajistí ekonomickou návratnost technologického vybavení a jeho nutnou další modernizaci během několika let. Takové řešení je akceptovatelné pro přední světové výrobce IO, nehodí se však např. pro badatelská pracoviště jež potřebují připravovat v podstatě individuální vzorky při širokém sortimentu topologických motivů (tj. verzí masek).

V možném budoucím rozvoji expozičních systémů se uvažuje o využití ještě zhruba o řád kratších vlnových délek ( $\lambda \approx 13,5$  nm v extrémní ultrafialové oblasti EUV, která se vlastně již blíží měkkému rtg záření). To by přineslo další výrazné zlepšení rozlišení R. Předpokládané požadavky např. na nezbytnou přesnost mechaniky a opracování optických dílů (o řád jemnější než  $\lambda$ ) i skutečnost, že by bylo nutno využít pouze reflexní optiku (pro tuto spektrální oblast již nejsou k dispozici materiály s dostatečnou transmisí) však naznačují, že by se jednalo o technicky i ekonomicky mimořádně náročné řešení [7].

Rentgenovská litografie (využívající elektromagnetické záření s ještě kratšími délkami  $\lambda$  než zmíněná EUV) je dalším potenciálním řešením. Dosavadní zkušenosti ukazují, že jedním z jejích hlavních problémů je příprava masek s potřebnými vlastnostmi. Ty totiž musí obsahovat přiměřeně jemné a tenké motivy, které přitom zajistí pro exponující záření dostatečný kontrast (4 až 6) při zachování přijatelné transmise ( $\geq 40\%$ ). Masky pro rtg litografii

se připravují obvykle pomocí elektronové litografie [8]. Jsou dosti choulostivé na poškození stykem se zpracovávaným vzorkem, proto se někdy využívají pro expozici v proximálním modu (což je ovšem spojeno s výše zmíněným omezením dosažitelného rozlišení). Rovněž rtg expoziční (resp. sesazovací) zařízení musí využívat pouze reflexní optiku – aktuální otázkou je tedy např. i jak dosáhnout vysoké odrazivosti jejich povrchů pro úhly blízké kolmici. Rtg litografie je doposud předmětem výzkumu, jako standardní litografická metoda není (alespoň prozatím) využívána.

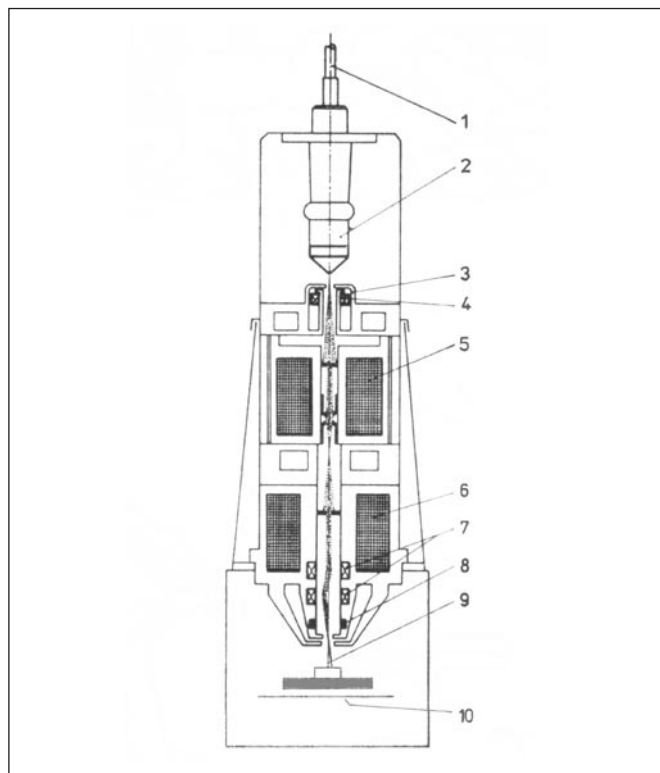
### 2.3 Bezmaskové metody

Kromě elektromagnetického záření je pro litografii možno využít také svazek elektricky nabitých částic (iontů či elektronů). Díky elektrickému náboji je možno svazek přímo ovlivňovat a to jak jeho tvarováním ve smyslu elektronové optiky, tak jeho rastrováním po povrchu zpracovávaného vzorku a pro expozici rezistu. Svazek proto může být využit pro přímou expozici rezistu na povrchu vzorku – odtud název bezmasková litografie.

Jsou-li částice o hmotnosti  $m$  elektrickým polem urychleny na energii  $E$ , pro jejich odpovídající (de Broglieho) vlnovou délku  $\lambda_B$  platí vztah ( $h$  je Planckova konstanta)

$$\lambda_B = \frac{h}{\sqrt{2mE}}. \quad (5)$$

S ohledem na potlačení difrakce a omezení rozptylu částic ve vrstvě rezistu je výhodné užití kratších vlnových délek  $\lambda_B$ . K jejich získání (při stejném urychlovacím napětí  $U$  resp. energii  $E$  – viz vztah (5)) vede užití částic s větší hmotností  $m$ . V tomto smyslu by tedy ionty byly vhodnější než elektrony. Ale i pro elektrony už vychází např. při  $U = 10$  kV vlnová délka pouhých  $\lambda_B = 0,012$  nm, což oproti optické litografii představuje zkrácení  $\lambda$  o několik řádů. To je také



Obr. 4 Schematický řez rastrovacím elektronovým mikroskopem SEM (převzato podle [10] s autorovým laskavým svolením).  
Legenda: 1 – přívod urychlovacího napětí, 2 – elektronová tryska, 3 – anoda, 4 – cívka pro centrování svazku, 5 – kondenzor, 6 – fokusační elektronová čočka, 7 – vychylovací cívky, 8 – cívky pro kompenzaci astigmatismu, 9 – povrch vzorku, 10 – stolek s pojezdem.

jedním z podstatných důvodů, proč je elektronová litografie (EBL – Electron Beam Lithography) perspektivní i z hlediska potřeb nanolitografie (chápané obvykle jako litografické zpracování struktur s charakteristickými rozměry řádu desítek až jednotek nanometrů).

Iontová litografie je doposud (podobně jako rtg litografie) ve stadiu výzkumu. O jejím operativním nasazení v průmyslové výrobě se podle dostupných informací zatím neuvažuje. Nejsou proto k dispozici ani příslušná technologická zařízení (nadto s potřebnými parametry a přijatelnou cenou). I u této technologie se však výhledově předpokládá dobré uplatnění v nanotechnologiích (např. pro vytváření 3D struktur v rezistu, přípravu matic pro tzv. NanoImprint Lithography [9]).

V případě zařízení pro EBL je naproti tomu situace příznivá. Je to nepochybně díky jejich těsné návaznosti na systémy elektronové mikroskopie (viz obr. 4), které jsou již náležitě rozvinuté a prověřené jejím několik desítek let probíhajícím úspěšným vývojem [11]. K dispozici jsou proto jak propracované systémy zdrojů elektronů, tubusy a vakuové komory se stolky umožňujícími zpracovávat i vzorky větších rozměrů, tak zkušenosti s konstrukcí a provozem takových zařízení. Ostatně i samotná EBL se reálně začala využívat před již více než 20 lety.

V průmyslovém měřítku se elektronové litografy používají především k výrobě masek pro fotolitografii. Vyexponování složitějšího motivu na velkoplošný substrát pomocí EBL je totiž časově náročné. Fotomasky lze však (v projekčním režimu) obvykle využívat dlouhodobě opakovaně - a při zpracování polovodičových (Si) desek i s velkými průměry dosahují výrobní aparatury pro VUV fotolitografii dnes již vysoké průchodnosti (tj. počtu desek za jednotku času). Pro přípravu jemných motivů na menších vzorcích a pro výzkumné účely nebývá pomalejší činnost systémů EBL na závalu. Jejich použití pro takové práce je přitom často nenahraditelné.

## 2.4 Elektronová litografie

V elektronové litografii lze najít řadu analogií s jevy známými z optické litografie. Pro EBL je rovněž možno využít poznatků získaných z řešení některých fotolitografických problémů. EBL se často užívá v kombinaci s optickou litografií (přístupem označovaným jako „mix and match“): nenáročná úroveň (např. expandovaných kontaktů, elektrických přívodů, apod.) se připraví fotolitograficky, kritické úrovně (např. krátkých hradel tranzistorů HEMT) se doplní elektronovou litografií. Postup EBL je v takových případech proto zapotřebí navrhovat a aplikovat s ohledem na vazbu na optickou litografii.

Konfigurace elektronového litografu obvykle vychází z uspořádání typického rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM). Do sestavy je však doplněn především řídicí systém (generátor obrazců) ovládající jednak vychylování, jednak zatmívání svazku pro jeho zpětné přeběhy a další oblasti, které se neexponují. Dále je do zařízení vestaven stolek s přesnými x- a y- posuvy, zařízení pro sesazování, a jsou v něm provedeny některé další úpravy.

Pojezd vzorku v aparatuře EBL je nezbytný proto, že přímým vychylováním svazku lze korektně vykreslit jen pole s omezenou velikostí. Využitelný rozsah skenování svazku je totiž v závislosti na požadované přesnosti vyexponování motivů např. jen v poli o straně 50 – 500  $\mu\text{m}$  [12]. Analogicky jako u optických krokovacích kamer se i v případě EBL proto povrch zpracovávaného vzorku pokrývá maticí těchto dílčích exponovaných polí. Dílčí pole musí být dostatečně přesně umístěna („sešita“) navzájem jak v rámci jedné úrovně, tak i mezi relevantními úrovněmi, které se na sebe sesazují. I zde se využívá systém globálních a lokálních značek, obdobný zmíněnému v části 2.1. Celková přesnost – vzhledem k jemnosti motivů – musí být pro EBL přiměřeně vyšší. Nepostačuje ani přesnost stolků užívaných v běžných elektronových mikroskopech SEM. Jestliže ty pracují např. s krokem 0,5  $\mu\text{m}$  (a reprodukovatelností 2-10  $\mu\text{m}$ ), pro interferometricky řízené stolky EBL jsou vyžadovány hodnoty 2 nm (a <50 nm) [12]. Rozsah takto precizního pojezdu musí přitom pokrýt celou plochu zpracovávaného polovodičového vzorku či substrátu připravované fotomasky (u masek reálně nejméně 100 mm x 100 mm).

Mnohé systémy EBL využívají pro expozici svazek soustředěný do malé kruhové plošky (s gaussovským profilem intenzity na průřezu). U některých zařízení určených pro výrobu fotomasek má však svazek průřez tvarovaný do větší (např. obdélníkové) plošky tzv. „razítka“. Tím lze dosáhnout vyšší průchodnosti procesu, obvykle však na úkor dosažitelného rozlišení. Takové zařízení exponuje motiv do rezistu skládáním „razítek“, tj. do určité míry analogicky jako optické generátory obrazu, ovšem v podstatně jemnějším provedení.

Zařízení EBL lze rozdělit do tří typů podle koncepcí konstrukce daných předpokládaným využitím. Nejjednodušší z nich je doplnění už stávajícího mikroskopu SEM litografickým příslušenstvím (to v případě, že takový SEM má vnější vývod ovládání svazku a za některých dalších předpokladů) [13]. Jedná se o ekonomicky nejméně náročné řešení, které umožní v laboratorních podmínkách exponovat struktury s detaily i jemnějšími než 100 nm. Problémem u této koncepce je však obvykle přesnost a dlouhodobější stabilita, což je na závalu např. z hlediska časově náročné přípravy fotomasek (zejména s vyšším rozlišením). Tyto potíže jsou potlačeny u koncepcí „na klíč“ („Turnkey Solution“) určené především pro výzkumná a vývojová pracoviště. Litografická jednotka a především precizní x- y- stolek jsou zabudovány do sestavy SEM již u výrobce, jednotlivé součásti mohou být tedy vzájemně optimálně přizpůsobeny. Zařízení tohoto druhu umožňují připravovat v laboratorních podmínkách struktury s detaily o rozměrech až několika málo desítek nm. Jsou využitelná rovněž pro přípravu fotomasek. Nejvyšší ekonomickou i technickou náročnost mají zařízení třetí koncepce určená pro EBL k využití v průmyslové výrobě. Kromě precizní konstrukce je zde kladen důraz na automatizaci ovládání a zejména na průchodnost procesu. Zařízení využívají často elektronový svazek s tvarovanou stopou.

Na počátku rozvoje EBL se jako elektronový rezist používal většinou jen roztok polymethylmetakrylátu (PMMA). Tento pozitivně pracující rezist se využívá nadále, v současné době je však k dispozici i široký sortiment dalších elektronových rezistů, pozitivních i negativních. Podle parametrů řešené struktury a užitých technologie lze vybrat rezist s odpovídající citlivostí, rozlišením a odolností k využívaným leptadlům. Tloušťky rezistu závisí na konkrétní přípravované struktuře, často se pohybují řádově kolem 100 nm.

Dosažitelné rozlišení při EBL závisí na řadě parametrů a na jejich souhře [12]. Jedním z důležitých je volba energie elektronů ve svazku (jejich urychlovacího napětí  $U$ ). Často se používají (podobně jako u SEM) hodnoty  $U = (5 \div 30)$  kV. V tomto dobře ověřeném a výhodném režimu lze dosáhnout rozlišení i pod 10 nm. Přestože hloubka ostroty je u systémů SEM příznivá, dosažitelné rozlišení je omezeno a obraz zkreslován zejména tzv. proximitním jevem. Jeho příčinou je rozptyl elektronů jak přímo v rezistu, tak především jejich zpětný rozptyl do rezistu z povrchových oblastí vzorku. Proximitní jev se méně uplatňuje při vyšších hodnotách  $U = (30 \div >100)$  kV, při kterých lze dosáhnout rozlišení rovněž pod 10 nm. Elektronový svazek se v tomto režimu během průchodu vrstvou rezistu rozptyluje ještě málo. K rozptylu pak dochází převážně až ve větších hloubkách pod povrchem zpracovávaného vzorku, zpětný rozptyl elektronů do rezistu je tím z větší části potlačen. Vyšší energie  $E$  elektronů ve svazku však zvyšuje nežádoucí ohřev rezistu i vzorku a může způsobit až degradaci struktury. Naopak při použití urychlovacího napětí v rozsahu  $U = (<1 \div 5)$  kV je proximitní jev téměř vyloučen, neboť elektronový svazek se pohltí už v tenké povrchové vrstvě rezistu a je eliminován vliv podložky. Použitá celková tloušťka rezistu by v tomto režimu proto měla odpovídat jen tloušťce této tenké vrstvy (např. 30-50 nm). Dosažitelné rozlišení je zhruba do 30 nm, tento režim je také nejvhodnější pro účely inspekce struktur pomocí svazku. Citlivost rezistu se rovněž mění v závislosti na použité hodnotě napětí  $U$ . Nejvyšší je pro malá napětí, s jeho růstem zhruba úměrně (či poněkud rychleji) klesá. Rozlišení závisí i na použitém zdroji elektronů. Je-li tímto zdrojem např. wolframová katoda, je dosažitelné rozlišení 20-30 nm. Užitím autoemisní katody lze za jinak srovnatelných podmínek rozlišení zlepšit výrazně pod 20 nm.



Z autoemisních má přitom vyhřívaná (TFE) katoda podstatně menší drift emisního proudu a podstatně větší maximální proud než katoda studená. Má ovšem i vysokou cenu, je to však nejlepší volba pro zařízení EBL určená k dosažení vysokého rozlišení.

Elektronový proximitní jev se projevuje zkreslováním obrysů exponovaných tvarů (zaoblováním rohů, zhoršováním profilu hran, apod.). Jedná se do určité míry o obdobné projevy jako u optického proximitního jevu zmíněného v části 2.2. K potlačení elektronového proximitního jevu existují vypracované způsoby korekce založené na úpravě profilu expoziční dávky v kritických částech exponovaného topologického obrazce.

Tato korekce je jednou ze součástí přípravy softwarových dat pro ovládání řídicího systému zařízení EBL. Zpracování navržené topologie do těchto dat je jedním ze základních úkolů, které musí mít pracoviště elektronové litografie spolehlivě zvládnuty.

### 3 VYUŽITÍ EBL V TUZEMSKU A NA VYBRANÝCH ZAHRANIČNÍCH PRACOVIŠTÍCH

Elektronovou litografií se zabývala některá výzkumná pracoviště ještě v někdejší Československu. V Ústavu přístrojové techniky (ÚPT) ČSAV Brno byla již na přelomu 70. a 80. let vyvinuta koncepce provozního zařízení EBL, které bylo posléze určeno k výrobě v podniku TESLA Brno pod označením BS600. Ve druhé polovině 80. let bylo jedno z těchto zařízení nainstalováno rovněž ve Výzkumném ústavu sdělovací techniky (VÚST) Praha. Byly zde ověřovány možnosti jeho využití zejména pro přípravu fotomasek pro vyvíjené IO. V souvislosti s útlumem aplikovaného výzkumu ve státě však byly ve VÚST práce na tomto zařízení na přelomu 80. a 90. let přerušeny a předčasně ukončeny.

ÚPT AV ČR [14] se i v následujících letech věnoval dalšímu zdokonalování litografu BS600 [15] (mezní rozlišení 100 nm, pravoúhlé tvarování stopy v diskretních krocích po 100 nm v rozsahu 100 nm až 6,3  $\mu$ m, vychylování svazku v krocích po 100 nm, přesnost polohování pojezdu x- y- stolku do 40 nm „ $\lambda/16$ “, urychlovací napětí  $U = 15$  kV, rozměry exponovaného substrátu do 100 mm x 100 mm). Ústav vyvinul rovněž další typ zařízení BS601R (s polovičním krokem vychylování svazku, více než o řád přesnějším polohováním pojezdu „ $\lambda/512$ “, zpracovatelným substrátem o rozměrech až 125 mm x 125 mm). Laboratoř elektronové litografie ÚPT se zabývá studiem technologií vytváření struktur submikrometrových rozměrů, spolupracuje s některými univerzitními pracovišti. Pomocí EBL řeší zejména výzkum technologií pro přípravu fázově difrakčních elementů (PDOE) a počítačem generovaných hologramů (CGH). Ve spolupráci s tuzemskou společností Optaglio byla využitím elektronového litografu zvládnuta příprava komponent pro bezpečnostní hologramy, které tato společnost již několik let úspěšně vyrábí [15].

Problematikou EBL se od počátku 80. let zabývá specializovaná laboratoř Ústavu informatiky (ÚI) SAV v Bratislavě (dříve známého pod názvem Ústav technické kybernetiky - ÚTK). Pracoviště provozuje produkční zařízení EBL typu ZBA10 (Carl Zeiss Jena), pracující s urychlovacím napětím  $U = 30$  kV a dosahující minimálního rozměru stopy 50 nm [16]. Má rovněž další výbavu na elektronovou litografii i propracované řešení korekce proximitního jevu. Technologické možnosti pracoviště jsou účelně posíleny spoluprací s Elektrotechnickým ústavem (EÚ) SAV Bratislava, zahrnují (uvnitř komplexu 200 m<sup>2</sup> čistých prostor třídy až 1000-100) rovněž DUV fotolitografii, zařízení pro plazmochemické leptání (PE, RIE), depoziční techniky aj. [16].

Průmyslovou výrobu fotolitografických masek pomocí elektronových litografů zajišťuje např. firma Photronics (Dresden, BRD). Toto pracoviště, které bylo původně součástí podniku známého dříve pod názvem ZMD (Zentrum Mikroelektronik Dresden, jenž byl v mikroelektronice před koncem 80. let jedním z nejpokročilejších v oblasti východoevropských států), bylo začleněno do rychle se rozšiřující společnosti Photronics (USA) ve druhé polovině 90. let.

Řadu podrobných informací o zařízeních pro EBL poskytují jejich přední výrobci: např. Raith [12], JEOL [17], Hitachi [18] a další. Mnoho informací jak o zařízeních, tak o řešené problema-

ti (včetně nanotechnologií) je k dispozici např. prostřednictvím sítě NNIN (National Nanotechnology Infrastructure Network) [19], na stránkách univerzitních i dalších pracovišť řešících příbuznou problematiku [20], aj.

### 4 EBL PRO BADATELSKÝ VÝZKUM

V podmínkách výzkumu jsou využívána zařízení EBL všech tří konstrukčních koncepcí zmíněných v části 2.4. Podstatný vliv na výběr typu aparatury má především zaměření činnosti pracoviště, jeho stávající výbava a její dosavadní vývoj, ale i vazba na další instituce, apod. Určující vliv mohou mít nakonec náklady na aparaturu i způsob, jakým lze zařízení EBL pořídit.

Např. produkční typy elektronových litografů [15],[16] může být účelné užívat ve výzkumu, který má určitou vazbu na průmyslové podniky, jež EBL aplikují, či takové využití nebo výrobu připravují. To navíc nevylučuje provádění souběžného badatelského výzkumu. Naproti tomu např. pro univerzitní pracoviště pracující již s mikroskopem SEM a zainteresované na zvládnutí přípravy struktur s jemnými detaily, může dobře vyhovět jednoduchá sestava doplňující SEM o EBL řídicí jednotku. To za předpokladu, že takové pracoviště neuvažuje o využití souběhu EBL a optické litografie („mix-and-match“) a hlavně nevyžaduje vlastní přípravu fotomasek.

Koncepce zařízení EBL „na klíč“ (viz část 2.4) představuje střední cestu mezi těmito zmíněnými příklady. Aparatury tohoto uspořádání umožňují dosažení vysokého rozlišení, přesnosti i dlouhodobější provozní stability (nezbytné i pro přípravu fotomasek). Jsou několikanásobně méně nákladné než je tomu v případě produkčních zařízení EBL (jejichž ceny lze odhadnout od 1.10<sup>8</sup> Kč výše [21]), přitom mohou být i širěji využitelné (jako diagnostické zařízení SEM, jež je jejich podstatnou součástí).

K základnímu posouzení pro výběr konkrétního typu zařízení EBL jsou k dispozici jejich technické parametry (např. [12], [17], [18], aj.). Ke každé koncepci lze nalézt několik verzí dostupných zařízení a to v některých případech i od téhož výrobce. Ty se liší rovněž svými ekonomickými parametry (a některými dalšími podmínkami podle konkrétní nabídky potenciálního dodavatele).

Například společnost Raith (BRD) vyvinula několik verzí EBL aparatur: jak pro nejjednodušší uspořádání (jednotka SEM plus EBL řídicí jednotka ELPHY), tak pro koncepci „na klíč“ [12]. Verze se liší kvalitou a parametry stolku (rozsahem jeho pojezdu, tedy velikostí zpracovatelného substrátu – ve vyjádření pro kruhové desky průměrů od 2” do 8”), přesností polohování (od několika  $\mu$ m až po lepší než 50 nm), možností resp. přesností sesazování, stabilitou a driftem svazku, rychlostí zápisu (pracovní frekvence generátoru obrazců od 300 kHz do 10 MHz), začleněnou korekcí proximitního jevu, aj. Udávané dosažitelné rozlišení je vesměs lepší než 50 nm, při použití TFE katody je specifikováno jako min. 20 nm, rozlišení ve svazku do 2 – 4 nm. Jednodušší případ systému „na klíč“ (typ Raith 50) je určen spíše pro práci s jednotlivými mikrosystémy (čipy), náročnější typy (Raith 75, Raith 150) jsou vhodné pro zpracování i větších substrátů (4” resp. 8”). Tyto poslední dva uvedené typy jsou explicitně specifikovány k využití pro výzkum a vývoj.

Obdobná špičková zařízení jsou k dispozici i od některých jiných výrobců. Např. firma JEOL od podzimu 2003 dodává víceúčelový mikroskop SEM (využitelný rovněž pro EBL) JEOL JSM-7000F [17], který patří ve své kategorii k celosvětově nejlepším. Zařízení s vyhřívanou autoemisní katodou umožňuje pracovat jak s ultravysokým rozlišením pro diagnostický režim, tak s proudem ve svazku (až 200 nA) dostatečně velkým pro potřeby litografie. Urychlovací napětí je volitelné ve dvou rozsazích (0,5-2,9 kV po 10V, 3-30 kV po 100V). Rozlišení (v režimu obrazu sekundárních elektronů) je 3 nm při 1 kV a 1,2 nm při 30 kV. Zvětšení 10x – 500000x. Výhodou aparatury je též snadná výměna vzorku.

Podle informací z výzkumných pracovišť (včetně univerzitních) jsou dobré zkušenosti rovněž s některými dalšími typy zařízení EBL. Například aparatura Hitachi HL700F dosahuje při  $U = 30$  kV rozlišení 50 nm, zpracovává vzorky průměrů 3” až 7”. Zařízení po-

užívá generátor obrazců s frekvencí 100MHz. I při této mimořádné rychlosti ovšem trvá vykreslení plochy 1cm<sup>2</sup> obrazce střední složitosti  $\approx 1$  hod při použití citlivého elektronového rezistu SAL-601, resp. až  $\approx 15$  hod při užití „klasického“ PMMA [18].

## 5 MOŽNOSTI APLIKACÍ EBL

Zvládnutí technologie elektronové litografie otevírá široké možnosti jejího praktického využití. Některé z nich byly zmíněny již výše. Byť (alespoň ta současná) EBL neumožňuje sama o sobě modifikovat látky na úrovni atomů, lze jejím užitím dosahovat rozlišení i pod 10 nm (např. byla již připravena struktura HEMT s hradlem o  $L \approx 8$  nm [12]). EBL může být výhodně využívána též jako operativní technika litografického předzpracování vzorků pro výzkum a vývoj dalších nanolitografických technik.

EBL je perspektivní technologií pro nanoelektroniku (může nalézt uplatnění v přípravě kvantově rozměrných struktur, např. vytvářením matic zárodků pro růst kvantových teček [12], [22]), pro přípravu mikro(nano)-krystalického Si a křemíkovou nanofotoniku, pro přípravu nanodiamantových zárodků a růst diamantových vrstev (s perspektivou využití např. u biosenzorů). Další možnosti využití jsou kupříkladu v oblasti feromagnetických polovodičů a spintroniky, studia supravodivých vřív a ve fluxtronice [23], u nemagnetických struktur pro optoelektroniku, u součástek využívajících povrchových akustických vln (SAW). Poslední dva jmenované případy kladou vysoké nároky na kvalitu litograficky tvarovaných hran optického vlnovodu resp. elektrod při jejich obvykle veliké celkové délce. U těchto aplikací se EBL vzhledem ke svým kvalitám začala úspěšně využívat už dříve v submikrometrové oblasti.

Podrobnější výčet potenciálních aplikací elektronové litografie přesahuje zaměření tohoto článku. Potřebné informace jsou dobře dostupné např. na internetu (viz literatura).

## 6 ZÁVĚR

Do současné doby byla pro litografickou přípravu a zpracování jemných struktur včetně nanostruktur navržena a odzkoušena již řada postupů a jejich variant. Některé z nich jsou založeny bezprostředně na elektronové litografii, nebo ji využívají alespoň pro přípravu dílčích komponent (masek s vysokým rozlišením, polotovarů pro litografickou úpravu vzorku pomocí lokální oxidace hrotem AFM – „dip-pen lithography“ [24], matic pro tzv. „soft-lithography“ [25], aj.). Volba technologie zahrnující EBL závisí na konkrétní situaci pracoviště ať už produkčního nebo výzkumného zaměření, je tedy výrazně individuální. Technické prostředky, které jsou pro realizaci EBL v současné době k dispozici, umožňují pořídit aparaturu optimálně přizpůsobenou pro dané pracoviště i tematiku, která je na něm řešena.

## Literatura:

- [1] *Fakhfouri V.*, EPFL Lausanne, (2005), 05-03-23.pdf (<http://lmis1.epfl.ch/page5149.html>).
- [2] *Chiu G. L.-T., Shaw J. M.*: “Optical lithography: Introduction”, IBM Journal of Research and Development, **41**, č.1/2, (1997), str. 3-6.
- [3] *Chmel J., Jelínek S., Krásničan D., Merta J., Tomek J., Výborný Z.*: “Řešení číslicových IO na GaAs pomocí hradlového pole”, Slaboproudý obzor, **48**, č.8 (1987), 360-364.

- [4] *Meier W.*: “State of the Art Lithography – The Way to 100 nm and Beyond”, FSI Third Annual Lithography Forum Europe (Apr 25, 2001), 1-20.
- [5] *Grobman W., Thompson M., Wang R., Yuan C., Tian R., Demircan E.*: “Reticle enhancement technology: implications and challenges for physical design”, Proc.38th Conf. on Design automation (2001), Las Vegas NE, USA, 73-78.
- [6] *Shiraishi N.*: “High resolution printing technique by using improved mask pattern and improved illumination systém” (SHRINC), US Patent 5, 546, 225, (Aug 13, 1996).
- [7] *Enkisch H., Trenkler J.*: “EUV lithography: technology for the semiconductor industry in 2010”, Europhysics News, (Sept./Oct. 2004), 149-152.
- [8] *Cerrina F.*: “X-Ray Imaging: Applications To Patterning And Lithography”, J. Phys. D, Appl. Phys. **33**, (2000), R103-116.
- [9] *Jyväskylä Proton Beam Writing/Heavy Ion Beam Lithography Facility, Jyväskylä, Finsko.* (<http://www.phys.jyu.fi/research/ion-matter/IBL.htm>).
- [10] *Hulínský V., Jurek K.*: “Zkoumání látek elektronovým paprskem”, SNTL, Praha (1982), knižnice Moderní metody v chemické laboratoři.
- [11] *Delong A.*: “Elektronový mikroskop dnes a zítra”, Čs. čas. fyz., **55**, č.3 (2005), 237-241.
- [12] *Brüggemann D., Kahl M., Rampe, Kretz J., et al.*: 9th NANO2003 Workshop on SEM based Electron Beam Lithography for Applications in Nanotechnology (Mar 17-18, 2003), Dortmund, BRD.
- [13] *Nabity J. C.*: “Nanometer Pattern Generation System” (<http://www.jcnabity.com>).
- [14] ÚPT AVČR Brno (<http://www.isibrno.cz/>).
- [15] *Matějka F., Ryzí Z.*: “Elektronová litografie – nástroj i pro nanotechnologie?”, Sborník z konference Nano '02, Brno 2002, 67-72 (<http://csnmt.fme.vutbr.cz/nano02/>).
- [16] Odd. EBL, UI SAV, Bratislava, Slovensko (<http://www.ui.sav.sk/eb1/index.html>).
- [17] Firemní literatura JEOL ([http://jeol.com/sem/\\_semprods/jsm7000f.html](http://jeol.com/sem/_semprods/jsm7000f.html)).
- [18] Hitachi HL-700F - Stanford Nanofabrication Facility (<http://snf.stanford.edu/Equipment/ebeam/ebeam.html>).
- [19] NNIN sites ([http://www.nnin.org/nnin\\_site.html](http://www.nnin.org/nnin_site.html)).
- [20] Central Microstructure Facility, CCLRC Rutherford Appleton Laboratory, Oxfordshire, UK (<http://www.cmf.rl.ac.uk/facil/ebeam.html>), <http://www.cclrc.ac.uk/Activity/RAL>).
- [21] *Kostič I.* (ÚI SAV): soukromé sdělení (2005).
- [22] *Conway J.*: 9th NANO2003 Workshop on SEM based Electron Beam Lithography for Applications in Nanotechnology (Mar 17-18, 2003), Dortmund, BRD.
- [23] Nanostructured Superconductors ([http://eoi.cordis.lu/dsp\\_details.cfm?ID=35325](http://eoi.cordis.lu/dsp_details.cfm?ID=35325)), *V. Moshchalkov*: “Nanostructured Superconductors: How to Enhance Vortex Pinning and Critical Fields?”, 2000 Boulder School for Condensed Matter and Materials Physics.
- [24] *Piner R. D., Zhu J., Xu F., Hong S., Mirkin C. A.*: “Dip Pen Nanolithography”, Science, **283** (1999), 661-663.
- [25] *Resnick D.*: “Nanolithography and Nanoprocessing”, Symposium on Nano Scale Electronic and Processing, NSTI – Nanotech 2005, (May 8-12 2005), Anaheim CA, USA ([http://www.nsti.org/Nanotech2005/symposia/nano\\_scale\\_electronic\\_processing.html](http://www.nsti.org/Nanotech2005/symposia/nano_scale_electronic_processing.html)).

## Snímání povrchu pomocí mikrovlnného mikroskopu

*Cílem práce bylo naměřit rezonanční křivky koaxiálního rezonátoru při skenování vodivého reliéfu a vytvořit z nich obraz povrchu. Rezonanční charakteristiky byly měřeny spektrálním analyzátozem FSH3 od firmy Rohde&Schwarz. Pro vyhodnocení naměřených dat byly vytvořeny programy v programovém prostředí MATLAB. Pro ověření funkčnosti výše uvedené laboratorní sestavy mikrovlnného mikroskopu bylo provedeno několik zkušebních měření a následně vytvoření obrazů.*

### ÚVOD

S rozvojem bezkontaktní a nedestruktivní zobrazovací techniky vzrůstá i četnost jejího využití. Jedná se zejména o využití v oblasti nanotechnologií, přípravy nových typů materiálů, při studiu tenkých vrstev, v defektoskopii aj. Požadavky plynou především z potřeb rozvíjejícího se průmyslu informačních technologií.

NSMM (Near-field Scanning Microwave Microscope), je skenovací mikroskop, který je založen na změně impedance mezi hrotem a zkoumaným vzorkem v mikrovlnné oblasti spektra. Při vyhodnocování dat jsou sledovány buď změny rezonanční křivky rezonátoru, který je v interakci se vzorkem nebo přímo impedance mezi hrotem a povrchem. Takto získaný signál je převeden do jasové složky obrazu. Na našem pracovišti jsme se zaměřili na využití rezonanční metody, protože nám připadala jednodušší a vhodnější pro naše aplikace. Princip tohoto mikroskopu je velmi blízký optickým skenovacím mikroskopům s evanescentní vlnou. První zmínka o mikrovlnném mikroskopu je už z roku 1972 [1]. Přehled o historii vývoje lze nalézt např. v [2] [3] a aplikační možnosti v [4] a [5].

Základem stavby skenovacího mikroskopu je mechanismus posuvů, který umožní snímání měřených veličin v požadovaných místech nad povrchem vzorku. Na posuvy jsou kladeny vysoké nároky z pohledu rozlišení a hystereze mechanismů [6] a také zabránění průniku vibrací do měřicí aparatury.

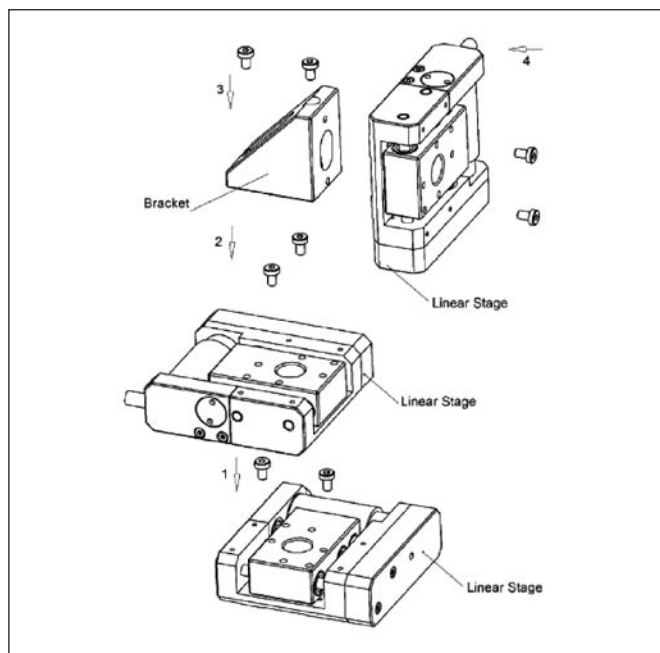
Při realizaci mikroskopu je důležitou součástí vytvoření programů pro vyhodnocení dat získaných z mikrovlnných měření. Za data se považují změny rezonančních křivek. Cílem programů je vyhodnotit maxima frekvence a faktor kvality rezonátoru. V naší práci jsme vyšli z publikace [7]. Pro zjištění současného stavu vývoje uvedené techniky je vhodný článek [8], který popisuje mikrovlnný mikroskop s vysokým rozlišením.

Důvod, proč jsme se pustili do stavby takového zařízení, vyplynul z nutnosti kontroly klastrů nano-krystallů křemíku, které vznikají samoorganizačními mechanismy a vedou k velkým fluktuacím při měření volt-ampérových charakteristik připravovaných tlustých vrstev materiálů na bázi právě nc-Si.

### EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

#### Mikroposuvy M-110.1DG

Pro pohyby snímaného vzorku byly použity mikroposuvy firmy PI zabývající se piezo a nano pozičními systémy. Byly použity mikroposuvy s rozpětím lineárního pohybu 5 mm. Jde o typ M-110.1DG, jenž má garantovanou rozlišovací schopnost 0,5  $\mu\text{m}$ . Nejmenší možné deklarované inkrementální posunutí je 0,0058  $\mu\text{m}$ . Ovšem v případech kdy je vyslán na mikrokontroler požadavek na tento nejmenší možný posuv, musíme uvažovat poziční chybu pohybující se v řádech setin mikrometru. Maximální rychlost mikroposuvu je 2 mm/sec a rozsah pohybu je 5 mm v jedné ose. Mikroposuvy lze k sobě jednoduše pospojovat a poskládat tak trojosý pohybový aparát. Pro řízení pohybů mikroposuvů byl použit kontroler Mercury stejného výrobce.



Obr. 1 Nákres sestavy trojosého mikroposuvu

#### Mercury: DC-motor kontroler

Mercury využívá zpětnovazební kvadratický enkodér signálu pro určení pozice a může dosáhnout přesnosti pohybu až 0,05 mikrometru. Poskytuje PID servo-řízení pozice, rychlosti a zrychlení. Je vybaven softwarem s vestavěnými příkazy, jež velmi usnadňují řízení motoru (pohyb posuvů na žádanou pozici) dle požadavků uživatele.

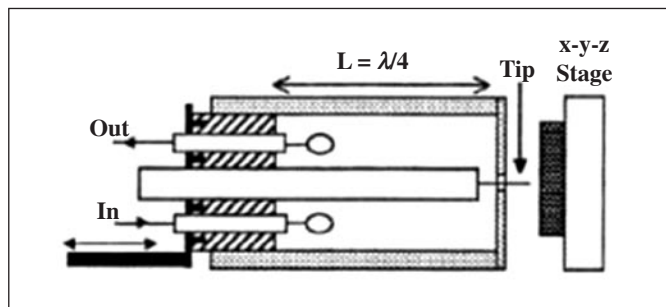


Obr. 2 Mercury kontroler



### $\lambda/4$ Koaxiální rezonátor

Napájení  $\lambda/4$  koaxiálního rezonátoru jsme provedli pomocí dvou 50  $\Omega$  koaxiálních kabelů s vazební smyčkami (buzená a snímaná magnetická složka pole). Námí sestrojený rezonátor má následující podobu (obr. 3).

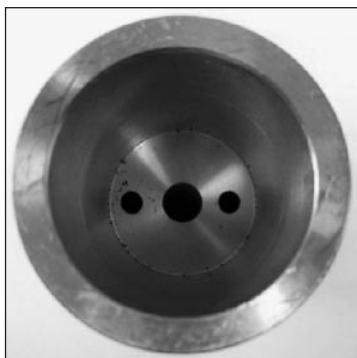


Obr. 3 Rezonátor sestrojený podle [7]

Rezonátor se skládá ze dvou částí. První díl je dutina se třemi vstupními otvory (viz. obr. 4) pro kabel s cívkou generující signál o určité frekvenci, kabel zachycující signál a prostřední otvor je vstup pro centrální konduktor (je opatřen závitem, viz. obr. 6).



Obr. 4 Boční pohled na dutinu



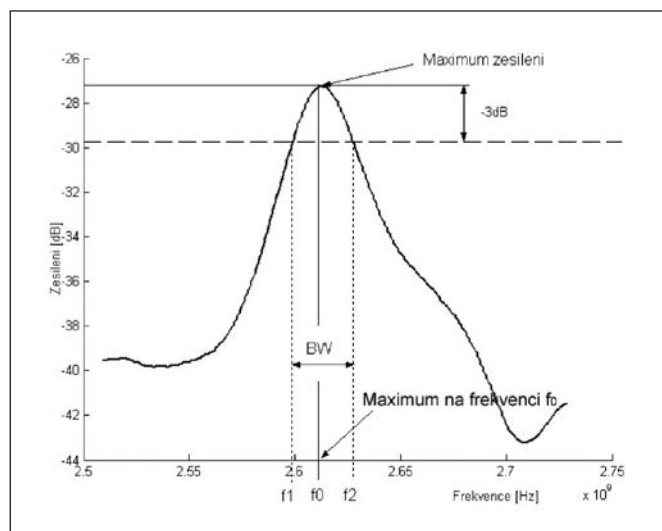
Obr. 5 Pohled na dutinu ze spodu



Obr. 6 Centrální konduktor s hrotem

### Faktor kvality rezonátoru

Po naměření rezonanční křivky se faktor kvality vypočítá následovně. Nalezneme maximum píku rezonanční frekvence. Naměřené maximum snížíme o 3dB. Rozdíl frekvencí  $f_2 - f_1$  nazýváme šířkou pásma BW (obr. 7). Činitel jakosti (faktor kvality) je podíl rezonanční frekvence a šířky pásma.



Obr. 7 Průběh rezonanční křivky použitého rezonátoru

Na faktor kvality má velký vliv dielektrikum mezi hrotem a snímaným vzorkem. Proto je citlivější na změny snímaného povrchu než maximum frekvence [8].

### Přístroje použité k měření

Pro měření byly použity tyto přístroje: signálový generátor SM 300 společně se spektrálním analyzátozem FS 300, FSH3 fy Rohde&Schwarz.

### Vyhodnocování dat

Hlavním principem rastrovacího mikroskopu je, že se jehla nebo snímaný vzorek posouvá po rastru a v každém bodě je naměřena rezonanční křivka. Rezonanční křivka byla vyhodnocena v programovém prostředí MATLAB 6.0.

### Hardwarové požadavky

Pro přenášení dat ze spektrálního analyzátoru FSH3 je potřeba PC s minimální konfigurací procesorem 220 MHz, 32 MB RAM operační paměti.

Uživatelské programy v Matlabu vyžadují minimální rozlišení obrazovky 1024 x 768 pixelů. Optimální konfigurace pro výpočty a zobrazení je PC s procesorem 1 GHz, 256 MB RAM operační paměti, Grafická karta s podporou Directx 8.1.

### Měření

Jako úvodní testovací vzorek jsme použili minci.

Zaměřili jsme se na písmeno „K“, jenž je na obrázku (obr. 8 na 3. str. obálky) vlevo zvýrazněno černým čtverečkem, vpravo je detailnější pohled snímaného vzorku. Zobrazení vyhodnocených dat je zobrazeno na obrázku (obr. 9 na 3. str. obálky), kde je vidět náklon skenovaného vzorku. Náklon byl také softwarově eliminován (obr. 10 na 3. str. obálky).

Skenované písmeno „K“ je zobrazeno na obrázku (obr. 10). Obrázek je po eliminaci nakloněné roviny a styl vykreslení barvy je podle výšky. Jednotlivé rastry měření jsou zobrazeny červeným čtverečkem, který je uvnitř vybarven žlutou barvou.

### Vyhodnocení snímaného vzorku pomocí faktoru kvality Q

Vyhodnocení písmene „K“ pomocí faktoru kvality je možné vidět na obrázku (obr. 12 na 3. str. obálky) s poklesem o 3 dB při vyhodnocování z rezonanční křivky.

Měření pomocí faktoru kvality Q je citlivější než pomocí rezonanční frekvence, ale protože faktor kvality Q je velmi citlivý na dielektrikum mezi hrotem jehly a snímaným materiálem, jsou tato měření zatížena dosti velkým šumem.

Pro odhad výškové citlivosti mikroskopu jsme změřili pomocí mikrometru výšku reliéfu „K“ od povrchu mince, která činí 100  $\mu\text{m}$  při změně rezonanční frekvence  $3,5 \cdot 10^6$  Hz, odtud dostáváme 35 kHz/ $\mu\text{m}$ . Otázka zjištění přenosové funkce je ovšem velmi komplikovaná a nemáme ještě dostatečná experimentální data pro racionální odhad.

## ZÁVĚR

V článku jsme ukázali první výsledky našich pokusů se stavbou mikrovlnného mikroskopu. Jedná se zařízení, od kterého očekáváme rozšíření našich možností při studiu jednak nanokřemíkových struktur či klastrů, to v delším horizontu, jednak přístroj pro studium úprav povrchů biopolymerních kompozitních materiálů v laboratorních podmínkách, při atmosférických tlacích a vlhkostech. Jedná se o složitý technický problém, který vyžaduje výraznou mezioborovou spolupráci. Při konstrukci se objevilo podstatně více otázek a problémů, než výsledků, které jsme očekávali. Dobrým výstupem je však i to, že se do řešení těchto problémů významným způsobem zapojili studenti [9], [10] a zkouší si tak vlastní tvořivost a schopnosti.

Nelze očekávat, že výše uvedený princip mikroskopu dramatickým způsobem změní zobrazovací techniky dnes již komerčně přístupné, nicméně v určitých specifických případech může být docela užitečný.

*Tato práce vznikla za podpory Grantové agentury ČR v rámci projektu 202/03/0789 Nové křemíkové nanomateriály pro optoelektroniku.*

## Literatura

- [1] Ash E. A., Nichols, Nature 237(1972), 510
- [2] Vlahacos C. P., Black R. C., Anlage S. M., Amar A., Wellstood F. C.: Near-field scanning microwave microscope with 100  $\mu\text{m}$  resolution, Appl. Phys. Lett. 69(1996),3272-3274
- [3] Tselev A., Anlage S. M.: Near-field microwave microscope with improved sensitivity and spatial resolution, Rev.Sci. Instrum. 74 (2003), 6, 3167-3170
- [4] Zhang Q., McGinn P. J.: Imaging of oxide dielectrics by near-field microwave microscopy, Journal of the European Ceramic Society 25 (2005),407-416
- [5] Park J., Hyun S., Kim A., Kim T., Char K.: Observation of biological samples using a scanning microwave microscope, Ultramicroscopy 102(2005),101-106
- [6] Otsuka J., Ichikawa S., Masuda T., Suzuki K.: Development of a small ultraprecision positioning device with 5 nm resolution, Meas. Sci. Technol. 16 (2005), 2186-2192
- [7] Kim J., Kim M. S., Lee K., Lee J., Cha D., Friedman B.: Development of near-field scanning microwave microscope using a tunable resonance cavity for high resolution, Meas. Sci. Technol. 14 (2003), 7-12
- [8] Imtiaz, A., Anlage, S., M.: A novel STM-assisted microwave microscopy and its applications in characterization of functional materials libraries, Meas. Sci. Technol. 16 (2005), 248-260
- [9] Heinz, R.: Návrh detekčního uzlu pro mikrovlnný mikroskop, Diplomová práce, FT UTB Zlín, 2005.
- [10] Trochta O.: Zpracování signálu z mikrovlnného koaxiálního rezonátoru, FT UTB Zlín, 2005.

Vojtěch Křesálek, Milan Navrátil, Ústav elektrotechniky a měření, Fakulta technologická, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

## Vysoké státní ocenění Prof. MUDr. Mojmíru Petráňovi, CSc.

U příležitosti 87. výročí vzniku samostatného československého státu udělil prezident České republiky Václav Klaus státní vyznamenání - Medaili Za zásluhy o stát v oblasti vědy Prof. MUDr. Mojmíru Petráňovi, CSc., za vynález konfokálního mikroskopu s dvojitým řádkováním, kterým zásadním způsobem přispěl k pokroku vědy a techniky. Svou celoživotní aktivní badatelskou prací se zařadil mezi nejvýznamnější české vědce a vynálezce. Své bohaté zkušenosti předává ochotně a nezištně mladším spolupracovníkům, z nichž prvním byl a stále zůstává již po mnoho desetiletí Doc. MUDr. Milan Hadravský, CSc., který se také velmi zasloužil o konstrukci a realizaci prvního vzorku tohoto konfokálního mikroskopu.

Prof. Petráň se již od svého raného mládí zajímal o optiku a přístrojovou techniku, proto i stál u zrodu celostátní odborné sekce Jemné mechaniky a optiky při České strojnické společnosti ČSVTS, která dobrovolně sdružuje odborníky této profese a i přes svůj věk je stále velmi aktivně a obětavě činný v tomto občanském sdružení.

Prof. Petráň po absolutoriu Lékařské fakulty UK v Praze byl zaměstnán ve Fyziologickém ústavu ČSAV, kde se věnoval elektrofyziologii. V roce 1960 se habilitoval v lékařské fyzice na Lékařské fakultě UK v Plzni. Tématem jeho habilitační práce bylo hledání jiných než elektrických projevů nervového a svalového vzruchu. K tomu využil aparaturu zkonstruovanou ještě v ČSAV v Praze. V té době se také spolupodílel na vydání knihy *Electrophysiological Methods in Biological Research*, která ho



proslavila ve světě. V roce 1989 byl zvolen čestným členem Royal Microscopical Society a v roce 1990 byl jmenován řádným profesorem pro obor biofyzika.

Prof. Petráňovi srdečně gratulujeme k udělení tohoto vysokého státního vyznamenání a také mu přejeme stálé zdraví a potěšení z jeho další badatelské činnosti.

(red)

### 3. mezinárodní seminář o analýze dat rastrovací sondové mikroskopie

Ve dnech 21. - 22. března 2005 se v Brně konal mezinárodní seminář věnovaný rastrovací sondové mikroskopii (scanning probe microscopy-SPM). Tento seminář navazoval na předcházející dva semináře zabývající se stejným tématem (oba předcházející semináře byly konány rovněž v Brně). První hlavní cíl tohoto 3. mezinárodního semináře spočíval v prezentaci přehledu nejnovějších myšlenek, trendů a výsledků dosažených během posledních dvou let v oblastech základního i aplikovaného výzkumu týkajícího se rastrovací sondové mikroskopie. Druhý hlavní cíl tohoto semináře se týkal prezentace nových aplikací SPM technik v různých oblastech průmyslu. Druhý cíl byl rovněž spojen se stimulací diskuse mezi současnými a potenciálními uživateli těchto moderních experimentálních technik v České republice.

Seminář byl organizován dvěma institucemi: Českým metrologickým institutem a Přírodovědeckou fakultou Masarykovy univerzity v Brně. Hostitelskou institucí semináře byl Český metrologický institut, tj. jednání semináře se uskutečnila v budově Českého metrologického institutu v Brně.

Během jednání semináře bylo předneseno devět pozvaných přednášek. První pozvaná přednáška byla prezentována L. Koendersem z Physikalisches Technische Bundesanstalt (PTB), Braunschweig (Německo). Jeho přednáška se jmenovala: *Měření délky a jiných fyzikálních vlastností pomocí rastrovací sondové mikroskopie*. Druhá pozvaná přednáška byla přednesena D. Vogelem z Fraunhofer Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration, Berlin (Německo). V rámci své přednášky se D. Vogel zabýval problematikou s názvem: *Měření nano DAC deformace pomocí zatěžovacích mikrogrofií*. V obou přednáškách přednášející podali přehled nových výsledků dosažených v oblasti aplikované metrologie v nano a mikro-světě. Třetí přednáška byla prezentována A. Pleceníkem z Fakulty matematiky, fyziky a informatiky, Komenského univerzity, Bratislava (Slovensko). Ve své přednášce s názvem *Tenkovrstevné struktury připravené pomocí AFM lokální oxidací* A. Pleceník seznámil posluchače se zajímavými výsledky týkajícími se vytváření nanostruktur na bázi oxidů, které vznikají na různých površích pevných látek. Všiml si výsledků z oblasti základního i aplikovaného výzkumu. Ve čtvrté přednášce P. Nagy z Research Centre of the Hungarian Academy of Science, Budapest (Maďarsko) se zabýval především problémy nanotvrdosti. Jeho přednáška se jmenovala *Tvarová relaxace a nanotvrdost*. V rámci této přednášky P. Nagy diskutoval přehled moderních metod vhodných pro studium nanotvrdosti pomocí metod spadajících do oblasti SPM. Pátá pozvaná přednáška byla přednesena V. Buršíkovou z Přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity, Brno, (Česká republika) a týkala se problematiky spojené s měřením tvrdosti u tenkých vrstev. Název její přednášky byl následující: *Studium mechanických vlastností tenkých vrstev kombinací nanotvrdosti*

a AFM. V. Buršíková věnovala pozornost hlavně výsledkům, které se týkaly vrstev majících praktický význam, tj. vrstev připravených plasmochemickými metodami. Šestá přednáška se týkala artefaktů v topografii a lokální vodivosti, které se objevují, když pomocí AFM jsou analyzovány různé tenké. Tuto přednášku prezentoval T. Mates s názvem *Artefakty v topografii a lokální vodivosti při měření tenkých vrstev Si pomocí AFM*. V rámci přednášky popsal nejčastější umělé defekty objevující se při analýze amorfních a polykrystalických vrstev křemíku. Sedmou přednášku přenesl S. Lanyi z Fyzikálního ústavu SAV, Bratislava (Slovensko). Jeho přednáška byla nazvána: *Kalibrace rastrovacího kapacitního mikroskopu: teorie a aplikace*. S. Lanyi popsal principy této nepříliš často využívané experimentální techniky v praxi, tj. popsal principy rastrovací kapacitní mikroskopie. Zároveň se zmínil i o jejím potenciálním využití v budoucnosti. Osmá pozvaná přednáška měla název *Rastrovací termální mikroskopie: teorie a aplikace*. Přednesl ji P. Klapetek z Českého metrologického institutu, Brno (Česká republika). Vložil principy této SPM techniky, která zatím také nenachází odpovídající uplatnění v praktických aplikacích. Ukázal také, že rastrovací termální mikroskopie může být velmi užitečným nástrojem při studiu vlastností povrchů pevných látek a tenkých vrstev z hlediska nanosvětla i mikrosvětla těchto objektů. Svě závěry ilustroval pomocí několika příkladů analýzy různých struktur využívaných v polovodičovém průmyslu. Devátá přednáška byla prezentována R. Kubínkem z Přírodovědecké fakulty Palackého univerzity, Olomouc (Česká republika). Jeho přednáška měla název: *Biologické aplikace AFM Explorer-naše zkušenosti*. V rámci své přednášky uvedl některé typické a zajímavé výsledky, kterých na jeho pracovišti dosáhl při studiu vybraných biologických objektů pomocí speciálních aplikací mikroskopu vyrobeného firmou Topometrix.

Je možné konstatovat, že 3. mezinárodní seminář týkající se SPM splnil svůj účel. V rámci jeho programu byly prezentovány zajímavé myšlenky a výsledky, kterých bylo dosaženo na různých objektech pomocí některých experimentálních technik rastrovací sondové mikroskopie. Navíc v průběhu semináře proběhly zasvěcené diskuse mezi účastníky, které jistě přispějí k rozšíření aplikací technik SPM ve výzkumu i v průmyslu v České republice.

V závěru je nutné poděkovat RNDr. P. Klenovskému, generálnímu řediteli Českého metrologického institutu, za jeho pochopení pro tuto akci a jeho pomoc s její organizací. Navíc je nutné poděkovat i O. Blahozovi z firmy Anmat Trading Ltd, který sponzoroval tento seminář.

Prof. RNDr. Ivan Ohlídal, DrSc.  
Katedra fyzikální elektroniky  
Laboratoř fyziky plazmatu a plazmových zdrojů  
Přírodovědecká fakulta  
Masarykova univerzita

### Technické pokyny pro autory

Příspěvky se přijímají i v elektronické formě. Nejvhodnější je dodat text ve formě souborů z běžných textových editorů, např.: Word for Windows. Sazba časopisu se provádí programem InDesign CS.

Grafickou část příspěvku je také vhodné dodat v elektronické formě. Mohou to být soubory \*.CDR verze 3 až 11, \*.EPS, \*.TIF \*.JPG a jiné běžné formáty. Grafiku nevčleňovat do textu (např. ve Wordu), ale uložit ji na disketu jako samostatné grafické soubory. Bitmapové soubory pro černobílé kresby musí mít rozlišení alespoň 600 dpi, pro černobílé fotografie 200 dpi a pro barevné 300 dpi. Ke každému textu nebo grafice musí být přiložen kontrolní výtisk nebo fotografie. Soubory je možno dodat též na médiu ZIP 100 MB, CD nebo na e-mail: dtp@typoservis.cz. Při nejasnostech technického charakteru kontaktujte tiskárnu na tel.: 573 398 746.

Je žádoucí, aby k článkům dodal autor i překlad resumé a název článku do anglického (českého - slovenského) jazyka.



# Study of the mechanical properties of thin films using combined nanoindentation and AFM measurements

*The depth sensing indentation test combined with AFM measurements was used to evaluate the mechanical properties of plasma deposited thin films. The aim of the present work is to introduce the depth sensing indentation technique combined with AFM studies as a very sensitive tool for quantification of the fracture toughness and the interfacial fracture toughness between the film and the substrate.*

## 1. INTRODUCTION

Recently, the micro- and nanoindentation techniques with continuous load and depth sensing have been widely used to study the mechanical properties (e.g. hardness, yield stress, Young's modulus, fracture toughness, adhesion and cohesion, and the others) of thin films. The so-called depth sensing indentation (DSI) technique has the advantage of simplicity and reproducibility comparing to the other types of the thin film testing methods [1-2].

Since the invention of the atomic force microscope (AFM), hardness studies have been routinely possible on the nanometer scale. AFM enables to analyze mechanical and tribological properties of the surface and near surface of thin films due to the low applied loads compared with other techniques. The different modes of AFM operation, such as contact mode, force modulation, lateral force and force-distance curve, provide information on wear, relative hardness, friction, tip surface adhesion, surface stiffness and Young modulus. The AFM force modulation and lateral force modes enable to study the lateral arrangement of physically different surface areas. For example the mapping of the surface elastic properties is of significant importance in case of nanostructured thin films.

With decreasing indentation depth towards to the nanometer scale the effects of non-ideal contact area due to surface roughness, pile-ups, sink-ins etc. become to be more pronounced. In this case AFM imaging of real contact area plays a crucial role for correct determination of the film mechanical properties [3]. Furthermore, the indentation area may be influenced by film intrinsic stress, film-substrate adhesion, correlation between friction and wear properties and microstructures, mechanism of plastic deformation and fracture in thin films. In the present article, the 3D pictures of the residual indentation area were used to investigate the characteristics of indentation induced deformation, fracture and delamination of thin films, which are not explicit in nanoindentation data analysis.

## 2. METHOD

The indentation tests were performed using the Fischerscope H100 DSI tester equipped with Vickers, Berkovich and Brinell indenters. This tester enables to register the indentation depth as a function of the applied load during both the loading and unloading part of the indentation test (Fig.1). On the basis of this method material parameters such as universal hardness  $HU$ , elastic part and irreversibly dissipated part of the indentation work ( $W_e$  and  $W_{irr}$ ), plastic hardness  $HU_{pl}$ , effective elastic modulus  $Y_{HU}$  etc. may be determined. The applied load  $F$  ranges from 0.4mN to 1N and the accuracy of the depth measurement is of about  $\pm 1$ nm.

$$HU = \frac{F}{26,43.h^2}, \quad HU_{pl} = \frac{F_{max}}{26,43.h_r^2} \quad (1)$$

$$W_{tot} = \int_{h=0}^{h_{max}} F_1 dh, \quad W_e = \int_{h_{min}}^{h_{max}} F_2 dh \Rightarrow W_{irr} = W_{tot} - W_e \quad (2)$$

$$Y_{HU} = \frac{1}{\frac{4 \tan(\alpha/2)h_r}{dF/dh(h_{max})\sqrt{\pi}} - \frac{1-\nu_{Dia}^2}{E_{Dia}}} \quad (3)$$

Here  $HU$  is universal hardness (resistance against elastic and plastic deformation),  $F$  is the applied load,  $h$  indentation depth, 26.43 – geometric factor,  $W_{tot}$  is the total indentation work,  $W_e$  is the elastic and  $W_{irr}$  is the irreversibly dissipated part of the total indentation work,  $HU_{pl}$  is the plastic hardness (resistance against plastic deformation),  $h_{max}$  is the maximum indentation depth at given maximum load  $F_{max}$ ,  $Y_{HU} = E/(1-\nu^2)$  is the so called indentation modulus ( $E$  is the Young's modulus and  $\nu$  is the Poisson's ratio, abbreviation Dia refers to the material parameters of the diamond indenter),  $dF/dh(h_{max})$  is slope to the unloading curve at maximum indentation depth,  $h_r$  the intercept of the slope to the unloading curve with the indentation depth axis at  $F = 0$ .

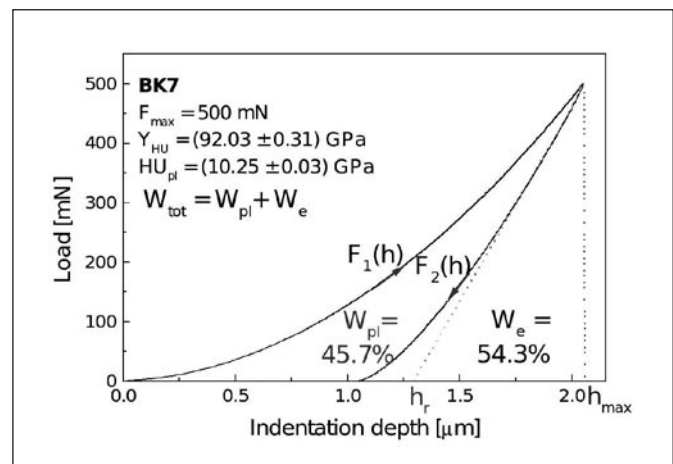


Fig. 1 Example of load-penetration curves obtained on boron-silicate glass

During the indentation the total deformation work is transformed into elastic strain energy, energy dissipated due to plastic deformation, energy dissipated due to fracture and thermal energy.

The area between the loading and unloading curves gives the total amount of the dissipated energy. The DSI technique enables quantitatively to determine the indentation work, which is needed for the plastic, elastic and fracture deformations. Therefore the fracture toughness of the thin film or the film-substrate interface may be estimated from the analysis of the energy dissipated during the indentation and from the AFM scans of the indentation prints.

3D images of indentation prints were carried out by atomic force microscope (AFM) Explorer in contact mode were used for comparison of the contact and residual areas and study of indentation geometry (pile-ups at edges, anisotropic plastic deformation). Nanocomposite  $CN_x/SiO_y$  films were used to illustrate nanoindentation („force-distance mode“ - FD), imaging of the contrast in local elastic properties („modulated force mode“ - MFM) and imaging of the material contrast in „lateral force mode“ - LFM.

If radial/median cracking or interfacial fracture of coating/substrate system occurs, the fracture toughness of films and film/substrate interface could be estimated from the analysis of the energy dissipated during the indentation according to Malzbender [4]. The area between the loading and unloading curves gives the total amount of irreversible dissipated indentation work  $\Delta W_{int}$ . Fracture of the coating/substrate interface appears immediately as a jump on the loading curve. This effect enables to determine the critical indentation load  $L_c$  /critical depth  $h_c$  / for creation of an interfacial crack (delamination). The *interfacial energy release rate*  $G_{int}$  can be obtained on the basis of the indentation work  $\Delta W_{fr}$  needed for creation of delaminated area with radius  $c$  (Figs. 2 and 3). The *interfacial fracture toughness*  $K_{int}$  may be calculated according to following formulae:

$$G_{int} = \frac{\Delta W_{fr}}{\pi c^2}, \quad K_{int} = \sqrt{G_{int} E_{int}}, \quad \frac{1}{E_{int}} = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{E_f} + \frac{1}{E_s} \right). \quad (4)$$

Here  $E_{int}$  is the so called *interfacial elastic modulus* defined by Hutchinson and Suo [5].  $E_f$  is the film elastic modulus and  $E_s$  the substrate elastic modulus.

The growth of the interfacial crack with the increasing load may be described according to the relationship between the radius of the delaminated area  $c$  and the indentation load  $L$ :

$$\chi_{rm} L/c^{1.5} = K_{int} - 2\sigma(c/\pi)^{0.5} \quad (5)$$

Here  $K_{int}$  is the interfacial fracture toughness,  $\sigma$  the residual stress and  $\chi_{rm}$  is a surface material characteristic [4].

The interfacial fracture toughness was calculated also from the formula according to Thouless [5] as follows:

$$K_{int} = \frac{0.792 H \sqrt{(1-\nu^2)} t}{[1 + \nu + 2(1-\nu) H c^2 / L]} \quad (6)$$

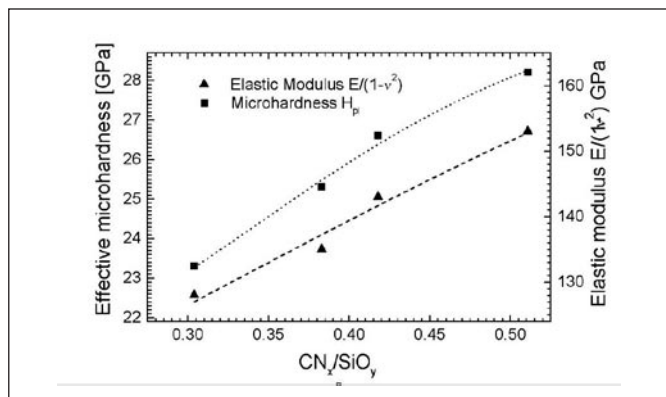


Fig. 2 The dependence of the effective (or apparent microhardness) on the film composition

Here  $c$  is the radius of the delaminated area,  $t_f$  is the film thickness,  $L$  is the applied load and  $H$  is the hardness.

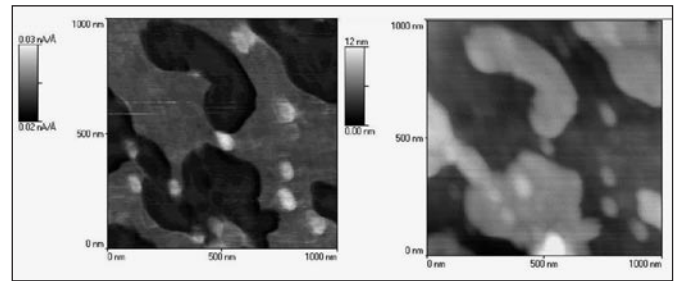


Fig. 3 Force modulation (left) and topography (right) image of 700 nm thick  $CN_x/SiO_y$  coating prepared using ICP at  $P = 3$  kW and  $Q_{N_2} = 3$  sccm

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 2. shows the results from the results of microindentation tests carried out on nanocomposite  $CN_x/SiO_y$  coatings prepared in inductively coupled discharge at the same applied power  $P = 3$  kW and nitrogen flow rate  $Q_{N_2} = 3$  sccm, but with different deposition time. There was a composition gradation (increase in  $CN_x$  fraction and decrease in  $SiO_y$  fraction) in films. The increase of  $CN_x$  fraction in films causes increase in both, the effective (or apparent) microhardness and the elastic modulus. The gradient in mechanical properties can prevent cracking and delamination of the coating caused by tangential stresses at the interface due to different property characteristics of the film and the substrate.

Series of AFM images were taken by different modes of AFM operation, such as contact mode, force modulation mode and lateral force mode, to illustrate the change in the surface properties with deposition conditions. The combination of measurements on microscale (depth sensing indentation test, conventional microhardness test) and nanoscale (AFM) gave us complex characterization of the mechanical properties of the deposited films from the surface and near surface up to interface of the coating and the substrate. The AFM images in Figures 3 and 4 confirmed that the coatings exhibited composite structure consisting of separate domains of  $CN_x$  and  $SiO_y$ . The modulated force images taken in contact mode AFM, where the intensity corresponds to the local elastic properties of the coating surface, revealed the nanocomposite and graded character of the films.

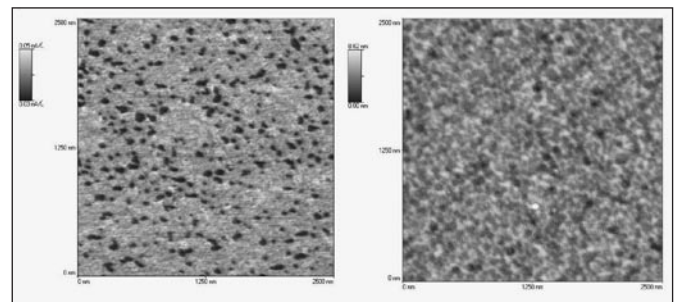


Fig. 4 Force modulation (left) and topography (right) image of 4000 nm thick  $CN_x/SiO_y$  coating prepared using ICP at  $P = 3$  kW and  $Q_{N_2} = 3$  sccm

The combined AFM and DSI study enabled us the complex mechanical characterization of the  $SiO_2$  films deposited from mixture of HMDSO and oxygen in a helicon reactor operated in inductive mode. The films were deposited in continuous and pulsed mode. We investigated the influence of the plasma-off time on the film mechanical properties. In Figure 5. the dependences of the universal hardness  $HU$  on the relative indentation depth  $h_{rel}$  ( $h_{rel}$  is

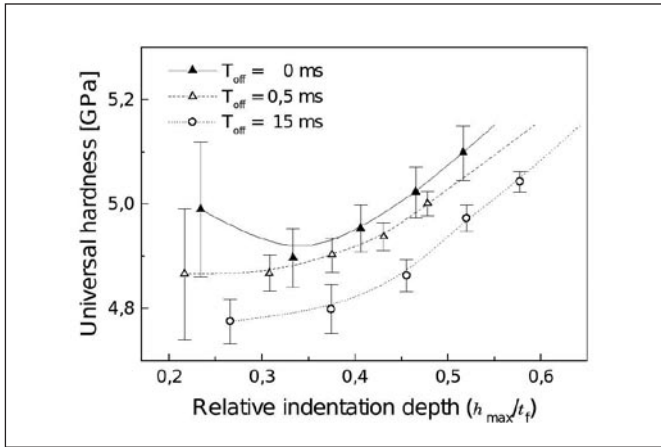


Fig. 5 The dependence of the universal hardness  $HU$  on the relative indentation depth (maximum indentation depth  $h_{max}$  to film thickness  $t_f$  ratio)

the maximum indentation depth  $h_{max}$  to film thickness  $t_f$  ratio) for films prepared in continuous and pulsed ( $T_{off} = 0.5$  and  $15$  ms) mode are compared. The films exhibited surprisingly high universal hardness in the range from  $4.7$  to  $5.0$  GPa compared to the fused silica ( $HU \div 4.0$  GPa). This high hardness value may be explained pointing out the fact, that the films exhibit high compressive stress, which increased the resistance of the films against plastic deformation. The existence of compressive stress in films was proven by wafer curvature measurement carried out on the basis of interferential Newton rings. In Figure 6 is shown that the compressive intrinsic stress has decreasing tendency with increasing  $T_{off}$ . This fact agrees with the results of the hardness measurement. The universal hardness as well as plastic hardness showed decreasing tendency with the increasing  $T_{off}$ . The hardness values corrected to the real contact depth are summarized in Table 1. The differences in the elastic modulus dependence on the relative indentation depth  $h_{rel}$  were

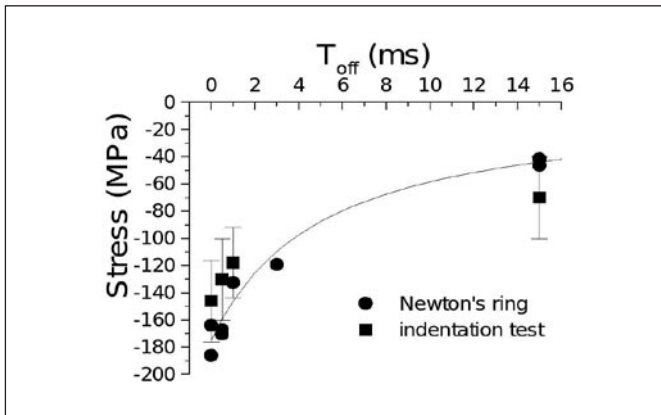


Fig. 6 Dependence of the intrinsic stress on the off time  $T_{off}$

negligible. The films were highly resistant against delamination. The interfacial fracture began, when the indentation depth almost reached the film/substrate interface. This fact may be illustrated using the dependence of the differential hardness  $\partial L/\partial h^2$  ( $L$  is the applied load and  $h$  is the indentation depth) on  $h_{rel}$ . The sudden jumps on the curves in Figure 7 belong to the initiation of the interfacial fracture. 3D AFM images of the indentation prints in Figure 8 illustrate the indentation response of the film prepared with  $T_{off} = 0.5$  ms before and after interfacial fracture. The buckling of the film around the indentation print after interfacial fracture is due to compressive stress. The compressive stress influences also the dimension and the growth of the separated area at the film/substrate interface.

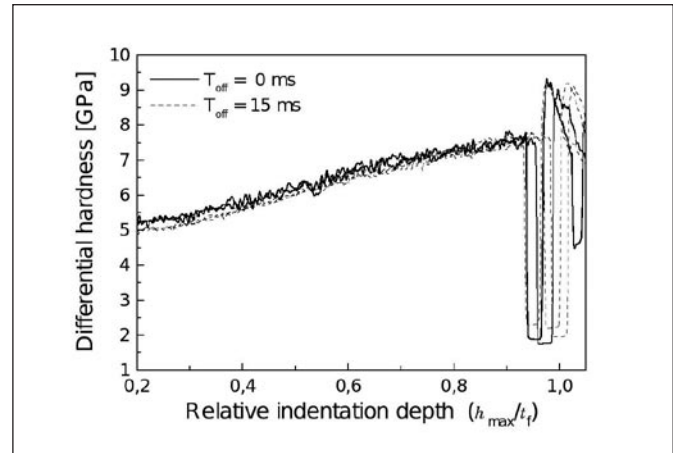


Fig. 7 Examples of the differential hardness dependence on the relative indentation depth for film prepared in continuous and pulsed ( $T_{off} = 15$  ms) mode

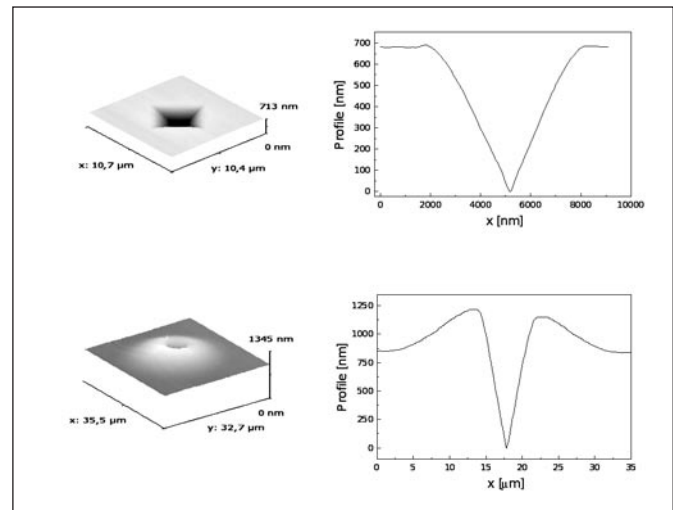


Fig. 8 Examples of 3D AFM images and profiles of the indentation print before (top) and after interfacial fracture (bottom)

Table 1 Summarization of the results obtained using the depth sensing indentation test.  $H$  is the film hardness,  $E$  is the Young modulus,  $K_{int}$  is the interfacial fracture toughness calculated using two different methods [E] and [F] and  $\sigma$  is the estimated intrinsic stress.

$T_{off}$ [ms]	$t_f$ [ $\mu$ m]	$H$ [GPa]	$E$ [GPa]	$K_{int}$ [F] [MPa m <sup>0.5</sup> ]	$K_{int}$ [E] [MPa m <sup>0.5</sup> ]	$-\sigma$ [MPa]
0	1,180	12.5±0.5	80±3	1.3±0.1	0.88±0.12	146±30
0,5	1.289	11.7±0.5	77±3	1.0±0.2	0.80±0.10	130±30
1	1.214	11.7±0.7	78±3	0.9±0.1	0.73±0.11	118±26
15	1.064	10.7±0.8	76±3	1.1±0.1	0.70±0.06	98±13



The results of interferometry studies of intrinsic stress (Figure 6) confirmed our previous estimations based on indentation tests. We estimated the internal stress and the interfacial fracture toughness on the basis of the study of the interfacial fracture initiation and growth (Figure 9).

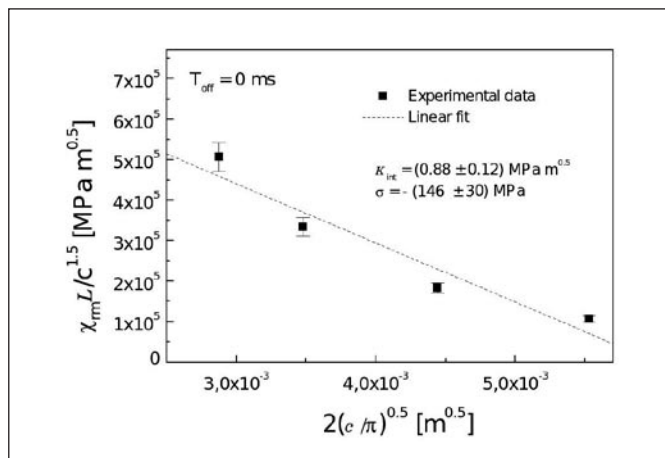


Fig. 9 Illustration of the fracture toughness and internal stress estimation from the relationship between the radius of the delaminated area  $c$  and the indentation load  $L$

The values of  $K_{int}$  were found to be in the range from 0.70 to 0.88  $\text{MPa m}^{0.5}$  with the first method and in the range from 0.9 to 1.3  $\text{MPa m}^{0.5}$  with the second method. The difference may be explained pointing out the fact that the first method is based on the growth of the delaminated region with the applied load; the second method was used immediately after achieving the critical load for creation of an interfacial crack. The results obtained from the depth sensing indentation test are summarized in Table 1.

V. Buršíková, Department of Physical Electronics, Faculty of Science, Masaryk University, Kotlářská 2, 611 37 Brno, Czech Republic,  
P. Klapetek, Department of Physical Electronics, Faculty of Science, Masaryk University, Kotlářská 2, 611 37 Brno, Czech Republic,  
A. Bousquet, Institute des Matériaux Jean Rouxel – Laboratoire des Plasmas et des Couches Minces, CNRS-Université de Nantes,  
2 rue de la Houssinière, BP 32229 44322 Nantes Cedex  
M. Eliáš, Department of Physical Electronics, Faculty of Science, Masaryk University, Kotlářská 2, 611 37 Brno, Czech Republic

## Z technické knihovny

**Jiří Bajer: Mechanika 1 a 2, 1. vyd. Univerzita Palackého, Olomouc, 2004. Brožovaná 322 + 458 stran, cena 348,50 Kč + 473 Kč.**

Osvědčenou vstupní branou do úspěšného studia fyziky je klasická mechanika. Proto je předmětem zájmu vysokoškolského studia fyziky hned v prvních semestrech; jak se posluchač naučí a jaký vztah získá k mechanice, tak bude později přistupovat k oborům dalším i k celé fyzice. Proto je třeba právě jí věnovat maximální pozornost, ale také udělat vše pro získání intelektu i srdce nastupující generace. Tato recenze dvoudílné „Mechaniky“ mladého univerzitního profesora Univerzity Palackého v Olomouci, RNDr. Jiřího Bajera, CSc., chce především upozornit na fakt, že toto nové dílo splňuje všechny uvedené požadavky srchovaným způsobem, neboť z každé stránky je patrná jak mimořádná matematická erudice autora, tak hluboké filozofické a historické pojetí celé problematiky, což činí látku oproti tradičním učebnicím nejen velmi srozumitelnou, ale i neotřelou a zajímavou.

## 4. CONCLUSION

The depth sensing indentation technique combined with AFM studies was introduced as a very sensitive tool for characterization of mechanical and tribological properties of thin films at nanometer scale. Lateral differences in surface composition of  $\text{CN}_x/\text{SiO}_2$  films were imaged and the graded and composite character of these films was confirmed using modulated force mode of AFM.

The effect of deposition conditions on mechanical properties of  $\text{SiO}_2$  films deposited in a helicon reactor operated in inductive continuous and pulsed mode was investigated. The higher hardness achieved in continuous mode compared to the pulsed mode was explained by the effect of higher compressive stress of 185 MPa. A decrease of the internal stress with off-time in case of constant on-time was observed for films prepared in pulsed discharge using both, interferometry and combined DSI and AFM tests.

## Acknowledgement

The present work was supported by contract MSM:0021622411 of the Ministry of Education of the Czech Republic and by contract GACR 106/05/0274 of scientific Foundation of the Czech Republic.

## References:

- [1] Pharr G. M., Oliver, W. C., Brotzen, F.R., J. of Materials Research 7(3) (1992) 613-617
- [2] Oliver, W. C. and Pharr, G. M. J. of Mater. Res., 7, (1992), 1564-1583
- [3] Steer T. J., Möbius G., Kraft O., Wagner, T. And Inkson B. J. MRS Symposium Proceedings Volume 649, Q371-Q376
- [3] Anstis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B.R., Marshall, D. B., J. of American Ceramic Society 64 (9) (1982), 533-543
- [4] Malzbender, J., de With, G., den Toonder, J. M. J. Thin Solid Films 366 (1-2) (2000) 139-14
- [5] Thouless, M. D., Acta Metallurgica 36, (1988) 3131-5

První svazek obsahuje 1. Úvod do fyziky, kapitoly 2. Prostor, čas a hmota, 3. Vektory a souřadnice, 4. Kinematika, 5. Statika a 6. Dynamika hmotného bodu. Tématika druhého svazku je patrná z názvu kapitol 7. Relativita pohybu a setrvačné síly, 8. Dynamika soustavy hmotných bodů, 9. Dynamika tuhého tělesa, 10. Srážky a rázy, 11. Analytická mechanika, 12. Úvod do astronomie, 13. Planety a modely kosmu, 14. Gravitace. Na uvedené svazky v budoucnu naváže Mechanika 3, jež má pokrývat mechaniku kontinua a nauku o vlnění s akustikou. Z celého díla je patrné zcela nové pojetí fyzika, znalého všech současných problémů moderní fyziky, což činí z knihy pozoruhodnou věc i pro učitele středních a vysokých škol, kteří mají co činit s fyzikou. V závěru celého díla bych pak doporučil připojit seznam literatury, případně i seznam několika „písmenkových“ korektur.

Závěr: škoda, že jsem neměl tuto knihu v době svých studií před půl stoletím a šťastni ti, kteří ji již dnes mají.

RNDr. Vladimír Malíšek, CSc.

K dostání např. v Prodejně skript a učebnic VUP, Biskupské náměstí 1, 771 11 Olomouc, e-mail: prodejna@vupnw.upol.cz, fax: 585 631 786, tel.: 585 631 783.

## Scanning thermal microscopy – theory and applications

*In this article the theoretical background and some results of the scanning thermal microscopy analysis of artificial structures are presented. It is shown that at the absence of surface roughness the SThM can be used to obtain reliable material contrast images both in temperature and conductivity contrast mode. However, roughness and other topographical features can influence the thermal data in a strong way. It is illustrated that this effect can be partially removed by using neural network approach for modelling the thermal signal using the topography data. The illustration of this approach is presented in the analysis of geometry of the examples selected in this article.*

### INTRODUCTION

During last twenty years scanning probe microscopy (SPM) has become one of the widely used and developed methods for characterizing surface structure of solid materials. Between its many extensions and modifications the scanning thermal microscopy (SThM) was found to be a very promising method for studying the properties of surfaces formed by more different materials [1-3].

Scanning thermal microscopy is a technique very similar to atomic force microscopy (AFM). The feedback and probe movement mechanism is exactly the same as in AFM. SThM also produces within each measurement the topography AFM data. Moreover, in SThM the tip is formed by an element that can detect local temperature at the surface. Moreover, SThM tip can also be employed for local heating the surface and therefore it is possible to detect a signal that is proportional to local thermal conductivity of the material of the sample.

The interpretation of signals corresponding to thermal properties of sample is very often complicated by the fact that finite size of SThM tip influences not only the topography itself (which is known as „tip convolution“) but also the other physical quantities studied and this influence is often even much stronger than the tip influence on topography data. This is the reason why most of the interesting applications of the scanning thermal microscopy are related with perfectly flat surface and interface systems. However, as the real samples are very often rough there is a strong need for correcting the topography artefacts from SThM data.

In this article results concerning SThM studies of different artificial structures are presented. It is shown that the reliability of the results strongly depends on the surface morphology, namely in presence of surface roughness. Results of topography effect removal from scanning thermal microscopy (SThM) using method developed by Price [4] will be shown too. It is namely found that in many cases this method can be effectively used to improve the SThM data. This statements is especially true in the cases when surface roughness properties are homogeneous over the sample.

### SAMPLE PREPARATION AND EXPERIMENTAL ARRANGEMENT

For all the SThM measurements the atomic force microscope Explorer (Thermomicroscopes) with SThM extension was used. Standard Wollaston wire (5 micrometers diameter) thermal probes were employed for thermal measurements. Both temperature and conductivity contrast mode was used for all the measurements within this work.

In the temperature contrast mode, the thermal probe is used as resistance thermometer. Changes in the probe temperature cause the probe's resistance to change. The thermal probe is one of the legs of

a Wheatstone bridge. A constant current passes through the bridge. As the temperature of the probe changes, the corresponding change in probe resistance changes the voltage balance of the bridge. In this way it is possible to acquire information that is related to local temperature at the area of probe.

In the conductivity contrast mode, the resistive element of the thermal probe is used as a resistive heater. As in the temperature contrast mode it is one of the legs of a Wheatstone bridge, however, in this case self-heating of the probe is desired. In the conductivity contrast mode, the control circuit uses a feedback loop to adjust the voltage applied to the bridge in order to keep the probe at constant temperature. This mode can be therefore used for measuring local changes in thermal conductivity or thermal capacitance of the area that is in contact with probe.

In this article we have used three kinds of artificial structures used in microelectronics and solar cell industry. First of all we have studied microchip surface in three different stages of process of its creation. Note that all the described stages of the chip processing were measured on one concrete silicon wafer. This was enabled by fact that different size of masks used in technology of microchip creation caused differently processed areas to appear at the wafer edge. There were three stages identified on the wafer and these stages obviously corresponding to these technological operations:

1. creation of patterned SiO<sub>2</sub> structure
2. coverage by aluminium layer
3. patterned etching of aluminium layer

The microchip surfaces were also measured using scanning electron microscope Jeol JSM-6460 with Oxford Instruments energy dispersive analyser INCA Energy.

Second we have studied metallic contacts on back side of p-i-n solar cell. Solar cells were deposited by RF glow discharge in ARCAM reactor [5]. The back side electrode which consists of few nanometers of Cr layer deposited on silicon was studied.

Finally, we have studied surface of gas analysis sensor. Its surface is formed by pattern of platinum electrodes. Moreover, the sample can be heated itself by using resistance heating that is located at the back side of the sample.

### DATA PROCESSING

Neural networks (NN) were applied to many physical and data processing applications in past years [6,7]. Neural network approach to data analysis and modelling is very effective especially in the applications where physical relations are too complex for analytical solution, however, in large sets of inputs and outputs representing these relations can be measured experimentally. The

problem of topography effect removal from thermal data in SThM has exactly these properties as both the tip and surface geometry is generally unknown and the relation between apparent surface conductivity, tip-sample thermal conductivity and surface geometry is very complex.

Neural network is usually formed by set of input and output nodes that are interconnected and multiplied by weights (small real numbers). Simplest neural network (with no hidden layer) would thus output only a weighted sum of inputs. The analytical capability of such oversimplified neural network would be rather poor therefore one or more sets of hidden nodes (interconnected with input and output nodes) are usually added into the network. The crucial point of neural network use is setting the weights of the nodes. This is usually done in a iterative training process that uses known sets of inputs and outputs and adjusts the weights to optimize neural network performance.

Within the topography effects removal we have used simple feedforward neural network trained with backpropagation algorithm. The network had input layer consisting of 16 height differences corresponding to characterization of the closest neighbourhood of certain point in the topography image, one hidden layer of typically 10-15 neurons and output layer representing the modeled thermal output value. The network was trained using several sets of images representing thermally homogeneous material (with topography artefacts only) to simulate the topographic artefacts in a good way.

To process the SThM data we applied following steps within the measurement:

Set of SThM and topography images was measured on part of surface of uniform material (usually at the same sample where material is homogeneous). Measured surface was chosen to have roughness with similar statistical properties as the roughness at the area of interest has.

1. Neural network was trained to produce thermal data output from the topography measurement described above.
2. SThM and topography image was measured at the area of interest producing thermal data that are highly influenced by tip/sample local geometry.
3. Neural network was used to simulate thermal signal from the topography image of area of interest. The simulated signal was subtracted from measured SThM signal.

It was found that for randomly rough surfaces even one image of homogeneous material was enough to train the neural network properly. However, for patterned structures several more images were necessary for the training step.

## RESULTS AND DISCUSSION

In *Fig. 1* the AFM/SThM images of gas analyzer at temperature of 100 °C are presented. The SThM data were measured in temperature contrast mode. It can be seen that the higher areas corresponding to platinum electrodes exhibit slightly higher temperature than the ceramics areas. This can be explained by higher radiation losses of the ceramics comparing to platinum at high temperatures leading to lower temperature near ceramics surface.

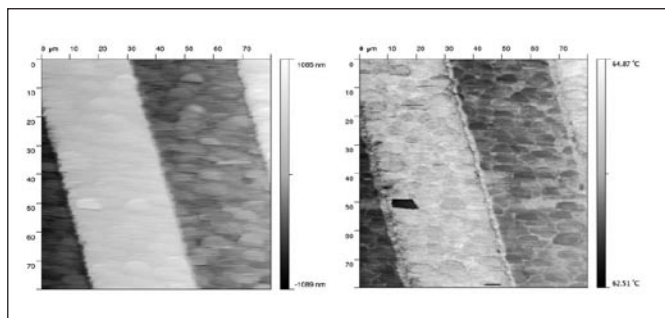


Fig. 1 topography (left) and temperature contrast image (right) of gas analyzer surface at temperature of 100 °C

In *Fig. 2* the SThM results measured at the same sample area for three different sample temperatures are presented. Ceramics is always the part in the middle of the image. It can be seen that the thermal signal for room temperature (where temperature should be same for whole surface) is higher at the ceramics part of the sample. For temperature slightly above room temperature the sample behaves homogeneous. Both the facts can be explained by the effect of self-heating probe by the measuring current and laser optical closed loop system and different thermal conductivity of both the materials.

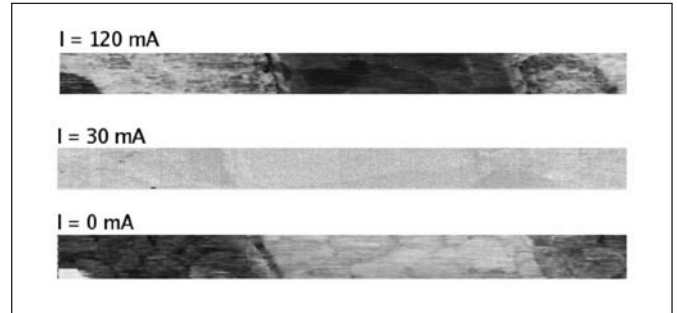


Fig. 2 a) temperature contrast image of gas analyzer surface at the same point corresponding to temperature (0 mA), 30 °C (30 mA) and 100 °C (120 mA)

In *Fig. 3* the AFM/SThM image of microchip surface after technological stage of creation of patterned SiO<sub>2</sub> layer is presented. The image is accompanied by microprobe analysis of the same part of surface (see *Fig. 4*). We can clearly see that the areas where SiO<sub>2</sub> is deposited have lower thermal conductivity than the silicon areas. We can also see several topography related artefacts at the material borders, however, the rest of images is free of defects. It is therefore clear that SThM can be effectively utilized for material contrast imaging on surfaces having flat boundaries.

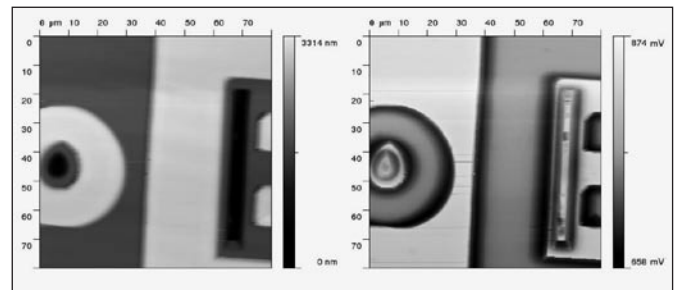


Fig. 3 a) topography image of microchip surface in stage 1 (see text), b) local conductivity contrast image

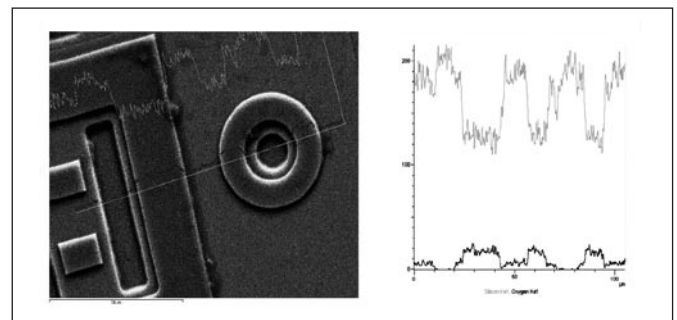


Fig. 4 a) SEM image of microchip surface in stage 1 (see text) with plotted profiles used for microanalysis and superimposed microanalysis graph, b) microanalysis graph showing chemical composition of sample across the plotted profile (gray line – silicon, black line – oxygen)



In Fig. 5 the image of the microchip surface after next stage of technological process, i.e. aluminium deposition, is shown. We can see that the roughness of the aluminium layer leads to large topography related artefacts within the thermal data. The microprobe analysis, however, shows that the surface material is homogeneous from the chemical point of view. This homogeneity can be evidently seen at the thermal image.

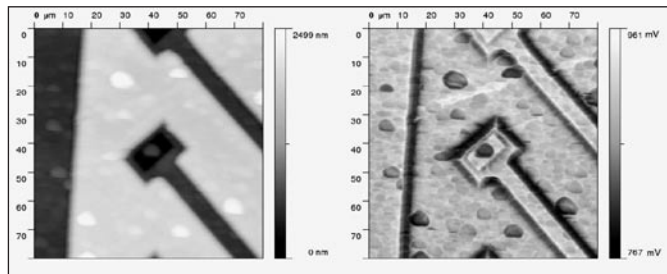


Fig. 5 a) topography image of microchip surface in stage 2 (see text), b) local conductivity contrast image

In Fig. 6 the last studied stage is presented. Here some parts of aluminium were etched to form metallic contact between different parts of microchip surface. We can see that there are several topography artefacts both in the aluminium surface and all the material boundaries. Moreover, we can see that the aluminium surface seems to have lower thermal conductivity than that expected. We suppose that this effect is mostly caused by the fact that the thermal conductivity of contact between probe and sample depends highly on surface roughness. Measured thermal conductivity of randomly rough aluminium surface is therefore smaller than measured thermal conductivity of perfectly flat silicon or silicon dioxide. Relative thermal conductivities of these kinds of materials are therefore uncomparable in this case.

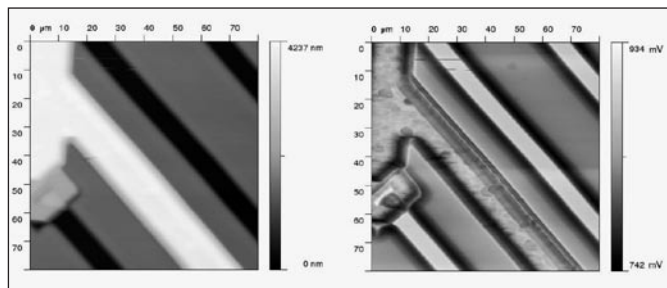


Fig. 6 a) topography image of microchip surface in stage 3 (see text), b) local conductivity contrast image

In Fig. 7a, b the topography and SThM image of solar cell electrode is presented. It is seen that in this case the topography artefacts related to surface roughness highly influence the thermal image. In Fig. 7c the thermal image corrected using neural network method is presented. It is apparent that the topography influence is highly reduced and the electrode can be clearly seen.

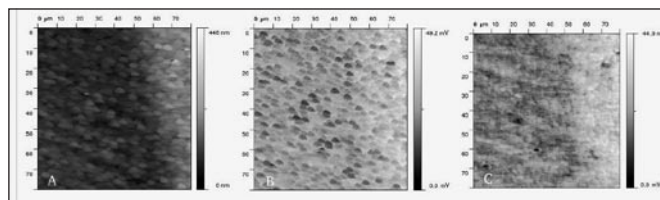


Fig. 7 a) topography image of solar cell contact boundary b) local conductivity contrast image, c) corrected conductivity contrast image

## CONCLUSION

In this article the results of scanning thermal microscopy analysis of different surface structures were presented. Both temperature contrast and conductivity contrast modes were used.

It was found that the material contrast images could be corrupted by the topography artefacts, namely in the case that the junction conditions between tip and sample is varying. In the case that the surface topography is relatively homogeneous (e. g. for the randomly rough surface) it is possible to remove this effect in a sufficient way by using neural network approach. However, for surfaces with largely varying both material and topography properties this correction can be more complicated and would need much larger number of measurements in order to train the neural network properly.

## Acknowledgements

This work was supported by Ministry of Industry and Commerce of Czech Republic within the program TANDEM under contract No. FT TA/094 and Ministry of Education of Czech Republic under contract MSM 00216 124 11.

## References

- [1] L. Shi, A. Majumdar, in Applied Scanning Probe Methods, ed. H. Fuchs, S. Hosaba, B. Bhusan, 327 (2003)
- [2] H. M. Pollock, A. Hammiche, J. Phys D: Appl. Phys., 34 (2001) R23
- [3] A. Majumdar, Ann. Rev. Materials Science, 29 (1999) 505
- [4] D. M. Price, "The Development & Applications of Micro-Thermal Analysis & Related Techniques", PhD. thesis, Loughborough University, Loughborough, U.K. (2002)
- [5] Roca i Cabarrocas, P., Chévrier, J.B., Huc, J., Lloret, A., Parey, J. Y., and Schmitt, J.P.M.: J. Vac. Sci. Technol. A9 (1991) 2331
- [6] M. Egmont-Petersen, D. de Ridder, H. Handels, Pattern Recognition 35 (2002) 2279
- [7] I. E. Lagaris, A. Likas, D. I. Fotiadis, Computer Physics Communications, 104 (1997) 1

## Biological applications of AFM Explorer – our experiences

*This paper reviews some applications of Atomic Force Microscopy (AFM) in biology, mainly from AFM laboratory of Department Experimental Physics using AFM Explorer. We discuss the differences between AFM and electron microscopy and practical limits to using AFM in biology. Topographical and non-topographical studies are reviewed, but we concentrate first of all on topographical studies. In topographical studies, results on molecules, cells or tissues can provide high-resolution images, and allow structural changes to be observed over time. The continuous development of new applications in AFM shows that it is a rapidly maturing technology, which still holds large potential for biological research in the future, specifically in medicine.*

### 1. INTRODUCTION

Atomic Force Microscopy (AFM) is proving to be a powerful tool for biologists due to its ability to produce high-resolution images of a wide variety of biological samples at near-native conditions and to measure nanoNewton forces. Now AFM is providing scientific results in biology. The data being produced is often unique, in large part due to the AFM's ability to operate in a near-native, liquid environment.

Principles and techniques of AFM are well known. A sharp tip is scanned across the sample surface. This tip is attached to a very flexible cantilever and the interactions between the tip and the sample induce the cantilever to deflect. To detect the cantilever motions most commercial AFMs use an optical lever detection system. In this system, a laser beam is focused on the back of the cantilever. The reflected beam is directed to a position sensitive photodetector. Motion of the cantilever is translated into a motion of the laser spot on the diode. This is in turn converted to an electrical signal. During the scan, a feedback loop is used to control the deflection of the cantilever. When the cantilever deflects in response to interactions with the sample, the feedback loop responds by changing the z position (height) of the sample to bring the deflection back to the "setpoint". Commonly, the z-feedback signal is converted into a three dimensional topographic image of the surface by the software. This principle corresponds to "contact mode", in which a constant cantilever deflection is maintained. This is the most commonly used technique by AFM users. However, biologists are most often using "tapping mode" to obtain images.

In biology, the samples studied by the AFM are typically soft and fragile compared to other materials. It is also often difficult to immobilize these samples tightly on a surface without damaging them or changing their structure. For these reasons, contact mode is often not the best technique. The lateral forces applied on the sample with the tip can perturb the sample, or even damage it. One solution to this problem was the invention of tapping mode, where the tip is oscillating while scanning the surface.

The tip is intermittently touching the surface and the contact time is too short for the vertical forces to exert as much of an effect as in contact mode. Lateral forces are also significantly decreased. This technique is less subject to drift problems. The feedback loop of the microscope controls the amplitude of the cantilever oscillations. To oscillate the probe, most microscopes use a piezo-ceramic, which can be inserted inside the cantilever holder or just underneath the cantilever. Although tapping mode requires a slower scan rate, it does allow for more biological samples to be imaged. *Fig. 1* shows comparison of image of endothelial cells in contact (a) and tapping (b) modes.

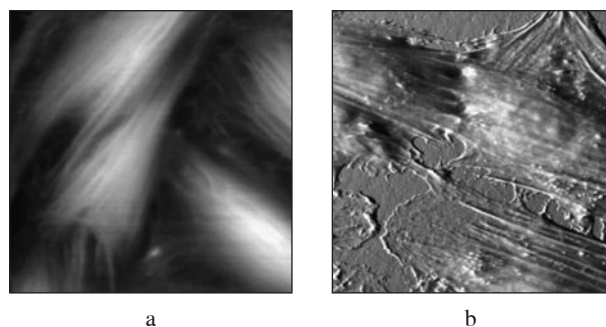


Fig. 1 Endothelial cells, a) contact mode, b) tapping mode

### 2. EXPERIMENTAL SYSTEM

AFM Explorer with liquid scanners provides biologist's familiar environment for AFM work by integrating the AFM with standard inverted optical microscopes. Because optical microscopes view the sample from underneath, manipulating samples and aligning the AFM probe over structures of interests is easy and convenient. We are using setup, which is illustrated on *Fig. 2*. Two used liquid scanners are shown on *Fig. 3*.



Fig. 2 AFM Explorer on the preparation table of inverted light microscope Olympus IX 70

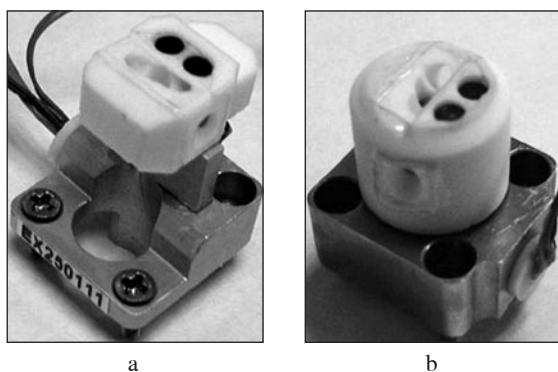


Fig. 3 Cross scanner (a – scan range 100  $\mu\text{m}$ ) and tube scanner (b – scan range 2  $\mu\text{m}$ )

### 3. ADVANTAGES OF ATOMIC FORCE MICROSCOPY OVER ELECTRON MICROSCOPY AND LIMITS OF AFM

EM is a widely used technique, which is well known by all biologists. To understand AFM, it can be useful to compare these two techniques, even if they are completely different and should only be considered as complementary.

Almost all AFM techniques useful for biologists can be performed in liquid. This is a major advantage of AFM, which can image “living” samples and avoid artefacts resulting from dehydration. The development of environmental EM still does not allow to image samples in completely wet conditions. It is possible with AFM to regulate the atmospheric conditions when not working in liquid, such as the humidity level, or working under a gas of choice. The temperature can also be controlled, in order to preserve living samples or to study the effect of temperature on a sample.

AFM is relatively non-destructive. Samples can be imaged repeatedly. For instance, a cell culture can be observed over time to study the action of a drug. This is also true because the sample preparation for AFM imaging is less drastic than for EM. In particular, samples do not need to be frozen, coated with a carbon/platinum film or stained for better contrast.

AFM provides real topographic images of the sample surfaces in three dimensions, with a vertical resolution as small as 1 nm. Besides providing topographic data, AFM can also bring other information such as mechanical properties of the samples.

AFM can be coupled to other techniques such as fluorescence microscopy and other optical techniques, in order to simultaneously obtain different types of information on the samples. Finally, from a practical point of view, AFM is a small instrument, which does not require as much space as an EM, and does not include the troublesome maintenance of a vacuum system.

#### Limits of AFM in Biology

One big issue for biologists who are using an AFM is to immobilize their samples on a surface. Very often this surface is mica because it is atomically flat, clean when just cleaved, and its composition and structure are well known. Some samples do not spontaneously adhere. For example, to bind DNA molecules onto a mica surface, since both entities are negatively charged, cations can be added to the buffers, which can make a “bridge” between the molecules and the mica. To image proteins, it is usually better to use a pH buffer lower than the isoelectric pH of the proteins, in order to create more positive charges at the surface of the proteins and to promote their binding to the negative charges on mica.

Using other surfaces is sometimes necessary. Silanization of mica is a good way to create positive charges on surfaces. Other possible supports are silicon or gold. Gold is especially interesting because it is possible to covalently bind proteins, or “linkers” like PEG polymers on it, via thiol groups. This is a way of producing functionalized surfaces to perform specific recognition between molecules.

The vertical range in AFM can be a limit for researchers who are working on tall samples like cells. Tip contamination is often problematic, as biological samples can easily detach from the supports (in the case of proteins for example). “Debris” coming from the samples themselves can contaminate the tips. There are different ways to clean a tip of organic contaminants before using it, but there is no good way to avoid tip contamination. The interaction between a soft sample and the tip is also difficult to understand and it is not always clear to decide how much the tip is perturbing the sample. The interpretation of the data must be done carefully. It is essential to always take into account any possible compression or distortion of the sample due to the forces applied by the tip.

### 4. AFM AS AN IMAGING TECHNIQUE IN BIOLOGY

Applications of AFM in life sciences are very broad. Studies extend from single molecules to tissues, in all domains of research and medicine, including material sciences and biomaterials. AFM is used as a microscope to obtain images of the sample surfaces. It is also utilized to assess mechanical properties of molecules and surfaces. Samples can be stationary, but they may also be “in motion” on a support, as is the case for crystal growth or living cells. We are proposing here a review of studies performed in the life sciences with concentration to results from AFM Explorer.

#### 4.1 Molecules - Nucleic acids

AFM has been used to visualize a large variety of isolated molecules, mainly proteins and DNA molecules. Tapping mode in liquid has been a major improvement and has allowed for an increase in the resolution.

DNA molecules were among the first bio molecules studied with AFM. DNA is an important molecule in biology, the structure has been determined by other techniques, molecules are relatively strong (compared to proteins for example) and all kind of different molecules are commercially available. Researchers discovered relatively early that DNA molecules (which are negatively charged) will adhere to a mica surface (negatively charged as well) by adding cations ( $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) to buffer solutions. Fig. 4 shows DNA plasmid pRW 3822, imaged on “liquid APTES” modified mica surface.

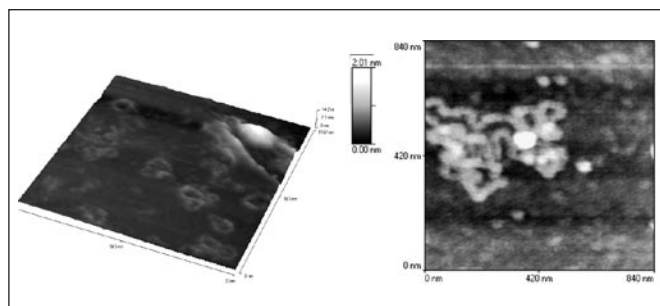


Fig. 4 3D and 2D view of DNA pRW 3822

Chromosomes have also been extensively studied with AFM (human, plant). Chromosomes are used for genetic studies, but most of the current techniques are optical and require staining. The hope is to utilize AFM in order to improve the resolution and understand chromosome structures, and ultimately to use these data for medical diagnosis.

#### 4.2 Molecules - proteins

A large number of proteins have been imaged, in air or in liquid, at ambient temperature: collagen molecules, lysozyme, ferritin, antibodies, proteasome, albumin, myosin, actin, fibrinogen, etc. In general, proteins are deposited from a solution onto a support, typically mica. The incubation time is about half an hour, but can extend up to 24 hours.



### 4.3 Biopolymers – contact lenses

AFM is a very interesting tool to image biopolymers. Currently, one of the most popular contact lenses has a water content of 58% (pHEMA). When used as contact lenses, the tendency of pHEMA-based hydrogels to undergo surface desiccation during wear can lead to a decline in ocular comfort. This situation may be exacerbated in cases where dry eye symptoms are prevalent due to accelerated tear film evaporation or diminished tear production.

AFM experiments have been performed to characterize the properties of polymer/liquid and polymer/polymer interfaces, focusing on hydrogel materials. A method was developed to study the surface properties of hydro gel contact lens materials at various hydration conditions. Fig. 5 compares desiccation of contact lens (a) and well imaged surface of pHEMA contact lens.

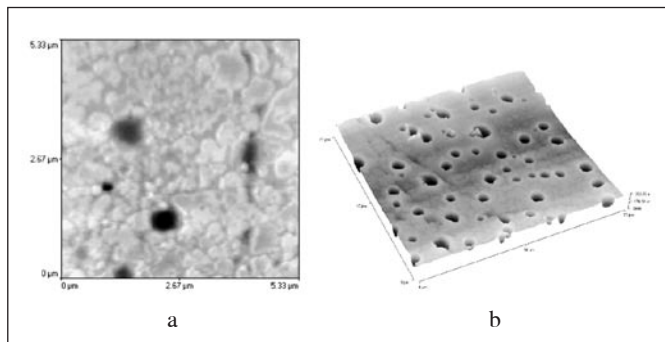


Fig. 5 Surface of pHEMA contact lens – a) desiccation, b) true imaged surface (scan range 20  $\mu\text{m}$ )

### 4.4 Membranes

Cell membranes or nuclear membranes can be isolated and deposited on mica to be observed with AFM. AFM was able to detect pores on the cytoplasmic face of cell membranes. The action of drugs, ions, hormones or radiation on membranes can also be visualized.

### 4.5 Cells

AFM can provide data on the structure of cells that are adherent to a surface, in particular their cytoskeleton and submembrane structures. Dried or fixed cells have been imaged in air and information about the sub cellular structures has been obtained. To be imaged under liquid, cells need to be bound to a substrate. In most cases, cells in culture are adherent sufficiently on the Petri dishes. Adding molecules like collagen, poly-L-lysine, entactin, laminin, etc. also promotes the adhesion of cells onto the Petri dish. Red blood cells can be imaged easily in air, but tend to desorption from their support in liquid. As well as animal cells, plant cells and their submembrane structures can be imaged. Fig. 6 shows isolated cell of algae.

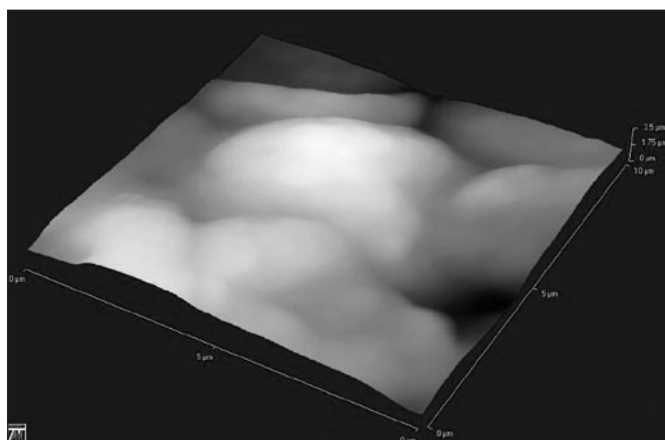


Fig. 6 Isolated cell of algae

### 4.6 Tissues

Tissues are in general difficult to image with AFM. They are often very soft and rough, and any fibrillar structure, such as nerve tissue or extracellular matrix, can trap the tip.

Harder tissues can be studied with AFM with less complicated preparation. AFM is providing important information on dental tissues. AFM is very suitable to study hair structure. Hair can be immobilized onto a surface covered with epoxy resin and imaged under liquid. The action of hair care products was observed, as well as morphological changes that happened under atmospheres of defined humidity. Plant tissues, although very rough, have the advantage of being relatively hard.

Sealing of the open dentinal tubules by laser radiation have been studied in our laboratory. Dentin as a basic matter of a human tooth is formed from an inorganic hydroxyapatite from approximate 70%. About 20% volume consists of organic materials (mostly collagen fibre) and remaining 10% is water. Inside the dentine are dentinal tubules with aperture ranging from 10 nm to 3  $\mu\text{m}$ , see Fig. 7a and b.

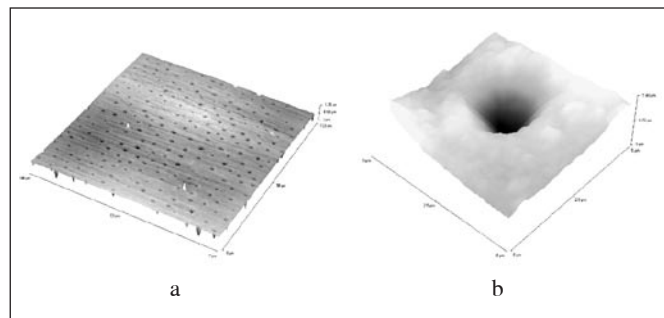


Fig. 7 Dentin surface (a – scan 100  $\mu\text{m}$ , b – scan 5  $\mu\text{m}$ )

The openings of dentinal tubules on the surface are normally covered by enamel or cementum. However, these protective layers can be lost under certain condition and then a fluid flow along these open tubules caused by mechanical, chemical or thermal stimuli can result in uncomfortable pain. One of the possibilities how to remove this problem is to melt a dentine surface using laser radiation, see Fig. 8.

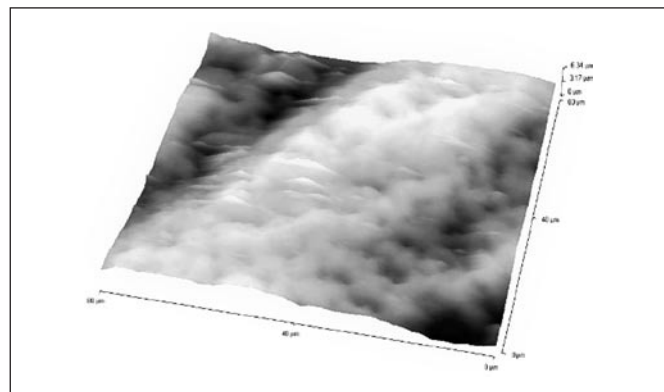


Fig. 8 Closing of dentinal tubules by laser radiation with dose 200 mJ/puls. (Scan range 100  $\mu\text{m}$ )

## 5. AFM AS A NON-IMAGING TECHNIQUE

AFM is more than a microscope that provides topographical data about samples. In „force mode”, the movements of the AFM cantilever can be used to measure forces. A wide range of applications includes measuring intra- and inter-molecular forces, and measuring viscoelastic properties of the samples. The cantilever can also sense the motions of samples, which is interesting to detect molecular or cellular motions in a very unique way.

During the retraction part of a force curve could be measured unbinding forces. To perform these experiments a functionalized (ligand) tip is approached to a coated (receptor) surface. The cantilever deflection corresponding to the adhesion in the force curve is directly related to the unbinding force.

Researchers are also exploring the area of intermolecular forces. Some authors have unfolded a long muscular protein (titin), by attaching one end to a gold surface, and pulling on the other end of the molecule with a cantilever. The force curves typically showed periodic sawtooth-like peaks (Fig. 9). Each peak was attributed to the unravelling of an individual globular domain in the titin molecule.

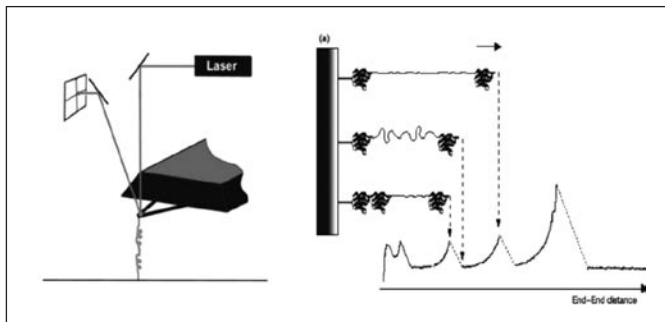


Fig. 9 The principle of the intermolecular forces measurement

Mapping the functional groups on a surface is also possible with this type of force measurements. In this case, a functionalized tip can detect adhesion and frictional forces on organic surfaces.

#### Mechanical properties of the samples

When the AFM tip is pushing against a surface during a “force curve” cycle, the indentation depth of the tip in the surface relates to the vertical force and depends on the mechanical properties of the surface. In biology, researchers are using this method to quantify the viscoelastic properties of samples like living cells. But an important issue in biology is to determine the point of contact between the tip and a soft sample.

#### Molecular and cellular motions

The AFM probe can also be positioned over the surface of a molecule or a cell. By recording the movements of the cantilever, the spontaneous motion (or natural fluctuations) of the sample can be detected. A few authors have used this technique to detect the activity of lysozyme molecules, the motion of urease, IgG, microtubules and the activity of potassium channels. Recently, some authors also used this technique to probe the pulses of cardiomyocytes. They recorded the different amplitudes and frequencies for each membrane contraction depending upon the location of the tip over the cells.

#### 6. CONCLUSION

AFM brings unique data to the biologists, especially because it is working in liquid, with a high resolution, on “native” samples. From molecule to tissue studies, from high-resolution imaging to force measurements, the data are always in constant progress. AFM images show a lateral resolution of less than 1 nm and movies of dynamics events can be recorded in real-time.

Progress in the results will come from better probes, like single-wall carbon nanotubes tips, or sharper tips. Improvements will also come from better sample preparations, which are still often unknown or insufficient. Finally, the limits of AFM in biology are becoming clearer, which helps researchers in defining and reaching their goals.

#### Literatura:

- [1] Kubínek, R., Vůjtek, M., Zapletalová, Z., Holubová, R., Kolařová, H.: Biologické aplikace AFM. Čes. čas. fyz. 2/2003, svazek 53, 109-113.
- [2] Zapletalová, Z., Kubínek, R., Vůjtek, M.: AFM vyšetření dentinového povrchu. Česká Stomatologie 104/52, č.5, 2004, 180-185.
- [3] Zapletalová, Z., Kubínek, R., Vůjtek, M., Novotný, R.: Examination of dentin surface using AFM (our experience). Acta Med (Hradec Králové) 2004, 47, No.4, 343-346. ISSN 1211- 4286

doc. RNDr. Roman Kubínek, CSc., Katedra experimentální fyziky Přírodovědecké fakulty Univerzity Palackého v Olomouci. Tř. 17. listopadu 50, 772 00 Olomouc, e-mail: kubinek@optnw.upol.cz

## Přírůstky knihovny SPIE/CS

- |  |   |
|--|---|
| 1039 Interferometry XI: Applications<br>(10-11 July 2002, Seattle, USA)<br>Vol. 4778   | 1044 International Optical Design Conference 2002<br>(3-5 June 2002, Tuscon, Arizona, USA)<br>Vol. 4832     |
| 1040 Surface Scattering and Diffraction<br>for Advanced Metrology II<br>(9 July 2002, Seattle, Washington, USA)<br>Vol. 4780                                     | 1045 Particle Astrophysics Instrumentation<br>(22-23 August 2002, Waikoloa, Hawaii, USA)<br>Vol. 4858       |
| 1041 Applications of Digital Image Processing XXV<br>(8-10 July 2002, Seattle, Washington, USA)<br>Vol. 4790   | 1046 High-Power Lasers and Applications II<br>(15-18 October 2002, Shanghai, China)<br>Vol. 4914            |
| 1042 Fifth International Conference on Vibration Measurements<br>by Laser Techniques: Advances and Applications<br>(18-21 June 2002, Ancona, Italy)<br>Vol. 4827 | 1047 Lasers in Material Processing and Manufacturing<br>(16-18 October 2002, Shanghai, China)<br>Vol. 4915  |
| 1043 Third International Symposium on Laser Precision Micro-<br>fabrication<br>(27-31 May 2002, Osaka, Japan)<br>Vol. 4830                                       | 1048 Holography, Diffractive Optics, and Applications<br>(15-17 October 2002, Shanghai, China)<br>Vol. 4924 |
|  | 1049 Optical Design and Testing<br>(15-18 October 2002, Shanghai, China)<br>Vol. 4927                       |

# nanoDAC Deformation Measurements Utilizing Load State Micrographs

*The authors present a digital image correlation (DIC) tool, which allows to measure deformation fields on micro and nano system components under thermal and/or mechanical impact. Load state micrographs are used to extract displacement and strain fields. An earlier developed DIC concept for that purpose has been extended from SEM to AFM imaging. As a consequence ultimate measurement resolution can be achieved by AFM imaging. The application of DIC techniques on AFM base is illustrated for the investigation of thermal deformations on microsystem structures as well as for the evaluation of microcracks from crack opening displacements.*

**Keywords:** DIC, strain measurement, microsystem, AFM

## 1. INTRODUCTION

Recent advances in micro and nanotechnology, as well as the development of new electronics, MEMS and sensor devices, have led to a strong need in material and mechanical component characterization on micro and even nano scale. Through it measurement of strains and stresses are a key issue for mechanical characterization and property determination. Different methods have been developed in the past, among them build-in stress sensors [1,2], Moiré techniques [3], strain measurement by digital image correlation (DIC) methods [4], Raman spectroscopy for stress analysis [5] and interferometric tools [6] are involved. New developments have led to a significant downscaling of measurement resolution, so making use of higher resolution imaging for DIC [7,8] or Moiré [9].

In order to meet future demands of micro and nanotechnology the DIC method [4] has been extended by the authors to Scanning Force Microscopy (SFM). This allows significantly to downscale spatial and displacement measurement resolution. Now deformation fields can be analyzed with nanoscale spatial resolution, which makes possible to investigate nanoscale structured components. This feature is demonstrated by the analysis of microcracks and the determination of fracture mechanics parameters from crack tip opening fields obtained from AFM scans. Furthermore, thermally induced deformations on a sensor membrane have been studied utilizing AFM scans under thermal conditions.

## 2. DEFORMATION FIELD MEASUREMENTS USING SFM LOAD STATE IMAGES

DIC deformation measurements on microscopic objects have been established at the Fraunhofer IZM as *microDAC* (micro Deformation Analysis by means of Correlation Techniques) and were described in many publications, e.g. in [4,10]. The method has been applied mainly by using SEM and optical microscope images. Within the last two years this method has been extended to nanoscopic imaging equipment [11,12].

The new nanoDAC approach just as microDAC bases on cross correlation analysis on common 8bit bitmaps provided from different type of Scanning Force Microscope (SFM) scans. Most of these images picked up by SFM's exhibit very local natural pattern. In many cases these unique pattern maintain during load and can be recognized by image processing algorithms after load. Cross correlation analysis is an appropriate tool to extract incremental in-plane displacement values of such local object structures. Performing the analysis over a whole dense set of pattern, displacement fields are determined within the SFM scan area. This image processing allows to measure displacements even with subpixel accuracy. I.e. in terms of image pixels the displacement measurement method is

more accurate than the imaging itself. Considering the principally high sensitivity of non contact SFM scanning, at least for almost all cases local object structures can be provided, which are sufficient for correlation analysis. Moreover, real 3D displacement and deformation measurements can be undertaken on nanoscopic object sizes, if in-plane displacement fields and differential surface profiles are extracted from the same topography scans.

In comparison with former measurements treating optical or SEM micrographs some initial difficulties had to be overcome, which correspond to the extreme magnification and stability requirements in SFM equipment. This concerns the stability and reproducibility of the AFM image scan itself, as well as to the extreme stability of the object needed over the image capture interval. The first problem implies an appropriate choice of AFM equipment with sufficient scanner stability, but also a high level of vibration and acoustic isolation of the AFM equipment. The second problem must be solved by a respective design of the loading stages and procedures, which allow to freeze load states for at least the necessary scan time. An alternative can be the compensation of object drifts by their permanent monitoring and subsequent numerical elimination from displacement fields.

Measurement resolution for in-plane displacement components equals

$$\delta u_{x,y} = (l_{x,y} / m_{x,y}) k \quad (1)$$

where  $l_{x,y}$  is the scan length (absolute values) in x and y in-plane directions.  $m_{x,y}$  is the amount of image pixels along  $l_{x,y}$  and  $k$  stands for the subpixel resolution of the correlation algorithms applied. Extended tests have shown that subpixel accuracy equal or less than 0.1 is feasible for moderate scan sizes (2 ... 10  $\mu\text{m}$ ) with non contact topography and phase detection modes of commercial AFM equipment. Consequently, a displacement resolution less than 1 nm can be achieved with the method by using 256 x 256 pixel scans.

## 3. DEFORMATIONS MEASUREMENTS ON A MICRO SENSOR MEMBRANE

Thin layers used in sensor and MEMS technology undergo local stresses remote from elastic material behavior, where permanent device alterations are feared after each load cycle. Nowadays, responses of submicron and nanomaterials to applied external loads from temperature, vibrations, or chemical agents are not well understood. The same is true for actual failure mechanism and damage behavior. Moreover, quite often those structures escape from simple continuum mechanics and failure modeling and from respective numerical simulation, because material properties on micro and



nano scale are not yet known or described in available databases. Furthermore, they may change over exploitation time. Due to this facts efforts have to be made to gain a better understanding of the material responses in submicron and nano regions [12,13].

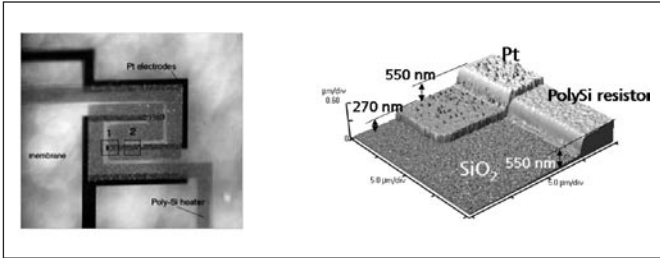


Fig. 1 Left side: microscopic image of a flow and gas sensor membrane, overall membrane thickness: approx. 2 μm, field of view: approx. 500 μm; right side: SFM topography scan of the gas sensor depicting the Pt layer on top of the SiO<sub>2</sub> membrane and part of the Poly-Si heater embedded, Source: [14]

This section refers to an AFM based deformation analysis on a gas sensor membrane. Sensors with local temperature regulation such as the gas sensor shown in Fig. 1 are usually thermally loaded with rapid and frequent change in temperature. This thermal cycling and the temperature gradients over the structure imply thermal stresses and may cause failure of the component [14] (see also Fig. 2). In the operation mode of the gas sensors thermal stresses are induced due to the activated PolySi microheater.

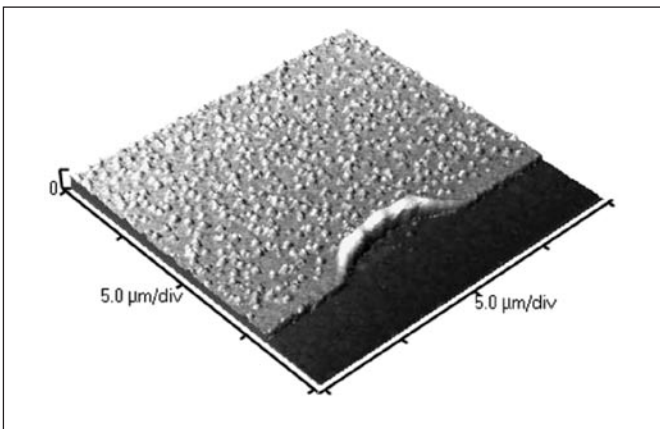


Fig. 2 SFM topography scan of membrane layers after tempering at 450 °C, Pt electrode destruction at edge and corners

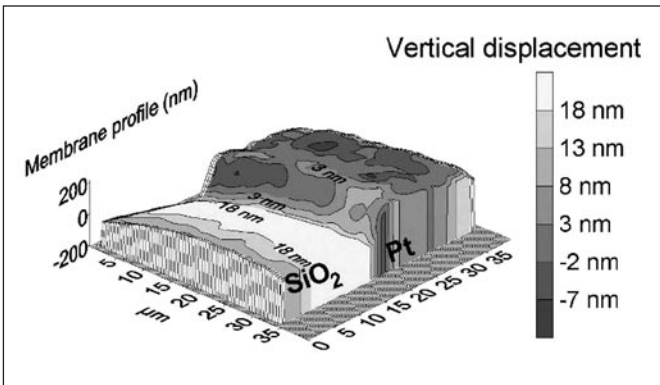


Fig. 3 Residual sensor deformation after a heat cycle (SFM based deformation measurement), 3D plot shows part of the membrane layer profile, the coloring (gray scale) indicates the remaining vertical deformation after a heat cycle

With in-situ SFM measurements on this microsystem material deformations resulting from mismatch of material properties have been investigated. The height information of the SFM topography images before and after loading is analyzed for evaluation of movements or deformations in the z-direction. In-situ measurements of thermal deformations by AFM on the top of the sensor membrane have revealed a high value of remaining deformations even after a single heat cycle (25 to 100 °C). Inelastic strains remain after cooling down to room temperature (Fig. 3). They can be the reason for more severe layer deterioration, if higher temperature pitch is applied.

Fig. 4 shows the in-plane displacement field achieved by means of DIC analysis from the comparison of two SFM scans (from the same part of the membrane as in Fig. 3). It can be seen that the platinum electrode expands towards the uncoated SiO<sub>2</sub> membrane base. Obviously this is due to the significantly larger CTE value of Pt in comparison with SiO<sub>2</sub>.

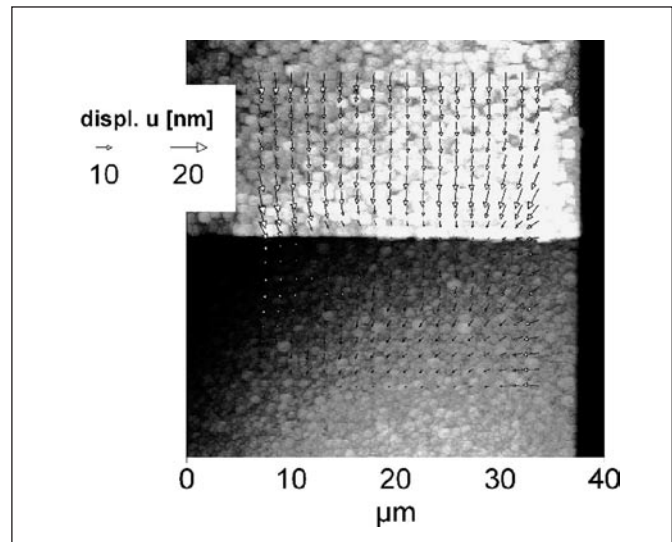


Fig. 4 Displacement vectors determined by a nanoDAC measurement, deformation caused for heating up the membrane from room temperature to 100 C (upper bright material: Pt on top of SiO<sub>2</sub>, lower dark material: SiO<sub>2</sub>)

#### 4. MICROCRACK EVALUATION FROM CRACK TIP OPENING DISPLACEMENTS

Tiny defects or cracks present in micro electronics components can lead to severe crack propagation and complete failure if electronic devices are stressed. Because of intrinsic stress sources, like e.g. thermal material mismatches, also the change of environmental conditions (temperature, pressure, mechanical vibrations) can initiate fatal crack propagation. Experimental crack detection can be a crucial issue having in mind original crack sizes of about some micrometer. These cracks will open under subcritical load only some tens of nanometers or even less. Their detection is possible by nanoDAC displacement measurements. Fig. 5 shows as an estimation made by Finite Element Simulation for a typical case. The crack opening displacement of the microcrack in a chip passivation layer is as small as 20 nm for the critical load of the die bending. Fig. 6 shows an example of potential initial cracks, which are introduced in Si chip edges after wafer dicing.

Furthermore, the determination of real crack load in stressed components or devices can be a tough job, if ample data on material laws and properties required for Finite Element Analysis is uncertain. In this case it could be easier to determine fracture parameters from crack opening displacements, where material data is needed only for the adjacent to the crack materials. Taking into consideration the mentioned problems, attempts have been made

to measure parameters of simple fracture criteria like, e.g., stress intensity factors. The results are described below in more detail.

nanoDAC measurements of stress intensity factors are accomplished under the following assumptions, which have been made:

- linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) can be applied within the measurement area and for the applied loads,
- the specimen consists of homogeneous material,
- mode I and II mixing is allowed loading the component / specimen,
- the crack is parallel to the horizontal x-axis.

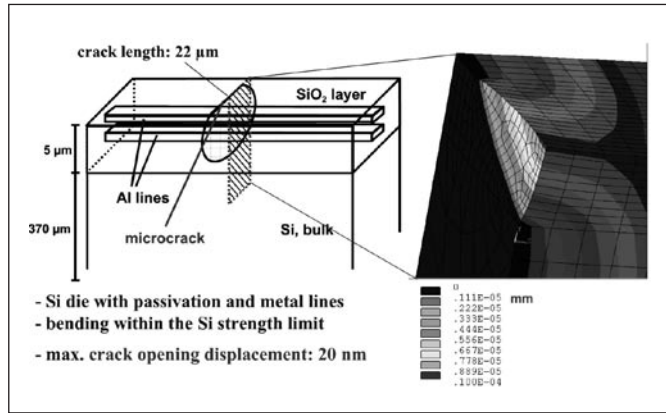


Fig. 5 Finite Element Simulation for a microcrack opening, crack location inside a chip passivation layer

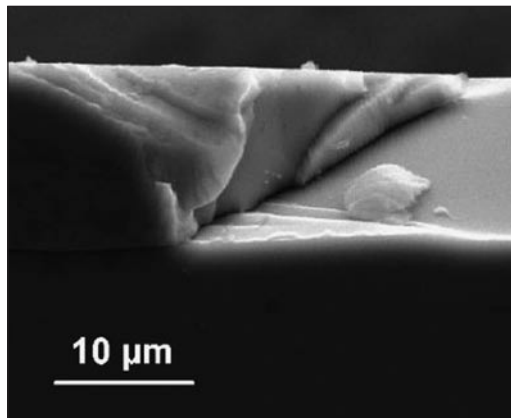


Fig. 6 Example of initial cracks occurring after wafer dicing at die edges

In order to determine the mode I stress intensity factor crack opening displacements  $u_y^u$  and  $u_y^l$  have been measured along both the upper and lower crack boundaries. If determined by LEFM they must equal to the values of Table 1.

Table 1 Crack opening displacement in LEFM for infinite bulk material and mode I crack opening

	$u_y^u = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{x}{2\pi}} (k+1), \quad u_y^l = -\frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{x}{2\pi}} (k+1) \quad \text{for } x \leq 0$ $u_y^u = u_y^l = 0 \quad \text{for } x > 0 \quad (2)$
--	--

In formula (2) E is the Young's modulus,  $\nu$  the Poisson ratio,  $K_I$  the stress intensity factor and k a function of elastic material properties, somewhat different for plane stress or plane strain state. Taking the square of the difference of upper and lower displacements we obtain a linear function of the x-coordinate or 0, in dependence, at which side of the crack tip we are:

$$\left( \frac{u_y^u - u_y^l}{2} \right)^2 = Cx \quad x \leq 0 \quad (3)$$

$$= 0 \quad x > 0$$

Expression (3) does not change if specimen rotation due to load is included into the consideration. In this case equal rotational terms are subtracted from each other. For the formula above, the crack tip is set at position  $x = 0$ . The crack tip position on the real specimen can be found from the interception of a linear fit of the curve  $Cx$  with the x-coordinate axis. The incline C allows to estimate the stress intensity factor  $K_I$ , which is a measure of the crack tip load.

$$K_I = \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{k+1} \sqrt{2\pi C} \quad (4)$$

Examples of used AFM images captured under mechanical load are given on Fig. 7.

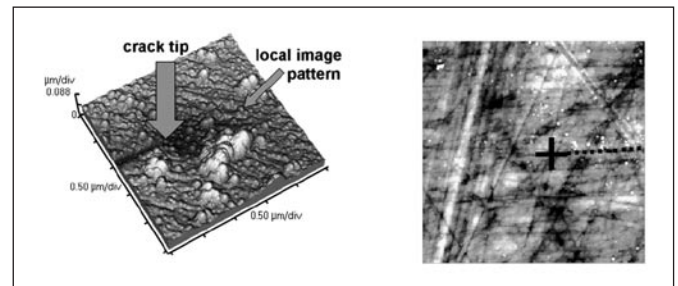


Fig. 7 Examples of typical AFM scans with crack used for nanoDAC analysis, right side: AFM image (size: 25 x 25 μm<sup>2</sup>) with crack boundary line (.....) and crack tip position determined from the displacement fields (+)

Fig. 8 shows the ideal (theoretical) and the measured  $u_y$  displacement fields. Maximum crack opening in the measurement area is about 20 nm only (at the area edge). The stress intensity factor was estimated from the measured displacement field as  $K_I = 0.0098 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Comparing this value with the critical stress intensity factor  $K_{IC} \approx 0.6 \text{ MPa m}^{1/2}$  of the material, it should be mentioned that the applied crack load was about 1/60 of the critical value. The studied crack was characterized by a particular mode mixity. The stress intensity factor  $K_{II}$  for mode II crack opening has been also measured, but now making use of  $u_x$  values (displacements in crack direction) along the crack boundaries.

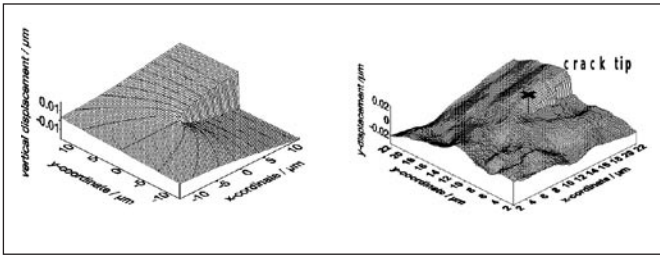


Fig. 8. Displacement measurement from AFM images at the crack tip position, displacement fields  $u_y$  (component perpendicular to the crack boundaries), a – theoretic field from LEFM analytical solution for mode I crack opening, b – measured from AFM topography scans (25  $\mu\text{m}$  x 25  $\mu\text{m}$  image size)

Fig. 9 shows an example of determined incremental stress intensity factors from crack opening displacements computed from SFM images making use of formula (3) and (4).

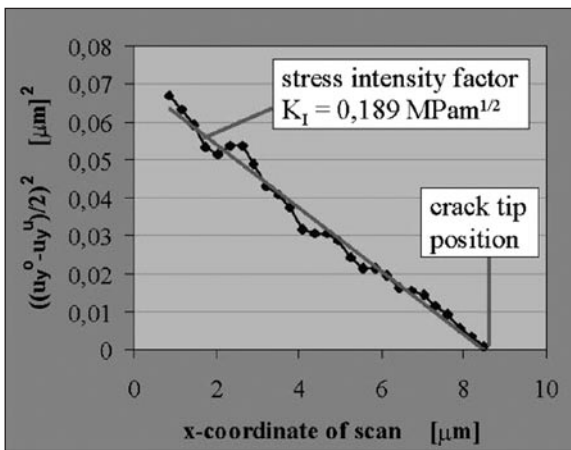


Fig. 9 Determination of stress intensity factors from crack tip displacement fields, obtained by AFM imaging

Materialized fracture toughness values to a large extent depend on the material damage mechanisms in the highly stressed, sub-micron crack tip region. So nanoscale modified or filled composite materials or nanoalloys are developed to improve thermo-mechanical material properties. nanoDAC deformation measurements are one tool giving access to phenomenological studies of material damage behavior of this kind of materials.

## 5. CONCLUSIONS

It has been shown that DIC algorithms applied to AFM and FIB load state images are a useful tool to measure deformation fields in very local regions on microsystems. Examples as deformation studies on microcracks and on thin sensor membranes illustrate potentials for application.

## References

- [1] The MEMS handbook, ed. by M. Gad-El-Hak, CRC Press, Boca Raton, 2000.
- [2] Jaeger, R. C., Suhling J. C., "Advances in stress test chips", Proc. of 1997 ASME Int. Mech. Eng. Congress and Exp., Dallas, 1997, Nov. 16-21, EEP-Vol. 22, AMD-Vol. 226: 1-5.
- [3] Miller, M.R., Mohammed, I., Dai, X., Ho, P. S., "Study of thermal deformation in underfilled flip-chip packages using high resolution Moire interferometry", Proc. of MicroMat 2000, Berlin, 2000, April 17-19, pp. 174-179.
- [4] Vogel, D., Kühnert, R., Michel, B., "Strain Measurement in Micrometrology", Int. Symp. on Photonics and Applications at the ISPA '99, Singapore, 1999, Nov. 29 – Dec. 03, Proc. of SPIE, Vol. 3897, pp. 224 – 238.
- [5] De Wolf, I., Chen, J., Rasras, M., Merlijn van Spengen, W., Simons, V., „High resolution stress and temperature measurements in semiconductor devices using micro-Raman spectroscopy“, Int. Symp. on Photonics and Applications at the ISPA '99, Singapore, 1999, Nov. 29 – Dec. 03, Proc. of SPIE, Vol. 3897, pp. 239 – 252.
- [6] Cote, K.J., Dadkhah, M.S., "Whole Field Displacement Measurement Technique Using Speckle Interferometry", Proc. of ECTC, Las Vegas, 2000.
- [7] Vogel, D., Michel, B., "Microcrack Evaluation for Electronics Components by AFM nanoDAC Deformation Measurement", Proc. of IEEE-NANO, Maui, Hawaii, 2001, Oct. 28-30, pp. 309-312.
- [8] Knauss W. G., Chasiotis, I., Huang, Y., "Mechanical measurements at the micron and nanometer scales", Mechanics of Materials Vol. 35 (2003), pp.217 –231.
- [9] Xie, H., Li, B., Geer, R., Xu, B., Castracane, J., "Focused ion beam Moiré method", Optics and Lasers in Engineering Vol. 40 (2003), pp.163 –177.
- [10] Vogel, D., Grosser, V., Schubert, A., Michel, B., „MicroDAC strain measurement for electronics packaging structures“, Optics and Lasers in Engineering, Vol. 36 (2001), 195 – 211.
- [11] Vogel, D., Michel, B., "Microcrack Evaluation for Electronics Components by AFM nanoDAC Deformation Measurement", Proc. of IEEE-NANO, Maui, Hawaii, 2001, Oct. 28-30, pp. 309-312.
- [12] Vogel, D., Gollhardt, A., Michel, B., "Micro- and nanomaterials characterization by image correlation methods", Sensors and Actuators A, Vol. 99 (2002), pp. 165-171.
- [13] E. Soppa, et. al: Experimental and numerical characterization of in-plane deformation in two-phase materials, Computational Material Science, Vol. 21, 2001, pp. 261-275.
- [14] J. Puigcorbé, A. Vilf, J. Cerdí, A. Cirera, I. Grícia, C. Cané and J. R. Morante: Thermo-mechanical Analysis of Micro-drop Coated Gas Sensors, Sensors and Actuators A, Vol. 97, 2002, pp. 379-385.



## Shape effects and nanoindentation

*The driving force for decreasing the impression dimensions in hardness tests is the need for accurate measurement methods to determine mechanical properties of thin layers. Up to date nanoindentation equipment and evaluation methods have made it possible to determine the mechanical properties using impressions with dimensions well below the limit of 1  $\mu\text{m}$ . Roughness of the sample and pile-up and sinking-in effects influence rather heavily the data have been measured. The combined application of nanoindentation and atomic force microscopy (AFM) makes the study of these effects possible.*

**Keywords:** Nanoindentation, Composite hardness, Young's modulus, pile-up, thin film

### INTRODUCTION

A long time ago hardness test was used as a test for purity, or as an art of chemical analysis: the gold coins were tested for softness by biting them, and minerals for hardness by scratching them. This tests were based on the experience; that pure, original gold or silver coins are soft, while the counterfeit alloyed ones are much harder. Pure, more expensive minerals and gemstones are harder as a rule of thumbs. This investigation inspired the development of the first so called scientific hardness test, the Mohs scratching scale, ranging from the soft talc to the hard diamond, first of all for controlling the quality of gemstones.

Modern hardness test technique was developed around 1900 as a quick, inexpensive, quantitative materials testing method. The procedure for this test method is as follows: at first a hard indenter body of standardised shape is pressed by a predefined load into the sample, than this indenter is removed from the impression caused by the loading and finally the size of the arisen crater is measured. The hardness is equal to the so-called contact pressure, which is the maximal load over the cross section or the projected area of the relaxed indent crater. The load is a slowly lowered weight and the contact area is determined by measuring optically the dimensions of the indent's impression.

With the development of instrumented hardness test the aim of the test was shifted from determination of chemical or mineralogical quality to easy measurement of mechanical properties. As the thickness of the tested plates or coatings decreased in the past decades, the technique has been changed for enabling measurements with smaller and smaller loads and shallower and shallower penetration depths. The first milestones of this development is the development of micro-hardness test i.e. the combination of an optical microscope with the hardness tester. The second milestone the development of the nanoindentation method as a depth sensing test technique. The driving force in this technical evolution was the rule of thumb, which means, that the thickness of the measured material should be at least 10 times thicker than the penetration depth of the indenter.

The term of nanoindentation was not only used for the above described procedure. An other group of scientist used this term for describing a slightly different process, which now could be called the bottom up route of the development of nanoindentation. As the scanning tunneling microscope was developed in the early eighty's of the last century, the tip of this instrument was used for characterizing the surface mechanical properties. At the very beginning the tip crash into the sample was an avoidable malfunction of the control system of the instrument, demaging both the tip and the sample. However, later the tip crash and the imaging of the damaged area was used to characterize the material displacement on this small scale, and this process was also called as nanoindentation. The main difference between these top down and bottom up developments is

that the depth sensing hardness test is a quantitative measurement technique, while the tip crash nanoindentation is a qualitative characterization method.

### THE DEVELOPMENT OF NANOINDENTATION METHOD

The first milestone in developing the nanoindentation technique was a paper of Oliver's group (1). A lot of instrumental and indenter problems were discussed in it and it is pointing toward the possible solution too, to the usage of area function. The main idea behind the area function is the calculation of the contact area; instead of it's measurement. The cross section – relaxed penetration depth function of the indenter is determined experimentally (to avoid errors caused by rounding of the indenter tip, by wear, and other geometrical uncertainties) and is used to calculate the relaxed contact area using the penetration depth at zero load on the unloading curve.

The next milestone was the work of the Nix's group (2) and that of Oliver & Pharr (3), by developing the depth sensing hardness test method. Nix and his co-workers introduced the area function of the indenter, although the calibration of this function was not solved. They also introduced the determination of the Young's modulus from the slope of the unloading curve, from the so-called contact stiffness. This method was influenced heavily by the instrumental noise. Oliver & Pharr introduced the nanoindenter as an instrument, and they developed the standard method used even nowadays. The fitting of a power function to the unloading curve, using its derivative at maximal load as contact stiffness, and its intersection with the X axis as contact depth, solved the problems of noise, which was the main problem in Nix's group's method.

The process of nanoindentation hardness measurement is as follows: the indenter is pressed into the sample by a predefined (usually linear) load-time or load-penetration program, and followed by a holding and unloading periods. The hardness is defined as the (above described) contact pressure. The two main ideas making possible this measurement are the calculation method of contact area, and the independence of contact pressure on the actual shape of indenter. Due to the properties of plastic deformation, i.e. that after onset of the plastic deformation the exact shape of the indenter do not influence significantly the measured contact pressure, the spatial extension of the plastic zone under the indent is depending only on the area of contact between the indenter and the sample.

The evaluation of the nanoindentation hardness measurement is as follows: First of all the load and penetration data are recorded as time functions, than the so-called loading curve is plotted as penetration depth - load function. The unloading arm is fitted with a power function ( $P = A(h-h_0)^m$ ), in order to determine the contact depth, (the depth of the indented impression at zero load) and the contact

stiffness, (the derivative of the function at peak load). Contact area is calculated as the cross section of the indenter body at contact depth ( $h_c$ ) distance from its peak. Hardness is calculated as maximal load over contact area and Young's modulus is proportional to the contact stiffness over square root of contact area ratio.

In nanoindenter design two types of load cells and displacement sensors are currently competing. Inductive cell and sensor generally helps in construction of more rigid instrument frames, while for miniaturization of the construction the capacitive designs are advantageous. The instrument we used in this work is a Nanoscope IIIa scanning probe microscope equipped with a Dimension 3100 AFM head and with a Hysitron TroboScope nanoindenter head. Replacing the two heads against each other makes it possible to image nanoindentation impression with the AFM head. The Triboscope head is also able to image the sample surface, but imaging with the same tip, with which the indentation was made, distorts the image. The imaging speed is also should be held at very slow scanning frequencies because of the relatively heavy mass of the indenter tip-actuator assembly. The images acquired by the AFM were than evaluated by a software developed in our laboratory (4;5).

### ACCURACY

Nanoindenters usually have a maximal load of 15 – 2000 mN and a maximal depth of penetration in the range of 5 nm – 500  $\mu$ m. Force resolution is not better than 0.1% of the force range and the displacement resolution is said to be about 0.05-0.3 nm. This later date could not be the real resolution; it is much more the value of the last significant bit of the displacement signal. The real, physical resolution of an instrument working in laboratory environment should not be considerably better than the thickness of a monolayer of water on the sample surface (0.15 nm)! The real resolution is also influenced by the experimental circumstances such as roughness, indenter rounding and other shape anomalies and the surface energy of the sample.

In indentation experiments the area of the sample is enlarged locally, new surface is formed, which requires an increase in the surface free energy. This energy is supplied by the indentation process, but while it is not considered in hardness calculation, it can cause errors. Calculating that depth of the indent, where this energy contribution is equal to 5% of the plastic work accomplished during indentation, sets a threshold for this error (6). This limit is for most of the materials in the 1-10 nm range for Berkovich- and in 10 - 100 nm range for cube corner (sharper) indenters. Consequently, 10 nm (or possibly 5-50 nm) can be regarded as a practical resolution limit for indenter penetration depth concerning the errors caused by surface energy effects.

Table I. Threshold penetration depths in various materials (see text) (6)

Material	Indenter shape	Required penetration [nm]
Fused quartz	Cube Corner	0,14
PMMA	Cube Corner	25,00
Ni-Al	Cube Corner	16,80
Cu	Cube Corner	88,00
Cu	Berkovich	18,00

### IMAGING

AFM imaging is possible by scanning the indenter tip over the sample in some designs of nanoindenters. However, the relatively heavy indenter tip and mechanics can only be scanned with a very low speed, and also the shape of the indenter tip is not ideal for making accurate surface scans. A more comfortable way of imaging the indent is to exchange the nanoindenter head to an AFM

head. In *Fig. 1*, an AFM image is shown in two representations in so-called “top-view” and in “illuminated” quasi three-dimensional representation. In “top-view” image the brightness is proportional to height in each pixel of the picture. The “illuminated” image for human eyes is much better detectable, because the artificially set shadows emphasize all the fine details of the surface.

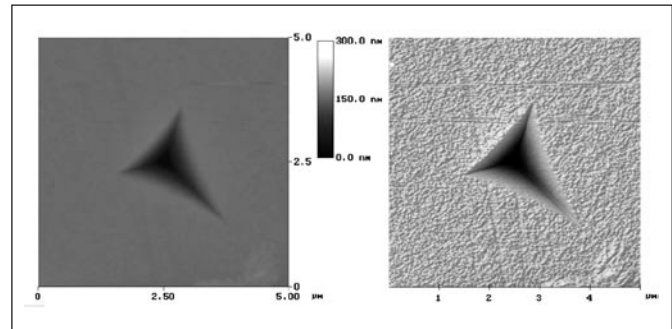


Fig. 1 A nanoindentation impression in a commercial glass object-slide. Left: “top-view” (brightness is proportional to height). Right: quasi three-dimensional illuminated picture

### TYPES OF SHAPE ANOMALY

During the loading, holding and unloading periods the plastic deformation makes the sample to follow the shape of the indenter; consequently, hardness evaluation methods consider the shape of the indenter and that of the indent to be equal. This is true for a homogeneous, fully-plastic material, but in materials with not idealized properties the stored elastic strain, all kinds of inhomogeneity and work-hardening or – softening alter the shape of the indent. In conventional hardness measurements these re-deformations have only a slight effect on the results, because the dimensions of the impression are measured (after unloading) by an optical method. For example curved side planes of the indent cause some slight differences between the real and the calculated area of the impression, causing a small error in hardness. In nanoindentation the area of the indent is calculated using the experimentally determined penetration-depth, consequently, all deviations from the elastic behavior during unloading will alter the calculated area of contact and through this the value of hardness as well. If the deformation exceeds the region of the indent (a pile-up or a sink-in arises around the impression), the real contact area will be larger or smaller than the calculated one and the hardness will deviate from the real value. Thus, determination of the real shape and the real area of the impression are of particular importance, although in nanoindentation experiments it is extremely difficult.

In the left side of *Fig. 2*, a “top-view” representation of an indent made in an irradiation modified glass object-slide is shown. The glass sheet was implanted by 68 keV Ar<sup>+</sup> ions by a dose of

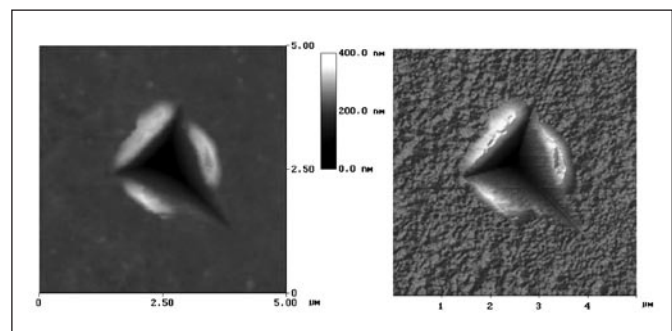


Fig. 2 An impression in a glass object-slide, which was implanted by 68 keV Ar<sup>+</sup> ions. Left: “top-view” (brightness is proportional to height). Right: quasi three-dimensional illuminated picture

1015 ions/cm<sup>2</sup>. Indentation load was  $F = 12$  mN, maximum depth reached during the indentation was  $h_{\max} = 340$  nm, while the depth of the relaxed indent was  $h_f = 175$  nm according to the load curve. The calculated Young-modulus is  $E_r = 62$  GPa, while the hardness is  $HB = 4.3$  GPa. The same data for the unmodified object-slide were:  $h_{\max} = 320$  nm,  $h_f = 165$  nm,  $E_r = 67$  GPa and  $HB = 4.9$  GPa. According to these data, implantation has little effect on mechanical properties of the glass, but the figure reveals a large pile-up around the impression in the implanted glass. A cross section measurement revealed that the 188 nm depth of the impression is added to the 105 nm height of the pile-up. The real contact area is by far (50%) larger than the area calculated by the Oliver-Pharr method. Consequently the Young-modulus and the hardness of the implanted layer are considerably lower than the calculated value, as it was revealed in indentation experiments by lower loads. The pile-ups are unevenly distributed around the impression, so it is not easy to determine the real contact area even by evaluating the AFM images.

The pile up in conventional hardness and microhardness test caused no trouble, because the real impression dimensions were measured. In nanoindentation the problem is caused by calculating the contact area from the penetration of the indent, which do not account for the enlargement of this area trough the emerging pile up. There are several methods to account for the pile up in nanoindentation experiments, most of them are using different constants to relate the (for pile-up) corrected hardness to the measured one (7;8). To determine these constants is a complicated work, which influences significantly the accuracy of the calculation. The most straightforward method is to express the contact area trough the Young's modulus and the contact stiffness from the formulae of reduced modulus (9).

$$\frac{H}{E_r} = \beta^2 \frac{4}{\pi} \frac{P}{S^2} \quad (1)$$

Equation 1 makes possible to determine the hardness from a single measurement supposed that the Young's modulus of the material is known. This method is applicable in homogeneous samples only, where the Young's modulus is constant over the whole cross section of the sample. Consequently the usage of equation 1 is restricted to bulk samples only.

## ANISOTROPY

During the loading cycle, the impression follows the indenter's shape, but during the unloading cycle the sample relaxes, the impression's shape can change freely. Due to the anisotropic relaxation of the indent, even the central angles in the impression's triangle may change. This effect can be characterised by the sum of the deviations of central angles of the Berkovitch impression-triangle from 120 deg (5). An example is shown in Fig. 3 in a deflection

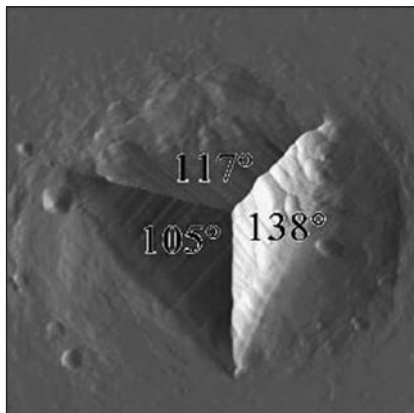


Fig. 3 An impression in coarse grained, commercial purity, polished titanium metal sheet. Left: The calculation of the  $\Delta$ . Right: The deviation in central angles is  $\Delta = 36^\circ$

type AFM image, which emphasizes the surface structure and the edges of the indent against the depth distribution: in a coarse grained, commercial purity, polished titanium metal sheet the relaxed indent exhibit a deviation of  $\Delta = 36^\circ$ . This high deviation is caused by anisotropic relaxation of the indent due to the orientation of the grain, in which the indent was made. The different orientations of the Ti grains cause a high spread in the measured hardness of the sample as it is described in (5).

## HARDNESS OF LAYERED SAMPLES

The main problem in determining the hardness of coatings is caused by the thickness of the layer. The hardness measurement is based on the assumption that the deformed zone extends in homogeneous material. In layered samples, however, this zone often exceeds the thickness of the layer. The rule of thumb is that the material investigated should be 10 times thicker, than the indentation depth. This rule could not be fulfilled in case of layers with some 10 nm thickness, so the method should be improved. There are some investigations, that nanoindentation test delivers correct values even by penetration depths as high as 1/3 of the layer thickness, but the right way for solution is more complicated.

There are quite a few methods for making corrections in measured hardness accounting for the above described substrate effect. The best way to handle the problem is to consider this effect as a function of the penetration depth: the hardness of the coated sample is a linear combination of substrate- and layer hardness. To determine mixing parameters a depth function is constructed and it is fitted to the measured values.

Bückle suggested a very simple method, an empirical universal constant, depending only on the penetration depth-layer thickness ratio (10). Nix's group suggested an exponentially decreasing effect of the coating (2), but fitting of the parameters is too complicated, and the theoretical background is unclear. Jonsson and Hogmark suggested the mixing of the two hardness values according to the area ratio of coating and substrate in contact area (11). This method is supported by the investigation, that in case of hard coatings and (compared to the layer thickness) deep indents the coating brakes along the line, where the depth of indent exceeds the layer thickness. So in this area only the substrate supports the indenter load. Burnet and Page made similar considerations and concluded in using the ratio of deformed volumes for the mixing of harness values (12).

Korsunsky's coworkers investigated the work exerted in the coating and in the substrate during indentation. They concluded, that the work of indentation itself has similar depth dependence in case of elastic deformation of substrate and cracking of the coating layer. So they developed a formula which is based on the mixing of the two hardness values according to the ratio of the work in coating and in substrate, and which could be easily fitted to measured data (13)2404].

$$H_{comp} = H_{sub} + \frac{H_{coat} - H_{sub}}{1 + \frac{h_c^2}{\alpha * t}} \quad (2)$$

In equation 2  $H_{sub}$  and  $H_{coat}$  are the hardness of substrate and coating layer, respectively,  $t$  is the thickness of the coating,  $h_c$  is the contact depth and  $\alpha$  is a "hardness enhancement factor" with the dimension of length, the physical meaning of which is unclear.

To demonstrate the strength of this "work of indentation" concept for composite hardness a set of plastics samples were used. The samples were implanted by low energy ions to increase the hardness and the wear resistance of the surface layer. The hardness was measured as function of contact depth in all samples and equation 2 was fitted to the experimental data. The fitted parameters are shown in Table II. and the fitted curves in Fig.4. The determined hardness values for the substrate hardness ( $H_0$ ) have a rather small spread, the hardness deviations (DH) are realistic and represent a considerable increase in hardness of the layer influenced by the



ion irradiation. The  $\alpha \cdot t$  (at) values are rather small, unrealistically small compared to the 50-300 nm penetration of the implanted ions. Even though the fitted curves are fitting rather well to the measured data points.

Table II. Fitted parameters of equation 3 for implanted plastics samples

Sample	H0	DH	at
Untreated	0.051	-	-
B46	0.049	1.15	0.005
B46B	0.054	0.26	0.002
B50	0.061	0.72	0.008

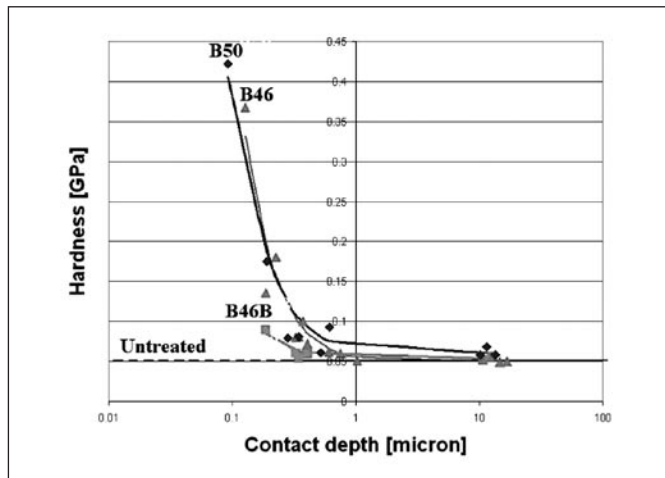


Fig. 4 Depth dependence, end fitted curves of composite hardness in implanted plastics samples

The most accurate, but rather complicated way of accounting for composite hardness is the modelling of stress- and strain state of the sample, and calculating its mechanical properties based on the model. A model based on continuum mechanics, and mathematical analysis is described in Refs (14-16). The model describes the spatial distribution of stress- and strain around the indent in more than one layer. The calculations require short time only, because the analytical formulas could be evaluated in short time on relative low power PCs.

## CONCLUSION

The need for accurate data for mechanical properties of thin layers is the driving force for decreasing the impression dimensions in hardness tests. The development of up to date depth sensing hardness test equipment and nanoindentation pushes down the impression dimensions well below the limit of 1  $\mu\text{m}$ . This method, as all depth sensing hardness measurement techniques involves different sources of error. Surface effects, as roughness of the polished sample, pile-up and sinking-in effects during the indentation process significantly affect the value of measured hardness. Combination of the nanoindentation equipment with atomic force microscopy makes the study of these effects possible and gives a key procedure for methodological development in this field, as well. The concept of composite hardness describes the mechanical properties of layered samples very well, and makes it possible to follow the changes in modified surface layers of ion implanted samples.

## Acknowledgement

This work was supported by OTKA under contract number T-037643 and by NKFP under contract number 3a0059/2002.

## References

- [1] Pethica JB, Hutchings R, Oliver WC. Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm. *Phil. Mag.* 1983; **48**:593-606.
- [2] Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J. Mater. Res.* 1986; **1**:601-9.
- [3] Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 1992; **7**:1564-80.
- [4] Nagy PM, Horvath P, Kalman E. Mechanical relaxation of SnO<sub>2</sub> protective layers evaluated by nanoindentation an AFM. *Materials and Manufacturing Processes* 2005; **20**:115-22.
- [5] Nagy PM, Horvath P, Aranyi D, Kalman E. Relaxation issues in nanoindentation experiments. *Communications in applied physics* 2005; Accepted.
- [6] Jager, I. L. Nanoindentation surface free energy - a possible source of error. 2001. Hückelhoven. 2th European Symposium on Nanomechanical Testing, Hückelhoven, Germany. 9-25-2001.
- [7] McElhanev KW, Vlassak J, Nix WD. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 1998; **13**:1300-6.
- [8] Wang Y, Raabe D, Klüber C, Roters F. Orientation dependence of nanoindentation pile-up patterns and of nanoindentation microtextures in copper single crystals. *Acta Materialia* 2004; **52**:2229-38.
- [9] Joslin DL, Oliver WC. *J. Mater. Res.* 1990; **5**:123.
- [10] Buckle H. Use of the hardness test to determine other material properties. In: Westbrook JW, Conrad H, eds. *The science of hardness testing and its research applications*. Metals Park, Ohio: American Society for Metals 1973:453-91.
- [11] Jonsson B, Hogmark S. *Thin Solid Films* 1978; **51**:257.
- [12] Burnett PJ, Page TF. Changing the surface mechanical properties of silicon and alfa-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by ion implantation. *J. Mater. Sci.* 1984; **19**:845.
- [13] Korsunsky AM, McGurk MR, Bull SJ, Page TF. On the hardness of coated systems. *Surface & Coating Technology.* 1998; **99**:171-83.
- [14] Schwarzer N, Chudoba T, Billep D, Richter F. Investigation of coating substrate compounds using inclined spherical indentation. *Surface & Coating Technology.* 1999; **116-119**:244-52.
- [15] Chudoba T, Schwarzer N, Richter F, Beck U. Determination of mechanical film properties of a bilayer system due to elastic indentation measurements with a spherical indenter. *Thin Solid Films* 2003; **377-378**:366-72.
- [16] Chudoba T, Schwarzer N, Richter F. Steps towards a mechanical modeling of layered systems. *Surface & Coating Technology.* 2002; **154**:140-51.

# Calibration of Scanning Capacitance Microscope transducers for high accuracy and lateral resolution analysis

*Abstract.* A novel method of estimation of the shape of scanning capacitance microscope probes is described. It is based on measurement of the probe/test structure capacitance at a series of tip-to-surface separations. The proposed test structures are cylinders protruding from a smooth flat conducting surface. The well defined geometry can be, in contrast to depletion layers in semiconductors, sufficiently accurately measured. Their further advantage is the axial symmetry rendering relatively simple modelling possible. An alternative procedure may utilise the modulation of the capacitance by vibrating the probe perpendicular to surface. This approach is suitable also for microscopes, which cannot measure the absolute capacitance only its differences.

**Keywords:** scanning capacitance microscope, tip shape, capacitance transducer, test structure

## 1. INTRODUCTION

The Scanning Capacitance Microscopes (SCM) [1,2] are powerful tools for imaging the morphology and analysis of structures on the surface of conductors, either free or coated with insulating films, and of buried structures in semiconductors and dielectrics. They are expected to satisfy the needs of semiconductor industry for high-resolution and high-accuracy determination of dopant concentration in semiconductor structures on the nanometre scale, foreseen for future generations of ULSI integrated circuits [3]. The aimed lateral resolution and dopant concentration accuracy are 2 nm and 4%, respectively.

The SCM uses a sharp conducting tip, situated in the proximity of a conducting surface or conducting substrate covered with a thin insulator, as a probe. The tip and the conductor form a small capacitor. Its capacitance depends, besides on the geometry, also on the permittivity of the material between the electrodes. By raster scanning the probe, an image of surface topography and/or of local changes of dielectric constant can be obtained. The most representative applications comprise the nanometre-scale analysis of free carrier concentration or the delineation of p-n junctions in semiconductors.

In high-resolution SCM, the local capacitance changes, containing the relevant information, are of the order of attofarad ( $10^{-18}$  F) or even less. This magnitude must be resolved on orders of magnitude larger background capacitance, occasionally as large as 1 pF, caused by the stray electrostatic field. It strongly depends on the shape of the probe, first of all on its radius of curvature, which is usually not known. It has been shown recently that any calibration using semiconductor samples with known dopant concentration is problematic, unless the pitch of doping artefacts is the same as in the samples to be analysed [4]. Since the radius of hemispherical tip apex is usually tens to about hundred nm, it can be estimated at the best by means of electron microscopes. This is hardly possible with tips mounted on holders. Moreover, in most SCMs the probe is operated in contact mode. It causes wear and change of tip geometry, hence also of resolution and sensitivity. Therefore, a simple and affordable recalibration is necessary. The dimensions of interest are illustrated in Fig. 1.

The dopant concentration analysis is based on modulation of the depletion layer width by superimposed sine-, or ramp-wave, as in standard high-frequency C-V measurements on MOS structures. The depletion capacitance is inversely proportional to the square root of the concentration. Most microscopes use transducers which can detect capacitance differences rather than the capacitance itself. Therefore they use dC/dV detection. Then small output voltage indicates high

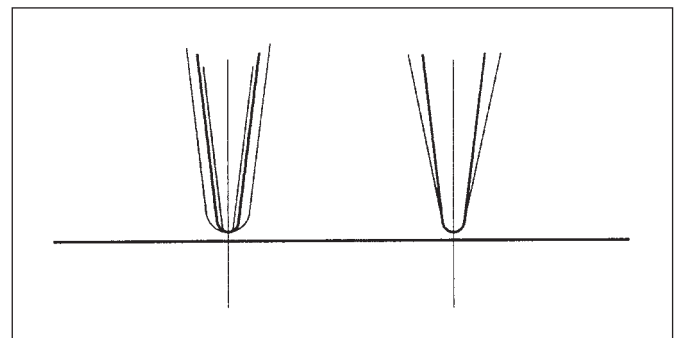


Fig. 1 The important details of the probe: radius of curvature (left) and cone angle (right)

concentration or small tip radius, yielding smaller local contribution from the critical area and vice versa. Therefore, methods able to estimate the tip radius or shape without dismounting the probe would be useful. The aim of this paper is to present such a solution.

## 2. PROPOSED METHOD

A meaningful reconstruction of SCM image convolved by the stray field of the probe requires the knowledge of the contribution of more distant parts of the sample. This cannot be measured directly due to the small dimensions of interest. The influence of the stray field can be tested by means of suitable structures. In contrast to earlier practice, we prefer topographic artefacts to compositional ones, since they can be easier visualised and measured. A 10 nm change in distance may sufficiently affect the contribution of the tip apex but not of its parts 100  $\mu\text{m}$  from the surface. Therefore, the size of artefacts (diameter, height) must not be too small to have a measurable effect. Depressions would enhance, protrusions suppress the stray field. Holes in a smooth surface would be relatively easy to produce, however, they are less useful, since the probe would little interact with the bottom of deeper ones [5] and their exact shape, e.g. possible underetching cannot be reasonably evaluated. On the other hand, the shape of  $\mu\text{m}$ -sized protrusions can be determined even by means of optical microscopes. Their height is limited only by the z-range of the microscope.

For simplicity, we assume the tip to be conical, perpendicular to the surface. Then axial symmetry is possible, simplifying the modelling. The height and eventually also the cone angle can be estimated using an optical microscope.

### 3. MODELLING

The probes used in SCMs comprise bare [1] or shielded [2] sharpened wires and conducting scanning force microscope (SFM) cantilevers. Of the many advantages the shielded probes have over other types, in the present context the good definition of boundary conditions is important. In the case of unshielded probe the size of the cone and also the cylindrical shaft must be considered. The unshielded SFM cantilever and the cantilever chip and holder would contribute significantly to the stray field but they could be approximated by an equivalent conical structure.

The electrostatic field has been mapped using the Finite Element Method, by means of the MEP 6.0 code [6]. The choice of probes has been limited to unshielded and shielded wires with small cone angle ( $10^\circ$ ,  $20^\circ$  and  $30^\circ$ ) and  $250\ \mu\text{m}$  height. Small angle is advantageous because of smaller stray capacitance. The radius of the shield orifice was  $25\ \mu\text{m}$ . The models of probes are shown in Fig. 2 and of the test structure in Fig. 3. The height of protrusions was  $5\ \mu\text{m}$ . The tip/surface distance was between 5 and  $25\ \text{nm}$ .

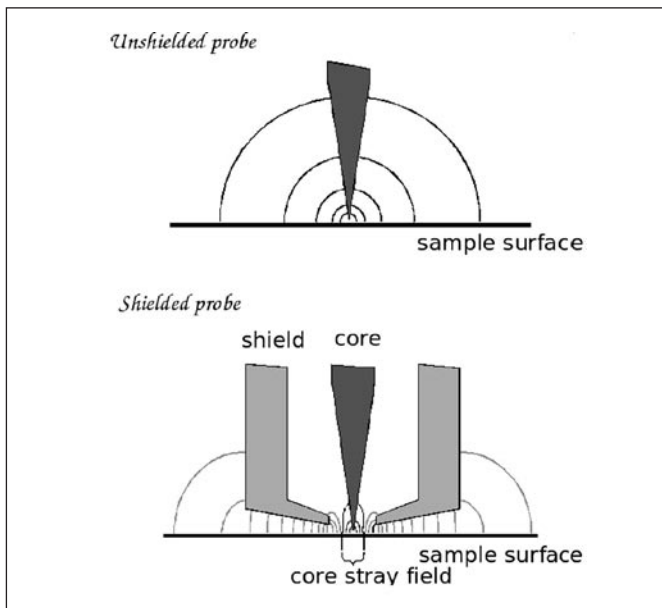


Fig. 2 Models of probes. All force lines of the unshielded probe but only those from the core of the shielded one form the stray field affecting the capacitance

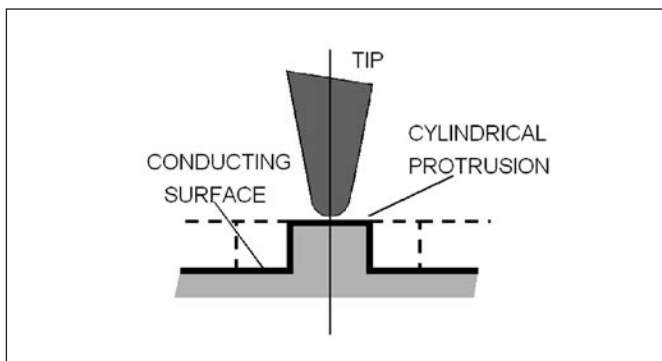


Fig. 3 Model of test structure. Dashed lines indicate the varying diameter of cylindrical protrusions

### 4. RESULTS

The protrusion-radius dependence of the capacitance of probes situated  $5\ \text{nm}$  above the protrusion is shown in Fig. 4 and 5. In all cases a dependence of the capacitance on protrusion radius is evident, although for the sharper tips only very slight. This means that the test structure is suited to yield information on the tip shape.

Important is the nearly identical change of the capacitance with the protrusion radius of bare tips with the same radius of curvature. However, with larger cone angle the difference would increase. Unfortunately, the relative change for unshielded tips is reduced by the large background value. Real situations comprising also the contribution of tip holder may be even worse.

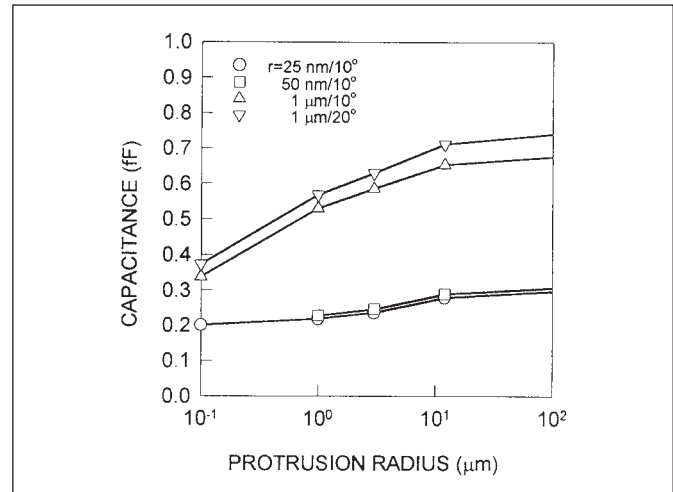


Fig. 4 Dependence of capacitance on protrusion radius for shielded tips

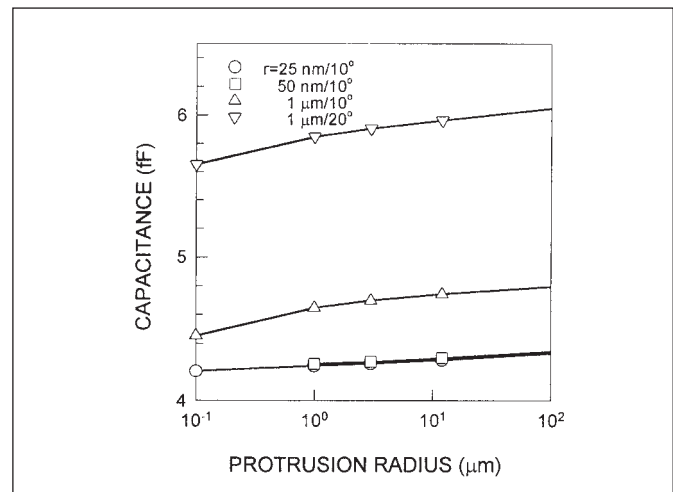


Fig. 5 Dependence of capacitance on protrusion radius for unshielded tips

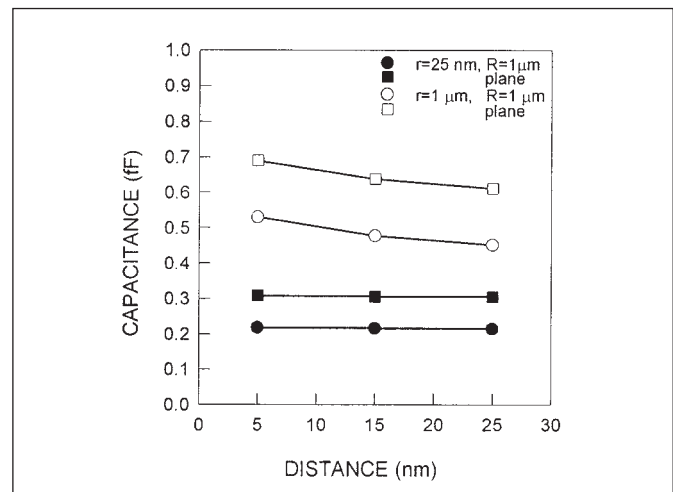


Fig. 6 Tip-surface distance of the capacitance



The capacitance change with increasing tip-to-surface separation of shielded probe is seen in Fig. 6. The result for the unshielded one is very similar. This is to be compared with a parallel plate capacitor, the capacitance of which is a hyperbolic function of distance. With the sharp tips the capacitance change is barely visible. It means that the very local contribution of the tip apex is very small compared with the capacitance of the whole probe. The result for the blunt tip is more promising. The capacitance change in Fig. 7, offers the most optimistic picture. The capacitance difference can be measured also by microscopes having unstable capacitance transducers. As it can be deduced from Fig. 6, the measurement performed on flat surfaces would be very similar.

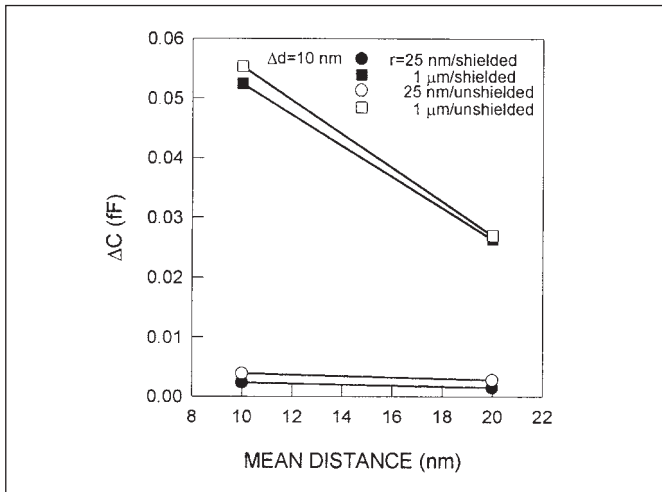


Fig. 7 Distance dependence of capacitance difference

## 5. DISCUSSION

The analysis of the tip shape consists of estimation of the cone angle measuring the capacitance with probe placed axially over protrusions of different radii. The distance over the cylinder should be a few nm. The best way to estimate the tip radius is to measure the capacitance modulation depth with probe vibrating between known positions. The obtained capacitance difference is great enough to be measurable with sensitive equipment, e.g. a lock-in amplifier. The probe positioning should not represent a problem since most SCM capacitance transducers are integrated with force microscopes. Such measurement, eventually made over a plane, would be sufficient to obtain information on the tip radius and changes of shape caused by wear.

To obtain information on the cone angle, the capacitance measurement must be done over the protrusions. The tip shape may deviate from that of an exact cone. More data, revealing such details,

could be obtained using a series of test cylinders, or by performing detailed capacitance vs. distance measurement [7], however, such reconstruction was demonstrated for  $\mu\text{m}$ -sized apex radii.

The protrusion radius dependences would be steeper with higher protrusions. The equivalent of such heights cannot be achieved in semiconductor depletion layers. At low doping levels the maximum depletion width is at most  $1 \mu\text{m}$ . However, the effective width would be scaled down inversely proportional to the relative permittivity of the semiconductor ( $\sim 12$ ).

To reconstruct the tip shape, and thus the contribution of more distant parts of the analysed sample to the capacitance, would require modelling. This is a time consuming process. Therefore, it is better to use data computed in advance for a series of radius, cone angle and height combinations. The publication of such dependences will be published elsewhere.

## 6. CONCLUSIONS

A new method of scanning capacitance microscope probe shape estimation has been proposed. It uses test structures containing cylinders protruding from a conducting plane. The measured capacitance and its difference is compared with data obtained from model of the electrostatic field. The cone angle can be verified by an optical microscope.

## Acknowledgements

This work was partly supported by VEGA Grant No. 2/2037/22 and by Science and Technology Assistance Agency under the contract No. APVT – 51 – 013904.

## References

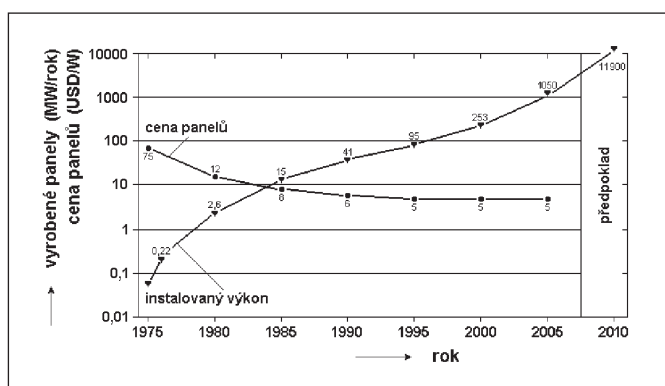
- [1] C. C. Williams, W.P. Hough, and S. A. Rishton, Appl. Phys. Lett. **55**, 203 (1989).
- [2] Š. Lányi, J. Török, and P. Řehůřek, Rev. Sci. Instrum. **65**, 2258 (1994).
- [3] International Technology Roadmap for Semiconductors, 1999 ed. (Semiconductor Industry Association, San Jose, CA, 1999).
- [4] Š. Lányi and M. Hruškovic, Surface Sci. **566-568**, 880 (2004).
- [5] Š. Lányi, Surf. Interface Anal. **27**, 348 (1999).
- [6] L. Dědek and L. Dědková, MEP 6.0, Faculty of Electrical Engineering and Computer Science, Technical University of Brno.
- [7] A. Imtiaz, M. Pollak, S. M. Anlage, J. D. Barry, and J. Melngallis, J. Appl. Phys. **97**, 044302 (2005).

# Solární fotovoltaický systém instalovaný a testovaný na České zemědělské univerzitě v Praze

## 1. ÚVOD

V dnešních dnech, kdy se denně hovoří o zvyšování cen ropy, zemního plynu a také elektrické energie je důležité využívat ve větší míře alternativní zdroje energie a to nejen z důvodů ekonomických. Zvyšování podílu alternativních zdrojů na celkovém množství vyrobené energie je jednou z priorit Evropské unie a bylo již uzákoněno i v České republice. Protože oborem našeho zájmu je fotovoltaika, tedy přímá přeměna slunečního záření na elektrickou energii, bude v tomto článku věnována pozornost právě tomuto nejdůležitějšímu obnovitelnému zdroji.

Solární energie, i když dosud není konkurentem vysokokapacitních elektráren, je v současnosti využívána jako doplňkový zdroj ve stále větší míře. Příkladem může být použití solárních fotovoltaických (dále jen PV) panelů při opláštění budov, kdy již množství vyrobené energie může být významné. Malovýroba bude vždycky dražší než velkovýroba, to platí i pro výrobu energie. Klasické zdroje energie jsou však limitované a problém jejich vyčerpání je třeba řešit s dostatečným předstihem. Proto státy, které mají zájem na využití solární energie tuto energii dotují a vykupují ji za vyšší ceny. Tím vytvářejí nové podnikatelské prostředí a zejména v sousedním Německu se solární PV systémy instalují asi nejrychlejší tempem. Je potěšitelné, že i Česká republika se k těmto dotacím připojila a zmíněná dotovaná výkupní cena zde činí 13,20 Kč/kWh. Prudce se zrychlující růst celosvětové produkce solárních PV panelů ukazuje obr. 1 (fototermitické panely zde nejsou zahrnuty). Předpokládá se, že do roku 2040 bude transformace solární energie zaujímat největší podíl na světové výrobě energie.



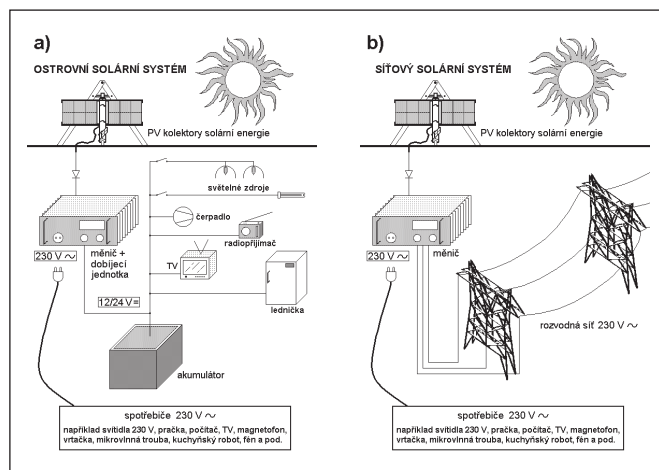
Obr. 1 Roční objem celosvětové výroby solárních PV panelů během posledních 30 let

## 2. TRANSFORMACE SOLÁRNÍ ENERGIE

Přeměna sluneční energie v jiné formy energií má dlouhou tradici. Jako příklad můžeme uvést ohřev různých kapalin koncentrovaným slunečním zářením. Bylo vybudováno několik pokusných elektráren fungujících na tomto principu. Je zde využíváno koncentrované sluneční záření k výrobě páry, která roztáčí turbínu a s ní spojený generátor. Je to obdobný postup jako v klasických elektrárnách, pouze primární okruh je odlišný. Maximální výkony zmiňovaných elektráren dosahují  $P_{max} = 10\text{--}30$  MW. Pára je ohřívána na teplotu až  $t = 560$  °C a účinnost se pohybuje kolem 17%.

Efektivnější metodou využití sluneční energie se ukázala její přímá přeměna na elektrickou energii v polovodičových PV článcích. Solární PV elektrárny a malé PV systémy jsou již instalovány po celém světě. Jsou to rozličné systémy s výkony od méně než 1 kW až po velké PV elektrárny dosahující výkonů až několika MW. Stejným proudem můžeme buď přímo pohánět spotřebiče nebo jím dobít baterie a tak akumulovat energii pro pozdější využití. Zajímavou a perspektivní možností skladování energie je např. výroba vodíku elektrolyzou vody. Stejným elektrickým proudem je také možné přeměnit na střídavý pomocí měničů a zabezpečovat tak dodávky přímo do elektrické sítě (například  $U = 230$  V a.c.).

PV systém tedy můžeme konstruovat jako ostrovní nebo jako přímo spojený se sítí. Schématické znázornění je na obr. 2. Ostrovní systémy nejsou spojeny se sítí a zásobují jen několik spotřebičů či uzavřenou lokální síť. Celková spotřeba je pak limitována množstvím vyrobené energie. Pro výpočet velikosti PV systému je nezbytné znát místní průměrnou hodnotu slunečního záření, účinnost použitých komponent a předpokládanou spotřebu energie.



Obr. 2 Schéma a) ostrovního, b) síťového solárního PV systému

Systémy přímo spojené se sítí mohou dodávat energii do rozvodné sítě v době přebytku výkonu a naopak mohou odebírat energii ze sítě v době nedostatku výkonu. Moderní měniče se automaticky sfázují se sítí a z bezpečnostních důvodů se též automaticky odpojí při poklesu napětí v síti. Sledování a ukládání dat o okamžitém výkonu a množství vyrobené energie může obstarat datový výstup na počítači.

## 3. SLUNEČNÍ ZÁŘENÍ

Slunce je nejdůležitější energetický zdroj v celé Sluneční soustavě. Veškerá energie, snad jen s výjimkou jaderné, má svůj původ ze Slunce. Fosilní paliva pocházejí z biomasy, která akumulovala energii Slunce fotosyntézou před miliony let. Energie vody je důsledkem Slunečního záření, které způsobuje vypařování vody. Voda kondenzuje ve vyšších vrstvách atmosféry a na povrch se vrací ve formě deště ve výše položených místech. Vítr získává svoji kinetickou energii z nestejněmého ohřívání zemského povrchu.

Energie slunečního záření dopadá na Zemi nepřetržitě, ale její rozložení z hlediska místa a času není stejnoměrné. Energie vzniká v jádru Slunce při termonukleárním slučování jader vodíku na jádra hélia. Této energii trvá přibližně stovky tisíc let, než se dostane k povrchu Slunce a je vyzařena do prostoru jako elektromagnetické záření a tok částic. Tok částic se nazývá Sluneční vítr. Vyzářovaný výkon jen mírně kolísá podle okamžité sluneční aktivity.

Vlnová délka  $\lambda^*$  odpovídající nejvyšší hodnotě vyzářování povrchu Slunce při dané teplotě je blízko hodnoty  $\lambda \approx 550$  nm. Teplota  $T \approx 5800$  K je získána ze vztahu pro záření „černého tělesa“

$$\lambda^* T_s = b, \quad (1)$$

kde  $b$  je Wienova konstanta. Vyzářování pro černé těleso závisí na teplotě vztahem

$$M_e = \sigma T^4, \quad (2)$$

kde  $\sigma$  je Stefanova-Boltzmannova konstanta a pro výše uvedenou teplotu dostaneme výsledek  $M_e \approx 6,42 \cdot 10^7$  W.m<sup>-2</sup>. Celkový výkon vyzářovaný povrchem Slunce je

$$P_s = M_e 4\pi r_s^2, \quad (3)$$

kde  $r_s \approx 6,96 \cdot 10^8$  m je poloměr Slunce. Hodnota tohoto výkonu je  $P_s \approx 3,91 \cdot 10^{26}$  W, ale pouze jeho část  $\Delta P_s$  dopadá přímo na povrch Země. Pokud uvažujeme střední vzdálenost Země od Slunce  $R_{sz} \approx 1,49 \cdot 10^{11}$  m a poloměr Země  $r_z \approx 6,37 \cdot 10^6$  m, můžeme spočítat [1]

$$\Delta P_s = \frac{\pi r_z^2}{4\pi R_{sz}^2} P_s \approx 1,79 \cdot 10^{17} \text{ W}. \quad (4)$$

Průměrná hodnota sluneční energie dopadající na Zemi během jednoho dne je

$$W_z = \Delta P_s t \approx 1,79 \cdot 10^{17} \frac{\text{J}}{\text{s}} \cdot 86400 \text{ s} = 1,55 \cdot 10^{22} \text{ J}. \quad (5)$$

Průměrná intenzita slunečního záření dopadající na jednotku plochy Země nad atmosférou je

$$I = \frac{\Delta P_s}{\pi r_z^2} \approx 1467 \text{ W.m}^{-2} \quad (6)$$

a nazýváme ji „solární konstantou“. Část energie je odražena atmosférou zpět do vesmíru a další část je pohlcena v atmosféře. Takže pouze část z této energie dopadá až na zemský povrch a její množství je závislé na zeměpisné šířce, meteorologických podmínkách a na ročním období. Maximální intenzita záření na zemském povrchu je přibližně  $I_{max} = 1100$  W.m<sup>-2</sup> a je možno ji přeměnit na teplo či elektrickou energii ve fototermitických či fotovoltaických panelech. Při účinnosti kvalitních PV panelů okolo 20 %, můžeme počítat maximální výkon  $P_{max} = 200$  W z plochy panelů o velikosti  $S = 1$  m<sup>2</sup>.

Množství vyrobené energie klesá, pokud PV panel není otočen kolmo ke směru slunečního záření. Průmět plochy panelu do roviny kolmé ke směru dopadajícího záření, je dán funkcí kosinus úhlu dopadu tohoto záření na panel. Pokud panel umístíme na pohyblivý stojan, který je schopen sledovat pohyb slunce po obloze a automaticky se natáčet kolmo ke směru dopadajícího záření, bude množství jím vyrobené energie vyšší v porovnání se stejným panelem umístěným na pevném stojanu [1,2]. Tak můžeme dosáhnout i snížení ceny této energie.

#### 4. SOLÁRNÍ PV SYSTÉM KONSTRUOVANÝ A TESTOVANÝ NA ČZU V PRAZE

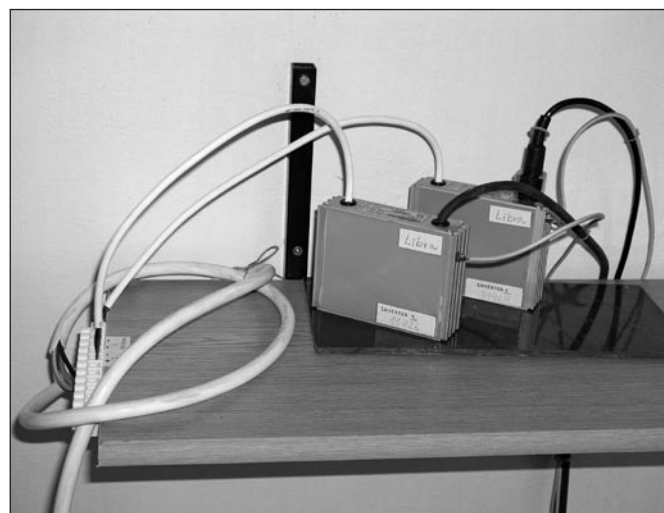
Nášim cílem je navýšení množství vyrobené energie solárním PV systémem. Proto jsme zvolili zařízení typu TRAXLE™, které je schopné pasivně sledovat pohyb Slunce po obloze a natáčet tak systém stále do směru kolmého ke směru dopadajícího záření. Toto zařízení bylo vyvinuto ve spolupráci firmy Poulek Solar s.r.o. a ČZU v Praze a bylo již dříve detailně popsáno například v [2,3].

Konstrukce je originální a jednoduchá, nejsou zde zapotřebí žádné složité elektronické součástky ani přídavné energetické zdroje. Pokud je systém dobře vyvážen, dokáže jím samo sluneční záření pohybovat velice snadno.



Obr. 3 Solární PV systém přímo spojený se sítí testovaný na České zemědělské univerzitě v Praze

V průběhu podzimu 2004 byl na Technické fakultě ČZU instalován malý solární PV systém. Systém zahrnuje tři PV panely, z nichž dva jsou umístěny na automatickém pohyblivém stojanu typu TRAXLE™, který natáčí panely neustále kolmo ke směru dopadajícího slunečního záření. První PV panel je standardní na bázi tenkých vrstev amorfního křemíku s maximálním výkonem  $P_{max} = 40$  W. Druhý panel je oboustranný [2,4] na bázi krystalického křemíku s maximálním výkonem  $P_{max} = 100$  W. Třetí panel je stejný jako první, je umístěn na pevném stojanu a slouží jako panel referenční. Systém byl provozován v obou variantách jako přímo spojený se sítí i jako ostrovní. Pro připojení systému k síti jsme použili měnič OK4E-100 (NKF-Electronics, obr. 4), které mění stejnosměrný elektrický proud z PV panelů na střídavý a datový výstup na počítač umožňuje měření okamžitého výkonu i množství vyrobené energie. Porovnávání množství vyrobené energie probíhá převážně na výše zmíněných stejných panelech  $P_{max} = 40$  W. Třetí PV panel  $P_{max} = 100$  W je používán jako ostrovní pro dobíjení akumulátoru.



Obr. 4 Měnič OK4E-100 (NKF-Electronics) zapojené v našem solárním PV systému



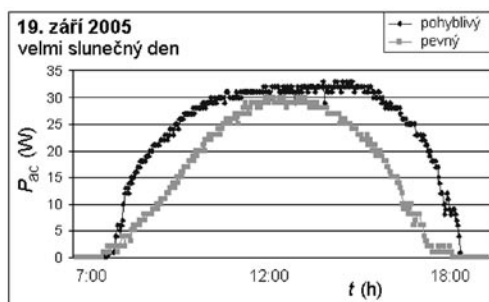
## 5. VÝSLEDKY MĚŘENÍ

Systematické studium s výše popsaným PV systémem bylo zahájeno na podzim 2004 a dosud probíhá. Je porovnáván zejména okamžitý výkon a množství vyrobené energie v místních podmínkách Prahy 6 – Suchdola. Během podzimu však nebyl žádný slunečný den, jen menší počet dnů polojasných. Měření probíhající přes zimu nelze považovat za objektivní zejména pro malý rozsah úhlu pohybu Slunce po obloze nad obzorem. Proto zde uvádíme některé výsledky z jara a léta 2005.

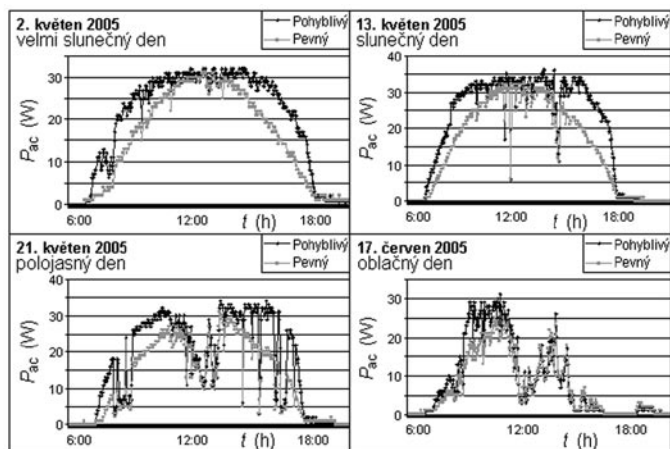
Zatím nejlepším dnem z hlediska počasí byl letní den 19. 9. 2005. Závislost okamžitého výkonu na čase během dne pro oba porovnávané panely je na *obr. 5*, navýšení množství vyrobené energie v případě pohyblivého panelu činí tento den 39 %. Příklady našich měření pro několik vybraných jarních dní 2005 jsou na *obr. 6*. Zde se nachází křivky z jasných dnů 2. května a 13. května, z polojasného dne 21. května a z oblačného dne 17. června. Množství vyrobené energie je dáno integrálem

$$E = \int_{\Delta t} P \cdot dt \quad (7)$$

kde  $P$  je okamžitý výkon a  $t$  je čas. Např. dne 2. května bylo celkové množství energie vyrobené oběma porovnávanými PV panely rovno  $E = 0,5$  kWh a navýšení množství vyrobené energie v případě pohyblivého panelu činilo 30 %.



Obr. 5 Závislost okamžitého výkonu na čase pro dva stejné porovnávané panely během letního dne 19. 9. 2005



Obr. 6 Závislosti okamžitého výkonu na čase pro dva stejné porovnávané panely během vybraných jarních dnů 2005

## 6. ZÁVĚRY

Na Technické fakultě ČZU v Praze byl zkonstruován a instalován malý PV systém. Došlo k testování obou verzí (přímo spojený se sítí a ostrovní). Ve verzi přímo spojené se sítí byly porovnávány dva totožné PV panely umístěné na rozdílných stojanech. První na stabilním stojanu a druhý na automatickém pohyblivém stojanu typu TRAXLE™, který byl vyvinut ve spolupráci ČZU a firmy Poulek Solar s.r.o.

Systém s pohyblivým stojanem vykazoval v průběhu jara 2005 přírůstek množství vyrobené energie do výše 30 %, v průběhu léta 2005 do výše 39 % v místních podmínkách 50° s.š. Výsledky našich experimentů velmi dobře souhlasí s teoretickými výpočty [1,2].

Na ČZU v Praze připravujeme instalaci mnohem většího solárního systému se šesti oboustrannými PV panely na bázi polykrystalického křemíku opatřeného navíc hřebenovým koncentrátorem slunečního záření [5,6]. U tohoto systému očekáváme ještě větší navýšení množství vyrobené energie.

Přírůstek množství vyrobené energie snižuje cenu této energie. Ekonomické rozborů ukazují, že systém se sledovačem slunce je levnější, pokud porovnáme dva systémy, které vyrobí stejné množství energie – jeden pohyblivý se sledovačem Slunce a druhý s pevným stojanem. Stojan se sledovačem slunce je sice dražší než pevný, ale ušetříme jím PV panely, které tvoří největší podíl na ceně celého PV systému [1,2].

*Práce probíhá v rámci výzkumného záměru MSM 6046070905.*

## Literatura

- [1] Libra, M., Poulek, V., *Solární energie, fotovoltaika - perspektivní trend současnosti i blízké budoucnosti*, kniha, Česká zemědělská univerzita v Praze, Praha, (2005), ISBN 80-213-1335-8
- [2] Libra, M., Poulek, V., *Bifacial PV Modules in Solar Trackers and Concentrators, a New Approach to Supplying Power in Agriculture*, kapitola v knize "Physical Methods in Agriculture, Approach to Precision and Quality", Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, (2002), str.83-104, ISBN 0-306-47430-1
- [3] Poulek, V., Libra, M., *New solar tracker*, Solar Energy Materials and Solar Cells, 51, 2, (1998), str.113-120, ISSN 0927-0248
- [4] Libra, M., Poulek, V., *Proc. 19<sup>th</sup> European Photovoltaic Solar Energy Conference*, 7-11 June 2004, Paris, France, str. 2430-2433, ISBN 3-936-338-15-9
- [5] Poulek, V., Libra, M., *A New Low Cost Tracking Ridge Concentrator*, Solar Energy Materials and Solar Cells, 61, 2, (2000), str. 199-202, ISSN 0927-0248
- [6] Stacey, R. W., McCormick, P. G., *Effect of concentration on the performance of flat plate photovoltaic modules*, Solar Energy, 33, 6, (1984), str. 565-569, ISSN 0038-092X

Ing. Petr Bican, doc. Ing. Martin Libra, CSc., Česká zemědělská univerzita v Praze, Technická fakulta, Kamýčká 129, 165 21 Praha 6, tel.: 224 383 284, e-mail:libra@tf.czu.cz

Ing. Vladislav Poulek, CSc., Poulek Solar, s.r.o., Velvarská 9, 160 00 Praha 6, tel. 603342719, e-mail: info@solar-trackers.com

# Užívání a zkoušení přesnosti souřadnicových měřicích strojů (CMM) ve Škoda Auto a. s. Mladá Boleslav

Akciová společnost Škoda Auto se zabývá výrobou osobních automobilů řady Octavia, Fabia a Superb včetně odvozených typů např. Combi a Sedan.

V současnosti existuje ve Škoda Auto přibližně 100 souřadnicových měřicích strojů (CMM). Z toho asi 30 dvousloupových (dvoustojanových), tzn. celkem 130 ks 3D měřicích systémů. Z celkového počtu je rovněž 9 ks kloubových 6-ti osých ručních měřicích systémů, 6 ks sloupových CMM s rotačním měřicím ramenem a 20 ks malých portálových CMM (měřicí rozsah do 2000 mm) a 8 ks velkých portálových CMM (rozsah do 6000 x 3000 x 2000 mm). V současnosti (od konce roku 2003) se ve společnosti využívají také optické (bezkontaktní) a kombinované (opticko-kontaktní) 3D měřicí systémy – např. Steinbichler, Krypton, nebo optické odměřovací hlavy na ramenech CMM (např. NC 100).

Dále se plánuje nákup dalších CMM, a to jak kontaktních systémů, tak i 3D optických (bezkontaktních) měřicích systémů.

## 1. KATEGORIE SOUŘADNICOVÝCH STROJŮ

Pro interní potřebu existuje seznam CMM ve Škoda Auto, v kterém jsou u každého CMM uvedeny údaje, z nichž některé zajímavé zde uvádíme.

### 1.1. Typy CMM:

1.1.1. Podle konstrukce: portálové, stojanové (jednostojanové a dvoustojanové – tzv. duplex), sloupové s rotačním ramenem, popř. kloubové šestiosé a kombinované s 3D optickým odměřováním

### 1.1.2. Podle způsobu ovládání (ruční, motorické, CNC)

### 1.2. Měřicí rozsah:

malé CMM: měřicí rozsah do 2000 mm

velké CMM: 5000 x 1800 x 1800 mm

osa x: až 12000 mm, ale i 22000 mm

osa z: až 2700 mm

### 1.3. Přesnosti:

Nejpřesnější CMM:  $E = 0,7 + L/600$  [ $\mu\text{m}$ ] L je měřená délka v milimetrech (dle normy ČSN EN ISO 10 360-2)

Velké CMM:  $E = 25 + 30 \times L/1000$  (singl)

$E = 50 + 30 \times L/1000$  (duplex)

Standardně se doporučuje omezení chyby v celém měřicím rozsahu do 100  $\mu\text{m}$ , resp. do 150  $\mu\text{m}$  (duplex).

## 2. UŽIVATELE CMM - OBLAST POUŽITÍ:

Uživatelé CMM jsou v převážné většině útvary řízení kvality a technické kontroly:

### 2.1. Řízení kvality nakupovaných dílů:

Metrologické středisko (laboratoř přesného měření a kalibrace měřidel), měrové středisko CMM (vč. pracoviště „Pilothala“), „Cubing“ (vnitřní a vnější), měrové středisko série (závod lisovna a svařovna).

### 2.2. Výroba agregátů + Řízení kvality MB - Výroba agregátů:

Slévárny a kovárna, výroba (třískové obrábění) a montáž (motory a převodovky).

### 2.3. Výroba vozů + příslušné řízení kvality

2.3.1 Závod MB + Řízení kvality MB - Výroba vozů: lisovna, svařovna

### 2.3.2 Závod Vrchlabí + Řízení kvality Vrchlabí: vývoj, svařovna

2.3.3 Závod Kvasiny + Řízení kvality Kvasiny: vývoj, svařovna, výroba nářadí

### 2.4 Technický vývoj: Stavba prototypu, „Design“

### 2.5 Výroba nářadí a přípravků:

Příprava, metalurgické nářadí, svařovací nářadí, lisovací nářadí, řezné nářadí, měřidla

### 2.6 Ostatní uživatelé: vzdělávání, opravy strojů a zařízení

## 3. KALIBRACE (ZKOUŠENÍ) CMM VE ŠKODA AUTO

Druhy prováděných kalibrací (zkoušek)

3.1 Přejímací - provádíme u nově instalovaných CMM, popřípadě po provedených servisních zásazích.

3.2 Periodické - pravidelné kalibrace (roční, ev. dvouleté) - tyto kalibrace provádíme buď sami nebo externě. Externí kalibrace provádí výrobce, resp. dodavatel, ČMI, popř. akreditované zkušební laboratoře Zkušebna VUOS, nebo ALWAID s.r.o..

3.3 Mezičasové, vložené kalibrace (v rozmezí 6 měsíců nebo 3 měsíce) – provádí uživatel.

3.4 Mimořádné kalibrace - v případě potřeby jednotlivých uživatelů provádíme rychlé prověření stavu CMM - např. po kolizi snímacího systému CMM. Tyto kalibrace provádíme nejčastěji měrkami s koulemi.

## 4. KALIBRAČNÍ POSTUPY

4.1. Vlastní kalibraci přizpůsobujeme specifickým potřebám, podmínkám prostředí a druhovému začlenění souřadnicového měřicího stroje. Kalibraci musíme také časově naplánovat, vzhledem k velkému množství CMM a také s ohledem na pracovní vytížení CMM (tj. na časovou možnost odstávky). Způsob kalibrace (kalibrační postup) přizpůsobujeme normám VDI 2617, ČSN EN ISO 10 360 - 2. Je to nutné také z důvodu širokého parku CMM, který tvoří různé typy strojů od různých firem.

4.2. Také je nutné stanovit si, zda budeme provádět pravidelnou kalibraci, tzn. pouze úchytky při měření v jednotlivých osách, v prostorových úhlopříčkách, nebo zda je potřeba kontrolovat např. i rovinnost základové desky, geometrii stojanu (přímosti, kolmosti), popř. úchytky v rotacích jednotlivých os.

## 5. MEZINÁRODNÍ VAZBY

5.1 V rámci zkoušek přesnosti našeho CMM ZEISS UPMC 850 ACC

$u_1 = 0,4 + L/900$ ,  $u_3 = 0,7 + L/600$  (dle VDI/VDE 2617), měřicí rozsah 850 x 1200 x 600 mm jsme provedli tyto zkoušky:

- pomocí stupňové koncové měrky ze Zeroduru® s firmou ZEISS Oberkochen (toto měření se provádí v rámci kontroly CMM pravidelně každý rok)
- pomocí stupňové koncové měrky KOBÁ - step s ČMI Praha a firmou iti Barsbüttel
- pomocí desky s otvory „holeplate“ ze zeroduru s ČMI Praha a PTB Braunschweig.

5.2 V roce 2000 se Škoda Auto zúčastnila ve spolupráci s ČMI mezinárodního projektu MESTRAL. V roce 2002 proběhl projekt kalibrace CMM pomocí třírozměrného tělesa „krychle“ - projekt ČMI. Koncem letošního roku nebo v příštím roce jsou předběžně plánovány další projekty - např. projekt kalibrace CMM pomocí třírozměrného tělesa „tetrahedron“ - projekt ČMI.

5.3 Při řešení problémů spojených s kalibrací velkých CMM a vyhodnocovacích software spolupracujeme s firmou iti Barsbüttel (Dr. Plath) a ČMI LPM Praha (Ing. Zelený).

5.4 V rámci přejímek nových strojů nebo při opravách stávajících strojů běžně spolupracujeme s techniky ZL servis, ZEISS, Zkušebna VUOS, BRT servis, DEA - Galika. Výsledky jejich zkoušek akceptujeme, přitom bezpodmínečně požadujeme dokladování návaznosti jejich kalibračních zařízení.

## 6. KALIBRAČNÍ ZAŘÍZENÍ (ETALONY, ZKOUŠEBNÍ TĚLESA)

Pracovní etalony máme navázány na hlavní podnikové etalony. Hlavní etalony navazujeme pravidelně v Českém metrologickém institutu (Liberec, Brno, Praha) na státní etalony, případně na etalony DKD (SRN).

Při kalibraci nejpreciznějších CMM (s chybou do 5  $\mu\text{m}/1\text{m}$ ) používáme koncové měrky a kroužky - podnikové etalony (tj. sekundární etalony 2. a 3. řádu), pro ostatní CMM používáme pracovní etalony (sekundární etalony 4. a 5. řádu).

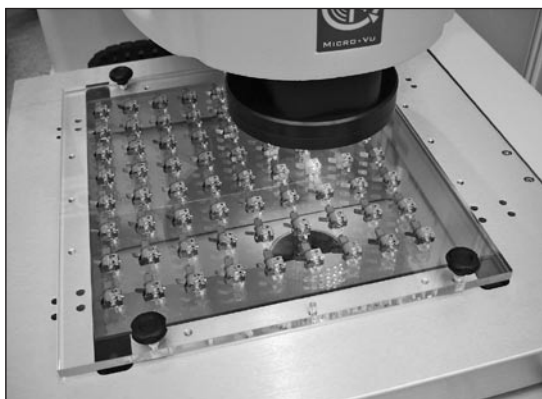




# DEOM - MĚŘICÍ PŘÍSTROJE PRO MĚŘENÍ ROZMĚRŮ

**Optické měřicí systémy americké firmy MicroVu®** zahrnují rozsáhlou škálu přístrojů. Od profilprojektorů SPECTRA® a VECTRA®, přes ručně ovládané kamerové systémy VECTOR® a MATRIX® až po automaticky řízené měřicí přístroje VERTEX® a EXCEL®. Všechny tyto přístroje jsou vhodné pro měření součástek a dílců jak v dílenském, tak i v laboratorním prostředí. Kamerové a automatické stroje jsou určeny i pro měření ve 3 osách. Přesně podle vašich požadavků vám rádi pomůžeme vybrat vhodný typ a velikost stroje. Přehled typů a velikostí naleznete na [http://www.deom.cz/produkty\\_microvu.htm](http://www.deom.cz/produkty_microvu.htm)

Pro podstatné zvýšení schopností přístrojů je používán uživatelsky velmi příjemný grafický software INSPEC®. Díky zpracování dat na PC lze vystavovat měřicí protokoly, exportovat data pro statistické zpracování v SPC, pracovat s importy a exporty výkresových CAD dat.



Grafický software pro délkoměry



Ukázka modernizovaného délkoměru Zeiss

## Měřicí přístroj VERTEX®

CNC řízené stroje VERTEX® a EXCEL® lze navíc vybavit dotykovou sondou Renishaw se zásobníkem pro automatickou výměnu dotykových nástrojů. Při jednom měření tak lze měřit kombinovaně - opticky i dotykově - a tím ještě zvýšit univerzální měřicí schopnosti strojů.

U CNC řízených strojů lze navíc celý proces měření součástek výrazně zjednodušit. Stroj vybavený čtečkou čárového kódu může používat k měření i jednoduše zaškolená obsluha, která nemusí nic vědět o PC, ani o měření. Tato užitečná varianta nachází uplatnění především ve vícesměnných provozech, například v lisovnách plastů, pryže a kovů. Výrobní pracovník založí měřené díly do přípravku na stroji a čtečkou čárového kódu vyvolá a spustí předem připravený měřicí program.

Měření série součástek proběhne automaticky a jeho výsledek se graficky zobrazí na monitoru PC - výsledky u neshodných rozměrů jsou vyznačeny červeně. Naměřená data se současně uloží do programu pro statistické sledování dat - SPC. Výsledky lze průběžně sledovat např. na dalším PC připojeném pomocí sítě.

## Mobilní měřicí stroj METRONOR®

Pro měření velkých objektů nabízíme **přenosný dotykový měřicí stroj METRONOR®**. Systém je schopen měřit v předem neomezeném prostoru a je vhodný jak pro použití v automobilovém průmyslu, pro stavbu a seřízení svařovacích a montážních linek, tak i v kovárnách, ve slévárnách, pro stanovení minimálního přírůstku před obrobením, nebo pro rychlé ustavení polotovaru na obráběcím stroji. Významně je využíván i v leteckém průmyslu k měření a ustavování šablon i dalších přípravků.

Přístroj je založený na fotogrammetrické metodě, kdy jedna nebo dvě speciální CCD kamery, umístěné na stativu, snímají měřený prostor. V tomto prostoru se pohybuje osoba, která provádí měření tím, že přikládá do měřených bodů „světelné pero“. Je to dotykový nástroj, na kterém jsou umístěny svítící diody. Jakmile je pero přiloženo svým koncem opatřeným dotykem s rubínovou kuličkou k měřenému bodu, diody bliknou a speciální software zaznamená jejich polohu a vypočítá souřadnice sejmutoho bodu v prostoru. Přístroj pracuje s běžným softwarem jako jiný měřicí stroj (základní elementy – rovina, koule válec, kužel), nebo může měřit odchylky bodů přímo podle CAD modelu.

Další detaily naleznete na <http://www.metronor.com>

### Modernizace přístrojů

Firma DEOM provádí i modernizaci délkových měřicích přístrojů jako jsou délkoměry, mikroskopy aj. Přístroje vybavujeme přesným odměřováním (0,0001 mm), indikacemi a grafickým softwarem. Úprava přístroje je vždy cenově výhodná a přitom výsledkem jsou velmi dobré užitné vlastnosti upraveného přístroje srovnatelné s novým přístrojem.

Podrobnosti na <http://www.deom.cz/sluzby.htm>

Ing. Milan Suchomel, DEOM s.r.o., Praha, [www.deom.cz](http://www.deom.cz)

## Prof. RNDr. Ivan Ohlídál, DrSc. jubilující

**Prof. RNDr. Ivan Ohlídál, DrSc.** se dlouhodobě významně podílí na úspěšné publikační činnosti časopisu *Jemná mechanika a optika* a proto nemůžeme přehlédnout, že se v tomto roce plný tvůrčího elánu dožívá významného životního jubilea, 60 let věku. Prof. Ohlídál se narodil 25. dubna 1945 v Březolupech u Uherského Hradiště, v rázovitém regionu Moravského Slovácka. Tento vždy trochu drsnější a méně rozvinutý region jej na život dobře připravil. Za své životní poslání, kterému zůstal až do dneška věrný, si zvolil již v raném věku fyziku – v r. 1967 promoval v tomto oboru na přírodovědecké fakultě tehdejší Univerzity J. E. Purkyně v Brně, s úspěšnou obhajobou diplomové práce „Termická oxidace sloučenin A3 B5“. Ve svém vědeckém oboru fyziky prohluboval a nadále prohlubuje svoje vědomosti nejen studiem světové odborné literatury a docílených objevů v aktuálním čase, ale zejména též vlastním vědeckým bádáním, jehož výsledky postupně promítá do rigorózní práce v oboru experimentální fyziky „Vliv drsnosti na odrazivost tenkých vrstev“, za což v r. 1970 získává titul RNDr. V roce 1977 pak ve stejném oboru zpracovává disertační práci „Elipsometrie tenkých vrstev s náhodně drsnými rozhraními“, za což je mu přiznán titul CSc., v oboru experimentální fyzika.

Jeho vědecký růst pokračuje i v následujících letech, kdy v oboru „Fyzika pevných látek“ se habilitoval v roce 1980 jako docent na Přírodovědecké fakultě Masarykovy univerzity (tehdy Univerzity J. E. Purkyně) v Brně. V roce 1988 svojí houževnatostí a dosaženými výsledky v oboru „Kvantová elektronika a optika“ úspěšnou obhajobou doktorské disertační práce je mu přiznána vědecká hodnost DrSc.

Na základě jím prokázaných odborných i pedagogických výsledků byl v roce 1998 prezidentem republiky jmenován vysokoškolským profesorem v oboru „Kvantová elektronika a optika“.

Je třeba uvést, že pan profesor RNDr. Ivan Ohlídál, DrSc. působí ve své pedagogické i vědecké činnosti i nadále na Přírodovědecké fakultě, Katedře fyzikální elektroniky Masarykovy univerzity v Brně. Svoje studenty vede a vychovává ke stejnému zanícenému vztahu ke zvolenému vědeckému oboru, zejména v oblasti optiky tenkých vrstev a povrchů pevných látek, elipsometrie a interferometrie. V této souvislosti lze uvést, že v úzké součinnosti s národním metrologickým institutem – Českým metrologickým institutem v Brně - byla ustavena „Laboratoř moderní metrologie“. V rámci činnosti této laboratoře mají studenti fyzikálních oborů přístup k moderním nejnovějším špičkovým přístrojům v oblasti nanometrologie, tj. rastrovací sondové mikroskopie, kde mohou svoje teoretické poznatky konfrontovat s praxí. Ve spolupráci s ČMI inicioval vznik série odborných seminářů o metrologii povrchů pevných látek. Těchto seminářů se kromě české odborné veřejnosti a studentů vysokých škol účastní také vybraní zahraniční přednášející, což významnou měrou přispívá k výměně nejnovějších poznatků z tohoto dynamicky se rozvíjejícího oboru.

Pan profesor získal pro svoji pedagogickou a vědeckou činnost též praktickou odbornou průpravu ve Výzkumném ústavu skla a bižuterie v Jablonci nad Nisou, kde působil v letech 1968 – 1969 jako odborný pracovník, kam po promoci v r. 1967 nastoupil.



Od sedmdesátých let až do současné doby vykonává pedagogickou činnost v různých oborech fyziky na Přírodovědecké fakultě MV v Brně, od funkce odborného pracovníka, asistenta, vedoucího katedry, až po docenta a profesora. Hlavními obory jeho vědeckého výzkumu jsou optika tenkých vrstev, mikroskopie atomové síly a další metody sondové rastrovací mikroskopie, i když se pedagogicky věnuje i dalším odborným oborům fyziky. V těchto oborech doposud publikoval více než 150 odborných článků v mezinárodních i domácích časopisech, které mají patřičný ohlas a uznání ve vědeckých kruzích ostatních zemí, a to nejen evropských. Jeho práce jsou hojně citovány v odborných světových časopisech řady států. V současné době existuje více než 500 citací jeho prací.

V jeho vědeckovýzkumné činnosti zaujímá přední pozici optika tenkých vrstev a povrchů pevných látek, elipsometrie, interferometrie a sondová rastrovací mikroskopie. Nezanedbatelnou částí vědecké činnosti jubilanta jsou rovněž jeho práce na projektech zaměřených na moderní pokroková řešení zmíněné problematiky, na nichž se podílí buď jako řešitel nebo spoluřešitel projektu, z nichž některé mají mezinárodní charakter; v posledních pěti letech se jedná o 9 projektů. Aktivitu pana profesora v mezinárodním měřítku se promítají do jeho přednáškové činnosti na stážích v univerzitách nejen v Evropě (Oslo, Jena, Vídeň, Leningrad, Turin, Linz, Marseille), ale též v zámoří. Pracoval např. jako hostující profesor v Japonsku na Shizuoka University v Hamamatsu.

V rámci Masarykovy univerzity působí v oborové komisi doktorského studia „Vlnová a částicová optika“ a je členem Komise pro výběrová řízení. Jeho odborné zkušenosti a znalosti oceňují i jiné subjekty, takže působí v Oborové komisi doktorského studia „Optika a optoelektronika“ na Přírodovědecké fakultě Univerzity Palackého v Olomouci, je členem SPIE – The International Society for Optical Engineering, členem Jednoty českých matematiků a fyziků, členem České a Slovenské společnosti pro fotoniku a v neposlední řadě též v návaznosti na svoje pedagogické zaměření je členem týmu „Laboratoř moderní metrologie“ (společná laboratoř ČMI, Přírodovědecké fakulty MU a Ústavu fyzikálního inženýrství VUT).

Jako důkaz ocenění vědeckou komunitou se jeví jeho členství ve výboru SPIE CS a v Národním výboru ICO (International Committee for Optics).

Je mu svěřována prezentace přednášek na mezinárodních vědeckých konferencích a seminářích a podílí se rovněž na organizaci mezinárodních konferencí a seminářů.

U příležitosti dovršení jubilatových 60ti let života přejeme panu profesorovi mnoho úspěchů ve vědecké činnosti i v osobním životě a ocenění jeho pedagogické činnosti v práci se studenty. Přejeme mu i mnoho zdaru v jeho práci týkající se rozvoje nových tvůrčích metod v oblasti moderních experimentálních technik, zejména v oblasti nanometrologie a elipsometrie.

RNDr. Pavel Klenovský, Brno

# CONTENTS

<b>Czech Metrology Institute introduces itself</b> (P. Klenovský).....	311
<b>SPIE symposium: Optical Systems Design</b> (12 <sup>th</sup> - 16 <sup>th</sup> September 2005, Jena, Germany) (I. Ohlídal)....	312
<b>Electron Beam Lithography for nanotechnology</b> (Z. Výborný).....	313
Photolithography is the most frequently applied technology for microstructures patterning. The aim of its continuous development is directed to available resolution enhancement. Details as short as 100 nm could be prepared in such a way at present and even shorter dimensions are predicted. Due to its costs such an advanced technology is acceptable, however, for a large-scale production only. Alternative lithography methods are presently under development. Rather advanced is electron beam lithography (EBL) which profits from the knowledge of electron microscopy science. Several construction types of EBL have been developed and applied from the simplest one based on a laboratory SEM microscope combined with a lithographic attachment up to sophisticated machines for photomasks industrial production. The optimal choice of an EBL apparatus depends on the character of the laboratory, its other equipment and on the types of the samples under research or development. For example an E-Beam turnkey-resolution apparatus based on a top SEM together with an optical pattern generator control unit plus laser-interferometer-controlled stage is a good choice for a laboratory specialized in the research of nanostructures technology and diagnostics.	
<b>Surface scanning with microwave microscope</b> (V. Křesálek, M. Navrátil).....	319
The aim of this work was to measure the resonant curves of coaxial resonator during scanning of conducting relief. Relief of surface was created on the basis of measured curves. Resonance response of $n\lambda/4$ resonator was measured with spectral analyser FSH3 (Rohde&Schwarz). User programs were created in MATLAB software. Some trials were carried out for verification of mentioned laboratory microwave microscope kit.	
<b>Grand state prize awarded to Prof. MUDr. Mojmír Petráň, CSc.</b> .....	321
<b>Third international workshop on data analysis of scanning probe microscopy</b> (I. Ohlídal) .....	322
<b>SPIE/CS library acquisition</b> .....	333
<b>Solar photovoltaic system installed and tested at the Czech Agricultural University in Praha</b> (P. Bican, M. Libra, V. Poulek) .....	345
<b>Using and testing of precision of coordinate measuring machines (CMM) in Škoda Auto a. s. Mladá Boleslav</b> (F. Kopríva, J. Štěpán) .....	348
<b>DEOM - measuring instruments used for size measurements</b> (M. Suchomel) .....	350
<b>Prof. RNDr. Ivan Ohlídal, DrSc.'s jubilee</b> (P. Klenovský).....	351

# ANOTACE

<b>Studium mechanických vlastností tenkých vrstev kombinací nanotvrdosti a AFM</b> (V. Buršíková, P. Klapetek, A. Bousquet, M. Eliáš).....	323
Příspěvek se zabývá studiem mechanických vlastností tenkých vrstev připravených v plazmatu. Vrstvy byly zkoumány kombinací AFM měření a nanoindentace. Ukazuje se, že kombinací obou metod je možné získat velmi citlivý nástroj pro měření odolnosti vrstvy vůči lomu a odolnosti rozhraní mezi vrstvou a podložkou.	
<b>Rastrovací termální mikroskopie: teorie a aplikace</b> (P. Klapetek, I. Ohlídal, J. Buršík) .....	327
V příspěvku je popsáno teoretické pozadí rastrovací termální mikroskopie a výsledky dosažené při studiu uměle vytvořených struktur, jako jsou například elektrody slunečních článků, čidla pro analýzu plynů nebo povrchy elektronických součástek. Z výsledků je patrné, že při měření hladkých povrchů může metoda SThM sloužit pro získávání hodnověrných obrazů materiálového kontrastu. V případě, že je měřeno na drsných površích, pozorujeme významné zkreslení termálních dat. Práce ukazuje, že toto zkreslení je možné efektivně odstranit pomocí zpracování naměřených dat neuronovou sítí.	
<b>Biologické aplikace AFM Explorer - naše zkušenosti</b> (R. Kubínek, M. Vůjtek, H. Dušková).....	330
Článek vycházející ze studií Katedry experimentální fyziky UP v Olomouci podává přehled aplikací AFM v biologii. Zmiňuje rozdíly mezi elektronovou mikroskopií a AFM a výsledky získané při studiu topografie molekul, buněk a tkání a jejich strukturálních změn. Ukazuje se, že metoda AFM má v oblasti biologie a medicíny velký potenciál pro další rozvoj.	
<b>Měření nano DAC deformace pomocí zatěžovacích mikrografů</b> (D. Vogel, B. Michel).....	334
Práce představuje metodu digitální korelace, umožňující měření deformací polí v mikrometrickém a nanometrickém měřítku u systémů s mechanickým či termálním zatížením. Zatěžovací mikrografy jsou využity pro zaznamenání posunutí a analýzu napěťových polí. Metodika, která byla již dříve využita v rastrovací elektronové mikroskopii, byla rozšířena do oblastí AFM, kde umožňuje získávat data s dostatečným rozlišením. Aplikace popsané metody přibližují příklady využití v oblasti studia mikrostruktur a mikrotrhlin.	
<b>Tvarová relaxace a nanotvrdost</b> (P. M. Nagy, P. Horváth, D. Aranyi, E. Kálmán) .....	338
Pro určení mechanických vlastností tenkých vrstev pomocí měření tvrdosti je nutné provádět měření pomocí co možná nejmenších vpichů. Současný stav přístrojové techniky v oblasti nanoindentace umožňuje zjišťovat mechanické vlastnosti s využitím vpichů menších než 1 $\mu\text{m}$ . Data naměřená takovými přístroji jsou ovlivněna zejména drsností povrchu vzorku a deformacemi vtisku samotného. Tyto jevy je možné studovat díky kombinaci AFM a nanoindentace.	
<b>Kalibrace rastrovacího kapacitního mikroskopu: teorie a aplikace</b> (Š. Lányi).....	342
Práce je věnována nové metodě pro určení tvaru sondy rastrovacího kapacitního mikroskopu. Je založena na měření kapacity mezi sondou a testovací strukturou v různých vzdálenostech od testovací struktury. Testovací struktura má válcový tvar a je umístěna na hladkém vodivém povrchu. Výhodou této struktury je především její symetrie, která významně usnadňuje modelování interakce mezi sondou a strukturou. Autor představuje také alternativní možnost měření s využitím modulování kapacity vibrační sondy ve směru kolmém na povrch, využitelnou ve všech kapacitních mikroskopech, které umožňují pouze měření změny kapacity, ne její absolutní hodnoty.	