

Měření ultra-tenkých vrstev deponovaných na povrch polymerních desek

Bc. Radmila Horáková

Diplomová práce
2013



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Radmila HORÁKOVÁ**

Osobní číslo: **T11048**

Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**

Studijní obor: **Řízení jakosti**

Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Měření ultra-tenkých vrstev deponovaných na povrchu polymerních desek**

Zásady pro vypracování:

- Rešerše existujících metod pro měření vrstev tloušťky 20-200 nm
- Posouzení výhod a nevýhod jednotlivých metod
- Popis základního principu jednotlivých metod
- Vhodnost metod pro měření v rámci technologického procesu extruze desek

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

I. Biederman, H. Deposition of Silicon Containing Films and FTIR Diagnosis, Plasma Polymer Films.

II. Introduction to Plasma Technology, John Ernest Harry.

III. Alexandrov, S. E., Hitchman M. L., Chemical Vapor Deposition Enhanced by Atmospheric Pressure Non-thermal Non-equilibrium Plasmas, Chemical Vapor Deposition.

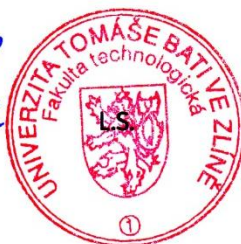
Vedoucí diplomové práce: **Ing. David Hausner**

Datum zadání diplomové práce: **8. února 2013**

Termín odevzdání diplomové práce: **10. května 2013**

Ve Zlíně dne 11. února 2013


doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan




prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D.
ředitelka ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 3. 5. 2013


.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) *Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.*

(3) *Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.*

²⁾ *zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:*

(3) *Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).*

³⁾ *zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:*

(1) *Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.*

(2) *Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.*

(3) *Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlíádně k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.*

ABSTRAKT

Diplomová práce si klade za cíl nalézt vhodnou metodu měření tloušťky ultratenkých vrstev deponovaných účinkem plasmu na povrch výrobků. Teoretická část se věnuje v úvodní fázi popisu principu samotné technologie depozice (jinak též nanášení nebo nánosování) a zmiňuje kritické aspekty těchto technologií – mezi jinými právě problematika relevantního měření nanosených vrstev. Klíčová část literární rešerše shrnuje principy měřících metod potenciálně vhodných pro praktickou část. Praktická část DP definuje a interpretuje výsledky měření použitými metodami. Současně je v závěru DP navržen další postup pro využití výsledků ve zvažovaných industriálních aplikacích.

Klíčová slova: Ultratenká vrstva, depozice, plasma

ABSTRACT

Presented diploma thesis propose to specify and find an proper method/technique for ultra-thin layer – deposited on the surface of products – measurement. At the beginning of theoretical part the main principles of plasma deposition technology are described as well as critical aspects of this process – just the issue of ultra-thin layer measurement among others. The key passage of the theory summarizes principles of individual methodes potentially suitable for practical work execution. Experimental section defines and interperates results of measurements from used methodes. In the conclusion of this diploma thesis are results used as a base frame for some possible industrial application.

Keywords: ultra-thin layer, plasma, deposition,

Poděkování:

Touto cestou bych ráda poděkovala kolektivu, který se podílel na získávání výsledků a poskytl mi mnoho užitečných rad, které jsem využila při zpracování mé diplomové práce. Především děkuji mému vedoucímu panu Ing. Davidu Hausnerovi za odborné vedení, ochotně poskytnuté rady při vypracování mé diplomové práce.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské/diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	13
1 PŘÍPRAVA TENKÝCH VRSTEV POD ÚČINKEM PLASMY	14
1.1 TECHNOLOGIE ZA SNÍŽENÝCH TLAKŮ A VAKUA	15
1.2 TECHNOLOGIE ZA ATMOSFÉRICKÝCH PODMÍNEK.....	16
1.3 VLASTNOSTI TENKÝCH VRSTEV.....	17
2 METODY PRO MĚŘENÍ TLOUŠTKY VRSTEV	19
2.1 INTERFERENČNÍ MIKROSKOPIE	19
2.1.1 Princip interferenční mikroskopie.....	19
2.2 PROFILOMETRICKÁ METODA	23
2.2.1 Kontaktní profilometrie.....	23
2.2.2 Princip optické profilometrie	24
2.3 SPEKTROSKOPIE	25
2.4 3D SKENOVÁNÍ POVRCHU	28
2.4.1 Základní definice jakosti povrchu.....	28
2.4.2 3D skenování.....	30
2.5 ELIPSOMETRIE.....	34
2.6 INTERFERENČNÍ SONDA	36
2.7 AFM	38
2.8 RAMANOVA SPEKTROSKOPIE.....	41
2.9 KONFOKÁLNÍ 3D MIKROSKOP	45
3 CÍL DP	47
II PRAKTICKÁ ČÁST	48
4 PŘÍPRAVA VZORKŮ	49
4.1 IDENTIFIKACE VZORKŮ.....	50
5 VÝSLEDKY A DISKUZE ZVOLENÝCH METOD	52
5.1 INTERFERENČNÍ MIKROSKOPIE	52
5.2 PROFILOMETRICKÁ METODA	59
5.3 SPEKTROSKOPIE	65
5.4 3D SKENOVÁNÍ POVRCHU	70
5.5 ELIPSOMETRIE	75
5.6 INTERFERENČNÍ SONDA	77
5.7 AFM MĚŘENÍ	81
5.8 JINÉ ZVAŽOVANÉ METODY	83
5.8.1 RAMANOVA SPEKTROMETRIE.....	83
5.8.2 KONFOKÁLNÍ 3D MIKROSKOPIE	84
6 SHRNUÍ VÝSLEDKŮ	85
ZÁVĚR	86
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	89
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	93

SEZNAM OBRÁZKŮ	96
SEZNAM TABULEK.....	99

ÚVOD

V současné době je v mnoha aplikacích vyžadováno specifické řešení povrchových vlastností plastových výrobků. Od moderních výrobků se očekávají špičkové vlastnosti povrchu – např. odolnost vůči působení fyzikálních nebo povětrnostních vlivů, specifické chování povrchu výrobku v kontaktu s dalšími produkty nebo modifikace užitečných vlastností prodlužující trvanlivost výrobku.

Stávající dostupné technologické postupy řešení jsou zaměřeny buď na ekonomicky méně výhodné varianty, vycházející z modifikace celé hmoty plastového výrobku, kdy se jedná o modifikaci použitého polymerního materiálu nebo o samotnou výrobu polymerů s požadovanými vlastnostmi. Dalším běžným řešením je aplikace dodatečných heterogenních nánosů-na povrch finálních produktů v navazujících technologických operacích (lakování, potisk, laminace, kaširování apod.). Proto jsou současné konvenční metody řešení buď neekonomické (drahé suroviny a jejich velká spotřeba), investičně náročné (komplikované technologie) nebo v konečné fázi produkují výrobky s výrazně heterogenní strukturou, čímž se významně omezuje jejich zpětné využití (recyklace).

Mezi využitelné moderní technologické postupy se dále řadí koextruze profilů, dvoukomponentní vstřikování výrobků, či již zmiňované dodatečné povrchové modifikace pomocí nánosů požadovaného materiálu na povrch výrobku cestou konvenčních nanášecích technologií.

Mezi používané technologie upravující povrchové vlastnosti plastových výrobků lze zařadit:

- a) **Modifikace výrobku ve hmotě:** Požadovaných povrchových vlastností finálního produktu se dosahuje buď:
 - modifikací výchozího polymerního materiálu; následně tak může být připraven výrobek s požadovanými vlastnostmi nejen na povrchu, ale i v celém objemu, v němž tyto vlastnosti nejsou zpravidla vyžadovány.
 - modifikačními přísadami, které opět upravují vlastnosti nejen na povrchu, ale v celé hmotě

- b) **Koextruze nebo bikomponentní vstřikování:** Nevýhodou těchto řešení je, že výrobek je složen z více heterogenních vrstev s vysokým zastoupením jednotlivých složek. Toto

řešení je náročné z pohledu materiálového i technologického a omezuje zásadně konkurenceschopnost výrobku.

- c) **Nanášení povrchových vrstev:** Uvedený způsob řešení modifikuje sice výrobek pouze na povrchu, ale deponovaná vrstva má tloušťky často předdimenzované pro správnou funkci, ale především jde o vrstvy zcela nekompatibilní se základním polymerem. Zásadně se tedy omezuje recyklovatelnost výrobku.

Všechny tři uvedené konvenční a současné přístupy vycházejí sice vstříc požadavkům zákazníků na aplikaci, ale nereflektují trendy v oblasti snah o snížení spotřeb polymerů, snižování hmotností výrobků a také legislativní požadavky na zpětné využití plastových výrobků.

Proto se v poslední době stále více orientuje výzkum a vývoj povrchových vlastností plastů na využití nízkoteplotní plasmy. Jako příklady lze uvést:

Jak je zřejmé z výše uvedených informací, jsou představované aplikační oblasti výzkumu a vývoje povrchových úprav plastových produktů pomocí nízkoteplotních plasmových modifikací relativně různorodé. Ve své podstatě se však stále jedná o obdobný způsob technologického řešení. Předmětem navrhovaných modifikací stávající materiálově/technologické situace jsou oblasti zájmu současného celosvětového intenzivního aplikovaného a experimentálního výzkumu a vývoje, kdy se jedná zejména o:

- Vývoj v oblasti zvyšování odolnosti plastových produktů proti působení fyzikálně/mechanického namáhání. Vhodným příkladem zmiňovaných úprav je zvyšování odolnosti vůči poškrábání, abrazi, či ořezu. Celá tato oblast je v současné době doménou zejména technologie lakování, kdy se v dodatečných technologických krocích nanáší na finální produkt tenká vrstva laku. V závislosti na technologii nanášení se dosahuje tlouštěk vrstev od 10 do 200 mikrometrů. Nevýhoda technologie nanášení dodatečných vrstev je spojena s nutností dostatečného snížení viskozity nanášeného systému. Zajištění dostatečně tekutého stavu bývá dosaženo buďto použitím dvou- či více- komponentních kapalinových systémů či použitím rozpouště-

dlových systémů, kdy pro ředění použitého pojiva je využito organických rozpouštědel nebo v lepším případě vodných roztoků. V následujícím kroku je pak v rámci vytvrzení nanášené vrstvy, podle použitého typu této vrstvy, nutná vzájemná nevratná chemická reakce použitých komponent vícesložkových systémů, nebo odpaření použitého rozpouštědla. Vedle nutnosti kombinace několika po sobě následujících procesních kroků a případného odpaření použitého syntetického rozpouštědla je zřejmou nevýhodou této metody relativně značná tloušťka nanášené vrstvy odrážející se tak ve vysokém ekonomickém zatížení materiálových nákladů.

- Vývoj v oblasti bariérových vlastností koextrudovaných polymerních fólií je vyvolán rostoucími nároky pro jejich využití hlavně v potravinářském průmyslu. V současnosti je významná část výzkumných aktivit zaměřena na nanášení tenkých adhezivních vrstev koextruzní technologií. Taková řešení sice přináší možnosti modifikace pouze tenké povrchové vrstvy a vyhýbají se tak nutnosti modifikace celého zpracovávaného objemu materiálu, avšak v praxi přináší významné technologické problémy odrážející se v možné delaminaci vzniklých vícevrstevných systémů, v nestabilitách na rozmezí vrstev, souvisejících s nestabilitou tloušťkového profilu koextrudované fólie, v povrchových nestabilitách zabraňujících vytvoření dostatečně hladkému povrchu. Vedle těchto technologických problémů vystupuje jako další negativní faktor opět nízká efektivita tohoto řešení související s nutností přípravy vrstvy s nezanedbatelnou tloušťkou v řádech jednotek až desítek mikrometrů.
- Vývoj v oblasti zajištění snadné údržby povrchu extrudovaných profilů zahrnující antigraffiti úpravy, zvýšení odolnosti vůči špinění, či usnadnění omyvatelnosti je v převážné míře opět řešen technologií nanášení dodatečných vrstev. Jedné se podobně jako v případě zvýšení fyzikálně/mechanických odolností zejména o lakování či potiskování a podobně. Jak již bylo zmíněno dříve, jsou i zde technologické problémy související se zajištěním optimalizace několika sousledných technologických kroků, doprovázeny nezanedbatelnými ekonomickými nároky souvisejícími s nutností nanesení patřičné tloušťky vrstvy, či ekologickými problémy souvisejícími s odpařováním syntetických rozpouštědel.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 PŘÍPRAVA TENKÝCH VRSTEV POD ÚČINKEM PLASMY

Moderním technologickým řešením pro úpravy povrchů je modifikace povrchových vlastností formou depozice ultratenkých funkčních vrstev na povrchu výrobků za efektivního využití nízkoteplotní plasmy. I když je povrchová úprava povrchů plastových produktů pomocí plasmatu či koronového výboje již poměrně známou technologií, její použití se většinou omezuje na aktivaci povrchu krátce před dodatečnými povrchovými úpravami.

Jednoznačně moderní je technologie aktivace s následnou depozicí funkční vrstvy na povrch – to může probíhat jednak ve vakuu nebo za sníženého tlaku v komoře (výhodou je stabilita výboje a homogenní distribuce plasmy i prekurzoru), ale nově také za atmosférických podmínek pro kontinuální technologie (zde jsou kritické parametry právě homogenita výboje a dávkování prekurzoru).



Obr. 1. Vakuová komora LEYBOLD OPTICS.



Obr. 2. Příklad APPJ (atmospheric pressure plasma jet).

Jak již bylo uvedeno aplikace nano-vrstev pod účinkem plasmu na povrchy plastových výrobků je obor významně se rozvíjející hlavně v posledních několika letech. Iniciátorem prudkého rozvoje v tomto oboru je také již uvedená snaha o snižování materiálových nákladů, eliminaci heterogenních struktur ve výrobku a v neposlední řadě také tendence k vytvoření a zavedení nových efektivních technologických postupů.

V našem konkrétním případě se jedná o tyto možnosti uplatnění:

- Výroba desek pro různé aplikace s nánosem tvrdých povlaků SiO_x v tenkých vrstvách na povrchu – spotřební zboží, zasklívací technika apod.
- Výroba bariérových fólií pro ochranu výrobků nánosem tenkých povlaků se sníženou propustností pro kyslík a další plyny – potravinářský průmysl, balení pracích prášků apod.
- Výroba plastových profilů se samoomyvatelným povrchem nánosem tenkých vrstev na bázi sloučenin fluoru – protihlukové zástěny, vybavení veřejných prostor a další.

1.1 Technologie za snížených tlaků a vakua

Tenké vrstvy se získávají různými technikami. K velmi rozšířeným patří skupina metod vakuových a metod chemické depozice. Mezi vakuové metody řadíme *vakuové napařování a napařování*. K metodám chemickým patří i celá řada metod pro přípravu epitaxních vrstev, kdy krystalograficky orientovaná vrstva roste na krystalické podložce. Jinou skupinou technik pro přípravu tenkých vrstev jsou metody elektrochemické. Těch se užívá zejména k zesilování vodivých vrstev připravených chemicky, např. při aditivní technice výroby plošných spojů.

Laboratorně se jako podložek nejčastěji užívá skla, křemenného skla, broušeného leštěného a glazovaného korundu, oxidovaných Si substrátů, pro vysoce náročné aplikace také safíru a řady dalších materiálů. V našem případě jsme jako podložku využili konkrétní výrobek - extrudované desky z PS a SAN. Podložka musí umožnit, aby k ní vrstva dobře přilnula, měla by mít definovaný povrch vysoké kvality, koeficient teplotní roztažnosti blízký koeficientu roztažnosti vrstvy a měla by být dostatečně čistá.

Pro samotnou přípravu vrstvy bylo vypracováno mnoho postupů, které jsou preferovány různými laboratořemi a výrobci v různé míře. Platí také, že každý má vypracovanou některou modifikaci obecně známého postupu, která mu pro jeho případ nejlépe vyhovuje a které dává přednost. Běžným postupem přípravy tenkých vrstev ve vakuu je mechanismus, při

němž se mezi elektrodu (na níž je umístěn rozprašovaný materiál a která je katodou) a anodu (na níž jsou umístěny podložky) vkládá napětí řádově několik kV, tak aby vznikl doutnavý výboj a aby katodový prostor tohoto výboje byl přibližně roven vzdálenosti katóda-anoda. Ionty pracovního plynu dopadají na katodu se značnými energiemi a vyrážejí odtud částice, které jsou z větší části neutrální, z menší části ionizované. Tyto částice se vzhledem k poměrně vysokému tlaku v systému nepohybují přímočaře k podložkám, ale vykonávají v důsledku srážek pohyb spíše difuzního charakteru. Část z nich dopadá na podložky a vytváří tam vrstvu rozprášeného materiálu.

V rámci jiného postupu (mimo jiného použitého pro přípravu vzorku v rámci této diplomové práce) se prekursor transportuje do pracovní komory pomocí inertního plynu. Směs nosného plynu a prekursoru je díky velmi nízkým tlakům rovnoměrně rozptýlena v pracovní komoře a opět díky výše popsanému mechanismu prekursor ulpívá (naváže se) na povrch anodových podložek, v našem případě výrobků/vzorků.

1.2 Technologie za atmosférických podmínek

Postup běžně nazývaný APPJ (atmospheric pressure plasma jet) pracuje ve své podstatě se stejnými principy přípravy plasmatu, ale děj aktivace povrchu a/nebo deposice prekursoru je vystaven relativně běžným (atmosférickým) podmínkám. Toto svým způsobem komplikuje celý postup, protože jednak samotný výboj ale i tvorba vrstvy probíhají za nestabilních podmínek. Pouze pro aktivaci nebo čištění povrchů je tato technologie již běžným standardem. V případě deposice vrstvy na již aktivovaný povrch je třeba řešit (hlavně v provozních podmínkách) následující dva problémy:

- Homogenita plošná i časová plasmatu – vliv na úroveň aktivace povrchu a tím pádem reaktivitu povrchu.
- Homogenita přiváděné směsi plynu a prekursoru – pracujeme v otevřeném prostoru a směs má tendenci expandovat do okolního prostředí.

Uvedené dva problémy jsou většinou předmětem vlastního know-how výrobců a dodavatelů technologií. Řešení spočívají v konstrukci elektrod distribuujících plasma výboj na povrch výrobku a ve snaze vytvořit pracovní prostor alespoň částečně uzavřený nebo oddělený od okolních podmínek.

1.3 Vlastnosti tenkých vrstev

Při nanášení tenkých vrstev za použití plasmy na plasty jsou vyvolány změny chemické struktury povrchu a tím pádem se mění vlastnosti po fyzikální stránce. Vlastnosti tenkých vrstev jsou kromě tloušťky nanášeného materiálu ovlivněny dalšími faktory, kde výraznou úlohou je:

- Materiál vrstvy / podložky
- kvalita podložky
- čistota povrchu podložky
- způsobem depozice
- teplotní koeficienty vrstvy/ podložky
- způsob technologie při aplikaci tenkých vrstev.

Vlastnosti tenkých vrstev jsou ovlivněny jejich tloušťkou, která se řádově pohybuje od jednotek nanometrů až po desítky mikrometrů. Tenké vrstvy lze aplikovat na různé podložky a jejich použití má funkci izolantů, vodičů, ale také jako vrstvy optické či dekorativní. Z hlediska technologického při přípravě tenkých vrstev za použití plasmy byla vyvolána změna chemické struktury povrchu a tím pádem se změnily vlastnosti po fyzikální stránce. Tenké vrstvy mají s ohledem na svou strukturu spoustu vlastností, které se odlišují od základního materiálu a můžeme sledovat jak optické vlastnosti, které analyzujeme pomocí metod odrazové analýzy, nebo elektrické vlastnosti, které můžeme sledovat metodou signální analýzy.

Tloušťka vrstvy – se pohybuje v nano a mikro oblasti a závisí především na homogenitě povrchu, struktuře povrchu a na chemických vlastnostech materiálu. Tloušťka tenkých vrstev je spojená s jejich elektrickou a optickou stabilitou.

Adheze – neboli přilnavost je stav, při kterém jsou dva povrchy drženy pohromadě, má vliv na kvalitu vrstev s hlediska trvanlivosti a stability.

Koherence – definuje soudržnost samotné vrstvy.

Homogenitu – můžeme specifikovat jako strukturu povrchu, která určuje vady povrchu, drsnost a nečistoty.

Antireflexivní vlastnost - při nanesení tenké vrstvy získáme estetický vzhled a ochranu polymeru při jeho odolnosti vůči světelným vlivům.

Vnitřní napětí – je vyvoláno rozdílností teplotních koeficientů vrstvy a podložky. Vrstva bývá často deponována za vyšší teploty nanášeného materiálu, a tím dochází k rozdílnosti koeficientu teplotní roztažnosti vrstvy a podložky (substrátu).

Tvrдость – je významnou vlastností vrstev pro průmyslové aplikace. Tenké vrstvy se používají jako povrchové úpravy za účel zvýšení jejich kvality a tvrdosti.

Index lomu – je veličina, která charakterizuje optické vlastnosti látky a je závislý na vlnové délce, tato závislost se projevuje při lomu světla, kdy dochází k odlišnému lámání různých barevných složek světla. Závisí na druhu materiálu, krystalické struktuře vrstvy, složení vrstvy a rozměru.

Chemické vlastnosti – patří sem chemická stálost, odolnost vůči agresivním látkám, nízká rozpustnost v rozpouštědlech a odolnost proti působení vody a vlhka.

Všechny uvedené vlastnosti jsou podstatné pro dané aplikace. Nicméně stále není dostatečně efektivně řešena problematika samotné tloušťky vrstvy a jejího měření, jako základního parametru spolehlivosti výrobního procesu. Touto záležitostí – tedy metodami měření vrstev a definováním vhodnosti metod – se zabývá tato DP v praktické části. V následných kapitolách jsou popsány mechanismy a podstata jednotlivých metod, které byly využity pro praktická měření v rámci DP.

2 METODY PRO MĚŘENÍ TLOUŠTKY VRSTEV

Popis vhodných laboratorních technologií při měření nanosené tenké vrstvy za pomoci plasmu.

2.1 Interferenční mikroskopie

Interferenční mikroskopie je jednou z více zobrazovacích metod světelné mikroskopie a podává velice spolehlivé informace o pozorovatelném objektu, který díky vysoké rozlišovací schopnosti aplikuje studii o nerovnosti povrchu ve směru optické osy. Má vysokou citlivost a díky obrazové analýze můžeme zjistit tloušťku vrstev, index lomu a homogenitu. Umožňuje sledovat nejjemnější reliéfy průhledných nebo bezbarvých fázových objektů (za normální situace nekontrastní, ve světelném mikroskopu tedy prakticky neviditelné, nebo jen velmi špatně viditelné struktury). Velmi spolehlivé informace podává např. o povrchu pozorovaných objektů zejména díky vysoké rozlišovací schopnosti při studiu nerovností povrchů ve směru optické osy mikroskopu. [7,8]

Většina pozorovaných objektů, které se neliší absorpcí, má však vzhledem k okolnímu prostředí odlišný index lomu, popř. odlišnou tloušťku. Právě této vlastnosti využívají mikroskopické metody založené na fázovém kontrastu, jde-li o objekty poměrně malých rozměrů, a interferenční mikroskopie, jde-li o preparáty, ve kterých se vyskytují objekty velmi malé i rozlehlejší. [9]

2.1.1 Princip interferenční mikroskopie

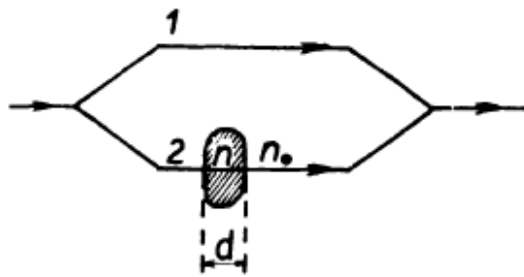
Interferenční mikroskop je přístroj, který v sobě kombinuje světelný mikroskop a některý typ interferometru (přístroj měří na základě interference záření různé fyzikální veličiny, zejména délku). Jde v podstatě o hodnocení interference mezi odraženým paprskem od zkoumaného povrchu a paprskem odraženým od povrchu srovnávacího. Využívá se v něm dvousvazkové interference, vícesvazkové interference, případně metody interference využívající polarizace světla. [8]

Vložíme-li zkoumaný objekt do interferometru spojeného s mikroskopem (viz. obr. 3) objeví se následkem změny optické dráhy paprsků, které procházejí objektem, v interferenčním obraze buď změna kontrastu, nebo deformace interferenčních proužků. Je-li n_0 index lomu okolního prostředí a n je index lomu pozorované částice, je dráhový rozdíl obou paprsků, které vcházejí do interferometru, definován následovně:

$$\delta = (n_0 - n)d \quad (1)$$

kde d je tloušťka pozorované částice.

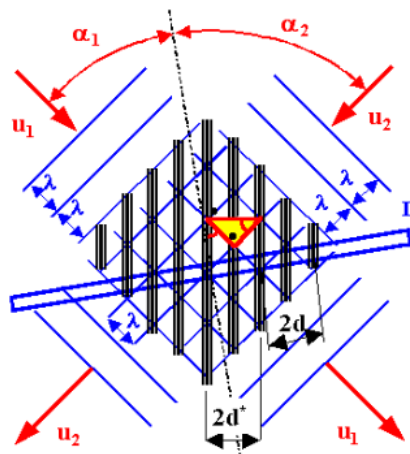
Použijeme-li interferometrů, které pracují s polarizovaným světlem, je možno interferenční metodou dosáhnout odlišného zbarvení preparátu vzhledem k okolí. [8]



Obr. 3. Princip zkoumaného objektu [8].

METODA DVOUSVAZKOVÉ INTERFERNČNÍ MIKROSKOPIE

Mezi svazky koherentního ⁽¹⁾ elektromagnetického záření dochází v oblasti překrytí k interferenci. Interferenci si lze představit jako záněje intenzity mezi svazky vlnového charakteru. Záněje tvoří interferenční plochy střídavě s maximální a minimální intenzitou.



Obr. 4. Dvousvazková interference [9].

⁽¹⁾ *Koherence světla: Mnohé optické měřicí metody vyžadují pro svou funkci kvalitní zdroje záření. Důležitým parametrem kvality zdroje záření pro interferometrii, holografii, ale i pro jiné optické měřicí metody je koherence záření. Za koherentní zdroje lze považovat takové, jejichž frekvence záření je stále stejná a rozdíl fází vyzařovaných paprsků se nemění. V literatuře se uvádí tzv. komplexní stupeň koherence, který zahrnuje koherenci časovou a koherenci prostoro-*

vou. Zlepšení koherenčních vlastností lze dosáhnout zvýšením monochromatickosti a ohraničením velikosti zářící plochy zdroje. Monochromatickost záření ovlivňuje koherenci časovou a velikost zářící plochy zdroje ovlivňuje koherenci prostorovou. [10]

U dvousvazkové interference se v prostoru šíří dvě skalární rovinné monochromatické vlny u_1 a u_2 , které vyjádříme ve tvaru:

$$u_1 = U_1 \cdot e^{i(\omega t \cdot k_1 \cdot r)} \quad (2)$$

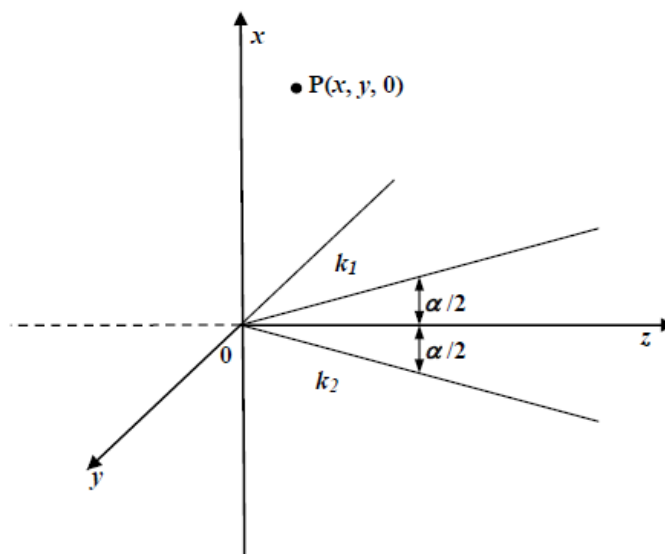
$$u_2 = U_2 \cdot e^{i(\omega t \cdot k_2 \cdot r)} \quad (3)$$

Kde U_1 a U_2 jsou amplitudy, frekvence ω a s vlnovými vektory k_1 a k_2 , které leží v rovině os (x, z) a pro které platí:

$$k_1 = \left(k \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right) 0, k \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) \right) \quad (4)$$

$$k_2 = \left(-k \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right) 0, k \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) \right) \quad (5)$$

Kde vektor r je součástí souřadnicového systému (x, y, z) .



Obr. 5. Vlnové vektory k_1 a k_2 v souřadnicovém systému [9].

Předpokládáme tedy, že vlnové vektory k_1 a k_2 leží v rovině (x, z) a rovina pozorování je (x, y) pak:

$$k = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (6)$$

kde λ je délka vlny.

Výsledný rozruch v bodě pozorování P souřadnicového systému (x, y, z) , je dán součtem obou rozruchů kde:

$$u = u_1 + u_2 \quad (7)$$

a z toho vyplývá, že intenzita okuláru v bodě P pak bude:

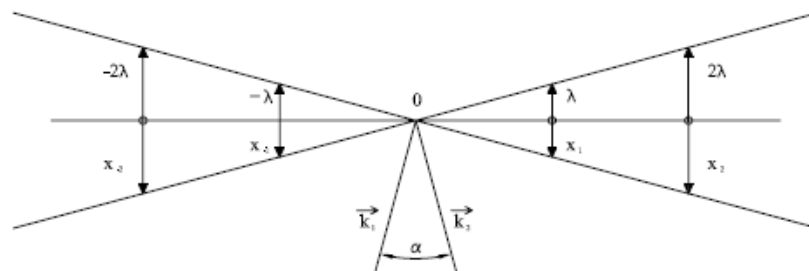
$$I_{(x,z)} = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cdot \cos(kx\alpha) \quad (8)$$

V rovině pozorování (x, y) , budou tedy vidět interferenční proužky, které jsou rovnoběžné s osou y . Ale za předpokladu, že intenzity $I_1 = I_2$, což je v interferenčním mikroskopu prakticky splněno, pak maxima intenzity nastanou pro x_m pro, než platí:

$$\alpha \cdot k \cdot x_m = 2 \cdot m \cdot \pi \quad (9)$$

A vzdálenost proužků Δx lze vyjádřit rovnicí:

$$\Delta x = x_{m+1} - x_m = \frac{2\pi}{\alpha \cdot k} = \frac{\lambda}{\alpha} \quad (10)$$



Obr. 6. Závislost šířky interferenčního proužku [9].

Čím bude úhel α menší tím budou interferenční proužky širší, ale v případě, kdy $\alpha = 0$, bude rovina rovnoměrně osvětlena. Abychom dosáhli rovnoměrného osvětlení zorného pole okuláru, musí být vlnoplochy rovnoběžné. [9,10]

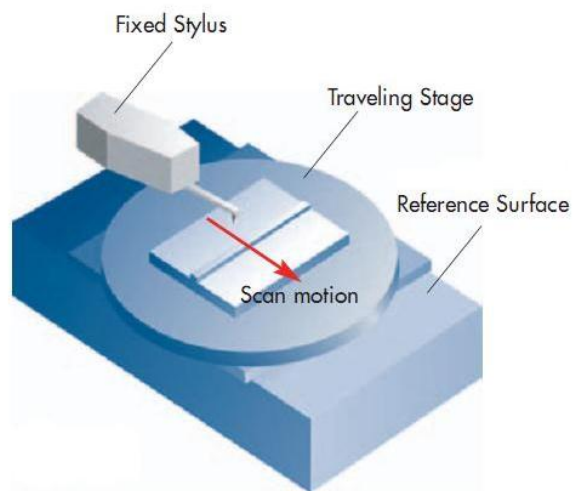
2.2 Profilometrická metoda

Profilometr je přístroj, který hrotem snímá tvar a nerovnosti povrchu v řádu nanometrů (za účelem zjištění tloušťky deponované vrstvy). Mechanický profilometr je sofistikovaný přístroj určený k měření profilů – tedy k velmi přesnému popisu povrchu z hlediska morfologie. V současné době se profilometry hojně využívají ve strojařském průmyslu ke kontrole vyrobených součástek. Lze je však použít i v laboratorních podmínkách k určení drsnosti, tloušťky neprůhledných vrstev, tvary vyleptaných struktur nebo jiných parametrů povrchu a to až v řádu nanometrů. [12]

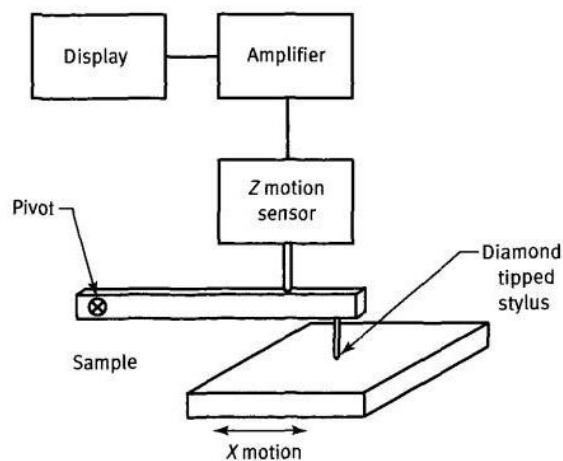
2.2.1 Kontaktní profilometrie

U mechanického profilometru dochází k přímému kontaktu stylusu (hrotu) se vzorkem, přítlačná síla může být nastavena (v profilometrii se udává v ekvivalentech mg a většinou se pohybuje v rozmezí od 1 mg do 50 mg). Tento fakt je považován za výhodu, protože zmírňuje vliv nečistot na výsledky měření. Naopak může dojít k mechanickému poškození (poškrábání) vzorků, pokud je vzorek měkký a síla neúměrně veliká. Při používání mechanického profilometru není potřeba provádět simulace měření, ani není potřeba rozmýšlet nad tím, jak vhodně sestavit aparaturu (na rozdíl od RTG nebo optického měření parametrů povrchu), jedná se o přímou metodu značně usnadňující manipulaci a lehce pochopitelnou. [12]

Při měření spočívá vzorek na podložce a je v přímém kontaktu se stylusem. Vzorek se pohybuje vůči nehybnému stylusu, který vykonává jen vertikální pohyb, tedy měří nerovnosti na vzorku. U některých profilometrů je tomu naopak – vzorek stojí na místě a stylus se pohybuje ve vertikálním i horizontálním směru (tato varianta je však méně častá).



Obr. 7. Schéma měření profilometrem [13].



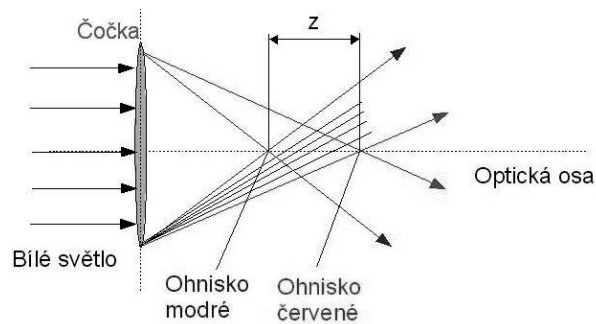
Obr. 8. Princip měření profilometrem [13].

Výstupem je sada naměřených hodnot, které se pak dále mohou zpracovávat a lze tak analyticky popsat morfologii povrchu.

2.2.2 Princip optické profilometrie

Optická profilometrie je nekontaktní metoda, která poskytuje téměř stejné informace, jako metoda předchozí. Existuje mnoho různých technik, které jsou využívány, např. laserová triangulace, konfokální mikroskop (pro velmi malé objekty), nízkokoherentní interferometrie a digitální holografie.

Vertikální rozlišení je obvykle na úrovni nanometrů, laterální rozlišení je nižší, protože je limitované vlnovou délkou laseru. Rychlost skenování je určována světlem odraženým od povrchu, proto je vyšší než u kontaktních profilometrů. Jelikož jde o bezkontaktní metodu, nemohou být přístroje zničeny nerovnostmi povrchu nebo neopatrností obsluhy.



Obr. 9. Princip optického profilometru.

Tento optický senzor funguje na principu optické aberace čočky, jak je znázorněno na obrázku 9. Díky chromatické vadě čočky dojde po průchodu „bílého“ světla k lomu paprsků s různými vlnovými délkami do různých ohniskových vzdáleností. Senzor vyhodnocuje profil vzorku v souřadnici z na základě zjišťování vlnové délky zpětně odražených paprsků od povrchu vzorku. [12]

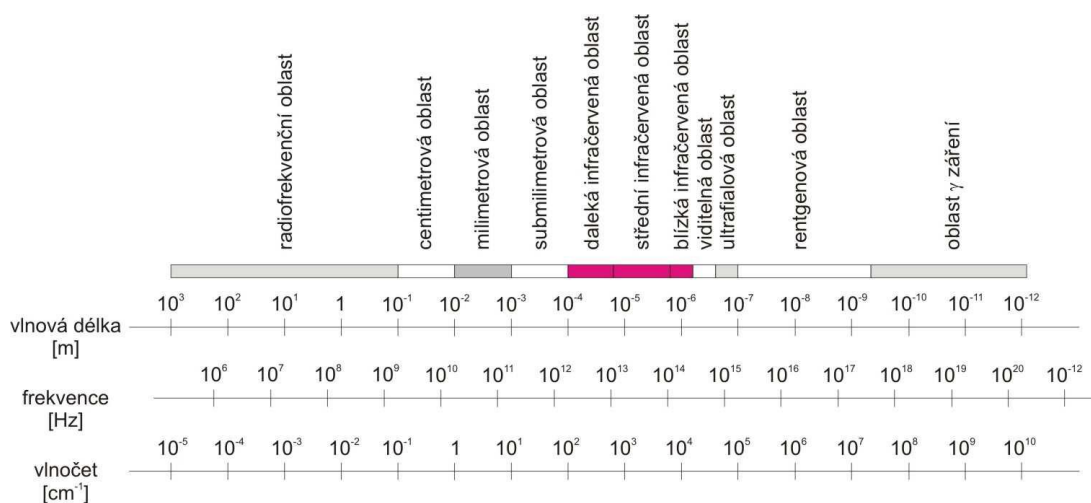
2.3 Spektroskopie

Spektroskopie je obor, který se zabývá studiem interakcí látek s elektromagnetickým zářením nebo vyzařovaným elektromagnetickým zářením vzorkem. Z množství absorbovaného záření lze získat údaje o jednotlivých energetických hladinách a z toho lze vyvodit podrobné informace o struktuře molekul nebo krystalů, jimž studovaná spektra přísluší.

Typ záření	Vlnočet (cm ⁻¹)	Frekvence (Hz)	Energie (kJ/mol)	Interakce s hmotou
Záření gama (γ)	10 ⁸ - 10 ¹⁰	3·10 ¹⁸ - 3·10 ²⁰	10 ⁵ - 10 ⁸	Přeskoky jaderných částic mezi energetickými hladinami jádra
Rentgenové záření (RTG)	10 ⁶ - 10 ⁸	3·10 ¹⁶ - 3·10 ¹⁸	10 ⁴ - 10 ⁶	Ionizace
Ultrafialové záření (UV)	10 ⁴ - 10 ⁶	3·10 ¹⁴ - 3·10 ¹⁶	100 - 10 ⁴	Přechody elektronů
Viditelné záření (VIS)	100 - 10 ⁴	3·10 ¹² - 3·10 ¹⁴	1 - 100	Přechody elektronů
Infračervené záření (IR)	1 - 100	3·10 ¹⁰ - 3·10 ¹²	0,01 - 1	Vibrace a rotace molekul
Mikrovlnné záření (MW)	0,01 - 1	3·10 ⁸ - 3·10 ¹⁰	10 ⁻⁴ - 0,01	Rotace molekul
Rádiové záření (LW)	10 ⁻⁴ - 0,01	3·10 ⁶ - 3·10 ⁸	10 ⁻⁶ - 10 ⁻⁴	Přechody jaderného spinu

Obr. 10. Vlastnosti elektromagnetického záření [14].

V současné době se soubor těchto metod rozrostl o postupy pracující s elektromagnetickým zářením v širokém rozsahu vlnových délek, od záření rentgenového až po radiofrekvenční. Spektroskopické metody jsou spojeny s absorpcí, nebo spontánní či stimulovanou emisí elektromagnetického záření. [14]



Obr. 11. Elektromagnetické spektrum [16].

V dalším se budeme zabývat jen reflexními spektrometrickými metodami, přičemž spektroskopicky měřitelnou veličinou je intenzita světla, která je definována jako střední hodnota Poyntingova vektoru:

$$I(\lambda) = \langle E * H \rangle$$

(11)

Spektroskopie kolmé reflexe poskytuje zjednodušení ve výpočtech. Fresnelův koeficient reflexe r , definovaný jako poměr amplitudy odražené a dopadající vlny, pro kolmý dopad z prostředí o indexu lomu n_0 do n_1 , nabývá zjednodušeného tvaru:

$$r = \frac{n_1 - n_0}{n_1 + n_0} \quad (12)$$

Pro reflektivitu (odrazivost), definovanou jako poměr středních hodnot intenzity odražené a dopadající vlny, zřejmě platí:

$$R = r\bar{r} \quad (13)$$

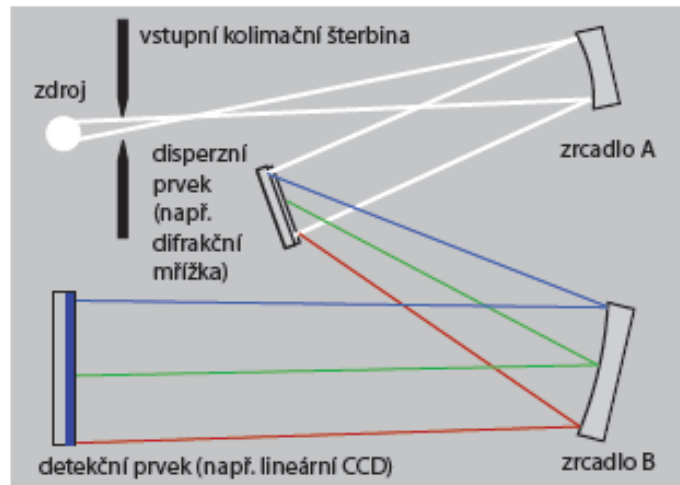
kde \bar{r} označuje komplexně sdružený Fresnelův koeficient odrazu. [15]

Nejčastějším uspořádáním spektrometru je schéma Czerny-Turner (obr. 12), které sestává z disperzního prvku, zdroje, detektoru a dvou zrcadel. Detekční prvky ve vláknových spektrometrech detekují reflexní signál S , pro který platí:

$$S = k I_{\text{zdroje}} C_{\text{spektrometru}} R_{\text{vzorku}} \quad (14)$$

Kde k , je konstanta závislá na volbě jednotek, $C_{\text{spektrometru}}$ je citlivost spektrometru a R_{vzorku} je odrazivost materiálu, ze kterého je vzorek vyroben. V oblasti lineární odezvy můžeme $C_{\text{spektrometru}}$ a R_{vzorku} považovat pro pevnou energii fotonu za konstantní. Naměřením spektrálního průběhu reflexního signálu materiálu, jehož odrazivost známe, můžeme z poměru reflexních signálů od zkoumaného vzorku a referenčního materiálu určit, za výše uvedených předpokladů, pro signály odrazivost vzorku:

$$R_{\text{vzorku}} = \frac{S_{\text{vzorku}}}{S_{\text{reference}}} R_{\text{reference}} \quad (15)$$



Obr. 12. Schéma Czerny-Turner spektrometru [17].

2.4 3D skenování povrchu

2.4.1 Základní definice jakosti povrchu

Důležitým úkolem technologie je zajištění požadované jakosti výrobku rozměrem, tvarem její drsností a vlnitostí povrchu. Pojem jakost v sobě zahrnuje vlastnosti povrchové vrstvy a změny, které v povrchové vrstvě nastávají. Definice struktury povrchu profilu chápeme jako část geometrických úchylek skutečného povrchu s poměrně malou vzdáleností sousedních nerovností.

Mikronerovnost – je jemná nerovnost „drsnost povrchu“, která je dána stopami vzniklé při výrobním procesu.

Makronerovnost – je rozlehlejší periodická nerovnost „vlnitost povrchu“, která je způsobena vibracemi při výrobním procesu.

S hlediska obecného tvaru povrchu profilu kdy vyloučíme vlnitost a drsnost, jsou tyto úchytky způsobeny vnějšími a vnitřními vlivy během výrobního procesu, ať už nedostatečnou tuhostí, špatnou přímostí vodičích ploch, které způsobují tvarové deformace plochy.

Drsnost – je souhrn nerovností povrchu s relativně malou vzdáleností, které jsou výsledkem výrobního procesu. Do drsnosti se nepočítají vady povrchu, náhodné nepravidelné

nerovnosti, které vznikají vadným materiálem nebo jeho poškozením při výrobním procesu, tj. trhlínky, důlky, škrábance.

Vlnitost – je část textury povrchu, na které je vytvořena drsnost, jde o zakřivení povrchu, která vykazuje určitou periodicitu (zvlnění). To může být způsobeno různými aspekty, které jsou nevyhnutelné při výrobě a jsou spíše považovány za vliv stroje způsobené chvěním, nepřesnosti vodících ploch a také jsou ovlivněny deformací materiálu.

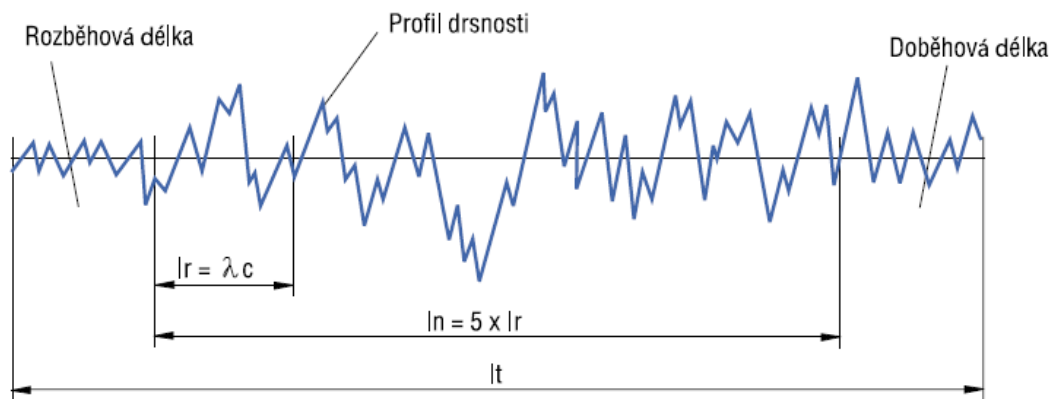
Mezní vlnové délky

Mezní vlnová délka měřená délka charakterizuje způsob filtrace k oddělení drsnosti a vlnitosti kde:

L_t – je celková délka pohybu snímače snímající úchyly tvaru povrchu.

L_n – je vyhodnocovaná měřená délka, ze kterého se získá profil drsnosti.

L_r – je základní délka kde jdou definovány parametry drsnosti a odpovídají mezní vlnové délce $l_c = \lambda_c$.



Obr. 13. Měřené délky [19].

Drsnost povrchu

Kvalita povrchu, je mimo jiné hodnocena podle drsnosti povrchu s charakterizací jednotlivých parametrů:

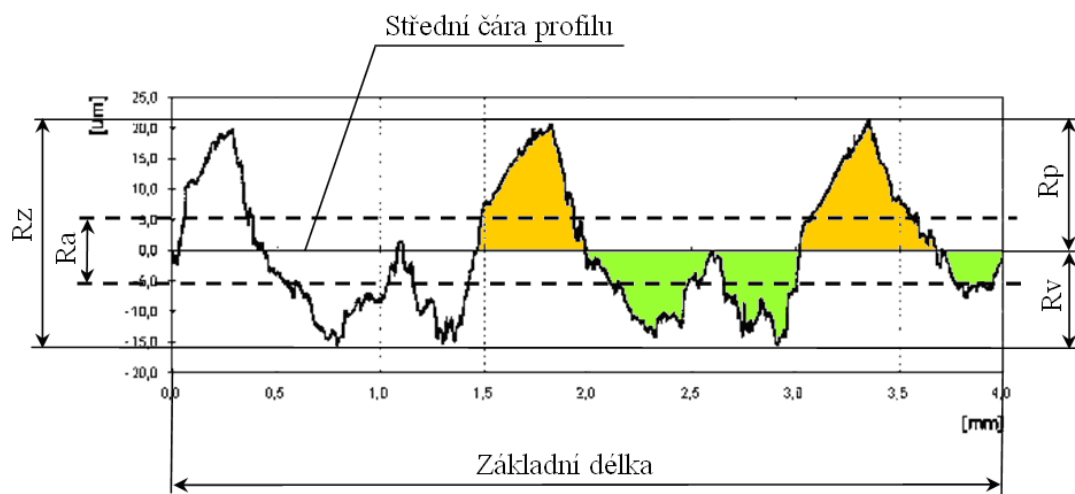
R_a – střední aritmetická hodnota drsnosti posuzovaného profilu od střední čáry uvnitř základní délky l_r [μm].

R_z – je maximální výška profilu nejvyššího výstup R_p a hloubky nejnižší rýhy R_v uvnitř základní délky l_r [μm].

R_p – největší výška výstupku profilu v rozsahu základní délky l_r [μm].

R_v – největší hloubka prohlubně profilu v rozsahu základní délky l_r [μm].

R_t – je maximální výška profilu nejvyššího výstup R_p a hloubky nejnižší rýhy R_v uvnitř vyhodnocované délky l_n [μm].



Obr. 14. Schéma profilu drsnosti základní délky l_r [19].

2.4.2 3D skenování

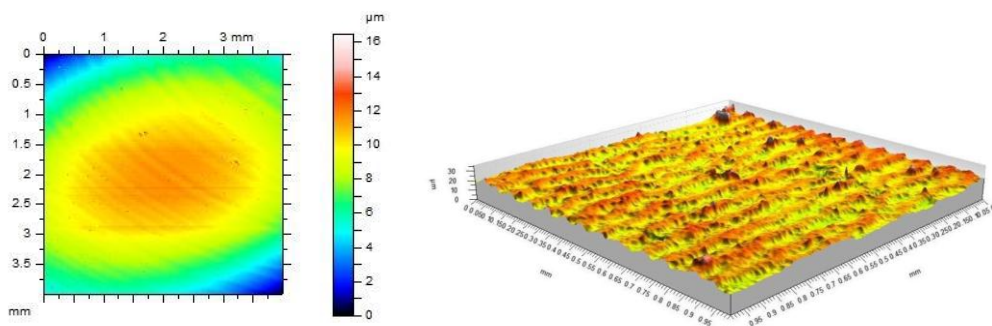
Charakteristika snímaného povrchu

3D skenování povrchu otevírá nové možnosti pro komplexní hodnocení textury povrchu. Výsledkem je, že profil povrchu je snímán výrazně rychleji v porovnání s klasickými metodami a především je získán popis textury podstatně větším počtem datových údajů. Programové zabezpečení se soustřeďuje nejen na přípravu a provedení vlastního měření, ale především na zpracování a vyhodnocení naměřených hodnot.

Samotné měření a zpracování dat, které vyhodnocují prostorový profil povrchu, se zaměřují především na hloubkovou analýzu textury kontrolovaného vzorku/povrchu. Kontrolovaná textura povrchu a její vyhodnocení nabízí různé zobrazení 2D/3D modelu, zpracování ve formě topografických map nebo grafické zobrazení profilu.

Právě rozšíření možností kvantitativního posuzování funkčních vlastností povrchu, např. průběhu opotřebení, tření, podmínek mazání, únavových vlastností, těsnění stykových ploch, připravenosti povrchu pro nanášení povlaku a nátěru, odrazových vlastností, procesu stárnutí, koroze, apod., patří k hlavním přednostem prostorového hodnocení struktury povrchu. Hodnocení struktury povrchu plochy může přispět k vysvětlení a řešení rady problémů v tribologii a výrobní technologii. Umožní kvantitativní studium geometrických a rozměrových změn profilu povrchu v různých etapách výrobního procesu součástí, po jejich dokončení i v průběhu jejich funkčního využití.

Experimenty ukazují, že 2D systém je v souladu s 3D systémem, který odhaluje parametry kvality povrchu, ale také odkrývá další charakteristické povrchové jevy lépe, než 2D zobrazení povrchu. [20]



Obr. 15. Barevné zobrazení dat 2D a 3D hodnocení profilu [21].

PŘÍSTROJ TALYSURF CLI

Měřicí technika je vysoce zaměřena na kvalitu systému a přístrojů pro měření textury povrchu. Software pro analýzy Talymap nabízí rozsáhlé funkční možnosti a využívá se u následujících systémů.

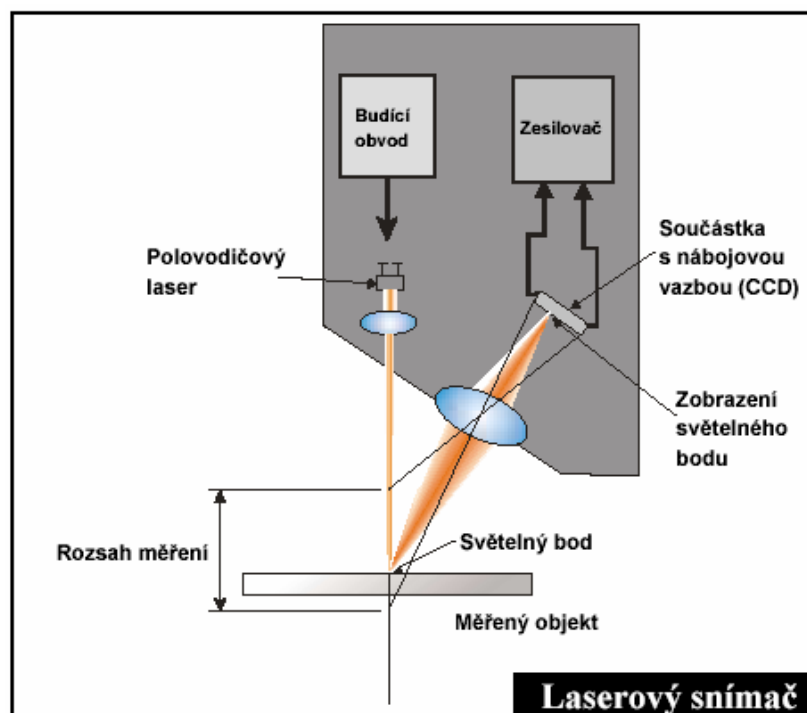
Přístroj provádí rychlé prostorové měření a hodnocení povrchu s vysokým rozlišením. Systém CLI, nabízí analyzovat povrch ve třech osách souřadnicového systému, s využitím možnosti měření indukčním dotykovým způsobem Form Talysurf, nebo bezdotykovým způsobem reprezentovaným laserovou triangulační sondou a CLA konfokálním snímačem (Chromatic Length Aberration – CLA). Navíc je systém CLI vybaven automatickým posuvem v osách (x, y, z), s rychlostí snímání až do 30 mm/s, což umožňuje rychlé automatické

měření. Přípravenost přístroje pro kontrolu širokého sortimentu součástí dokumentuje i velikost měřicího prostoru (max. 200 x 200 x 200 mm) a nosnost stolu (max. 20 kg).

Vyniká mimořádnou přesností při hodnocení struktury povrchu měření v režimu profilu řezu 2D a profilu plochy povrchu 3D. Praktickou předností Talysurf CLI je spojení tradičního 2D a prostorového hodnocení 3D do jednoho výkonného přístroje. I když je systém CLI speciálně konstruován pro měření 3D, je současně vybaven mechanickým i analytickými prostředky pro komplexní měření 2D. Lze tak jedním přístrojem monitorovat výzkum a vývoj, provádět studijní analýzy (např. opotřebení), rutinní inspekci i řídit výrobní procesy. Vedle zřejmého ekonomického přínosu má uživatel stále možnost porovnávat výsledky měření se všemi, kteří ještě používají jen tradiční měření 2D. Univerzálnost systému Talysurf CLI zajišťuje možnost využít na jednom přístroji až čtyři různé měřicí hlavy ke kontrole všech kombinací materiálů a kvality povrchů součástí.[20]

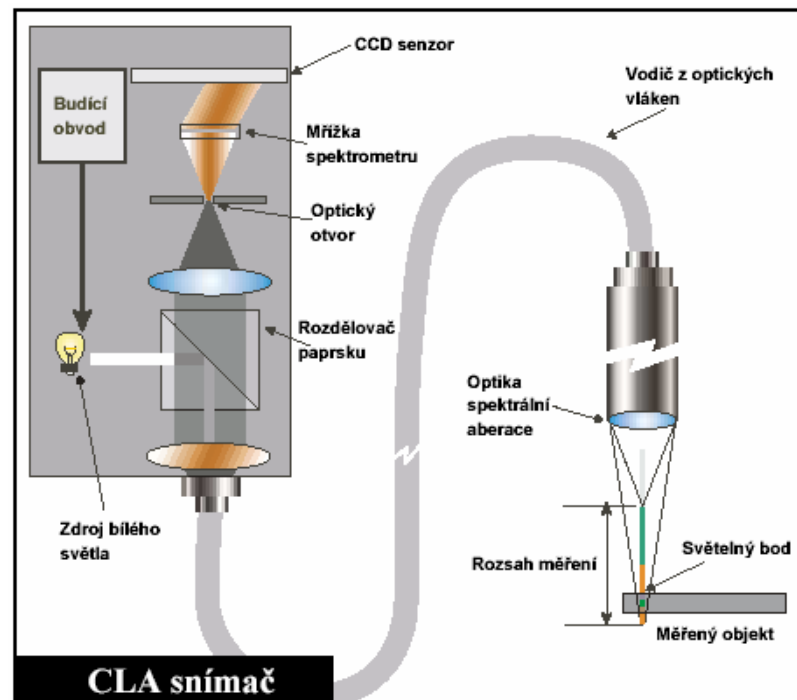
MĚŘÍCÍ SYSTÉMY

Laserový triangulační snímač - rychlý bezkontaktní snímač.



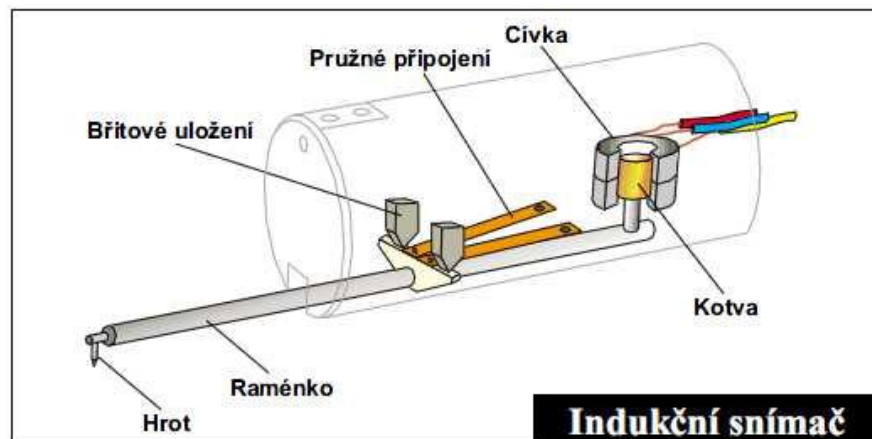
Obr. 16. Laserový triangulační snímač [21].

CLA (Chromatic Length Aberration) snímač - vysoce přesný bezkontaktní snímač.



Obr. 17. Konfokální snímač CLA Tylor Hobson [21].

Indukční snímač - kontaktní snímač s dobrou přesností.



Obr. 18. Indukční snímač [21].

2.5 Elipsometrie

Spektrální elipsometrie je optická metoda pro charakterizaci a analýzu povrchů. Určuje nám optické parametry povrchu a rozhraní tenkých vrstev. Princip měření je založen na detekci fázové změny stavu elektromagnetické vlny, která se odráží od zkoumaného vzorku nebo jím prochází. Využívá šikmý dopad monochromatického světla a je založena na změně polarizace světla po odrazu na rozhraní dvou různých prostředí. Pomocí této techniky můžeme nalézt optické parametry jedno i vícevrstevných systémů tenkých vrstev a sledovat jejich vývoj v průběhu experimentu. Výhodou metody je použití pro měření ve vakuu, nedestruktivnost a neovlivňování strukturních procesů, které probíhají na vzorku.

Pomocí elipsometrie můžeme definovat:

- měření tloušťky tenkých vrstev (od nanometrů až mikrometrů)
- měření optických konstant materiálů
- sledovat růst vrstev, povrchovou úpravu
- analýza ochranných vrstev (plazmatické depozice, polymery)
- měření drsnosti na povrchu atd.

PRINCIP ELIPSOMETRU

Elipsometrie je metoda, která zkoumá změnu stavu polarizace světla odraženého na tenké vrstvě při šikmém dopadu. Měřením zjišťujeme hodnoty elipsometrických veličin popisující elipsometrické úhly ψ, Δ :

$$\Delta = \delta_p - \delta_s \tag{16}$$

kde úhel Δ je změna fázového rozdílu kolmo na sebe polarizovaných vln p a s .

$$\operatorname{tg} \psi = \frac{|\tilde{r}_p|}{|\tilde{r}_s|} \tag{17}$$

kde úhel ψ je poměr velikostí Fresnelových koeficientů, které jsou komplexní čísla.

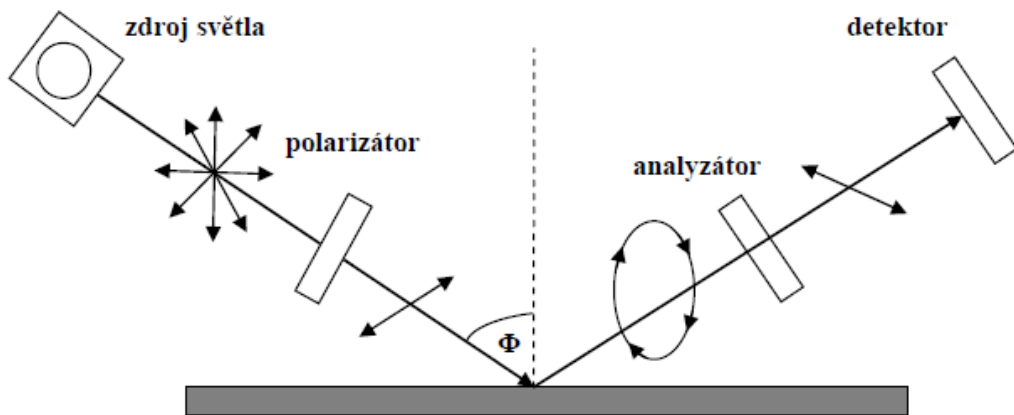
Pomocí elipsometrických úhlů ψ a Δ můžeme určit komplexní veličinu ρ , což je poměr p a s složek Fresnelových koeficientů v odraženém světle a definujeme ho:

$$\rho = \frac{\tilde{r}_p}{\tilde{r}_s} = \frac{r_p}{r_s} e^{i\Delta} \quad (18)$$

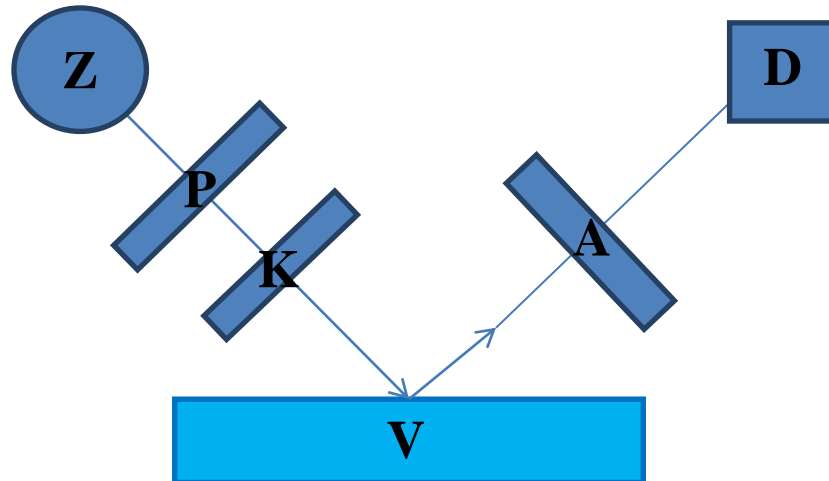
Výsledný vztah pro poměr Fresnelových koeficientů vypadá takto:

$$\rho = \operatorname{tg}\psi \cdot e^{i\Delta} \quad (19)$$

Existuje několik konfigurací spektrálních elipsometrů, ať už se to týká zdroje světla, polarizátoru, analyzátoru. Za zdroj světla považujeme především lampy, které nám na rozdíl od laserů poskytují světlo o menší intenzitě a umožňují nám spektroskopická měření. Zatím co laserové měření nám dává paprsek s větší intenzitou. [24]



Obr. 19. Schéma elipsometru s rotačním analyzátořem [22].

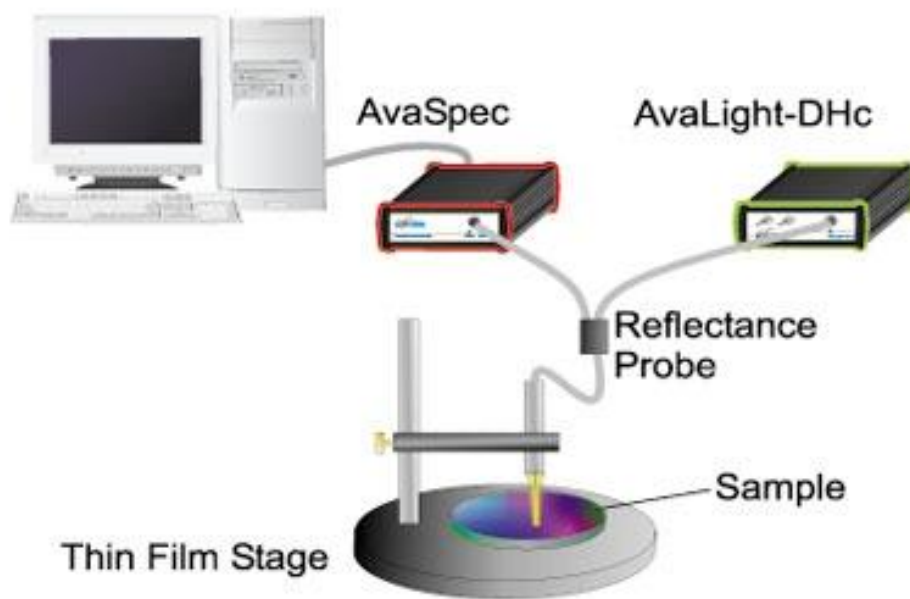


Obr. 20. Schéma spektrálního elipsometru.

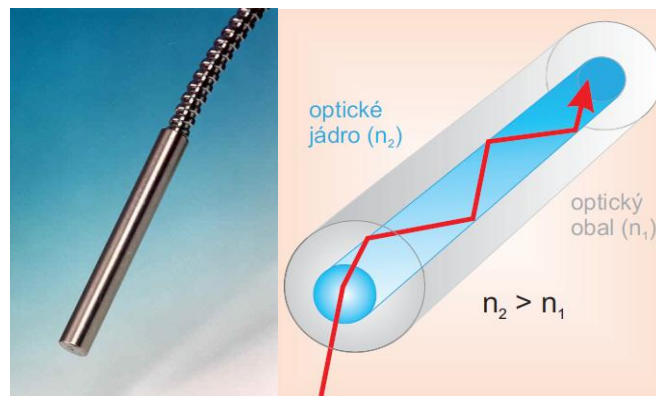
Ze zdroje Z vychází monochromatické nepolarizované světlo, které vstupuje do polarizátoru P , z něhož vychází ke kompenzátoru K světlo lineárně polarizované. V kompenzátoru K se světlo stává elipticky polarizované, které dopadá a odráží se od měřeného vzorku. To prochází analyzátozem A a dopadá do detektoru D . Při měření může jeden z těchto elementů rotovat, pak hovoříme o elipsometrii s rotujícím analyzátozem. Spektrální elipsometr měří fyzicky dva parametry polarizační stav světla a intenzitu odraženého záření.

2.6 Interferenční sonda

Měření tenkých vrstev touto metodou a konkrétně pomocí použité reflexní sondy je určeno k měření tloušťky vrstev v rozsahu od 10nm do 50 μm . Je založeno na měření interference bílého světla na vrstvě a snímání odraženého světla zpět k detektoru, kde se pomocí algoritmu a známých optických konstant (indexu lomu a extinkčního koeficientu materiálu, z něhož je vrstva nanášena) určí tloušťka vrstvy.



Obr. 21. Schéma uspořádání a zapojení interferenční sondy [27].



Obr. 22. Sonda pro měření odrazivosti. [27].

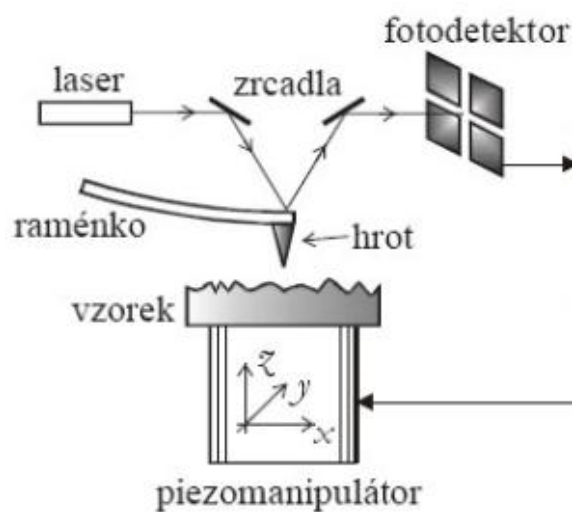
Na spektroskopické aplikace se používají „multi – mode step index křemíková vlákna pro rozsahy tloušťek 50 až 1000 mikronů. Jádro je vyrobeno z čistého křemene (křemíku), nebo jsou vyrobeny z určitých druhů skla nebo plastu. Optické vlákno je většinou válcové symetrie, jejíž podélný rozměr je mnohonásobně větší než příčný. Složena z optického jádra o vyšším indexu lomu n_2 a optického obalu n_1 o nižším indexu lomu, která přenáší světlo ve směru své podélné osy viz.(obr. 22).

2.7 AFM

Mikroskopie atomárních sil AFM „atomic force microscopy“ je jednou z nejrozšířenějších metod v oblasti SPM mikroskopie, která slouží k zobrazování topografie povrchu vzorku a získá přehled o morfologii tenké vrstvy. Metoda dosahuje velmi vysokého rozlišení a výhodou této metody je vysoká zobrazovací rychlost s relativní nenáročností na čistotu zkoumaného povrchu /vzorku. AFM lze použít nejen k zobrazování, ale také k tvorbě struktur či zpracování povrchů v nanometrové oblasti, kde je možno studovat jak vodivé, tak i nevodivé vzorky.

PRINCIP AFM

Metoda této mikroskopie je založená na měření atomárních sil, která nám podává trojrozměrné zobrazení povrchu zkoumaného vzorku. AFM mikroskopy jsou mechanicky velmi pevné a bývají umístěny na antivibračních stolech, kde pohyb hrotem je zajištěn piezoelektrickým skenerem. K detekci slouží vzájemná meziatomová přitažlivost změny atomárních sil mezi hrotem a povrchem zkoumaného vzorku. Přesnost je podmíněna těsným přiblížením hrotu k povrchu, která způsobí ohnutí nosníku /raménka, na němž je upevněn hrot. Tyto odchylky jsou pak detekovány pomocí citlivého laserového svazku, který je ze zdroje směřován na raménko, od něho se odráží a dopadá na fotodetektor. Pokud se změní ohnutí nosníku, změní se i úhel dopadu laserového paprsku a proto svazek dopadne do jiného místa fotodetektoru.

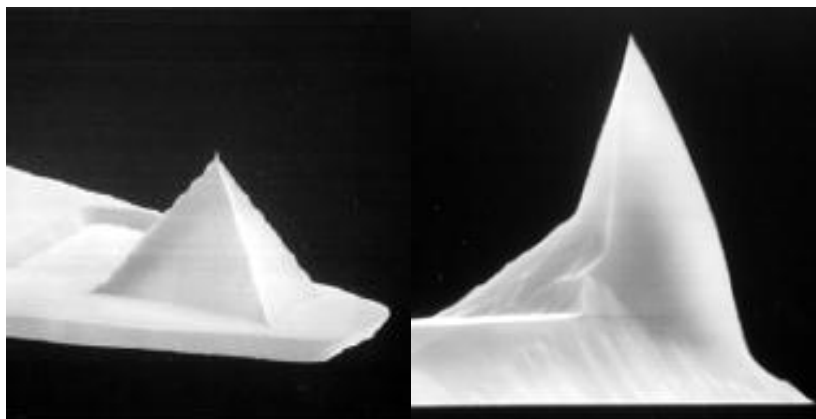


Obr. 23. Schéma mikroskopu AFM [30].



Obr. 24. Trojrozměrné zobrazení povrchu [29].

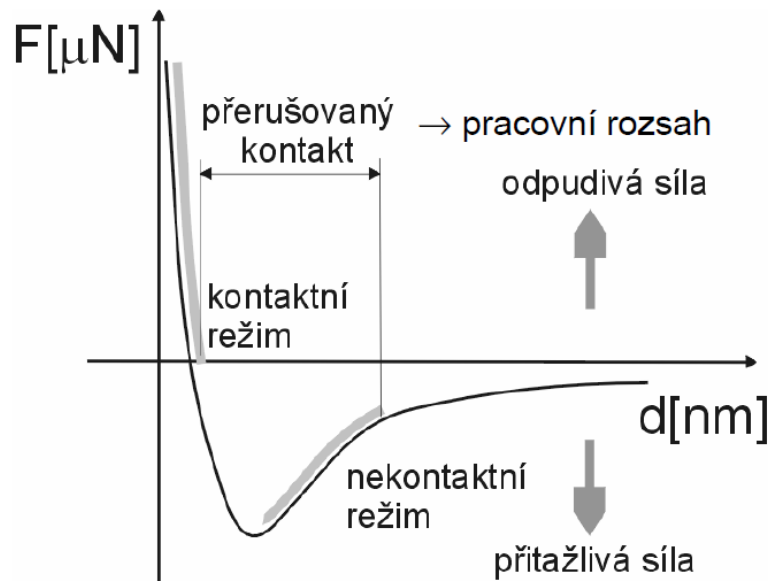
Základem AFM je velmi ostrý hrot, který se nachází na konci pružného raménka, ten je mírně vtlačován do zkoumaného vzorku a následkem působících sil je nosník ohnutý. Během měření hrot snímá povrch vzorku a v pravidelném rastru se pohybuje tak, že výška druhého konce nosníku je konstantní. Pokud je povrch vzorku nerovný, má nosník v různých místech vzorku různou velikost ohnutí.



Obr. 25. Ukázka pyramidového a konického tvaru hrotu [29].

Značný vliv závisí na použitém materiálu ze kterého je hrot zhotoven, ale i jeho geometrie v návaznosti na zkoumaný vzorek. Mezi hrotem a zkoumaným povrchem působí několik sil současně, obecně se uplatňuje van der Waalova síla, která závisí na vzdálenosti atomů. Pokud se hrot k povrchu přiblíží na vzdálenost, která je větší jak rovnovážná, atomy se mezi sebou odpuzují, ale v případě oddálení se začnou atomy přitahovat. Celková síla mů-

že být jak odpudivá, tak i přitažlivá v závislosti na vzdálenosti hrotu s povrchem snímaného vzorku.

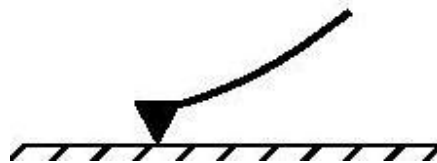


Obr. 26. Grafická závislost sil [30].

Podle toho zda AFM využívá přitažlivé či odpudivé síly rozlišujeme tři základní režimy:

➤ **Kontaktní režim**

Při snímání je hrot sondy v přímém kontaktu se vzorkem. Kontaktní způsob měření je vhodný pro tuhé vzorky. Nevýhodou této metody je, že hrot může poškodit vzorek. V kontaktním režimu působí mezi hrotem a zkoumaným vzorkem velké třecí síly.



Obr. 27. Kontaktní režim [28].

➤ **Nekontaktní režim**

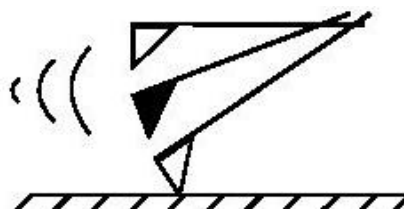
Při snímání u nekontaktního režimu není mezi hrotem a vzorkem přímý mechanický kontakt. Hrot a vzorek na sebe působí především skrz přitažlivé síly tak, že je nosník rozkmitáván a místo jeho ohnutí se měří velikost amplitudy oscilací při interakci hrot – povrch. Nekontaktní AFM je vhodný zejména pro měkké pružné vzorky, může zobrazovat i drsnější vzorky, ale sběr dat je pomalejší.



Obr. 28. Bezkontaktní režim [28].

➤ **Pokleповý režim**

Hybrid mezi kontaktním a bezkontaktním režimem se používá hlavně proto, aby se zabránilo riziku poškození vzorku. Nosník zde vibruje a hrot se pravidelně dotýká měřeného vzorku, čímž se redukuje vedlejší síly. Rovněž je vhodný pro pružné a plastické vzorky.

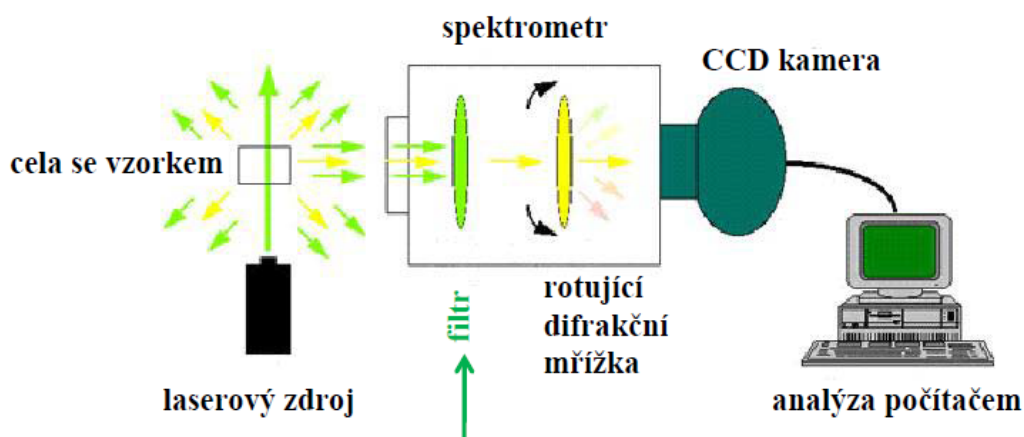


Obr. 29. Pokleповý režim [28].

2.8 Ramanova spektroskopie

Ramanova spektroskopie má široké využití v lékařském a chemickém odvětví, ať už k identifikaci různých chemických látek, analýzám a složení materiálů, polymerů atd. Můžeme ji využít k analýze pevných, kapalných i plynných látek a ke zkoumání jejich struktur a složení.

Ramanova spektroskopie je metoda, při níž je sledován jev mezi fotony dopadajícího světla s vibračními a rotačními stavy atomů nebo molekul. Rozptýlené záření má jinou vlnovou délku „energií fotonů“ než záření dopadající. Metoda je založena na pozorování neelastického rozptylu monochromatického záření. Během tohoto děje se vyměňuje energie mezi fotony a molekulou tak, že rozptýlený foton má vyšší nebo nižší energii. Rozdíl v energiích vyvolává tento jev a způsobuje změnu v rotaci a vibraci a ta nám dává informace o jejich energii.



Obr. 30. Základní uspořádání Ramanova spektrometru [33].

V Ramanově spektrometru je měřený vzorek osvětlen paprskem laseru a rozptýlené záření proniká do analyzátoru. Vnitřní filtr odstraní záření o stejné vlnové délce jako má laserový paprsek a ponechá jen záření s odlišnou vlnovou délkou. Monochromátor rozdělí záření podle vlnové délky a elektrooptické záření je převedeno na signál, který analyzuje počítač na kterém je grafické zobrazení intenzity záření u každé vlnové délky.

PRINCIP RAMANOVY SPEKTROSKOPIE

Princip Ramanového rozptylu je zářivý dvou-fotonový přechod mezi dvěma stacionárními vibračními stavy molekul. Kde energie E_1 a E_2 jsou vyvolány interakcí s fotonem s dopadajícím zářením o frekvenci ν_0 , provázeným vyzářením fotonu rozptýleného záření o frekvenci ν_r . Tento rozptyl si lze představit jako absorpci fotonu budícího záření molekulou, kdy molekula přechází na virtuální energetickou hladinu, a emisi sekundárního fotonu, za splnění podmínek o zachování energie:

$$h_{\nu_r} = h_{\nu_0} \pm (E_2 + E_1) \quad (20)$$

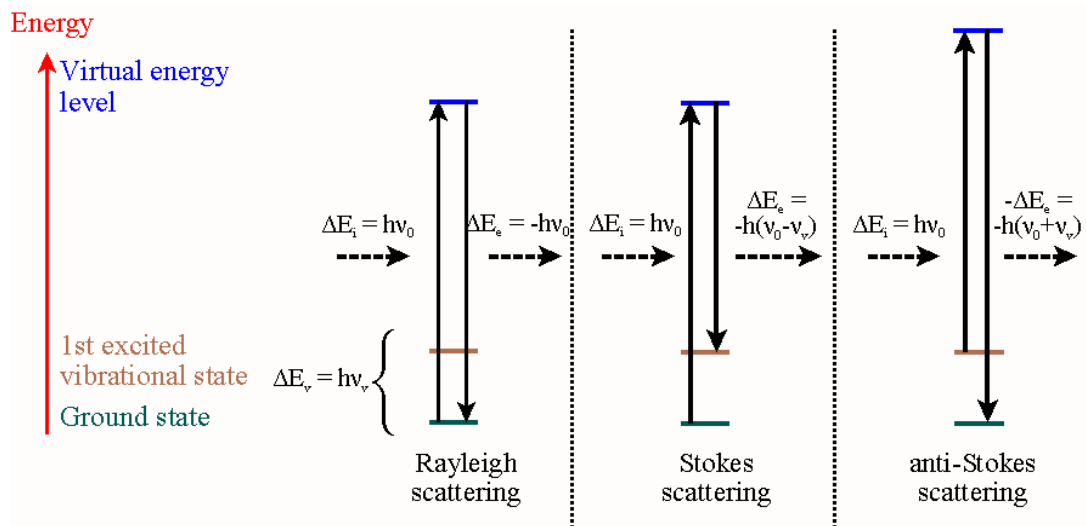
kde h – Planckova konstanta.

Používá se rozptyl laserového paprsku, kdy paprsek může s elektrony interagovat třemi způsoby:

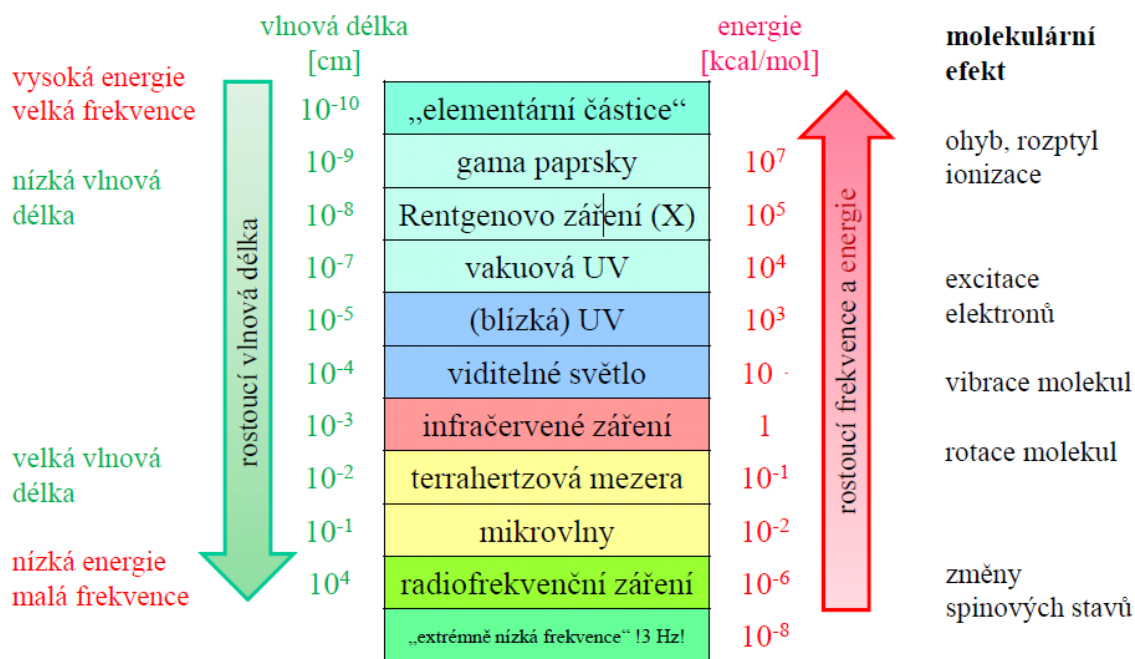
Rayleighův rozptyl – laserový paprsek excituje elektron v základním stavu do virtuálního stavu, a při návratu z virtuálního stavu zpět se vyzáří foton se stejnou vlnovou délkou, jakou měl původní foton.

Stokesův rozptyl – je záření s nižší energií a vyšší vlnovou délkou. Pokud se elektron po excitaci do virtuálního stavu vrátí do vyšší kvantové hladiny, než z které byl předchozí elektron vyražen, vyzáří se foton s větší vlnovou délkou.

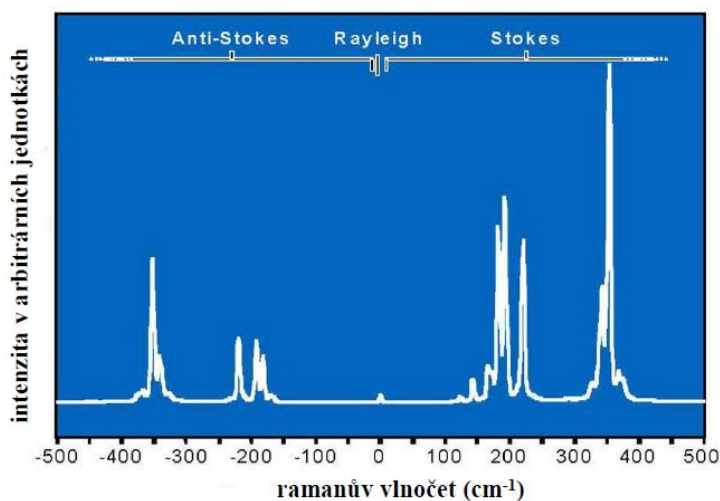
Anti-Stokesův rozptyl – má vyšší energii s kratším zářením vlnové délky. V tomto případě je to naopak, pokud se elektron původně nenacházel v základním stavu, ale na vyšší hladině a vrací se na základní hladinu, vyzáří se foton s menší vlnovou délkou. [31]



Obr. 31. Schéma Rayleighova, Stokesova, Anti-Stokesova rozptylu [33].



Obr. 32. Spektrum elektromagnetického záření a jeho molekulární efekty [33].



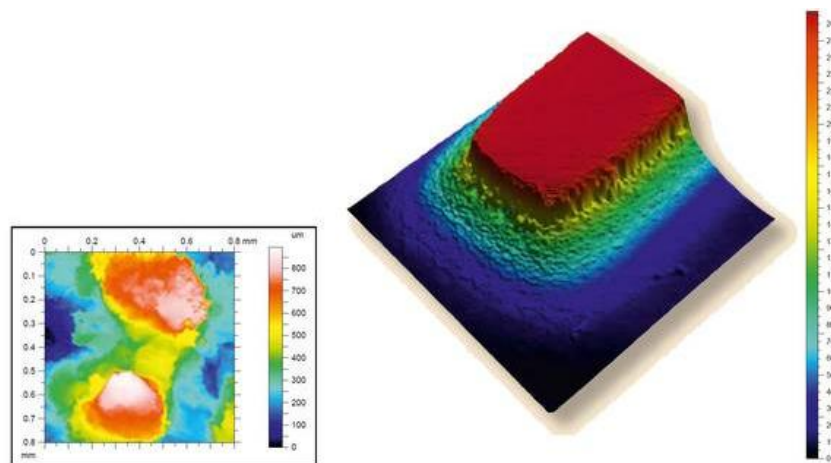
Obr. 33. Grafické znázornění Ramanova spektra [33].

Srovnání vlnových délek v Ramanově spektru – Rayleighových, Stokesových a Anti-Stokesových.

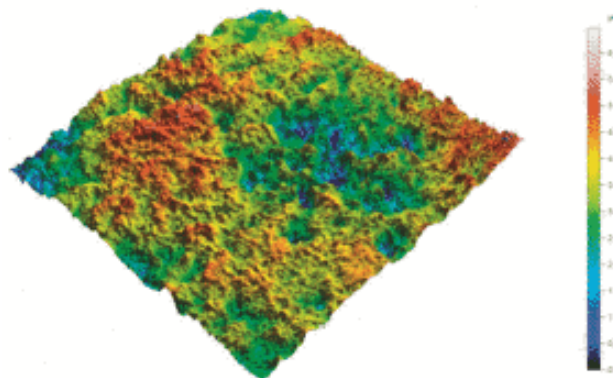
2.9 Konfokální 3D mikroskop

Konfokální mikroskop je vysoce přesný pro 3D optickou analýzu zkoumaného povrchu jak v laboratorních podmínkách, tak i v továrním využití. Využívají se ve vědeckých a průmyslových oblastech a jsou určeny zejména k prostorovému zobrazení a k inspekci reliéfu zkoumaného povrchu s rozlišovací schopností v nanometrech. Většinou díky výkonnému softwarovému vybavení umožňuje velice rychlé bezkontaktní 3D měření a podává nám velice spolehlivé topografické výsledky. Konfokální 3D mikroskopy se hojně využívají v automobilovém průmyslu, ale jejich uplatnění je především pro výzkumné aktivity, které se pohybují v oblastech mikro – nano technologií.

3D optické zařízení pro měření a analýzu povrchů z metrologického hlediska nám dokáže podat vysoké zvětšení se zorným polem 160 x 160 mikrometrů, přičemž rozlišovací schopnost v souřadnicovém systému x a y je 1 mikrometr a v ose z 1 nanometr. [34]



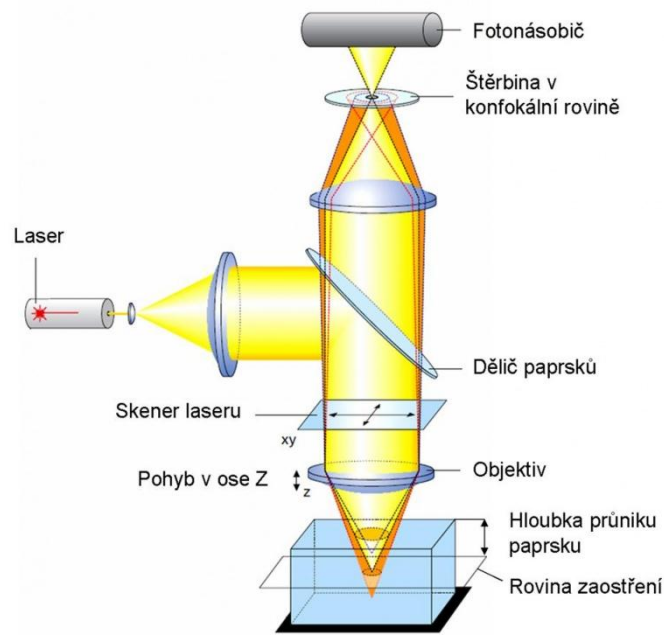
Obr. 34. Schéma analyzovaného povrchu [34].



Obr. 35. Grafické znázornění struktury povrchu [34].

PRINCIP KONFOKÁNIHO 3D MIKROSKOPU

Díky bodovému rastrování laserového paprsku a konfokálnímu principu je dosaženo 3D/trojrozměrné zobrazení povrchu. Konfokální optika představuje systém, kde je v místě opticky sdruženém s polohou zaostření (konfokální rovina), umístěna clona se štěrbinou. Tato štěrbinu odstraňuje světlo přicházející z míst mimo polohu zaostření (obr. 36), tedy z míst mimo obrazovou rovinu objektivu. Díky tomu se část, kde bylo světlo na vzorku odstraněno, zcela zatemní a prostorový vzorek je možné rozdělit na optické řezy - tedy snímat roviny zaostřených bodů v optické ose (osa Z). Softwarovým složením optických řezů pak vznikají výškové obrazy. Naproti tomu v běžném optickém mikroskopu se světlo přicházející z jiných částí než z roviny zaostření překrývá se světlem tvořícím obraz a celý obraz se tím rozmazává.



Obr. 36. Schéma konfokálního mikroskopu.

3 CÍL DP

Cílem DP je měření tloušťky nanesených vrstev na připravených vzorcích a porovnání výsledků měření mezi sebou, ale i popis jejich spolehlivosti, přesnosti a uplatnitelnosti v rámci industriálních aplikací. Konečným závěrem DP by měl být návrh řešení pro konkrétní situace v plastikářských provozech, na jejichž „objednávku“ vzniklo zadání této DP.

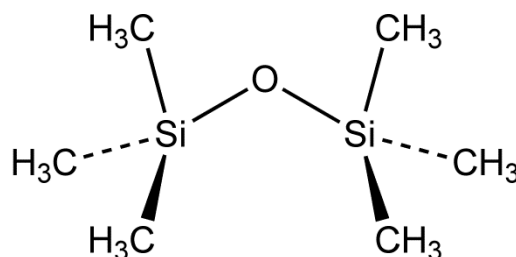
II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 PŘÍPRAVA VZORKŮ

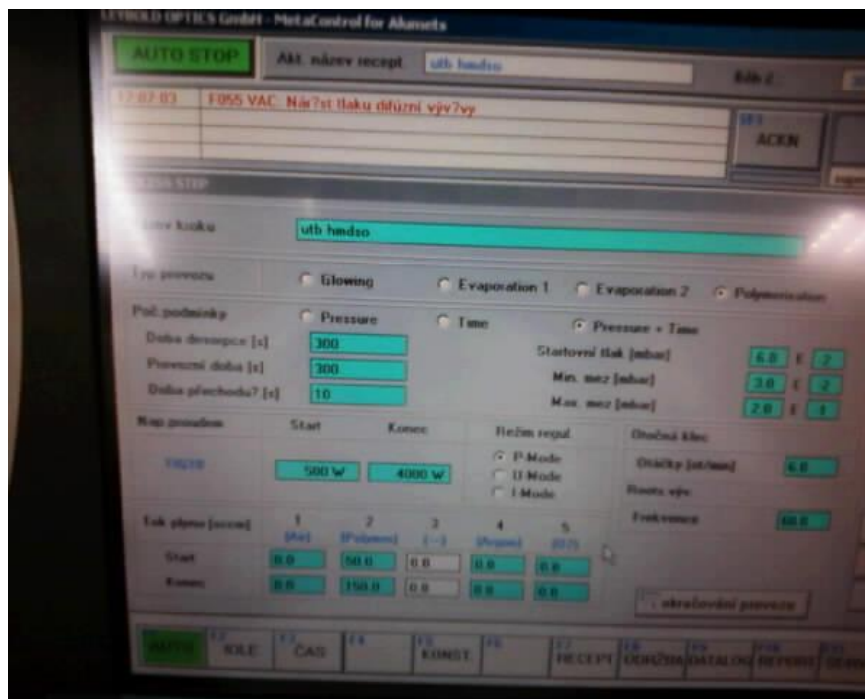
Pro přípravu vzorků byla využita vakuová komora LEYBOLD OPTICS za pomoci, které jsme nanášeli monomer HMDSO „Hexamethyldisiloxane“, což je organosilikonová sloučenina s rovnicí $O[Si(CH_3)_3]_2$. Tenké vrstvy se aplikovaly ve vakuové komoře na předem připravené desky, kdy jsme polovinu vzorku zastínili/maskovali krycí fólií LDPE. Režim nanosení vrstvy byl prováděn ve dvou variantách s proměnným parametrem doby nánosování 5 a 10 minut. Důvodem byla snaha o přípravu odlišných tloušťek vrstev na vzorcích. Ostatní parametry (potenciálně také ovlivňující tloušťku vrstvy byly konstantní).



Obr. 37. Vakuová komora LEYBOLD OPTICS.



Obr. 38. Monomer HMDSO.



Obr. 39. Display vakuové komory – nastavení podmínek.

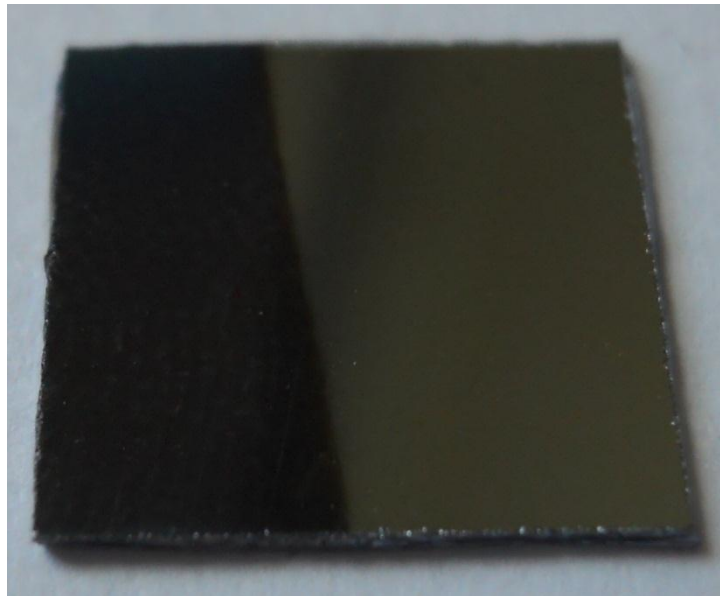
4.1 Identifikace vzorků

- Byly připraveny polymerní vzorky GPPS a SAN desek o rozměrech 30x50mm.



Obr. 40. Nánosované vzorky GPPS a SAN.

- Křemíkový wafer o rozměrech 10x10mm.



Obr. 41. Nánosovaný vzorek křemíkový Wafer.

Pro snadnější identifikaci v jednotlivých kapitolách prováděných zkoušek budou vzorky značeny následovně:

- „A“ – vzorek GPPS nánosovaný 5 minut při 4 kW
- „B“ – vzorek GPPS nánosovaný 10 minut při 4 kW
- „C“ – vzorek SAN nánosovaný 5 minut při 4 kW
- „D“ – vzorek SAN nánosovaný 10 minut při 4 kW
- „E“ – vzorek Si waferu nánosovaný 5 minut při 4 kW
- „F“ – vzorek Si waferu nánosovaný 10 minut při 4 kW

Nutno podotknout, že ne při všech hodnoceních byly s technických i časových důvodů změřeny všechny vzorky. Důvodem byl prostý fakt, že některými metodami nelze měřit přímo rozhraní vrstvy a v rámci principu měření současně vyžadují téměř ideální reflexi - právě v těchto případech byly pro změření tloušťky vrstvy použity pomocné křemíkové waferu nánosované a připravované v komoře za shodných podmínek jako vzorky průmyslově vyráběných desek. Konkrétně bylo nutno použít Si waferu jako pomocného média v případě měření na interferenční sondě a metodou AFM.

5 VÝSLEDKY A DISKUZE ZVOLENÝCH METOD

Následující kapitola se věnuje konkrétně pracovním postupům použitých metod, které jsou popsány v teoretické části diplomové práce. Rovněž jsou zde uvedeny zpracované výsledky měření a popsán proces jednotlivých metod s interpretací výsledků.

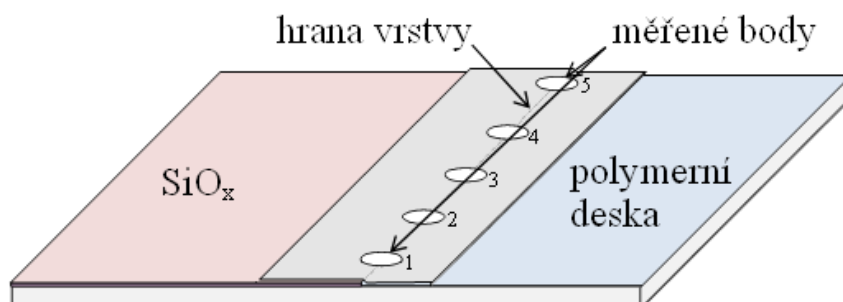
5.1 INTERFERENČNÍ MIKROSKOPIE

Měření tloušťek vrstev SiO_x bylo prováděno na interferenčním mikroskopu Epival Interfacco. Byly analyzovány vzorky polymerních desek A, B, C, D, o velikost 30 x 50 mm. Vzorky byly z jedné strany napařeny reflexní hliníkovou vrstvou.



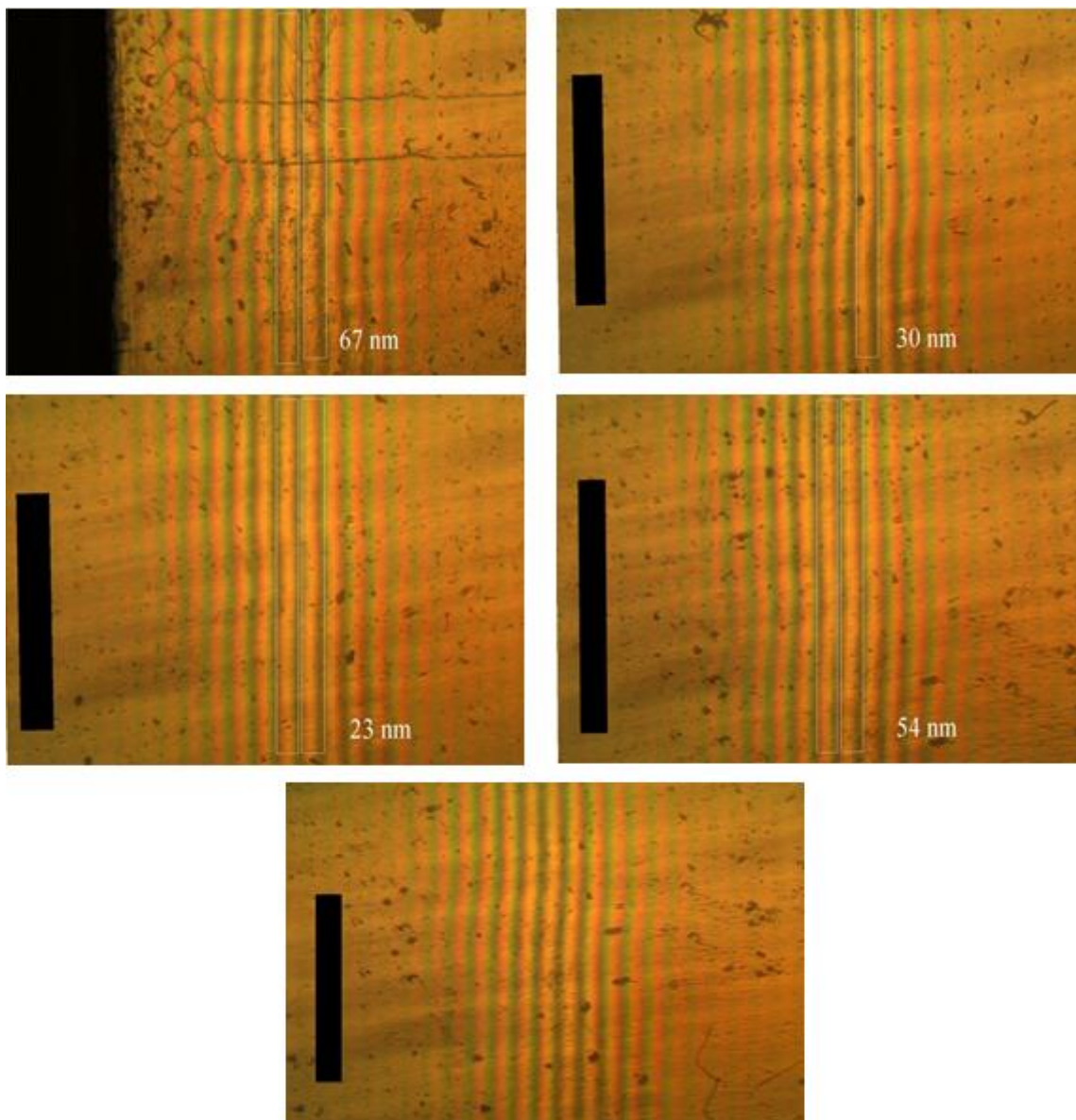
Obr. 42. Interferenční mikroskop Epival Interfacco [10].

Měření tloušťky vrstvy bylo prováděno na hraně deponované vrstvy v pěti bodech (obr.43). Jednotlivé pozice hodnocení tloušťek vrstev jsou uvedeny na snímcích (obr. 44 – 47).



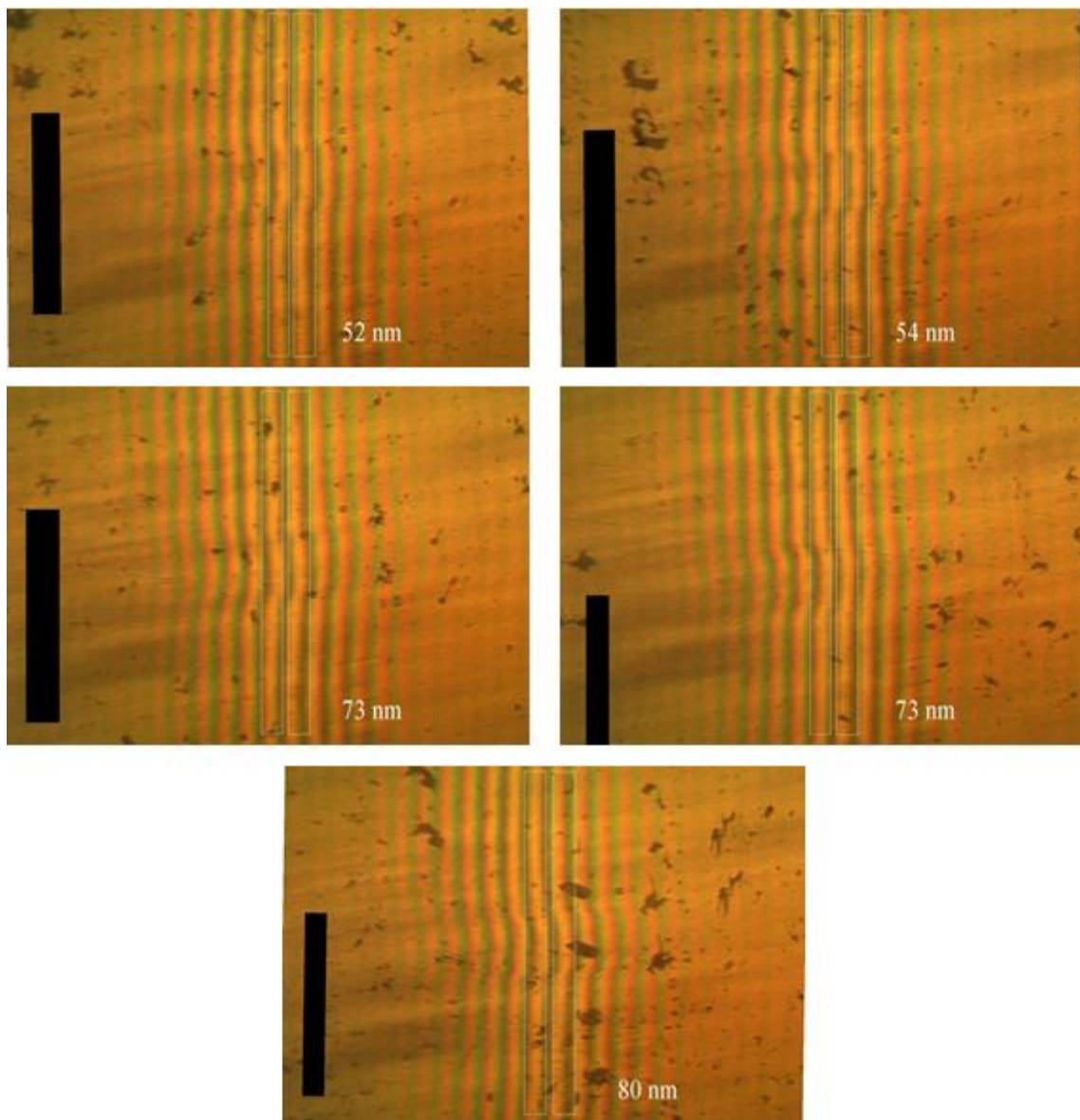
Obr. 43. Znárodnění měřených hodnot.

Interferenční proužky pěti naměřených hodnot vzorku A



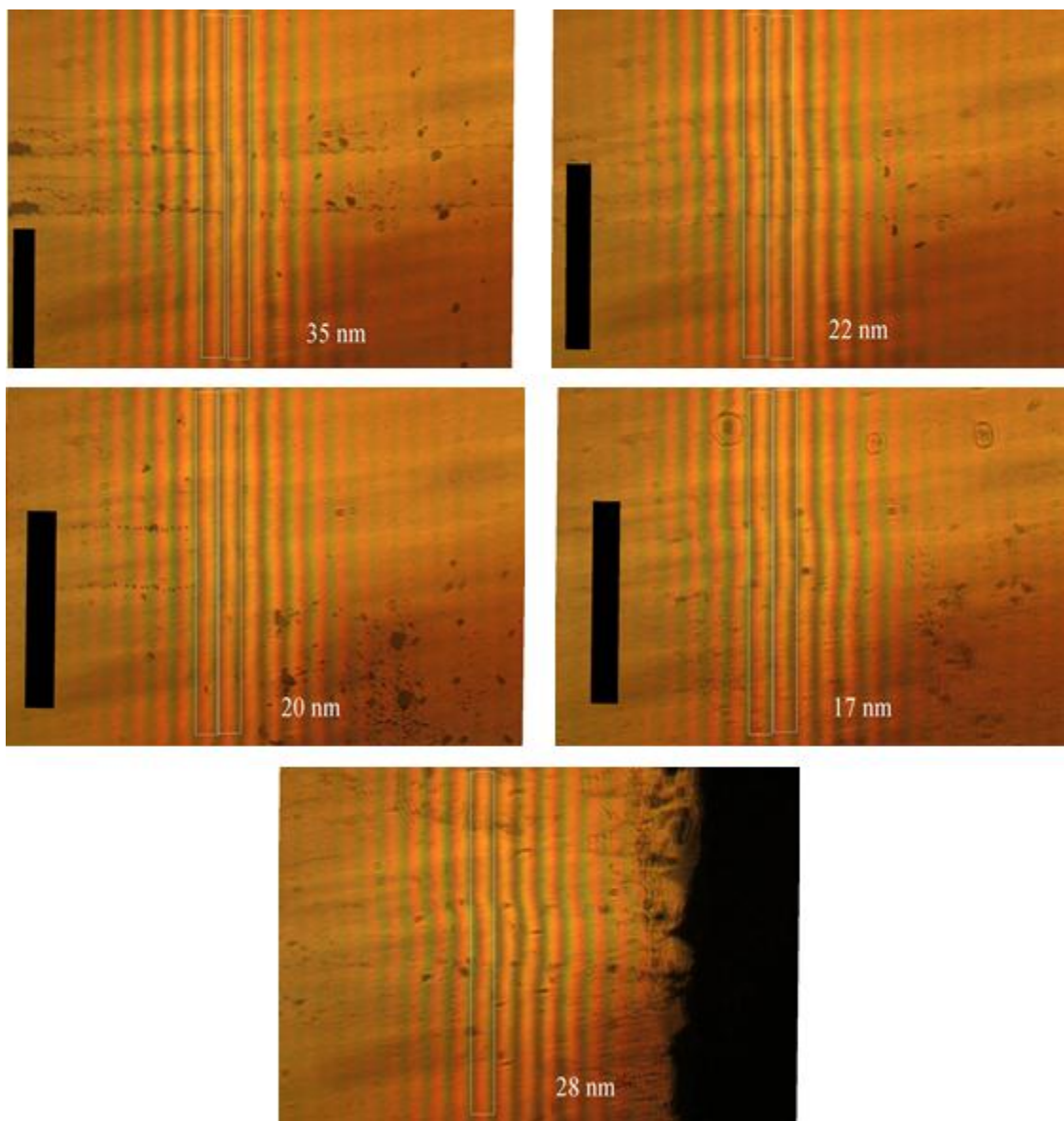
Obr. 44. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku A.

Interferenční proužky pěti naměřených hodnot vzorku B



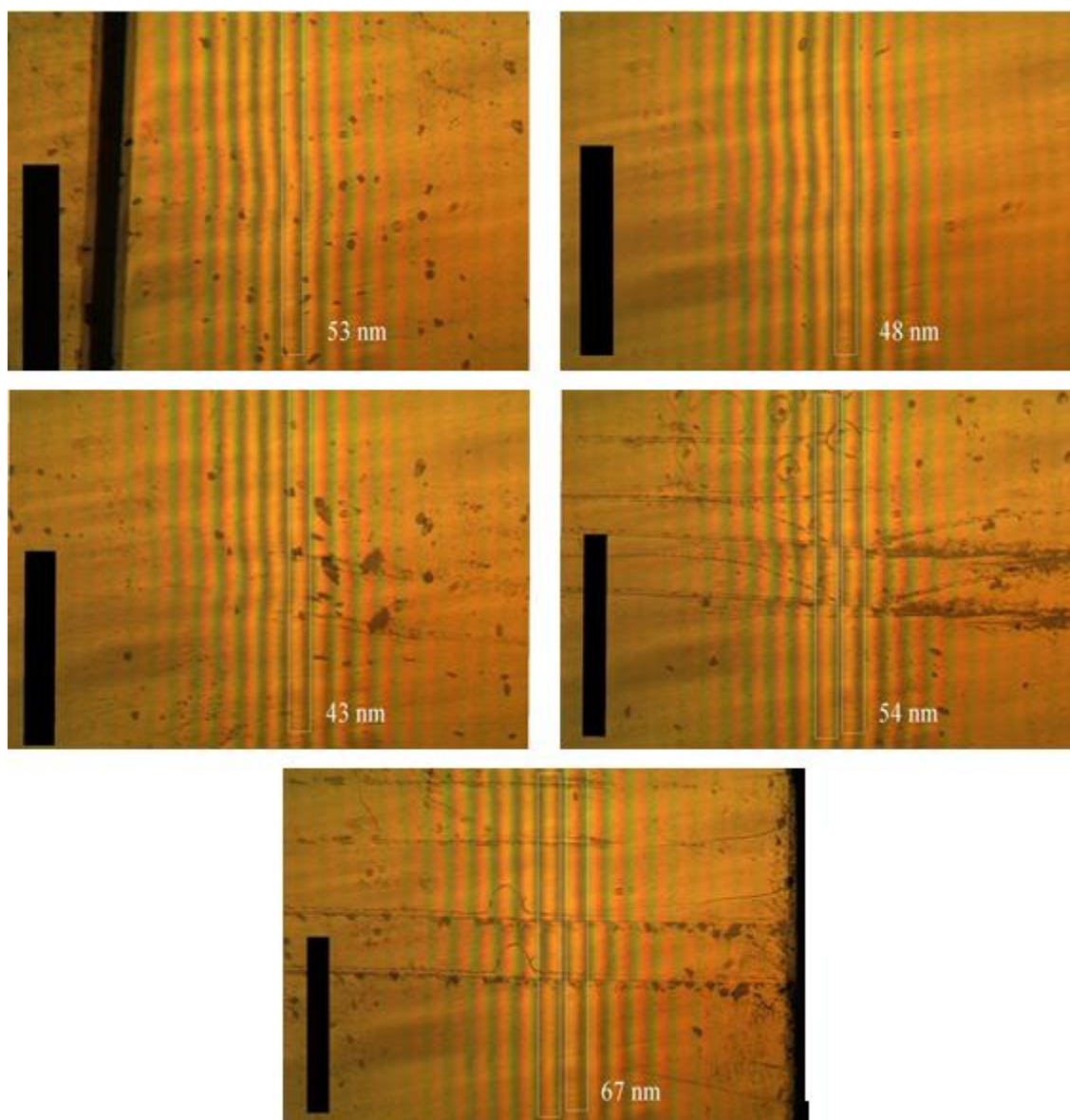
Obr. 45. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku B.

Interferenční proužky pěti naměřených hodnot vzorku C



Obr. 46. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku C.

Interferenční proužky pěti naměřených hodnot vzorku D

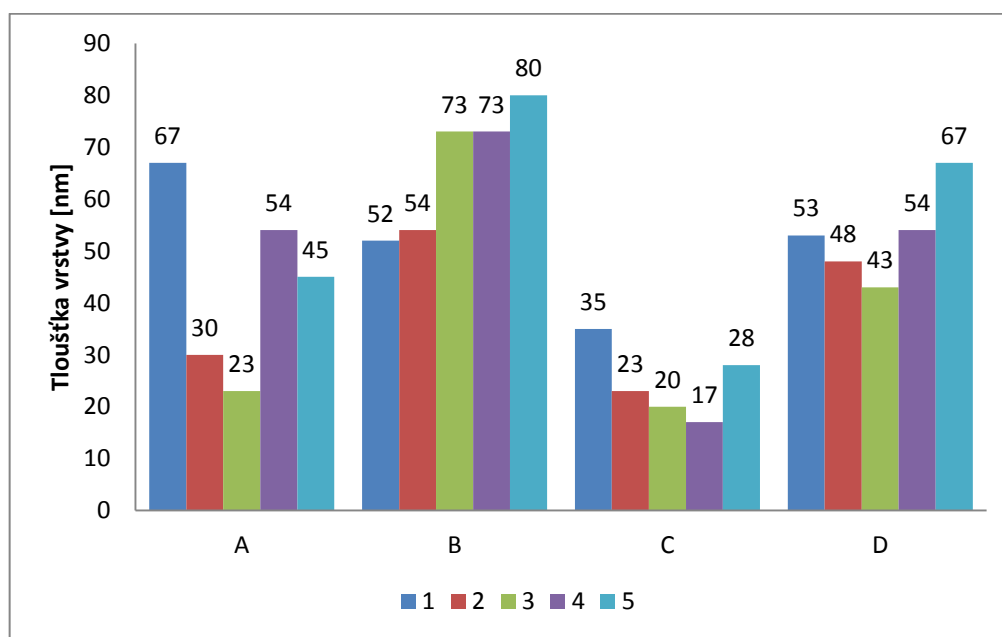


Obr. 47. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku D.

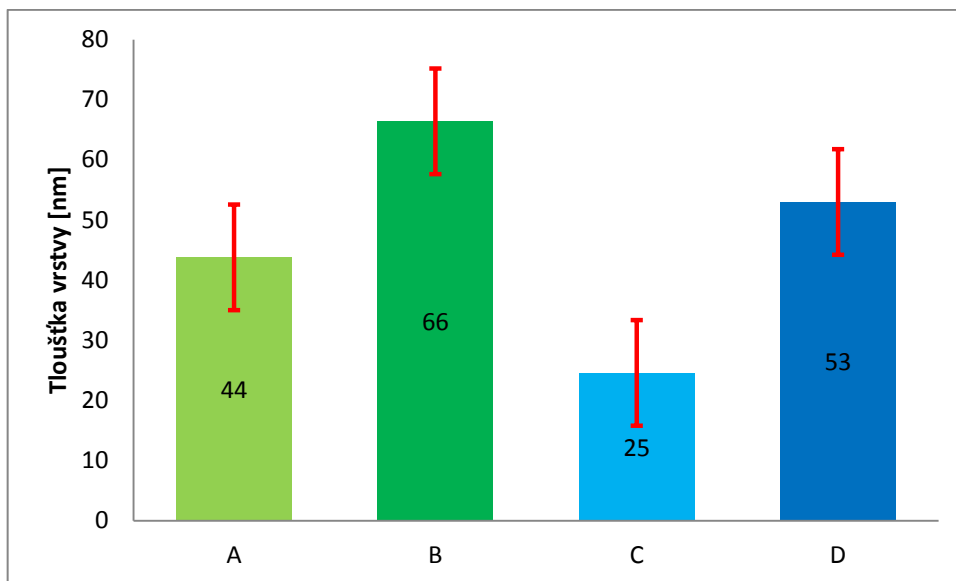
Díky odečtů na hranici citlivosti této metodiky bylo nutno k odečtu tlouštěk přistupovat maximálně důkladně. I když měření bylo na hranici, očekávané přesnosti se pohybovaly ± 10 nm. V tabulce byly vyčísleny hodnoty polymerních vzorků A, B, C, D, u jednotlivých snímků.

Tab. 1. Výsledky měření tlouštěk vrstev interferenčním mikroskopem.

Vzorek		A	B	C	D
měřené body	1	67	52	35	53
	2	30	54	23	48
	3	23	73	20	43
	4	54	73	17	54
	5	45	80	28	67
Průměrná hodnota [nm]		44	66	25	53



Obr. 48. Grafické znázornění měření interferenčním mikroskopem.



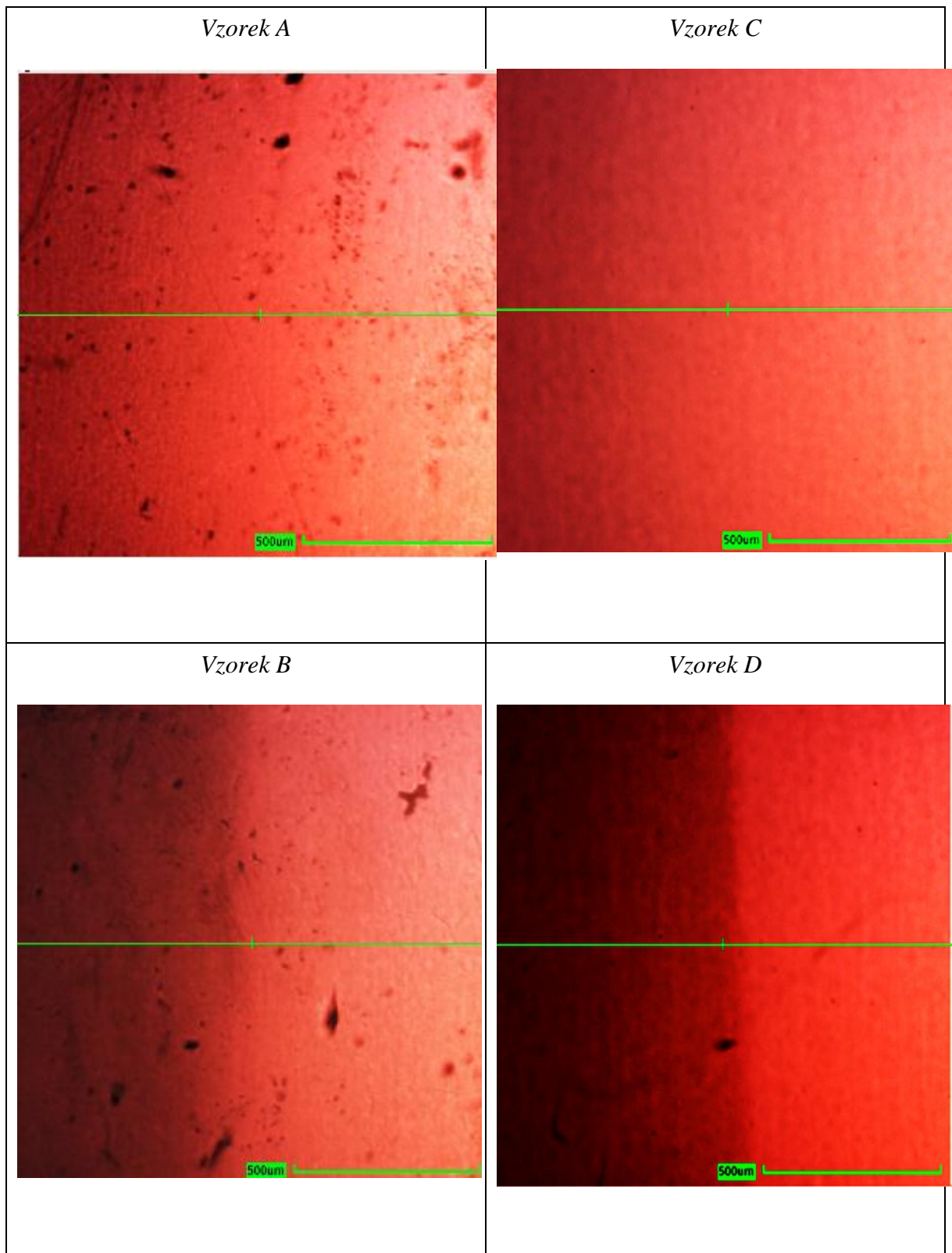
Obr. 49. Průměrná tloušťka vrstvy – měřeno interferenčním mikroskopem.

VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

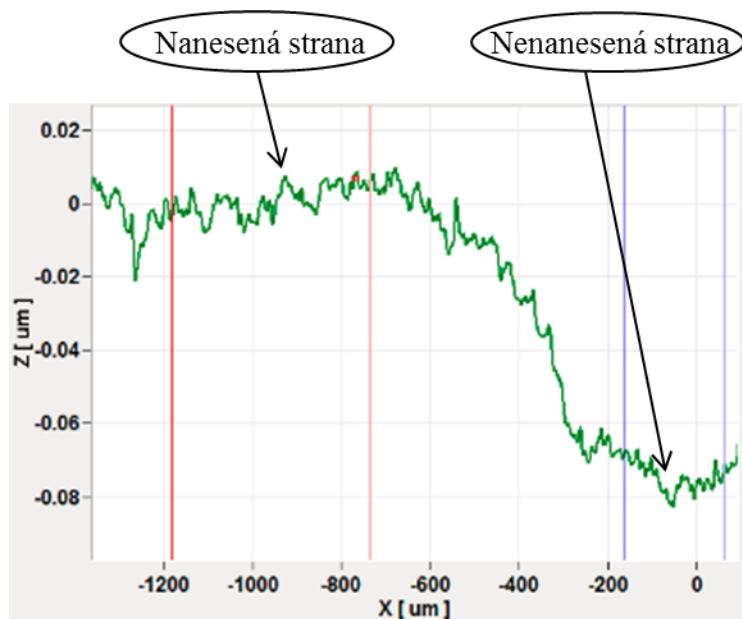
- Všechna měření vzorků A až D prokázala poměrně vysoký rozptyl naměřených hodnot. U každého vzorku bylo provedeno 5 měření a přesnost se pohybuje v rozmezí 1 - 10nm.
- Vzorky A a B (GPPS) vykazaly vyšší tloušťku deponované vrstvy ; naopak vzorky C a D (SAN) tloušťku nižší. Závislost tloušťky vrstvy na době depozice byla tedy zřetelně prokázána.
- Při měření bylo možno pozorovat nehomogenity v tloušťce vrstvy u okrajů destiček/vzorků - pravděpodobně způsobené určitou turbulencí plasmatu právě v těchto místech – mění se rychlost a směry proudění a tím i depoziční efekt.
- Také způsob zamaskování nenásované strany vzorků měl vliv na homogenitu vrstvy a na ostrot rozhraní. Pokud maska dostatečně nepřiléhala, tak bylo rozhraní postupné, neostré a ohyb interferenčních proužků byl neostrý.
- Celkově lze konstatovat, že tato metoda poskytuje sice relevantní data a je bezproblémově použitelné, ale její aplikace při praktických použití je složitá a časově poměrně náročná.

5.2 PROFILOMETRICKÁ METODA

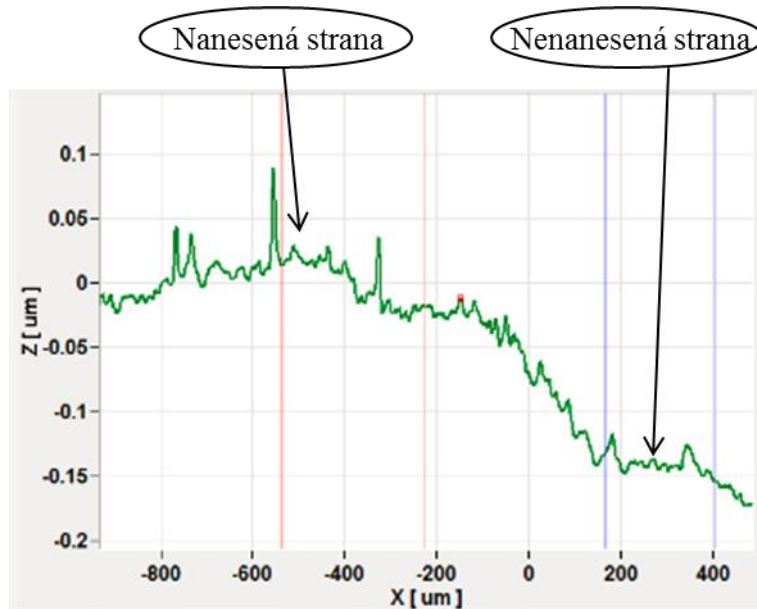
Profilometrické měření se uskutečnilo u firmy Aep Technology, Inc., v USA na zařízení NanoMap -D. Bez naší přítomnosti se analyzovaly polymerní vzorky A, B, C, D. Měření vzorků E a F nebylo provedeno, protože se jedná o metodu kontaktního a optického měření na rozhraní vrstvy. Zařízení NanoMap-D kombinuje mechanický a optický princip. Měření bylo prováděno na rozhraní vrstvy v úseku cca 1,2 mm, který představuje osu x. Osa y není pro nás důležitá, protože se nám nejednalo o kompletní zmapování struktury povrchu na rozhraní, ale pouze o stanovení tloušťky vrstev. Přesto lze na obrázku 50. vidět strukturu povrchu a rozhraní vrstvy i v ploše cca 1,2 x 1,2 mm. Zelená čára potom označuje měřený úsek v ose x – tedy úsek pohybu hrotu mechanické části profilometru. Rychlost pohybu hrotu byla při měření 100 $\mu\text{m/s}$ a frekvence odečtu hodnot 100 za sekundu.



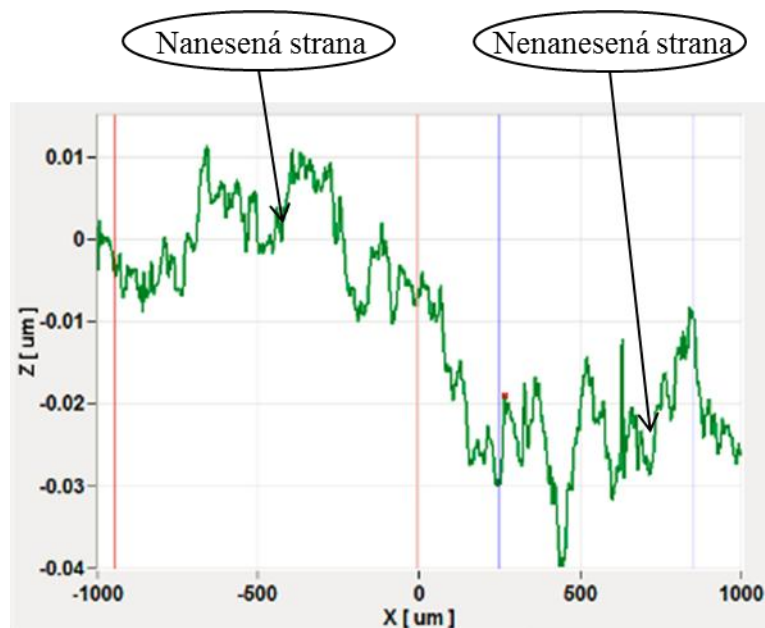
Obr. 50. 2D snímek povrchu snímaných vzorků A, B, C a D s vyznačením měřeného úseku pohybu mechanického hrotu.



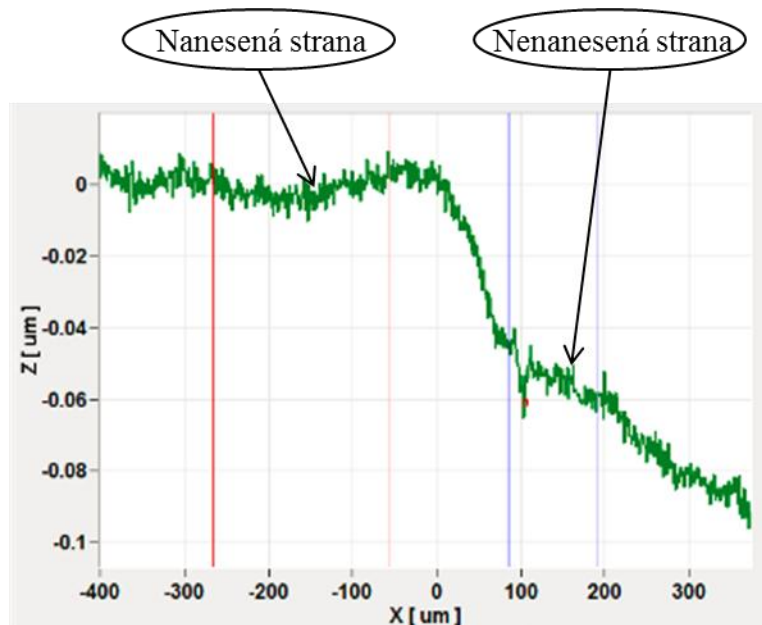
Obr. 51. Grafický průběh profilometrického měření vzorku A.



Obr. 52. Grafický průběh profilometrického měření vzorku B.



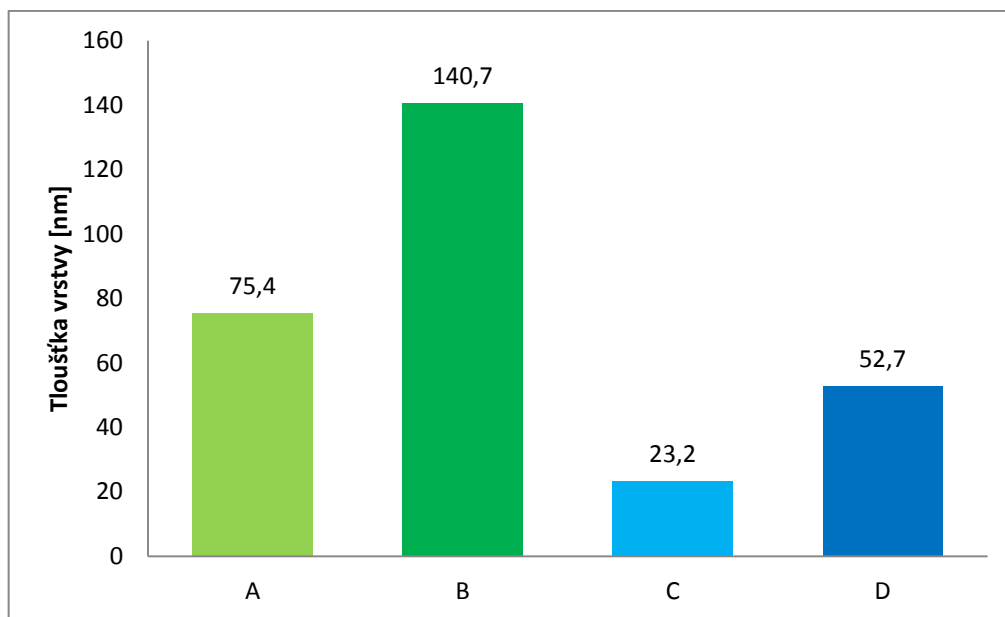
Obr. 53. Grafický průběh profilometrického měření vzorku C.



Obr. 54. Grafický průběh profilometrického měření vzorku D.

Tab. 2. Výsledky měření tloušťky vrstvy profilometrickou metodou.

Vorek	A	B	C	D
Tloušťka vrstvy [nm]	75,4	140,7	23,2	52,7



Obr. 55. Grafické vyjádření získaných hodnot tlouštěk vrstev profilometrickou metodou.

VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

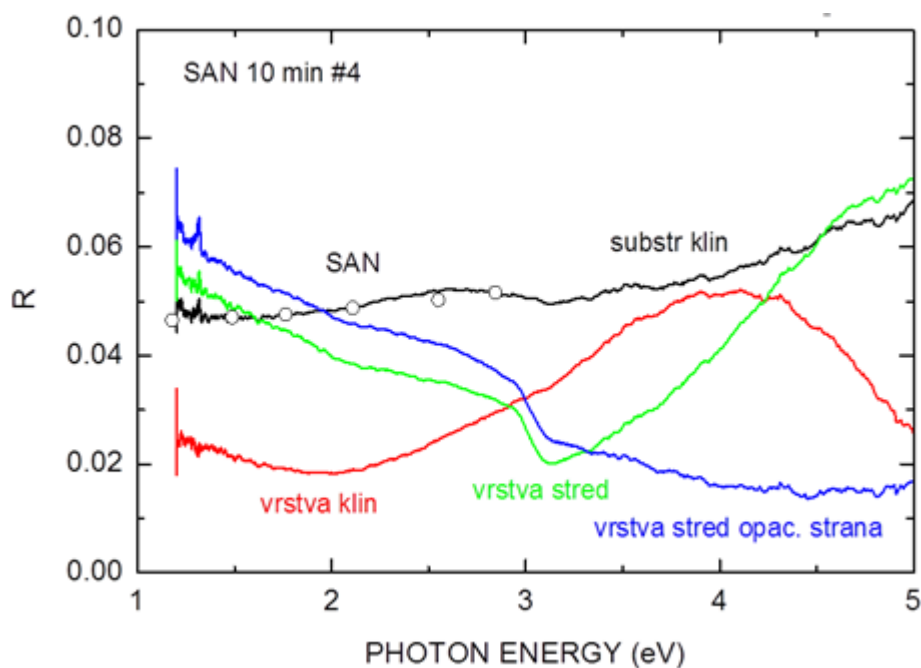
- Z výsledků jednoznačně vyplývá, že tloušťka deponované vrstvy roste s dobou expozice v komoře.
- 2D snímky povrchu při bližším prozkoumání ukazují viditelné přechodové rozhraní mezi nánosovanou a zamaskovanou stranou vzorku. Nicméně je třeba podotknout, že rozhraní není zásadně ostré – toto může být způsobeno jednak nedokonalostí zamaskování nebo také jakousi turbulencí rozptýleného monomeru právě na rozhraní maskování.
- V relaci s výsledky interferenční mikroskopie byly naměřeny vyšší tloušťky nánosu u vzorků C a D (SAN) než u vzorků A a B (GPPS).

- S přihlédnutím k výše uvedenému lze mechanickou profilometrii (při vhodně zvolené úsekové délce měření) velmi výhodně použít pro dané cílové aplikace ; navíc průběh měření je časově nenáročný a spolehlivý.
- 2D snímky (skeny) současně poskytují dostatečně průkazné informace o kvalitě a struktuře přechodu, ale také poměrně důležité poznatky (i když jen nepříliš zřetelné) o topografii povrchu.
- Z grafu mechanické části profilometru můžeme také částečně usuzovat, že doba depozice (tloušťka nánosu) má vliv na samotnou strukturu povrchu. Jinými slovy – zdá se, že s rostoucí tloušťkou deponované vrstvy dochází k určitému „zahlazení“ povrchových nerovností. Ale to je prozatímní dohad a bude třeba jej ověřit.
- Při interpretaci výsledku je třeba brát v úvahu skutečnost, že z pochopitelných důvodů bylo na každém vzorku provedeno jen jedno měření. Pro korektnější závěry by bylo třeba podstatně rozsáhlejšího zkoumání. To ale nic nemění na skutečnosti, že mechanická profilometrie (nejlépe v kombinaci s optickým vyhodnocením) poskytuje všechny potřebné informace.

5.3 SPEKTROSKOPIE

Základní orientace ve spektrech v rámci prováděného měření

Měření bylo prováděno na ústavu kondenzovaných látek Masarykovy Univerzity Brno. Přístrojové vybavení byl širokopásmový vláknový NIR/VIS/UV spektrometr Avantes AvaSpec 2048. V rámci prvního náměru byl náhodně vybrán vzorek D, jehož grafické znázornění je v následujícím obrázku.



Obr. 56. Grafický průběh spektroskopického měření vzorku D.

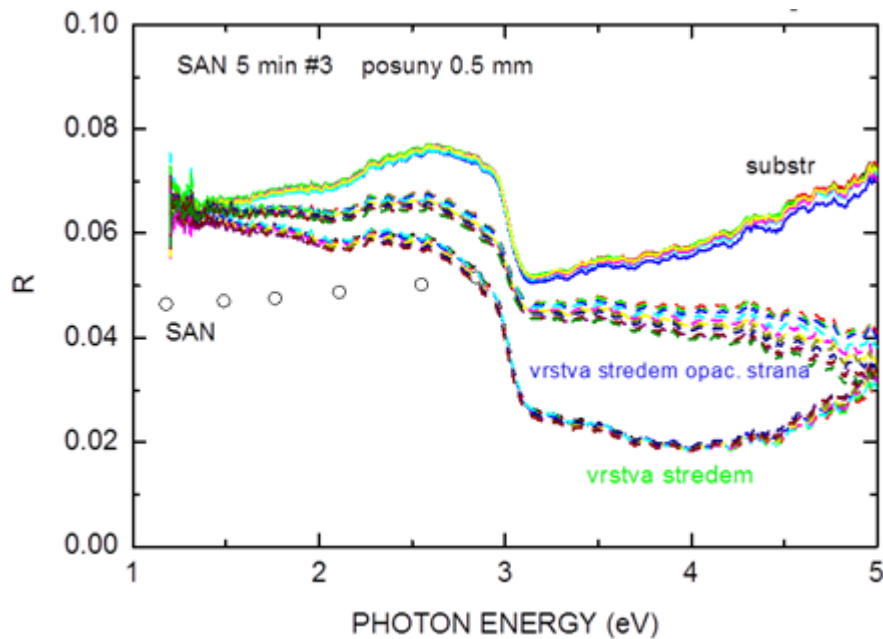
K optimálnímu posouzení bylo nejprve nutno vybrat tu část širokopásmového elektromagnetického záření, které poskytuje co nejvyšší míru odrazivosti (reflektivity) na rozhraní vrstev (materiálů). Protože předem nebyl parametr odrazivosti R znám, byl vzorek vystaven záření v rozsahu energie fotonu 1-5 eV, což odpovídá vlnovým délkám elektromagnetického záření 175-3300 nm. Nejprve byla změřena odrazivost strany vzorku - bez nánosu (černá křivka); dále byla měřena nánosovaná část vzorku a to z obou stran (modrá a zelená křivka v obrázku); jako poslední bylo provedeno měření v nánosované části, ale v oblasti vytvořeného zářezu/klínu.

Energie fotonu do zhruba 1,9 eV spadají do blízké infračervené oblasti (NIR), 1,9-3 eV je oblast viditelná (VIS), nad 3 eV ultrafialová (UV). Ve spektrech pod 3,1 eV se pro vzorky

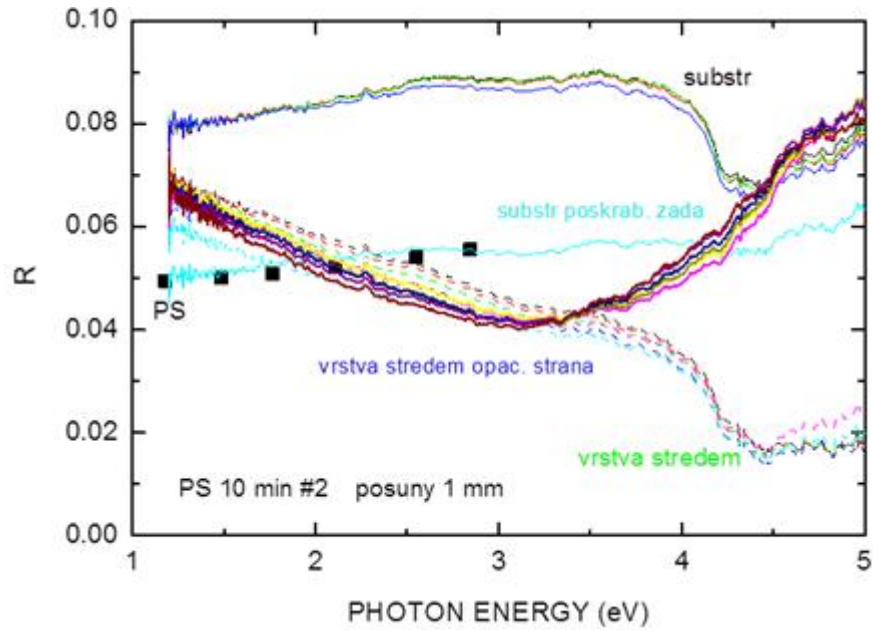
C a D (a pod 4,25 eV pro vzorky A a B) objevoval schodek reflektivity R , způsobený (nekoherentními) odrazy od zadní strany vzorku. Měření propustnosti tuto identifikaci potvrdilo. Reflexní spektra v místech pokrytých vrstvou ukázaly zřetelnou interferenci, index lomu vrstvy byl očividně menší než index substrátu.

Odrazivost vypočtená z tabulkových hodnot indexu lomu pro materiál SAN-vzorek D (změřená v propustné oblasti metodou minimální deviace) je vyznačena kroužky. Jako „klín“ je označeno místo na okraji vzorku, kde byla strana odvrácená od měřicí sondy zbrušena do klínového tvaru, aby byly omezeny reflexe na zadní straně.

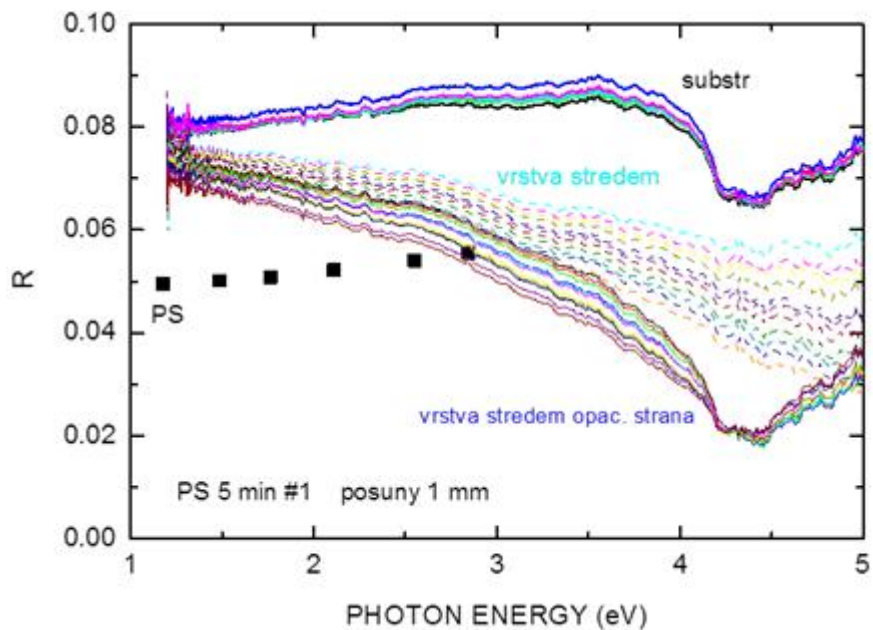
Následují grafické výsledky reflexních spekter zbývajících vzorků A, B a C změřené na více místech vzorků:



Obr. 57. Odrazivostní spektra naměřená v různých místech vzorku C.



Obr. 58. Odrazivostní spektra naměřená v různých místech vzorku B.

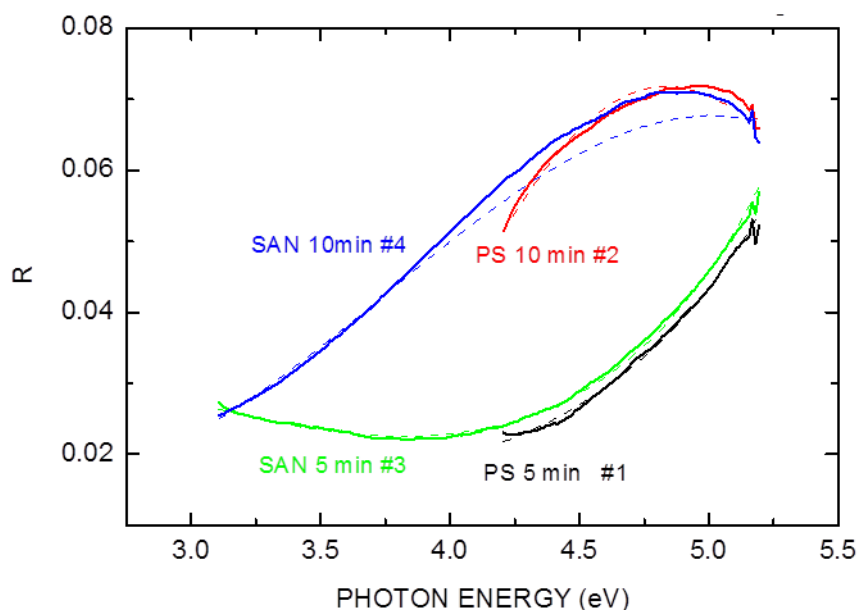


Obr. 59. Odrazivostní spektra naměřená v různých místech vzorku A.

Rozbor dat na těchto vzorcích vedl k závěru, že pro další zpracování je vhodná ultrafialová oblast, ve které je substrát nepropustný a data nejsou ovlivněna (špatně definovanými) odrazy na zadní straně vzorku.

Tloušťky vrstev na čtyřech vzorcích z reflektivity v ultrafialové oblasti

Byla proměřena reflektivita způsobem popsaným v předchozí části pro čtyři vzorky, vždy ve středu plochy pokryté vrstvou, na straně se silnějším pokrytím. V obrázku jsou naměřené a modelové reflektivity, dávající tloušťky vrstev uvedené v tabulce. Nejistota v určení tloušťky z jednotlivých spekter je zhruba ± 2 nm, vzorky jsou ovšem nehomogenní a výsledky závisí na měřeném místě.

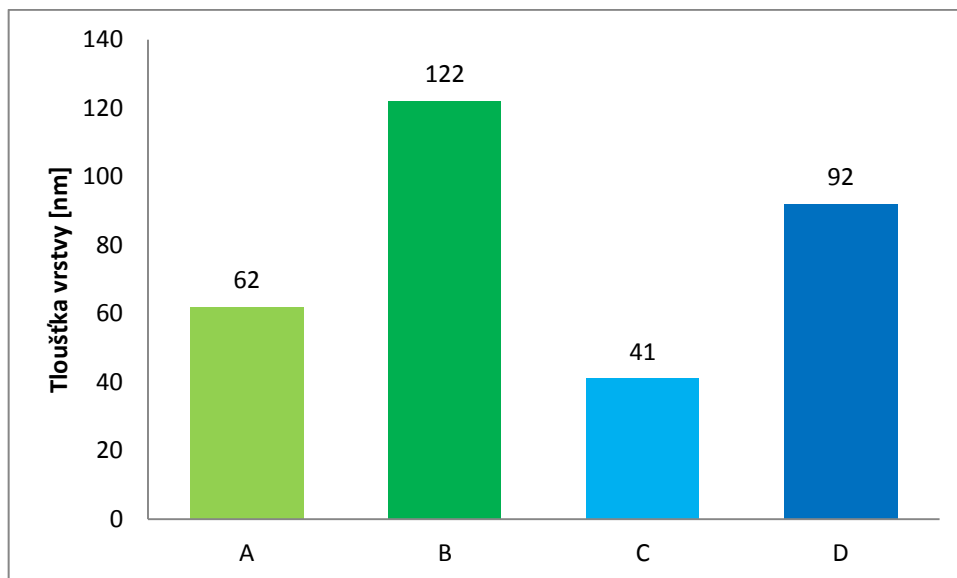


Obr. 60. Změřená (plné čáry) a modelová (čárkované čáry) reflexní spektra v oblasti, ve které je substrát neprůhledný vzorků A, B, C, D.

Segmenty naměřených spekter z obrázku v ultrafialové oblasti byly proloženy modelovými závislostmi, ve kterých byla proměnná tloušťka a parametry Lorentzova modelu optické odezvy vrstvy.

Tab. 3. Výsledky tloušťky vrstev spektroskopickou metodou.

Vzorek	A	B	C	D
Tloušťka vrstvy [nm]	62	122	41	92



Obr. 61. Grafické znázornění tloušťek vrstev - měřeno spektroskopickou metodou.

VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

- Spektra byla analyzována pomocí programů vyvinutých na Ústavu fyziky kondenzovaných látek. Tloušťky a optická odezva substrátů a vrstev vycházejí z proložení (fitu) datových souborů pomocí modelu tenké vrstvy na polonekonečném substrátu.
- Měření v UV oblasti jednotlivých vzorků ukázala relativně vysokou nehomogenitu deponovaných vrstev.
- Opět (stejně jako u profilometrického měření a u interferenční mikroskopie) bylo prokázáno, že vzorky A a B (GPPS) vykazují vyšší tloušťku nánosu než vzorky C a D (SAN); zdá se pravděpodobné, že GPPS substrát je více citlivý na aktivaci při srovnatelných podmínkách a lze tedy deponovat více monomeru na povrchu výrobku.
- Citlivost k hledaným parametrům je velmi dobrá. Statistická nejistota hodnoty tloušťky je při úrovni šumu dosažené v těchto měřeních zhruba 2 nm a výrazně klesá až při tloušťkách vrstev pod 30 nm.
- Naměřené a dopočtené tloušťky vrstev se u vzorků A a B (GPPS) poměrně dobře shodují s výsledky z profilometrického měření. U vzorků C a D (SAN) není sice shoda hodnotová, ale alespoň bylo potvrzeno, že tloušťka deponované vrstvy roste s dobou depozice ve stejném poměru.

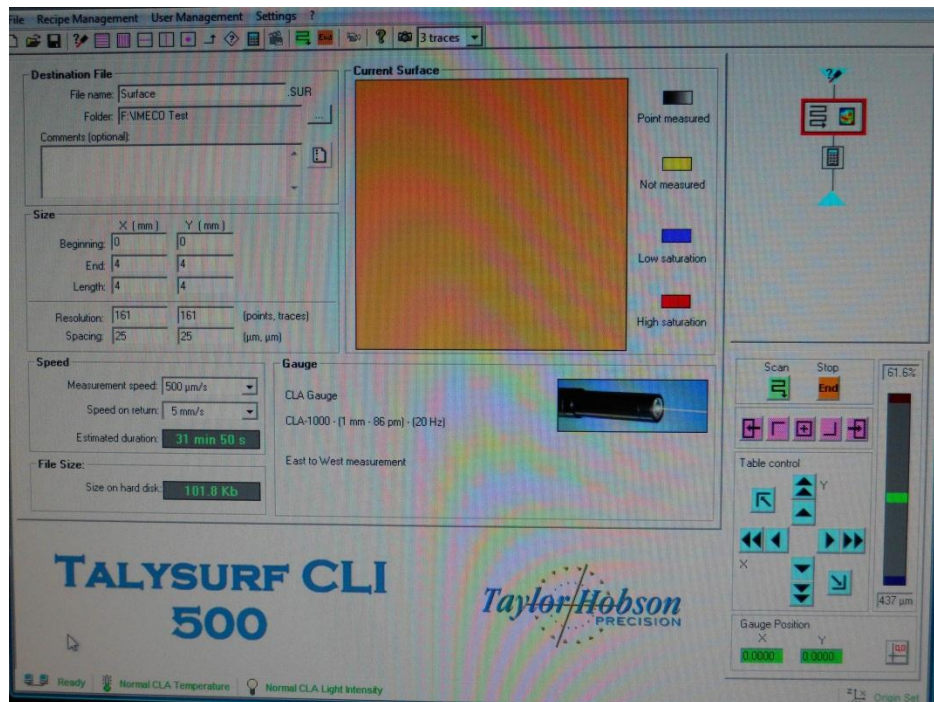
- Celkově a s ohledem na výše uvedené lze konstatovat, že tato metoda je společně s profilometrickým měřením vhodná pro zvažované aplikace v rámci industriálního řešení. Také citlivost a tedy dosažené přesnosti měření jsou na velmi vysoké úrovni.

5.4 3D SKENOVÁNÍ POVRCHU

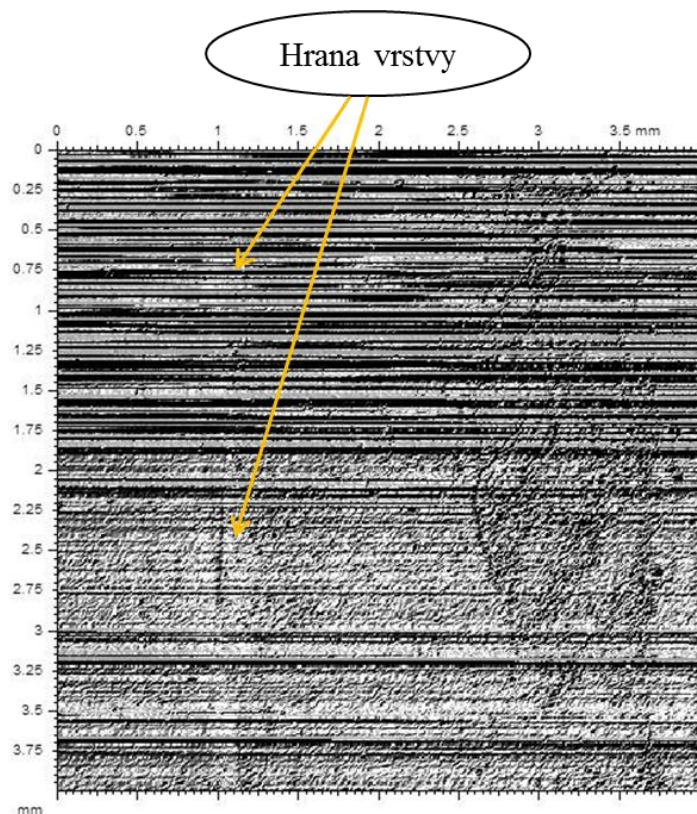
Měřilo se na přístroji Taylor Hobson - Talysurf CLI 500 viz.(obr.62), na kterém lze provádět prostorové měření 50x50x50 mm s délkou posuvu 50 mm. Přístroj disponuje vlastní kalibrací na začátku požadovaného měření. Byly skenovány polymerní vzorky A, B, C, D bezkontaktním způsobem, přičemž plocha analyzovaného vzorku byla 4 x 4mm v souřadnicovém systému x, y s krokem 25 x 25 μm a rychlostí snímání 500 $\mu\text{m/s}$ viz (obr.63). U analyzovaných vzorků nebylo měření prováděno na rozhraní vrstvy, nýbrž vždy na nánosované a nenánosované straně zvlášť. Důvodem bylo, že u vzorků A a C (kratší doba depozice tedy předpokládaná nižší tloušťka vrstvy) nebylo vůbec možno zachytit nebo změřit rozhraní vrstvy samotné. U vzorků B a D jsme rozhraní již zachytit schopni byli, ale měření nebylo i tak možno provést. Tato metoda podala dobré výsledky ve smyslu topografie povrchu, ale nedokázala vyčíslit tloušťku deponované vrstvy.



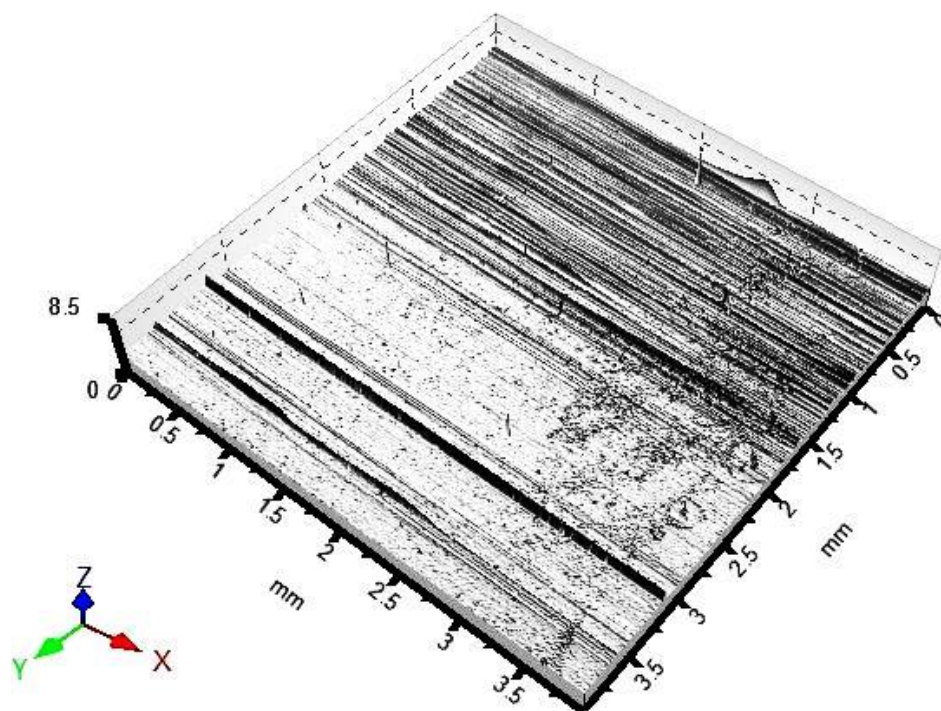
Obr. 62. Přístroj Talysurf CLI 500.



Obr. 63. Display zadaných podmínek měření.



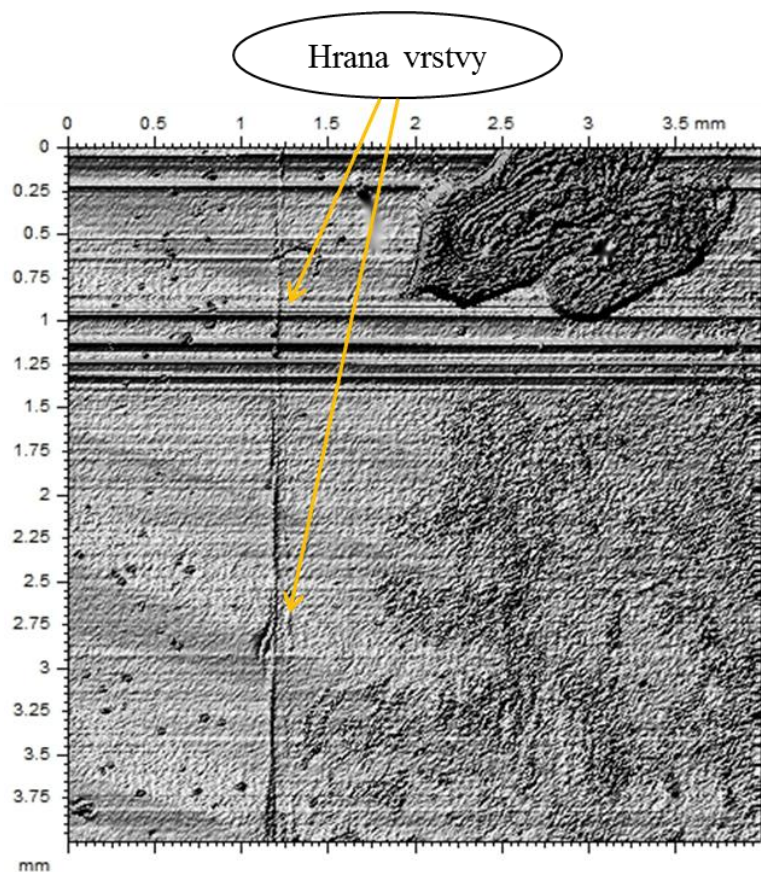
Obr. 64. 2D zobrazení povrchu vzorku B.



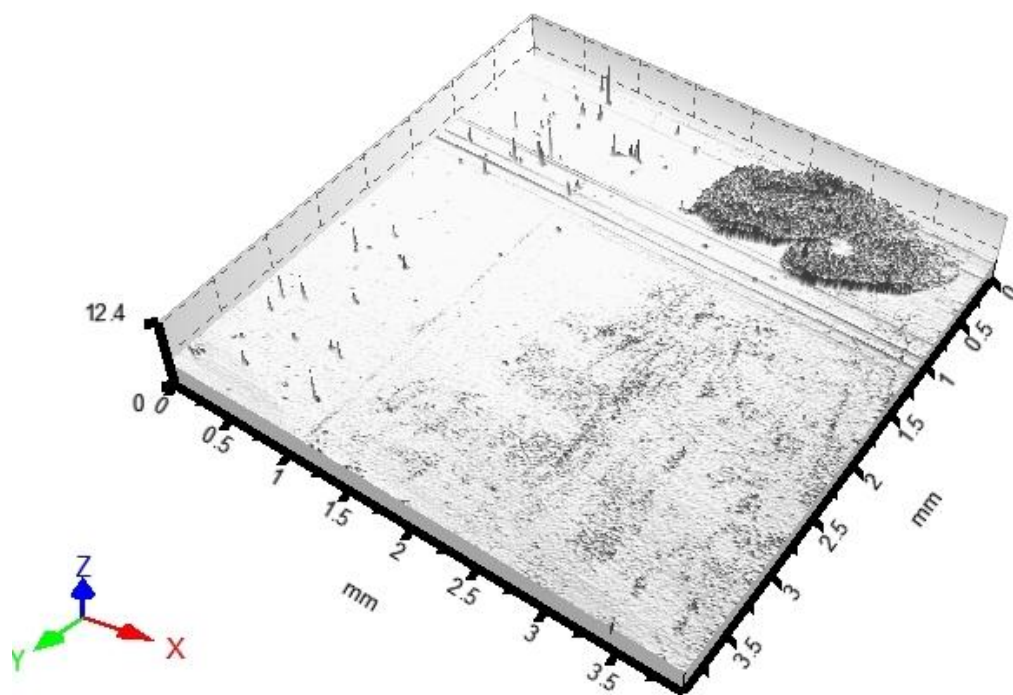
Obr. 65. 3D zobrazení povrchu vzorku B.



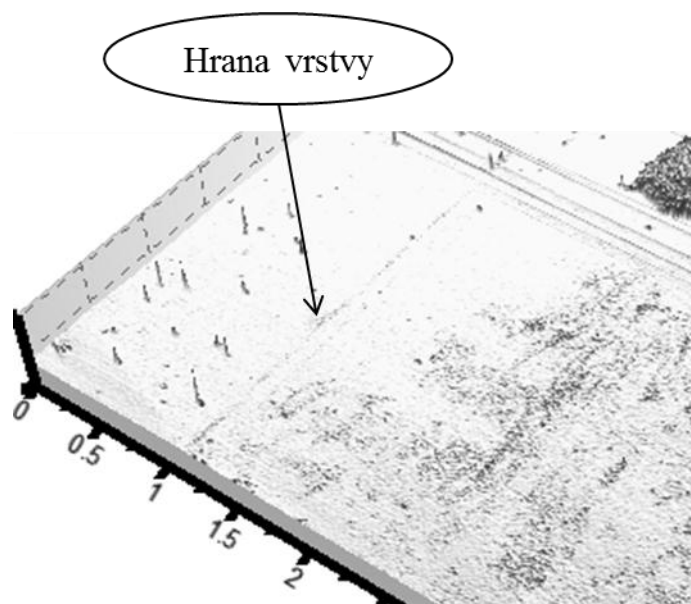
Obr. 66. Detailnější zobrazení nanesené vrstvy vzorku B.



Obr. 67. 2D zobrazení povrchu vzorku D.



Obr. 68. 3D zobrazení povrchu vzorku D.



Obr. 69. Detailnější zobrazení nanesené vrstvy vzorku D.

VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

- Z výsledků jednoznačně vyplývá, že 3D skenováním povrchů nelze určit tloušťku deponované vrstvy. Pouze jsme získali kvalitní informace o topografii povrchu zkoumaných vzorků.
- 2D/3D snímky alespoň prokázaly, že s rostoucí dobou depozice roste i tloušťka vrstvy, což se ukázalo na vyšší viditelnosti rozhraní na snímcích.
- 2D zobrazení nám poskytla informace o struktuře povrchu desek respektive nám ukázaly přehled o konkrétním povrchu, kde na snímcích můžeme pozorovat drsnost a vlnitost profilu.
- 3D snímek na obr.69 například ukazuje, že nánosovaná část vzorku vykazuje nižší drsnost povrchu jako takového – jinými slovy nanesením vrstvy SiO_x jsme „zahladili“ většinu přirozených nerovností povrchu. Naopak jsou zde vidět drobné píky, které jsou způsobeny nehomogenitou povrchu vznikající z dosud neznámých příčin.

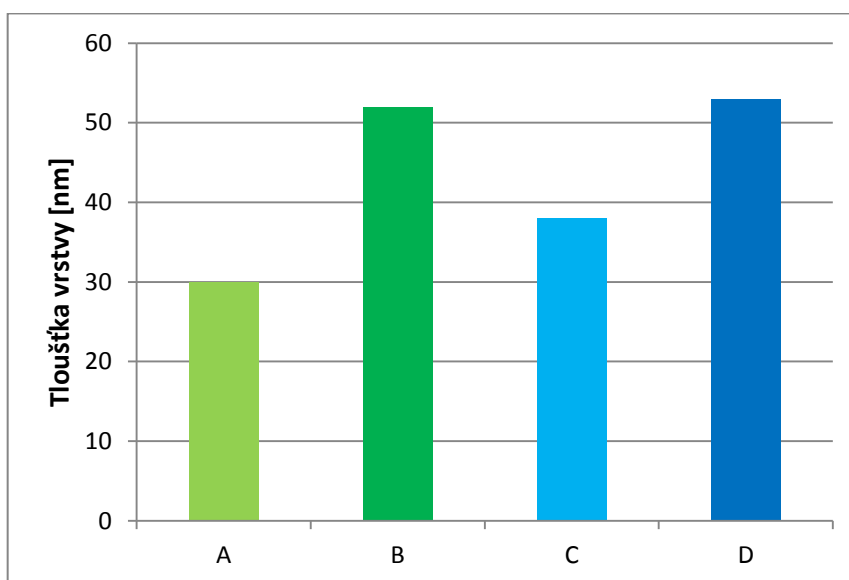
5.5 ELIPSOMETRIE

Elipsometrická měření byla (pouze doplňkově) prováděna na pracovišti ústavu kondenzovaných látek Masarykovy Univerzity Brno. Ve spektrální oblasti, kde je substrát nepropustný, je možné určit tloušťku vrstvy a index lomu „bod po bodu“, tedy bez předpokladu o modelu optického chování.

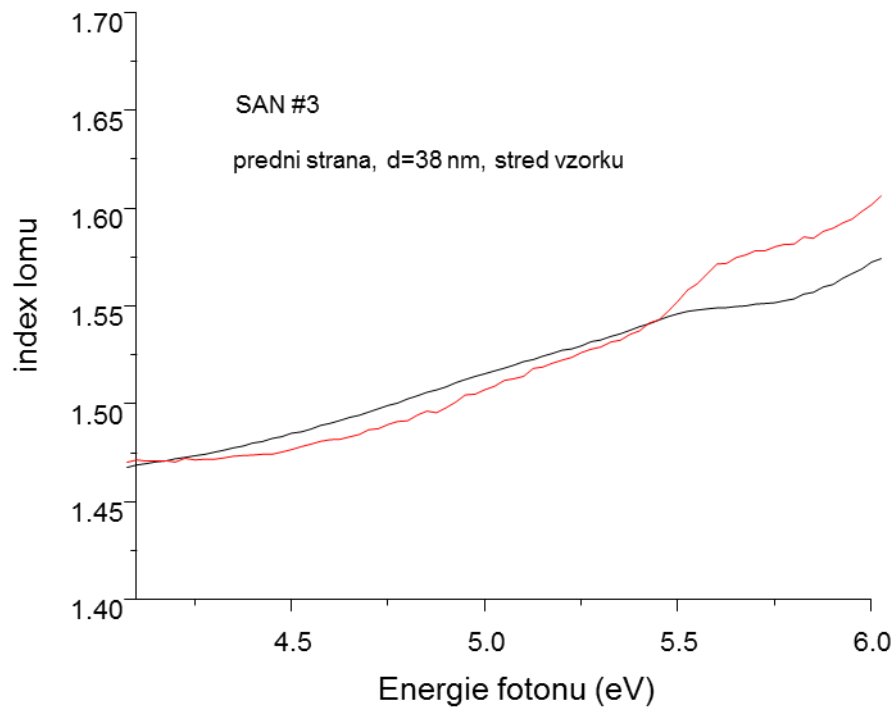
Tloušťka byla vypočítána ze spektrální intenzity odraženého světla v rozsahu vlnových délek 200-2000 nm. Jedná se o malé tloušťky, ve srovnání s vlnovou délkou, navíc s nepatrným rozdílem v indexu lomu mezi vrstvou a podložkou, je odražené světlo jenom slabě modulováno interferencí a proto následné fitování odrazu je nejednoznačné. Nicméně bylo dosaženo relativně dobré shody ve srovnání s měřením spektroskopickým nebo na interferenčním mikroskopu.

Tab. 4. Hodnoty tloušťky vrstev elipsometrického měření.

vzorek	A	B	C	D
Tloušťka vrstvy [nm]	30	52	38	53



Obr. 70. Grafické znázornění tlouštěk vrstev hodnocených elipsometricky.



Obr. 71. Příklad grafického zobrazení elipsometrického měření vzorku C (SAN/5 min.).

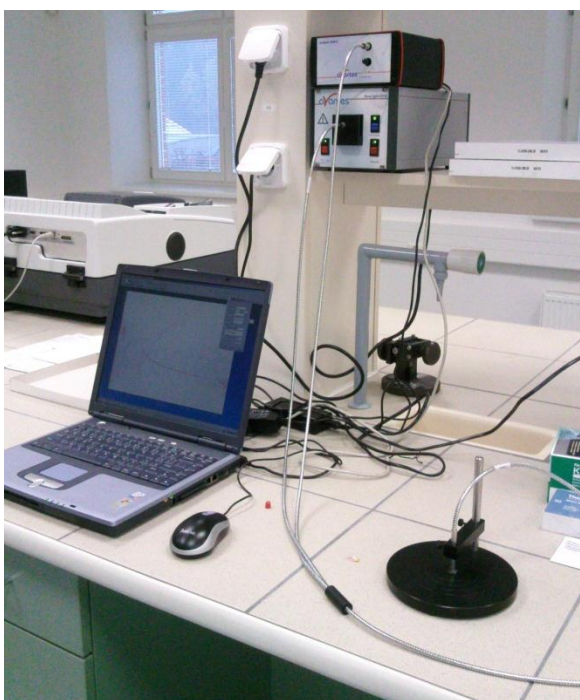
VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

- Shoda s reflexními výsledky ze spektrometru je dobrá. Použitý elipsometr dovoluje měřit hlouběji do UV než reflexní spektrometry, což je příznivá okolnost zejména pro vzorky se substráty nižších tloušťek.
- Měření bylo provedeno pouze jako doplňkové pro spektroskopickou metodu.

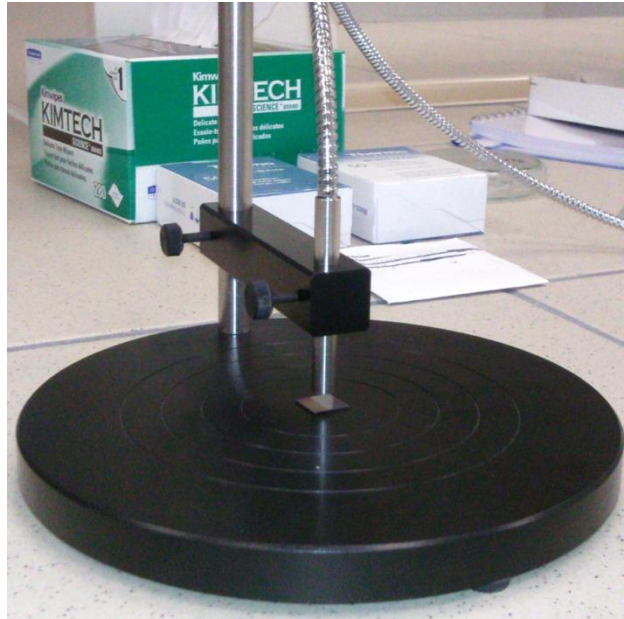
5.6 INTERFERENČNÍ SONDA

Měření proběhlo na Univerzitním institutu ve Zlíně na vláknovém spektrometru Avantes AvaSpec 2048 obr. 72. Spektrální rozsah byl 400 – 750 nm. Měření bylo prováděno na vzorcích E, F – důvodem byla nutnost pokrytí reflexní vrstvou a toto nebylo možno na vzorcích v rámci UTB provést. Vzorky A až D tedy měřeny nebyly. Nicméně i pro praktické využití je možno zvažovat wafery jako pomocné substráty pro hodnocení funkčnosti nanosovacích technologií.

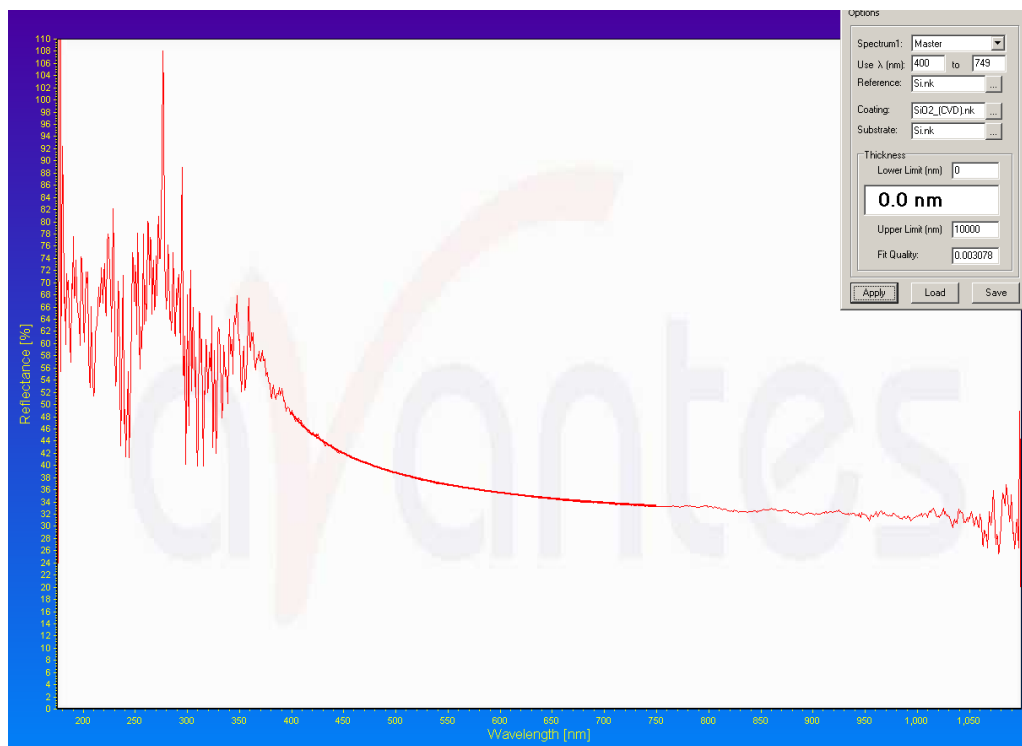
Na základě znalosti optických vlastností materiálu SiO_2 (indexu lomu a extinkčního koeficientu uložených v materiálové databázi softwaru) byla změřena tloušťka deponovaných vrstev. Při měření byl zvolen integrační čas 15 [ms] a průměrování 20x kde matematickou rovnicí software vyhodnotil tloušťku deponované vrstvy. Měření vzorků E, F bylo velice rychlé a mohli jsme si dovolit opakované měření a tím lépe vyhodnotit tloušťku vrstev.



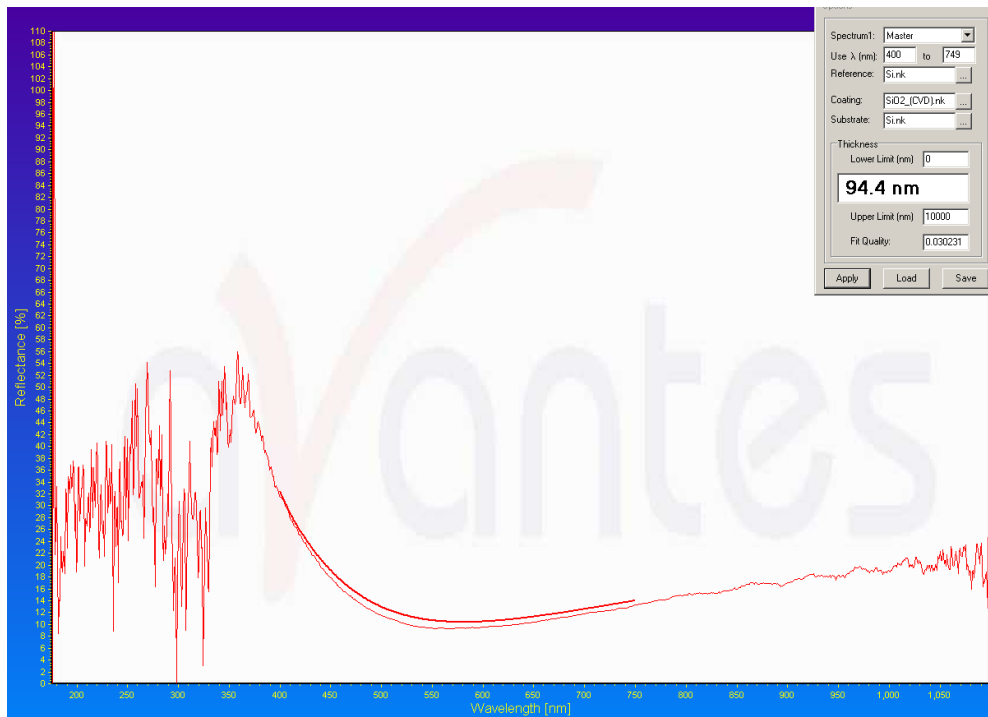
Obr. 72. Interferenční spektrometr AVANTES 2048.



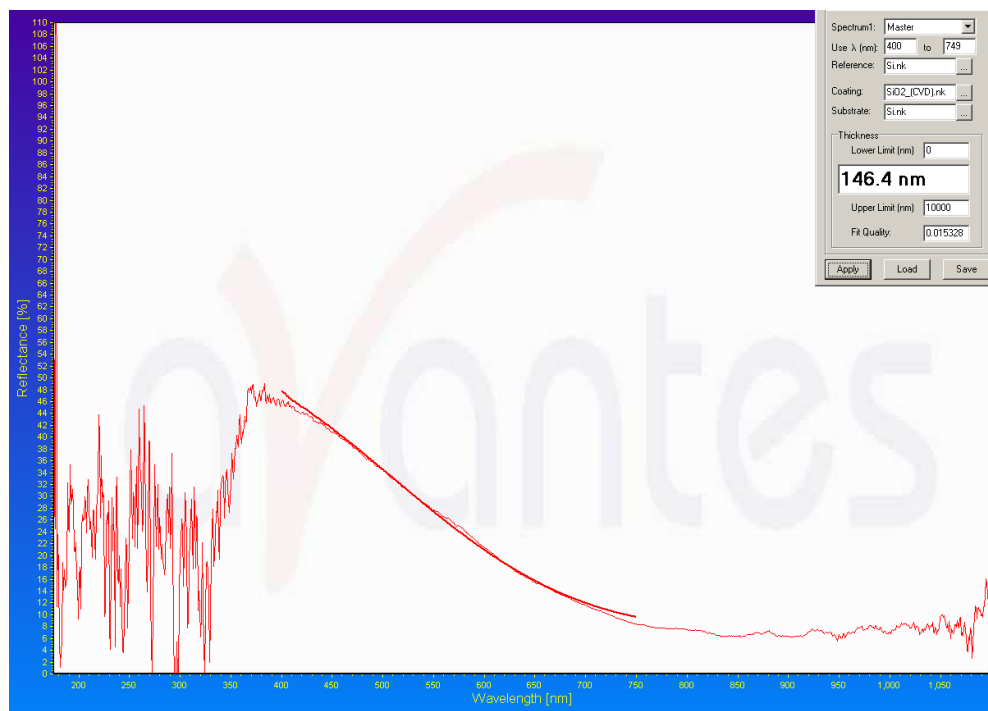
Obr. 73. Reflexní interferenční sonda.



Obr. 74. Grafický průběh reflektance Si waferu / bez vrstvy.



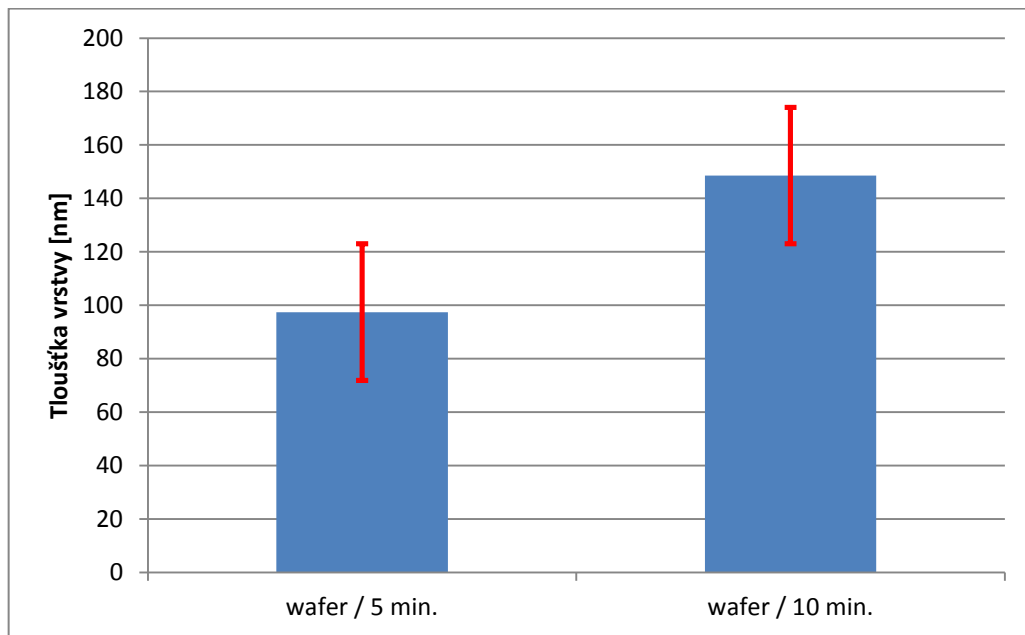
Obr. 75. Grafický průběh reflektance vzorku E.



Obr. 76. Grafický průběh reflektance vzorku F.

Tab. 5. Výsledky měření tloušťky vrstev interferenční sondou.

Vzorek	E	F
Tloušťka vrstvy [nm]	94,4	146,4
	100,8	147,1
	101,3	150,8
	97,4	151,7
	93,9	150,7
	96,7	147,9
	96,3	143,2
	100,8	146,9
	97,4	152,1
	95,1	148,4
Průměrná tloušťka [nm]	97,41	148,52



Obr. 77. Průměrná tloušťka vrstvy- měřeno interferenční sondou.

VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

- I když bylo měření provedeno na pomocných waferech, lze touto metodou získané výsledky bezproblémově použít v rámci zvažovaných aplikací. Pouze by bylo potřeba vytvořit korelaci mezi tloušťkou vrstev nanesenými na wafer při různých podmínkách (interferenční sonda) a tloušťkou vrstev na výrobku samotném (např přesnější, ale náročnější elipsometrie nebo profilometrie).

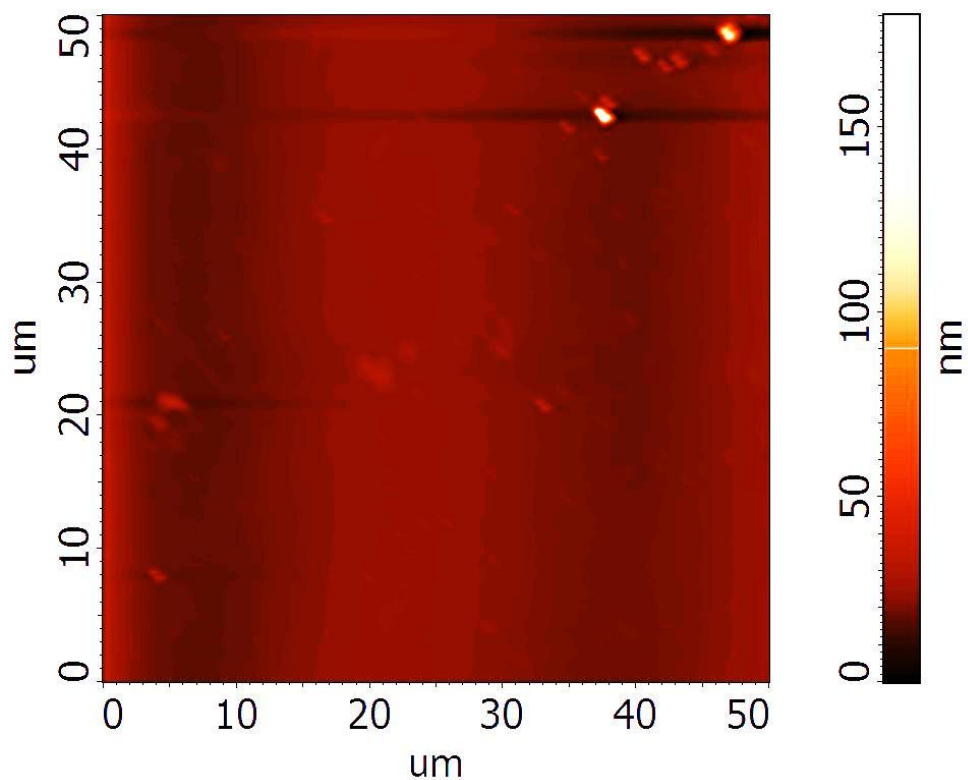
- Opět se prokázala závislost tloušťky nanesené vrstvy na době depozice.
- Měřením touto metodou jsme získali poměrně úzký rozptyl naměřených hodnot a ukazuje se jako velmi spolehlivé.

5.7 AFM měření

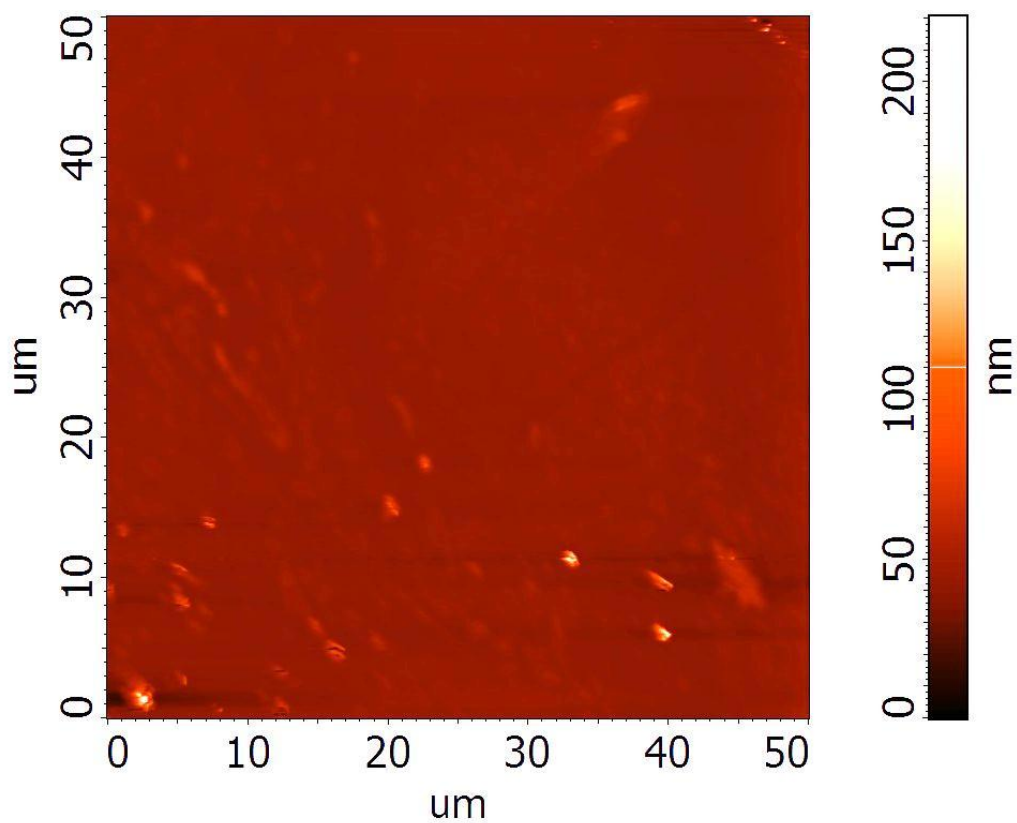
AFM měření probíhalo na UTB ve Zlíně - fakulta technologická - Ústav fyziky a materiálového inženýrství. Byl použitý multifunkční přístroj NTEGRA-Prima, s AFM sondou pro nekontaktní módy NSG10, která byla použita při identifikaci nanostruktur zkoumaného waferu. Měření byla prováděna u vzorků E, F kdy maximální možná velikost rastrované plochy byla $50 \times 50 \mu\text{m}$ s maximálním posuvem v ose z $10 \mu\text{m}$.



Obr. 78. Přístroj NTEGRA -PRIMA.



Obr. 79. 2D zobrazení metodou AFM – vzorek F / bez vrstvy.



Obr. 80. 2D zobrazení metodou AFM - vzorek F / nanesená strana.

VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

- Metoda AFM nám podala výsledky ve smyslu struktury/topografie povrchu Si – waferu, ale nedokázala vyčíslit tloušťku nanesené HMDSO vrstvy. Příčinou nena-
lezení rozhraní deponované vrstvy byla příliš malá rastrovací plocha, kterou je mi-
kroskop AFM schopen vyhodnocovat. Dospěli jsme k závěru, že tahle metoda není
vhodná pro zkoumání tloušťky deponovaných vrstev.

5.8 JINÉ ZVAŽOVANÉ METODY

V rámci řešení DP byly provedeny měření také na Ramanově spektrometru a na zařízení určené pro konfokální 3D mikroskopii. Ani jedna z těchto metod ale není vhodná a nebylo jimi dosaženo žádných výsledků.

5.8.1 RAMANOVA SPEKTROMETRIE

Měření bylo provedeno ve společnosti BAS Rudice, která vlastní Ramanův spektrometr FirstGuard viz. (obr.81). Ruční Ramanův analyzátor je vybaven laserem v rozsahu vlnové délky 1064nm. Typické použití analyzátoru se spíše zaměřuje na identifikaci látek, nicméně bylo provedeno měření vzorků A, B, C a D se zápornými výsledky. Naměřené data ne-
bylo možno vyhodnotit, jelikož analyzátor při několika měřeních vykazoval různou - ne-
smyslounou - hodnotu (tloušťku). Dospělo se k závěru, že tato metoda není vhodná pro mě-
ření tloušťky deponovaných vrstev v rámci zvažovaných aplikací.



Obr. 81. Spektrometr FirstGuard 1064 nm. [32].

5.8.2 KONFOKÁLNÍ 3D MIKROSKOPIE

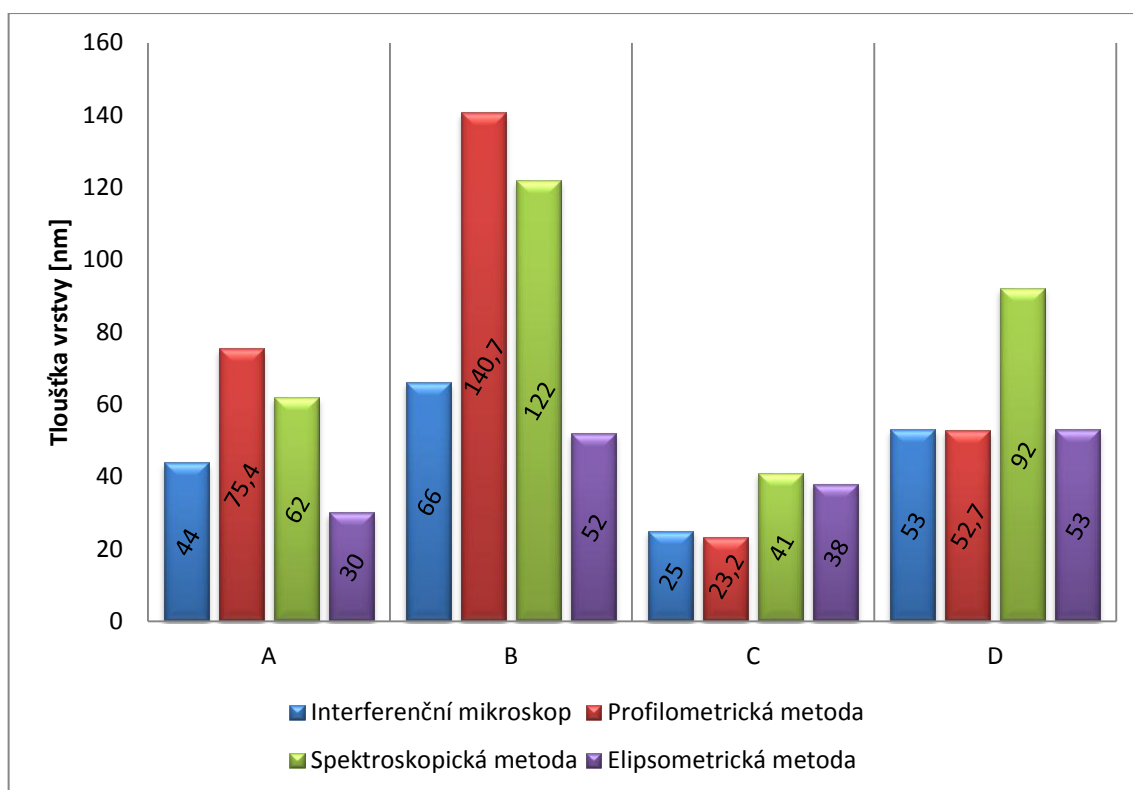
Polymerní destičky byly zaslány do Německé firmy NanoFokus AG, kde provedli měření vzorku A, B, C a D. Ani zde se nepodařilo analyzovat tloušťku nánosovaných vrstev. Konfokální 3D mikroskop nebyl schopen zachytit transparentní deponovanou vrstvu na zkoumaném vzorku. Z Německé firmy nebyly dodány výsledky, jelikož nedokázali vyčíslit tloušťku deponované vrstvy. Byla možnost vyhodnotit strukturu povrchu vzorku A – D, ale z naší strany nebyl zájem (i z finančních důvodů) dále pokračovat v měření, jelikož jsme se zabývali touto problematikou u metody 3D Skenování povrchu.

6 SHRnutí VÝSLEDKŮ

U jednotlivých metod byla vyhodnocena tloušťka deponované vrstvy a bylo provedeno grafické vyhodnocení a porovnání analyzovaných dat u vzorků A, B, C a D. Tloušťka nánosované vrstvy na polymerních destičkách byla vyhodnocena čtyřmi metodami viz. (Tab.6).

Tab. 6. Výsledky tloušťky vrstev jednotlivých metod vzorku A – D.

Vzorek	A	B	C	D
Interferenční mikroskop [nm]	44	66	25	53
Profilometrická metoda [nm]	75,4	140,7	23,2	52,7
Spektroskopická metoda [nm]	62	122	41	92
Elipsometrická metoda [nm]	30	52	38	53



Obr. 82. Grafické porovnání metod vzorku A – D.

ZÁVĚR

V současné době probíhá v rámci VaV spolupráce mezi UTB a plastikářskými firmami několik rozvojových projektů zaměřených na technologii depozice tenkých vrstev pod účinkem plasmu na povrch výrobků. Cíle a účel dílčích projektů jsou sice známy a pracuje se na definování vhodných technologií a podmínek, ale doposud nebyla řešena problematika kontroly vrstev takto připravených. A tato oblast byla právě cílem v rámci řešení DP.

V průběhu provádění praktické části DP bylo postupně použito celkem 9 metod potenciálně vhodných pro měření tloušťky deponované vrstvy. Některé se ukázaly jako zcela nevhodné a jiné jako sice relevantní, ale z různých důvodů nevyužitelné pro naši aplikaci; nicméně několik metod poskytlo žádané informace a výsledky a jejich využití v rámci konkrétních projektů je více než opodstatněné.

Pro zvažované aplikace nelze využít metodu *AFM, Ramanův spektrometr nebo/a konfokální 3D mikroskop*. Neposkytují žádané informace a nelze jimi v žádném případě zodpovědně měřit tloušťky takto připravených vrstev.

Jako zajímavou se ukázala metoda *3D skenování* povrchu na pracovišti UTB. Sice jsme nebyli schopni nalézt vhodné podmínky pro změření samotné vrstvy, ale data a projekce nám dávají velmi dobrý přehled o topografii povrchu nanesené vrstvy. Toto bude zcela jistě v dalším sloužit jako jeden z hodnotících parametrů pro posuzování efektivity, kvality a dalších aspektů při nánosování samotném. Výstupy ze 3D skeneru nám umožňují jednak modifikovat proces depozice samotný, ale také poskytují zpětnou vazbu k výrobě substrátu (výrobku) – tedy vazba na kvalitu a spolehlivost technologií.

Měření na *interferenční sondě* (UTB) poskytlo relevantní výsledky s nízkým rozptylem naměřených hodnot. Bylo ale prováděno na pomocném substrátu – konkrétně křemíkovém waferu, který byl na povrchu deponován za stejných podmínek a stejnou vrstvou jako plastové vzorky (výrobky). Lze konstatovat, že tato metoda je využitelná v reálných podmínkách. Pouze by byla potřeba v rámci kontrolních odběrů ve výrobě vždy použít pomocný substrát jako kontrolní vzorek pro laboratoř a současně předem vytvořen vztahové přepočty mezi tloušťkou nánosů na pomocném waferu a reálném výrobku. To ale nemusí být zásadní překážkou uplatnění této metody v praxi.

Další metodou (pouze v rámci doplňkového měření) byla *elipsometrie*. Bohužel nebylo možno provést rozsáhlejší soubor měření, ale lze konstatovat, že metodicky je elipsometrie

vyhovující a poskytuje žádané výsledky. Stojí za úvahu, zda ve vývoji v této oblasti dále nepokračovat.

V nadcházejícím textu popsané 3 metody již lze považovat za reálný podklad pro zakomponování do výrobních a kontrolních procesů.

Interferenční mikroskopie (VUT, Brno) poskytla nejen potřebná data, ale také důležité informace o deponované vrstvě ve smyslu její homogenity a rozložení na ploše výrobku (testovaného vzorku). Její nevýhodou je časová náročnost: Odebraný vzorek je třeba nejprve napařit hliník a teprve potom provést měření; to bude zcela jistě způsobovat problémy při poskytování zpětné vazby z kontrolního pracoviště do výrobního procesu. Navíc by investice do samotného mikroskopu a periferní napařovačky dosáhla výše 1,5 až 2 mil. Kč. S metodikou bude dále počítáno, ale pravděpodobně nebude nejoptimálnějším řešením pro zvažované aplikace.

Profilometrická měření nám poskytla zcela adekvátní a potřebná data. Navíc je metoda velmi rychlá, spolehlivá a exaktní (při splnění potřebných podmínek měření). Jedinou nevýhodou je investiční náročnost v řádek jednotek mil. Kč podle úrovně a vybavenosti měřicího aparátu. V dalším vývoji bude probíhat diskuse s výrobcí a dodavateli měřících jednotek tak, aby specifikace přístroje odpovídaly požadavkům konkrétní aplikace (výrobní technologie, firmy) a současně zohledňovaly ekonomickou úspornost řešení.

Nejvhodnější cestou pro další projektování se jeví využití **spektroskopických** metod. Obdržíme zde spolehlivé výsledky (mimo jiné korespondující s výsledky z jiných měření) ve velmi krátké době a navíc již bylo s pracovištěm při Masarykově Univerzitě diskutováno i zahájení testování za podmínek in-situ/in-line. Bude ještě třeba optimalizovat některé parametry měření (rozsah vlnových délek použitého zdroje a pracovní postupy pro frekvenci odečtů), ale z praktického pohledu je tato metoda nejvhodnější pro dokončení „designování“ na jednotlivé aplikace. Pro uplatnění in-situ bude ještě třeba konstrukčně dořešit umístění měřicí sondy a zabezpečení její správné funkce. Vhodné zdroje jsou nyní již definovány a měřicí sonda bude pocházet ze standardní nabídky dodavatelů. Návrh celé koncepce by měl být ze strany MU poskytnut v horizontu 1-2 měsíců včetně finálně alokovaného rozpočtu pro investici ve výši odhadem několik set tisíc Kč.

Úplným závěrem lze konstatovat, že cíle DP byly naplněny a sekundárně bylo rozpoznáno několik aspektů pro další zkoumání v oblasti nánosování ultra-tenkých vrstev, které si jistě

vyžadují pozornost. Podklady a závěry vyplývající z DP budou sloužit pro finální projektování aplikací v konkrétních industriálních podmínkách.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] JEONG J. Y., BABAYAN S. E., PARK J., HICKS R. F. and SELWYN G. S.: *The atmospheric pressure plasmas jet*. Plasma Sources Sci Technol, 1998.
- [2] ROTH J. R., *Industrial Plasma Engineering - Volume 2 Applications to Nonthermal Plasma Processing*, Institute of Physics Publishing Bristol Philadelphia, 2001. ISBN 0 7503 0545 2.
- [3] BIEDERMAN, H. *Plasma Polymer Films*, London: Imperial College, 2004. ISBN 86094-467-1.
- [4] ČECH V., *Plasma polymer films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition*, Vysoké učení technické, Brno, 2001. ISBN 80-214-2038-3.
- [5] KALVODA L., PARSHIN A. S.: *Vybraná témata z fyziky povrchů - vícevrstevné systémy a tenké organické filmy*, Praha, 2000. [online]. [2012-11-09] Dostupné z WWW:
<<http://kipl.fjfi.cvut.cz/skripta/FYPO/FYPO.pdf>>
- [6] KŘEPELKA J.: *Optika tenkých vrstev*, Univerzita Palackého, Olomouc, 1993. ISBN 80-7067-319-2.
- [7] OPTOTEAM s.r.o.: *Základní metody světelné mikroskopie*, Brno, 2004. [online]. [2012-11-09] Dostupné z WWW:
<http://www.are.cz/documents/ZAKLADNI_METODY_SVETELNE_MIKROSKOPIE.pdf>
- [8] CHMELA P.: *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie: Interferenční mikroskopie*, Olomouc, 1965. [online]. [2012-11-09] Dostupné z WWW:
<http://dml.cz/bitstream/handle/10338.dmlcz/138993/PokrokyMFA_10-1965-2_1.pdf>
- [9] BÁRTKOVÁ R.: *Interferenční mikroskopy*, 2002 [online]. [2012-11-09] Dostupné z WWW:
<http://www.fch.vutbr.cz/~zmeskal/obring/prednasky_2005/03_interferencni_mikroskop>

- [10] KUBĚNA J., OREL V.: *Interferenční mikroskop EPIVAL – INTERPHAKO – princip a metodický návod*, Univerzita J. E. Purkyně, Přírodovědecká fakulta, Brno, 1975.
- [11] Profilometer, in the free encyclopedia. [online]. [2012-11-11] Dostupné z WWW: <<http://en.wikipedia.org/wiki/Profilometer>>
- [12] AEP TECHNOLOGY [online] [2012-11-15] Dostupné z WWW: <http://www.aeptechology.com/_products/profilometer.html>
- [13] ČECH R.: *Studování povrchu mechanickým profilometrem*, Masarykova Univerzita, Přírodovědecká fakulta, Brno. [online] [2012-11-18] Dostupné z WWW: <http://is.muni.cz/th/269329/prif_b/bp.pdf>
- [14] NOVOTNÁ R., ŠILHA T., TRÁVNÍČEK Z., *Spektrální metody studia chemických látek*, Přírodovědecká fakulta Univerzity Palackého, Olomouc, 2011. [online] [2012-11-18] Dostupné z WWW: <http://agch.upol.cz/userfiles/file/pdf/Spektralni_metody.pdf>
- [15] *Technika absorpční spektroskopie*, [online] [2012-11-20] Dostupné z WWW: <http://biomolecules.mff.cuni.cz/files/courses/Technika_absorpcni_spektroskopie.pdf>
- [16] KANIA P., *Infračervená spektroskopie*, [online][2012-11-19] Dostupné z WWW: <http://www.vscht.cz/anl/lach1/7_IC.pdf>
- [17] ŠMEJKAL L.: *Reflexní spektroskopie struktur*, Masarykova Univerzita, Přírodovědecká fakulta, Brno, 2011. [online] [2012-11-23] Dostupné z WWW: <http://is.muni.cz/th/324167/prif_b/SOI.pdf>
- [18] STOUT J. K., BLUNT L.: *Three Dimensional Surface Topography*, Schol of Engineering University of Huddersfield, London, 1994. ISBN 1 85718 026 7.
- [19] Drsnost povrchu, Parametry drsnosti povrchu dle DIN EN ISO [online] [2012-11-25] Dostupné z WWW: <<http://www.hommel-etamic.cz/cz/pdf/HOMMEL%20CS%20plakat.pdf>>
- [20] NOVÁK. Z.: *Prostorové měření a hodnocení textury povrchu přístroji Taylor Hobson*, Brno, 2007. [online] [2012-11-25] Dostupné z WWW:

- <http://gps.fme.vutbr.cz/STAH_INFO/2_Novak_3D_mereni_textury.pdf>
- [21] Taylor Hobson precision. [online] [2012-11-25] Dostupné z WWW:
<http://www.f-di.hu/cli_systems.pdf>
- [22] TICHOPÁDEK P.: *Elipsometrie povrchů a tenkých vrstev*, Vysoké učení technické, Brno, 2006. ISBN 80-214-3138-5
- [23] BOMBAROVÁ K.: *Vyšetrovanie tenkých vrstiev SiO₂ elipsometriou*, Študentská vedecká konferencia, Bratislava, 2010. [online] [2012-12-05] Dostupné z WWW:
<http://www.fmph.uniba.sk/fileadmin/user_upload/editors/studium/svk/2010/EXP/101.pdf>
- [24] Ellipsometry, in the free encyclopedia. [online]. [2012-12-08] Dostupné z WWW:
<<http://en.wikipedia.org/wiki/Ellipsometry>>
- [25] HIND A. R., CHOMETTE L.: *The determination of thin film thickness using reflectance spectroscopy*, 2011. [online]. [2012-11-08] Dostupné z WWW:
<<http://www.chem.agilent.com/Library/Applications/uv90.pdf>>
- [26] Introduction Fiber Optics, [online]. [2012-11-10] Dostupné z WWW:
<<http://www.physics.muni.cz/~jancely/PPL/Texty/Vlakna.pdf>>
- [27] AVANTES SPEKTROSKOPY [online]. [2012-11-10] Dostupné z WWW:
<http://www.avantes.com/Fiber-Optics/View-all-products.html?DescOrderBy=ASC&orderby=product_cdate>
- [28] KALVODA L., PARSHIN A.S.: *Fyzika povrchů: Vícevrstevné systémy a tenké organické filmy*. Praha, 2000. [online]. [2012-12-15] Dostupné z WWW:
<<http://kipl.fjfi.cvut.cz/skripta/FYPO/FYPO.pdf>>
- [29] Mikroskopie atomárních sil: [online]. [2012-12-14] Dostupné z WWW:
<http://fyzika.fce.vutbr.cz/file/kusak/AFM_mikroskopie.pdf>
- [30] VODÁREK V.: *Metody studia struktury*, VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2012 ISBN 978-80-248-2559-5.

- [31] DENDISOVÁ M., ŽVÁTORA P., MATĚJKA P.: *Ramanova spektrometrie*, [online]. [2013-01-08] Dostupné z WWW:
<<http://www.vscht.cz/anl/lach2/RAMAN.pdf>>
- [32] RAMAN SPEKTROMETR: [online]. [2013-01-08] Dostupné z WWW:
<<http://www.spektrometry.cz/analyzator-raman-rigaku/raman-analyzator-rigaku-spektrometr.php>>
- [33] Ramanova spektroskopie: [online]. [2013-01-08] Dostupné z WWW:
<<http://www.vscht.cz/lam/new/SpAnalPL-3.pdf>>
- [34] NANOFOCUS AG: *Konfokální mikroskopy*, [online]. [2013-01-20] Dostupné z WWW: <<http://www.merici-pristroje.cz/produkty/podle-vyrobce/nanofocus-ag/>>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

DP	Diplomová práce
APPJ	Atmospheric pressure plasma jet
PS	Polystyren
GPPS	Univerzální polystyren
SAN	Kopolymer styren-akrylonitril
SiO _x	Oxidy křemíku
SiO ₂	Oxid křemičitý
kV	KiloVolt (jednotka elektrického napětí)
n_0	Index lomu okolního prostředí
n	Index lomu pozorované částice
d	Tloušťka pozorované částice
δ	Dráhový rozdíl obou paprsků
u, u_1, u_2	Rovinné monochromatické vlny
U_1, U_2	Amplitudy
ω	Frekvence
k, k_1, k_2	Vlnové vektory
r	Vektor
λ	Délka vlny
x, y, z	Souřadnicový systém
π	Pí
I	Intenzita okuláru
I_1, I_2	Intenzita
Δx	Vzdálenost proužků
I	Intenzita světla
$\langle E * H \rangle$	Intenzita elektrického a magnetického pole

r	Koeficient reflexe
\bar{r}	Koeficient odrazu
R	Reflektivita
S	Reflexní signál
l_t	Celková délka snímání povrchu
l_n	Vyhodnocovaná délka profilu drsnosti
l_r	Základní délka profilu drsnosti
l_c	Mezní vlnová délka profilu
R_a	Aritmetická hodnota drsnosti posuzovaného profilu
R_z	Maximální výška profilu - výstupu a rýhy základní délky l_r .
R_p	Největší výška výstupku profilu
R_v	Největší hloubka prohlubně profilu
R_t	Maximální výška profilu – výstupu a rýhy uvnitř vyhodnocované délky l_n
2D	Dvourozměrný prostor
3D	Třírozměrný prostor
CLA	Konfokálním snímačem „Chromatic Length Aberration“
ψ, Δ	Elipsometrické úhly
ρ	Komplexní veličina Fresnelových koeficientů
δ_p, δ_s	Fázové rozdíly
p, s	polarizované vlny
Z	Zdroj
P	Polarizátor
K	Kompenzátor
A	Analyzátor
D	Detektor
k	Extinkční koeficient

AFM	Mikroskopie atomárních sil „atomic force microscopy“
E_1, E_2	Energie
ν_0	Frekvence dopadajícího záření
ν_r	Frekvence rozptýleného záření
h	Planckova konstanta
μm	Mikrometr
nm	Nanometr
HMDSO	Monomer Hexamethyldisiloxane
$\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_3]_2$	Rovnice monomeru HMDSO
LDPE	Nízkohustotní polyethylen
A	Vzorek GPPS nánosovaný 5 minut
B	vzorek GPPS nánosovaný 10 minut
C	vzorek SAN nánosovaný 5 minut
D	vzorek SAN nánosovaný 10 minut
E	vzorek Si waferu nánosovaný 5 minut
F	vzorek Si waferu nánosovaný 10 minut
NIR	Blízká infračervená oblast světla
VIS	Viditelná oblast světla
UV	Ultrafialová oblast světla
eV	Elektronvolt – jednotka energie
MU	Masarykova Univerzita
UTB	Univerzita Tomáše Bati

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Vakuová komora LEYBOLD OPTICS.	14
Obr. 2. Příklad APPJ (atmospheric pressure plasma jet).	14
Obr. 3. Princip zkoumaného objektu [8].	20
Obr. 4. Dvousvazková interference [9].	20
Obr. 5. Vlnové vektory k_1 a k_2 v souřadnicovém systému [9].	21
Obr. 6. Závislost šířky interferenčního proužku [9].	22
Obr. 7. Schéma měření profilometrem [13].	24
Obr. 8. Princip měření profilometrem [13].	24
Obr. 9. Princip optického profilometru.	25
Obr. 10. Vlastnosti elektromagnetického záření [14].	26
Obr. 11. Elektromagnetické spektrum [16].	26
Obr. 12. Schéma Czerny-Turner spektrometru [17].	28
Obr. 13. Měřené délky [19].	29
Obr. 14. Schéma profilu drsnosti základní délky l_r [19].	30
Obr. 15. Barevné zobrazení dat 2D a 3D hodnocení profilu [21].	31
Obr. 16. Laserový triangulační snímač [21].	32
Obr. 17. Konfokální snímač CLA Tylor Hobson [21].	33
Obr. 18. Indukční snímač [21].	33
Obr. 19. Schéma elipsometru s rotačním analyzátozem [22].	35
Obr. 20. Schéma spektrálního elipsometru.	36
Obr. 21. Schéma uspořádání a zapojení interferenční sondy [27].	37
Obr. 22. Sonda pro měření odrazivosti. [27].	37
Obr. 23. Schéma mikroskopu AFM [30].	38
Obr. 24. Trojrozměrné zobrazení povrchu [29].	39
Obr. 25. Ukázka pyramidového a konického tvaru hrotu [29].	39
Obr. 26. Grafická závislost sil [30].	40
Obr. 27. Kontaktní režim [28].	40
Obr. 28. Bezkontaktní režim [28].	41
Obr. 29. Pokleповý režim [28].	41
Obr. 30. Základní uspořádání Ramanova spektrometru [33].	42
Obr. 31. Schéma Rayleighova, Stokesova, Anti-Stokesova rozptylu [33].	43
Obr. 32. Spektrum elektromagnetického záření a jeho molekulární efekty [33].	44

Obr. 33. Grafické znázornění Ramanového spektra [33].	44
Obr. 34. Schéma analyzovaného povrchu [34].	45
Obr. 35. Grafické znázornění struktury povrchu [34].	45
Obr. 36. Schéma konfokálního mikroskopu.	46
Obr. 37. Vakuová komora LEYBOLD OPTICS.	49
Obr. 38. Monomer HMDSO.	49
Obr. 39. Display vakuové komory – nastavení podmínek.	50
Obr. 40. Nánosované vzorky GPPS a SAN.	50
Obr. 41. Nánosovaný vzorek křemíkový Wafer.	51
Obr. 42. Interferenční mikroskop Epival Interfaco [10].	52
Obr. 43. Znázornění měřených hodnot.	52
Obr. 44. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku A.	53
Obr. 45. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku B.	54
Obr. 46. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku C.	55
Obr. 47. Měřené hodnoty interferenčním mikroskopem vzorku D.	56
Obr. 48. Grafické znázornění měření interferenčním mikroskopem.	57
Obr. 49. Průměrná tloušťka vrstvy – měřeno interferenčním mikroskopem.	58
Obr. 50. 2D snímek povrchu snímaných vzorků A, B, C a D s vyznačením měřeného úseku pohybu mechanického hrotu.	60
Obr. 51. Grafický průběh profilometrického měření vzorku A.	61
Obr. 52. Grafický průběh profilometrického měření vzorku B.	61
Obr. 53. Grafický průběh profilometrického měření vzorku C.	62
Obr. 54. Grafický průběh profilometrického měření vzorku D.	62
Obr. 55. Grafické vyjádření získaných hodnot tlouštěk vrstev profilometrickou metodou.	63
Obr. 56. Grafický průběh spektroskopického měření vzorku D.	65
Obr. 57. Odrazivostní spektra naměřená v různých místech vzorku C.	66
Obr. 58. Odrazivostní spektra naměřená v různých místech vzorku B.	67
Obr. 59. Odrazivostní spektra naměřená v různých místech vzorku A.	67
Obr. 60. Změřená (plné čáry) a modelová (čárkované čáry) reflexní spektra v oblasti, ve které je substrát neprůhledný vzorků A, B, C, D.	68
Obr. 61. Grafické znázornění tlouštěk vrstev - měřeno spektroskopickou metodou.	69
Obr. 62. Přístroj Talysurf CLI 500.	70

Obr. 63. Display zadaných podmínek měření.....	71
Obr. 64. 2D zobrazení povrchu vzorku B.....	71
Obr. 65. 3D zobrazení povrchu vzorku B.....	72
Obr. 66. Detailnější zobrazení nanesené vrstvy vzorku B.....	72
Obr. 67. 2D zobrazení povrchu vzorku D.....	73
Obr. 68. 3D zobrazení povrchu vzorku D.....	73
Obr. 69. Detailnější zobrazení nanesené vrstvy vzorku D.....	74
Obr. 70. Grafické znázornění tloušťek vrstev hodnocených elipsometricky.....	75
Obr. 71. Příklad grafického zobrazení elipsometrického měření vzorku C (SAN/5 min.).....	76
Obr. 72. Interferenční spektrometr AVANTES 2048.....	77
Obr. 73. Reflexní interferenční sonda.....	78
Obr. 74. Grafický průběh reflektance Si waferu / bez vrstvy.....	78
Obr. 75. Grafický průběh reflektance vzorku E.....	79
Obr. 76. Grafický průběh reflektance vzorku F.....	79
Obr. 77. Průměrná tloušťka vrstvy- měřeno interferenční sondou.....	80
Obr. 78. Přístroj NTEGRA -PRIMA.....	81
Obr. 79. 2D zobrazení metodou AFM – vzorek F / bez vrstvy.....	82
Obr. 80. 2D zobrazení metodou AFM - vzorek F / nanesená strana.....	82
Obr. 81. Spektrometr FirstGuard 1064 nm. [32].....	83
Obr. 82. Grafické porovnání metod vzorku A – D.....	85

SEZNAM TABULEK

Tab. 1. Výsledky měření tloušťek vrstev interferenčním mikroskopem.	57
Tab. 2. Výsledky měření tloušťky vrstvy profilometrickou metodou.	63
Tab. 3. Výsledky tloušťky vrstev spektroskopickou metodou.	68
Tab. 4. Hodnoty tloušťky vrstev elipsometrického měření.	75
Tab. 5. Výsledky měření tloušťky vrstev interferenční sondy.....	80
Tab. 6. Výsledky tloušťky vrstev jednotlivých metod vzorku A – D.....	85