

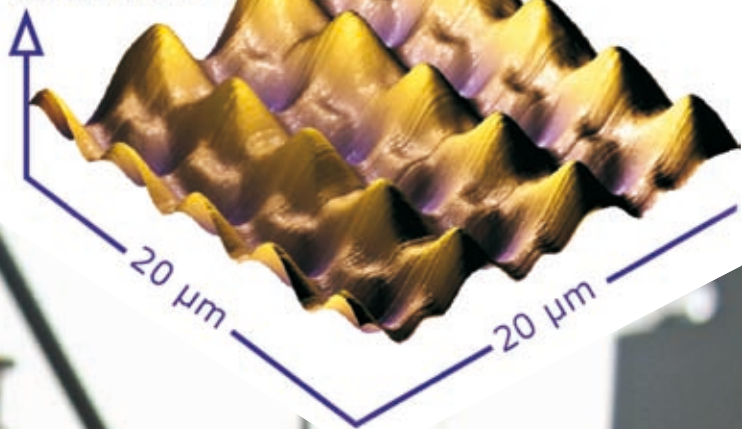
7-8
2009

JMO

JEMNÁ MECHANIKA A OPTIKA FINE MECHANICS AND OPTICS

Ústav fyzikálního inženýrství
Fakulta strojního inženýrství
Vysoké učení technické v Brně

Lokální
odrazivost



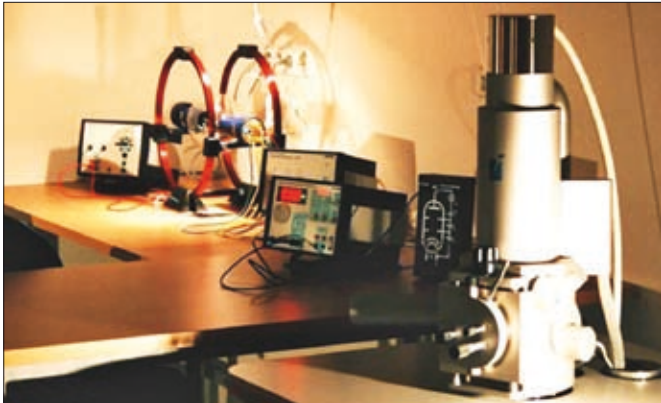
ISSN 0447-6441
Index 46 723

Optická mikroskopie v blízkém poli

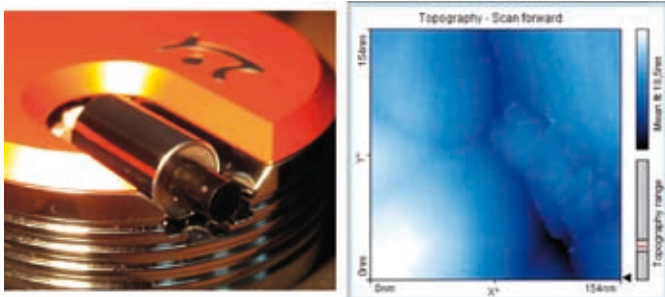
<http://physics.fme.vutbr.cz>

Obrázky k článku „Specializované laboratoře pro akreditovaný obor Fyzikální inženýrství a nanotechnologie“

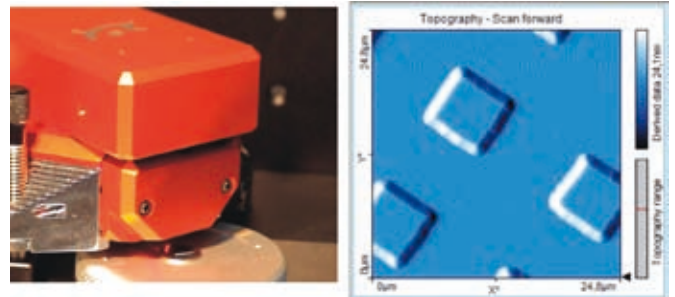
(Strana 198 - 199)



< Obr. 1 Celkový pohled na učebnu specializovaných fyzikálních laboratoří oboru Fyzikální inženýrství a nanotechnologie. V popředí elektronový mikroskop Tescan Vega, v pozadí experimentální sestavy Phywe pro Franckův-Hertzův experiment s neonem a Pohyb elektronu v homogenním poli Helmholtzových cívek

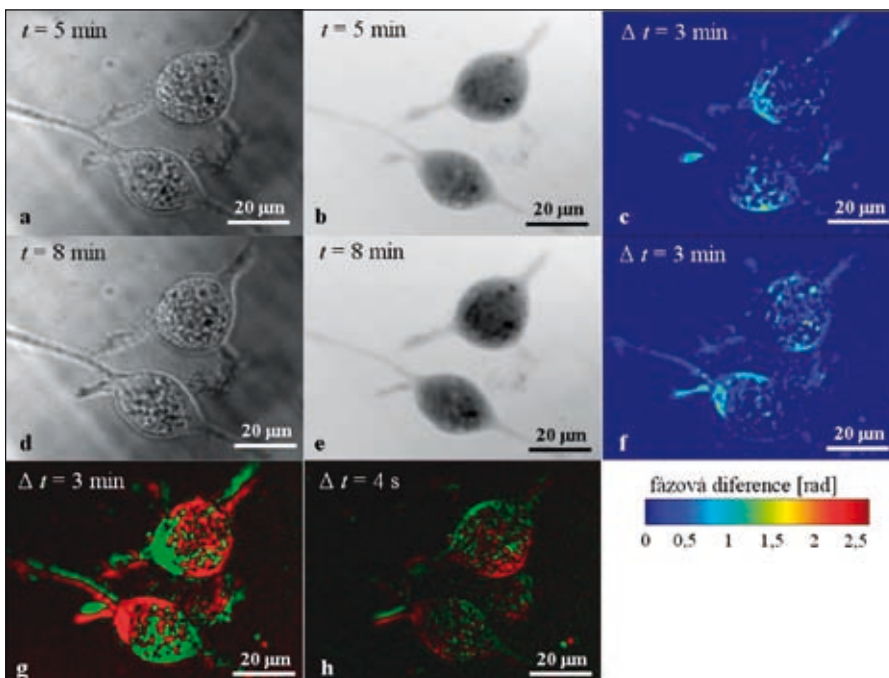


Obr. 2 STM mikroskop EasyScan firmy NanoSurf a obrázek morfologie povrchu zlaté kalibrační mřížky s periodou 160 nm (zobrazena oblast je 154 x 154 nm²)



Obr. 3 AFM mikroskop EasyScan firmy NanoSurf s integrovaným videomodulom. Obrázek kalibrační SiO₂/Si mřížky s pravidelnými čtvercovými terasami o hraně 10 μm (zobrazena oblast je 25 x 25 μm²)

Obrázek k článku „Digitální holografická mikroskopie na ÚFI, VUT v Brně“ (Strana 206 - 208)



< Obr. 1 Rakovinné buňky A3 ve dvou časových okamžicích reakce na akutní nutriční a energetickou deprivaci (časy trvání reakce jsou v obrázcích uvedeny jako t). Obr. a, d ukazují obrazovou intenzitu, obr. b, e obrazovou fázi. Rozmístění úbytků (obr. c) a příbytků hmoty buněk (obr. f) mezi uvedenými časy je znázorněno v barevné škále s příslušnou stupnicí. Obr. g je dynamická fázová diference příslušná snímkům b, e ($\Delta t = 3$ minuty). Obr. h ukazuje dynamickou fázovou diferenci ve velmi krátkém časovém okamžiku $\Delta t = 4$ sekundy v čase $t = 8$ minut. Použité objektivy: Lambda 20x/0,4 osvětlení: halogenová lampa s interferenčním filtrem ($\lambda = 650$ nm, FWHM = 10 nm).

REDAKČNÍ RADA

Předseda: RNDr. Miloslav VYCHODIL, CSc., Meopta-optika, s.r.o., Přerov

Členové: RNDr. Ing. Ján BARTL, CSc., ÚM SAV, Bratislava, prof. RNDr. Dr. Zdeněk BOUCHAL, UP, Olomouc, Ing. Igor BREZINA, Bratislava, prof. Ing. Pavol HORŇÁK, DrSc., STU, Bratislava, prof. RNDr. Miroslav HRABOVSKÝ, DrSc., SLO UP a FZÚ AV ČR, Olomouc, RNDr. Vladimír CHLUP, Olomouc, RNDr. Lubomír JASTRABÍK, CSc., FZÚ AV ČR, v.v.i., Praha, RNDr. Pavel KLENOVSKÝ, Český metrologický institut, Brno, Ing. Jiří KRŠEK, VUT, Brno, doc. RNDr. Vojtěch KŘESÁLEK, CSc., UTB, Zlín, Ing. Jan KŮR, Mesing, spol. s r.o., Brno, prof. RNDr. Bohumila LENCOVÁ, CSc., ÚPT AV ČR, v.v.i., Brno, prof. Ing. Martin LIBRA, CSc., ČZU, PRAHA, prof. RNDr. Miroslav LIŠKA, DrSc., VUT, Brno, RNDr. Zdeněk LOŠŤÁK, Meopta-optika, s.r.o., Přerov, prof. Ing. Petr LOUDA, CSc., TU, Liberec, RNDr. František MÁCA, CSc., FZÚ AV ČR, v.v.i., Praha, doc. RNDr. Miroslav MILER, DrSc., ÚFE AV ČR, v.v.i., Praha, prof. RNDr. Jan PEŘINA, DrSc., UP, Olomouc, prof. Ing. Jaromír PIŠTORA, CSc., VŠB - TU, Ostrava, prof. RNDr. Ing. Jaroslav POSPÍŠIL, DrSc., UP, Olomouc, RNDr. Dagmar SENDERÁKOVÁ, Ph.D., UK, Bratislava, RNDr. Petr SCHOVÁNEK, SLO UP a FZÚ AV ČR, Olomouc, 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.; 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, v.v.i. za spoluúčasti The International Society for Optical Engineering (SPIE/CS) v Nakladatelství Fyzikálního ústavu Akademie věd České republiky, v.v.i.

Ředitel FZÚ AV ČR, v.v.i.: doc. Jan ŘÍDKÝ, CSc.

Odpovědný zástupce vydavatele: prof. RNDr. Miroslav HRABOVSKÝ, DrSc.

Šéfredaktor: dipl. tech. Jaroslav NEVŘALA

Adresa redakce v Olomouci (předplatně, 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: eva.pelcova@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.

Vychází: 10x ročně (z toho 2 čísla jako dvojčísla)

Předplatně: Celoroční 420,- Kč/rok. Ceny jsou jednotné pro Československou republiku. Do všech ostatních zemí je časopis JMO distribuován za jednotnou cenu 10 EUR/ks. Pro členy SPIE/CS činí předplatně 120,- Kč/rok. Předplatně 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 a Podniková prodejna Meopta-optika, s.r.o., Přerov, Kabelíkova 1, 750 02 Přerov.

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 2 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.utc.sk

Tiskne TYPOservis Holešov, Masarykova 650, 769 01 Holešov,
tel.: 573 398 746, e-mail: dtp@typoservis.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 2009

JEMNÁ MECHANIKA A OPTIKA

VĚDECKO-TECHNICKÝ ČASOPIS
ROČNÍK 54 7 - 8/2009

OBSAH

Fyzikální inženýrství a nanotechnologie – kvalitativní posun ve výuce optiky a přesné mechaniky (M. Liška, T. Šíkola).....	195
Světlo na ÚFI (T. Šíkola).....	196
Životní jubileum prof. RNDr. Miroslava Lišky, DrSc. (T. Šíkola).....	197
Specializované laboratoře pro akreditovaný obor Fyzikální inženýrství a nanotechnologie (S. Průša, M. Liška, T. Šíkola).....	198
Vývoj mobilní aparatury pro dálkovou laserovou spektroskopii: laboratorní sestava (J. Novotný, J. Kaiser, R. Malina, M. Liška, A. Hrdlička, K. Novotný, M. Galiová).....	200
Rentgenová mikroradiografie a mikrotomografie (R. Malina, J. Kaiser, M. Liška).....	203
Digitální holografická mikroskopie na ÚFI, VUT v Brně (P. Kolman, H. Janečková, R. Chmelík).....	206
Mechanika iontů jako prostředek k analýze nanosvětla (P. Bábora, R. Duda, S. Průša, T. Matlocha, M. Kolíbal, R. Kloušek, J. Neuman, M. Urbánek, T. Šíkola).....	209
Manipulátor vzorku pro rentgenovou fotoelektronovou spektroskopii do velmi vysokého vakua (J. Polčák, P. Bábora, J. Čechal, T. Šíkola).....	215
Využití termální desorpční spektroskopie při studiu povrchové kontaminace (M. Potoček, P. Bábora, T. Šíkola).....	217
Mezinárodní veletrh oční optiky SILMO	218
Studium optických vlastností nanostruktur pomocí mikroskopie blízkého pole (D. Škoda, R. Kalousek, O. Tomanec, M. Bartošik, L. Šustr, T. Šíkola).....	219
Řízený růst kobaltových ostrůvků na křemíkovém substrátu (J. Čechal, J. Polčák, O. Tomanec, T. Šíkola).....	222
Čitlivostní analýza vyhodnocování optických parametrů tenkých vrstev (J. Spousta, J. Zlámal, M. Urbánek, T. Běhounek, R. Plšek, R. Kalousek, T. Šíkola).....	225
Užití spektroskopické reflektometrie při studiu elastohydrodynamického mazání (V. Čudek, I. Křupka, M. Hartl).....	229
Z technické knihovny (I. Brezina).....	231

Bližší informace o poslání časopisu, pokyny pro autory, obsah časopisu apod. je uveden na internetu:

<http://www.fzu.cz/struktura/casopisy/jemnam/jemname.php>

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, s.r.o., 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.), Pavol HORŇÁK - Slovak Tech. Univ., Bratislava (Slovak Rep.), 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.), Pavel KLENOVSKÝ - Czech Metrology Inst., Brno (Czech Rep.), Jiří KRŠEK - Tech. Univ., Brno (Czech Rep.), Vojtěch KŘESÁLEK - Tomas Bata Univ. in Zlín (Czech Rep.), Jan KŮR, Mesing, spol. s r.o., Brno (Czech Rep.), Bohumila LENCOVÁ - Inst. of Scientific Instruments of Czech Academy of Science, Brno (Czech Rep.), Martin LIBRA - Czech Univ. of Agric. Praha (Czech Rep.), Miroslav LIŠKA - Tech. Univ., Brno (Czech Rep.), Zdeněk LOŠŤÁK - Meopta-optika, s.r.o., Přerov (Czech Rep.), Petr LOUDA - Tech. Univ., Liberec (Czech Rep.), František MÁČA, Inst. of Physics of Czech Academy of Science, Praha (Czech Rep.), Miroslav MILER - Inst. of Photonics and Electronics of Academy of Sciences, v.v.i., Praha (Czech Rep.) Jan PEŘINA - Palacky Univ., Olomouc (Czech Rep.), Jaromír PIŠTORA - Tech. Univ., Ostrava (Czech Rep.), Jaroslav POSPÍŠIL - Palacky Univ., Olomouc (Czech Rep.), Dagmar SENDERÁKOVÁ - Comenius Univ., Bratislava (Slovak Rep.), Petr SCHOVÁNEK - Joint Lab. of Optics of Palacky Univ. and Inst. of Physics of Czech Academy of Science, Olomouc (Czech Rep.), Karel STUĐENOVSKÝ - 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.; 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: Jan ŘÍDKÝ

Editor: Miroslav HRABOVSKÝ

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: eva.pelclova@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, s.r.o., 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 2 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: dtp@typoservis.cz

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

Papers are reviewed.

© FINE MECHANICS AND OPTICS 2009

FINE MECHANICS AND OPTICS

SCIENTIFIC-TECHNICAL JOURNAL
VOLUME 54 7 - 8/2009

CONTENTS

- Physical engineering and nanotechnology - qualitative enhancement of teaching optics and fine mechanics** (M. Liška, T. Šíkola)..... 195
- Light at Institute of Physical Engineering** (T. Šíkola)..... 196
- Prof. RNDr. Miroslav Liška, DrSc.'s anniversary** (T. Šíkola)..... 197
- Specialized laboratories for accredited study program Physical engineering and nanotechnology** (S. Průša, M. Liška, T. Šíkola) 198
- Development of a mobile remote laser induced breakdown spectroscopy system: Laboratory setup** (J. Novotný, J. Kaiser, R. Malina, M. Liška, A. Hrdlička, K. Novotný, M. Galiová) 200
- X-ray microradiography and microtomography** (R. Malina, J. Kaiser, M. Liška)..... 203
- Digital holographic microscopy at IPE, BUT** (P. Kolman, H. Janečková, R. Chmelík) 206
- Ion mechanics as a tool for nano-world analysis** (P. Bábtor, R. Duda, S. Průša, T. Matlocha, M. Kolíbal, R. Kloušek, J. Neuman, M. Urbánek, T. Šíkola) 209
- Sample manipulator for X-ray photoelectron spectroscopy compatible with ultra high vacuum** (J. Polčák, P. Bábtor, J. Čechal, T. Šíkola)..... 215
- Application of thermal desorption spectroscopy for surface contamination investigation** (M. Potoček, P. Bábtor, T. Šíkola) 217
- International trade fair of ophthalmic optics SILMO**..... 218
- Study of optical properties of nanostructures by scanning near-field optical microscopy** (D. Škoda, R. Kalousek, O. Tomanec, M. Bartošik, L. Šustr, T. Šíkola)..... 219
- Guided growth of cobalt islands on silicon substrate** (J. Čechal, J. Polčák, O. Tomanec, T. Šíkola) 222
- Sensitivity analysis of optical parameters fitting procedure** (J. Spousta, J. Zlámal, M. Urbánek, T. Běhounek, R. Plšek, R. Kalousek, T. Šíkola)..... 225
- Application of spectroscopic reflectometry to the study of elastohydrodynamic lubrication** (V. Čudek, I. Křupka, M. Hartl)..... 229
- From technical library** (I. Brezina) 231

For further information about the journal intention, instructions for authors, contents etc. please refer to <http://www.fzu.cz/struktura/casopisy/jemname.php>.

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

Fyzikální inženýrství a nanotechnologie – kvalitativní posun ve výuce optiky a přesné mechaniky

Akreditace nového studijního programu je založena na rozšíření výuky světelné a částicové optiky, schopnosti konstruování zařízení s pokročilými opticko-mechanickými prvky a zvládnutí metod a přístrojů pro tvorbu a analýzu nanostruktur.

Na stránkách tohoto časopisu jsou čas od času poskytovány informace o vývoji vysokoškolského vzdělávání studentů v oblastech optiky a přesné mechaniky na Fakultě strojního inženýrství (FSI) Vysokého učení technické v Brně. Iniciátorem a garantem takové výuky je Ústav fyzikálního inženýrství (ÚFI). Tento ústav se s postupem let stal důležitým centrem aplikované optiky, pokročilých fyzikálních technologií a rozvoje moderních měřicích a diagnostických metod v některých z oborů, kterým odpovídal rychlý vědecký vývoj.

Oblasti odborného zájmu pracoviště postupně narůstaly a vyvíjely se a dnes se ustálily na inženýrské optice a na fyzice tenkých vrstev a povrchů a nanotechnologiích. Zejména rozvoj v druhé oblasti začal být od roku 1997 významně podporován grantovými projekty; k nejdůležitějším z nich patří:

- Komplexní projekt GA ČR „Laboratoř nanotechnologií a povrchového inženýrství“.
- Výzkumný záměr „Anorganické nanomateriály a nanostruktury: vytváření, analýza, vlastnosti“.
- Centrum základního výzkumu „Struktury pro nanofotoniku a nanoelektroniku“.
- Projekt AV ČR v rámci programu „Nanotechnologie pro společnost“ – Funkční hybridní nanosystémy polovodičů a kovů s organickými látkami“.
- Projekt EUROCORES „Spinově závislý transport a elektronové korelace v nanostrukturách“.
- Projekt GA AV „Nanověda a nanotechnologie se sondovými mikroskopy: od jevů na atomární úrovni k materiálovým vlastnostem“.

Vědecké zaměření pracoviště ovlivnilo i orientaci studia. Stále větší počet studentů se podílí na řešení grantových projektů z oblasti nanotechnologií a modifikace a analýzy povrchů, takže i jejich výstupy – diplomové práce a doktorské disertace – tematicky spadají do uvedených oblastí. Existovala proto oprávněná potřeba, aby původní název oboru „Fyzikální inženýrství“ zahrnoval pojem „nanotechnologie“, z něhož bude explicitně patrné zaměření studia. Logickým vyústěním tohoto vývoje bylo rozšíření akreditace studijního oboru „Fyzikální inženýrství“ na obor „Fyzikální inženýrství a nanotechnologie“ jak v bakalářském studijním programu „Aplikované vědy v inženýrství“, tak i ve stejnojmenném navazujícím magisterském studijním programu na Fakultě strojního inženýrství VUT v Brně a akreditace obsahově shodné anglické verze studijního oboru „Physical Engineering and nanotechnology“ ve studijním programu „Applied Sciences in Engineering“. Zavedení nového studijního oboru je přínosné i pro očekávaný rozvoj výzkumu v oblasti nanotechnologií, který souvisí s vybudováním plánovaného vědeckého centra excelence CEITEC (Středoevropský technologický institut).

Uvedená změna by byla oprávněná i při obsahové náplni dosud existujícího studijního plánu. Navrhovatelé změny názvu ale využili podání žádosti o akreditaci k inovaci studia rozšířením nabídky

o nové povinně-volitelné studijní předměty. Potřebný prostor pro optimální tvorbu studijních plánů se získal přesunem vybraných konstrukčních předmětů ze skupiny povinných předmětů do skupiny povinně-volitelných předmětů. Student, který má větší zájem o technologické postupy nebo studium vlastností nanostruktur bude si tyto předměty vybírat právě místo konstrukčních předmětů.

V bakalářském studiu půjde zejména o předměty chemické a částečně biologické povahy (včetně praktik), zajišťované akademickými pracovníky z Fakulty chemické VUT a Přírodovědecké fakulty MU, tzn. z pracovišť, se kterými má FSI prostřednictvím ÚFI dlouhodobou smluvní pedagogickou i vědeckou spolupráci. V navazujícím magisterském studiu půjde o speciální předměty pojednávající o specifických vlastnostech a metodách výzkumu nanostruktur, přičemž důraz bude kladen na experimentální a praktický charakter výuky, který je umožněn kvalitním experimentálním vybavením pracoviště včetně vybudovaných tzv. „čistých prostor“. Konečný profil absolventa, zejména magisterského studia, bude určen výběrem a řešením diplomové práce.

Akademičtí pracovníci Ústavu fyzikálního inženýrství na základě svých pedagogických zkušeností poznali, že zásadním způsobem, jak aktivně a trvale proniknout s fyzikálními znalostmi ke studentům, kteří v důsledku obsahových změn na středních školách jsou ke studiu technických oborů méně připraveni než v dřívějších letech, je praktická výuka. Ta je představována účastí studentů v laboratorních cvičeních. Zkušenosti také ukazují, že solidně vybavené laboratoře přitahují některé studenty k experimentální činnosti i v mimorozvrhové době, ve které rozšiřují své znalosti a učí se samostatně řešit fyzikální problémy. Protože tento způsob výuky vede studenty k tvůrčí praktické činnosti a přibližuje jim fyzikální principy a zákonitosti, věnují se pracovníci ústavu soustavnému zlepšování úrovně laboratorních cvičení a experimentálních pracovišť. Péče o laboratoře pro základní kurzy fyziky jsou samozřejmostí. Za upozornění však stojí i rozvoj laboratoří pro oborovou výuku a především pro řešení diplomových prací a doktorských disertací. Jedná se o:

- Laboratoř optické mikroskopie;
 - Laboratoř laserové spektroskopie a kapilárních výbojů;
 - Laboratoř koherenční optiky;
 - Laboratoř optických měření;
 - Laboratoř optické difraktografie;
- a v nově vybudovaných čistých prostorách (třída < 100 000, tzn. 10⁵ prachových částic s rozměry pod 0,5 μm v objemu 2,832·10² m³)
- Laboratoř rastrovací sondové mikroskopie;
 - Laboratoř povrchů, ultratenkých vrstev a in situ analýzy;
 - Laboratoř pro depozici vrstev s užitím iontových svazků (IBAD) a leptání iontovými svazky.

Cílem bakalářského studia je, aby jeho absolvent byl vybaven vědomostmi a dovednostmi, které mu umožní orientaci buď na další vzdělávání v oblasti aplikované fyziky, metrologie, materiálových

a technických věd, nebo na činnosti v těch inženýrských oblastech, jejichž rozvoj je založen na fyzikálně-matematických znalostech. Obsah studia proto vychází ze základního studia strojního inženýrství s rozšířenou výukou fyziky, fyzikálního laboratorního praktika a matematického modelování fyzikálních jevů uplatňujících se v inženýrské praxi. Absolventi studia se mohou uplatnit v konstrukčních kancelářích, v oblasti speciálních technologií, v metrologických laboratořích, ve zkušebnách a na základě širších fyzikálně-matematických znalostí jsou schopni rychlého přizpůsobení v technických oblastech. Absolventi tohoto bakalářského studia jsou však především připravováni k pokračování ve vysokoškolském vzdělávání ve dvouletém navazujícím magisterském studiu oboru „Fyzikální inženýrství a nanotechnologie“, ve kterém se seznámí s efektivním uplatňováním optoelektroniky při konstrukci strojů a přístrojů, s kvalifikovaným využíváním optických metod v metrologii, se zaváděním a využíváním nových technologií a nanotechnologií a s odpovídajícími zařízeními pro modifikaci povrchů a přípravu tenkých vrstev a nanostruktur pro optické, elektrotechnické a strojírenské účely a s využitím počítačů ke konstruování a k vědeckým výpočtům.

Cílem magisterského studia je absolventům technicky orientovaných bakalářských oborů s rozšířenou výukou fyzikálních a matematických předmětů poskytnout vzdělání, které je připraví pro činnost ve výzkumných a vývojových laboratořích zaměřených na řešení problematiky vycházející z oblastí aplikované fyziky, na konstrukci vědeckých přístrojů a na inženýrský experiment. Obsah studia je založen na poznání oblastí moderní fyziky a jejich uplatnění v současné praxi, na pochopení principů měření, na získání praktických dovedností experimentální činnosti v laboratořích a na využití počítačů k modelování jevů, konstrukci zařízení a zpracování dat. Podmínkou přijetí je bakalářský titul získaný studiem bakalářského oboru „Fyzikální inženýrství a nanotechnologie“ na FSI nebo studiem fyzikálně zaměřeného bakalářského oboru na technické vysoké škole nebo na univerzitě. Tito uchazeči jsou přijímáni ke studiu

bez přijímací zkoušky. Podmínkou studia u absolventů jiného bakalářského oboru než je „Fyzikální inženýrství a nanotechnologie“ na FSI může být nutnost zapsat nad rámec studijních plánů ty studijní předměty, jejichž znalost je pro pokračování v magisterském studiu zásadní. Absolventi studia jsou zaměřeni na efektivní uplatňování optoelektroniky při konstrukci strojů a přístrojů, na kvalifikované využívání optických metod v metrologii, na zavádění a využívání nových technologií a nanotechnologií a odpovídajících zařízení pro modifikaci povrchů a přípravu tenkých vrstev a nanostruktur v optice, elektrotechnice a strojírenství. Úspěšní a vědecky orientovaní absolventi magisterského studijního programu mají možnost pokračovat v doktorském studijním programu „Fyzikální a materiálové inženýrství“ a po složení státní doktorské zkoušky a obhájení disertační práce získat titul Ph.D.

Je vhodné upozornit, že i po akreditaci nového oboru zůstává na FSI zachován obor magisterského studia „Přesná mechanika a optika“. Je určen nejenom absolventům tříletého bakalářského oboru „Strojní inženýrství“ na FSI, ale absolventům bakalářského studia s širším teoretickým a odborným základem pro další technické vzdělávání v oblasti strojírenství, které získali na jiných vysokých školách. Inovační studia a jeho prohloubení v oblasti nanotechnologií se rozšířila nabídka předmětů i pro studenty „Přesné mechaniky a optiky“, např. zavedením předmětu Nanofotonika a plasmonika, Nanoelektronika, rozšířením předmětu Částicová optika o výuku iontových zdrojů a iontových spektrometrů a rozšířením praktické výuky v laboratořích o metody a techniky analýzy charakteristik povrchů, tenkých vrstev a nanostruktur.

Přehled a rozsah všech předmětů, které jsou součástí studijních oborů „Fyzikální inženýrství a nanotechnologie“ a „Přesná mechanika a optika“ jsou uvedeny na webových stránkách fakulty <http://www.fme.vutbr.cz/studium>. Na těchto stránkách lze nalézt i podrobnější informace o Ústavu fyzikálního inženýrství (<http://www.fme.vutbr.cz/ustavy>) a dalších konkrétních vědeckých pedagogických výstupech jeho pracovníků.

Prof. RNDr. Miroslav Liška, DrSc., Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2, 616 69 Brno, tel.: 541 142 820, e-mail: liska@fme.vutbr.cz
Prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc., Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2, 616 69 Brno, tel.: 541 142 707, e-mail: sikola@fme.vutbr.cz



Světlo na ÚFI

Dne 24. března 2009 uspořádal Ústav fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně seminář s názvem „Světlo na ÚFI“ věnovaný sedmdesátinám profesora Miroslava Lišky, kde zazněly tyto přednášky:

Radim Chmelík: *Když proužky promluví a my jim rozumíme*

Jozef Kaiser: *Již více než deset let ablatujeme a konec je (naštěstí) v nedohlednu*

Radek Kalousek: *Plasmonika jako most mezi optikou a pevnou látkou*

Jiří Petráček: *Pomalé světlo (ve fotonických a rezonančních strukturách)*

Pavel Zemánek (Ústav přístrojové techniky AV ČR): *Světlo pracuje aneb sci-fi v laboratoři*

V přednáškách představili kolegové, které prof. Liška významně ovlivnil, jak oblasti optiky, jež jsou nyní na ústavu rozvíjeny, tak oblasti spojující tradiční optiku s fyzikou povrchů a nanotechnologiemi. Na závěr prof. Liška ve své přednášce shrnul některé výsledky své celoživotní vědecké práce a ukázal, odkud čerpá inspiraci a životní energii.

Seminář proběhl za účasti děkana Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně Miroslava Doupovce a akademických pracovníků fakulty, Ústavu přístrojové techniky AV ČR a Přírodovědecké fakulty MU.

Prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně

Životní jubileum prof. RNDr. Miroslava Lišky, DrSc.

Na samém počátku letošního jara oslavil profesor Miroslav Liška sedmdesátiny. Pro většinu z nás je to překvapivé, poněvadž známe jeho kondici, energii a elán, se kterými vykonává rozmanité činnosti spojené s působením ve funkci profesora na Ústavu fyzikálního inženýrství Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a zástupce ředitele Ústavu i práci v Akreditační komisi ČR. Čas však, jak všichni víme, běží velmi rychle.

Profesor Liška se narodil 20. 3. 1939 v malebném městečku Českomoravské vysočiny, Počátkách, v rodině učitele. Zde také prožil své mládí a získal od svého otce vztah k učitelství povolání. V roce 1956 maturuje v nedalekých Dačicích. Poté zahajuje studium odborné fyziky na Přírodovědecké fakultě Masarykovy univerzity v Brně, kterou úspěšně ukončuje v roce 1961. Tentokrát však na Univerzitě Jana Evangelisty Purkyně, což byl název, který Masarykova univerzita nesla od roku 1960 do roku 1990. Po studiu nastupuje na VUT v Brně, na katedru fyziky Stavební fakulty. V roce 1964 pak přechází na katedru fyziky na strojní fakultě a tento okamžik se stává rozhodujícím pro jeho další profesní život. Jako mladý odborný asistent se vedle výuky zapojuje s plnou vervou do budování laboratoře koherenční (laserové) optiky na Kraví Hoře, kde tehdy část katedry sídlila. V té době začíná nalézat své uplatnění nedávno objevená laserová optika a Miroslav Liška poznává její nové, téměř neomezené možnosti. Vedle těchto příznivých okolností těží ze svého nadání pro experimentální práci, jakož i z přítomnosti mladých nadaných inženýrů, zejména pozdějšího profesora strojní fakulty Vlastislava Bočka. Společně konstruuji lasery a hledají jejich možné uplatnění v oblasti koherenční optiky. Od samého počátku své výzkumné činnosti Miroslav Liška zdůrazňuje spolupráci fyziků na technických univerzitách s inženýry a ukazuje na přínos propojování přírodovědných a inženýrských přístupů.

V sedmdesátých letech začíná spolupracovat s Ivanem Šantavým, známým odborníkem v oblasti teorie elektromagnetického pole, optiky a fyzikálního vzdělávání. Nespokojuje se jen se skutečností, že katedra fyziky, ale i obecně vysoké školy jsou v té době primárně považovány pouze za „učící“ instituce a snaží se systematicky pěstovat výzkum na katedře. Protože v té době neexistoval přímý přístup pracovníků vysokých škol k výzkumným projektům, neexistoval systém grantů, jak jej známe dnes, profesor Liška rozvíjí neformální spolupráci s řadou podniků a vyvíjí se svými spolupracovníky unikátní optická zařízení a postupy. Namátkou můžeme jmenovat např. konstrukce laserového fotokoagulatoru, laserového zaměřovače, pulsního rubínového laseru aj.

Vedle této činnosti se profesor Liška věnuje své oblíbené pedagogické činnosti, jednak v oblasti základního kurzu fyziky, kde společně s profesorem Šantavým vydává kvalitní skripta, jakož i v odborných kurzech zaměřených na metrologii, kvalitu a jakost. V roce 1978 se habilituje na Přírodovědecké fakultě Univerzity Palackého v Olomouci, známém centru vzdělávání a výzkumu v op-



tice. V roce 1985 je jmenován profesorem a stává se vedoucím katedry fyziky na Strojní fakultě. Své organizační schopnosti uplatnil i v akademických funkcích jako proděkan strojní fakulty a poté jako prorektor VUT.

Dlouhodobé úsilí profesora Lišky přeměnit katedru fyziky na úroveň oborové katedry, vychovávající své vlastní studenty, nachází ovoce po roce 1989, kdy odstranění administrativních překážek umožnilo otevřít již předtím dlouho připravované mezioborové studium Inženýrské optiky uskutečňované ve spolupráci s Přírodovědeckou fakultou MU a ústavu Akademie věd ČR, zejména Ústavem přístrojové techniky. Tento obor je později rozšířen obsahově i o fyziku povrchů a změněn je i jeho název na Fyzikální inženýrství. Zavedení oborového studia přispělo ke kvalitativně novému období katedry fyziky, transformované v roce 1994 na Ústav fyzikálního inženýrství, v jehož čele prof. Liška stál do roku 2006. Ústav postupně vychovává vlastní absolventy, doktorandy a odborníky v moderních oblastech optiky, fyziky povrchů, tenkých vrstev a materiálů. V poslední době činnost Ústavu systematicky směřuje k úrovni potřebné k zabezpečení nedávno akreditovaného studijního oboru Fyzikální inženýrství a nanotechnologie, který bude poprvé otevřen v akademickém roce 2009/10. Na uvedeném procesu se prof. Liška významně podílel, a to jak svým pedagogickým působením, tak i výzkumnou a organizační činností, kdy v průběhu posledních dvaceti let získal a vedl řadu výzkumných a vzdělávacích projektů, které napomohly budování a rozvoji ústavu i výchově mladých spolupracovníků. Jeho velkým přínosem pro dosažení současného stavu a úrovně ústavu rovněž bylo, že u svých spolupracovníků vždy podporoval tvůrčí práci a svobodu bádání, a napomohl tak vytvořit na ústavu příjemné, kolegiální a tolerantní akademické prostředí.

Na závěr je nutné zdůraznit, že prof. Liška patří ke vzácné skupině akademických pracovníků, u nichž jsou na vysoké úrovni zastoupeny všechny profesní schopnosti potřebné pro tuto náročnou činnost. Je výborným učitelem, významným odborníkem v oblasti koherenční optiky se smyslem pro aplikace a v neposlední řadě uznávaným organizátorem výzkumu a vzdělávání. Je členem řady vědeckých rad vysokých škol a dalších výzkumných institucí. Vysoce je oceňováno jeho dlouholeté působení v Akreditační komisi ČR, jejímž členem byl od jejího zřízení v roce 1991 a v jejímž čele pak stál od roku 2000 do roku 2006. Prof. Liškovi se dostalo řady ocenění, byla mu udělena zejména Medaile 1. stupně MŠMT, Zlatá medaile VUT a Zlatá medaile FSI.

Přejme Miroslavu Liškovi hodně zdraví a pohody do dalších let a mnoho radostných chvil s námi, jeho rodinou i na jeho oblíbené chatě v rodném kraji, v jižním cípu Českomoravské vysočiny.

*Prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně*

Specializované laboratoře pro akreditovaný obor Fyzikální inženýrství a nanotechnologie

Experimentální sestavy z oblasti moderní fyziky a zobrazovacích technik s nanometrovým rozlišením tvoří základ nové výukové laboratoře pro studenty oboru Fyzikálního inženýrství a nanotechnologie. Experimenty a jejich interpretace představují základní pilíře při studiu moderní fyziky a nanotechnologií.

Klíčová slova: experiment, fyzika, výuka, nanotechnologie

Upozornění: Obrázky 1, 2 a 3 jsou uvedeny na 2. straně obálky v barevném provedení.

ÚVOD

Praktická experimentální zkušenost hraje v procesu výchovy studentů technických a přírodovědných oborů nezastupitelnou roli. Na Ústavu fyzikálního inženýrství (ÚFI) Fakulty strojního inženýrství (FSI) Vysokého učení technického v Brně (VUT) jsou systematicky budovány fyzikální laboratoře pro výuku studentů FSI na všech úrovních. S podporou projektu Fond rozvoje vysokých škol a FSI vznikla na ÚFI v posledních třech letech moderně vybavená laboratoř (*obr. 1*) pro praktickou výuku studentů strojního inženýrství ve vysoce specializovaných oborech, mezi něž patří i nově akreditovaný obor Fyzikální inženýrství a nanotechnologie. Tematicky je vybavení laboratoře zaměřeno na elektromagnetismus, moderní fyziku a na pokročilé materiálové technologie.

EXPERIMENTÁLNÍ VYBAVENÍ

Soubor experimentálních sestav pro **praktikum z moderní fyziky** se neustále rozšiřuje a v současné době umožňuje paralelní instalaci následujících experimentů: *Pohyb elektronu v homogenním magnetickém poli Helmholtzových cívek, Stefanův-Boltzmannův zákon radiace, Rentgenova difrakce, Franckův-Hertzův experiment s neonem, Hallův jev v polovodičích, Emisní jedno- a dvoj-elektronová spektra, Charakteristiky solárních článků, Feromagnetická hysterese a Zobrazování pomocí elektronového svazku.*

V rámci navazujících **specializovaných praktik** řeší studenti pokročilé úlohy: *Šířka zakázaného pásu energií v germaniu, Elektronová mikroskopie, AFM (Atomic Force Microscopy) mikroskopie, STM (Scanning Tunneling Microscopy) mikroskopie, Magnetická susceptibilita, Interakce záření gama s pevnou látkou a Charakteristiky iontového zdroje.* Ve spolupráci s Přírodovědeckou fakultou Masarykovy University jsou pro studenty zajištěny úlohy: *Koncentrace vakancí v platíně a Absorpční hrana polovodiče.*

Velká část experimentálních sestav je realizována pomocí moderního modulárního systému firmy Phywe [1], se kterým máme několikaletou dobrou zkušenost. Vysoce specializované experimentální sestavy a měřicí systémy byly nakoupeny od renomovaných výrobců. Jedná se především o zobrazovací systémy: AFM a STM mikroskopy byly nakoupeny od švýcarské firmy NanoSurf [2], elektronový mikroskop dodala brněnská firma Tescan [3].

AFM mikroskop pracuje v základním kontaktním modu. Pro potřeby prezentací v rámci přednášek z moderní fyziky byl vybaven videomodulem. Jedná se o velmi kompaktní zařízení optimalizované právě pro výukové účely. Po konzultaci pracují studenti s mikroskopem samostatně, od výměny skenovacího raménka až po snímání obrázků měřených povrchů.

Rovněž zmíněný STM mikroskop vyniká oproti obdobným systémům svojí jednoduchostí a kompaktností. Součástí experimentální činnosti studentů je i příprava skenovacího hrotu stříháním z PtIr drátu.

Rastrovací elektronový mikroskop Vega s termoemísí elektronovou tryskou pracuje s maximálním urychlovacím napětím 30 kV. Jeho mezní rozlišovací schopnost je přibližně 3 nm. V současné době je vybaven detektorem sekundárních elektronů.

V současné době probíhá další fáze modernizace experimentálního výukového zařízení, v rámci kterého je modulární experimentální systém Phywe rozšířen o sestavy: Fotoelektrický jev a Rozptyl pomalých elektronů na krystalových strukturách. AFM mikroskop bude rozšířen o modul pro bezkontaktní měření a měření pomocí detekce magnetických sil. Úprava elektronového mikroskopu umožní jeho využití pro elektronovou litografii.

STŘEDOŠKOLSKÉ FYZIKÁLNÍ EXPLORATORIUM

Nemalé finanční prostředky do praktika vložené jsou nadto zhodnocovány v rámci Středoškolského fyzikálního exploratoria, které nabízí využití vybraných experimentálních sestav studenty středních škol, kteří jeví nadstandardní zájem o technické a přírodovědně vysokoškolské studijní obory. V průběhu posledních dvou let, kdy je exploratorium zájemcům prezentováno, se uskutečnilo několik hromadných i individuálních návštěv studentů středních škol. Na hlavních internetových stránkách ÚFI (physics.fme.vutbr.cz) je odkaz na Středoškolské fyzikální exploratorium [4].

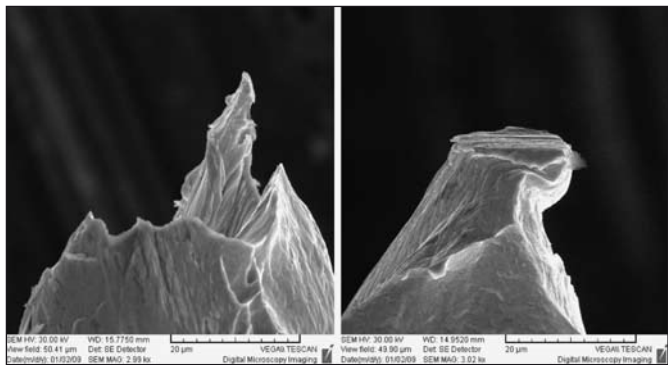
VÝUKA V LABORATOŘÍCH

Na všech úrovních praktické výuky v laboratoři se předpokládá aktivní přístup studentů k přípravě na měření. Zveřejněné návody jsou jen jedním ze zdrojů informací o nabízených úlohách a zdaleka neplní funkci kompletních učebních textů. V současné době existují dvě verze návodů ke každé experimentální sestavě. První verze je standardní, určená studentům našeho studijního oboru. Pro potřeby Středoškolského exploratoria byla sestavena populární verze vybraných návodů, které jsou k nahlédnutí na zmíněných internetových stránkách. V přípravě je třetí, cizojazyčná verze návodů.

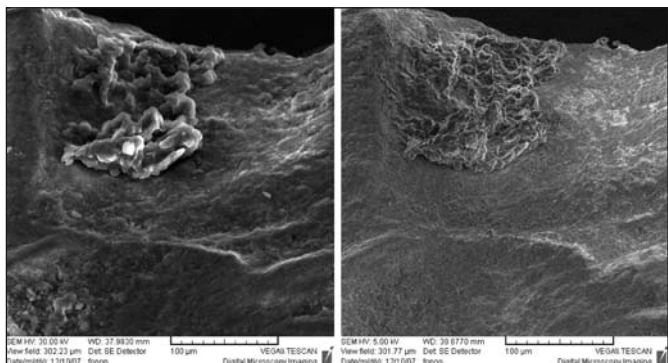
Je třeba zdůraznit, že u všech experimentálních sestav, včetně AFM, STM a elektronového mikroskopu, se jedná o samostatnou individuální experimentální činnost studentů, která podle našeho přesvědčení nejlépe rozvíjí jejich experimentální dovednosti. Všechny experimentální sestavy byly prvoplánově realizovány pro

výukové účely. Některé z nich, především zobrazovací techniky s nanometrovým rozlišením, začaly být intenzivněji využívány studenty při tvorbě bakalářských a diplomových prací.

Následující obrázky ukazují některé výstupy studentů při zobrazování povrchů pevných vzorků pomocí STM (*obr. 2*), AFM



Obr. 4 Hroty pro STM mikroskopii z materiálu PtIr. Vlevo nepoužitý hrot, vpravo hrot poškozený přímým kontaktem s povrchem vzorku při STM měření (zobrazovaná oblast v každém z obrázků je $50 \times 50 \mu\text{m}^2$)



Obr. 5 Obrázky hrany pazourku, který byl používán pro kosení obilí (lokalita nálezů jižní Morava, stáří přibližně 5000 let). Vlevo urychlovací napětí 30 kV, vpravo pro urychlovací napětí 5 kV (zobrazovaná oblast v každém z obrázků je $300 \times 300 \mu\text{m}^2$)

(*obr. 3*) a rastrovací elektronové mikroskopie. PtIr hroty, které studenti zhotoví pro STM mikroskopii, jsou před i po použití zobrazovány na elektronovém mikroskopu (*obr. 4*). Kontakt hrotu s pozorovaným povrchem při STM mikroskopii se projeví ve ztrátě rozlišení. V případě pazourku se jedná o pokročilou úlohu na elektronovém mikroskopu. Pazourek vykazuje slabou vodivost, přesto nebyl pokryt obvyklou vrstvou vodivého materiálu. Při jeho zobrazování (*obr. 5*) byl použit elektronový svazek s malou proudovou hustotou a akumulovaný náboj byl z povrchu odveden pomocí systému jemných kontaktů. Pro možnost porovnání jsou uvedeny obrázky stejného místa získané pro urychlovací napětí 30 kV a 5 kV. Srovnávání vede studenty k hlubším úvahám o interakci primárního svazku s materiálem a o emisi sekundárních elektronů.

ZÁVĚR

Studenti oboru Fyzikální inženýrství a nanotechnologie se v praxi seznamují s experimenty, které stály u zrodu moderní fyziky a v současnosti se intenzivně využívají v moderních technologiích. Elektronová mikroskopie společně s STM a AFM patří mezi standardně využívané pokročilé zobrazovací metody s nanometrovým rozlišením. Letos uplyne 50 let od slavné přednášky R. Feynmana s názvem There's Plenty of Room at the Bottom, která je všeobecně považována za startovací bod v expanzi vědeckotechnických oborů do světa nanotechnologie. Přednáška bude připomenuta expozicí v Technickém muzeu v Brně. ÚFI se na zajištění výstavy aktivně podílí zapůjčením některých experimentálních sestav. Seznam projektů Fondu rozvoje vysokých škol, na základě kterých specializované výukové laboratoře vznikly: 474/2006, 243/2007, 1249/2008, 1134/2009.

Citace

- [1] www.phywe.cz (16. 6. 2009).
- [2] www.nanosurf.com (16. 6. 2009).
- [3] www.tescan.cz (16. 6. 2009).
- [4] <http://physics.fme.vutbr.cz/ufi.php?Action=0&Id=1553> (16. 6. 2009).

Vývoj mobilní aparatury pro dálkovou laserovou spektroskopii: laboratorní sestava

Článek popisuje první fázi stavby mobilní sestavy pro dálkovou laserovou spektroskopii (Remote LIBS) v laboratorním uspořádání na ÚFI, FSI, VUT v Brně. Sestava využívá pulzní laser o vlnové délce 532 nm s „at-top“ profilem svazku, fokusační optiku Galileova typu a sběrnou optiku v podobě mimoosého Newtonova teleskopu. První testování aparatury proběhlo na vzdálenost 6,2 m se vzorky různých materiálů - kovové vzorky, sklo, keramický střep, dlažební kostka a lidská kost. Naměřené koncentrace vybraných prvků byly porovnány s daty získanými metodou LA-ICP-MS. Výsledky měření ukázaly, že aparatura je dostatečně citlivá pro detekci matričních (Al, Ca, P, Mg) i některých minoritních a stopových prvků (Na, Zn, Ti, Sr) a je schopna semikvantitativní analýzy v řádech $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

Klíčová slova: dálková laserová spektroskopie, Remote LIBS

1 ÚVOD

Metody laserové spektroskopie patří mezi moderní techniky materiálové analýzy. LIBS (Laser Induced Breakdown Spectroscopy) využívá záření plazmatu vybuzeného na povrchu vzorku fokusovaným laserovým pulzem o vysoké intenzitě (řádově až GW/cm^2). Toto záření je podrobena spektroskopické analýze, z níž lze určit jak chemické složení vzorku, tak po kalibraci i obsahy jednotlivých prvků (detailněji popsáno v [1] a [2]).

Mezi přednosti této metody patří relativní nedestruktivnost, výsledky dostupné téměř v reálném čase a schopnost analyzovat vzorky jakéhokoli tvaru či skupenství - což jsou vlastnosti velice vhodné pro mimolaboratorní analýzu. Ne každý vzorek lze do laboratoře přenést (archeologické nálezy, stavby, [3]) a často je potřeba podrobit materiálové analýze předměty, které jsou nebezpečné (trhaviny), obtížně dosažitelné (v jaderných reaktorech [5], pod vodní hladinou) či úplně nedostupné (vesmírný výzkum). Vznikla tedy modifikace metody LIBS pro nasazení v mimolaboratorních podmínkách, určená právě pro potřeby průmyslu, armády, archeologie, biologie, apod.

Dálkovou laserovou spektroskopii lze v principu realizovat dvěma způsoby, a to použitím optických kabelů pro přenos laserového pulzu a záření plazmatu ([3]) nebo je přenos uskutečněn vzduchem (nebo jiným průhledným prostředím) a tedy je nutností přímá viditelnost vzorku ([4]).

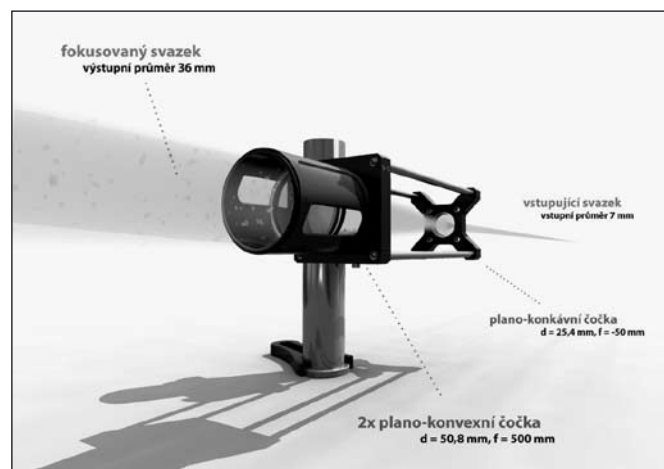
Laboratoř laserové spektroskopie na Ústavu fyzikálního inženýrství Vysokého učení technického v Brně má letité zkušenosti s metodami LIBS a disponuje stolní aparaturou [6-8] schopnou kromě klasické LIBS analýzy realizovat také její modifikace: LIFS (Laser Induced Fluorescence Spectroscopy, [9]) a Double Pulse LIBS. Aktuálně probíhá stavba mobilní aparatury pro dálkovou laserovou spektroskopii (Remote LIBS) ve variantě bez optických kabelů, tedy využívající pouze okolního prostředí pro přenos laserového pulzu a záření plazmatu.

2 APARATURA

Jako zdroj laserového záření je použit pevnolátkový pulzní Nd:YAG laser (Solar LQ-916, Solar Laser System, Bělorusko) s vlnovou délkou 532 nm. Průměr svazku před fokusací je 7 mm, délka pulzu 9 ns a energie pulzu až 250 mJ.

Fokusační optická soustava by měla být schopna zaostřit paprsek laseru na danou vzdálenost (aktuálně 6-10 m) tak, aby byla velikost stopy na cílovém povrchu co nejmenší (pro maximální intenzitu laseru). S tímto cílem byly provedeny počítačové simulace a byl navržen teleskop s ohledem nejen na minimalizaci příslušných optických vad (zejména sférické), ale také s ohledem na cenu.

Výsledkem je teleskop Galileova typu skládající se z jedné plano-konkávní čočky (průměr 25,4 mm, $f = -50$ mm) pro roztažení svazku a dvou shodných plano-konvexních čoček (průměr 50,8 mm, $f = 500$ mm) pro fokusaci svazku na cíl (obr. 2.1). Vzájemným posunem těchto dvou optických členů lze měnit ohnisko soustavy, což byl také jeden z požadavků při návrhu. Všechny čočky jsou vyrobeny ze skla BK7 s antireflexní vrstvou v rozmezí 400-600 nm.

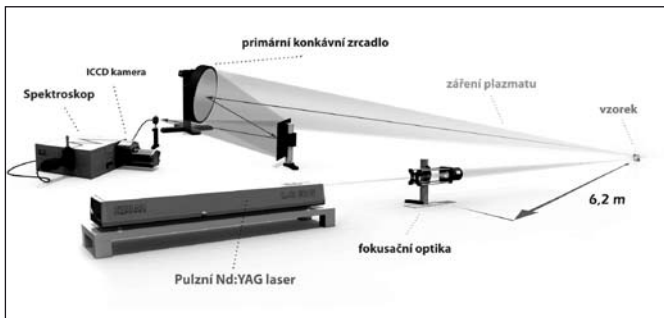


Obrázek 2.1 Fokusační jednotka Galileova typu

Použitím popsané fokusační jednotky byla vytvořena stopa laseru s průměrem pod 1 mm na vzdálenosti 6,2 m.

Pro sběr záření plazmatu byl sestaven Newtonův teleskop v mimoosém uspořádání (obr. 2.2), který se skládá z primárního

konkávního zrcadla o průměru 350 mm s ohniskem ve vzdálenosti 3 m, které odráží zachycené světlo plazmatu do sekundárního zrcadla. Sekundární zrcadlo je rovinné a slouží pouze pro zalomení vzdálenosti potřebné k fokusaci záření plazmatu z primárního zrcadla na vstup optického kabelu (který by jinak musel být umístěn ve vzdálenosti 3 m). Optickým kabelem je záření přenášeno do spektroskopu Lot Oriel 260i, kde je na difrakční mřížce rozloženo dle vlnové délky a dopadá na čip ICCD kamery Andor Istar 734i. Kamera ve stanovený okamžik (zpoždění nastaveno v jednotkách μs od výstřelu laserového pulsu) sejme spektrum záření.



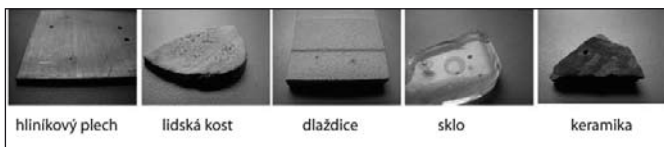
Obrázek 2.2 Model kompletní aparatury

Nedostatkem této optické soustavy je vada v optickém zobrazení, a to konkrétně astigmatismus primárního zrcadla, díky němuž je průměr stopy fokusovaného záření plazmatu na místě vstupu do optického kabelu přes 6 mm. Protože vstup má průměr pouze 3 mm, dochází zde k významným ztrátám vstupního signálu. Odstranění astigmatismu je tedy jeden z prvních bodů budoucího vývoje aparatury.

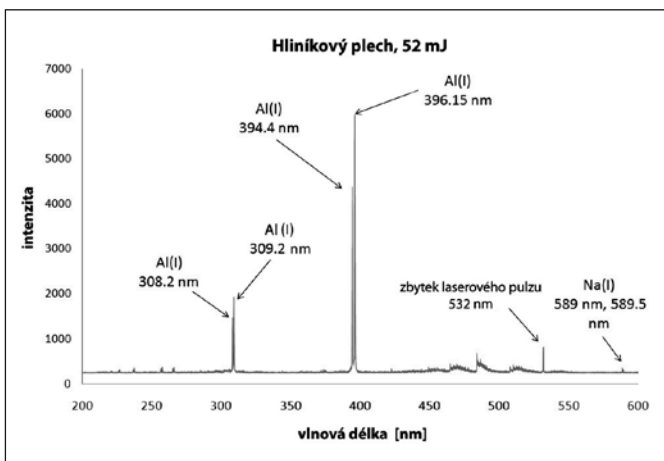
3 VÝSLEDKY

Zařízení pro dálkovou laserovou spektroskopii musí být schopno vytvořit na povrchu zkoumaného vzorku plazma (intenzita laserového pulzu musí být dostatečná) a zároveň musí být schopno nasnímat dostatečné množství záření plazmatu pro spektroskopickou analýzu.

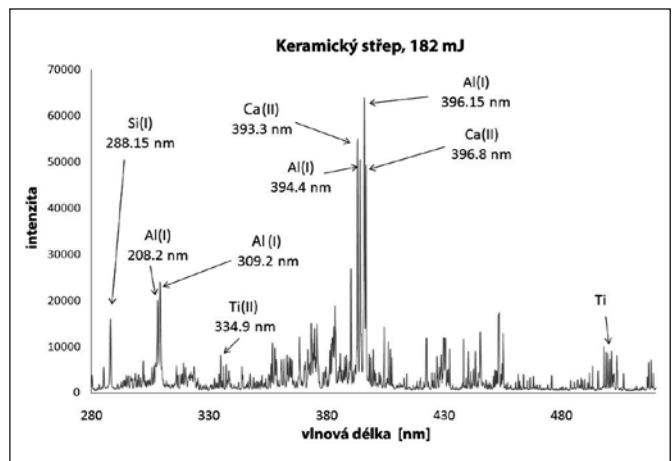
Oba tyto předpoklady byly otestovány použitím vzorků různých druhů (destička z hliníku, sklo, dlaždice, keramický střepek a lidská



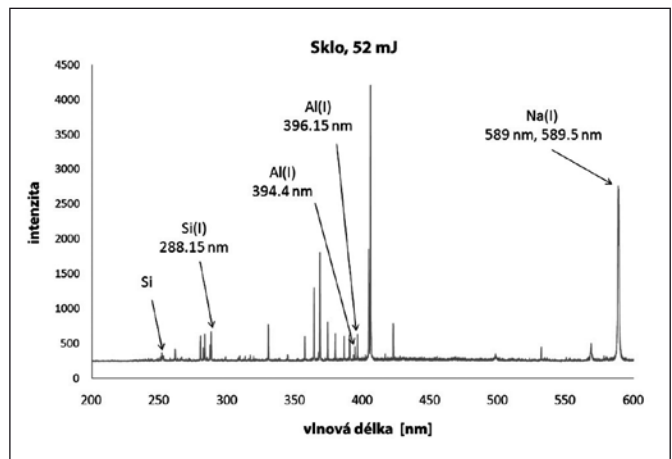
Obrázek 3.1 Série testovaných vzorků



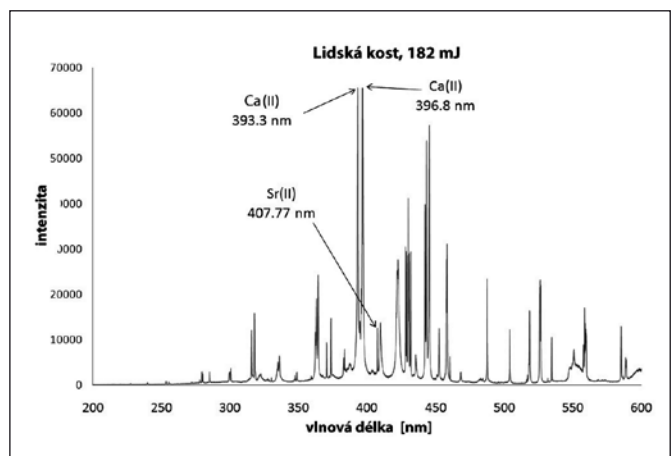
Obrázek 3.2 Hliníkový plech



Obrázek 3.3 Keramický střepek



Obrázek 3.4 Sklo

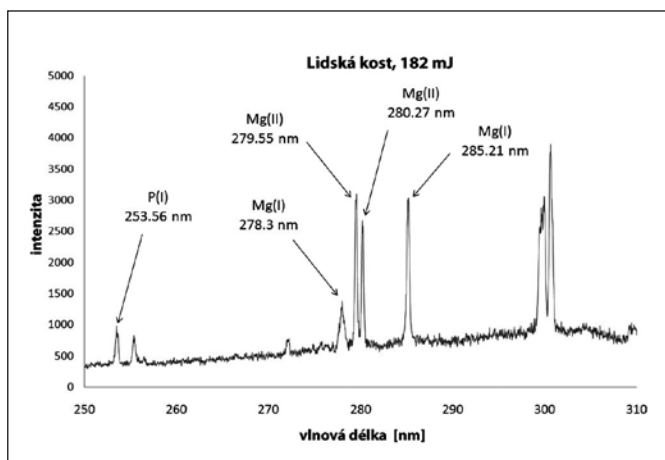


Obrázek 3.5 Lidská kost

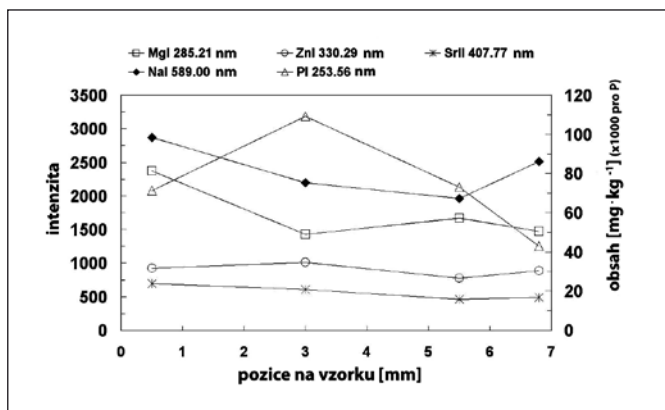
kost) v laboratorních podmínkách na vzdálenost 6,2 m a výsledky analýzy jsou vyobrazeny v následujících grafech.

Energie pulzu byla volena v závislosti na vzorku. V případě kovových materiálů a skla byla dostatečná k vytvoření plazmatu energie nižší (52 mJ), u organických materiálů a dlaždic však musela být zvolena energie až 182 mJ/pulz (pro stopu o průměru 1 mm se jedná o hustotu výkonu 2,4 GW/cm²).

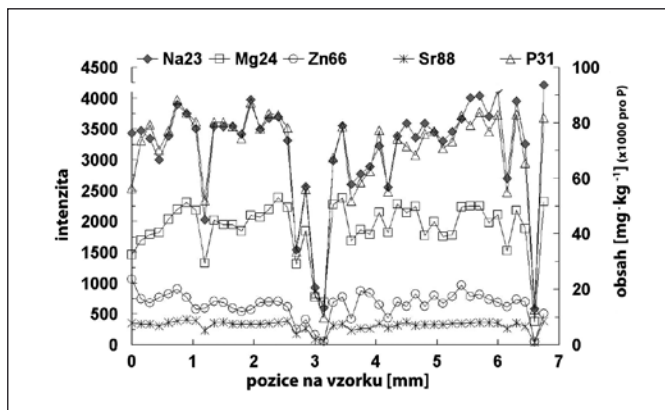
Naměřená data byla podrobena také kvantitativní analýze - tj. výpočtu koncentrace vybraných prvků (Mg, Zn, Sr, Na, P) za účelem porovnání s výsledky metody LA-ICP-MS, která byla zvolena jako metoda referenční. Pro kvantitativní analýzu vzorků je potřeba sestavit kalibrační křivky (závislost intenzity záření



Obrázek 3.6 Lidská kost - detail na oblast 250-310 nm



Obrázek 3.7 Kvantitativní analýza - Remote LIBS



Obrázek 3.8 Kvantitativní analýza - LA-ICP-MS, sledované izotopy: Na 23, Mg 24, Zn 66, Sr 88 a P 31

na koncentraci) použitím standardů (ablatovaných za identických podmínek) o známém obsahu daného prvku. V našem případě byla zvolena základní jednobodová kalibrace, která je pro hrubé porovnání prvotních výsledků měření dostačující.

Grafy na obr. 3.7 a na obr. 3.8 obsahují porovnání výsledků obou metod vždy na stejném místě (tj. pro stejný ablační kráter) pro 5 různých pozic na vzorku kosti.

SHRNUTÍ

Vytvořené zařízení v prvních laboratorních testech prokázalo, že je schopno oba základní požadavky na Remote LIBS aparaturu splnit. Plazma bylo na testované vzdálenosti 6,2 m vytvořeno na všech testovaných vzorcích, přičemž ještě zdaleka nebyl využit výkonový potenciál použitého laseru (pulzy o energii přes 250 mJ).

I přes existenci zmíněného problému s astigmatismem primárního zrcadla bylo nasnímáno dostatečné množství záření plazmatu ke spektroskopické analýze. Pozorovatelné byly nejen čáry matričních prvků (Al, Ca, P, Mg), ale i čáry příslušející některým stopovým prvkům, jako jsou Na, Sr a Ti.

Výkonová rezerva laseru a fakt, že dochází ke značným ztrátám záření plazmatu kvůli astigmatismu, poskytuje prostor pro další vylepšení celé aparatury, které bude bezpochyby nezbytné pro její budoucí nasazení ve skutečných mimolaboratorních podmínkách a na vzdálenost větší než testovaných 6,2 m.

Jak je patrné z grafů koncentrací (obr. 3.7 a na obr. 3.8), porovnání kvantitativních výsledků obou metod (Remote LIBS a LA-ICP-MS) je v dobré shodě. Větší odlišnosti byly zaznamenány pouze u Sr, kde Remote LIBS vykázal koncentraci o 80 % větší, a u Na, kde byl výsledek o 20 % nižší než v případě metody LA-ICP-MS. Tento jev nelze jednoduše vysvětlit a je předmětem dalšího výzkumu. Příčinou může být několik faktorů - nelinearita kalibračních křivek pro tyto dva prvky (užita jednobodová kalibrace), odlišná charakteristika plazmatu pro standard a reálný vzorek a jiné matričné jevy.

Limity detekce Remote LIBS aparatury lze tedy odhadnout pro zkoumané prvky v řádech jednotek $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

Popsaná laboratorní Remote LIBS aparatura je pouze prvním krokem ve vývoji. Cílem je sestavit plně mobilní systém pro dálkovou laserovou spektroskopii se schopností analyzovat objekty na vzdálenost kolem 10 m.

Budoucí kroky lze tedy rozdělit do následujících bodů:

1. Úprava sběrné optiky za účelem odstranění astigmatismu a zvýšení mobility - tj. snížení hmotnosti a prostorové náročnosti.
2. Synchronizace zaměření laserového svazku a sběrné optiky.
3. Návrh vozíku a způsob sestavení aparatury na něm s ohledem na minimalizaci celkových rozměrů.
4. Vyřešit napájení.
5. Vytvořit software pro ovládání veškerých elektronických částí sestavy.
6. První testy v mimolaboratorních podmínkách.

Poděkování

Autoři projektu by rádi poděkovali VUT v Brně, Fakultě strojního inženýrství, za podporu prostřednictvím grantu Fondu vědy FSI a Ministerstvu školství, mládeže a tělovýchovy České republiky za granty OC09013, MSM0021630508 a MSM0021622411.

Literatura

- [1] Miziolek, A. W., Palleschi, V. and Schechter, I. [edited by], Laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS: fundamentals and applications), 1st edition, Cambridge University Press, Cambridge, 2006, 620 p., ISBN 0-521-85274-9.
- [2] Cremers, D. A. and Radziemski, L. J., Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy, John. Wiley & Sons, New York, 2006, 302 p., ISBN: 978-0-470-09299-6.
- [3] Fortes, F. J., Cunat, J., Cabalín, L.M. and Laserna, J.J., "In Situ Analytical Assessment and Chemical Imaging of Historical Buildings Using a Man-Portable Laser System". Applied Spectroscopy. Vol. 61, p. 558-564, 2007.
- [4] Palanco, S. and Laserna, J.J., Remote sensing instrument for solid samples based on open-path atomic emission spectrometry. Review of Scientific Instruments, Vol. 75, p. 20682074, 2004.

- [5] Whitehouse, A.I., Young, J., Botheroyd, I.M., Lawson, S., Evans, C.P. and Wright, J., "Remote material analysis of nuclear power station steam generator tubes by laser-induced breakdown spectroscopy", *Spectrochimica Acta Part B*, Vol. 56, p. 821-830, 2001.
- [6] Kaiser, J., Galiová, M., Novotný, K., Červenka, R., Reale, L., Novotný, J., Liška, M., Samek, O., Kanický, V., Hrdlička, A., Stejskal, K., Adam, V. and Kizek, R., "Mapping of lead, magnesium and copper accumulation in plant tissues by LA-ICP-MS and LIBS", *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, Vol. 64, no. 1, p. 67-73, 2009.
- [7] Kaiser, J., Samek, O., Reale, L., Liška, M., Malina, R., Ritucci, A., Poma, A., Tucci, A., Flora, F., Lai A., Mancini, L., Tromba, G., Zanini, F., Faenov, A., Pikuz, T. and Cinque, G., "Monitoring of the heavy-metal hyperaccumulation in vegetative tissues by X-ray radiography and by femto-second laser induced breakdown spectroscopy", *Microscopy Research and Technique*, Vol. 70, issue 2, p. 147-153, 2007.
- [8] Novotný, K., Kaiser, J., Galiová, M., Konečná, V., Novotný, J., Malina, R., Liška, M., Kanický, V. and Otruba, V., "Mapping of different structures on large area of garnite sample using laser-ablation based analytical techniques, an exploratory study", *Spectrochimica Acta Part B*, Vol. 63B, No. 10, p. 1139-1144, 2008.
- [9] Telle, H. H., Beddows, D.C.S., Morris, G.W. and Samek, O., "Sensitive and selective spectrochemical analysis of metallic samples: the combination of laser-induced breakdown spectroscopy and laser-induced fluorescence spectroscopy", *Spectrochimica Acta Part B*, Vol. 56, issue 6, p. 947-960.

Ing. Jan Novotný, e-mail: dritst@gmail.com, tel.: +420 54114 2828, doc. Ing. Jozef Kaiser, Ph.D., Ing. Radomír Malina, Ph.D., prof. RNDr. Miroslav Liška, DrSc, Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno

Aleš Hrdlička, Karel Novotný, Michaela Galiová, Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita, Kotlářská 2, 611 37 Brno

Radomír MALINA, Jozef KAISER, Miroslav LIŠKA
Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické, Brno

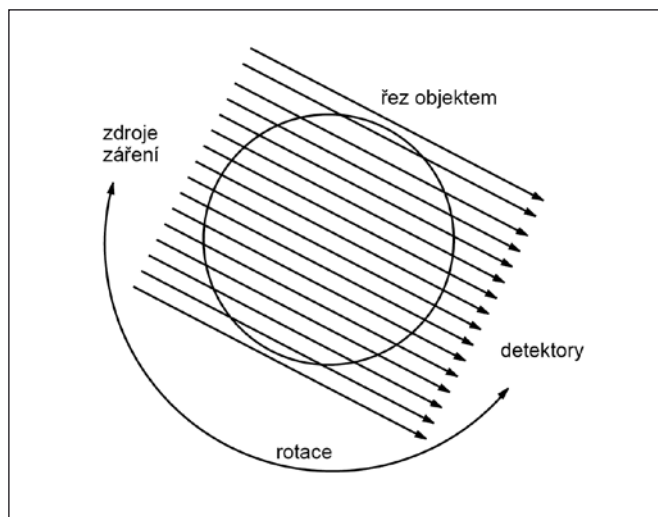
Rentgenová mikroradiografie a mikrotomografie

V článku jsou prezentovány možnosti aplikace rentgenové mikroradiografie a mikrotomografie pro zobrazování vnitřní struktury 2D, resp. 3D objektů s vysokým plošným, resp. prostorovým rozlišením. Jsou popsány speciální techniky zobrazení využívající fázového kontrastu a dvouenergetické mikroradiografie a mikrotomografie.

1. PRINCIPY TOMOGRAFIE

Rentgenová mikroradiografie a mikrotomografie jsou techniky, které umožňují snímání vnitřní struktury 2D, resp. 3D objektů s vysokým plošným, resp. prostorovým rozlišením pomocí rentgenového záření. Název tomografie pochází z řeckých slov tomos (řez) a grafó (kreslím), což znamená, že tomografie je technika schopná zobrazování v řezech, tedy možnost zobrazování vnitřní struktury bez fyzického narušení objektu. Nejlépe to popisuje motto používané v lékařství – tomografie je „okno“ do našeho těla, které není potřeba otevírat.

K sestavení (rekonstrukci) vnitřní struktury objektu potřebujeme získat jeho projekce. Princip získávání projekcí je znázorněn na obr. 1. Kruh představuje příčnou rovinu objektu, tedy řez, v němž chceme zjistit průběh hledané veličiny. Touto rovinou prochází objektem svazek paprsků vhodného záření, který je objektem ovlivňován. Za objektem je svazek detekován a zaznamenán. Budeme-li nyní současně otáčet zdroj a detektor vzhledem k objektu, získáme pro každý úhel natočení úhlovou projekci objektu. Všechny úhlové projekce tvoří sadu, která je základem k rekonstrukci fyzikální veličiny charakterizující objekt. Tomografii můžeme dále rozlišovat podle druhu interakce záření s objektem na absorpční, emisní a fázovou.



Obr. 1. Princip získávání projekcí

Z hlediska matematiky je proces získání projekcí popsán přímou Radonovou transformací, která představuje proces výpočtu křivkových integrálů dané dvojrozměrné funkce $f(x,y)$. Radon ve své práci z roku 1917 [1] dokázal, že každá funkce dvou proměnných je jednoznačně definována svými křivkovými integrály podél všech přímků roviny. Radonovi se ovšem podařilo najít i inverzní transformaci, která z hodnot integrálů (projekcí) vytvoří (rekonstruuje) zase původní funkci.

Mikrotomografie je proces tomografické rekonstrukce libovolného objektu s rozlišením v řádu mikrometrů. První mikrotomografický systém byl navržen a sestaven Elliotem na začátku 80. let 20. století. Jeho první publikovaná mikrotomografická rekonstrukce malého sladkovodního mlže *Biomphalaria glabrata* [2], velkého cca 0,6 mm, měla rozlišení kolem 15 mikrometrů.

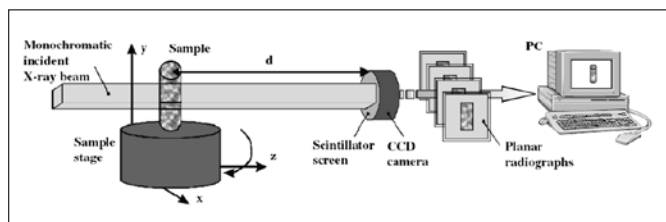
2. ZDROJE ZÁŘENÍ

Rentgenové záření vzniká v zásadě třemi způsoby:

- změnou dráhy relativistického elektronu – synchrotronové záření,
- dopadem urychleného elektronu na pevnou podložku (terč),
- jako vybuzečné fluorescenční záření.

Fluorescenční záření má příliš malou intenzitu a jako zdroj rentgenového záření ho prakticky nepoužíváme.

Nejběžnějším zdrojem rentgenového záření je Roentgenova trubice, která má ovšem pro mikrotomografickou aplikaci odlišnou konstrukci. Jedná se o tzv. mikroohnskové zdroje, kde je svazek tepelných elektronů tvarován magnetickými čočkami a fokusován na terč do stopy o průměru v řádu 1 μm . Velikost stopy je možné ovlivňovat fokusačním napětím. Na rozdíl od klasických trubice mají mikroohnskové zdroje velkou prostorovou koherenci, protože rentgenové záření je generováno pouze z plochy, na kterou dopadají elektrony. Záření však zůstává polychromatické.



Obr. 2 Mikrotomografická stanice na SYRMEP [6]

Synchrotronové záření je elektromagnetické záření nabitých částic (např. elektronů) pohybujících se po zakřivených drahách uvnitř uzavřené vakuové trubice rychlostmi blízkými rychlosti světla. Pohyb částic je urychlován, zakřívován a fokusován pomocí silných magnetů, které udržují elektrony ve středu trubice. Synchrotronové záření je vyzařováno ohybovými magnety (undulátory a vígery [3]) v akumulacním prstenci urychlovače částic ve směru tečny pohybu částice. Synchrotronové zdroje se vyznačují vysokou intenzitou a vysokou prostorovou koherencí svazku, který je vyslán do malého úhlu a pokrývá velkou část elektromagnetického spektra. Jako příklad uvedme Synchrotron Elettra v Terstu, který poskytuje ve větvi SYRMEP (SYnchrotron Radiation for MEDical Physics) svazek s využitelným rozsahem energií od 8,3 do 35 keV při velikosti zdroje 1,1 mm x 0,1 mm. Při vzdálenosti vzorku od zdroje 24 m činí rozměr stopy v rovině vzorku 150 mm x 6 mm a fotonový tok (při energii 15 keV) $2 \cdot 10^8$ fotonů/mm²s (pro energii elektronového svazku v urychlovacím prstenci 2 GeV). Pomocí monochromátoru s krystalem křemíku s orientací (111) je možné vybrat úzkou spektrální oblast s energetickým rozlišením dE/E přibližně $2 \cdot 10^3$. Záření je tedy i časově koherentní. Schéma experimentální stanice SYRMEP pro rentgenovou mikrotomografii je znázorněno na obr. 2.

3. VYBRANÉ APLIKACE

3.1 Absorpční a fázový kontrast

Index lomu prostředí pro EUV (Extreme Ultra Violet) a rentgenové záření odvozený využitím vlnové rovnice [3] a z předpo-

kladů, že vlnová délka záření je srovnatelná s atomovými rozměry a energie záření je srovnatelná s vazební energií elektronů v atomu, se běžně používá ve tvaru

$$n = 1 - \delta + i\beta. \quad (1)$$

V konvenční absorpční radiografii se detekuje změna intenzity záření látkou. Změna intenzity se dá popsat pomocí vztahu

$$\Delta I / I = e^{c\Delta\mu}, \quad (2)$$

kde c je rozměr vzorku ve směru šíření záření a lineární absorpční koeficient $\Delta\mu$ souvisí s imaginární částí indexu lomu n se vztahem

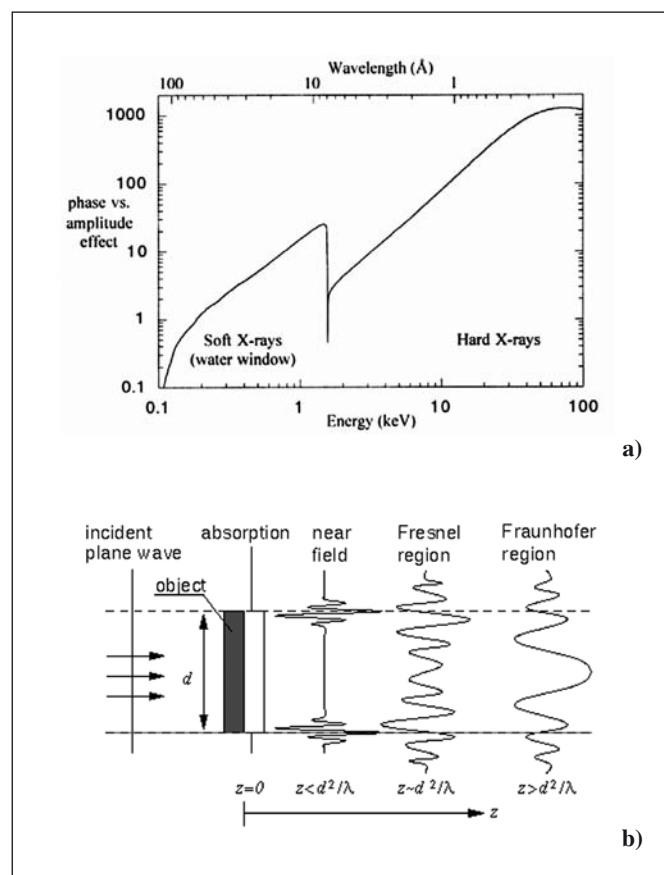
$$\mu = 4\pi\beta / \lambda, \quad (3)$$

kde λ je vlnová délka záření. Vysoká koherence synchrotronového záření umožňuje detekovat i změny fáze prošlé vlny, způsobené zkoumaným objektem. Změna fáze souvisí se změnou reálné části indexu lomu δ

$$\Delta\Phi = 2\pi c\Delta\delta / \lambda. \quad (4)$$

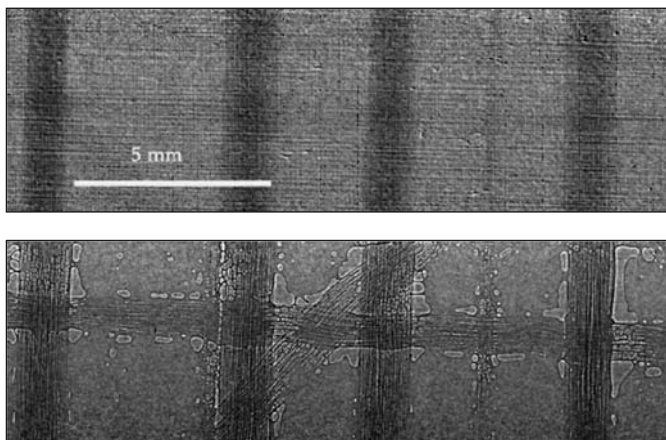
Hodnoty δ a β pro lehké materiály a rentgenové záření jsou v rozmezí 10^{-5} až 10^{-6} a 10^{-8} až 10^{-9} . Obr. 3 ukazuje výhodu detekce fázového kontrastu pro rentgenové záření. Poměr δ/β je znázorněn pro měkké i tvrdé rentgenové záření. Je patrné, že fázový kontrast již při záření energie 20 keV je asi 100x vyšší než absorpční.

Z experimentálního hlediska je realizace zobrazení využitím fázového kontrastu snadná, spočívá ve správném nastavení vzdálenosti detektor – vzorek (obr. 3b). Je ale nutno poznamenat, že výsledný obraz je vždy konvolucí fázového a absorpčního kontrastu a k získání informace o samotné změně fáze je nutno použít speciálních technik („phase retrieval“) [6].



Obr. 3 a) Závislost poměru koeficientů δ/β pro hliník pro měkké a tvrdé rentgenové záření [4] a b) Možnost experimentální realizace zobrazení ve fázovém kontrastu využitím synchrotronového záření [5]

Využití fázového kontrastu je demonstrováno na mikroradiografu speciální tkaniny pro plachty plachetnic (obr. 4.). Vzduchové bubliny, které se vytvořily při slepení dvou látek, jsou viditelné jenom pomocí fázového kontrastu.



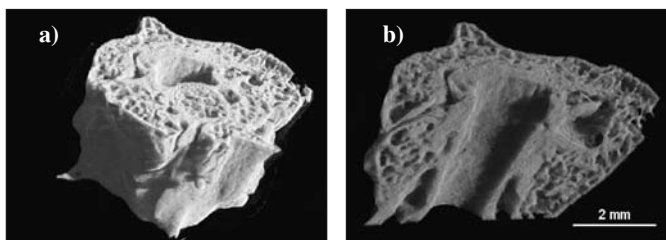
Obr. 4 Snímky části moderní tkaniny pro plachetnice (kombinace Twaron® + Spectra®) získány na synchrotronu Elettra v Terstu s využitím absorpčního kontrastu ($E = 15$ keV, $z = 2$ cm) (horní snímek) a fázového kontrastu ($E = 15$ keV, $z = 66$ cm) (dolní snímek). Rozměry zkoumaného objektu 16,8 mm x 5,3 mm. (Převzato z [5])

3.2 Mikrotomografie

Na obr. 5 je demonstrována možnost aplikace mikrotomografického zařízení na pracovní stanici SYRMEP synchrotronu Elettra v Terstu na zobrazování paleontologických vzorků. Část obratle asi 10^6 let starého hada byla rekonstruována z 1440 projekcí. Vzdálenost vzorek-detektor byla 200 mm, rekonstrukce má rozlišení 9 μ m.

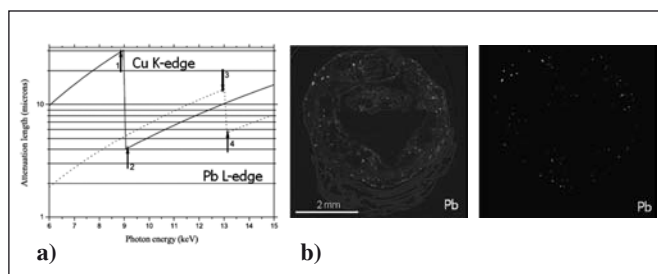
3.3 Dvouenergetická mikroradiografie a mikrotomografie

Velikost koeficientu μ pro každý prvek klesá s rostoucí energií fotonu, tedy vzrůstá s rostoucí vlnovou délkou. Propustnost materiálu roste se vzrůstající energií (klesající vlnovou délkou). Při určité energii však dochází k náhlé změně, jak ukazuje obr. 6.



Obr. 5 Tomografická rekonstrukce hadího obratle

Oblasti kolem náhlých změn se nazývají absorpčními hranami. Tuto vlastnost lze využít k lokalizaci chemických prvků uvnitř vzorku pomocí analýzy rozdílů snímků absorpčního kontrastu pořízených při energiích záření nad a pod vhodnou absorpční hranou hledaného prvku. Rozdíl mezi oběma energiemi musí být dostatečně malý, abychom mohli zanedbat rozdíl absorpce u všech ostatních prvků. Požadavek na jemné nastavení a úzký spektrální rozsah v podstatě vylučují použití běžných rentgenových zdrojů a omezují nás na použití synchrotronového záření. Vzhledem k rozsahu dostupných energií můžeme u prvků s velkým protonovým číslem použít některou ze hran L, pro prvky středních protonových čísel použijeme



Obr. 6 a) Vybrané absorpční hrany pro měď a olovo a energie vhodné pro dvouenergetické měření. b) Rozložení olova v tomografickém řezu kořenové části slunečnice (*Helianthus annuus*). Mapa olova spolu se vzorkem (vlevo) a mapa rozložení olova (vpravo) [7]

hranu K, prvky s malým protonovým číslem mají absorpční hrany mimo rozsah energie zdroje a nemůžeme je proto touto metodou detekovat. Na druhou stranu energie odpovídající hranám K a L u prvků s vyššími protonovými čísly jsou o tři až čtyři řády vyšší než energie chemických vazeb, takže můžeme detekovat prvky nezávisle na tom, v jaké sloučenině se ve vzorku vyskytují.

ZÁVĚR

Aplikace rentgenové mikroradiografie a mikrotomografie pro zobrazování vnitřní struktury 2D, resp. 3D objektů s vysokým plošným, resp. prostorovým rozlišením, nacházejí své využití v široké škále vědních oborů sahajících např. od nanotechnologií přes zobrazovací techniky až k biomedicině a strukturní chemii. Získané poznatky se uplatňují mimo jiné např. i při návrhu léčiv, pokročilých materiálů, rozvoji nanotechnologií a environmentálních analýz. V článku jsou také popsány speciální techniky zobrazení využívající fázového kontrastu a dvouenergetické mikroradiografie a mikrotomografie.

Poděkování

Výzkum byl podporován grantem OC09013 Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy.

Literatura

- [1] RADON J. Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten. Berichte über die Verhandlungen der Königlich Sächsischen Gesellschaft der Wissenschaften zu Leipzig, 1917, Jg. 69, s. 262–277.
- [2] ELLIOTT, J. C. –DOVER, S. C. X-ray microtomography. J. Microscopy, 1982, Vol. 126, s. 211–213.
- [3] ATTWOOD, D.: Soft X-rays and Extreme Ultraviolet Radiation. Cambridge, Cambridge University Press 1999, s. 123 - 188. (ISBN: 0521-65214-6)
- [4] FAVRETTO, S.: Applications of X-ray computed microtomography to material science: Devices and perspectives. Trieste, 2008, 168 s. Dizertační práce. Elettra Synchrotron Trieste, Vedoucí dizertační práce Dr. Lucia Mancini
- [5] Elettra, Trieste, Online na: www.elettra.trieste.it
- [6] KAISER, J. – REALE, L. – RITUCCI, A. – TOMASSETTI, G. – POMA, A. – SPANO, L. – TUCCI, A. – FLORA, F. – LAI, A. – FAENOV, A. – PIKUZZ, T. – MANCINI, L. – TROMBA, G. – ZANINI, F.: Mapping of the metal intake in plants by large-field X-ray microradiography and preliminary feasibility studies in microtomography. *Europ. Phys. J. D*, Vol. 32, 2005, 113–118.
- [7] KAISER, J.; SAMEK, O.; REALE, L.; LIŠKA, M.; MALINA, R.; RITUCCI, A.; POMA, A.; TUCCI, A.; FLORA, F.; LAI, A.; MANCINI, L.; TROMBA, G.; ZANINI, F.; FAENOV, A.; PIKUZZ, T.; CINQUE, G. Monitoring of the Heavy-Metal Hyperaccumulation in Vegetal Tissues by X-ray Radiography and by Femto-Second Laser Induced Breakdown Spectroscopy. *Microscopy research and technique*. 2007, Vol. 70, s. 147–153.

Ing. Radomír Malina, Ph.D., tel.: 541 142 766, e-mail: malina@fme.vutbr.cz, doc. Ing. Jozef Kaiser, Ph.D., tel.: 541 142 846, e-mail: kaiser@fme.vutbr.cz, prof. RNDr. Miroslav Liška, DrSc., tel.: 541 142 820, e-mail: liska@fme.vutbr.cz, Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno

Digitální holografická mikroskopie na ÚFI, VUT v Brně

Článek podává přehled o digitálních holografických mikroskopech (DHM) vyvinutých a zkonstruovaných na ÚFI FSI, VUT v Brně. Tyto mikroskopy jsou unikátní spojením mimoosové holografie s achromatickou konstrukcí interferometru. Výhody této kombinace jsou shrnuty v článku. Dále je zde uvedena jedna z nejvíce využívaných aplikací transmisního DHM – pozorování živých buněk. V článku je také zmíněna nová metoda kvantitativního zobrazení dynamiky suché hmoty buněk; metoda dynamických fázových diferencí.

Klíčová slova: holografický mikroskop, nekoherentní holografie, fázové zobrazení, optické řezy, dynamické fázové diference

1. ÚVOD

Holografická mikroskopie je technika založená na úplné rekonstrukci obrazové vlny. V porovnání s konvenční světelnou mikroskopií zobrazuje tedy nejen obrazovou intenzitu, ale i rozdíl fáze předmětové a referenční vlny (dále jen obrazovou fází). Obrazové fáze se využívá v reflexní holografické mikroskopii k proměňování topografie povrchů [1] s osovým rozlišením v řádu jednotek nanometrů [2] a v transmisní holografické mikroskopii k zobrazení transparentních preparátů, jelikož ty svojí tloušťkou a indexem lomu ovlivňují především fázi procházejícího světla [3].

Z hlediska konstrukčního lze současně známé holografické systémy rozdělit na dvě skupiny: systémy založené na principu mimoosové [4] a osové [5] holografie. V mimoosovém uspořádání je ve výstupní rovině mikroskopu zaznamenán hologram, z něhož lze přímo rekonstruovat obrazovou vlnu. Rychlost záznamu hologramu závisí tedy pouze na vzorkovací frekvenci kamery. V osovém uspořádání vzniká ve výstupní rovině mikroskopu interferogram, který ale není úplným záznamem obrazové vlny – nesplňuje holografickou podmínku. K rekonstrukci obrazové vlny, tj. její amplitudy a fáze, je třeba zaznamenat více snímků těchto interferogramů, které se liší rozdílem fází předmětové a referenční vlny o definovanou hodnotu – tzv. holografie s řízenou fází [7]. Rychlost záznamu je tedy menší než u mimoosových systémů a výsledná rekonstrukce obrazu může být ovlivněna změnami pozorovacích podmínek během záznamu sady interferogramů.

Obě skupiny se liší také charakterem použitého osvětlení: koherentní x nekoherentní. V současných mikroskopech využívajících mimoosovou holografii se používá monochromatického či kvazimonochromatického osvětlení, protože velikost oblasti kontrastních interferenčních proužků se zmenšuje snižováním časové koherence [6]. Mikroskopy využívající osovou holografii jsou svou konstrukcí achromatické a umožňují tedy použít i světla zcela nekoherentního [4].

Z vlastností koherentní holografie vyplývá, že ze záznamu hologramu lze vypočítat zobrazení v rovině předmětové i v rovinách jí blízkých. Rozsah tohoto tzv. numerického přeastřování souvisí s koherentní délkou použitého osvětlení tak, že čím větší je koherentní délka osvětlení, tím větší je oblast, ve které je možno numericky přeastřit [7]. Negativem zvyšování koherence osvětlení je ovšem zesílení koherentního šumu.

Při použití nekoherentního osvětlení v reflexním DHM je zobrazení amplitudy, resp. intenzity optickým řezem předmětu podobně, jako je tomu u zobrazení konfokálním mikroskopem. Tloušťka optického řezu odpovídá konfokálnímu zobrazení již při použití prostorově nekoherentního zdroje osvětlení. S rozšiřováním

spektra osvětlení se optický řez dále výrazně ztenčuje [8], [9]. V transmisním DHM je důsledkem snížení koherence osvětlení potlačení vícenásobně rozptýleného světla a koherentního šumu v zobrazení fáze i amplitudy. Primární význam má v tomto případě koherence prostorová, vliv časové koherence je druhořadý [19].

DHM vyvinuté na ÚFI patří sice mezi mimoosové, ale achromatické systémy, jelikož využívají mřížkové achromatické interferometry [10], [11]. Mimoosové uspořádání s achromatickou konstrukcí spojuje možnost rychlého záznamu s možností potlačit vliv vícenásobně rozptýleného světla na výsledné zobrazení. Rychlost záznamu se uplatňuje např. při pozorování dynamiky živých buněk, potlačení vícenásobně rozptýleného světla zase při zobrazení preparátů v rozptylujících prostředích.

Výsledky studia dynamiky živých buněk a experimentální důkaz potlačení násobně rozptýleného světla v transmisním DHM jsou uvedeny v následujících kapitolách.

Popis a aplikace reflexního holografického mikroskopu jsou např. v [12] nebo [13].

2. ZKOUMÁNÍ DYNAMIKY ŽIVÝCH BUNĚK

Hologram vznikající ve výstupní rovině interferometru je snímán digitální kamerou a v reálném čase je z něj fourierovskými metodami [14] rekonstruována obrazová intenzita a fáze. Zobrazení obrazové fáze je kvantitativní a odpovídá rozložení hustoty suché hmoty v buňce [15] podle vztahu

$$W(i, j) = \frac{\phi(i, j)S}{\alpha k} \quad (1)$$

kde W je množství suché hmoty buňky v gramech na ploše S pixelu daného souřadnicemi (i, j) , přičemž předpokládáme, že všechny obrazové pixely mají stejnou plochu. Veličina K je vlnové číslo dané jako $k = 2\pi/\lambda$ a α je konstanta zvaná specifický refraktivní přírůstek, jejíž hodnota je pro buňku přibližně 0,18 ml/g [16]. Za suchou buněčnou hmotu jsou považovány především aminokyseliny, cukry, tuky a jejich komplexy.

Zobrazení suché hmoty buňky bylo využito pro zkoumání reakce různých typů rakovinných buněk na energetickou a nutriční deprivaci. K tomuto účelu jsme vyvinuli metodu dynamických fázových diferencí. Tato metoda zpracování obrazu byla inspirována snahou o zobrazení vnitrobuněčného pohybu [17] a spočívá v zobrazení rozdlů obrazové fáze preparátu za zvolený časový interval. Jedná-li se o zobrazení okamžitých změn v průběhu reakce, odčítají se po sobě následující snímky časosběrného záznamu

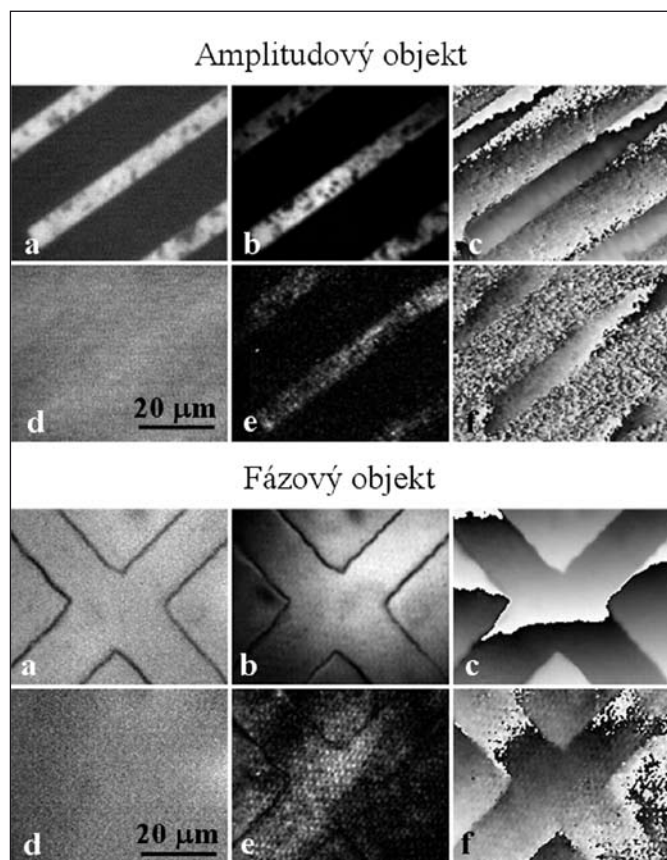
$$\phi_{Dn}(i, j) = \phi_{n+1}(i, j) - \phi_n(i, j), \quad n = 1, 2, \dots, p-1, \quad (2)$$

kde Φ_{Dn} je fázová diference příslušná v pořadí n -tému snímku časosběrného záznamu a p je celkový počet snímků. Jedná-li se o zobrazení vývoje reakce, odčítá se od příslušného snímku snímek počáteční

$$\phi_{Dn}(i, j) = \phi_n(i, j) - \phi_1(i, j), \quad n = 1, 2, \dots, p. \quad (3)$$

Při znázornění Φ_D rozlišujeme místa, kde $\Phi_D(i, j) > 0$ a jedná se tedy o kladné fázové diference. Tyto oblasti značí přírůstky suché hmoty v daném obrazovém pixelu a jsou kódovány červenou barvou, jejíž jas odpovídá hodnotě fázové diference (obr. 1g, h). Místa, kde $\Phi_D(i, j) \leq 0$, označují úbytky suché hmoty buňky v daném obrazovém pixelu a jsou kódovány zelenou barvou, jejíž jas má stejný smysl, jako u diferencí kladných (obr. 1g, h). Obrázky dynamických fázových diferencí v časové sekvenci zobrazují buněčnou dynamiku a zvyrazňují drobné přesuny hmoty, které jsou jinak těžko postřehnutelné.

Na obr. 1 jsou zobrazeny snímky z průběhu reakce rakovinných buněk A3 na akutní nutriční a energetickou deprivaci v časech t , které označují dobu trvání reakce. Na obr. 1a, d jsou obrazové intenzity v 5. a 8. minutě reakce, na obr. 1b, e obrazové fáze. Obrázek 1c je znázorněním úbytků a 1f příbytků suché hmoty buňky za tento časový interval. V obr. 1g jsou tyto diference spojeny do jednoho přehledného snímku a kódovány barevně. Fázové diference vypovídají o vývoji reakce během vyznačeného časového úseku. Na první pohled jsou patrné přesuny suché hmoty buňky, které by byly pouhým porovnáním obrazových fází těžko postřehnutelné.



Obr. 2 Na obr. a – c jsou amplitudový i fázový objekt zobrazeny nepřekryté, v obr. d – f byly překryty objemově rozptylující vrstvou (PE fólie) tloušťky přibližně 10 µm. Obr. a, d jsou zobrazeními ve světlém poli běžným světelným mikroskopem. Obr. b, e jsou obrazovou intenzitou a obr. c, f obrazovou fází předmětu. Hodnoty fáze jsou ve stupních šedi v intervalu $\langle 0, 2\pi \rangle$. Použité objektivy: Lambda 10x/0,25, osvětlení: halogenová lampa s interferenčním filtrem ($\lambda = 650$ nm, FWHM = 10 nm).

Obrázek 1h ukazuje dynamické fázové diference za velmi krátký časový interval 4 sekund. Časová sekvence dynamických fázových diferencí poskytne také informaci o tom, odkud a kam se hmota během reakce přesouvá.

Tato metoda pomohla odhalit různé vzorce chování při reakcích odlišných typů buněk v závislosti na jejich stupni malignity a hustotě porostu [18].

3. ZOBRAZENÍ OBJEKTŮ V ROZPTYLUJÍCÍM PROSTŘEDÍ

Výhoda zobrazení světlem nízké koherence se projeví při pozorování objektů v rozptylujícím prostředí. Tato situace byla zkoumána jak u amplitudového, tak u fázového předmětu (obr. 2). Amplitudovým objektem byly šterbiny v nepropustném stínítku a fázovým objektem byl kříž vyleptaný v transparentní vrstvě z PMMA tlusté 620 nm nanesené na skleněné destičce. Rozptylující prostředí bylo simulováno vložení objemově rozptylující vrstvy (polyetylenová fólie) o tloušťce 10 µm mezi předmět a objektiv. Zkoumaný předmět byl nejprve zobrazen ve světlém poli konvenčního světelného mikroskopu (obr. 2a, d). Tohoto zobrazení bylo dosaženo zakrytím referenční větve v DHM. Dále byly zobrazeny obrazová intenzita (2b, e) a obrazová fáze (2c, f) získané rekonstrukcí hologramu. Na obr. 2a – c je zobrazen pouze zkoumaný předmět, zatímco na obr. 2d – f je předmět překrytý rozptylující vrstvou. Ve světlém poli konvenčního mikroskopu je zobrazení vytvářeno veškerým světlem, které projde zobrazovacím objektivem. V důsledku rozptylu světla v difúzní vrstvě je obraz amplitudového i fázového objektu zcela zničen. Holografické rekonstrukce oproti tomu jsou tvořeny interferencí světla, takže vícenásobně rozptýlené světlo, které se díky rozptylu dostane již mimo oblast koherence použitého osvětlení, neinterferuje a na výsledném zobrazení se tedy nepodílí. Proto jsou oba objekty v obrazové fázi a intenzitě i při zakrytí předmětu patrné. Se snižováním koherence osvětlení je efekt potlačení násobně rozptýleného světla ještě silnější [19].

4. ZÁVĚR

DHM vyvíjené na ÚFI využívají achromatické mimoosové interferometry umožňující použití zcela nekoherentního osvětlení, které se uplatní při zobrazování objektů v rozptylujícím prostředí. Reflexní DHM s nekoherentním osvětlením umožňuje provádět optické řezy pozorovaným vzorkem s tloušťkou řezu menší než u zobrazení běžným konfokálním mikroskopem. Fázové zobrazení v reflexním mikroskopu má osové rozlišení v řádu jednotek nanometrů. Nekoherentní osvětlení u transmisního DHM výrazně potlačuje vliv světla násobně rozptýleného mimo předmětovou rovinu na tvorbu výsledného zobrazení. Rychlost záznamu a rekonstrukce zobrazení se uplatňuje při zobrazování dynamických objektů, nejčastěji živých buněk. Obě tyto vlastnosti se projeví např. při pozorování živých buněk v opalescenčním prostředí. K analýze kvantitativního zobrazení byla vyvinuta nová metoda dynamických fázových diferencí zobrazující dynamiku suché hmoty buněk, jejíž podstatou je zviditelní změn rozložení buněčné hmoty v průběhu experimentu.

Poděkování

Práce je podporována projektem GAČR č. 202/08/0590 a výzkumným záměrem MŠMT č. MSM0021630508.

Literatura

- [1] Cuhe E., Bevilacqua F., Depeursinge C.: Digital holography for quantitative phase-contrast imaging. *Opt. Lett.*, 24 (5), 291–293 (1999).
- [2] Kühn J., Charrière F., Colomb T., Cuhe E., Montfort F., Emery Y., Marquet P., Depeursinge C.: Axial sub-nanometer accuracy in digital holographic microscopy. *Meas. Sci. Technol.*, 19, 2008, 074007 (8pp).

- [3] Marquet P., Rappaz B., Magistretti P. J., Cuhe E., Emery Y., Colomb T., Depeursinge C.: Digital holographic microscopy: a noninvasive contrast imaging technique allowing quantitative visualization of living cells with subwavelength axial accuracy. *Opt. Lett.*, 30 (5), 2005, 468-470.
- [4] Dubois F., Yourassowsky C., Monnom O., Legros J.-C., Debeir O., Ham P. V., Kiss R., Decaestecker C.: Digital holographic microscopy for the three-dimensional dynamic analysis of in vitro cancer cell migration. *Journal of Biomedical Optics*, 11 (5), 2006, 054032-054037.
- [5] Zhang T., Yamaguchi I.: Three-dimensional microscopy with phase-shifting digital holography. *Opt. Lett.*, 23 (15), 1998, 1221-1223.
- [6] Kemper B., Stürwald S., Remmersmann Ch., Langehanenberg P., Bally G. von: Characterization of light emitting diodes (LEDs) for application in digital holographic microscopy for inspection of micro and nanostructured surfaces. *Optics and Lasers in Engineering*, 46, 2008, 499-507.
- [7] Dubois F., Joannes L., Legros J. C.: Improved three-dimensional imaging with a digital holography microscope with a source of partial spatial coherence. *Appl. Opt.*, 38 (34), 1999, 7085-7094.
- [8] Chmelík R., Harna Z.: Surface profilometry by a parallel-mode confocal microscope. *Optical Engineering*, 41 (4), 2002, 744-745.
- [9] Chmelík R.: Three-dimensional scalar imaging in high-aperture low-coherence interference and holographic microscopes. *Journal of Modern Optics*, 53 (18), 2006, 2673-2689.
- [10] Leith E. N., Upatnieks J.: Holography with Achromatic-Fringe System. *JOSA*, 57 (8), 1967, 975-980.
- [11] Leith E. N., Swanson, G. J.: Achromatic interferometers for white light optical processing and holography. *Appl. Opt.*, 19, 1980, 638-644.
- [12] Chmelík R., Lovicar L., Harna Z.: Surface profilometry by a holographic confocal microscopy. *Optica Applicata*, 33 (2-3), 2003, 381-389, ISSN 0078-5466.
- [13] Chmelík R., Harna Z.: Parallel-mode confocal microscope. *Optical Engineering*, 38, 1999, 1635-1639.
- [14] Kreis T.: Digital holographic interference-phase measurement using the Fourier-transform method. *JOSA A*, 3 (6), 1986, 847-855.
- [15] Barer R.: Interference microscopy and mass determination. *Nature*, 169, 1952, 366-367.
- [16] Barer R., Joseph S.: Refractometry of living cells. Part I. Basic Principles. *Quarterly Journal of Microscopical Science*, 95, 1954, 399-423.
- [17] Veselý P., Luers H., Riehle M., Bereiter-Hahn J.: Subtraction scanning acoustic microscopy reveals motility domains in cells in vitro. *Cell Motil Cytoskeleton*, 29 (3), 1994, 231-240.
- [18] Janečková H., Veselý P., Chmelík R.: Proving Tumour Cells by Acute Nutritional/Energy Deprivation as a Survival Threat: a Task for Microscopy. *Anticancer Research*, v tisku.
- [19] Leith E. N., Chien W.-Ch., Mills K. D., Athey B. D., Dilworth D. S.: Optical sectioning by holographic coherence imaging: a generalized analysis. *JOSA A*, 20 (2), 2003, 380-387.

Ing. Pavel Kolman, ÚFI, VUT v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno, e-mail: kolman.pavel@post.cz, tel.: 723 124 204,
Ing. Hana Janečková, ÚFI, VUT v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno, e-mail: hanajaneckova@email.cz, tel.: 541 142 833,
doc. RNDr. Radim Chmelík, Ph.D., ÚFI, VUT v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno, e-mail: chmelik@ufi.fme.vutbr.cz, tel.: 541 142 795

Technické pokyny pro autory

Příspěvky se přijímají v elektronické formě.

Požadavky na textovou část: Text musí být pořízen v editoru MS WORD, doporučuje se font Times New Roman, velikost písma 12, dvojitě řádkování, formát stránky A4. Ve všech částech příspěvku používejte stejný font. Text pište do jednoho sloupce se zarovnáním k levému okraji, klávesu ENTER používejte pouze na konci odstavce.

Rovnice a vzorce uváděné na samostatných řádcích musí být vytvořeny modulem pro matematiku editoru MS WORD, rovnice a vzorce, které jsou součástí textu na řádku, zapisujte pomocí vložených symbolů, nikoliv zmíněným modulem. Při psaní matematických a chemických výrazů dodržujte základní pravidla: Veličiny pište kurzívou, matice tučně stojatě (antikva), vektory a skaláry tučnou kurzívou. Úplný (totální) diferenciál „d“ vždy stojatě. Ludolfovo číslo „π“ stojatě. Indexy, pokud vyjadřují veličinu, pište kurzívou, v opačném případě stojatě (např. max, min apod.). Imaginární jednotku „i“ stejně jako „j“ v elektrotechnice pište stojatě.

Dodržujte pravidla českého pravopisu; za interpunkčními znaménky je vždy mezera. Rovněž tak před a za znaménky „+“, „-“, „=“ apod. je vždy mezera.

Požadavky na obrázky a grafy: Grafickou část příspěvku nevěnujte do textu, ale dodávejte ji jako samostatné grafické soubory typu *.CDR, *.EPS, *.TIF, *.JPG a *.AI (vektorovou grafiku jako

*.EPS nebo *.AI soubory, bitmapovou grafiku jako *.TIF nebo *.JPG soubory). V žádném případě nedodávejte obrázek v souboru typu *.doc. Bitmapové soubory pro černobílé kresby musí mít rozlišení alespoň 600 dpi, pro černobílé fotografie nejméně 200 dpi a pro barevné nejméně 300 dpi. Při generování obrázků v COREL DRAW do souboru typu *.EPS převedte text do křivek. U souborů typu *.JPG používejte takový stupeň komprese, aby byla zachována co nejlepší kvalita obrázku. Velikost písma v obrázcích by neměla klesnout pod 1,5 mm (při předpokládané velikosti obrázku po zalomení do tiskové strany).

Pokyny k předávání příspěvku

Ke každému textu nebo grafice musí být přiložen kontrolní výtisk nebo fotografie.

Dále je třeba, aby k článku autor dodal překlad resumé a názvu článku do anglického (českého – slovenského) jazyka, klíčová slova, jména všech autorů včetně titulů, jejich plných adres, telefonického spojení a případně e-mailové adresy.

Soubory je možno dodat na disketě nebo CD. Ke každému příspěvku připojte seznam všech předávaných souborů a u každého souboru uveďte pomocí jakého software byl vytvořen.

Příspěvky zasílejte na adresu: Redakce časopisu JMO, Kabelíkova 1, 750 02 Přerov.

Mechanika iontů jako prostředek k analýze nanosvětla

V tomto článku je diskutována problematika interakce iontů s pevnou látkou. Podrobněji je diskutována možnost využití mechanických vlastností iontů k analýze 2D nanostruktur (vrstev s tloušťkou v jednotkách nanometrů) pomocí metod SIMS a TOF-LEIS.

Klíčová slova: SIMS, TOF-LEIS, HRTEM, hloubkové profilování, interakce iontů, rozptyl iontů, MoSi

ÚVOD

V současné době intenzivního výzkumu v oblasti nanotechnologií se analýza objektů nanosvětla (nanostruktur) stává klíčovou. To motivuje výrobce analytických přístrojů k neustálému zvyšování rozlišovací schopnosti. Řada přístrojů již dnes umožňuje sledovat objekty nanosvětla s rozlišením pod velikostí jednoho atomu. Jedná se především o velkou skupinu přístrojů skenovací sondové mikroskopie - SPM (Scanning Probe Microscopy). Do této kategorie lze zařadit i přístroje využívající fotony k pozorování nanostruktur dosahující rozlišení nižších než je jejich vlnová délka (např. rastrovací mikroskopie blízkého pole – rozlišení v řádu stovek nanometrů). Další skupinou jsou přístroje využívající jako nositele informace elektron. Do této skupiny patří transmisní elektronové mikroskopy s vysokým rozlišením v řádu setin nanometrů, tedy přibližně o řád detailnější než je velikost atomu. Elektron využívají také rastrovací elektronové mikroskopy dosahující rozlišení v řádu jednotek nanometrů. Kromě zmíněných sond je možné k zobrazení nanostruktur použít i iont. Ionty nabízí řadu interakcí (obr. 1) poskytujících různé druhy materiálového, strukturního i topografického kontrastu. Zobrazovací schopnosti iontů z hlediska rozlišení dnes dokonce v případě rastrovacích mikroskopů převyšují schopnosti elektronů. Komerčně dostupné iontové heliové rastrovací mikroskopy nabízí ve srovnání s elektronovými rastrovacími mikroskopy zatím rekordní laterální rozlišení – 0,23 nm [1]. To umožňuje výrazně kratší vlnová délka iontů než elektronů,

ale i menší velikost interakčního prostoru iontu s pevnou látkou. Kromě schopnosti iontů analyzovat nanostruktury laterálně, lze jimi analyzovat nanostruktury do hloubky - pod jejich povrch. V tomto směru je teoreticky možné dosáhnout rozlišení menší než rozměr atomu (monovrstvy). Rozlišit pomocí iontů jednotlivé monovrstvy atomů je však technicky obtížné.

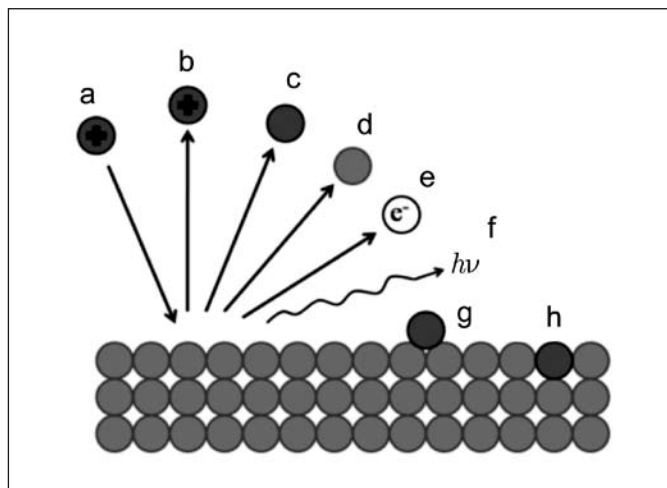
V tomto článku bude diskutována problematika interakce iontů s pevnou látkou. Podrobněji bude diskutována možnost využití mechanických vlastností iontů k analýze 2D nanostruktur (vrstev s tloušťkou v jednotkách nanometrů). Mechanika iontů zmíněná v názvu příspěvku se uplatňuje především při rozptylu iontů, který využívají metody RBS (Rutherford Back Scattering) a její méně energetické varianty MEIS a LEIS (Medium, Low Energy Ion Scattering). Tyto metody lze označit akronymem ISS (Ion Scattering Spectroscopy). V tomto článku bude diskutována především metoda TOF-LEIS (Time of Flight) v kombinaci s metodou SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry).

INTERAKCE IONTŮ S PEVNOU LÁTKOU

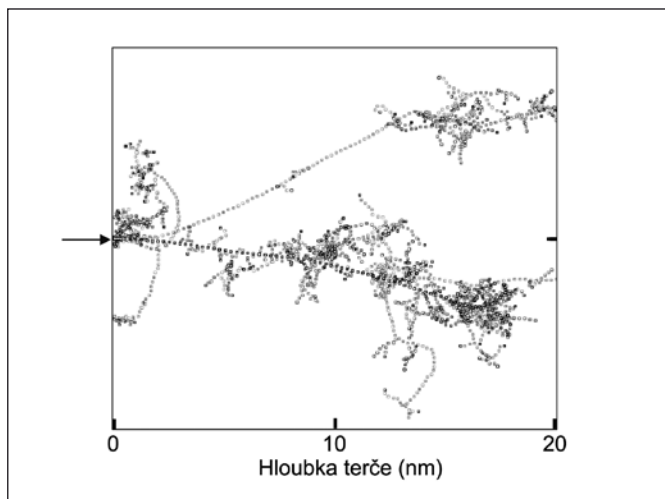
Pomocí interakce urychleného iontu s pevnou látkou lze získat informace o vlastnostech pevné látky. Poznání procesů probíhajících při této interakci je zásadní pro správnou interpretaci výsledků experimentu. Interakci iontů s pevnou látkou rozumíme proces, během kterého dopadající iont proniká do pevné látky, sráží se s atomy terče a tyto pak mohou způsobit další srážky s ostatními atomy terče. Vytváří se tzv. kolizní kaskáda. Příklad kolizní kaskády vzniklé po dopadu jednoho iontu je na obr. 2. Modelování kolizní kaskády pomáhá objasnit emisi (odprášení) nabitých i nenabitých částic pocházejících z bombardovaného terče a míru jeho destrukce [3], [4]. Problematika kolizních kaskád je značně obsáhlá a je nad rámec tohoto pojednání, ale přesto se pokusíme ji velmi stručně uvést spolu s vlivem těchto kolizí na velikost iontu analyzovatelné oblasti pevné látky.

Při výpočtech s použitím modelu kolizních kaskád se předpokládá, že jednotlivé srážky jsou binární. Binární srážka je taková, kde v jednom časovém okamžiku dojde ke srážce pouze mezi dvěma volnými částicemi (atom v krystalové mřížce je považován za volný). Při tomto procesu je předávána energie a hybnost atomům na povrchu terče nebo pod povrchem. Simulace kolizních kaskád lze provést pomocí řady dostupných programů (SRIM, TRIM.SP, TRIDYN, MARLOWE atp.). Při těchto simulacích jsou pro výpočty kolizních kaskád využívány teoreticky či empiricky získané vztahy.

Postupné srážky mezi projektilem a atomy terče snižují energii projektilu tak dlouho, dokud jeho energie neklesne pod hodnotu vazebné energie terče. Pokud se tak stane, dopadající projektil je implantován do vzorku. V důsledku kolizí může projektil změnit



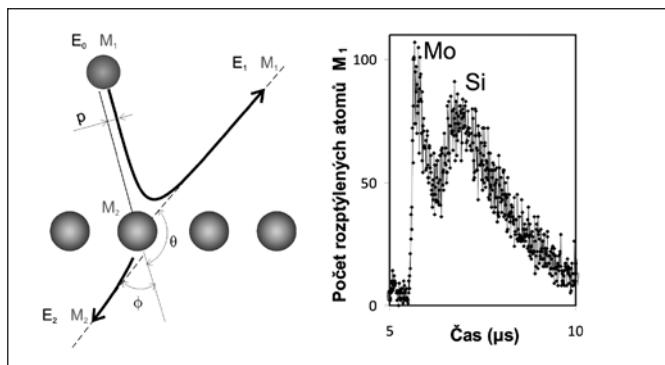
Obr. 1 Ilustrace možných produktů kolize projektilu se vzorkem. a) Projektil; b) Rozptýlený iont; c) Neutralizovaný rozptýlený atom; d) Vyražený atom; e) Emise elektronu; f) Emise fotonu; g) Adsorbce; h) Implantace. Ilustrace je převzata z [2]



Obr. 2 Simulace kolizní kaskády programem SRIM [5]. Tmavě šedé tečky značí jednotlivé kolize projektilu (Cs+, 16 keV) s atomy terče (NiCN). Světlejší šedé tečky vyjadřují pohyb atomů terče vyražených z jejich původní polohy. Šipka ukazuje místo a směr dopadu iontu na vzorek

směr pohybu zpátky k povrchu terče. Pokud se dostane do blízkosti povrchu a má dostatečnou energii, opustí terč jako vícenásobně odražený iont. Velmi častý a pro experiment důležitý je také případ, kdy se iont odrazí po jediné srážce s terčovým atomem (jednoduchý rozptyl, metoda RBS).

Při popisu rozptylu projektilu na atomech terče se uvažují pružné srážky mezi jádry projektilu a terče. Při pružné srážce (rozptylu) se kinetická energie systému iont - atom zachovává. Tato interakce se přisuzuje pouze působení sil mezi jádry projektilu a terče (mezijaderná interakce). Trajektorie projektilu je počítána pomocí coulombovského potenciálu mezi jádry a zákonů klasické mechaniky. K výpočtu hmotnosti povrchového atomu, na kterém došlo k rozptylu projektilu, použijeme zákon zachování energie a hybnosti a základní mechanické veličiny dopadajícího projektilu (iontu), tedy jeho hmotnost, rychlosti před a po srážce (obr. 3 vlevo). Pokud k rozptylu dojde pod povrchem, je nutné energii rozptýleného atomu snížit o úbytek způsobený brzděním iontu látkou, kterou musí projít při cestě pod povrch a zpět. Rychlost dopadajících iontů je dána urychlovacím potenciálem a hmotností iontu. Rychlost rozptýleného iontu je měřena pomocí elektrostatických energetických analyzátorů nebo pomocí jeho doby letu. V případě měření doby letu (obr. 3 vpravo) lze analyzovat i rozptýlené neutrály, tedy projektily, které před srážkou byly ionty a po rozptylu byly neutralizovány atomy terče. Pokud je k měření energie rozptýleného iontu používáno měření doby letu, hovoříme o spektroskopii TOF-LEIS.



Obr. 3 Binární kolize. Projektil o hmotnosti M_1 dopadá na atom o hmotnosti M_2 . Čárkované přímkové označují asymptoty, ke kterým se blíží trajektorie odraženého projektilu a vyraženého atomu. Vzdálenost p je srážkový parametr

Nezanedbatelnou roli však hrají také nepružné srážky, při nichž se kinetická energie již zmíněného systému nezachovává. Při této interakci je část energie předána elektronům. Dominance pružných či nepružných interakcí je dána energií dopadajícího iontu. U nižších energií dopadajícího iontu se uplatňuje ve větší míře jaderná interakce a u vyšších energií (dopadajícího projektilu) převládá elektronová interakce. Elektronová a mezijaderná interakce jsou uvažovány jako dva samostatné jevy. Tato představa slouží v případě binárních srážek jako dobrá aproximace.

Ionty mohou ztratit energii při průletu materiálem následujícími způsoby: • Iont předá energii atomovým jádrům - tzv. jaderné brzdění - zde se jedná o elastickou ztrátu energie dopadajícího iontu (pružná srážka), • Iont předá energii elektronům - tzv. elektronové brzdění, což je neelastická energetická ztráta (nepružná srážka).

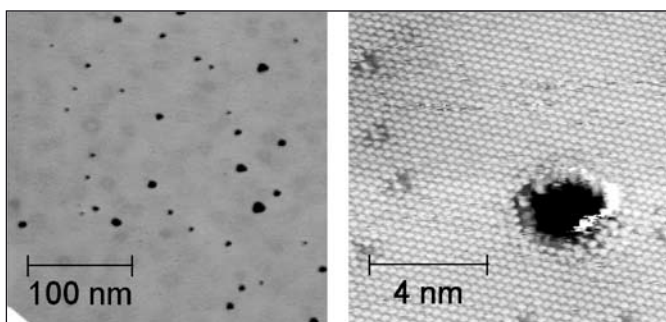
Ztráta energie způsobená elektronovým brzděním může být způsobena těmito příčinami: 1. Přímá výměna kinetické energie způsobená srážkami elektronu dopadajícího iontu a elektronu náležejícímu atomu terče, 2. Excitace či ionizace atomu terče, 3. Excitace vodivostních elektronů, 4. Excitace, ionizace nebo zachycení elektronu projektilem.

Protože projektil ve vzorku prodělá mnoho kolizí s elektrony a zároveň může být během svého letu vícekrát ionizován, je velmi obtížné popisovat všechny možné interakce pro všechny stavy ionizace projektilu. Proto je pro vyjádření brzdění projektilu elektrony používán tzv. brzdný účinek (stopping power), který je funkcí energie a vyjadřuje průměrnou ztrátu energie na jednotku délky podél trajektorie dopadající částice. Brzdný účinek elektronové interakce je možno spočítat s přesností několika procent pro energie projektilu větší než několik stovek keV. Pro energie projektilu menší než 100 keV je výpočet složitější a výsledky nebývají dostatečně přesné. Navíc se pravděpodobnost elektronové interakce pro různé kombinace projektilu a cílového atomu silně mění. Proto se pravděpodobnost elektronové interakce většinou zjišťuje empiricky nebo poloempiricky.

Jaderným brzděním rozumíme brzdění projektilu elastickými kolizemi mezi projektilem a atomem vzorku. Kinetická energie projektilu je přitom předávána atomům vzorku. Brzdný účinek jaderné interakce je možno spočítat, jestliže známe potenciál, který popisuje vzájemné působení projektilu a atomu terče. Brzdný účinek jaderné interakce roste se zvětšující se hmotností projektilu. Na počátku zpomalovacího procesu projektilu je projektil brzděn z větší míry elektronovou brzdou silou. Čím je projektil pomalejší, tím pravděpodobnější se stává jeho kolize s atomovými jádry vzorku a začíná dominovat jaderná brzdící síla. Celkový brzdý účinek elektronové a jaderné interakce je prostým součtem obou účinných průřezů. Na základě znalosti tohoto celkového brzdého účinku jsme schopni stanovit, kolik energie ztratí projektil při uražení vzdálenosti mezi dvěma kolizemi.

Energie, kterou přijmou atomy terče během kolize s projektilem, je uvolňována během tzv. sekundárních kolizí mezi atomy terče. V případě, že částice terče získá energii větší než je vazebná energie a nachází se blízko povrchu terče, může jej opustit. V takovém případě hovoříme o odprášené částici. Část odprášených částic při procesu odprášení je ionizována. Odprášené nabitě částice (tzv. sekundární ionty) využívá metoda SIMS k analýze terče. Tentokrát informaci o terči nenesou odražené (rozptýlené) ionty, ale samotné ionizované atomy terče. K představě o složení terče stačí provést jejich hmotnostní separaci a spočítat, kolik iontů určitých hmotností bylo detekováno. Ukázka reálného povrchu po dopadu jednotlivých iontů je na obr. 4.

Velikost prostoru, ve kterém kolizní kaskáda probíhá, má zásadní vliv na velikost nejmenší analyzovatelné oblasti. Z tohoto interakčního prostoru pocházejí všechny částice nesoucí informace např. o složení terče. Fyzikální limit laterálního i hloubkového rozlišení tedy ovlivňuje velikost tohoto prostoru. Po uskutečnění kolizní kaskády je interakční prostor modifikován a další iont dopadající do stejného prostoru neposkytne informaci o původním stavu tohoto prostoru.

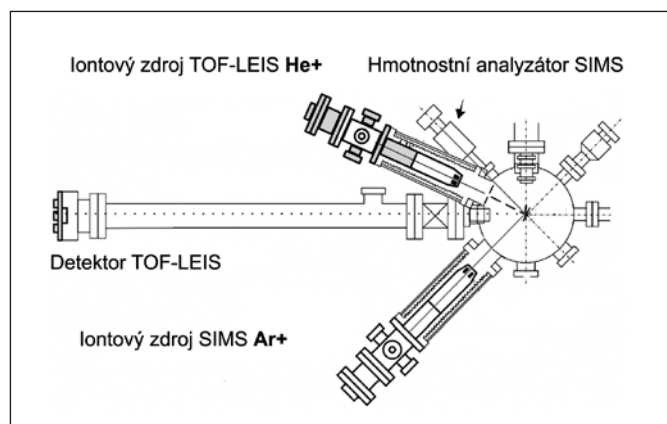


Obr. 4 Povrch platiny (111) po dopadu argonových iontů (5 keV, při 390 °C, 20 s, $I = 0,21 \mu\text{A}$) měřený metodou rastrovací tunelové mikroskopie (STM) na Technické Univerzitě ve Vídni. Každý z kráterů je způsoben dopadem jednoho argonového iontu

PŘÍKLAD ANALÝZY 2D NANOSTRUKTURY METODOU TOF-LEIS A SIMS

V našem experimentálním příkladu se nebudeme zabývat analýzou nanostruktur v laterálním směru, kde dalším limitujícím faktorem rozlišení je šířka stopy iontového svazku. Šířka stopy svazku He iontů v následujícím experimentu je 0,5 mm. Zaměříme se na analýzu rozložení koncentrace daných prvků v závislosti na hloubce od povrchu, kde nejsme limitováni přístrojově, ale především velikostí interakčního prostoru dopadajícího iontu. Rozměr interakčního prostoru můžeme zmenšit použitím projektilu s nízkou energií. V případě metody SIMS, kdy k analýze povrchu používáme odprášené ionty, je tento prostor hluboký řádově jednotky nanometrů. Pokud chceme analyzovat nanostrukturu ve větších hloubkách, musíme postupně odprašovat povrchové vrstvy dopadem velkého množství iontů do míst, kde již došlo ke kolizním kaskádám. U povrchu analyzovaného vzorku se během odprašování vytvoří mixovaná vrstva, jejíž tloušťka limituje hloubkové rozlišení. V příkladu si ukážeme, jak je principiálně možné pomocí metody TOF-LEIS nedestruktivně analyzovat oblast pod touto mixovanou vrstvou a tak dosáhnout lepšího hloubkového rozlišení, než je schopna dosáhnout metoda SIMS.

Analýzovaná nanostruktura popsaná v obr. 7 byla měřena metodami TOF-LEIS a SIMS ve střídavém režimu zařízením na obr. 5. Nejprve bylo na vzorku v místě budoucího odprašování změřeno spektrum rozptýlených He iontů metodou TOF-LEIS. Následně byla odprašována část povrchové monovrstvy argonovými ionty. Celý postup je několikrát opakován, dokud není analyzovaná vrstva odprášena. Při opakovaném odprašování ionty Ar^+ jsou monitorovány odprášené sekundární ionty (obdržíme SIMS hloubkový profil) a mezi jednotlivými odprašováními jsou měřena energetická spektra rozptýlených He neutrálů. Hloubkový profil TOF-LEIS

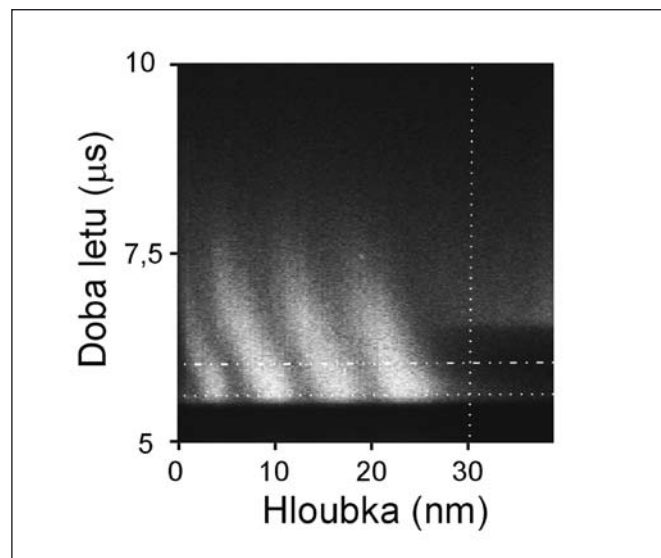


Obr. 5 Umístění iontových zdrojů a detektorů metod TOF-LEIS a SIMS

je pak z energetických spekter extrahován jako horizontální řez energetických spekter zobrazených pomocí bitmapy, kde na vertikální ose je vynášena doba letu rozptýleného neutrálu He (obr. 6). Stupněm šedi v bitmapě je znázorněn jejich počet. Vertikální tečkovaná osa na tomto obrázku je časové spektrum zobrazené na obr. 3. Dolní horizontální osa v obr. 6 je hloubkový profil Mo z povrchu odprašovaného vzorku a horní horizontální čerchovaná osa je profil Mo pod povrchem, tyto dva profily jsou zobrazeny na obr. 7 a porovnány s profily střídavě měřené metodou SIMS. Jednou z výhod střídavého odprašování je, že oba hloubkové profily jsou synchronní, a proto lze hloubkové profily porovnávat s jistotou stejné hloubky obou zdrojů signálů (SIMS a TOF-LEIS).

Odprašování multivrstvy a měření hloubkového profilu SIMS bylo prováděno pomocí Ar^+ iontů s energií 800 eV a hloubkový profil TOF-LEIS byl získán pomocí odražených He^+ iontů s energií 1500 eV ze dna kráteru. Přítomnost kyslíku ve vrstvě zvyšuje proud sekundárních iontů a díky tomu je možné identifikovat míru „prooxidování“ horní Mo vrstvy. Hloubkový profil „Mo LEIS pod povrchem“ v obr. 7 je v hloubce posunut, protože ionty odražené pod povrchem vzorku jsou detekovány dříve než ionty odražené z povrchu vzorku. Pro lepší srovnání Mo hloubkových profilů byl tento profil posunut ve směru větší hloubky o vzdálenost vyznačenou modrou šipkou vlevo dole (atomy He pronikající do větších hloubek „vidí“ složení vrstvy pod povrchem dříve). Hloubkové profily jsou pouze normalizovány na velikost druhého Mo píku a nebyly korigovány na rozdílné odprašovací rychlosti Mo a Si. Hloubková kalibrace byla provedena pomocí HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscope). Profil označený „Mo HRTEM“ byl získán průměrováním dat z invertovaného obrazu HRTEM, výbrus vzorku a měření HRTEM bylo provedeno na Arizonské univerzitě ve Phoenixu R. Roučkou. Vzorek profilovaný pomocí iontového odprašování byl deponován současně se vzorkem určeným pro HRTEM. Technologie přípravy tohoto vzorku je používána pro výrobu rentgenových zrcadel a je používána J. Sobotou na Ústavu přístrojové techniky AV v Brně [6].

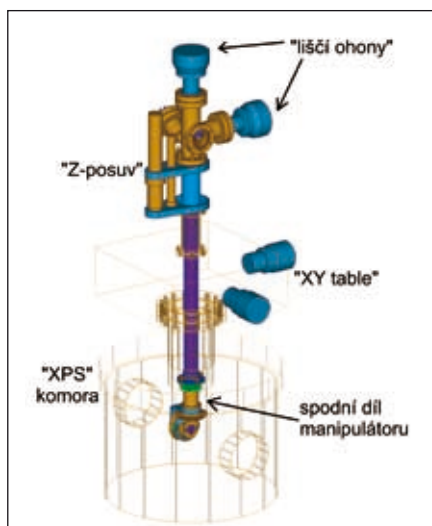
Při odprašování např. Ar^+ ionty dochází k promíchávání atomů ve vrstvě několika nm u povrchu vzorku a to degraduje hloubkové rozlišení SIMS. He ionty při dostatečné energii mohou proniknout pod tuto mixovanou vrstvu a „uvidět“ rozhraní vrstev ještě před jeho mixováním Ar ionty. To je možné pozorovat na profilu „Mo LEIS pod povrchem“ druhé vrstvy Mo pod povrchem, který reálnou Mo vrstvu zobrazuje věrněji (obr. 7). Pro vhodnou volbu energie rozptylovaných iontů je třeba znát hloubku, ze které se odrážejí - tzv. informační hloubku TOF-LEIS. Tento parametr lze získat simulací



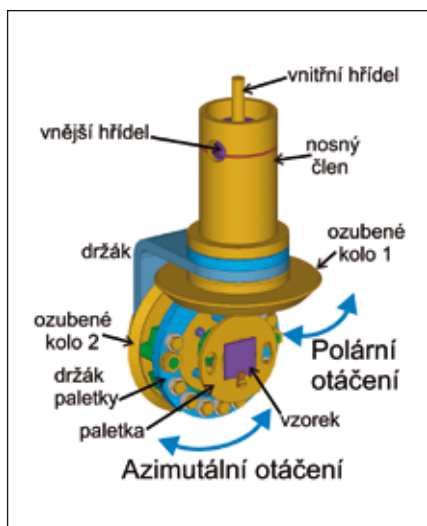
Obr. 6 Spektra doby letu odražených He neutrálů. Dopadající He ionty měly energii 1500 eV

Obrázky k článku „Manipulátor vzorku pro rentgenovou fotoelektronovou spektroskopii do velmi vysokého vakua“

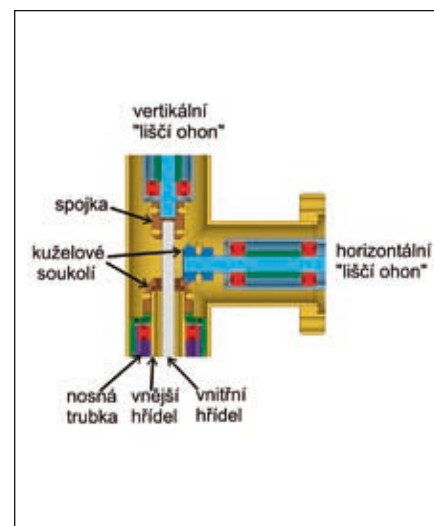
(Strana 215 - 216)



Obr. 3 Umístění manipulátoru na komoře „XPS“



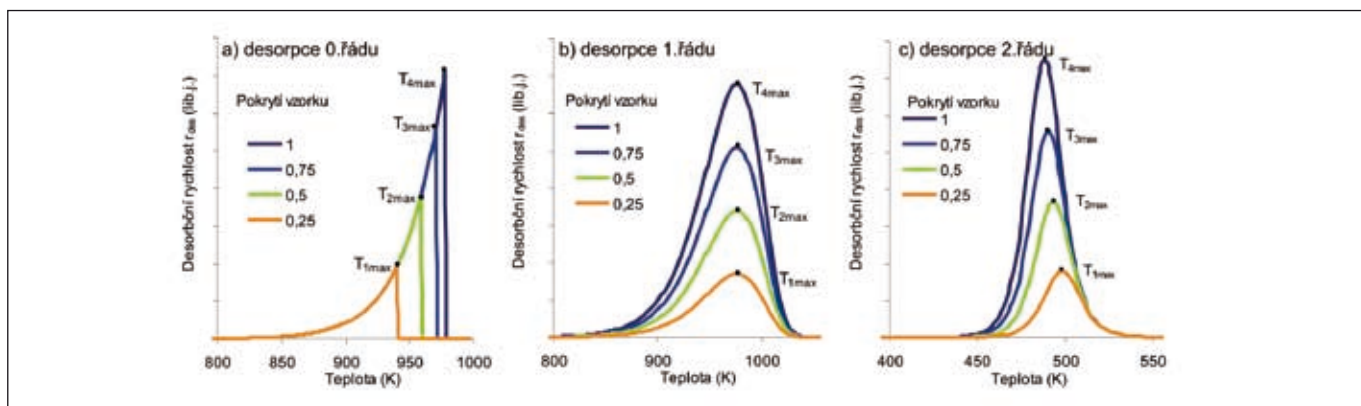
Obr. 4 Spodní díl manipulátoru



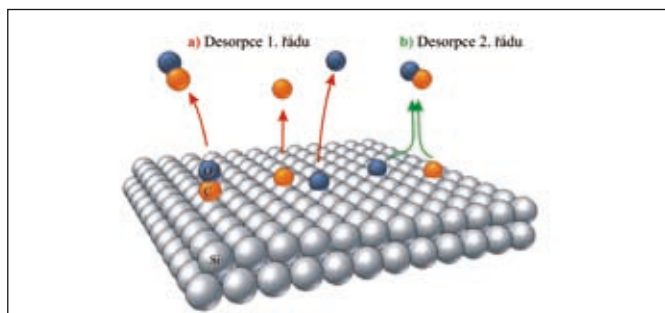
Obr. 5 Detail horní části manipulátoru v řezu

Obrázky k článku „Využití termální desorpční spektroskopie při studiu povrchové kontaminace“

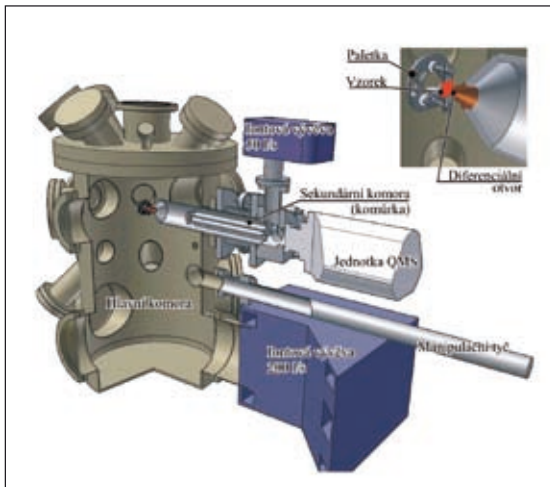
(Strana 217 - 218)



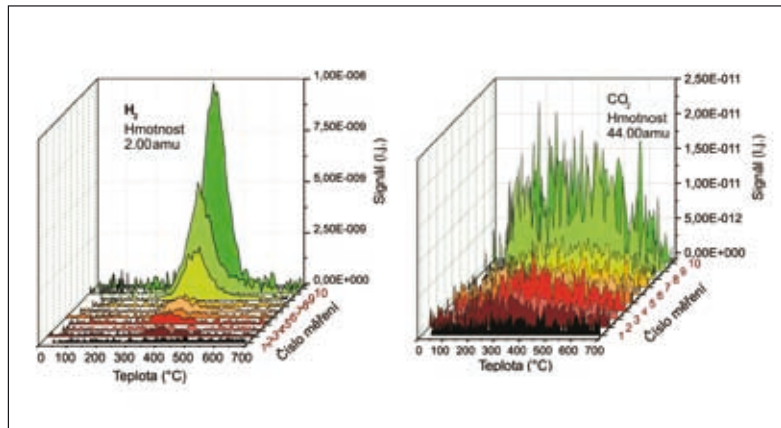
Obr. 1 Simulovaný průběh tlaku při měření TDS způsobený desorpčí částic. Zobrazena je desorpce 0., 1. a 2. řádu. Velikost píku je závislá na počátečním pokrytí θ_0 vzorku (uvedeno v monovrstvách)



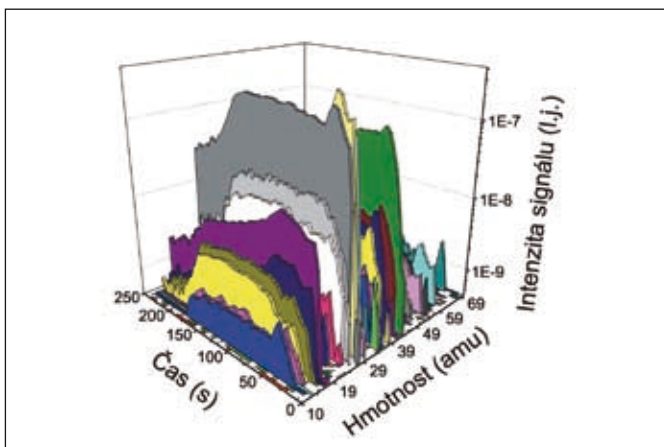
< Obr. 2 Možné způsoby desorpce atomů C a O adsorbovaných na povrchu Si ve formě jednotlivých atomů nebo ve formě molekuly CO. U desorpce 1. řádu závisí rychlost na koncentraci jednotlivých druhů molekul na povrchu (pokrytí). Při desorpce 2. řádu dochází k desorpce molekul po sloučení dvou jednodušších molekul



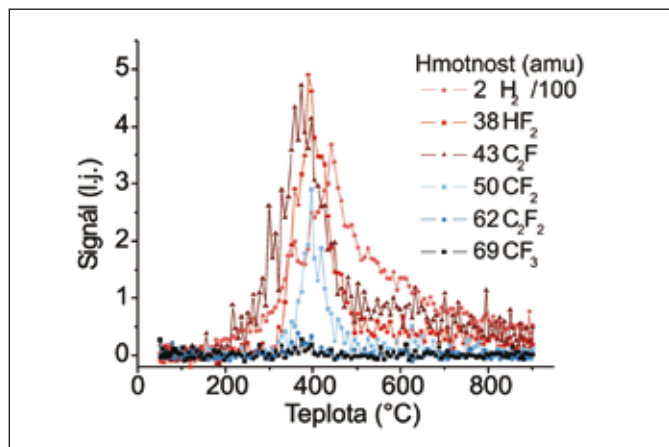
Obr. 3 Schéma realizace TDS v UHV aparatuře s jednotkou kvadrupólového hmotnostního spektrometru QMS 200C firmy Pfeiffer



Obr. 4 Signál desorpce částic H_2 (Hmotnost 2 amu) a CO_2 (Hmotnost 44 amu) pro různou dávku plynu. U měření číslo 2-7 je velikost píku ($T_p = 390^\circ C$) přibližně stejná, kdežto u měření číslo 8-10 je vidět narůst velikosti píku, tj. přítomného množství molekul na vzorku. Vzorky byly vystaveny dávce plynu v rozsahu $2 \cdot 10^3 - 2 \cdot 10^5$ Langmuir

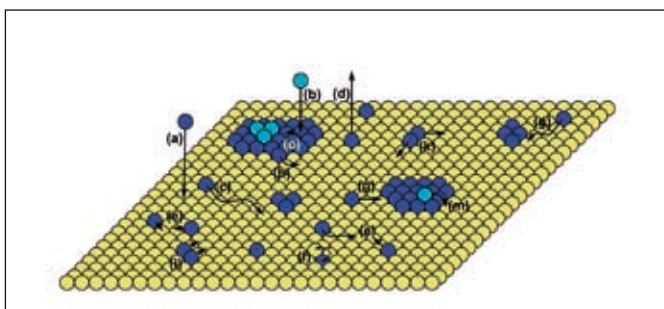


Obr. 5 Měření přehledového spektra na hmotnostech 10–70 amu při desorpci vzorku křemíkové desky skladované 5 let v polypropylenovém boxu. V grafu je dobře vidět různý charakter desorpce na jednotlivých hmotnostech. Mezi největším a nejmenším zaznamenaným píkem je rozdíl tří řády

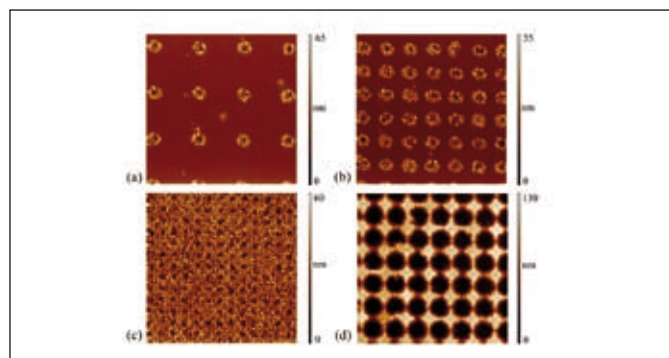


Obr. 6 Porovnání desorpčních píků Si vzorku leptaného v 40% HF. Píky s maximem na teplotě $400^\circ C$. Měřené píky ukazují na vznik molekul C, F. Množství (plocha píků) je poloviční oproti použití 2% HF

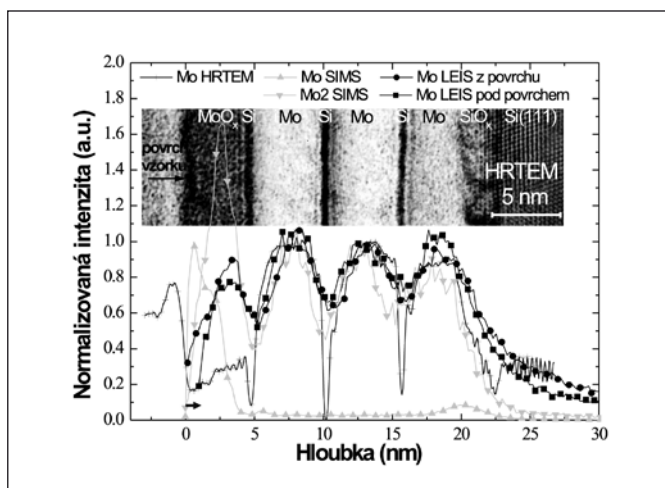
Obrázky k článku „Řízený růst kobaltových ostrůvků na křemíkovém substrátu“ (Strana 222 - 224)



Obr. 1 Procesy, ke kterým dochází v počátečních fázích růstu vrstvy: (a) depozice (adsorpce), (b) přímá depozice na ostrůvek, (c) difúze po povrchu, (d) desorpce, (e) nukleace dimeru, (f) difúze do substrátu (vzájemná výměna deponovaného a substrátového atomu), (g) připojení atomu k ostrůvku, (h) odpojení atomu od ostrůvku, (i) difúze dimeru, (k) rozpad dimeru, (m) difúze atomu na nižší terasu, (o) difúze atomu na výše položenou terasu (do druhé vrstvy ostrůvků)



Obr. 4 AFM obrázky ($5 \times 5 \mu m^2$, kontaktní mód) kobaltových ostrůvků, které vznikly po depozici 5 nm Co při teplotě $400^\circ C$ na mřížce tvořené kruhy o nominální hloubce 2 nm (dávka iontů $7.0 \cdot 10^{15} cm^{-2}$) s různými vzájemnými vzdálenostmi: (a) 1600 nm, (b) 800 nm, (c) 400 nm a (d) 200 nm. Průměr ostrůvku je přibližně 400 nm. Přejato z [6].



Obr. 7 Hloubkový profil multivrstvy $3 \times (\text{Mo}/\text{Si})/\text{Mo}$ na $\text{Si}(111)$ substrátu s přírodním oxidem křemíku, tloušťka Mo vrstev je 5 nm a tloušťka vrstev Si je 0,6 nm

v programu TRBS [7]. Všimněme si také rozdílnosti hloubkových profilů v oblasti první Mo vrstvy pod povrchem. Nejenom že každá z použitých metod ukazuje jiný profil, ale i různé sekundární ionty (Mo^+ a Mo^{2+}) metody SIMS vykazují různý průběh. Signál Mo je značně zkreslen i v oblasti dalších vrstev. Všechny profily naznačují rozhraní mezi silně zoxidovanou částí Mo vrstvy u povrchu a nezoxidovanou částí vrstvy.

ZÁVĚR

Interakce iontů s pevnou látkou umožňuje analýzu pomocí řady metod. Každá z těchto metod používá jiné výsledné produkty této interakce a jiné energie a typy projektilů. Pokud chceme analyzovat pomocí této interakce vzorek s vysokým hloubkovým rozlišením, je možné použít kombinaci metod SIMS a TOF-LEIS. Kromě hloubkového rozlišení v řádu jednotek nanometrů nabízí kombinace těchto metod rozdílné informace o složení analyzovaných struktur. U metody SIMS je hloubkový profil často ovlivněn

ionizačním procesem během odprašování a to má za následek obtížnou kvantifikaci. Výsledky metody TOF-LEIS analyzující pomocí neutrálnů nejsou tímto ionizačním procesem ovlivněny, což usnadňuje kvantitativní analýzu. Porovnáním měřených a simulovaných energetických spekter lze metodou TOF-LEIS určit i tloušťku jednotlivých vrstev. Metoda SIMS sice nenabízí jednoduchou kvantifikaci, ale podstatně nižší detekční limit (v řádu ppm) než metody založené na rozptylu iontů. Opět se potvrzuje, že k analýze objektu nanosvětla je třeba kombinace více metod, které vytvoří lepší představu o studovaných objektech.

Poděkování

Tato práce byla podporovaná GAČR (projekt č. 202/07/P486) a Centrem základního výzkumu MŠMT LC06040 a výzkumným záměrem MSM0021630508., grantem GAAV KAN400100701 a grantem EUROCORES – GAČR FON/06/E001. Poděkování patří také J. Sobotovi z Ústavu přístrojové techniky AV v Brně za deposici MoSi vrstev a R. Roučkovi za jejich analýzu pomocí HRTEM na Arizonské státní univerzitě ve Phoenixu.

Literatura

- [1] <http://www.microscopy-analysis.com/news/zeiss-smt-orion-record-resolution>, 18. 6. 2009.
- [2] http://en.wikipedia.org/wiki/Low_energy_ion_scattering, 18. 6. 2008.
- [3] Ziegler, J.F., Diersack J.R., Littmark U.: The stopping and range of ions in solids, Pergamon press 1985.
- [4] Eckstein, W.: Computer simulation of ion-solid interaction, Springer-Verlag 1991.
- [5] <http://www.srim.org/>; 14. 1. 2009.
- [6] Protopopov, V. V., Sobota, J.: X-ray dark-field refraction-contrast imaging of micro-objects, Optics Communications, 213, 2002, No. 4 – 6, pp. 267 – 279.
- [7] Biersack, J. P., Steinbauer, E., Bauer, P.: A particularly fast TRIM version for ion backscattering and high energy ion implantation. Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B 61 (1991) 77–82.

Ing. Petr Bátor, Ph.D., tel.: +420 541142783, e-mail: babor@fme.vutbr.cz

Ing. Radek Duda, duda@fme.vutbr.cz

Ing. Stanislav Průša, Ph.D., tel.: +420 541142832, e-mail: prusa@fme.vutbr.cz

Ing. Tomáš Matlocha, matlocha@fme.vutbr.cz

Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D., tel.: +420 541142813, e-mail: kolibal@fme.vutbr.cz

Ing. Radek Kalousek, Ph.D., tel.: +420 541142783, e-mail: kalousek@fme.vutbr.cz

Ing. Jan Neuman, neuman@fme.vutbr.cz

Ing. Michal Urbánek, Ph.D., tel.: +420 541142832, e-mail: urbanek@fme.vutbr.cz

Prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc., tel.: +420 541142707, e-mail: sikola@fme.vutbr.cz

Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno

Manipulátor vzorku pro rentgenovou fotoelektronovou spektroskopii do velmi vysokého vakua

Rentgenová fotoelektronová spektroskopie (XPS) je zavedenou metodou v laboratořích pro výzkum povrchů a tenkých vrstev. V článku je uvedena konstrukce automatizovaného manipulátoru, který umožňuje posun vzorku ve třech osách a jeho rotaci v polárním a azimutálním úhlu. Tímto systémem mohou být snadno získána data z úhlově závislých měření nebo rentgenové fotoelektronové difrakto gramy.

Klíčová slova: rentgenová fotoelektronová spektroskopie; XPS; ARXPS; velmi vysoké vakuum; UHV; manipulátor

Upozornění: Obrázky 3, 4 a 5 jsou uvedeny na straně 212 v barevném provedení.

ÚVOD

Mnohé metody používané při výzkumu povrchů a tenkých vrstev požadují podmínky velmi vysokého vakua (dále UHV). UHV je charakterizováno tlakem v řádu 10^{-7} Pa a nižším. Pro získání žádaných informací je důležité, aby se detekované částice dostaly neovlivněny ze vzorku do detektoru. V atmosférických podmínkách se na povrchu vzorku usazují uhlovodíky a další sloučeniny uhlíku. V UHV lze povrch vzorku vyčistit, např. oprášením ionty nebo tepelně, a vzorek zde zůstane čistý po dlouhou dobu. UHV systémy kladou velké nároky nejen na materiál, ze kterého je vakuová komora vyrobena, ale také na mechanické komponenty, které přenášejí ve vakuu pohyb. Problémy způsobuje zejména smykové tření, které je ve vakuu mnohem větší než v atmosférických podmínkách. Mazání v UHV podmínkách není možné, protože mazivo by zhoršovalo tlak v aparatuře.

TEORIE

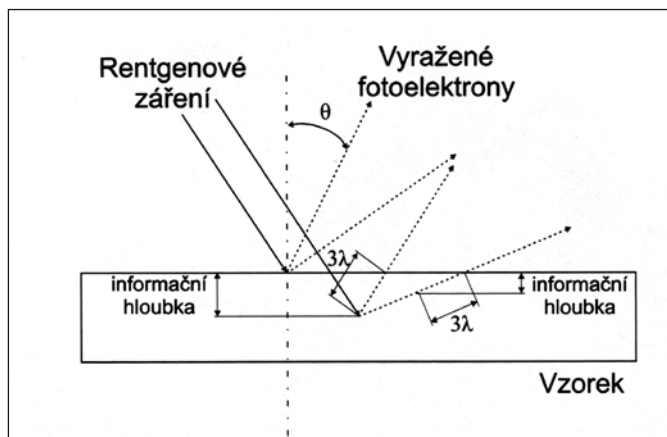
Rentgenová fotoelektronová spektroskopie (dále XPS) patří již několik desítek let mezi spolehlivé nástroje pro určení chemického složení povrchů a velmi tenkých vrstev. Výsledkem měření XPS jsou spektra fotoelektronů, tedy závislosti, kde na ose x je kinetická energie fotoelektronů a na ose y je jejich intenzita – počet detekovaných fotoelektronů za jednotku času [1]. Rentgenové záření ozařuje vzorek (obr. 1) a proniká pod jeho povrch do hloubky několika desítek μm . Fotony tohoto záření vyraží z vnitřních

hladin atomů fotoelektrony, které opouštějí vzorek v různých směrech a jsou detekovány energetickým analyzátozem v příslušném směru. Fotoelektrony, které nejsou emitovány bezprostředně z atomů na povrchu, procházejí přes vrstvy, které jsou nad nimi a přitom dochází ke srážkám a tedy k útlumu signálu. Dráha, kterou je fotoelektron při průchodu vzorkem schopen urazit, je rovna přibližně 3λ , kde λ je střední neelastická dráha. Této skutečnosti využívá úhlově závislá XPS metoda (dále ARXPS), u které je potřeba změřit sérii XPS spekter pro různé detekční úhly θ mezi povrchem vzorku a analyzátozem. Každé takové spektrum má různou informační hloubku. Z každého spektra lze určit relativní množství prvků nebo sloučenin ve vzorku a poté lze rekonstruovat koncentrace jednotlivých prvků a sloučenin v závislosti na hloubce pod povrchem [2], [3]. Vzhledem k běžnému útlumu fotoelektronů maximální hloubková citlivost metody bývá kolem 5 nm. Obecně platí, že s větší hloubkou je chyba určení koncentrací větší. Změna detekčního úhlu se zpravidla provádí otáčením vzorku v tzv. polárním směru, zatímco pozice rentgenového zdroje a analyzátozu se nemění.

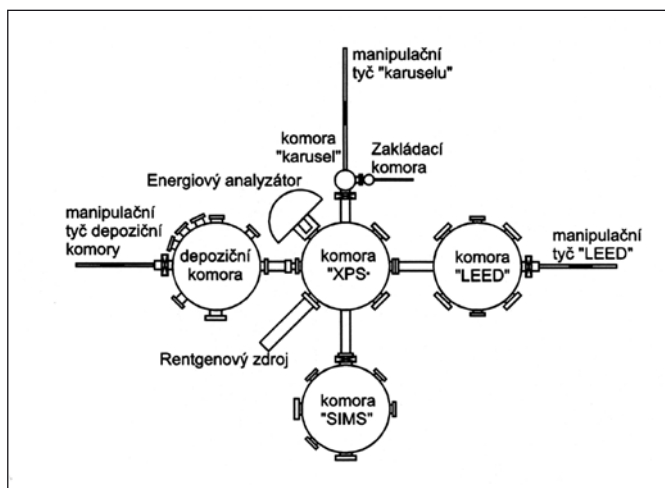
Další příbuznou metodou je rentgenová fotoelektronová difrakce (XPD). Ta slouží především k určení struktury povrchu vzorku – krystalografického uspořádání na povrchu vzorku [4], [5]. Jsou-li nad unikajícími fotoelektrony pravidelně uspořádané vrstvy, dochází k vícenásobným rozptylům – vlnám, které spolu navzájem interferují a vznikají tak maxima a minima výsledné vlny. Toto lze zaznamenat měřením intenzity spektrální čáry určitého prvku v různých směrech – polárním a azimutálním (rotace kolem normály vzorku).

MANIPULÁTOR

Navrhovaný manipulátor je implementován do komory „XPS“ v systému vakuových komor v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně (obr. 2). Vzorky jsou umístovány do systému na speciálních paletkách přes zakládací komoru. Z ní jsou přemístovány do komory „karusel“, kde je rotační zásobník pro šest paletek se vzorky. Dále mohou být paletky transportovány do čtyř dalších komor pomocí manipulačních tyčí. Všechny tyto transporty jsou prováděny přes „XPS“ komoru. Např. pro přesun paletky z komory „karusel“ do depoziční komory se paletka založí pomocí manipulační tyče „karuselu“ do komory „XPS“ a poté se manipulační tyčí depoziční komory paletka přemístí do depoziční komory. Přitom je samozřejmě potřeba vhodně natočit



Obr. 1 Princip měření metodou XPS



Obr. 2 Systém vakuových komor v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně

manipulátor (v polárním směru) směrem k příslušné manipulační tyči. Zakládání vzorku do „SIMS“ komory se provádí manipulační tyčí „karuselu“ při manipulátoru XPS v horní pozici.

Manipulátor byl tedy navržen tak, aby splňoval požadavky na zakládání paletky se vzorky a také na výše uvedené metody - posuvy v horizontální a vertikální rovině a rotaci ve dvou osách.

Umístění manipulátoru na komoře znázorňuje obr. 3. Nejbližší ke komoře je umístěn „XY table“ umožňující posuv v horizontální rovině XY, následuje posuv vertikální – „Z-posuv“ a horní část manipulátoru, kde se ovládají rotace. Do spodní části manipulátoru se zakládá paletka se vzorkem (obr. 4). Paletka je umístěna v držáku paletky. Azimutální rotace se realizuje vnitřním hřídelem, který otáčí ozubeným kolem 1, následně ozubeným kolem 2 a tedy vzorkem kolem jeho normály.

Polární rotace je realizována vnějším hřídelem, který otáčí držákem spodní části manipulátoru. Celý spodní díl manipulátoru je propojen s horní částí třemi elementy. Nosnou trubkou, která je připevněna k nosnému členu a drží tak celý spodní díl. Uvnitř je další trubka – vnější hřídel ovládající polární otáčení. Uvnitř tohoto hřídele je tyčka – vnitřní hřídel ovládající azimutální otáčení. Na obr. 5 je detail horní části manipulátoru v řezu. K převodu rotačního pohybu do UHV se používá tzv. „liščího ohonu“. Zde jsou dva tyto prvky. Vertikální „liščí ohon“ ovládá přes spojku vnitřní hřídel. Horizontální liščí ohon ovládá vnější hřídel přes ozubené kuželové soukolí.

Takto navržený systém má jednu potíž – činnost azimutální rotace je ovlivňována polární rotací. Bude-li se otáčet horizontálním „liščím ohonem“ – tedy polárně a vertikální „liščí ohon“ zůstane zablokovaný, bude se měnit nejen polární, ale také azimutální pozice. Aby k tomuto jevu nedocházelo, je nezbytné točit souběžně oběma „liščími ohony“. Při ručním ovládní manipulátoru by toto bylo obtížně realizovatelné. Nejen z tohoto důvodu byla pro řízení

manipulátoru navržena elektronická řídicí jednotka, která ovládá manipulátor pomocí tří krokových motorů. Dva motory ovládají rotace, třetí ovládá „Z-posuv“. Posuvy X a Y se ovládají ručně. Jádrem elektronické řídicí jednotky jsou 2 mikropočítače, které řídí chod krokových motorů, vyhodnocují stavy kontrolních snímačů a komunikují s řídicím programem v PC.

Dalším důvodem motorizace manipulátoru je možnost automatizovaných měření.

U ARXPS se běžně měří spektra pro 10 různých detekčních úhlů, což je časově náročné. Automatizace umožňuje provádět tyto experimenty bez účasti člověka.

Další možností automatizovaného měření je měření XPS spekter v závislosti na pozici „Z-posuvu“. To je např. užitečné při depozici jako kontrola, zda-li byl materiál na vzorek homogenně nadeponován. U XPD metody je zapotřebí měnit obě rotace a v každé pozici měřit intenzitu zpravidla jen jedné spektrální čáry určitého prvku. Jedno měření sice netrvá dlouho, ale měřených bodů bývají stovky.

ZÁVĚR

Manipulátor byl plně implementován do „XPS komory“ v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně. S jeho pomocí se podařilo usnadnit zakládání vzorků do jednotlivých komor – především se celý proces zrychlil. Bylo již provedeno několik experimentů XPD, ARXPS - většinou přes noc a také XPS v závislosti na „Z-posuvu“.

Poděkování

Práce na tomto projektu byla finančně podporována Centrem základního výzkumu MŠMT LC06040 a výzkumným záměrem MŠMT MSM0021630508., grantem GA AV KAN400100701 a grantem EU CORES – GAČR FON/06/E001.

Literatura

- [1] Čechal, J., Analýza povrchů a tenkých vrstev využitím fotoelektronové spektroskopie, Dizertační práce, Brno (2006)
- [2] Livesey, A. K., Smith, G. C., “The determination of depth profiles from angle-dependent XPS using maximum entropy data analysis.”, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 67, s. 439 (1994)
- [3] Chang, J. P. et al., “Profiling nitrogen in ultrathin silicon oxynitrides with angle-resolved X-ray photoelectron spectroscopy.”, J. Appl. Phys. 87, s. 4449 (2000)
- [4] Idzerda, Y. U., X-ray Photoelectron Diffraction, The Handbook of Surface Imaging and Visualization, CRC Press (1995)
- [5] Roebush, S. D., Couch, R.E., Thevudhasan, S., Fadley, C.S., “X-ray photoelectron diffraction study of thin Cu films grown on clean Ru (0001) and O-precovered Ru (0001).”, Surface Science 421, s. 205 (1999)

Využití termální desorpční spektroskopie při studiu povrchové kontaminace

V článku jsou prezentovány teoretické základy termální desorpční spektroskopie a její aplikace ve výzkumu povrchů a tenkých vrstev. Jako příklad použití metody je uvedena studie kontaminace Si desek.

Klíčová slova: termální desorpční spektroskopie, TDS; desorpce; adsorpce

Upozornění: Obrázky 1, 2, 3, 4, 5 a 6 jsou uvedeny na straně 212 v barevném provedení.

ÚVOD

Pro pozorování složení a vlastností tenkých vrstev se v dnešní době používá řada metod s citlivostí zpravidla jednotek procent jako je rentgenová fotoelektronová spektroskopie (XPS), spektroskopie Augerových elektronů (AES) a Ramanova spektroskopie, které dávají dobrou představu o chemickém složení a struktuře povrchu látek. Použití povrchově citlivé metody hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů (SIMS) ve statickém režimu dává obvykle velmi dobré výsledky, ale pořizovací náklady jsou obvykle velmi vysoké. V případech, kdy dochází k uvolňování povrchových částic (atomů, molekul) při ohřevu vzorku, můžeme k jejich detekci použít termální desorpční spektroskopii (TDS).

Metoda termální desorpční spektroskopie vznikla na základě desorpčních experimentů řízeného flešování (neboli rychlého ohřevu) wolframového vlákna v ultravakuové (UHV) komoře. P. Redhead publikoval v časopise *Vacuum* [1] v roce 1962 teoretický popis desorpčních spekter. Měření pomocí této metody lze prakticky realizovat v libovolné vakuové komoře, kde lze měřit tlak a čerpací rychlost vakuových vývěv je dostatečně velká vzhledem k velikosti UHV systému. Měřený tlak potom odpovídá přímo toku desorbovaných částic.

Dále je nutné řízeně zvyšovat teplotu vzorku a současně znamenávat tok částic. Z výsledných grafů závislosti toku částic na teplotě lze pak fitováním průběhu desorpčního píku získat aktivní energii desorpce E_d . Metoda je vhodná pro měření desorpční energie zejména v případě, že se na zahříváním povrchu nacházejí pouze částice stejného druhu. Pro tento případ je zaručeno, že měřený signál tlaku bude odpovídat pouze desorpční rychlosti těchto částic a desorpce zkoumaných částic nebude ovlivněna.

Detekci desorbovaných částic pomocí hmotnostního spektrometru lze do značné míry tyto částice identifikovat bez předchozí znalosti desorbované vrstvy.

Měření reakční rychlosti při postupně se měnící teplotě navrhl F. Urbach [2] v roce 1930 a použil ji při studii kinetiky chemických dějů. Techniku flešování vlákna jako prostředek studie adsorpční kinetiky prvně popsal L. Apkerk v roce 1948 a dále byla rozvíjena J.A. Beckerem a H.D. Hagstrumem v Bellových laboratořích [3] v letech 1952-53, kde zavedli použití programově řízené spojité se měnící teploty. V 50. letech se desorpčními experimenty intenzivně zabýval G. Ehrlich [4], který měřením desorpce z povrchu wolframového vlákna získával informace o vzniku jednotlivých povrchových fází molekul plynů, které souvisí s povrchovou rekonstrukcí substrátu.

V dnešní době metoda nalézá uplatnění zejména při měření katalytických vlastností povrchů [5, 6].

Pravděpodobnost desorpce atomů (*obr. 1*) roste se zvyšující se teplotou povrchu vzorku. Rostoucí teplota povrchu umožňuje povrchovým molekulám získat energii potřebnou k přerušení vazby k substrátu.

Tuto energii označujeme E_d a obvykle ji uvádíme v jednotkách eV nebo kJ/mol. Veličina charakterizující desorpci částic z povrchu za jednotku času je tok částic, respektive rychlost desorpce r_{des} (počet atomů za sekundu), která je vyjádřena Polanyi-Wignerovou rovnicí

$$r_{des} = -\frac{d\Theta}{dt} = -\frac{1}{\beta} n_a \Theta_a^n v_d e^{-\frac{E_d}{RT}},$$

kde n_a je počet adsorbovaných částic na povrchu vzorku, Θ_a pokrytí vzorku, v_d předexponenciální faktor, n řád desorpce, který ovlivňuje charakter desorpce (viz *obr. 1*), R Rydbergova konstanta, E_d je desorpční energie a T je teplota vzorku.

Desorpční rychlost lze měřit různými způsoby, které přináší buď výhodu jednoduchosti (měření tlaku vakuové komory), nebo výhodu v rozlišení desorbovaných částic (měření hmotnostním spektrometrem). Citlivým kvadrupólovým spektrometrem (QMS) v režimu analýzy zbytkových plynů (RGA) máme možnost identifikovat i zbytkové množství částic. Tato varianta je někdy také nazývána termálně programovaná hmotnostní spektroskopie (TPMS).

Metoda TDS je velmi vhodná pro studium molekul na povrchu, kdy můžeme zjistit přítomnost některé povrchové fáze, druh molekul a vazebnou energii. Použitím QMS má srovnatelnou citlivost s metodou SIMS, kde však při použití iontového zdroje dochází k promíchávání povrchu se substrátem. Nevýhodou je, že nemůžeme detekovat částice, které namísto desorpce difundují do substrátu.

EXPERIMENTY

Měřicí zařízení TDS, realizované v UHV aparatuře Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně (*obr. 3*), je optimalizované pro měření povrchové kontaminace křemíkových vzorků. Hmotnostní spektrometr je umístěn v diferenciálně čerpané sekundární komoře, která je od hlavní komory oddělena diferenciálním otvorem o průměru 3 mm. Otvor slouží k omezení přístupu desorbovaných částic do prostoru s analyzátozem. To je důležité zejména v případech, kdy se nezahřívá pouze zkoumaný vzorek, ale také držák vzorku. Částice z něj desorbované by jinak negativně ovlivnily vlastní spektrum vzorku (zejména přítomnost O_2 , H_2O a CO_2 adsorbovaných při upevňování vzorku do držáku). Použitím iontové a sublimační vývěvy se v hlavní komoře běžně dosahuje základního tlaku $2 \cdot 10^{-8}$ Pa.

Hmotnostního spektrometru lze s výhodou použít v případech, kdy se na povrchu vzorku nalézá více jak jeden druh molekul. Můžeme tak například současně získat nezávisle na sobě desorpční křivky CO_2 a H_2 v případě, kdy dochází k adsorpci CO_2 na povrchu Si(100) modifikovaném vodíkem, kdy při napouštění CO_2 do UHV komory probíhá zároveň hydrogenizace povrchu atomárním vodíkem. Na čistém povrchu Si(100) je koeficient ulpění pro CO_2 nulový, avšak po hydrogenizaci povrchu, ke které dochází

vlivem disociace zbytkového H_2 ionizační měrkou, je koeficient ulpění nenulový. Desorpční spektra pro H_2 a CO_2 jsou na obrázku 3. V grafech je vidět nárůst signálu až u měření číslo 9 a 10, kdy dochází k výraznému nárůstu H_2 na povrchu Si.

Vysoká citlivost na desorbované částice byla využita také při zjišťování kontaminace povrchu křemíku pasivovaného vrstvou nativního oxidu. Povrchové znečištění (kontaminace) způsobuje změny vlastností vytvářených elektrických struktur a vede v konečném důsledku až ke snížení výtěžnosti produkce elektronických součástek. Tento problém nabývá na významu zejména v současnosti při rozměrech vyráběných součástek integrovaných obvodů v řádu desítek nanometrů.

U křemíkových destiček firmy ON Semiconductor předpokládáme, že v ideálním případě je na čistém Si povrchu vrstvička nativního oxidu SiO_2 . Ta však vlivem vystavení a skladování destičky na vzduchu znečištěna dalšími částicemi, které adsorbují na povrch nativního oxidu.

Výsledný záznam desorpce z Si destičky je na obr. 5. Na tomto obrázku vidíme, že zaznamenané křivky nemají charakter základních desorpčních křivek (viz obr. 1), jaké bychom očekávali v případě přítomnosti pouze nativního oxidu a desorpce částic SiO_2 .

Povrchové znečištění měřených vzorků je velmi komplexní a z počátku se z naměřených dat dařilo identifikovat s jistotou pouze několik přítomných sloučenin: H_2O , CO , CO_2 a fragmenty C_xH_y obecně. Postupně se dařilo ve spektru prokázat i zbytkové množství molekul HF a HCl přetrvávajících na povrchu po procesech chemického čištění Si destiček. Měření se zabývala zejména zjištěním kontaminace skladováním v plastových polypropylenových boxech, avšak nárůst částic C_xH_y v souvislosti s dlouhodobým skladováním nebyl pozorován.

Dále byl zjišťován vliv přítomnosti uhlovodíků při samotném procesu leptání 2% a 40% roztokem kyseliny fluorovodíkové (HF). Vybrané desorpční křivky jsou vyneseny v grafu na obr. 6. Měření ukazují, že dochází k reakcím $C_xH_yF_z + F C_xH_{y-1}F_{z+1} + H$, při kterých vznikají molekuly C_xF_y . Tyto molekuly mají vyšší vazebnou energii a tudíž i desorpční teplotu (400-600 °C) a jsou tak hůře odstranitelné oproti částicím s desorpční teplotou v rozmezí 200-300 °C.

Ing. Michal Potoček, tel.: +420 541142814, e-mail: mpotocek@seznam.cz, Ing. Petr Bábora, Ph.D., prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc., Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství, Technická 2896/2, 616 00 Brno

Srdečně Vás zveme k návštěvě

Mezinárodní veletrhu oční optiky SILMO, který se koná ve dnech **17. – 20. září 2009 v Paříži** na jižním výstavišti **Porte de Versailles**, hala 1 - 2.1 - 2.2 – 2.3 – 3

Mezinárodní veletrh oční optiky Silmo si získává stále širší pozornost celého světa.

Každý rok přijede do Paříže navštívit tuto událost čím dál větší počet odborníků. Na ploše více než 95 000 m² můžete každoročně shlédnout nejprestižnější událost optického průmyslu v oblasti **skel - kontaktních a optických čoček – brýlových obrub - slunečních brýlí - přístrojů, pomůcek pro optiky a optometristy - strojů a příslušenství pro výrobu.**

SILMO nepředstavuje pouze 1 000 vystavovatelů či 45 000 návštěvníků, ale i trendová fóra, speciálně zaměřené sekce (děti, sport, sluneční brýle atd.), odborné konference nebo

16. ročník inovační soutěže **Silmo d'Or** (Zlaté Silmo). Struktura veletrhu je pro snažší orientaci rozdělena podle oborů:

Hala 1 „Central“ nabídne návštěvníkům optické a sluneční brýle, brýlové obruby, skla, kontaktní čočky, luxusní značky, brýle jako šperk, dále vybavení prodejen oční optiky a přístroje pro optometristy.

Hala 2 „Technop' hall“ již tradičně sdružuje pokrokové technologie na špičkové úrovni v oblasti výroby. Budou zde umístěny sekce věno-

ZÁVĚR

Metoda TDS se osvědčila zejména jako citlivý detektor nízkých koncentrací molekul adsorbovaných na povrchu. Při analýze není však identifikace molekul jednoznačná a je dobré kombinovat metodu TDS s dalšími metodami jako je XPS, aj.. Komora zařízení TDS je součástí komplexního zařízení umístěného v čistých prostorech ÚFI FSI VUT v Brně, kde je možno provádět depozice tenkých vrstev (Ga, GaN, Co aj.) a jejich analýzy metodami bez porušení vakua. Kombinací dostupných metod tak můžeme získat komplexnější představu o složení, vazbách a morfologii tenkých vrstev.

Poděkování

Práce na tomto projektu byla finančně podporována Centrem základního výzkumu MŠMT LC06040 a výzkumným záměrem MŠMT MSM0021630508., grantem GA AV KAN400100701 a grantem EUROCORES – GAČR FON/06/E001.

Literatura

- [1] Redhead, P. A., "Thermal desorption of gases." Vacuum 12, s. 203 (1962)
- [2] Urbach, F., Zur lumineszenz der alkalihalogenide II. Messungsmethoden, erste ergebnisse zur theorie der thermolumineszenz, Sitzber. Akad. Wiss. Wien. Math-nature, s. 363 (1930)
- [3] Becker, J. A., Hartman, D. C., "Field emission microscope and flash-filament techniques for the study of structure and adsorption on metal surfaces." J. Phys. Chem. 57, s. 153-159 (1953)
- [4] Ehrlich, G., "Kinetic & experimental basis of flash desorption." J. Appl. Phys. 32, s. 4. (1961)
- [5] Stará, I., Matolín, V., "The influence of particle size on CO adsorption on Pd/alumina model catalysts." Surface Science 313, s. 99-106 (1994)
- [6] Leara, T., Hamiltona, N. G., Lennon, D., "The application of temperature-programmed desorption, adsorption isotherms and temperature-programmed oxidation to investigate the interaction of CO with alumina-supported palladium catalysts." Catalysis Today 126 (1-2), s. 219-227 (2007)

vané Krátkozrakosti, Brýlařství - obor jako takový.

Hala 3 „Village“, „světová návrháři představí v předpremiéře nové tendence a už klasických stylů či tvarů ultra-moderních, od těch nejjednodušších až po ty nejnápaditější.

Ať je již charakter zákazníků jakýkoliv, optici najdou všechny odpovědi právě na veletrhu **SILMO**.

Vstup na veletrh je zdarma na základě předregistrace přes **www.silmo-paris.com**.

Registraci je možno také provést prostřednictvím kanceláře Active Communication Praha.

Doprava a ubytování: v případě zájmu o zajištění ubytování či dopravy prosím kontaktujte našeho partnera **UNIGLOBE PT Travel** info@uniglobetravel.cz, +420 272 083 505. V rámci veletrhu bude také v pravidelných intervalech zajištěna kyvadlová doprava ZDARMA mezi výstavištěm a letišti Orly a Roissy CDG.

Těšme se na Vaši návštěvu v Paříži!

zastoupení veletrhu SILMO v ČR a SR
Anglická 28, 120 00 Praha 2
Tel./Fax: +420 222 518 587
info@francouzskveletrhy.cz

Studium optických vlastností nanostruktur pomocí mikroskopie blízkého pole

Optické vlastnosti periodických struktur a stříbrných nanovláken byly studovány pomocí rastrovací mikroskopie blízkého pole. Iluminace zkoumaného vzorku nebo detekce elektromagnetického pole v blízkosti povrchových, opticky aktivních struktur byla provedena pomocí optického vlákna připevněného na kmitající ladičku. Následující příspěvek prezentuje nově používané zařízení, rastrovací mikroskop blízkého pole a dosavadní výsledky získané při studiu nanostruktur.

Klíčová slova: SNOM, NSOM, mikroskopie blízkého pole, plasmonika, plasmonové struktury

ÚVOD

Objekty, které mají alespoň jeden rozměr v řádu desítek nanometrů, mají některé nové fyzikální vlastnosti, jež v běžném makrosvětě nepozorujeme. Tyto vlastnosti, které jsou především kvantové povahy, mohou být využity pro funkci nových optoelektronických nebo fotonických prvků, které lze dále zařazovat do složitějších integrovaných obvodů [1]. Jednou z výhod přenosu informace z jednoho místa na druhé pomocí světla, oproti stávajícím způsobům s využitím elektrického proudu, je nízké uvolňování tepla, které je jedním z limitujících faktorů zvyšování výkonů mikroprocesorů. Přičemž taktovací frekvence přenosu informace může být v případě použití světla s vlnovou délkou ve viditelné oblasti v řádu desítek terahertzů. Dalším využitím kvantových vlastností nanosvětla může být výroba senzorů [2]. Vlastnosti zkoumaného vzorku, jež jsou např. fyzikální nebo chemické povahy, mohou být zkoumány pomocí zjišťování množství přítomných nanoobjektů (nanočástice, nanodráty, aj.). Tyto nanoobjekty mohou velmi citlivě reagovat na dopadající monochromatické světlo. Díky svým rozměrům může být pozorováno navýšení intenzity ve spektru odraženého nebo prošlého světla pro určité vlnové délky, které přímo souvisí s rozměry použitých nanoobjektů.

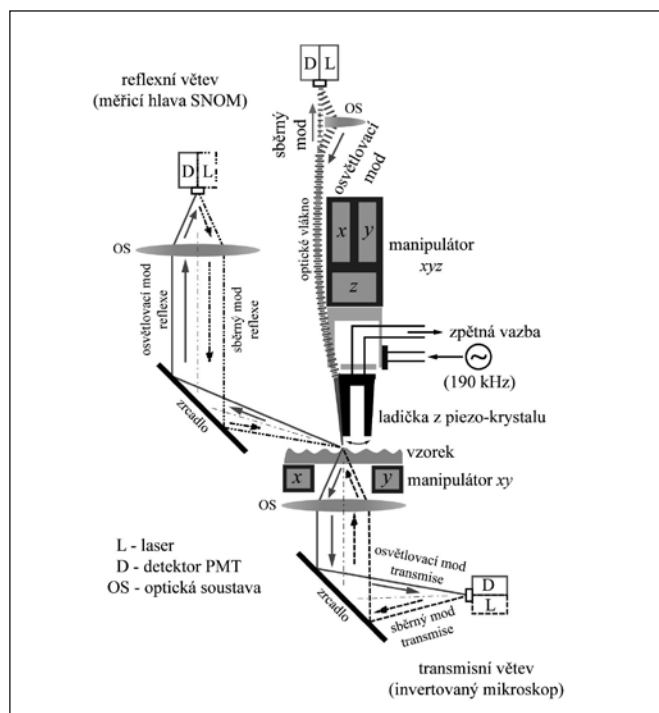
POPIS MĚŘICÍHO ZAŘÍZENÍ

Optické vlastnosti kovových nanodrátů (nanoobjektů s dvěma rozměry menšími než 100 nm) a kovových nanočástic mohou být studovány pomocí rastrovací mikroskopie blízkého pole (*Near-field Scanning Optical Microscopy* – SNOM, NSOM) [3, 4]. Iluminace zkoumaného vzorku nebo detekce elektromagnetického pole v blízkosti povrchových, opticky aktivních nanostruktur se provádí pomocí optického vlákna nebo dutého hrotu rastrovacího mikroskopu atomární síly (*Atomic Force Microscopy* – AFM). Příčný rozměr optického vlákna nebo otvoru v hrotu musí být menší než vlnová délka použitého světla, aby mohlo být vybudeno nebo detekováno elektromagnetické pole, jehož amplituda rychle ubývá se vzdáleností od povrchu struktur. Právě z důvodu existence pouze v blízkosti povrchu se toto pole nazývá blízkým polem. Zařízení SNOM lze využít i pro další techniky využívající světla k analýze povrchů, např. zesílená ramanovská spektroskopie (*Enhanced Raman Spectroscopy* – ERS) nebo fluorescenční rastrovací mikroskopie blízkého pole (*Fluorescence Near-field Scanning Optical Microscopy* – FSNOM) a další.

Sestava rastrovací mikroskopie blízkého pole, založená na kombinaci mikroskopu NTEGRA Solaris a Spectra firmy NT-MDT [5], je rozdělena na dvě navzájem nezávislé konfigurace, které se liší

především typem použité sondy – světelný vlnovod připevněný k ladičce (*tuning fork*), dutý hrot mikroskopie atomárních sil. Obě aparatury jsou umístěny na společné antivibrační jednotce a využívají společnou řídicí jednotku a software. Celá aparatura byla koncipována jako otevřený systém, který je možné rychle rozšířit o další, zejména spektroskopické optické metody.

První konfigurace mikroskopu SNOM je založena na interakci konce světelného vlnovodu se vzorkem. Vlnovod představuje optické vlákno vyleptané do hrotu, pokovené stříbrem s výstupní aperturou v rozsahu 100 nm až 200 nm, viz obr. 1. Toto vlákno je připevněno na ladičku z anizotropního piezo-kryystalu ve tvaru vidličky, která je mechanicky rozkmitávána na konstantní frekvenci rovné vlastní frekvenci jejich kmitů. Změna amplitudy mechanického kmitání



Obrázek 1 Schematický náčrt mikroskopu SNOM s kmitající vidličkou a optickým vláknem, možné kombinace osvětlování a detekce záření v transmisním a reflexním módu

způsobená vzájemnou interakcí sondy a vzorku se projeví změnou indukovaného napětí v krystalu, které slouží jako vstupní signál pro zpětnovazební smyčku při pohybu sondy nad vzorkem. Vzhledem k tomu, že ladička kmitá v rovině vzorku, je tak mnohem méně citlivá na morfologické změny povrchu.

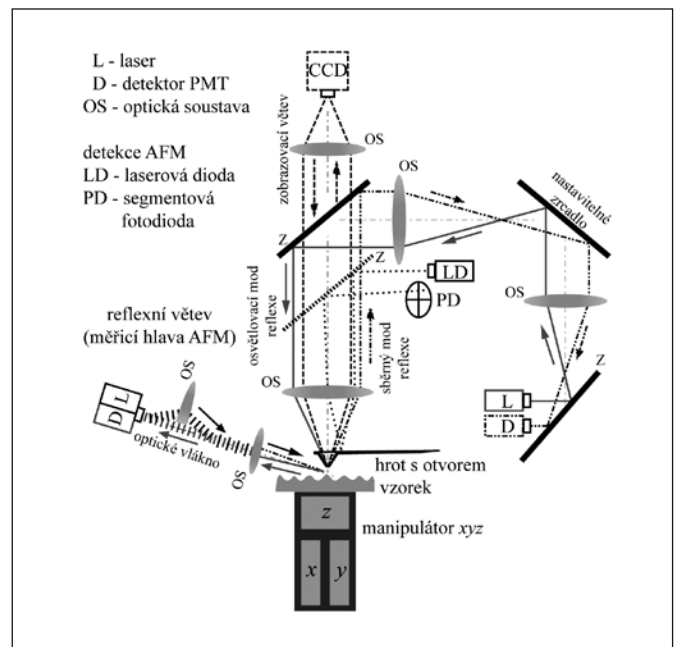
Základna mikroskopu je vybavena stolkem s makroposuvy $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ a integrovaným lineárním mikromanipulátorem o maximálním rastru velikosti $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ v horizontální směru (v ose x a y), který slouží jako držák vzorků, a je pevně spojena s invertovaným optickým mikroskopem Olympus IX71 (základní objektiv zvětšení $50\times$, možnost 1,5-násobného dodatečného zvětšení, konfigurovatelná vnější vstupní a výstupní optická cesta). Na ni se dále umísťuje měřicí hlava mikroskopu SNOM, s kterou je možné dodatečně pohybovat v osách x a y . Tato hlava má v sobě zabudovaný mikromanipulátor, který dovoluje pohyb v horizontální ($120 \times 120 \mu\text{m}^2$) i vertikální rovině ($6,5 \mu\text{m}$) vůči vzorku, do něhož se vsunuje modul obsahující ladičku s kontakty pro detekci jejího kmitání a optické vlákno přilepené na jeden z nosníků ladičky. V závislosti na typu experimentu je tak možné si vybrat buď rastrování vzorkem vůči nehybnému hrotu nebo rastrování hrotem vůči nepohyblivému vzorku. Vzdálenost mezi hrotem a vzorkem je však řízena pouze manipulátorem umístěným v měřicí hlavě, viz obr. 1. Dále tato hlava obsahuje optickou sestavu pro osvětlování/detekci elektromagnetického pole a zobrazování povrchu vzorku, jejíž optická osa se ze svislého směru láme pomocí zrcadla pod úhlem 45° s rovinou vzorku (vzorek je tedy zobrazován z boku).

Spojení invertovaného optického mikroskopu, bočního vstupu na hlavě SNOM a světelného vlnovodu umožňuje analýzu jak transparentních, tak i netransparentních vzorků v následujících kombinacích. Zavedením laserového svazku do jednoho konce optického vlákna spojeného s ladičkou dochází na druhém konci k osvětlování vzorku v blízkém poli a interakci tohoto záření s povrchem (*illumination mod* – osvětlovací mód). Následný sběr záření probíhá v dalekém poli současně v reflexním módu (sběr boční optikou, *reflection illumination mode*) a transmisním módu (optickou soustavou invertovaného mikroskopu, *transmission illumination mode*) a je detekováno ve dvou na sobě nezávislých fotonásobičích (*Photon Multiply Tube - PMT*), viz obr. 1. V osvětlovacím módu je možné zvolit pohyb sondy vůči vzorku nebo pohyb vzorku vůči sondě.

Ve sběrném módu mikroskopu SNOM (*collection mode*) slouží optické vlákno na ladičce ke sběru záření v blízkém poli. Signál je detekován opět ve fotonásobiči. V závislosti na transparentnosti vzorku lze využít buď bočního vstupu (*reflection collection mode*) nebo invertovaného optického mikroskopu (*transmission collection mode*) k přivedení fokusovaného laserového záření na jeho povrch, viz obr. 1. Kombinací makro- a mikromanipulátorů u vzorku a SNOM hlavy je možné přivést laserový svazek do konkrétní polohy (v rámci zorného pole) na vzorek, například ozářit určitou strukturu a měřit vybuzené záření v jejím blízkém okolí nebo přivést zfokusovaný monochromatický laserový svazek do těsné blízkosti vstupního otvoru sběrného optického vlákna. Volba pohybu vzorku nebo hrotu závisí na dané aplikaci.

Druhá konfigurace mikroskopu SNOM spojuje mikroskopii atomárních sil a na ní nezávislá optická měření v reflexním módu. Pro tato měření je nutno využít AFM ramének s dutým hrotem. Tato raménka mají na zadní straně v místě hrotu průchozí otvor, který je vyroben technologií anizotropního leptání, jehož průměr na konci hrotu dosahuje velikosti 50 nm až 200 nm . Tento otvor slouží k přivedení nebo detekci záření, dochází však ke snížení rozlišení použitého hrotu, viz obr. 2.

Základnu mikroskopu tvoří platforma NTEGRA určená pro rastrovací sondové mikroskopie. Na ní jsou umístěny makromanipulátory o rozsahu $10 \times 10 \text{ mm}^2$ v ose x a y a mikromanipulátor o rozsahu $140 \times 140 \times 7,5 \mu\text{m}^3$ s držákem vzorků. Na tuto základnu se staví optická měřicí hlava s raménkem s dutým hrotem a detekčním systémem (dioda s bílým světlem a polohově citlivá fotodioda). Optická hlava je rovněž vybavena objektivem o vysoké numerické apertuře ($0,7$, zvětšení $100\times$), jehož optická osa je kolmá



Obrázek 2 Schematický náčrt hlavních částí mikroskopu SNOM využívající k měření dutý hrot, možné kombinace osvětlování a detekce záření v reflexním módu

k rovině vzorku. Dále je zde boční vstup pod úhlem 30° k rovině vzorku, do kterého je možné umístit optické vlákno se soustavou čoček vedoucí k detektoru/zdroji světla. Nad měřicí hlavu SNOM je nutné instalovat optický modul ve tvaru přídavného ramene se soustavou čoček a zrcadel. Tento modul se používá pro přivedení/detekci záření.

Tento typ mikroskopie SNOM umožňuje pracovat pouze v reflexním módu, a to jak v osvětlovacím, tak i sběrném, viz obr. 2. V prvním případě je přes optický modul přivedeno laserové záření do dutinky v hrotu (ozáření v blízkém poli) a bočním vstupem je odražené záření sbíráno optickým vláknem a fotonásobičem (sběr v tzv. dalekém poli). V případě sběrného módu přichází na vzorek laserové záření z bočního vstupu a je sbíráno fotonásobičem zavedeným do optického modulu. Stávající konfigurace umožňuje pouze pohyb vzorku vůči nepohyblivému hrotu, zavedení laserového svazku do určité polohy vůči hrotu.

Uspořádání této soustavy dovoluje po připojení spektrometru a zavedení excitačního laseru, popř. laserů o různých vlnových délkách, analýzu vzorků mikroramanovskou spektroskopií kombinovanou s mikroskopii AFM. Optická hlava je připravena i pro metodu hrotem zesílené ramanovské spektroskopie (*Tip Enhanced Raman Spectroscopy - TERS*).

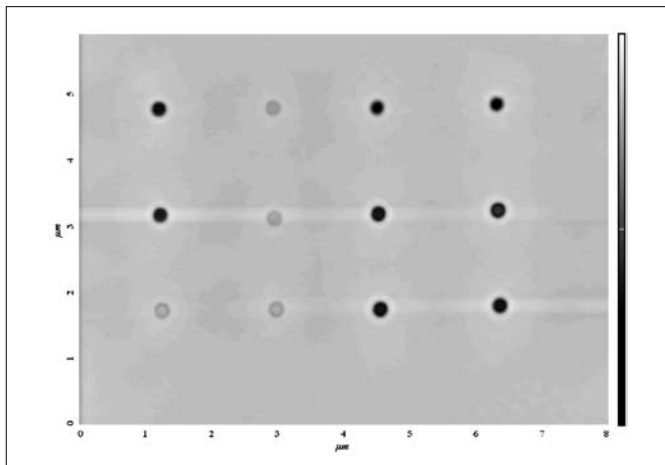
EXPERIMENT

Obor fyziky povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství se ve spolupráci se zahraničními partnery zabývá studiem mikro- a nanostruktur z hlediska plazmoniky. Toto moderní téma je pojato jak teoreticky (simulacemi a výpočty chování elektromagnetického pole na navržených strukturách), tak i experimentálně, kde hlavní část je věnována výrobě struktur, které jsou schopny vybudit excitaci plasmonů. Tyto struktury jsou v současné době připravovány třemi technologiemi, ve spolupráci s firmou Tescan s.r.o. litograficky metodou zfokusovaného iontového svazku (*Focused Ion Beam - FIB*), která je součástí rastrovacího elektronového mikroskopu, elektronovou litografií do rezistu polymethylmetakrylátu (PMMA) a nově zavedenou výrobou stříbrných nanodrátek pomocí elektrolyzy kovů do šablon.

V současné konfiguraci se jako zdroj záření používá polovodičový zelený laser o vlnové délce 532 nm a výkonu 5 mW , He-Ne lasery o výkonech 5 mW a 20 mW , optické vlákno o průměru $125 \mu\text{m}$

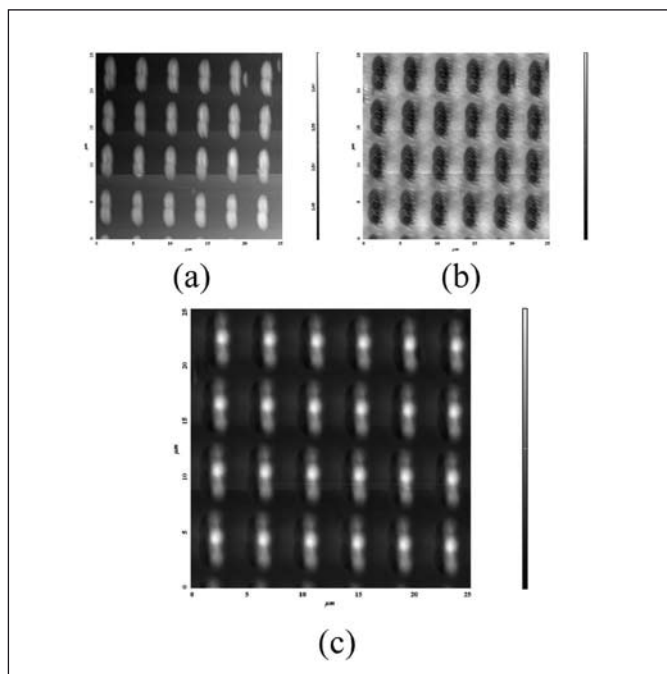
s označením 460-HP se vstupní aperturou v rozmezí 100 nm až 200 nm. Pro detekci záření byly použity fotonásobiče H5784-04.

Metodou FIB jsou ze substrátu křemíku odstraňovány definované oblasti pomocí iontů gallia. Touto metodou lze vytvářet soustavy mřížek malých vzorů s definovanou periodou a sledovat na nich šíření plasmonů (kolektivní excitace kmitů volných nosičů náboje v důsledku interakce se světlem) [1, 2, 6]. Struktura na obr. 3 je periodická mřížka s opakujícím se vzorem kruhu o poloměru o 100 nm a periodě $1,5 \times 1,0 \mu\text{m}^2$.



Obrázek 3 Periodická struktura připravená metodou FIB, topografie pořízená mikroskopií AFM

Elektronová litografie, při které po expozici dochází k odplavení nežádoucího rezistu a na povrchu substrátu zůstávají struktury s definovaným tvarem a periodou, se využívá k výrobě rezonančních antén. Po ozáření světlem o určité vlnové délce dochází k vybuzení plasmonů a zesílení radiačního záření mezi anténami [1, 2, 6]. Sada obr. 4abc představuje pole rezonančních



Obrázek 4 Pole rezonančních antén vyrobených elektronovou litografií, (a) jejich topografie pořízená SNOM sondou – patrná konvoluce konce hrotu se strukturou, měření intenzity (b) odraženého světla v reflexním osvětlovacím módu a (c) prošlého světla v transmisním osvětlovacím módu. (Světlejší barvy na stupnici představují nízké hodnoty intenzity, tmavší barvy hodnoty vyšší.)

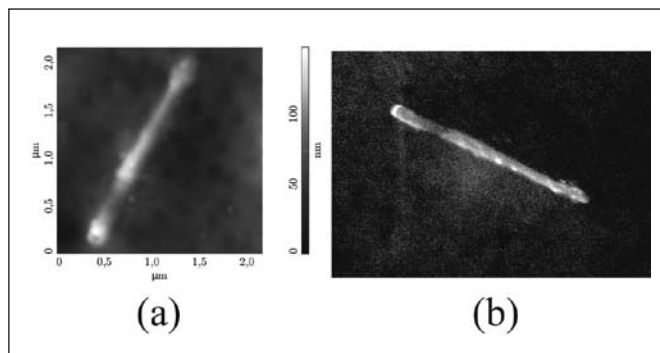
antén tvořené dvojicí dipólů o délce 4 μm , šířce 500 nm, výšce 50 nm a vzájemnou mezerou o šířce 500 nm v měřicích módech mikroskopu SNOM. Perioda těchto struktur je 4 μm . Struktura byla současně měřena reflexním a transmisním osvětlovacím módem SNOM. Na obr. 4c je pozorovatelné velmi výrazné snížení transmisie v oblasti mezi jednotlivými anténami (oblasti světlé barvy), ke které dochází pravděpodobně vlivem interference osvětlením jednotlivých částí dipólu.

Chemického jevu elektrolyzy lze využít pro výrobu jednodimenzionálních nanostruktur [7, 8]. Jako šablony je použito polykarbonátové membrány s průchozími póry o velikosti od 10 nm do několika mikrometrů (*PolyCarbonate Track Etched - PCTE*). Použitím elektrolytu AgNO_3 a galvanostatu lze připravit stříbrné nanodráty o různém průměru řádově v desítkách nanometrů a délce několika mikrometrů (omezeno tloušťkou membrány). Tyto struktury mohou sloužit jako světelné vlnovody nebo, v závislosti na jejich délce a šířce, optické rezonátory pro určitou vlnovou délku.

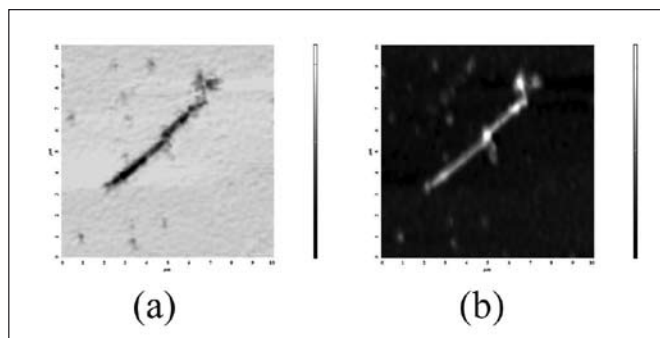
Na obr. 5ab je zobrazena topografie a tvar osamoceného stříbrného nanodrátu připraveného metodou elektrolyzy z roztoku do membrány s póry o průměru 50 nm (koncentrace roztoku AgNO_3 50 mmol/l, depoziční proud 1 mA, čas 120 s), mikroskopií atomárních sil a stejná struktura pomocí rastrovací elektronové mikroskopie. Tyto nanodráty kopírují geometrii póru a nejsou proto zcela přímé a hladké. Po iluminaci optickým vláknem dochází k interakci laserového záření s nanodrátěm a je možné pozorovat periodicky se opakující zesílené a zeslabené oblasti na nanodrátě, viz obr. 6ab. Vzhledem k tomu, že rozptyl elektromagnetického záření přivedeného na nanostrukturu je ovlivněn i její geometrií, nelze zatím přesně stanovit vliv jednotlivých komponent na výsledné měření.

ZÁVĚR

V článku byla stručně popsána současná konfigurace a experimentální uspořádání mikroskopu SNOM nově zakoupeného na ÚFI FSI VUT v Brně. Tato aparatura dovoluje využití mikro-



Obrázek 5 Osamocené stříbrné nanodrát o průměru 50 nm a délce 2,4 μm zobrazený mikroskopií AFM a rastrovací elektronovou mikroskopií



Obrázek 6 Stříbrný nanodrát o průměr 50 nm podrobený analýze v osvětlovacím (a) reflexním a (b) transmisním módu. (Světlejší barvy na stupnici představují nízké hodnoty intenzity, tmavší barvy hodnoty vyšší.)

skopie blízkého pole pro studium mikro- a nanostruktur za pomoci dvou typů sond a kombinací měřicích módů. Dále je zde uveden hlavní směr využití tohoto mikroskopu v oblasti plasmoniky, kde je využíván pro měření intenzity odraženého/prošlého záření vzniklého interakcí dopadajícího laserového svazku se strukturami (povrchem vzorku).

Z prvních měření, jejichž výsledky byly ukázány, plyne, že se rastrovací mikroskopie blízkého pole (SNOM) jeví jako nástroj vhodný pro studium optických vlastností těchto nanostruktur. U rezonančních antén byla pozorována změna transmise mezi jednotlivými konci struktur tvořícími dipól. V případě stříbrných nanodrátů dochází k periodickému střídání míst zvýšené a snížené intenzity odraženého světla. Tyto jevy budou dále podrobně zkoumány.

V současnosti dochází k rozšiřování mikroskopu o možnost zavedení bílého světla jako zdroje záření a instalaci spektrometru pro studium vzorků pomocí fluorescenční spektroskopie.

Poděkování

Práce na tomto projektu byla finančně podporována Centrem základního výzkumu MŠMT LC06040 a výzkumným záměrem MŠMT MSM0021630508, grant GAAV KAN400100701 a grantem EUROCORES – GAČR FON/06/E001.

Ing. David Škoda, skoda@fme.vutbr.cz, tel.: +420 541 142 813, Ing. Radek Kalousek, Ph.D., kalousek@fme.vutbr.cz, tel.: +420 541 142 783, Ing. Ondřej Tomanec, tel.: +420 541 143 349, Ing. Miroslav Bartošík, tel.: +420 541 142 814, Ing. Lukáš Břínek, tel.: +420 541 142 817, Ing. Libor Šustr, tel.: +420 541 142 817, prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc., sikola@fme.vutbr.cz, tel.: +420 541 142 707
Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2, 616 69 Brno

Jan ČECHAL, Josef POLČÁK, Ondřej TOMANEC, Tomáš ŠIKOLA
Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické, Brno

Řízený růst kobaltových ostrůvků na křemíkovém substrátu

V článku je nastíněn způsob přípravy uspořádaných souborů kobaltových ostrůvků na povrchu oxidu křemičitého. Litografie fokusovaným iontovým svazkem byla použita k vytvoření míst, na kterých dochází k preferenční nukleaci ostrůvků. Tímto způsobem můžeme vytvořit soubory ostrůvků o dané velikosti a poloze.

Klíčová slova: Tenké vrstvy; Nukleace; Řízený růst; Fokusovaný iontový svazek; SiO₂; Kobalt

Upozornění: Obrázky 1 a 4 jsou uvedeny na straně 213 v barevném provedení.

ÚVOD

S tím, jak se postupně dostáváme dále do světa nanotechnologií, vzrůstají požadavky a nároky na velikost a kvalitu základních prvků a struktur vykazujících požadované vlastnosti [1]. Dochází k neustálému zdokonalování současných metod přípravy (sériové výroby) struktur a vývoji nových postupů a technologií. Snad nejvýrazněji se tento vývoj projevuje v oblasti mikroelektroniky, kdy jsme svědky neustávajícího zmenšování velikosti tranzistoru v mikroprocesorech, nebo nárůstu hustoty dat uložených na pevném disku počítače. Zmenšování součástí však nevede pouze ke zvětšování jejich hustoty vedoucí k vyššímu výkonu, ale přináší sebou také další jevy související s velikostí stavebních prvků, kde se již projevuje blízkost kvantového světa, a jejich vzájemného uspořádání. Toto otevírá cestu novým možnostem: např. využití spinu elektronu (spintronika), povrchových excitací (plasmonika) nebo elektromagnetického záření a jeho interakcí s látkou (optoelektronika).

Literatura

- [1] Barnes W. L., Dereux A. & Ebbesen T. W., *Surface plasmon subwavelength optics*, Nature, Vol. 424, 2003, p. 824.
- [2] Mühlshlegel P., Eisler H.-J., Martin O. J. F., Hecht B., Pohl D. W., *Resonant Optical Antennas*, Science, Vol. 308, 2005, p. 1607.
- [3] Mironov V. L., *Fundamentals of the scanning probe microscopy*, Russian Academy of Science, Nizhniy Novgorod, 2004, the textbook for students.
- [4] Sarid D., *Scanning Force Microscopy*, Oxford University Press, 1994, ISBN: 0-19-509204-X.
- [5] <http://www.ntmdt.com/platform/ntegra>, aktuálně ke dni 18. 6. 2009.
- [6] Crozier K. B., Sundaramurthy A., Kino G. S., Quate C. F., *Optical antennas: Resonators for local field enhancement*, Journal of applied physics 94 (7), 2003, p. 4632.
- [7] Fukunaka Y., Motoyama M., Konishi Y., Ishii R., *Producing shape controlled metal nanowires and nanotubes by an electrochemical method*, Electrochemical and Solid State Letters 9(3), 2006, p. 62.
- [8] Zheng X. J., Jiang Z. Y., Xie Z. X., Zheng L. S., *Growth of silver nanowires by unconventional electrodeposition without template*, Electrochemistry Communication 9, 2007, p. 629.

šablony pro samouspořádaný růst a vlastní funkční součásti pak na vymezených místech samovolně vyrostou.

V tomto článku se budeme zabývat metodou tvorby kobaltových ostrůvků o definované velikosti, koncentraci a poloze na křemíkovém substrátu řízením polohy jejich nukleace. Protože kobalt reaguje s křemíkem za vzniku silicidu (CoSi_2), je třeba zabránit přímému kontaktu kobaltových atomů s křemíkovým substrátem tím, že je oddělíme tenkou vrstvou oxidu křemičitého. Zde využijeme tzv. přírodní oxid křemičitý, který je vždy přítomný na povrchu křemíku vystaveného běžné atmosféře (tloušťka se pohybuje v rozmezí 1–2 nm). Tento oxid je do teploty 600 °C účinnou difúzní bariérou pro atomy kobaltu [2]. Nad touto teplotou dochází za podmínek velmi vysokého vakua k jeho rozkladu a odpaření.

Kromě magnetických vlastností předurčujících použití kobaltu k záznamu informací (pevný disk počítače) a ve spintronice, může být kobalt použit např. ke katalýze mechanismem VLS (vapor–liquid–solid), kdy na povrchu kobaltového ostrůvku dochází k rozkladu prekurzorového plynu (např. acetylen) a růstu uhlíkových nanotrubic [3]. Velikost vzniklých nanotrubic je určena velikostí kobaltového ostrůvku: na malých ostrůvcích (5 nm) vznikají trubice jednostěnné, na větších mnohostěnné trubice či vlákna.

NUKLEACE A RŮST OSTRŮVKŮ

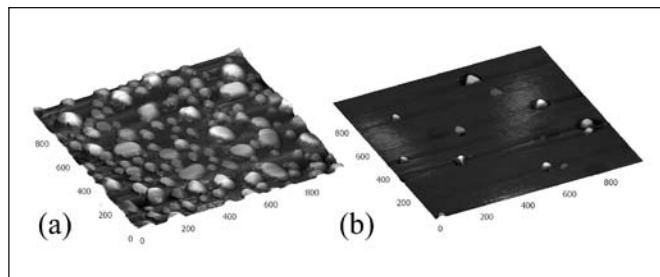
Kobalt byl deponován metodou napařování, kdy atomy kobaltu odpařené ze zahřáté tyče dosedají s termální energií na povrch substrátu. Před vlastní deposicí kobaltu je nutné zbavit povrch SiO_2 uhlíkových nečistot (vrstva o tloušťce 1–2 atomární vrstvy, která je adsorbována na povrchu) žháním vzorku na teplotě 550 °C za podmínek velmi vysokého vakua [2]. Vrstva nečistot brání volnému pohybu adsorbovaných kobaltových atomů, který je důležitý pro dosažení rovnovážných struktur.

Nejdůležitější procesy, které hrají roli při růstu tenkých vrstev, jsou znázorněny na obrázku 1. Atomy deponovaného materiálu dopadají na povrch rychlostí F (počet atomů na primitivní buňku substrátu za jednotkový čas). Adsorbované atomy se pohybují po povrchu a mohou, v případě že se k sobě dva přiblíží, vytvořit zárodek nového ostrůvku nebo být zachyceny stávajícími ostrůvky. Po jisté době dojde k saturaci množství ostrůvků – další již nevznikají, pouze rostou stávající. Množství stabilních zárodků je dané poměrem difuzivity D (střední vzdálenost, kterou urazí atom za jednotku času) a toku dopadajících atomů F . Protože povrchová difúze je tepelně aktivovaný proces řídící se Arrheniovým zákonem $D = D_0 \exp(-E_A/kT)$, kde E_A je aktivací energie difúze, k Boltzmannova konstanta, T teplota a D_0 prefaktor (pohybující se v řádu 10^{12} s^{-1}), s rostoucí teplotou tedy roste vzdálenost, kterou atom urazí než potká jiný atom či ostrůvek. Neméně důležitá je rychlost F , protože s rostoucím množstvím volných atomů roste šance, že dojde k vytvoření nového zárodku. Rozhodující je tedy poměr D/F – s tím jak roste se zvětšuje vzájemná vzdálenost ostrůvků a klesá jejich koncentrace.

Při vyšších pokrytích se většinou přechází k fenomenologickému popisu růstu. Zde rozlišujeme tři základní módy růstu – vrstva po vrstvě, ostrůvkový a smíšený (jedna či několik spojených vrstev je následováno růstem ostrůvků). To, zda má systém vrstva/substrát tendenci tvořit spojitou vrstvu či spíše ostrůvky, je dáno povrchovým napětím (volnou energií související se vznikem povrchu či rozhraní) substrátu γ_s , vrstvy γ_v a rozhraní γ_{vs} . Spojitá vrstva vzniká v případě, že $\gamma_s \geq \gamma_{vs} + \gamma_v$, tj. když je výhodné zakrýt substrát, který má vyšší povrchové napětí. V opačném případě je výhodnější růst jednotlivých ostrůvků: zůstane odkryta značná část povrchu substrátu (nízké γ_s) a povrch ostrůvků a rozhraní se také zmenší (vysoké $\gamma_{vs} + \gamma_v$).

Vraťme se ke kobaltu. Povrchové napětí kobaltu je přibližně 3–6 krát větší než oxidu křemičitého [4]. Z hlediska termodynamického je tedy výhodnější, aby se kobalt (stejně jako většina jiných kovů) na povrchu oxidu křemičitého nacházel ve formě ostrůvků. Pokud však deposici provedeme za pokojové teploty, vzniká spojitá vrstva

kobaltu. Za pokojové teploty je totiž difuzivita kobaltových atomů velmi malá a deponované atomy tak nemají šanci dosáhnout rovnovážné polohy. Nedochází tedy ke vzniku rovnovážné struktury, ale vytvoření spojitě vrstvy – jejím zahřáním dojde k jejímu rozpadu na jednotlivé ostrůvky, jak můžeme vidět na obrázku 2-a. Těchto ostrůvků je však velmi mnoho a jejich velikost nezáleží na teplotě žhánění, ale pouze na tloušťce původní vrstvy. Velikost ostrůvků se dále mění s časem procesem Ostwaldova zrání – větší ostrůvky rostou na úkor menších, což vede k minimalizaci celkové energie systému. Tento proces je však velmi pomalý a vzniklé ostrůvky vykazují velké rozpětí velikostí.

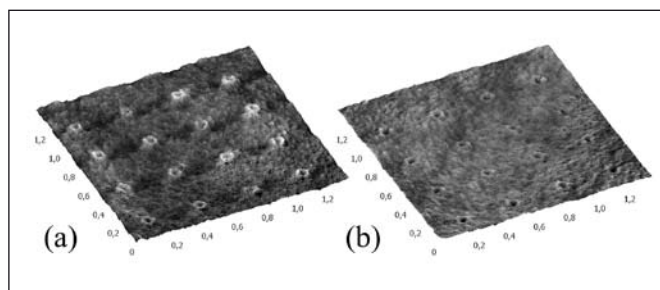


Obr. 2 AFM obrázky ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$, kontaktní mód) získané po deposici (a) 4 nm kobaltu za pokojové teploty a žháním při teplotě 800 °C po dobu 5 minut a (b) 2 nm kobaltu za teploty 490 °C. Rozsah výšek je 70 nm v prvním (a) a 28 nm v druhém případě (b)

Mnohem lepší je provádět deposici přímo za zvýšené teploty. S rostoucí teplotou roste difuzivita kobaltových atomů a tím klesá koncentrace vytvořených ostrůvků (viz obrázek 2-b). V tomto případě je rovněž rozdělení velikostí ostrůvků podstatně užší. S přibývajícím množstvím deponovaného materiálu roste velikost ostrůvků. Volbou teploty (její změnou v průběhu), rychlosti deposice a množstvím deponovaného materiálu můžeme kontrolovat jejich velikost a koncentraci ostrůvků.

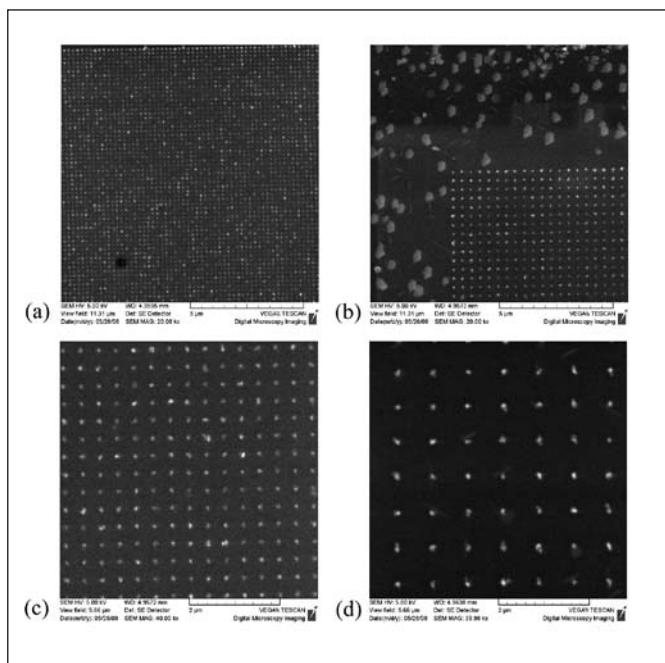
ŘÍZENÁ NUKLEACE

Bez vnějšího zásahu můžeme ovlivnit pouze velikost a koncentraci ostrůvků, jejich poloha je však náhodná. Abychom mohli řídit polohu ostrůvků – umístit je do žádaných poloh – je třeba litograficky vytvořit místa, kde bude zajištěna jejich preferenční nukleace. Tohoto můžeme docílit například pomocí fokusovaného iontového svazku [5]. To je znázorněno na obrázku 3, kdy malou dávkou iontů způsobíme odprášení pouze svrchního 1 nm oxidu křemičitého (navíc, po opětovném vystavení vzorku atmosférickým podmínkám, větší část oxidu doroste). Povrch substrátu je na tomto místě a jeho v okolí výrazně ovlivněn – zvýší se jeho drsnost a vzniknou různá poruchová místa. Na takto ovlivněných místech je difuzivita kobaltu značně menší než na okolním povrchu, proto



Obr. 3 AFM obrázky ($1,4 \times 1,4 \mu\text{m}^2$, kontaktní mód) získané na substrátu modifikovaném fokusovaným iontovým svazkem (nominální hloubka 2 nm, dávka iontů $7,0 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$). Obrázek (a) zobrazuje vzorek před žháním na teplotě 550 °C po dobu 14 hodin. Po žháním (b) vidíme snížení výstupku a prohloubení otvoru. Rozsah výšek je 2 nm v obou případech

je vysoká pravděpodobnost, že zárodek ostrůvku vznikne právě zde [6]. Významnou úlohu hraje opět teplota – s rostoucí teplotou roste difuzivita nejen na neovlivněném povrchu, ale i na ovlivněných místech. Za teploty kolem 400 °C vznikají ostrůvky sestávající se z několika zrn (obrázek 4), protože difúze na modifikovaných místech je malá – na okraji kruhového místa vzniká několik zárodků, které dále rostou. Tuto morfologii můžeme změnit po depozici žháním na vyšší teplotu (550 °C), při které se mnohočetné ostrůvky slíjí v kompaktní. Následná depozice při původní teplotě má za následek další růst kompaktních ostrůvků (obrázek 5). Vyšší depoziční teplota – 550 °C – již nevede k uspořádanému růstu na všech ovlivněných místech, protože atomy kobaltu již zcela volně difundují i přes modifikovaná místa. Je sice vyšší pravděpodobnost, že ostrůvek vznikne právě tam, ale již nejsou obsazena všechna místa a některé ostrůvky vzniknou i mimo ně. Fokusovaný iontový svazek můžeme tedy použít k volbě míst, kde budou růst nové ostrůvky, velikost ostrůvků je dána množstvím deponovaného materiálu.



Obr. 5 Zobrazení (SEM) kobaltových ostrůvků, které vznikly po depozici celkem 2 nm (0,5 + 1,5 nm) kobaltu při teplotě 430 °C přerušené žháním na teplotě 550 °C (25 min) na soustavě kruhů s nominální hloubkou 2 nm (dávka iontů $7,0 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$). Na obrázcích (a) a (b) jsou ostrůvky se vzájemnou vzdáleností 200 a 400 nm (pole $11 \times 11 \mu\text{m}^2$). Průměr ostrůvku je ~ 120 nm. Dole jsou zobrazena zvětšená pole ($5,7 \times 5,7 \mu\text{m}^2$) ostrůvků vyrostlých na mřížce kruhů se vzájemnou vzdáleností (c) 400 a (d) 800 nm. Přejato z [6]

ZÁVĚR

Mechanismem vedoucím ke vzniku uspořádaných souborů kobaltových ostrůvků na povrchu SiO_2 je snížení difuzivity kobaltových atomů na místech modifikovaných fokusovaným iontovým svazkem. Uvedená metoda vytváření souborů ostrůvků může být rozšířena i na jiné deponované materiály a substráty (např. Al_2O_3 a TiO_2). Jedinou podmínkou růstu uspořádaných souborů kovových ostrůvků je selektivní vytvoření nukleačních míst a užití vhodné teploty, při které deponovaný materiál roste ve formě ostrůvků. Co se týká povrchů oxidů, ostrůvkový růst je z termodynamického hlediska výhodný a pouze kinetická omezení musí být překonána, aby docházelo ke vzniku ostrůvků. Další podmínkou je, aby deponovaný materiál za dané teploty nereagoval s příslušnými oxidy (např. Al, Ti, Ge a Mg tvoří oxidy na SiO_2) a nedocházelo k difúzi kovů přes oxidovou vrstvu.

Poděkování

Práce na tomto projektu byla finančně podporována Centrem základního výzkumu MŠMT LC06040 a výzkumným záměrem MŠMT MSM0021630508, grantem GAAV KAN400100701 a grantem EUROCORES – GAČR FON/06/E001. Autoři děkují firmě Tescan, s.r.o. za umožnění přístupu k přístroji Lyra.

Literatura

- [1] Barth, J.V.; Constantini, G.; Kern, K. "Engineering atomic and molecular nanostructures at surfaces" *Nature (London)* **437**, s. 671 (2005).
- [2] Čechal, J.; Luksch, J.; Koňáková, K.; Urbánek, M.; Brandejsová, E.; Šíkola, T. "Morphology of cobalt layers on native SiO_2 surfaces at elevated temperatures: Formation of Co islands" *Surf. Sci.* **602**, s. 2693(2008).
- [3] Homma, Y.; Kobayashi, Y.; Ogino, T.; Takagi, D.; Ito, R.; Jung, Y. J.; Ajayan, P. M. "Role of Transition Metal Catalysts in Single-Walled Carbon Nanotube Growth in Chemical Vapor Deposition" *J. Phys. Chem B* **107**, s. 12161 (2003).
- [4] Campbell, C. T. "Ultrathin metal films and particles on oxide surfaces: structural, electronic and chemisorptive properties" *Surf. Sci. Rep.* **27**, s. 1 (1997).
- [5] Tseng, A. A. "Recent Developments in Nanofabrication Using Focused Ion Beams" *Small* **1**, s. 924 (2005).
- [6] Čechal, J.; Tomanec, O.; Škoda, D.; Koňáková, K.; Hrnčíř, T.; Mach, J.; Kolíbal, M.; Šíkola, T. "Selective growth of Co islands on ion beam induced nucleation centers in a native SiO_2 film" *J. Appl. Phys.* **109**, 084314 (2009).

Ing. Jan Čechal, Ph.D., tel.: +420 541 143 349, e-mail: cechal@fme.vutbr.cz
 Ing. Josef Polčák, tel.: +420 541 142 814, e-mail: ypolca00@stud.fme.vutbr.cz
 Ing. Ondřej Tomanec, tel.: +420 541 143 349, e-mail: o.tomanec@seznam.cz
 prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc., tel.: +420 541 142 707, e-mail: sikola@fme.vutbr.cz
 Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, VUT v Brně, Technická 2896/2, 616 69 Brno

Citlivostní analýza vyhodnocování optických parametrů tenkých vrstev

(aneb jaké jsou naše šance získat věrohodný výsledek fitováním spekter odrazivosti)

V článku je popsána základní myšlenka citlivostní analýzy fitovací procedury běžně používané při vyhodnocování optických parametrů tenkých vrstev. Hledání minimální hodnoty sumy čtverců odchylek teoretické závislosti a závislosti získané experimentálně je často negativně ovlivněno výběrem startovacího vektoru optických parametrů. Proto je v příspěvku zaveden a diskutován tzv. faktor spolehlivosti, který vypovídá o pravděpodobnosti nalezení věrohodného výsledku fitování. Počáteční vektor startovacích parametrů je vybírán z určitého okolí ideálního (známého) řešení a sleduje se, zda bylo po fitovací proceduře dosaženo shody (TRUE), či nikoliv (FALSE) s tímto řešením. Faktor spolehlivosti je pak zaveden jako poměr počtu úspěšných (TRUE) ku celkovému (TRUE+FALSE) počtu výpočtů. Ukazuje se, že existují takové kombinace optických parametrů zkoumaných vrstev, že lze ke shodě s ideálním řešením dojít téměř vždy, nezávisle na volbě startovacího vektoru parametrů (např. situace pro tloušťku SiO_2 vrstvy na Si $d_{\text{SiO}_2} = 130$ nm). Na druhé straně je možné identifikovat i tloušťky, pro které je vyhledání minima odchylek na tomto počátečním parametru silně závislé (např. $d_{\text{SiO}_2} = 485$ nm). Pro srovnání je rovněž uveden faktor spolehlivosti pro vyhodnocování vrstvy TiO_2 na Si . Výsledky, prezentované v tomto příspěvku, byly určovány pomocí vlastního programu RELIABILITY.EXE, který se ukázal jako vhodný nástroj k provádění předběžné analýzy citlivosti fitovací metody na volbu startovacích parametrů vrstev.

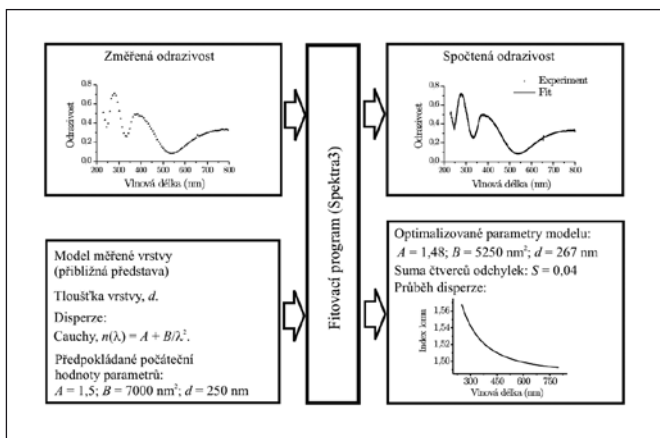
ÚVOD

Na ÚFI FSI VUT v Brně se v poslední době rozvíjí metoda plošné optické reflektometrie [1], pomocí které je možno stanovit optické vlastnosti tenkých vrstev rostoucích na podložce známých optických vlastností. Využívá kombinace CCD kamery a osvětlovače s monochromátorem k měření spektrální odrazivosti v UV-VIS kvazispojité oblasti, která jsou plošně zaznamenána v každém bodě povrchu vzorku zobrazeného pomocí kulového zrcadla na čip CCD kamery v různých časech vzniku, případně leptání vrstvy. Z naměřených spekter jsou poté pomocí vlastního softwaru SPEKTRA3 [2] určeny optické vlastnosti (index lomu n , případně koeficient absorpce k a tloušťka vrstvy d) podél celého povrchu vzorku. Metoda, která tvoří základ vyhodnocování, spočívá

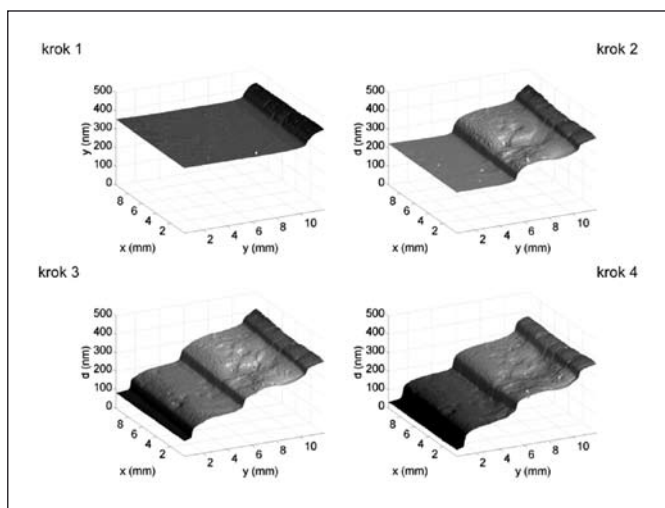
v minimalizaci sumy čtverců odchylek hledaného teoretického modelu (obsahující v sobě neznámé optické parametry) a spektra experimentálního, získaného měřením. Schematické znázornění procedury je znázorněno na obr. 1.

Vzhledem k charakteru vyhodnocování parametrů po velké ploše vzorku bylo nutno modifikovat stávající dosud běžně využívané vyhodnocovací postupy. Bod od bodu plochy vrstvy se totiž může lišit svými optickými parametry. Příklad je uveden na obr. 2, na kterém je uveden výsledek zpracování plošné homogenity postupně leptané vrstvy SiO_2 (na Si substrátu). Je z něj patrné, že neznámá tloušťka na ploše celého vzorku může dosahovat hodnot z intervalu 0 až 450 nanometrů. Tomu je třeba přizpůsobit fitovací proceduru, přesněji zadávání počátečního vektoru optických parametrů. Ukázalo se totiž, že nelze výpočet „startovat“ ze stejných hodnot v různých „částech“ vzorku, poněvadž minimalizátor (založený na Levenbergově-Marquartově metodě [3]) nezkonverguje do správných hodnot neznámé tloušťky vzorku, ale může výpočet zastavit například dříve, pokud je rozdíl skutečné a počáteční (startovací) hodnoty tohoto parametru příliš velký.

Proto k zadávání startovacího vektoru minimalizátoru v konkrétním bodě vzorku (o průměru cca 2 cm a celkově tak čítající cca 500×500 bodů rastru) bylo použito výsledku výpočtu teoretické hodnoty tloušťky v bodě těsně sousedícím. Bylo tak využito dalšího stupně volnosti při fitování nového (v našem případě plošného) problému, který v dosavadních měřeních v jednom bodě vzorku nebylo možné z principu užít. Jedná se o „svázání“ již známých hodnot optických parametrů v „rozumném“ okolí bodu, v němž je tloušťka předmětem dalšího počítačového zpracování, s hodnotou startovacího vektoru fitovací procedury v tomto bodě. Postupnou aplikací tohoto postupu plochou vzorku bod od bodu lze obsáhnout potřebný interval tlouštěk. Tohoto přístupu je však možné použít jen tehdy, jedná-li se o vzorek, jehož morfologie se příliš



Obr. 1 Schematické znázornění výpočetní procedury k určení optických parametrů tenkých vrstev metodou minimalizace sumy čtverců odchylek teoretické a experimentální křivky



Obr. 2 Schodovitá struktura vyleptaná v tenké vrstvě SiO₂ na Si pomocí kyseliny fluorovodíkové. Kroky 1, 2, 3 a 4 byly vytvořeny leptáním příslušné části vzorku po dobu 4, 8, 12 a 16 minut

bod od bodu nemění, což byla podmínka, kterou vzorky námi zkoumané metodou zobrazovací reflektometrie splňovaly. Ukázalo se však, že na vzorku mimo míst, ve kterých minimalizátor dosahoval konzistentních výsledků existují i místa, kde výsledné hodnoty tloušťek vykazovaly značný rozptyl. Tento fakt stál u zrodu myšlenky otestovat spolehlivost výsledků, dosahovaných pomocí minimalizačních procedur.

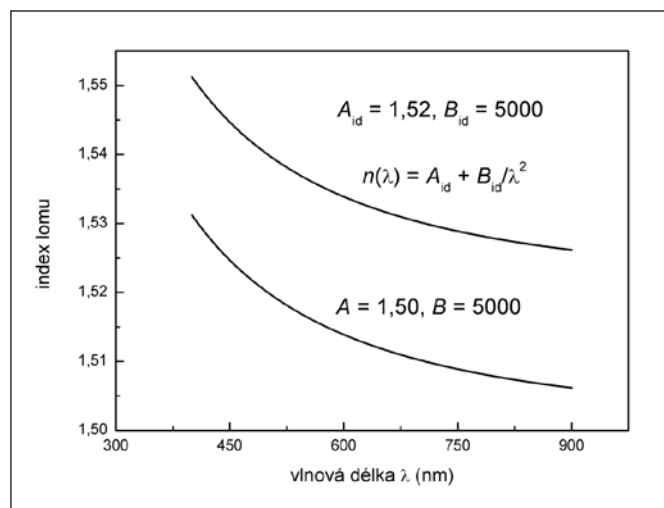
CITLIVOSTNÍ ANALÝZA

Základ navrhované citlivostní analýzy spočívá v nahrazení experimentálního spektra (zatíženého chybami měření) spektrem z tzv. „ideálního měření“, vygenerovaného počítačem pro známé dané „ideální“ hodnoty optických parametrů. Na toto spektrum „ideálního měření“ je pak standardním postupem naitováno spektrum „teoretické“, které po ukončení minimalizační procedury určí výsledné parametry. Pokud tyto parametry padnou do předem zvoleného intervalu kolem parametrů „ideálních“ (tj. těch, pomocí kterých bylo získáno počítačem vygenerované spektrum „ideálního měření“), považujeme použitý vektor startovacích parametrů za vhodný (TRUE), v opačném případě za nevhodný (FALSE). Tento postup lze opakovat pro různé hodnoty parametru „ideální“ tloušťky d_{id} , při daných hodnotách indexu lomu a indexu absorpce. Pro další analýzu citlivosti a spolehlivosti metody hledání optických parametrů metodou minimalizace čtverců odchylek dané závislosti („ideální“ spektrum) a modelované („hledané“ spektrum) byl zvolen model vrstvy SiO₂ na Si. Za známé parametry popisující závislost indexu lomu vrstvy na vlnové délce dopadajícího světla byly vybrány hodnoty A_{id} a B_{id} splňující Cauchyho vztah:

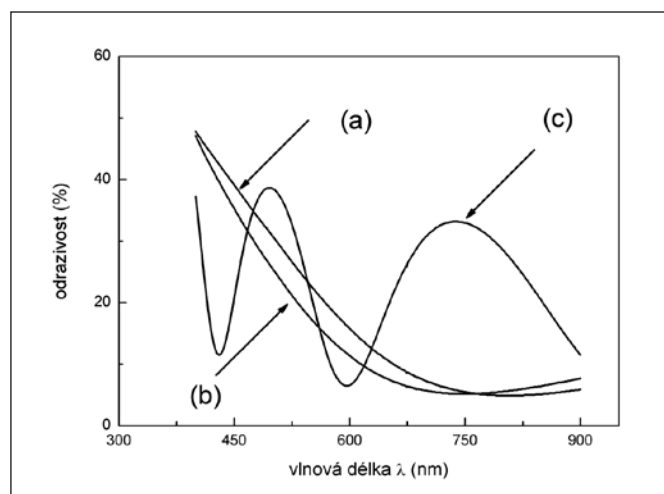
$$n_{SiO_2}(\lambda) = A_{id} + B_{id}/\lambda^2, \quad (1)$$

kde konstanty A_{id} , respektive B_{id} jsou rovny 1,52 (bezrozměrné), respektive 5 000 (nm²). Index absorpce byl položen roven nule a vlnová délka dopadajícího světla volena v odpovídajícím intervalu 400 nm až 900 nm. Disperzní závislost indexu lomu pro různé hodnoty parametrů A a B je vynesena v grafu na obr. 3.

V rámci citlivostní analýzy byl vytvořen program RELIABILITY.EXE, pomocí kterého lze vygenerovat „ideálních spektra“ odrazivosti například vrstvy SiO₂ na Si pro dané hodnoty vektoru ideálních parametrů (A_{id} , B_{id} , d_{id}), a to pro různé proměnné hodnoty tloušťky d_{id} . Na obr. 4 jsou uvedeny příklady spektrální závislosti odrazivosti vrstvy SiO₂ na substrátu Si vygenerované počítačem shodně pro hodnoty $A_{id} = 1,52$, $B_{id} = 5\,000$ nm² měnící se pouze v parametru tloušťky, tedy $d_{id} = 120$ nm (a), $d_{id} = 135$ nm (b) a $d_{id} = 485$ nm (c).



Obr. 3 Závislost indexu lomu vrstvy SiO₂ podle (1) pro hodnoty (a) $A_{id} = 1,52$, $B_{id} = 5\,000$ nm² a (b) $A = 1,50$, $B = 5\,000$ nm² (v rozsahu vlnových délek 400 nm až 900 nm, index absorpce byl zvolen $k = 0$)



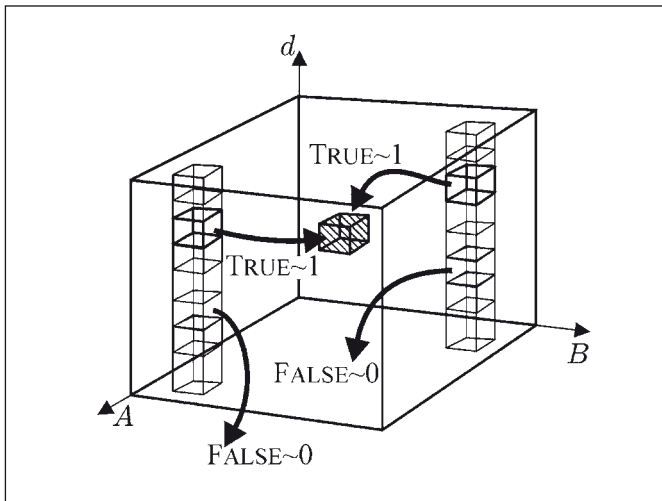
Obr. 4 Příklady spektrální závislosti odrazivosti vrstvy SiO₂ na Si pro $A_{id} = 1,52$ a $B_{id} = 5\,000$ nm² a tloušťky $d_{id} = 120$ nm (a), $d_{id} = 130$ nm (b) a $d_{id} = 485$ nm (c)

Takto získané závislosti jsou následně podrobeny analýze, která spočívá v testování vhodnosti vektoru startovacích parametrů A_{start} , B_{start} a d_{start} , které jsou voleny z daného intervalu kolem bodu (A_{id} , B_{id} , d_{id}) podle vztahu:

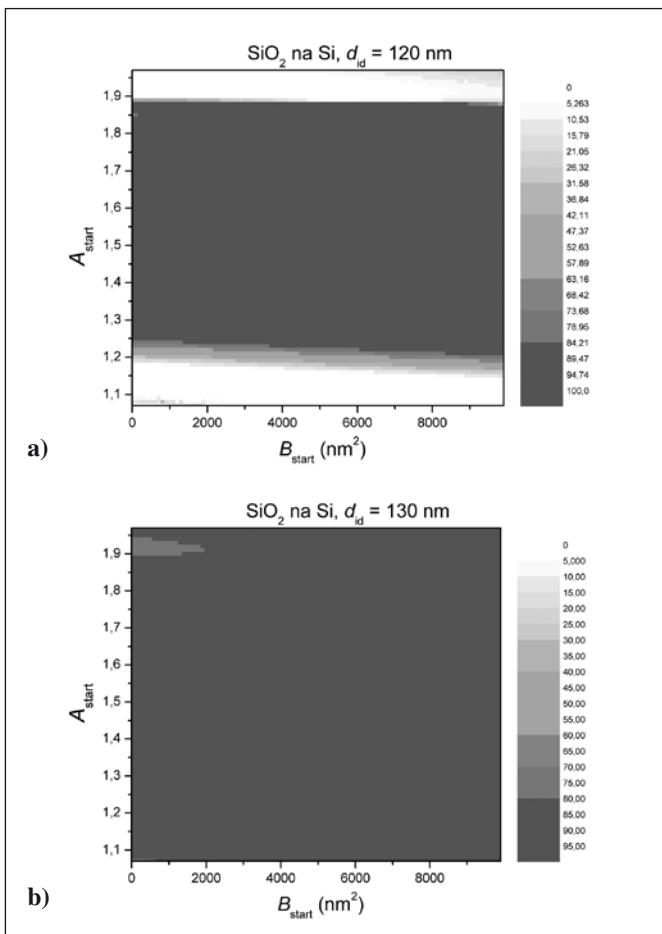
$$(A_{start}, B_{start}, d_{start}) = (A_{id} \pm 0,45, B_{id} \pm 5\,000, d_{id} \pm 5) = (1,52 \pm 0,45, 5\,000 \pm 5\,000, d_{id} \pm 5), \quad (2)$$

s voleným krokem jednotlivých parametrů $A_{start} = 0,01$, $B_{start} = 100$ nm² a $d_{start} = 0,5$ nm. Získáme tak v 3D prostoru s osami A , B a d „kvádr“ koncových bodů možných startovacích vektorů minimalizační procedury. Každý „kvádr“ (z celkového počtu 96, viz níže) o rozměrech $a = \Delta 2 A_{start}$, $b = \Delta 2 B_{start}$ a $c = \Delta 2 d_{start}$, je složen z celkem $90 \times 100 \times 20 = 1,8 \cdot 10^5$ elementárních objemů, v jejichž středech se nacházejí možné koncové body startovacích vektorů (A_{start} , B_{start} , d_{start}), soustředěné kolem centrální hodnoty ($A_{id} = 1,52$; $B_{id} = 5\,000$; d_{id}). Situace je pro lepší názornost schematicky znázorněna na obr. 5.

Proměnná hodnota d_{id} je volena v rozsahu od 20 nm do 500 nm s krokem 5 nm. Celkem je tedy programem RELIABILITY.EXE takto vytvořeno celkem 96 kvádrů centrovaných kolem hodnot $A_{id} = 1,52$; $B_{id} = 5\,000$ nm² s proměnnou $d_{id} = (20, 25, 30, \dots, 495, 500)$ nm. Pokud užitím daného startovacího vektoru (A_{start} , B_{start} , d_{start})



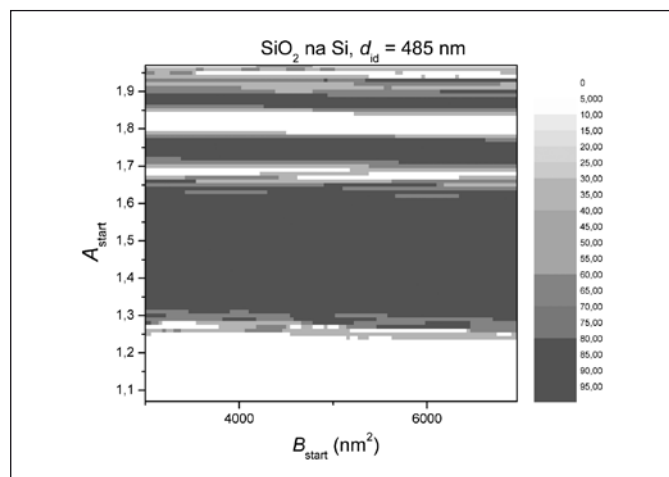
Obr. 5 Znárodnění možných hodnot startovacího vektoru $(A_{start}, B_{start}, d_{start})$ parametrů pro minimalizační metodu. „Centrální“ elementární objem je situován kolem hodnoty souřadnice vektoru ideálních parametrů $(A_{id} = 1,52; B_{id} = 5\,000\text{ nm}^2; d_{id})$, kde hodnota d_{id} probíhá interval od 20 nm do 500 nm (s krokem po 5 nm)



Obr. 6 Vyhodnocení spolehlivosti pro tloušťky vrstvy SiO_2 na Si: $d_{id} = 120\text{ nm}$ (a) a 130 nm (b) v závislosti na proměnných parametrech A_{start}, B_{start}

minimalizační procedurou obdržíme výsledek z okolí bodu $(A_{id} = 1, 52 \pm dA_{id}; B_{id} = 5\,000 \pm dB_{id}; d_{id} \pm dd_{id})$, které je definované předem určenými chybami jednotlivých parametrů, je iterační proces prohlášen za úspěšný (TRUE ~ 1). V opačném případě je startovacímu vektoru (resp. odpovídajícímu objemovému elementu) přiřazena

hodnota FALSE ~ 0. V našem případě se jednalo o hodnoty tolerancí $dA_{id} = 0,01, dB_{id} = 50\text{ nm}^2$ a $dd_{id} = 1\text{ nm}$. Tímto postupem získáme v místech jednotlivých elementárních objemů hodnoty buď 1, nebo 0, podle toho, zda užití odpovídajícího startovacího vektoru vedlo či nevedlo k dosažení správného výsledku (s výše uvedenou danou tolerancí). V dalším postupu lze provést součet hodnot TRUE = 1 např. ve sloupci pro dané hodnoty parametrů A_{start} a B_{start} (tj. pro proměnlivé tloušťky d_{start}) a podělit celkovým počtem elementárních objemů ve sloupci. Toto číslo pak odpovídá citlivosti nalezení celkového správného výsledku pro dané konstantní první složky startovacího vektoru A_{start}, B_{start} , zatímco jeho třetí složka, d_{start} , byla proměnná. Na obr. 6 je znázorněno vyhodnocení takto definované citlivosti fitování pro dvě tloušťky vrstvy SiO_2 na Si, a to $\pm 5\text{ nm}$ kolem hodnot $d_{id} = 120\text{ nm}$ (obr. 6a) a 130 nm (obr. 6b). Jsou zde patrné oblasti parametrů A a B, ze kterých fitovací procedura dokonvergovala ke správnému řešení ve všech případech užití proměnné startovací tloušťky (hodnota 100%, odpovídající šedá místa), ale existují i bílá místa, kde byl počet úspěšných výsledků menší. Toto je zřejmé zvláště u případu na obr. 6a, který odpovídá „ideální“ tloušťce vrstvy $\text{SiO}_2, d_{id} = 120\text{ nm}$. Toto chování se projeví ještě silněji pro startovací hodnotu tloušťky $d_{id} = 485\text{ nm}$, která je pro ilustraci uvedena na obr. 7.

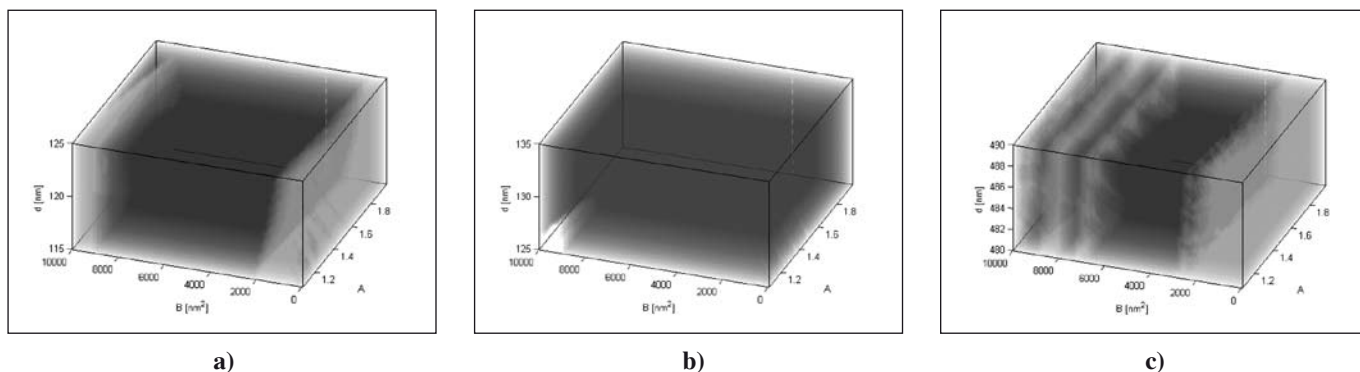


Obr. 7 Vyhodnocení spolehlivosti pro tloušťku vrstvy SiO_2 na Si: $d_{id} = 485\text{ nm}$ v závislosti na proměnných parametrech A_{start}, B_{start}

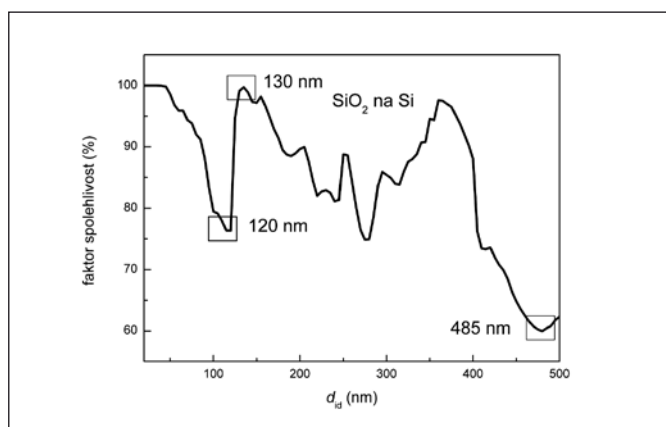
Na obr. 8 (a) až (c) jsou pro větší názornost znázorněny hodnoty startovacích vektorů v 3D prostoru, ze kterých bylo dosaženo správného výsledku s požadovanou přesností pro různé hodnoty tloušťky vrstvy $d_{id} = 120\text{ nm}, 130\text{ nm}$ a 485 nm . Hodnotě TRUE~1 odpovídá bod v odpovídajícím místě počátečních hodnot parametrů (tj. vektoru $(A_{start}, B_{start}, d_{start})$). Pokud byla procedura neúspěšná (tj. FALSE~0, viz obr. 5), odpovídající elementární objemový element je prázdný. Z obrázků je zřejmá jemná struktura výsledného obrazce, z jehož objemu lze úspěšně fitování dokonvergovat ke správnému výsledku, což je asi nejvíce zřejmé pro případ tloušťky $d_{id} = 485\text{ nm}$ (obr. 8 (c)).

Na základě výsledků uvedených např. na obr. 8 byl stanoven tzv. faktor spolehlivosti, který odpovídá pravděpodobnosti úspěšného průběhu fitovací procedury, neboť je dán poměrem počtu úspěšných fitovacích procedur ku celkovému počtu provedených v rámci jednoho kvádrů z obr. 5. Na obr. 8 to odpovídá situaci, kdy se celkový počet tmavých bodů v jednotlivých kvádrech podělí počtem elementárních objemů (v našem případě to bylo celkem $1,8 \cdot 10^5$ hodnot) pro každou jednotlivou hodnotu d_{id} z celkového počtu 96. Takto získané hodnoty faktoru spolehlivosti v závislosti na tloušťce vrstvy SiO_2 na Si jsou vyneseny v obr. 9. Jsou na něm rovněž vyznačeny pro větší názornost hodnoty tlouštěk, které byly diskutovány výše, tj. $d_{id} = 120\text{ nm}, 130\text{ nm}$ a 485 nm .

Z obrázku je patrné, že z některých startovacích tlouštěk je téměř jisté, že minimalizátor zkonverguje ke správnému řešení (případ



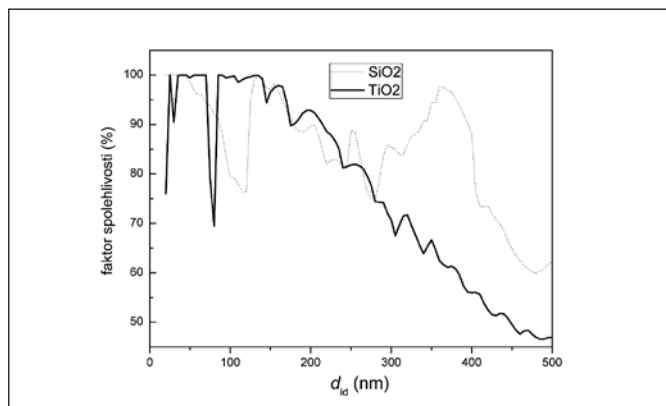
Obr. 8 Vyhodnocení úspěšnosti konvergence fitovací procedury v závislosti na počátečním vektoru optických parametrů SiO_2 vrstvy na Si pro tloušťky $d_{\text{id}} = 120$ nm (a), $d_{\text{id}} = 130$ nm (b) a $d_{\text{id}} = 485$ nm (c). Úspěšnému výsledku je přiřazen tmavý bod v odpovídajícím místě vektoru $(A_{\text{start}}, B_{\text{start}}, d_{\text{start}})$, pokud nebylo shody dosaženo, je místo prázdné (světlý bod)



Obr. 9 Faktor spolehlivosti fitů SiO_2 na Si v závislosti na tloušťce vrstvy d_{id}

tlouštěk v rozmezí od 20 nm do cca 45 nm, jednotlivé případy pro hodnoty 130 nm, 375 nm). Na druhé straně však existují hodnoty, pro které je dosažení správného výsledku na počáteční hodnotě startovacího vektoru parametrů velmi citlivé - svědčí o tom nízké hodnoty faktoru spolehlivosti pro tloušťky kolem 115 nm a 485 nm.

Citlivostní analýze byla podrobena rovněž vrstva TiO_2 na Si podobně, jak bylo popsáno výše uvedeným způsobem pro případ vrstvy SiO_2 na Si (s hodnotami $A_{\text{id}} = 2,60$ a $B_{\text{id}} = 113\,560$ nm^2). Průběh faktoru spolehlivosti pro tento případ společně se srovnáním



Obr. 10 Srovnání faktorů spolehlivosti fitů SiO_2 a TiO_2 vrstev na Si v závislosti na jejich tloušťce

s vrstvou SiO_2 je uveden na obr. 10. Je z něj patrné, že závislost spolehlivosti fitovací procedury pro případ vrstvy TiO_2 vykazuje zcela jiné chování, než tomu bylo v případě vrstvy SiO_2 . Za zmínku stojí například pokles faktoru spolehlivosti s tloušťkou větší než 140 nm. Z uvedeného je zřejmé, že užití programu RELIABILITY.EXE je vhodné všude tam, kde není dostupná komplementární metoda určení tloušťky vrstvy a experimentátor chce vědět, pro jakou kombinaci optických parametrů (n , k a tloušťky d) má větší „šanci“ fitováním uspět, pokud nezná startovací hodnoty vektoru parametrů dostatečně blízké správnému výsledku.

ZÁVĚR

Na ÚFI FSI byl v rámci studia optických parametrů tenkých vrstev vytvořen program RELIABILITY.EXE, který umožňuje provést rychlou analýzu citlivosti vyhodnocovací metody na startovací podmínky, kterými minimalizační proces začíná. Uvedené příklady faktoru spolehlivosti vrstev SiO_2 a TiO_2 na Si ukazují značnou citlivost dosahovaných výsledků na počátečním vektoru startovacích parametrů. Z výsledků plyne, že existují kombinace hodnot indexu lomu a tloušťky, při kterých je třeba začínat iterační proces v blízkém okolí správné hodnoty parametrů, má-li být dosaženo po fitování shody. To platí například pro hodnoty tlouštěk $d_{\text{SiO}_2} = 120$ nm a $d_{\text{SiO}_2} = 485$ nm. Program je možné použít i pro komplikovanější systémy (například multivrstvy), ovšem pak již není možné názorně znázornit pomocí 3D obrázků „úspěšnost“ či „neúspěšnost“ startovacích vektorů parametrů (viz obr. 8), naopak faktor spolehlivosti těchto systémů výše popsaným způsobem stanovit lze.

Poděkování

Práce na tomto projektu byla finančně podporována Centrem základního výzkumu MŠMT LC06040 a výzkumným záměrem MŠMT MSM0021630508, grantem GA AV KAN400100701 a grantem EUROCORES – GAČR FON/06/E001.

Literatura

- [1] SPOUSTA, J., URBÁNEK, M., CHMELÍK, R., BĚHOUNEK, T., PLŠEK, R., ŠIKOLA, T., NAVRÁTIL, K.: Vývoj zařízení k in-situ stanovení rozložení tlouštěk vrstev pomocí UV-VIS zobrazovací reflektometrie, *Jemná mechanika a optika* 51 (9), 2006, s. 239 – 245.
- [2] URBÁNEK, M.: Reflektometrie: vývoj a aplikace zařízení, disertační práce, VUT v Brně, 2007.
- [3] MARQUARDT, W. D.: An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters, *J. Soc. Ind. Appl. Math.* 11, 1963, s. 431–441.

Adresa korespondenčního autora: Jiří Spousta, Ústav fyzikálního inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, Technická 2, 616 69 Brno, tel.: 541 142 848, e-mail: spousta@fme.vutbr.cz. Další spoluautoři: prof. RNDr. Jakub Zlámal, Ph.D., Ing. Michal Urbánek, Ph.D., Ing. Tomáš Běhounek, Ph.D., Ing. Radek Plšek, Ing. Radek Kalousek, Ph.D., prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.

Užití spektroskopické reflektometrie při studiu elastohydrodynamického mazání

Článek se zabývá problematikou využití spektroskopické reflektometrie ke stanovení centrální tloušťky maziva, případně rozložení tlaku v elastohydrodynamickém (EHD) kontaktu při studiu tribologických problémů. Jedná se o metodu, jejíž silnou stránkou, na rozdíl od dnes nejpoužívanějších měřicích technik, je absolutní měření.

Klíčová slova: EHD, tenké mazací filmy, spektroskopická reflektometrie.

ÚVOD

Objev teorie EHD mazání ve 40. letech minulého století významným způsobem přispěl k rozvoji experimentálních metod pro měření tenkých mazacích filmů, vyskytujících se u vysoce zatížených strojních součástí, jako jsou např. ložiska, ozubená kola apod. Za nejvýznamnější a přelomové období se dají považovat 60. léta 20. století, kdy bylo pro studium mazacích filmů vyvinuto několik experimentálních technik, z nichž mezi nejvýznamnější patřilo měření tloušťky maziva pomocí optické interferometrie. Postupný vývoj konstrukce strojních součástí a výrobních technologií ale vedl ke stále se zmenšujícím tloušťkám mazacích filmů a tím byl samozřejmě vytvářen přirozený tlak i na vývoj nových metod pro jejich studium. Nejpoužívanější metoda navržená R. Goharem [1], konvenční optická interferometrie, byla limitována spodní měřitelnou tloušťkou okolo 50 nm. Teprve v 90. letech se modifikací optických metod, založených na interferenčním jevu, podařilo toto omezení prolomit a v současné době se udává spodní měřitelná hranice okolo 1–2 nm.

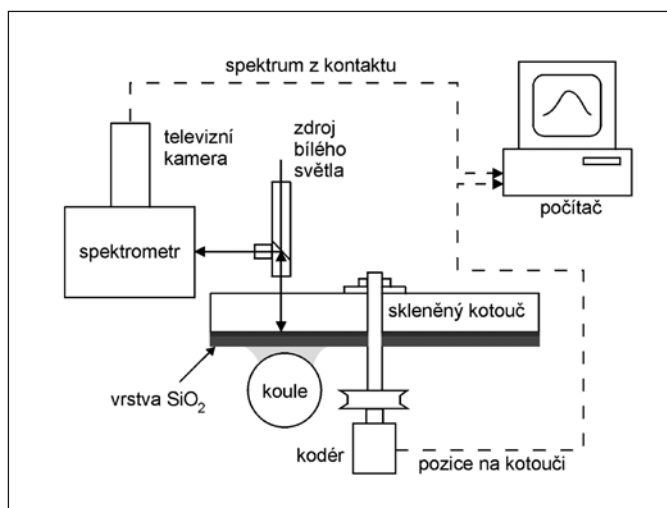
SOUČASNÉ MĚŘICÍ METODY

V současné době jsou pro studium tloušťky mazacích filmů nejčastěji používány optické měřicí metody. Mezi dnes nejpoužívanější patří technika navržená G. J. Johnstonem a kol. [2], založená na rozkladu odraženého světla z kontaktní oblasti spektrometrem a lokalizaci interferenčních maxim pro výpočet tloušťky mazacího

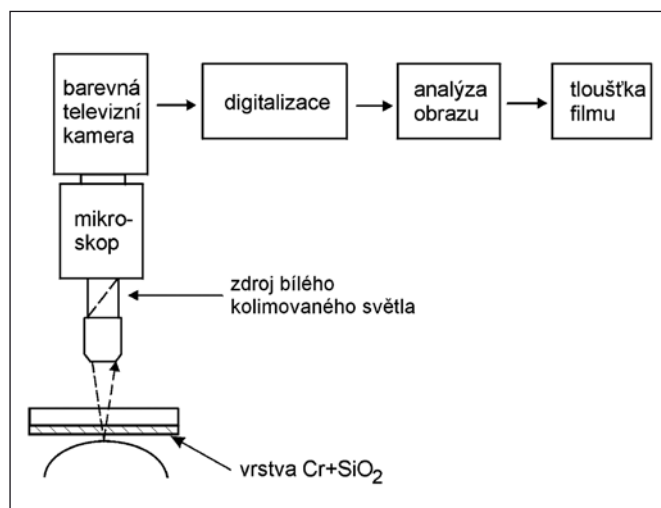
filmu. Používané experimentální zařízení (*obr. 1*) vychází z uspořádání vyvinutého v 60. letech minulého století [1]. Třecí tělesa jsou tvořena ocelovou koulí a skleněným, popřípadě safírovým diskem opatřeným vrstvou chrómu. Ta slouží jako poloodrazná vrstva, neboť index lomu skla (BK7) je velmi blízký indexu lomu běžně používaných maziv. Obě tyto třecí plochy jsou od sebe při měření separované mazacím filmem a celá oblast je osvětlena bílým světlem. Světlo dopadající kolmo se odráží na rozhraních tvořených chrómem a mazivem a mazivem a deformovaným povrchem ocelové koule. Odražené svazky společně interferují, přičemž výsledné spektrum z centrální oblasti je rozloženo difrakční mřížkou spektrometru.

Pro měření velmi tenkých mazacích filmů je navíc tento systém doplněn vrstvou SiO_2 , která díky svému indexu lomu, velmi blízkému většině používaných maziv, zdánlivě zvětšuje tloušťku maziva. Taková úprava byla poprvé aplikována F. J. Westlakem a A. Cameronem [4] a umožňuje lokalizovat interferenční maxima i při tloušťkách mazacího filmu řádově v jednotkách nanometrů. Tato měřicí technika je ovšem omezena pouze na studium tloušťky v jenom bodě, popř. v řezu podél, či napříč kontaktní oblasti.

V roce 1994 byla publikována L. Gustafssonem a kol. [5] metoda, mapující tvar EHD mazacího filmu přes celou kontaktní oblast (*obr. 2*), založená na porovnávání barevných tónů interferogramu s tóny získanými kalibrací. Ta spočívá v sejmutí chromatického



Obr. 1 Schéma měřicí aparatury pro studium velmi tenkých mazacích filmů [3]

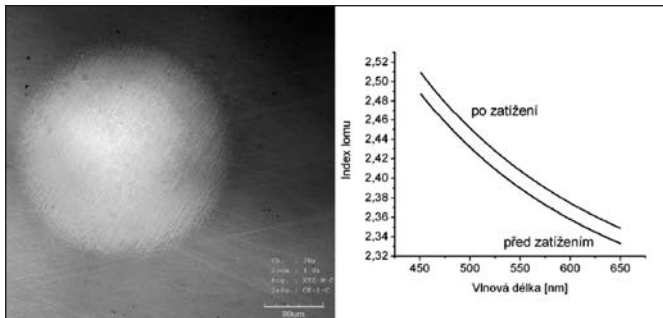


Obr. 2 Schéma aparatury pro mapování tloušťky mazacích filmů [7]

interferogramu zaplaveného statického kontaktu o známé geometrii, jeho převedení do barevného systému HSI (barevný tón, sytost, jas) a přiřazení informace o tloušťce mazacího filmu k jednotlivým barvám. Aby bylo možné metodu použít i pro velmi tenké mazací filmy, byla v dalších letech poněkud modifikována [6, 7]. Experimentální zařízení přitom vychází ze stejné koncepce jako u předešlé měřicí techniky, pouze spektrometr je zde nahrazen barevnou CCD kamerou. Ta slouží k záznamu a následné digitalizaci barevného interferogramu, vznikajícího v kontaktu.

APLIKACE SPEKTROSKOPICKÉ REFLEKTOMETRIE

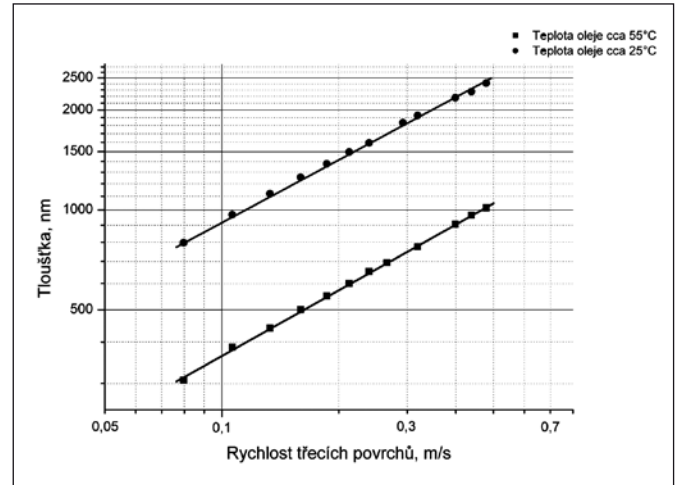
V roce 2003 byla P. R. Glovneou a kol. [8] publikována nová měřicí metoda, využívající stejně jako metoda vypracovaná G. J. Johnstonem a kol. [2] k vyhodnocení rozklad odraženého světla spektrometrem. Na rozdíl od stávajících měřicí metody využívá při analýze vícesvazkový interferenční model vycházející z Fresnelových rovnic. Pomocí něj je na základě rovnic popisujících chování elektromagnetického záření v optickém prostředí a na jejich rozhraní [9] možné komplexně popsat chování systému složeného i z několika tenkých vrstev. Optimalizací tohoto modelu společně s naměřenými daty lze pak získat hledané parametry, jakými může být např. tloušťka mazacího filmu. Glovnea a kol. použili při měření stejné experimentální zařízení jako u předešlých metod, tedy ocelovou kouli a skleněný disk s vrstvou chromu a oxidu křemíku. Jak uvádí jejich práce, během vyhodnocení vycházeli ovšem z předpokladu, že ocelová koule, která slouží jako podložka celého systému tenkých vrstev, má nulovou absorpci. Takto upravený fyzikální model vykazoval nejlepší výsledky, i když je prakticky v rozporu s reálnými vlastnostmi materiálu.



Obr. 3 Deformovaná oblast vrstvy TiO_2 po zatížení v EHD kontaktu a její index lomu před a po zatížení

Vzhledem k tomu, že při měření jakýchkoliv tenkých filmů spektroskopickou reflektometrií je možné měřit nejen jejich tloušťku, ale také optické vlastnosti, naskytá se možnost využití této techniky pro měření změny indexu lomu maziva. Vzhledem k tomu, že index lomu maziva je závislý na tlaku, bylo by možné touto metodou sledovat i rozložení tlaku v EHD kontaktu. Aby bylo ovšem možné získat všechny údaje, tedy tloušťku vrstvy i její index lomu, je zapotřebí dobře znát vlastnosti ostatních optických prostředí systému použitého k měření. Jako problematické se hned ukázaly dva materiály. Ocelová koule tvořená ložiskovou ocelí AISI 52100, na jejímž povrchu se tvoří oxidační vrstvy zanedbatelné při měření spektroskopickou reflektometrií a vrstva chromu nanesená na skleněném disku. Tato vrstva (stejně jako ocel) nemá zanedbatelnou absorpci a je potřeba s ní počítat. Proto pro zjednodušení fyzikálního modelu byla chromová vrstva nahrazena vrstvou TiO_2 , která má zanedbatelnou absorpci a jejíž parametry (index lomu a tloušťku) je možné změřit přesně. V následujícím výzkumu se ovšem ukázalo, že vrstva je při vysokém tlaku, který se vyskytuje v EHD kontaktu (řádově až jednotky GPa), deformována. Deformace, jak je vidět na obr. 3, byla trvalá a docházelo k nevratné změně nejen její tloušťky, ale také indexu lomu. Z tohoto důvodu byl skleněný disk nahrazen safírovým, který je charakterizován

vyšším indexem lomu, než běžně užívané sklo (BK7). To umožnilo jeho použití bez jakýchkoliv vrstev ke zvýšení kontrastu a při optimalizaci se počítalo pouze s optickými rozhraními safír-mazivo a mazivo-ocel.



Obr. 4 Závislost tloušťky minerálního oleje L.S.-B.S. na rychlosti třecích povrchů pro dvě různé teploty

Na obr. 4 je uveden graf zobrazující naměřenou závislost základového minerálního oleje s označením L.S.-B.S.. Měření probíhalo na tribologickém simulátoru zkonstruovaném na Ústavu konstruování Fakulty strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně [10]. Jako třecí tělesa slouží ocelový soudeček o průměru 25,4 mm a výše popsany safírový disk povrstvený z jedné strany antireflexní vrstvou. Pro osvětlení kontaktní oblasti je použita halogenová žárovka v kombinaci se stabilizovaným zdrojem k zajištění časové stability. Optická část se skládá z průmyslového mikroskopu NIKON Optiphot 150 vybaveného Koehlerovým osvětlovačem a vláknovým spektrometrem Ocean Optics.

Jak lze vidět na grafu, tímto postupem naměřená tloušťka maziva se pohybuje pouze v rozmezí mezi zhruba 100 nm a jednotkami mikrometrů. Problémem spojeným s absencí tenké vrstvy na kotouči je totiž skutečnost, že na rozhraní maziva a safíru není dostatečně velká skoková změna indexu lomu, aby bylo možné měřit i mazací filmy s nižší tloušťkou. U těchto tlouštěk dochází při optimalizaci naměřených dat k výrazným korelacím, čímž jsou výsledky zkráceny.

ZÁVĚR

Spektroskopická reflektometrie je v dnešní době jedna z nejpoužívanějších metod studia tenkých vrstev, a to v širokém rozmezí tlouštěk od jednotek nanometrů až po mikrometry. Výhodou této metody je možnost měřit nejen tloušťku filmu, ale také index lomu, a to absolutně. Nedochází tedy k žádnému porovnávání naměřených hodnot se známou geometrií, jak je tomu u dnes nejpoužívanějších metod pro studium tloušťky mazacích filmů. Aplikace spektroskopické reflektometrie v oblasti tribologických procesů může přinést nové možnosti, jako je např. zjištění tlaku v kontaktní oblasti pomocí změny indexu lomu. I přesto, že popisovaná metoda umožňuje měřit tenké vrstvy o tloušťkách až jednotek nanometrů, v dosavadním výzkumu se nepodařilo nalézt takové experimentální uspořádání, které by umožnilo měřit tloušťku maziva v desítkách až jednotkách nanometrů. To je dáno především optickým designem, který určuje index lomu použitého skleněného, resp. safírového disku a tenké vrstvy zvyšující kontrast interferogramu. I přesto současné měření dokazují, že tuto metodu lze úspěšně aplikovat v oblasti studia tribologických procesů.

Výzkum je realizován za finanční podpory GAČR, projekt 101/09/J003, a MŠMT, výzkumný záměr MSM0021630508.

Literatura

- [1] Gohar, R.: A Ball-Plate Machine for Measuring Elastohydrodynamic Oil Films. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part 3G, 182, 1967-1968, s. 43-45.
- [2] Johnston, G. J.-Wayte, R.-Spikes, H. A.: The Measurement and Study of Very Thin Lubricant Films in Concentrated Contacts. Tribology Transactions, 34, 1991, s. 187-194.
- [3] Spikes, H.: Advances in the Study of Thin Lubricant Films. In: New Directions in Tribology (Plenary and Invited Papers from the First World Tribology Congress). Bury St Edmunds, the Institution of Mechanical Engineers 1997, s. 355-369.
- [4] Westlake, F. J.-Cameron, A.: A Study of Ultra-Thin Lubricant Films Using an Optical Technique. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part 3G, 182, 1967-1968, s. 75-78.
- [5] Gustafsson, L.-Höglund, E.-Marklund, O.: Measuring Lubricant Film Thickness with Image Analysis. Proceeding Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology, 208, 1994, s. 199-205
- [6] Cann, P. M.-Spikes, H. A.-Hutchinson, J.: The Development of a Spacer Layer Imaging Method (SLIM) for Mapping Elastohydrodynamic Contacts. Tribology Transactions, 39, 1996, s. 915-921.
- [7] Hartl, M., Křupka, I., Poliščuk, R., Liška, M., Molimard J., Query M., Vergne P.: Thin film colorimetric interferometry, Tribology Transactions, Vol. 44, (2001), No. 2, pp. 270-545.
- [8] Glovnea, R. P., Forrest, A. K., Olver, A. V., Spikes, H. A. Measurement of sub-nanometer lubricant films using ultrathin film interferometry. Tribology letters, 2003, Vol. 15, s. 217-230.
- [9] Tompkins, H. G., McGahan, W. A.: Spectroscopic ellipsometry and reflectometry: a user's guide, John Wiley & Sons, New York, 1999.
- [10] <http://www.uk.fme.vutbr.cz/>

Ing. Vladimír Čudek, Ústav konstruování, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, tel.: +420 54114 3238, e-mail: ycudek@stud.fme.vutbr.cz

doc. Ing. Ivan Křupka, Ph.D., Ústav konstruování, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, tel.: +420 54114 2769, e-mail: krupka@fme.vutbr.cz

prof. Ing. Martin Hartl, Ph.D., Ústav konstruování, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, tel.: +420 54114 2723, e-mail: hartl@fme.vutbr.cz

Z technické knihovny

Wiegand, G. a kol.: Industrielle Gassensorik. (Plynové senzory v priemysle), 1. vyd., Expert Verlag, Renningen 2007, 165 s., ISBN 3-8169-1956-1, cena: 42,00 EUR.

Potreba, zisťovať prítomnosť a koncentráciu plynov rôznych druhov v priemyselných prevádzkach, bola v posledných rokoch stimulovaná hlavne vývojom nových meracích postupov a aplikáciou zdokonalených konštrukcií plynových senzorov.

Dielo autorského kolektívu (okrem hlavného autora participovali na knihe 8 spoluautorov z prostredia akademických inštitúcií a z praxe) je koncipované vo forme prehľadu o aktuálnych plynových senzoroch (snímačoch) a ich všestrannej aplikácii v priemyselnom prostredí. Kniha je bohato ilustrovaná (111 obrázkov) a doplnená za každou kapitolou zoznamom použitej literatúry (celkovo 167 položiek).

V prvej kap. sú prehľadne popísané nové meracie postupy, ktoré dovoľujú kvantitatívne stanoviť plynné zložky na základe optických, mikromechanických a rezonančných senzorov. Zaujímavá je stať o tzv. „elektronickom nose“ (detekcia pachov!) a napokon údaje o elektronických vyhodnocovacích systémoch pre moderné plynové senzory.

V 2. kap. sú diskutované otázky konštrukcie a použitia elektrochemických senzorov pre detekciu a stanovenie koncentrácie toxických plynov. Zdôraznená je skutočnosť, že senzory tohto typu sú veľmi vhodné najmä v oblasti ochrany životného prostredia a pri bezpečnosti práce.

Ďalšie dve kap. diela sa zaoberajú tematikou polovodičových a optických plynových senzorov. Podané sú hlavné údaje o ich

konštrukcii, vlastnostiach a aplikačných možnostiach v priemyselných prevádzkach.

Problematika snímania a prístrojov na meranie plyných emisií je obsahom piatej kapitoly. Autori sa tu zaoberajú hlavne zložením emisií a prenosnými prístrojmi, umožňujúcimi merania nielen v priemyselných objektoch, ale aj priamo v teréne. V závere kapitoly je uvedený stručný výhľad budúceho vývoja v tejto veľmi dôležitej sfére ochrany životného prostredia.

Senzorové matrice a spracovanie signálov pri meraní plyných zložiek sú obsahom šiestej kapitoly. Je tu klasifikácia metód spracovania signálov a celý rad aplikácií, využitelných v praktických podmienkach. V kap. 7 je podaná tematika justovania a skúšania plynových senzorov, aj s veľmi zaujímavými poznatkami o voľbe kalibračných plynov. Záver kapitoly obsahuje niektoré právne náležitosti, týkajúce sa typových skúšok prístrojov na detekciu úniku explozívnych a toxických plynov.

Posledná kap. pojednáva o konštrukcii a použití varovných zariadení (únik toxických, resp. horľavých plynov); taktiež je tu v prílohe súpis smerníc a noriem, týkajúcich sa tejto oblasti (nemecké a európske dokumenty).

Dielo možno odporúčať všetkým odborníkom, ktorí sa zaoberajú meraním a detekciou plynov, emisií a pri ochrane ovzdušia, či v oblasti bezpečnosti práce. Kniha môže byť aj vhodnou učebnou pomôckou pri výchove bezpečnostných technikov a metroológov v praxi.

I. Brežina

CONTENTS

Physical engineering and nanotechnology - qualitative enhancement of teaching optics and fine mechanics

(M. Liška, T. Šíkola) 195
The accreditation of the new curricular programme is based on the extension of teaching of ray and particle optics; on the design and construction of devices with advanced opto-mechanical components and on the tutoring the methods and devices for creation and analysis of nanostructures.

Light at Institute of Physical Engineering (T. Šíkola) 196

Prof. RNDr. Miroslav Liška, DrSc.'s anniversary
(T. Šíkola) 197

Specialized laboratories for accredited study program Physical engineering and nanotechnology

(S. Průša, M. Liška, T. Šíkola) 198
A new physical laboratory for students of Physical engineering and nanotechnology study programme is based on experiments from the field of modern physics and on advanced imaging techniques with nanometre scale resolution. The experiments and their interpretation form base for study of the modern physics and nanotechnology.

Keywords: experiment, physics, education, nanotechnology

Development of a mobile remote laser induced breakdown spectroscopy system: Laboratory setup

(J. Novotný, J. Kaiser, R. Malina, M. Liška, A. Hrdlička, K. Novotný, M. Galiová) 200
The first stage of the Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) setup development for the mobile remote sensing of chemical elements is presented. In this stage the laboratory test setup has been built using Nd:YAG laser (radiation wavelength 532 nm, at-top beam profile), custom built Galilean focusing optics together with the off-axis Newtonian collection optics for plasma radiation detection. The capability of the setup has been tested in the distance of 6.2 m on selected samples with different matrices (metal, bone, paving stone, glass). The measured concentrations have been compared to results acquired by reference LA-ICP-MS setup.

These test measurements have shown that the setup is capable of semiquantitative analysis at the level of mg·kg⁻¹.

X-ray microradiography and microtomography

(R. Malina, J. Kaiser, M. Liška) 203
The paper deals with selected application of X-ray microradiography and microtomography for imaging of the inner structure of 2D or 3D objects with high planar or spatial resolution, respectively. Special techniques of imaging that utilize phase contrast and dual-energy microradiography and microtomography are described.

Digital holographic microscopy at IPE, BUT

(P. Kolman, H. Janečková, R. Chmelík) 206
Paper refers about the digital holographic microscopes (DHM) developed and constructed at the Institute of Physical Engineering (IPE FME, BUT). These microscopes are unique in combining off-axis holography with achromatic interferometer. The advantages of this combination are summarized in the paper. Living cells study – one of the most usual applications of the transmission DHM – is presented together with a new method for quantitative visualization of cell's dry mass dynamics: dynamic phase differences.

Ion mechanics as a tool for nano-world analysis

(P. Bátor, R. Duda, S. Průša, T. Matlocha, M. Kolíbal, R. Kloušek, J. Neuman, M. Urbánek, T. Šíkola) 209
In the contribution the results on the combination of ion sputtering and scattering processes for achieving enhanced complementary information on the analyzed multilayer are reported. Physical background of ion-solid interactions is discussed. Specifically, the combination of SIMS and TOF-LEIS techniques will be introduced.

Keywords: SIMS, TOF-LEIS, HRTEM, depth profiling, ion interactions, ion scattering, MoSi

Sample manipulator for X-ray photoelectron spectroscopy compatible with ultra high vacuum

(J. Polčák, P. Bátor, J. Čechal, T. Šíkola) 215
X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) is a well established technique which cannot be omitted in any surface and thin film laboratory. We report on construction of an automated sample manipulator which enables sample positioning in three axis and sample rotations in polar and azimuthal angles. The automatization enables an easy obtaining of angle resolved data or X-ray photoelectron diffractograms.

Keywords: X-ray photoelectron spectroscopy; XPS; ARXPS; ultra high vacuum; UHV; manipulator

Application of thermal desorption spectroscopy for surface contamination investigation

(M. Potoček, P. Bátor, T. Šíkola) 217
Theoretical basics of thermal desorption spectroscopy and its realization in the Surfaces and Thin Films Laboratory is presented. As an example of application of this method a study of contamination of Si wafer is reported.

Keywords: Thermal desorption spectroscopy, TDS; desorption; adsorption

International trade fair of ophthalmic optics SILMO 218

Study of optical properties of nanostructures by scanning near-field optical microscopy

(D. Škoda, R. Kalousek, O. Tomanec, M. Bartošik, L. Šustr, T. Šíkola) 219
Optical properties of periodic structures and one-dimensional nanowires have been studied by Scanning Near-Field Optical Microscopy (SNOM). The optical waveguide connected to the tuning fork detector was used for the illumination of the sample or the collection of electromagnetic field close to surface of optically active structures. This contribution presents the ability of new instrument – scanning near-field optical microscope – and the recent results on studied nanostructures.

Guided growth of cobalt islands on silicon substrate

(J. Čechal, J. Polčák, O. Tomanec, T. Šíkola) 222
We have presented a straightforward method for fabrication of patterns of cobalt islands. The focussed ion beam lithography has been used to locally modify a native SiO₂ layer on a silicon substrate. On the modified areas preferential nucleation of cobalt islands is observed due to a reduced surface diffusion of Co atoms in the vicinity of FIB modified areas. Using this method ordered arrays of islands with given size and positions may be prepared.

Keywords: Thin films; Nucleation; Guided growth; Focused ion beam SiO₂; Cobalt

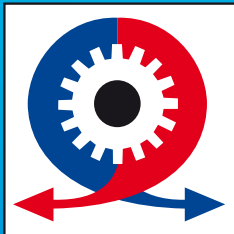
Sensitivity analysis of optical parameters fitting procedure

(J. Spousta, J. Zlámal, M. Urbánek, T. Běhounek, R. Pišek, R. Kalousek, T. Šíkola) 225
Article deals with a sensitivity analysis of fitting procedure: theoretical model of reflectance is fitted to an „ideal“ data by applying Levenberg - Marquardt algorithm in order to determine optical properties, their accuracy and reliability factor used to quantify a convergence successfulness of the reflectance model at given set of starting parameters vector.

Application of spectroscopic reflectometry to the study of elastohydrodynamic lubrication

(V. Čudek, I. Křupka, M. Hartl) 229
Paper deals with the application of spectroscopic reflectometry for the central lubrication film thickness measurement in elastohydrodynamic contacts. This approach overcomes the main limitations of other measurement techniques used for film thickness measurements in tribological problems studies and provide absolute data that eliminates the relative comparison between calibration table and measured lubrication film.

From technical library (I. Brezina) 231



MSV 2009

51. mezinárodní
strojírenský
veletrh



5. mezinárodní
veletrh dopravy
a logistiky



Registrace návštěvníků

Zaregistrujte se on-line před svou
návštěvou veletrhu a ušetříte čas a peníze!
www.bvv.cz/msv

14.–18. 9. 2009

Brno – Výstaviště

www.bvv.cz/msv • www.bvv.cz/translog

Central European
Exhibition Centre



Veletrhy Brno, a.s.
Výstaviště 1
647 00 Brno
tel.: +420 541 152 926
fax: +420 541 153 044
e-mail: msv@bvv.cz
www.bvv.cz/msv

BVV 
Veletrhy
Brno

LIBS

Laboratoř laserové spektroskopie na Ústavu fyzikálního inženýrství

Laserová spektroskopie (LIBS)

Moderní ne-destruktivní metoda pro kvantování a
semikvantitativní analýzu chemického složení vzorků
všech skuputinivý realném čase.

Využívá spektrální charakteristiky záření plazmy
vytvořené na povrchu vzorku laserovým pulzem.

Laser Induced Breakdown Spectroscopy Laboratory

<http://physics.fme.vutbr.cz/LIBS>

CCD KAMERA

Mikroskopová USB kamera s objektivem
- zdroj dat pro algoritmus automatické fokuse

INTERAKČNÍ KOMORA

Vakuum interakční komora se vzorkem (ArHe atmosféra)
- objektivy pro fokusaci vstupujících laserových pulzů
- motorizovaný 3-osý rotační manipulátor

SBĚRNÁ OPTIKA

Fokuse záření plazmy na vstup optického
kabelu a přenos do spektroskopu k analýze.

TI:SA LASER

Hlavní jednotka sekundární větve (pro LIBS)
- energie – 75 mJ/pulz
- vlnová délka 690-1000 (345-500) nm

ND:YAG LASER

Hlavní jednotka sekundární větve (pro Double-puls LIBS)
Budíč jednotka sekundární větve (pro LIBS)
- energie až 280 (500) mJ/pulz
- vlnová délka 532 (1064) nm

ND:YAG LASER

Hlavní jednotka primární větve (pro LIBS, Double-puls LIBS)
- energie až 450 (900) mJ/pulz
- vlnová délka 532 (1064) nm



SPEKTROSKOP

Soustava zrcadel a difrakční mřížky pro
rozklad záření plazmy podle vlnové délky.

LASEROVÝ SVAZEK

Laserové záření vypínané v pulzech užitím Q-switch režimu
- délka pulzů 5 ns, frekvence pulzů – 10 Hz

SPEKTRUM

Výsledný graf závislosti intenzity záření
plazmy na vlnové délce, díky představení
ostré emisní čáry prytromých ionizovaných
prvků.

Keramický střep, 182 mJ/pulz

(Remose LIBS - vzdálenost 6,2 m)

ICCD DETEKTOR

Zámam záření plazmy na ICCD čip s možností
volby zpoždění a doby expozice v řádech ns.



vlnová délka [nm]

