



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**STUDIUM POVRCHOVÉ KONTAMINACE OPTICKÝCH
DÍLŮ POMOCÍ ROZPTYLU NÍZKOENERGIOVÝCH IONTŮ
LEIS**

SURFACE CONTAMINATION OF OPTICAL ELEMENTS STUDIED BY LOW ENERGY ION SCATTERING
LEIS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

FILIP SEKULA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. STANISLAV PRŮŠA, Ph.D.

BRNO 2019

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Filip Sekula**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Vedoucí práce: **doc. Ing. Stanislav Průša, Ph.D.**
Akademický rok: 2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Studium povrchové kontaminace optických dílů pomocí rozptylu nízkoenergiiových iontů LEIS

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Kvalita zobrazení pomocí optických elementů je výrazně ovlivněna čistotou povrchů opticky aktivních ploch a kompaktností deponovaných tenkých vrstev. Metoda rozptylu nízkoenergiiových iontů LEIS představuje vhodný nástroj pro studium těchto parametrů. Bude hodnocena kvalita mycích procesů používaných k přípravě povrchů optických elementů a k deposici tenkých vrstev ve firmě Meopta.

Cíle bakalářské práce:

Modifikace vyhřívací paletky pro měření opticky aktivních povrchů.

Stanovení míry kontaminace po procesech strojového mytí, ručního čistění a balení.

Seznam doporučené literatury:

WALLS, J. M. Methods of surface analysis. New York: Cambridge University Press, 1989. ISBN 052138690x.

BRONGERSMA, H. H., DRAXLER, M., de RIDDER, M., BAUER, P. Surface composition analysis by low-energy ion scattering. Surface Science Reports, 2007, vol. 62, s. 53-109.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Tato práce se věnuje studiu povrchové kontaminace optických dílů metodou rozptylu nízkooenergiových iontů LEIS. Výskyt povrchových nečistot na optických komponentách má negativní dopad na tenké vrstvy na ně nanášené. Ke kontaminaci může docházet mezi jednotlivými kroky výroby. Určením složení těchto nečistot by bylo možné jim předcházet a zvýšit tak efektivitu vrstvicích procesů. Měření je prováděno na pravoúhlých optických hranolech za pokojové teploty. Zabýváme se také konstrukcí držáku vzorků s možností jejich vyhřívání v preparační komoře. Dále se věnujeme referenčním měřením k následné kvantifikaci povrchových nečistot.

Summary

This thesis focuses on study of surface contamination of optical elements using the low energy ion scattering method, LEIS. Presence of surface contaminations on optical elements has a negative contribution on thin layers that are applied upon them. The contamination can occur between the steps of manufacturing process. By determining the composition of the contaminations it could be possible to increase effectiveness during the growth of thin layers. Measurement is realised on right angle prisms at room temperature. We also focus on construction of sample holder that would allow heating of samples in the preparation chamber. Later we measure reference spectra for quantification of surface contamination.

Klíčová slova

LEIS, držák vzorků, vyhřívání vzorků, povrchové nečistoty, optické díly

Keywords

LEIS, sample holder, sample heating, surface contamination, optical elements

SEKULA, F. *Studium povrchové kontaminace optických dílů pomocí rozptylu nízkooenergiových iontů LEIS*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2019. 53 s. Vedoucí doc. Ing. Stanislav Průša, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma **Studium povrchové kontaminace optických dílů pomocí rozptylu nízkoenergiiových iontů LEIS** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který tvoří přílohu této práce.

V Brně 26. dubna 2019

Filip Sekula

Poděkování

Děkuji doc. Ing. Stanislavu Průšovi, Ph.D. za vedení bakalářské práce, konzultace, morální podporu a cenné rady během měření.

Děkuji Mgr. Robertu Pecháčkovi, Ing. Davidu Škodovi, Ph.D. a Mgr. Jiřímu Moudrému ze společnosti Meopta - optika, s.r.o. za konzultace nad problematikou této práce a poskytnutí měřených vzorků a fotografií.

Tato práce byla realizována za podpory výzkumné infrastruktury CEITEC Nano (ID LM2015041, MŠMT, 2016–2019) , CEITEC Vysoké učení technické v Brně.

Filip Sekula

Obsah

Úvod	3
1 LEIS	5
1.1 Fyzikální princip	5
1.1.1 Srážky atomů	7
1.1.2 Binární kolize	8
1.1.3 Vícenásobné kolize a stínění	10
1.1.4 Iontový výtěžek	12
1.2 Měřicí aparatura	12
1.2.1 Iontový zdroj	12
1.2.2 Hmotnostní filtr	13
1.2.3 Neutral stop	13
1.2.4 Impulzový přerušovač	13
1.2.5 Fokusace svazku	14
1.2.6 Manipulátor	14
1.2.7 Energiový analyzátor	14
1.2.8 Detektor	14
1.2.9 UHV	14
2 Výroba optických elementů	17
2.1 Metody uchycení kusů pro opracování	17
2.2 Řezání	18
2.3 Frézování	18
2.4 Broušení	18
2.5 Leštění	19
2.6 Mezioperační mytí	20
2.7 Vrstvící procesy	20
2.8 Balení	21
3 Mycí procesy	23
3.1 Ruční čištění	23
3.2 Mycí linky	23
3.2.1 Na bázi ředidel	24
3.2.2 Na bázi vody	24
3.3 Iontové odprašování	25
4 Studium povrchové kontaminace optických elementů	27
4.1 Měřené vzorky	27
5 Konstrukce držáku vzorků	29
5.1 Návrh paletky	29
5.1.1 Modifikace paletky	29
5.1.2 Nosič vzorků	30
5.1.3 Topné těleso	30
5.1.4 Kryt nosiče	31

5.1.5	Sestava paletky	31
5.2	Návrh manipulátoru	32
5.2.1	Tělo manipulátoru	32
5.2.2	Spojný člen	33
5.2.3	Sestava manipulátoru	33
5.3	Modifikace komory	34
5.3.1	Rozšíření komory	34
5.3.2	Kompletní modul	35
6	Měření	37
6.1	Referenční měření	37
6.1.1	SiO ₂ reference	37
6.2	Měření kontaminace	38
6.2.1	U-2	38
6.2.2	U-2 + ruční dočištění	38
6.2.3	U-2 + ruční dočištění + čištění plasmou	39
6.2.4	U-2 + čištění plasmou	39
6.2.5	U-21	39
6.2.6	N-4	40
6.3	Srovnání mycích procesů	41
6.4	Odstranitelnost nečistot odprašováním	42
7	Závěr	47
	Literatura	49
	Seznam použitých zkratk a symbolů	51
	Seznam příloh	53

Úvod

Kontaminace povrchu optických elementů v důsledku nečistot vzniklých během výrobního procesu snižuje kvalitu tenkých vrstev nanášených na tyto elementy. Snížení kvality je způsobeno nehomogenitou tenkých vrstev, ke které dochází uvězněním nečistot pod deponovanými vrstvami, či reakcemi atomů nečistot s atomy nanášené vrstvy a vzniku nežádoucích sloučenin. Identifikace prvkového složení těchto nečistot by pomohla předcházet jejich vzniku při výrobě, čímž by se snížila zmetkovitost. Nižší míra nehomogenit v tenkých vrstvách by také přinesla zlepšení optických vlastností kusů a tím i zlepšení vlastností sestav, ve kterých jsou využívány.

Ke studii povrchových nečistot bude využito metody LEIS, která využívá rozptylu nízkoenergiových iontů k analýze prvkového složení látek. Výhodou této metody je analýza nejsvrchnější atomové vrstvy vzorků. Můžeme tedy kvalitativně a kvantitativně určit prvkové složení povrchových nečistot. Představíme fyzikální princip této metody a popíšeme jednotlivé komponenty měřicí aparatury.

Měření budou prováděna na pravoúhlých optických hranolech. Popíšeme operace, kterými vzorky prochází, než jsou analyzovány v měřicí aparatuře. Důraz budeme klást na mycí procesy, jejichž porovnání je cílem studie. Zmíníme se také o projevech nečistot po depozici tenkých vrstev.

Cílem studie je určení prvkového složení nečistot na povrchu optických elementů po procesech strojního mytí, ručního čištění a balení. Jednotlivé vzorky budou čištěny různými metodami a budeme se věnovat analýze nečistot na jejich povrchu, vyhodnocení těchto nečistot a porovnání jednotlivých mycích procesů.

Naše měřicí aparatura je uzpůsobena zejména planárním vzorkům. Pro měření optických hranolů budeme potřebovat navrhnout nový držák vzorků, schopný zajistit bezpečnou manipulaci se vzorky v komoře a jejich vyhřívání.

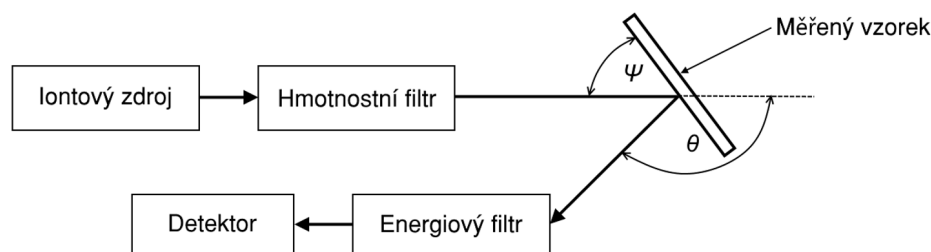
1. LEIS

LEIS - *Low Energy Ion Scattering*, spektroskopie pomocí rozptylu nízkoenergiových iontů je metoda analýzy povrchů, která umožňuje studium složení a uspořádání atomů pevných látek. Silnou stránkou této metody je schopnost analýzy nejsvrchnější atomové vrstvy zkoumané struktury, což umožňuje studium homogenity této vrstvy a její povrchové kontaminace. Díky této schopnosti je metoda vhodná pro analýzu monovrstev ve vědeckých i průmyslových aplikacích.

Základní schéma měřicí aparatury je uvedeno na obrázku 1.1. Svazek urychlených částic z iontové zdroje prochází hmotnostním filtrem, z tohoto filtru vystupují jen částice z úzkého intervalu energií. Tyto částice - projektily dopadají pod úhlem dopadu ψ na měřený vzorek a pod úhlem rozptylu θ vzorek opouští. Takto rozptýlené projektily procházejí energiovým filtrem, kde jsou částice roztrženy dle energie a zaznamenány na detektoru.

Výstupem je spektrum měřeného vzorku, což je závislost počtu částic dopadajících na detektor na jejich energii. Takové spektrum můžeme vidět na obrázku 1.2. Jedná se o spektrum přepony optického hranolu vyrobeného z optického skla. Lze v něm vidět píky odpovídající křemíku Si a kyslíku O, jež jsou v optickém skle zastoupeny největší mírou. Na levé straně spektra je vidět šum způsobený lehkými prvky na povrchu vzorku a odprášenými částicemi z povrchu. Energie svazku částic dopadajících na povrch vzorku, iontů hélia - He^+ , byla při měření $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, proud 2 nA, svazek dopadal kolmo na vzorek a úhel rozptylu byl $\theta = 145^\circ$.

Vyhodnocení a kvantifikace spekter získaných metodou LEIS vyžaduje znalost experimentálních podmínek a pochopení fyzikálních zákonitostí spojených s touto metodou. Z těchto znalostí můžeme určovat vlastnosti měřicího systému jako je rozsah detekovatelných prvků, citlivost a hmotnostní rozlišení. Fyzikální princip měření je tedy klíčovým pro tuto metodu a budeme se mu v další části věnovat.

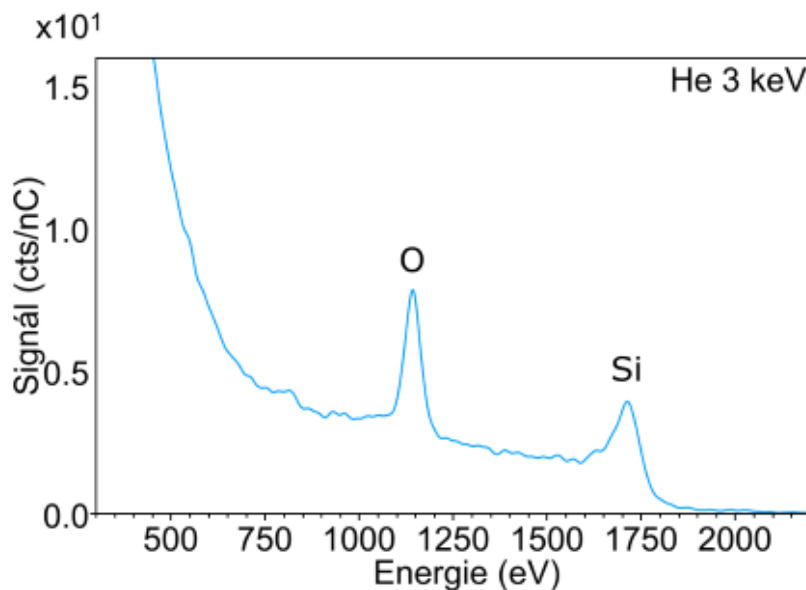


Obrázek 1.1: Ilustrativní schéma hlavních částí měřicí aparatury využívané při metodě LEIS.

1.1. Fyzikální princip

Povrch zkoumané struktury je bombardován ionty s kinetickou energií v řádu jednotek keV. Po dopadu na povrch vzorku dochází ke složité interakci tohoto iontu s atomy struktury. Během této interakce může iont proniknout do struktury a být zde uvězněn, nebo může nastat rozptyl na povrchu struktury, kdy dojde k předání části energie atomům struktury pružnými a nepružnými srážkami. Pokud dojde pouze ke ztrátě kinetické energie kolidujících částic beze změn v jejich vnitřních energiích, hovoříme o srážce pružné. Při nepružné srážce dochází k přenosu kinetické energie dopadajícího iontu díky předání

1.1. FYZIKÁLNÍ PRINCIP

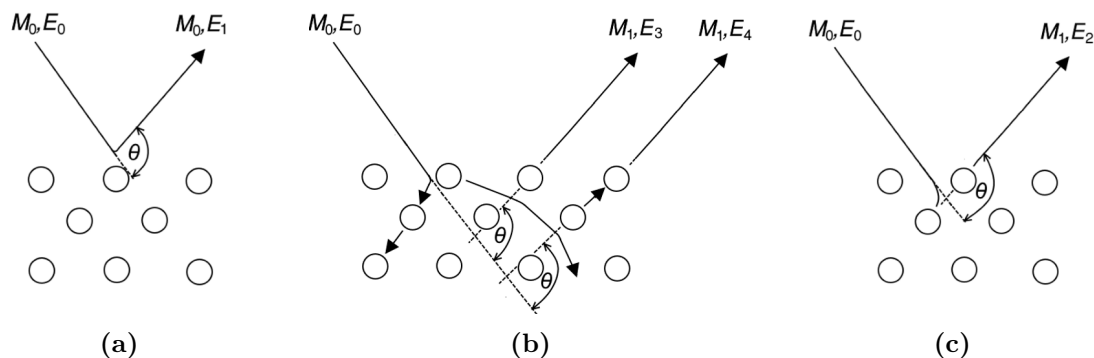


Obrázek 1.2: Spektrum přepony optického hranolu. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.

elektronů, ionizaci a excitaci elektronů v atomech na které ionty dopadají. V závislosti na geometrii rozptylu, charakteru dopadajících iontů a částic, na které tyto ionty dopadají, dochází ke změnám v působení pružných a nepružných srážek na výslednou energii a náboj rozptýlených částic.

Jednotlivé situace při dopadu iontu na povrch struktury jsou zachyceny v obrázku 1.3. Ve všech případech dopadá iont o hmotnosti M_0 a energii E_0 na povrch struktury tvořený atomy o hmotnosti M_1 . V obrázku 1.3a je vyobrazena situace, kdy dojde k rozptylu částice na povrchu vzorku. Projektil předá část své kinetické energie povrchovému atomu a pokračuje po této srážce dále s menší energií. Projektil však nemusí být rozptýlen na povrchu a může proniknout do struktury, dochází tak k mnohonásobné srážce jako na obrázku 1.3b. Projektil předává srážkami svou energii jednotlivým atomům pevné látky a ty ji předávají dalším atomům struktury. Energie se takto šíří, a pokud atom na povrchu dostane dostatek energie, dojde k jeho vyražení ze struktury. K vyražení může dojít i vícekrát v závislosti na energii dopadajícího projektilu. Příklad v obrázku 1.3c zobrazuje vyražení atomu z povrchu struktury. Dopadající projektil předá část své energie tomuto atomu a ten opouští povrch struktury, projektil však může zůstat uvězněn pod povrchem struktury. Vyražení částic se využívá při procesu odprašování, kde dopadem projektilů cíleně vyražíme atomy na povrchu vzorku.

Na obrázku 1.3 také vidíme, že pod úhlem θ se mohou rozptylovat nejen projektily na povrchu vzorku, ale mohou pod tímto úhlem být také vyraženy i povrchové atomy. Pokud dojde k ionizaci těchto atomů, jsou tyto zaznamenány během měření a projeví se v nízkoenergievé části naměřeného spektra. Takto vyraženými atomy lze zkoumat složení povrchu například metodou SIMS. V našem případě však způsobují nechtěný šum ve spektrech a snižují tak schopnost rozlišení lehkých prvků v těchto spektrech.



Obrázek 1.3: Situace nastávající při dopadu projektilu na měřenou strukturu: a.) rozptyl, b.) mnohonásobná srážka, c.) vyražení částice.

1.1.1. Srážky atomů

Jak již bylo zmíněno v předchozí části, může při dopadu projektilu na povrch pevné látky dojít k rozptylu nebo k průniku projektilu do látky a předání energie pomocí pružných a nepružných srážek. Pro projektily s energií vyšší jak 100 eV dochází ve většině případů k průniku do látky a jejich uvěznění. Méně než 10% projektilů je rozptýleno zpět [1]. Pravděpodobnost rozptylu projektilu klesá s hmotností částic měřené pevné látky a s energií dopadajících projektilů. Energetické ztráty během těchto srážek úzce souvisí s geometrií srážky a parametry částic během nich interagujících. K vyhodnocení částic detekovaných po takovéto interakci je potřeba přesného modelu.

Elastické srážky v praktickém systému rozptylu nízkoenergiových iontů lze dle analýzy provedené Bohrem přesně popsat pomocí klasické mechaniky [1]. Kvantové jevy jako ionizace a excitace elektronů však nelze zanedbat, jelikož určují stav náboje rozptýlené částice. V prvním přiblížení lze však pružné a nepružné procesy považovat za nekorelované a brát je jako nezávislé.

Srážku mezi projektilem a atomy pevné látky lze v rámci klasické mechaniky popsat jako vzájemnou interakci jejich potenciálů, která se projevuje jako vzájemné přitažlivé a odpudivé síly působící mezi jádry atomů a elektronovými obaly. Pro podmínky nastávající během spektrometrie pomocí rozptylu nízkoenergiových iontů lze přitažlivou sílu zanedbat, jelikož dochází k velmi blízkému přiblížení částic, a interakci lze popsat pomocí ryze odpudivého potenciálu jader. Tento potenciál je v obecném případě popsán Coulombovým potenciálem rozšířeným o stínící funkci popisující působení mezi elektronových plynem v pevné látce s jádrem. Toto stínění snižuje velikost odpudivé síly a dostáváme tak interakční potenciál ve tvaru

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r} \cdot \varphi(r/a), \quad (1.1)$$

kde r je meziatomová vzdálenost, Z_1 a Z_2 jsou atomová čísla interagujících částic, e je elementární elektrický náboj, $\varphi(r/a)$ je stínící funkce a a je stínící délka.

Pro popis kolizí ve spektroskopii za využití iontů se využívají rozličné analytické vyjádření stínící funkce. Popis pomocí těchto funkcí předpovídá výsledky srážek za specifických podmínek velmi přesně. Univerzální funkce pro popis libovolné srážky však není k dispozici a výsledky nelze kvantifikovat, pokud není provedena odpovídající kalibrace pro měřenou situaci. Pro přesný popis nízkoenergieového rozptylu iontů se využívá Molierův potenciál, založený na Thomasově-Fermiho modelu atomu, a Biersackův-Zieglerův potenciál založený na modelu volných elektronů, který bere v potaz výměnu a korelace energií.

1.1. FYZIKÁLNÍ PRINCIP

Společná vlastnost těchto potenciálů je rychlý pokles s rostoucí meziatomovou vzdáleností r tak, že interakce dopadajícího iontu se sousedními atomy na povrchu pevné látky, vzdálenými několik desítek nanometrů od sebe, je zanedbatelná. Tato vlastnost umožňuje přechod k popisu srážky pomocí teorie binárních kolizí. K výpočtům ve spektroskopii se nejčastěji využívá Moliérový stínící funkce ve tvaru

$$\varphi(r/a) = 0,1 \exp(-6r/a) + 0,55 \exp(-1,2r/a) + 0,35 \exp(-0,3r/a), \quad (1.2)$$

kde a je Firsovova stínící délka modifikována v mnoha výpočtech na

$$a = 0,468C(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{1/2}, \quad (1.3)$$

kde C je fitovací konstanta z rozsahu $0,6 \leq C \leq 0,8$ [1].

1.1.2. Binární kolize

Binární kolize popisuje srážku dvou částic bez interakce s ostatními částicemi v jejich okolí, jelikož jejich působení je zanedbatelné vůči interakčnímu působení mezi přímými účastníky srážky. Doba trvání srážky je řádově $10^{-15} - 10^{-16}$ s, což je mnohem kratší doba než perioda kmitů mřížky, která je řádově 10^{-13} s [1]. Díky tomuto faktu a skutečnosti, že je energie předána projektilu atomu pevné látky mnohem větší, než energie vazebná, můžeme považovat atom na povrchu pevné látky za volnou částici. Kvalitativní analýza naměřených dat je potom zjednodušena, jelikož celý rozptyl s těmito předpoklady sestává ze sledu jednotlivých binárních srážek projektilu s povrchovými atomy měřené látky.

Energii rozptýleného iontu při samostatné binární srážce lze vypočítat ze zákona zachování energie a zákona zachování hybnosti bez využití meziatomových potenciálů dle vztahu

$$E_1 = E_0 \left(\frac{\cos \theta \pm (A^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}}{(1 + A)} \right)^2, \quad (1.4)$$

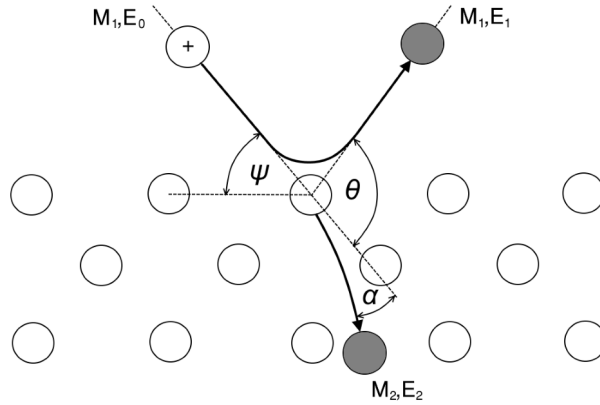
kde θ je úhel rozptylu, E_0 je energie dopadajícího projektilu, E_1 je jeho energie po rozptylu na atomu pevné látky a A je poměr hmotnosti atomu pevné látky M_2 a hmotnosti dopadajícího projektilu M_1 , tedy $A = M_2/M_1$ [1]. Takovou srážku lze vidět v obrázku 1.4. Pro případ dopadu lehkých projektilů na látku tvořenou těžkými atomy, tj. případ kdy $A > 1$, se ve vztahu využívá znaménka plus. Pro případ kdy je $A \leq 1$ a jde tedy o dopad těžkého projektilu na povrch látky tvořené lehkými atomy jsou možné obě znaménka.

Energie udělená povrchovému atomu pevné látky E_2 je dána vztahem

$$E_2 = E_0 \left(\frac{4A}{(1 + A)^2} \right) \cos^2 \alpha, \quad (1.5)$$

kde α je úhel mezi dopadovou trajektorií projektilu a trajektorií atomu pevné látky po srážce a je omezen na hodnoty $\alpha < 90^\circ$ [1].

Tento model pro používané experimentální hodnoty dokáže předpovídat naměřené hodnoty s přesností 1-2% pro energie dopadajících částic počínaje několika stovkami eV a pro energie vyšší [1]. Model tvoří základní kámen pro využití spektroskopie rozptylu iontů pro analýzu složení povrchů pevných látek. Umožňuje měření hmotností atomů M_2 této látky. Lze tedy určit hmotnost částic vzorku z experimentálně naměřených energií



Obrázek 1.4: Schéma binární kolize. Projektil o hmotnosti M_1 a energii E_0 dopadá na povrchový atom látky o hmotnosti M_2 , který je v klidu. Dochází k rozptylu projektilu a změně jeho energie na hodnotu E_1 . Povrchovému atomu je udělena energie E_2 .

bez využití složitých funkcí popisujících meziatomovou interakci pomocí potenciálů. Při měření se hojně využívá úhlu rozptylu $\theta = 90^\circ$, při němž se vztah 1.4 redukuje na tvar

$$E_1 = E_0 \left[\frac{M_2 - M_1}{M_2 + M_1} \right]. \quad (1.6)$$

Tento vztah se při použití projektilů hélia He^+ o hmotnosti $M_1 \approx 4$ au zjednoduší na

$$E_1 = E_0 \left[\frac{M_2 - 4}{M_2 + 4} \right]. \quad (1.7)$$

Vidíme, že ze znalosti M_1, E_0 a E_1 je možné určit hmotnost M_2 [1].

Jednoduchost identifikace hmotnosti však není jediným důvodem k volbě konkrétních experimentálních podmínek během měření. Při volbě těchto podmínek je potřeba též brát ohled na citlivost, hmotnostní rozlišení, vícenásobné srážky, ztráty vlivem nepružných srážek a neutralizační procesy, které mohou během srážek nastat. Veškeré tyto jevy mají vliv na naměřená data.

Pro případ binární srážky lze také definovat hmotnostní rozlišení ze vztahu mezi E_1 a M_2 a s využitím energiového rozlišení použitého měřicího systému. Pro případ dopadu lehkého iontu na povrch tvořený těžkými atomy ($A > 1$), je hmotnostní rozlišení dáno vztahem

$$\frac{M_2}{\Delta M_2} = g(A, \theta) \frac{E_1}{\Delta E_1}, \quad (1.8)$$

kde $E_1/\Delta E_1$ je rozlišení analyzátoru energií a $g(A, \theta)$ je funkce získaná diferencováním vztahu 1.4

$$g(A, \theta) = \frac{2A}{(1+A)} \frac{A + \sin^2 \theta - \cos \theta (A^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}}{A^2 - \sin^2 \theta + \cos \theta (A^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}} [1]. \quad (1.9)$$

Rozlišení tedy roste s úhlem rozptylu θ a malými hodnotami A , tj. případu bombardování povrchu těžkými ionty.

1.1. FYZIKÁLNÍ PRINCIP

V praxi se využívá k bombardování lehkých primárních iontů, nejčastěji He^+ a velkých úhlů rozptylu θ , aby se zvýšilo zastoupení rozptylů na povrchových atomech při měření oproti srážkám vícenásobným.

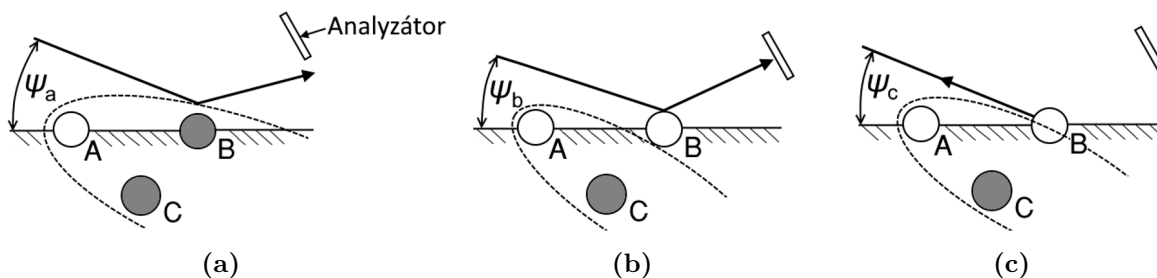
1.1.3. Vícenásobné kolize a stínění

Teorie stínění a vícenásobných kolizí se využívá k získání informací o povrchové struktuře látky. Ačkoliv obě tyto teorie využívají stejných základních teoretických poznatků, jejich aplikace pro měření jsou odlišné.

Stínění využívá skutečnosti, že při srážkách projektilu s atomy existuje tzv. stínící kužel, který je vyobrazen čárkovanou čarou v obrázku 1.5. Překrývá-li tento kužel tvořený atomem A sousedící povrchový atom B, dochází k jeho stínění viz obrázku 1.5a. Atomy B a C jsou v této situaci stíněny atomem A a je tím znemožněna jejich detekce. V případě na obrázku 1.5b není atom B stíněn a projektil po rozptylu na něm dopadá na analyzátor a je detekován. Příklad z obrázku 1.5c zobrazuje mezní případ, kdy dojde ke zpětnému odrazu dopadajícího projektilu. K tomuto případu může dojít, pokud stínící kužel protíná přibližně střed atomu B.

K zvýšení zastoupení rozptylu projektilů pouze na povrchových atomech se využívá lehkých projektilů, jako je He^+ , a velkých úhlů rozptylu θ . Snižujeme tak příspěvek vícenásobných srážek, avšak při využití projektilů vzácných plynů dochází z velké části k jejich neutralizaci pokud proniknou do struktury a nepřispívají tak k detekovanému signálu.

Touto metodou lze určovat vzájemné polohy povrchových atomů a zkoumat tak povrchovou strukturu látek. Přesnost s jakou lze relativní pozice určit je možné zvýšit užitím velkých úhlů dopadu v blízkosti hodnoty 180° .



Obrázek 1.5: Princip využití stínící metody k analýze povrchové struktury látek. (a) Atom B je stíněn a nedojde tedy k detekci rozptýleného projektilu. (b) Atom B není stíněn a je detekován rozptýlený projektil. (c) Atom je částečně stíněn a dojde ke zpětnému odrazu projektilu.

Metoda vícenásobných srážek se také využívá ke studiu povrchové struktury látek, ale na rozdíl od stínění využívá teorie vícenásobných srážek. Jak je vidět na obrázku 1.6 dochází při dopadu projektilu na povrch pevné látky k interakci s jednotlivými atomy a tak i ke změně trajektorie vlivem jednotlivých interakcí. Dominantní je změna trajektorie vlivem srážky, která je modifikována drobnými interakcemi. Příklad na obrázku 1.6a se obvykle označuje jako „quasi single“ rozptyl, zkráceně QS. Dochází zde k jediné dominantní srážce ovlivněné skupinou slabých stínících interakcí. Situace na obrázku 1.6b se nazývá „quasi double“ rozptyl, QD. Jedná se o dvě srážky ovlivněné interakcemi s okolními atomy.

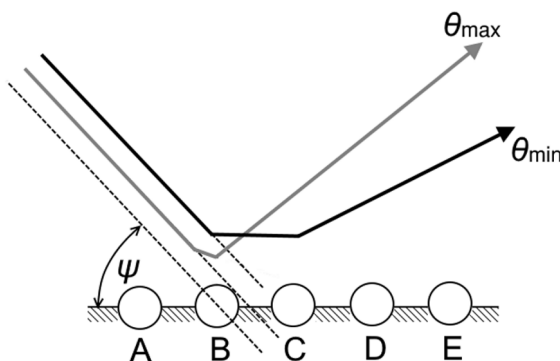
QS a QD rozptyly vytváří píky v energiových spektrech na energiích vyšších, než je energie prosté binární srážky. Energie, na které je pozorován QS pík a relativní intenzity

obou píků umožňují určení meziatomové vzdálenosti. Vícenásobné srážky při využití projektilů vzácných plynů nepřispívají výrazně do energiových spekter kvůli časté neutralizaci projektilu.



Obrázek 1.6: Mnohonásobné srážky. (a) Quasi single rozptyl (QS). (b) Quasi double rozptyl (QD).

Přímým důsledkem vícenásobných srážek je existence rozmezí úhlu rozptylu θ dopadajícího projektilu, které závisí na dopadovém úhlu projektilu ψ . Toto rozmezí je zobrazeno v obrázku 1.7. Vidíme, že úhly rozptylu o hodnotách větších než $\theta_{\max}$ nemohou nastat. Zabraňuje v tom interakce projektilu s atomem A, jenž způsobí zatočení jeho trajektorie. Tato trajektorie je zobrazena v obrázku 1.7 šedě. Přítomnost úhlů menších, než je $\theta_{\min}$ je zase omezena interakcí s atomem C, viz černá trajektorie v obrázku 1.7. Pro úhel rozptylu tedy platí, $\theta_{\min} \leq \theta \leq \theta_{\max}$. V tomto rozmezí úhlů se provádí detekce rozptýlených projektilů.



Obrázek 1.7: Omezení rozptylového úhlu θ při vícenásobných srážkách.

Při měření touto metodou se využívá těžkých projektilů s nízkými energiemi a malých rozptylových úhlů, aby se maximalizoval výskyt vícenásobných srážek. Vysoká pravděpodobnost neutralizace při vícenásobných srážkách omezuje počet detekovaných částic. V praxi se využívá energií nad 1 keV a úhlů rozptylu větších než 20° .

Tato metoda umožňuje studium homogenity povrchu a jeho poškození. V poškozených místech se nachází „díry“ po chybějících atomech, na kterých dochází k rozptylu projektilů do úhlů mimo detekční interval $\theta_{\min} \leq \theta \leq \theta_{\max}$ a nejsou tedy detekovány.

1.2. MĚŘÍCÍ APARATURA

1.1.4. Iontový výtěžek

Uvažujme měřený povrch složený z atomů i a j . Výtěžek iontů rozptýlených na atomech i je definován vztahem

$$Y_i = (J_0 A \Delta\Omega T_i(E, \theta)) \cdot \left(\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_i (1 - P_n)_i (N_i - \alpha N_j) \right), \quad (1.10)$$

kde J_0 je hustota proudu dopadajících částic, A je plocha bombardovaného povrchu složená z atomů i a j , $\Delta\Omega$ je pevné rozmezí vstupních úhlů analyzátoru, $T_i(E, \theta)$ je transmisní faktor, E je energie projektilu, θ je úhel rozptylu, pod kterým částice dopadají na analyzátor, $d\sigma/d\Omega$ je diferenciální účinný průřez, P_n je pravděpodobnost neutralizace projektilu, α je stínící koeficient a N_i, N_j jsou povrchové koncentrace jednotlivých typů atomů [1]. První člen vztahu popisuje instrumentální závislost výtěžku iontů a druhý člen závislost na měřeném povrchu.

Lze také využít jiného vyjádření ve tvaru

$$Y_i = I n_i \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_i c P^+, \quad (1.11)$$

kde I je proud částic z iontového zdroje, n_i je povrchová koncentrace atomů i , $d\sigma/d\Omega$ je diferenciální účinný průřez, c je instrumentální konstanta zahrnující parametry měřicí aparatury a P^+ je poměr množství iontů detekovaných na analyzátoru vzhledem k celkovému počtu projektilů [2]. Zavádí se také veličina $S_i = Y_i/e$, kde e je elementární náboj.

Tyto vztahy tvoří základ pro kvantifikaci dat z naměřených spekter. Ze znalosti hodnoty $S_{i\text{ref}}$ naměřené na povrchu vzorku složeného pouze z atomů i můžeme určit zastoupení atomů i ve vzorku složeném z více druhů atomů z hodnoty S_i na něm naměřené. Za předpokladu, že se ve vztahu 1.11 mění pouze hodnota koncentrace n_i , můžeme určit koncentraci na měřeném vzorku jako

$$n_i = n_{i\text{ref}} \cdot \frac{S_i}{S_{i\text{ref}}}, \quad (1.12)$$

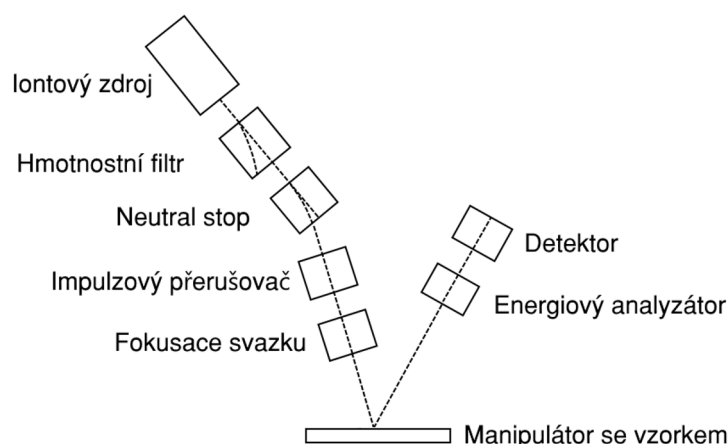
kde $S_{i\text{ref}}, n_{i\text{ref}}$ jsou hodnoty referenčního vzorku a S_i, n_i jsou hodnoty analyzovaného vzorku.

1.2. Měřicí aparatura

Pro měření za využití metody LEIS je potřeba měřicího zařízení s možností definice experimentálních parametrů dle potřeb daného měření. Na obrázku 1.8 je možno vidět schématické zobrazení měřicí aparatury se základními komponentami, kterých se ve většině LEIS aparatur používá. Důvod přítomnosti jednotlivých komponent a jejich funkční princip budeme nyní rozebírat.

1.2.1. Iontový zdroj

Na zdroje využívané při této metodě je kladen důraz na úzké rozmezí primárních energií emitovaných iontů, jelikož přímo ovlivňuje rozlišení píků ve spektrech. Pro metodu LEIS



Obrázek 1.8: Schéma měřící aparatury LEIS a jejích základních komponent.

se využívá zdrojů s rozsahem energií od 0,5 keV do 10 keV a proudem iontů v rozmezí od 0,1 nA do 50 nA [2].

Při měření se využívá nejčastěji iontů vzácných plynů. Částice pracovního plynu jsou přiváděny do prostoru iontového zdroje, kde dochází vlivem srážek s urychlenými elektrony k jejich ionizaci. Tyto ionty jsou poté urychleny potenciálovým rozdílem a nasměrovány k hmotnostnímu filtru.

1.2.2. Hmotnostní filtr

Primární iontový svazek by měl být v ideálním případě tvořen částicemi jednoho typu vzácného plynu. Tohoto lze docílit využitím čistého plynu, nebo užitím hmotnostního filtru. Přítomnost nečistot v primárním svazku je zapříčiněna zbytkovým plynem v aparatuře nebo nečistotami v přívodu plynu do iontového zdroje.

Ionty vstupující do hmotnostního filtru jsou filtrovány působením elektromagnetických sil. Částice s požadovanou energií a hmotností jsou propuštěny dále, zatímco částice s nevyhovujícími parametry propuštěny nejsou.

1.2.3. Neutral stop

V okolí iontové zdroje, kde je tlak pracovního plynu lokálně zvýšen může vlivem působení vysokého tlaku docházet k neutralizaci primárních iontů. Primární svazek tedy obsahuje neutrální částice o stejné energii a směru pohybu jako primární ionty. Tyto částice ovlivňují výsledky měření a je nutno je odfiltrovat. Filtrace je realizována vychýlením svazku iontů o několik stupňů působením elektromagnetických sil a zachycení nevychýlených neutrálních částic.

1.2.4. Impulzový přerušovač

Pro případy, kdy se využívá při měření energiový analyzátor doby letu, TOF, je potřeba, aby svazek nebyl kontinuální. Požadován je pulzující svazek, kterého dokáže impulzový přerušovač docílit. Svazek je periodicky se měnícím elektromagnetickým působením vychylován mezi clonou, na které jsou ionty zachyceny, a otvorem, kterým ionty procházejí

1.2. MĚŘÍCÍ APARATURA

do další části systému. Dostáváme tak pulzy o délce $\delta\tau$. Tuto délku lze měnit dle požadavků měření. Lze dosáhnout pulzů o délce několika ns [2].

1.2.5. Fokusace svazku

Iontový svazek vycházející po filtraci je obecně divergentní. U takto divergentního svazku dochází k rozptylu iontů na vzorku do úhlů, které již nespádají do rozsahu analyzátoru a nejsou tedy zaznamenány. Nevyužíváme tedy celého svazku. Abychom využili co největší část svazku, užívá se čoček a kolimátorů k jeho fokusaci. Tyto komponenty nám též umožňují rastrování měřeného vzorku. V naší aparatuře nejčastěji používáme pro rastrování svazek o průměru $d_s < 50 \mu\text{m}$ na ploše vzorku $(1 \times 1) \text{ mm}^2$.

1.2.6. Manipulátor

Manipulátor slouží k posunutí požadovaného místa vzorku do místa průsečíku osy iontového svazku a osy analyzátoru. Potřebná přesnost nastavení této polohy pro toroidní analyzátor a pro možnost využití TOF analýzy, kterým disponuje naše zařízení, je přibližně 0,1 mm. Požaduje se tedy posuv s přesností lepší než je 0,2 mm. Skenováním různých míst na povrchu měřeného vzorku také snižujeme poškození povrchu.

1.2.7. Energiový analyzátor

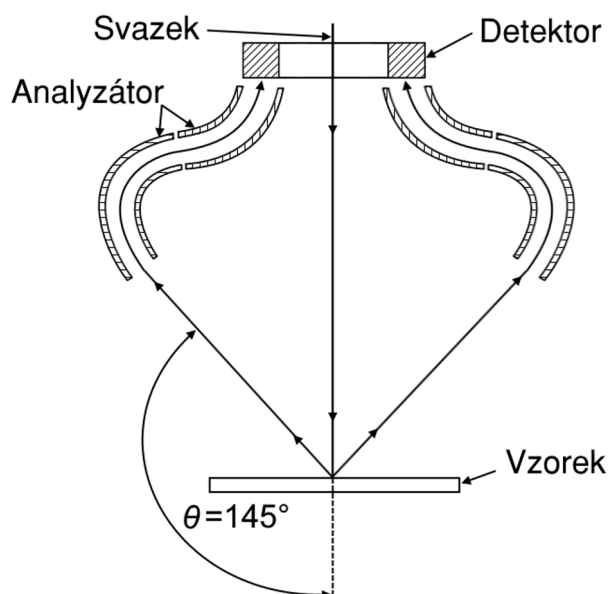
Analyzátor funguje na obdobném principu jako hmotnostní filtr. Ionty rozptýlené na povrchu pevné látky pod definovaným úhlem rozptylu vstupují do analyzátoru. Zde dochází vlivem elektrostatických sil k zatočení trajektorií iontů a následnému dopadu na detektor. Změna trajektorie závisí na energii částice. Nastavením parametrů analyzátoru tedy umožníme průchod jen částicím ze zvoleného intervalu energií. Získáváme tak závislost počtu detekovaných částic na jejich energii, spektrum. Na obrázku 1.9 je vyobrazen dvojité toroidní analyzátor, DTA [2], který je využit v našem zařízení. Hlavní výhodou tohoto analyzátoru je jeho schopnost analyzovat všechny ionty s azimutálním rozložením od 0° do 360° , což výrazně zvyšuje citlivost zařízení.

1.2.8. Detektor

Detektor zaznamenává částice na něj dopadající a jejich radiální polohu. K elektronickému zpracování získaných dat však dopadající iont nestačí. Jeho signál je příliš malý a nelze jej přímo detekovat. Signál je proto zesilován MCP - *Micro-Channel Plate* násobiči. Iont dopadající na stěnu násobiče způsobí emisi elektronů, které opět způsobují další emise. Dochází tak k řetězové reakci, na jejímž konci dostáváme detekovatelný signál.

1.2.9. UHV

UHV - *Ultra High Vacuum*, velmi vysoké vakuum je nezbytné pro funkčnost rozptylu nízkoelektrostatických iontů. Bez využití vakua by docházelo k rychlému usedání atomů a molekul z okolního prostředí na povrch vzorku a námi studovaná vrstva by zůstala pohřbena



Obrázek 1.9: Schéma DTA analyzátoru použitého v našem zařízení QTAC¹⁰⁰.

pod těmito nově vzniklými nánosy částic. Využitím UHV se zvýší čas, potřebný k vytvoření takové vrstvy částic, na hodnotu dostatečně velkou k tomu, abychom mohli provést analýzu vzorku než vrstva částic vznikne. S klesajícím tlakem pak tento čas roste.

Druhý důvod proč se UHV využívá je snížení počtu částic v komoře. Povrch vzorku potřebujeme bombardovat ionty a po rozptylu je detekovat. Toto je umožněno UHV prostředím, jelikož je v komoře atmosféra tvořená velmi malým množstvím zbytkových atomů a nedochází tak ke kolizím bombardujících iontů tak často, jak by tomu bylo při vyšších tlacích. Tedy čím lepšího vakua dosáhneme, tím menší bude pravděpodobnost srážek iontů s částicemi zbytkové atmosféry. V zařízení QTAC¹⁰⁰ běžně dosahujeme základního tlaku $p < 2 \cdot 10^{-10}$ mbar.

2. Výroba optických elementů

Každý optický element prochází během výroby množstvím různých operací počínaje jeho uchycením pro jednotlivé typy opracování, mezi které patří například řezání, frézování, broušení a leštění, a konče depozicí povrchových vrstev. Po každém opracování dochází k mezioperačnímu mytí. O těchto metodách se nyní stručně zmíníme. Samostatnou kapitolu poté budeme věnovat finálnímu čištění.

2.1. Metody uchycení kusů pro opracování

Pro jednotlivé metody opracování skla je potřeba zajistit uchycení kusů tak, aby nedocházelo vlivem sil během ubírání materiálu k jeho pohybu v přípravku, ve kterém je uchycen. K tomuto účelu se využívá mnoha metod, mezi nimiž jsou lepení, sesátí kusů a mechanické uchycení.

Při lepení se využívá ke spojení opracovávaného kusu s přípravkem tenké vrstvy adhezivního materiálu na styčných plochách. Jako příklad adheziva můžeme uvést smolu, viz obrázek 2.1a. Teplem rozpuštěná smola se nanese na přípravek a poté jsou na tuto vrstvu přiloženy kusy. Zatlačením kusů do smoly a následným ochlazením smoly dojde k jejímu tuhnutí a vzniku adhezivního spoje.

Sesátí skla je narozdíl od lepení realizováno bez použití adheziva. Dvě broušené, vyčištěné plochy ze skla se uvedou do kontaktu a dochází k sesátí, viz obrázek 2.1b. Tento spoj má vysokou adhezi a není potřeba po opracování plochy umývat od smoly jako při lepení.

Pokud kus obsahuje rovnoběžné rovinné plochy je možné jej upnout mechanicky. Kolmo na tyto rovinné plochy působíme mechanickou silou a dochází tak k upnutí. Síla může být realizována mechanicky, hydraulicky či pneumaticky. U pneumatického uchycení je možno realizovat upínací sílu podtlakem.



(a)



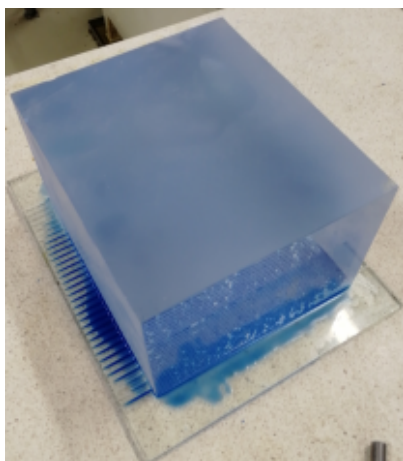
(b)

Obrázek 2.1: (a) Hlava na broušení připravena lepením. (b) Hlava na leštění připravena sesátím [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

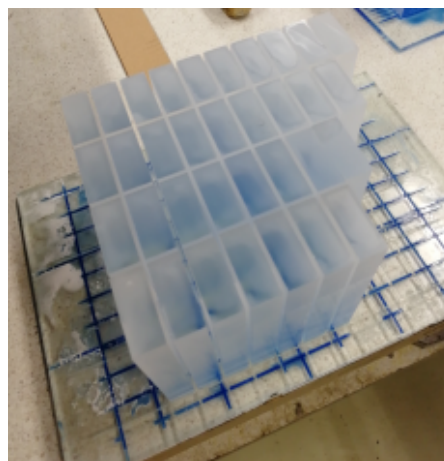
2.2. ŘEZÁNÍ

2.2. Řezání

Sklo pro rovinnou optiku je vyráběno v blocích jako je na obrázku 2.2a. Tento blok je před dalším opracováním nařezán na požadované rozměry s přídavkem pro další opracování. K řezání skla se využívá diamantových brusných kotoučů. Během řezání je nutno řezný nástroj chladit, k čemuž se využívá chladicí kapaliny. Blok skla je pro řezání přilepen k podkladové desce. Ta zajišťuje, aby po dokončení řezu nedocházelo k pádu kusů a tím i možnosti jejich poškození. Nařezaný blok touto metodou lze vidět na obrázku 2.2b. Takto nařezané hranoly jsou odlepeny od podkladové desky a připraveny pro další opracování.



(a)



(b)

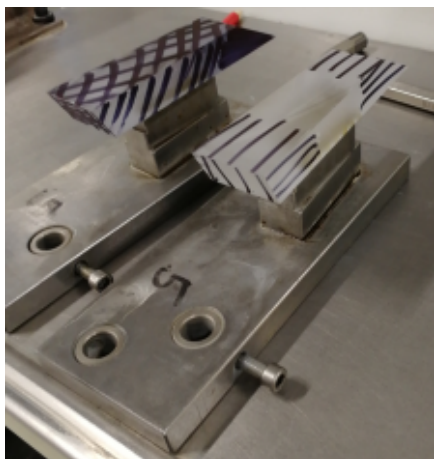
Obrázek 2.2: (a) Blok skla před řezáním. (b) Blok skla po řezání [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

2.3. Frézování

Povrch nařezaných kusů je nutno vyrovnat a přiblížit k finálním rozměrům s přídavkem na broušení a leštění. K této úpravě využíváme frézování. Upnutí kusů pro frézování můžeme vidět na obrázcích 2.3a a 2.3b. K obrábění se používá fréz s řeznými plochy z diamantu. Takový nástroj můžeme vidět v obrázku 2.3b vpravo. Opracovávaná plocha je přesunuta posuvem k nástroji. Nástroj poté rotačním pohybem ubírá materiál zatímco se pohybuje lineárním pracovním posuvem. Po opracování plochy je kus otočen a je obráběna další plocha. Během opracovávání je opět nutno chladit.

2.4. Broušení

Frézované kusy mají tvar konečného výrobku, ale drsnost povrch je příliš velká. Prvním krokem k dosažení požadované nízké drsnosti povrchu je broušení. K broušení se využívá litinových kotoučů a úběr materiálu je realizován roztoky, obsahujícími abraziva, které zároveň slouží jako chladiva. Vzájemným pohybem hlavy s opracováváním kusy a rychle rotujícího kotouče dochází k úběru materiálu. Úběr materiálu je narozdíl od frézování mnohem menší. Broušení lze provádět jak ručně jako na obrázku 2.4, tak strojně. Po broušení je povrch kusů leštěn.



(a)



(b)

Obrázek 2.3: (a) Kusy upnuté v přípravku pro frézování. Čáry na povrchu kusů slouží ke kontrole záběru nástroje po celé ploše. (b) Upnutí kusů pro frézování. V pravé straně vidíme pracovní nástroj, frézu, a místo vstřikování chladicí kapaliny [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].



Obrázek 2.4: Ruční broušení kusů připevněných na brusné hlavě [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

2.5. Leštění

Leštění funguje na obdobné bázi jako broušení. Nástrojem je opět kotouč, ale v případě leštění je tvořen z abrazivního materiálu s jemnou zrnitostí. Otáčky kotouče jsou mnohem menší než u broušení. Během celého procesu je kotouč chlazen kapalinou, která slouží také jako médium pro odvod kousků opracovaného skla. K zdlouhavému leštícímu procesu se využívá strojů jako na obrázku 2.5. Kusy jsou uloženy na volno v maskách a zatíženy tak, aby docházelo k optimálnímu úběru. Pomalu se otáčející leštící kotouč způsobuje pohyb kusů v maskách, díky němuž dochází k rovnoměrnému úběru materiálu. Vyleštěné kusy jsou pečlivě omyty a pokračují, pokud je to požadováno, na vrstvení.

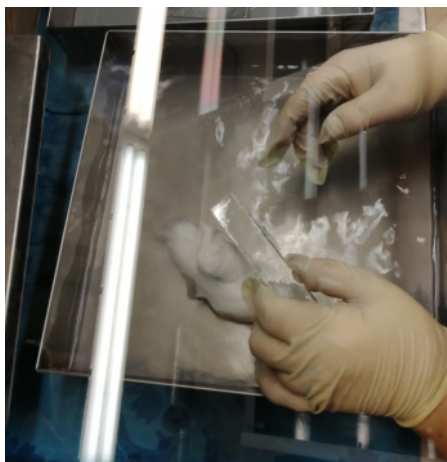
2.6. MEZIOPERAČNÍ MYTÍ



Obrázek 2.5: Strojní leštění [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

2.6. Mezioperační mytí

Během jednotlivých kroků výrobního procesu dochází ke vzniku nečistot na povrchu. Tyto nečistoty mohou být kousky skla po obrábění, abraziva, smola a další. Přítomnost těchto nečistot během jednotlivých operací mohou snižovat kvalitu výsledného povrchu a přispívat k degradaci nástrojů. Pro odstranění laků a smoly lze využít ručního mytí v ředidlech, viz obrázek 2.6. Dále se využívá mycích linek na bázi vody a ředidel, kterým se společně s ručním čištěním budeme věnovat dále.



Obrázek 2.6: Ruční mytí v acetonu k odstranění lepidel, laků a podobných látek z povrchu kusů před dalším opracováním [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

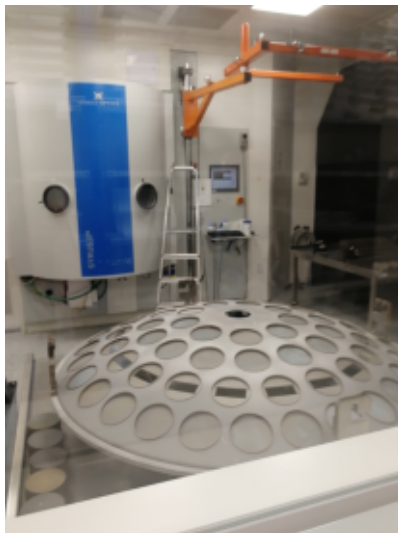
2.7. Vrstvící procesy

Ke zlepšení optických vlastností optických elementů se využívá depozice tenkých vrstev. Tyto vrstvy jsou tvořeny materiály různých druhů k dosažení požadovaných vlastností. Vrstvy mohou být tvořené jedním materiálem, či více materiály v sendvičové struktuře.

Depozice je realizována dvěma základními způsoby, naprašováním a napařováním. Při naprašování dochází k vyražení atomů terče tvořeného materiálem, který chceme depo-

novat, urychlenými ionty, nejčastěji vzácných plynů. Takto vyražené atomy dopadají na povrch kusů, kde vytváří vrstvy.

U napařování se materiál, který chceme deponovat vloží do kalíšku. V kalíšku dojde k ohřevu materiálu a jeho odpaření. Takto odpařené atomy dopadají na povrch optických elementů a vytváří vrstvy. Pohled na jednu z depozičních aparatur je na obrázku 2.7.



Obrázek 2.7: Depoziční aparatura Syrus 1350. Ve spodní části můžeme vidět kaloty pro uchycení vrstvené optiky vložené do nosné hlavy. K manipulaci s touto hlavou se z důvodu její vysoké hmotnosti využívá oranžového jeřábu na obrázku [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

2.8. Balení

Poslední operací, kterou optické elementy prochází, je balení. Kusy očištěné po poslední operaci je potřeba chránit před znečištěním. Tato ochrana je realizována různými druhy obalového materiálu.

Pro balení kusů je důležité, aby nedocházelo k znečišťování aktivních ploch kontaktem s obalovým materiálem a aby se do obalu nedostávaly nečistoty z vnějšího prostředí. Ke kontaktu kusů s obaly tedy dochází pouze na opticky neaktivních plochách. Balení se provádí v čistých prostorách, aby vzduch přítomný po vkládání kusů uvnitř obalů obsahoval co nejmenší množství nečistot. Obaly jsou vybaveny těsněním k zamezení vniku nečistot z vnějšího prostředí a konstruovány tak, aby nedocházelo k poškození přepravovaných kusů.

3. Mycí procesy

Povrchy optických elementů je před i mezi jednotlivými výrobními procesy nutno důkladně očistit. Čištění povrchu zvyšuje kvalitu nanášených vrstev odstraňováním zbytkových částic po obráběcích procesech. S klesajícím počtem reziduí po výrobních procesech na povrchu dílce klesá množství nehomogenit při vrstvení, a dosahuje se tak lepších optických vlastností těchto vrstev. K dosahování vysoké čistoty povrchů se využívá mycích linek a ručního čištění vzorků.

3.1. Ruční čištění

Základním způsobem finálního čištění povrchů optických dílů je ruční čištění. Tato metoda se používá k načištění kusů před kontrolou jakosti a finálními operacemi výrobního procesu. Jakost povrchů čištěných touto metodou závisí na schopnostech personálu.

K čištění se využívá tampónů namáčených do roztoků dle materiálu čištěného povrchu, viz obrázek 3.1. Nejčastěji se využívá acetonu a směsi diethyletheru s ethanolem. U této metody je vysoký požadavek na čistotu pracoviště. Kontakt s kusy je možný pouze v rukavicích, či náprstcích k zamezení znečištění povrchu potem a dalšími nečistotami přenášenými přímým kontaktem s kůží. Čištění se provádí ve flowboxech, kde dochází díky laminárnímu proudění vzduchu směrem dolů ke strhávání prachových částic ve vzduchu obsažených a snižuje se tak množství prachu usedajícího na čištěné sklo.



Obrázek 3.1: Ruční čištění čočky [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

3.2. Mycí linky

K odstranění hrubých nečistot po obrábění a mezi jednotlivými operacemi v procesu se využívá mycích linek. Tato metoda strojního mytí umožňuje oproti ručnímu čištění velkoobjemové mytí. V závislosti na sledu operací se mytí provádí v mycích linkách v normálních a čistých prostorách. Linky v normálních prostorách slouží pro mytí po leštění a centrování. Mytí v čistých prostorách je využíváno před vrstvicími procesy.

Kusy jsou uchyceny do mycích rámečků tak, aby se zamezilo jejich vypadnutí a poškození aktivních ploch, viz obrázek 3.2. Takto zajištěné kusy poté prochází sérií čistících

3.2. MYCÍ LINKY

van s rozpouštědly, vodnými roztoky saponátů a deionizovanou vodou v závislosti na technologickém předpisu vhodném pro daný materiál optických elementů. Tvar mytých kusů ovlivňuje výběr typu rámečků. Vhodným výběrem materiálu rámečku se zamezuje poškození kusů během mytí. Materiály rámečků jsou teflon a nerezová ocel s tenkými povlaky na bázi teflonu či polyamidu. V jednotlivých lázních se setrvává po časové úseky dané materiálem a určením kusů a dochází k čištění povrchu vlivem použitých sloučenin a působením kavitačních ultrazvukových vln.

Takto umyté kusy jsou poté sušeny na vzduchu nebo použitím infračerveného záření. Pokud jde o mytí po poslední operaci, následuje balení kusů a příprava pro jejich transport na místo určení.



Obrázek 3.2: Mycí rámeček s polyamidovou povrchovou úpravou s kusy připravený pro mytí [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

3.2.1. Na bázi ředidel

Pro odstraňování hrubých nečistot se používá mycích linek na bázi ředidel. Lázně v těchto linkách jsou tvořeny ředidly, díky nimž dochází k odstranění laků, pozůstatků adheziv a nečistot vzniklých během hrubého opracování skla frézováním a broušením. Jak již bylo zmíněno, kusy jsou myty v rámečcích, viz obrázek 3.3a.

Mycí linka je vybavena velkým množstvím lázní s různými rozpouštědly a vodními lázněmi pro odstranění rozpouštědel na konci mycího procesu. Jednu z mycích linek lze vidět na obrázku 3.3b. Na obrázku lze také vidět, že pro zajištění tak velkého počtu různých lázní disponuje mycí linka velkými rozměry. Obsah jednotlivých lázní je potřeba filtrovat a obměňovat k udržení požadovaných mycích schopností.

3.2.2. Na bázi vody

K odstranění jemných nečistot se využívá mycích linek na bázi vody. Lázně v těchto linkách jsou tvořeny deionizovanou vodou a vodou s mycími prostředky. Jelikož je tato metoda často využívána k mytí před vrstvicími procesy, vyskytuje se mycí linka v čistých prostorách, aby docházelo k co nejmenšímu znečištění povrchu kusů při sušení. Na obrázku 3.4 můžeme vidět mycí linku UCM v čistých prostorách.



(a)



(b)

Obrázek 3.3: (a) Rámeček s kusy během přesunu mezi lázněmi v mycí lince Naicotec. (b) Mycí linka Naicotec [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

Díky tomu, že je tato mycí linka situovaná v čistých prostorách, je možné kusy myté po posledních výrobních krocích zde balit a snižuje se tak riziko znečištění aktivních povrchů, které by jinak mohlo být způsobeno přesunem od mycí linky k balírně.



Obrázek 3.4: Mycí linka UCM v čistých prostorách [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

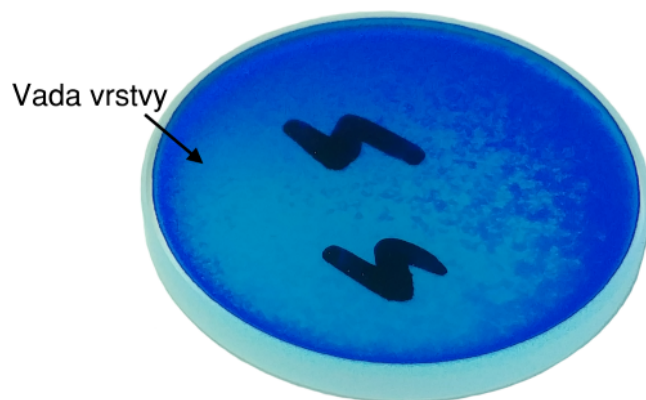
3.3. Iontové odprašování

Pro nejjemnější dočištění lze využít iontového odprašování. Existují k tomu přímo určené stroje, ale v omezené míře lze k tomuto účelu využít i iontový zdroj ve vrstvicí komoře. Ten zde slouží předně k densifikaci vrstev během procesu depozice. Ionty vycházející z děla jsou urychlovány směrem k povrchu optických elementů a odprašují atomy z jeho povrchu. Odprašování je prováděno ionty argonu.

4. Studium povrchové kontaminace optických elementů

Během výrobního procesu optických elementů dochází ke kontaktu aktivních povrchů s různými vnějšími činiteli, ať už je to během frézování, leštění, načišťování, či jiných operací. Tito činitelé poté mohou během depozice povrchových vrstev reagovat s atomy vytvářené vrstvy, a mohou tak vznikat buď nežádoucí reakce, nebo zůstanou na povrchu optického elementu uvězněny pod nadeponovanými vrstvami. Výsledkem těchto reakcí poté mohou být molekuly jiné, než ty, které se v dané vrstvě mají vyskytovat, a může tak docházet ke změně optických vlastností povrchových vrstev.

V praxi bylo zjištěno, že k jedné z těchto vad, tzv. „plísni“, dochází vlivem zbytkových nečistot po mycích procesech. Tato vada vzniká především na rozhraní optického skla a nanášených tenkých vrstev. Tuto vadu lze pozorovat pouhým okem, což můžeme vidět na obrázku 4.1. Lze vidět, že vrstva není homogenní. Světlá místa na fotografii jsou vady vrstvy, které označujeme jako „plíseň“.



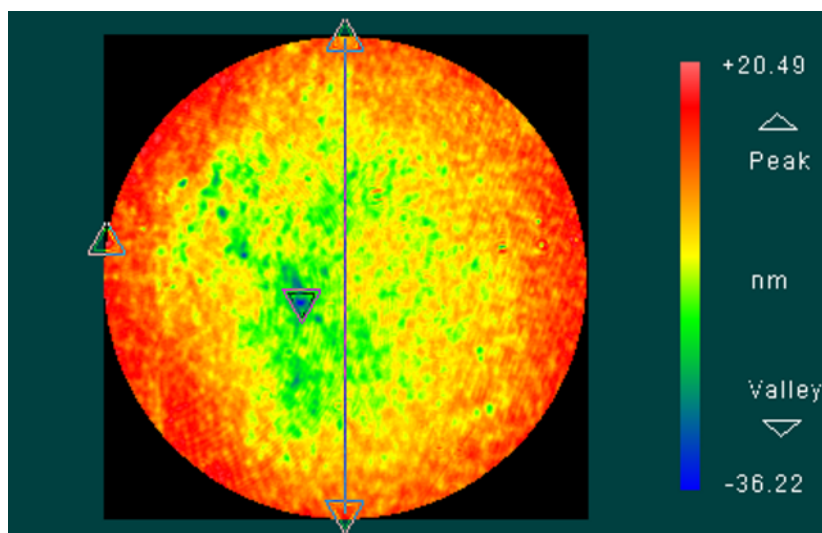
Obrázek 4.1: Fotografie vady vzniklé na povrchové vrstvě rovinného vzorku po procesu napařování. Vzorek byl čištěn na mycí lince Naicotec bez ručního dočištění. Dvě černé značky slouží k označení měřeného vzorku [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

Projevy této vady lze pozorovat též pomocí interferometru. Při měření na průchod pomocí interferometru ZYGO pozorujeme totožnou strukturu jako na obrázku 4.1. Data z interferometru lze pozorovat v obrázku 4.2. Vidíme, že hloubka struktury v místech plísně klesá, což může být způsobeno nehomogenitou nanesených vrstev vlivem nečistot, či projevy změn optických vlastností jimi způsobených. Tyto jevy jsou poté viditelné při interferenci.

4.1. Měření vzorky

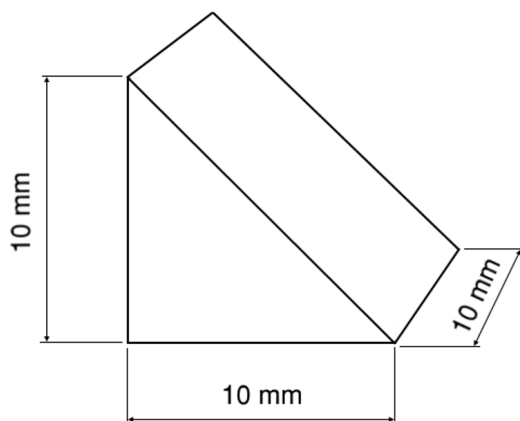
Měření budeme provádět na pravoúhlých optických hranolech. Kusy projdou řezáním, frézováním, broušením, leštěním a mytím. Tyto pravoúhlé hranoly ve dvojici po navrstvení a tmelení tvoří optický dělič. Rozměry hranolu můžeme vidět na obrázku 4.3. Měření budeme provádět na přepone hranolu. K tomuto účelu se budeme v další kapitole věnovat návrhu držáku vzorků pro naše měření pomocí metody LEIS.

4.1. MĚŘENÉ VZORKY



Obrázek 4.2: Měření rovinného vzorku na průchod na interferometru ZYGO. Vzorek byl čištěn na mycí lince Naicotec bez ručního dočištění [se svolením Meopta - optika, s.r.o.].

Jednotlivé vzorky budou před měřením myty různými mycími metodami a baleny identickou metodou. Cílem našich měření bude zjistit, zda jsou povrchové nečistoty měřitelné, porovnat jednotlivé mycí procesy a určit, který z nich dosahuje nejvyšší čistoty povrchu. V jednotlivých měření se pak budeme věnovat prvkovému složení nečistot. Identifikací jejich složení by mohlo být možno těmto nečistotám předcházet a snížit tak riziko výskytu vad při vrstvicích procesech.



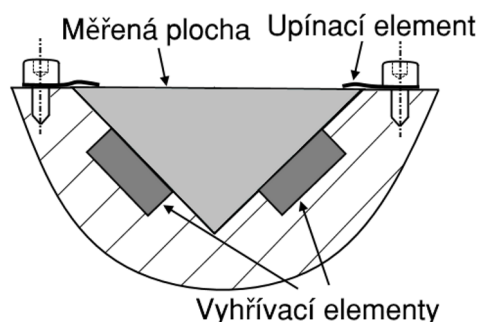
Obrázek 4.3: Pravoúhlý optický hranol použitý pro měření.

5. Konstrukce držáku vzorků

Pro měření pravoúhlých hranolů je potřeba zkonstruovat držák vzorků. Tato potřeba vychází z velikosti a tvaru měřených kusů. Kusy jsou na paletky, které máme k dispozici, příliš mohutné a mají atypický tvar oproti rovinným vzorkům, které běžně měříme v našem zařízení.

Na konstrukční návrh klademe několik požadavků. Prvními z nich je bezpečné uchycení vzorků a justace jejich polohy, aby měřená plocha byla ideálně kolmo k iontovému svazku. Dále je potřeba zajistit kompatibilitu námi navrhovaného držáku s měřicí aparaturou. Finálním požadavkem je možnost ohřevu vzorků, která by mohla být přínosná pro budoucí měření.

Schématický návrh držáku je na obrázku 5.1. Pravoúhlý hranol je bezpečně usazen ve vybrání držáku a je v kontaktu s vyhřívacími elementy k zajištění vedení tepla. Vybrání je navrženo tak, aby byla zajištěna kolmá poloha měřené plochy vůči svazku. K zamezení pohybu je využito upínacích elementů z drátu, které působí přitlačnou silou na vzorek. Tato síla je realizována utažením šroubů.



Obrázek 5.1: Schéma vzorku uchyceného ve vyhřívacím držáku.

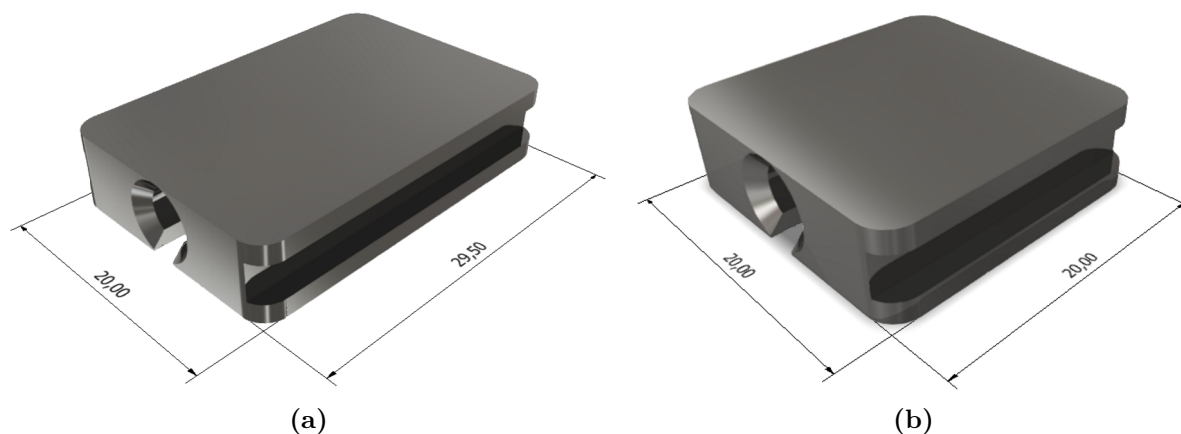
5.1. Návrh paletky

Jako první se budeme věnovat návrhu paletky pro měření optických hranolů. Vyjdeme z tvaru paletky, kterou využíváme v našem zařízení, viz obrázek 5.2a. Šířku, tvar vodičích drážek a otvor pro bajonet měnit nemůžeme, jelikož zajišťují kompatibilitu s měřicí aparaturou. Změníme tedy pouze délku. Zmenšením délky docílíme kompaktnější varianty paletky na obrázku 5.2b, z níž budeme při dalším návrhu vycházet, viz příloha PAL-01-19.

5.1.1. Modifikace paletky

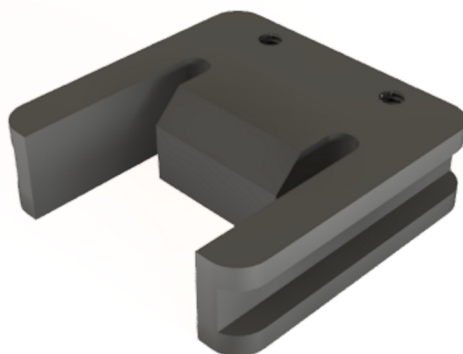
Vyjdeme z paletky v příloze PAL-01-19 a budeme ji dále upravovat. Rozměry a vodičí lišty pro kompatibilitu s komorou zachováváme. Začneme vytvořením vybrání a zkosení ve středu paletky pro uchycení nosiče vzorků. Po stranách tohoto vybrání vytvoříme dva úzké kanály pro vedení vodičů z topného tělesa. Dále opatříme paletku dvěma otvory se

5.1. NÁVRH PALETKY



Obrázek 5.2: (a) Tvar původní paletky využívané v naší aparatuře. (b) Pozměněný tvar paletky, ze kterého budeme vycházet.

závity M2 pro finální montáž sestavy. Výkres modifikované paletky je v příloze PAL-02-19 a její 3D model je viditelný v obrázku 5.3.



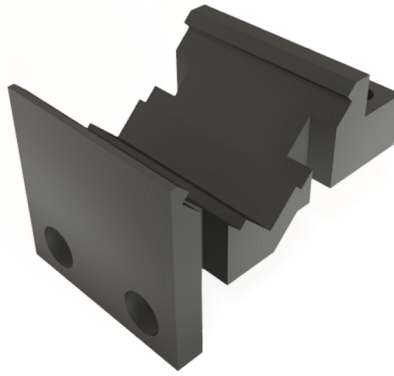
Obrázek 5.3: Návrh modifikace paletky. Otočeno o 180° vzhledem k obrázku 5.2b.

5.1.2. Nosič vzorků

Pro uložení vzorku a uchycení k modifikované paletce využijeme nosiče vzorků, který je na obrázku 5.4. Nosič je opatřen pravoúhlým vybráním pro uchycení měřených hranolů kolmo k iontovému svazku. V obou plochách tohoto vybrání jsou drážky pro uchycení topných elementů. Na koncích těchto drážek jsou kanály pro vedení vodičů k topnému tělesu. Spodní část je tvarovaná tak, aby bylo možné připevnění nosiče k modifikované paletce. Z tohoto účelu je nosič také opatřen dvojicí otvorů o průměru 2 mm pro další montáž. Ve spodní části jsou také dva otvory o průměru 3 mm pro elektrické kontakty pro vedení elektrického proudu k topným tělesům. Pro vedení vodičů ke kontaktům je nosič navržen takovým způsobem, aby po připevnění nosiče k paletce bylo možno pohodlně vést vodiče vnitřkem sestavy. V příloze PAL-03-19 lze vidět výkres nosiče vzorků.

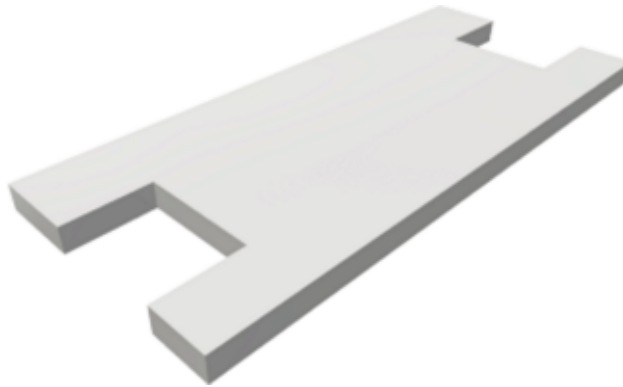
5.1.3. Topné těleso

Do vybrání v držáku vzorků budou umístěna topná tělesa. Ohřev bude realizován průcho-
dem elektrického proudu tenkým wolframovým plechem či vrstvou wolframu. Wolfram se



Obrázek 5.4: Návrh nosiče vzorků.

disipací výkonu na elektrickém odporu ohřívá [3]. Jako elektrickou izolaci využijeme Al_2O_3 destičky na obrázku 5.5, která je opatřena drážkami pro připojení vodičů k wolframu. Al_2O_3 také díky své dobré tepelné vodivosti odvádí teplo vzniklé ve wolframovém topném tělese a zamezuje tak poškození použité destičky vlivem vysokých teplot. Výkres destičky je v příloze PAL-05-19.



Obrázek 5.5: Al_2O_3 destička.

5.1.4. Kryt nosiče

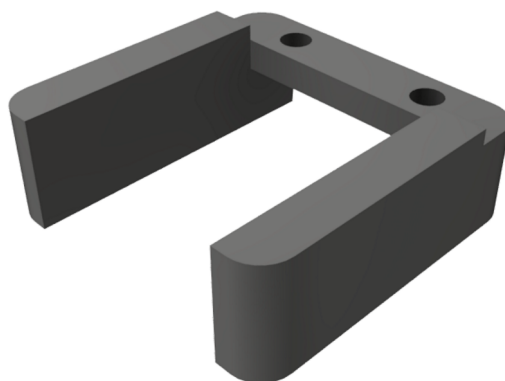
Poslední komponentou sestavy paletky je kryt nosiče. Funkcí této součásti je zakrytí vodičů, vymezení polohy vzorků a nastavení vertikální polohy vzorku v komoře. Vertikální poloha se před měřením v aparatuře nastavuje laserovým svazkem. Vzorky jsou ze skla a umožňují průchod záření z laseru skrz sklo a způsobují odraz na zadních stěnách měřených vzorků. Je tedy problematické nastavit tuto polohu. Povrch krytu držáku bude v odpovídající výšce jako měřená plocha vzorku a umožní nám nastavení vertikální polohy.

Kryt je navržen tak, aby splňoval výše uvedené funkce. Dále je opatřen dvěma otvory o průměru 2 mm pro montáž finální sestavy, viz obrázek 5.6 a příloha PAL-04-19.

5.1.5. Sestava paletky

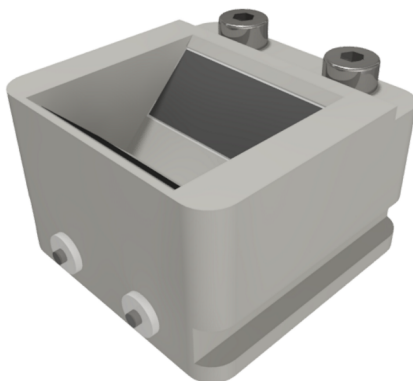
Z předešlých součástí zkompletujeme finální sestavu paletky. Do nosiče vzorků vložíme topné elementy, elektrické kontakty a nainstalujeme vodiče. Takto dokončený nosič in-

5.2. NÁVRH MANIPULÁTORU



Obrázek 5.6: Návrh krytu nosiče vzorků.

stalujeme na modifikovanou paletku, zakryjeme krytem nosiče a spojíme dvojicí šroubů. Finální sestavu můžeme vidět na obrázku 5.7. Výkres sestavy bez elektroinstalace je v příloze PAL-S-19.



Obrázek 5.7: Návrh sestavy paletky.

5.2. Návrh manipulátoru

Pro ohřev vzorků v modifikované paletce je potřeba přivést elektrický proud k topným elementům. K tomuto účelu navrhne sestavu manipulátoru. Sestava manipulátoru musí být kompatibilní se zbytkem aparatury a neovlivňovat její funkčnost. Sestava bude připevněna k magnetickému lineárnímu posuvu. Díky posuvu budeme moci modifikované paletky přesunout uvnitř komory do manipulátoru, ve kterém je budeme ohřívat.

5.2.1. Tělo manipulátoru

Prvním prvkem sestavy manipulátoru je jeho tělo. V těle jsou dva sloty, do kterých lze umístit sestavené paletky. Zadní část slotů je vybavena otvory pro připojení elektrických kontaktů pro vedení elektrického proudu k vyhřívacím elementům paletky. Sloty jsou vyrobeny pod úhlem vzhledem k ose manipulátoru k umožnění přesunu paletky posuvy aparatury mezi základací komorou, manipulátorem a měřicí komorou.

V levé části jsou v držáku dva otvory se zahlběním pro připojení ke spojnému členu. Tvar těla manipulátoru je navržen tak, aby byla jeho hmotnost co nejmenší za

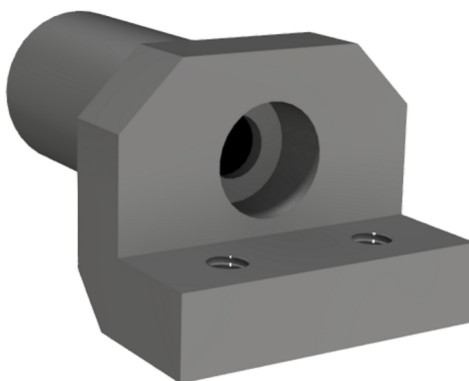
současného zachování funkčnosti. Tělo manipulátoru je na obrázku 5.8. Výkres k této součásti je v příloze MAN-01-19.



Obrázek 5.8: Návrh těla manipulátoru.

5.2.2. Spojný člen

Připojení těla manipulátoru k magnetickému posuvu zajišťuje spojný člen na obrázku 5.9. Do válcové části lze vsunout konec magnetického posuvu. Otvor se zahloubením je pro šroub spojující spojný člen s posuvem. Dvojice otvorů se závity realizuje spoj s tělem manipulátoru. V příloze MAN-02-19 lze najít výkres této součásti.



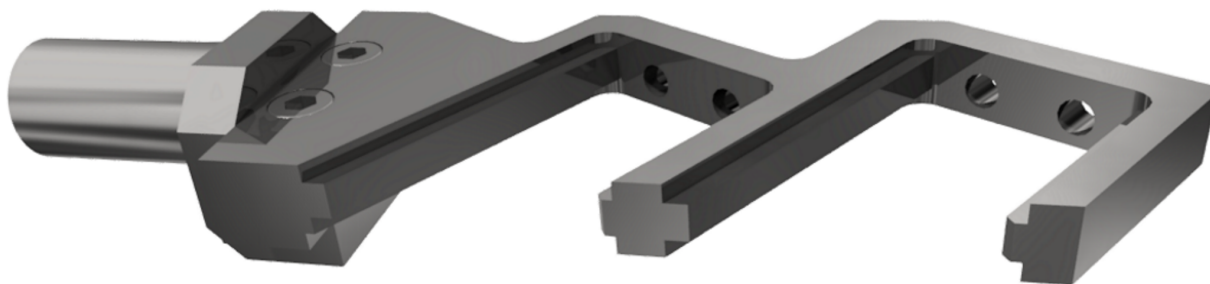
Obrázek 5.9: Návrh spojného členu.

5.2.3. Sestava manipulátoru

Celá sestava se skládá z těla manipulátoru, spojného členu a spojovacích materiálů. Při zapojení poté bude osazena kontakty a vodiči pro napájení topných těles paletky.

Do válcové části spojného členu se vsune tyč magnetického posuvu a spoj se zajistí šroubem vsunutým otvorem s vybráním. Poté dvojicí šroubů připevníme tělo držáku ke spojnému členu. Sestavu bez magnetického posuvu můžeme vidět na obrázku 5.10 a její výkres v příloze MAN-S-19.

5.3. MODIFIKACE KOMORY

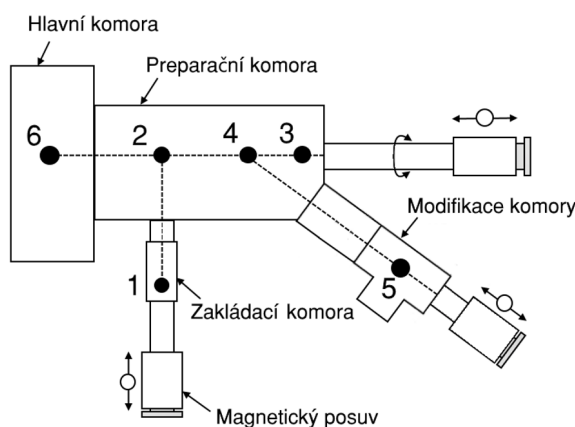


Obrázek 5.10: Návrh sestavy manipulátoru.

5.3. Modifikace komory

Pro instalaci manipulátoru k měřící aparatuře navrhujeme modifikaci komory. Tuto modifikaci lze vidět na obrázku 5.11. Bez modifikace se paletka se vzorkem vloží do zakládací komory do polohy 1 na obrázku a po jejím odčerpání se přesune pomocí magnetického posuvu do preparační komory do polohy 2. Zde je paletka pomocí dalšího magnetického posuvu přesunuta do polohy 6 v hlavní komoře.

Postup v modifikované komoře je až do polohy 2 totožný. Poté dojde k přesunu paletky magnetickým posuvem do polohy 3 a následnému vložení do manipulátoru v poloze 4. Manipulátor se poté přesune do polohy 5, kde dojde k ohřevu vzorku. Po ohřevu se manipulátor vrátí do polohy 4, paletka se magnetickým posuvem přesune do polohy 3 a následně do polohy 6 v hlavní komoře.



Obrázek 5.11: Schéma návrhu modifikace komory.

5.3.1. Rozšíření komory

Výše zmíněná modifikace komory spočívá v rozšíření stávající aparatury. K preparační komoře bude připojena sestava na obrázku 5.12, kterou zde můžeme vidět v řezu. Tato sestava sestává z rovného členu FL-SC40CF [4], redukce FL-SR40CF-16CF-A [5] a T-členu FL-TF16CF [6] od společnosti LewVac. Sestava bude rovným členem připojena přes ventil ke komoře.



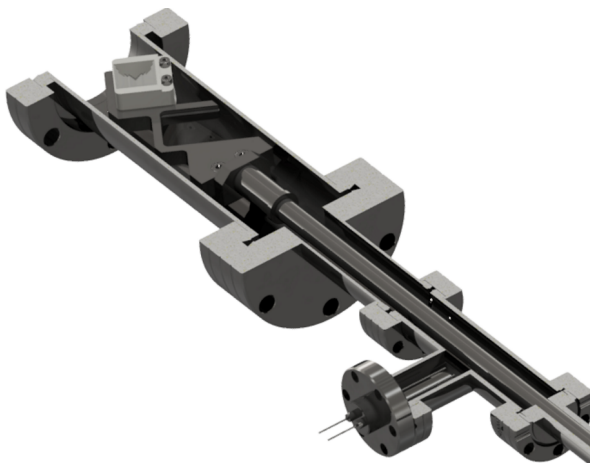
Obrázek 5.12: Návrh rozšíření komory.

5.3.2. Kompletní modul

Kombinací všech výše navržených komponent získáváme kompletní modul vyhřívacího držáku zobrazený na obrázku 5.13. Na boční větev T-členu se připevní průchodka pro napájení vyhřívacích elementů. Na hlavní větev se připevní lineární magnetický posuv umožňující přenos paletky mezi komorami. Na konec tohoto posuvu se připojí sestava manipulátoru, ve které bude uložena paletka pro ohřev měřených vzorků.

Celý modul bude připevněn přes ventil k preparační komoře, což umožní oddělit objem modulu od preparační komory, když nebude využíván. Snižujeme tak objem potřebný k odčerpání v preparační komoře.

Jedná se o prvotní návrh modulu a dále se jeho vývoji budeme věnovat. Budeme chtít dosáhnout efektivního ohřevu, měření teplot a dalších funkcí s následnou optimalizací celé sestavy. Naším cílem bude minimalizace rozměrů modulu bez ztráty funkčnosti.



Obrázek 5.13: Návrh kompletního modulu vyhřívacího držáku s vloženou paletkou.

6. Měření

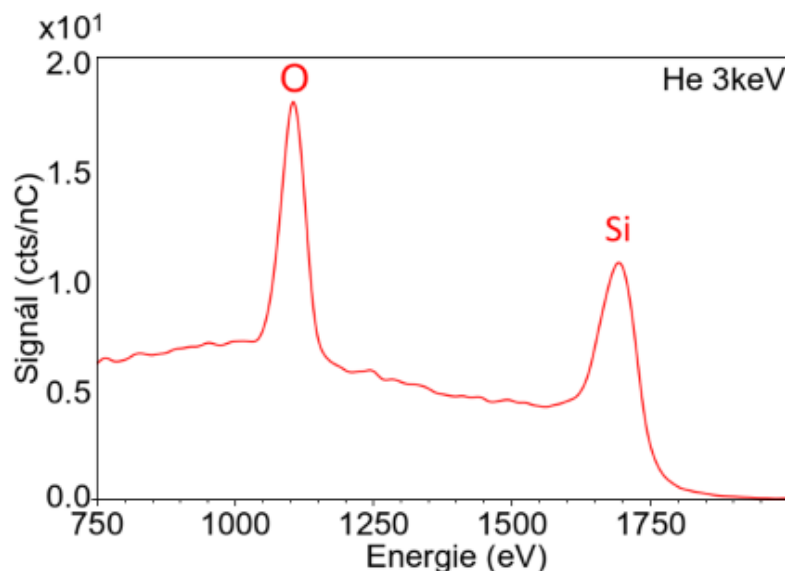
6.1. Referenční měření

Ke kvantitativnímu vyhodnocení zastoupení prvků na povrchu vzorku je potřeba mít reference pro jednotlivé prvky či sloučeniny, které chceme vyhodnocovat. Z tohoto důvodu budeme nejprve měřit referenční spektra pro SiO_2 , jehož přítomnost je v optickém skle očekávána. Pro SiO_2 můžeme použít dostupný referenční vzorek vyrobený termální oxidací. Chemické složení vzorku budeme považovat za homogenní. Po získání referenčních spekter můžeme určit integrály pro píky jednotlivých prvků a porovnáním těchto hodnot s hodnotami integrálů odpovídajících píků zkoumané struktury můžeme vyhodnotit zastoupení jednotlivých prvků zkoumané struktury kvantitativně.

6.1.1. SiO_2 reference

Jako referenci použijeme vzorek SiO_2 o tloušťce 285 nm vyrobený termální oxidací křes- talického křemíku. Ke skenování použijeme He^+ svazek o energii $E_0 = 3,0$ keV a proudu typicky kolem 5 nA. Při odprašování využijeme Ne^+ svazku s energií $E_0 = 5,0$ keV, odprašovací dávce $1 \cdot 10^{15}$ částic na cm^2 a proudu 20 nA. Skenování budeme provádět na ploše $(1 \times 1) \text{ mm}^2$. Odprašujeme na ploše $(1,3 \times 1,3) \text{ mm}^2$. Změříme prvotní spektrum vzorku, plochu odprašíme a opět provedeme měření spektra. Tento postup opakujeme, dokud nezískáme čistý povrch, který identifikujeme v okamžiku, kdy následné odprašování nepřinese další podstatné změny ve spektrech. Spektrum čistého SiO_2 můžeme vidět na obrázku 6.1.

Pro jednotlivé píky určíme hodnoty integrálu. Dostaneme tak hodnoty $I_{\text{Si}}^{\text{ref}}$ a $I_{\text{O}}^{\text{ref}}$, které můžeme vidět v tabulce 6.1.



Obrázek 6.1: Spektrum čistého SiO_2 vyrobeného termální oxidací křemíkové desky. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0$ keV, $\theta = 145^\circ$. Povrch byl očištěn pomocí odprašování Ne^+ s $E_0 = 5,0$ keV a dávce $1 \cdot 10^{15} \text{ Ne}^+ / \text{cm}^2$.

6.2. MĚŘENÍ KONTAMINACE

Tabulka 6.1: Hodnoty integrálů pro píky SiO_2 referenci.

$I_{\text{Si}}^{\text{ref}} [\text{eV} \cdot \text{cts/nC}]$	767,7
$I_{\text{O}}^{\text{ref}} [\text{eV} \cdot \text{cts/nC}]$	651,1

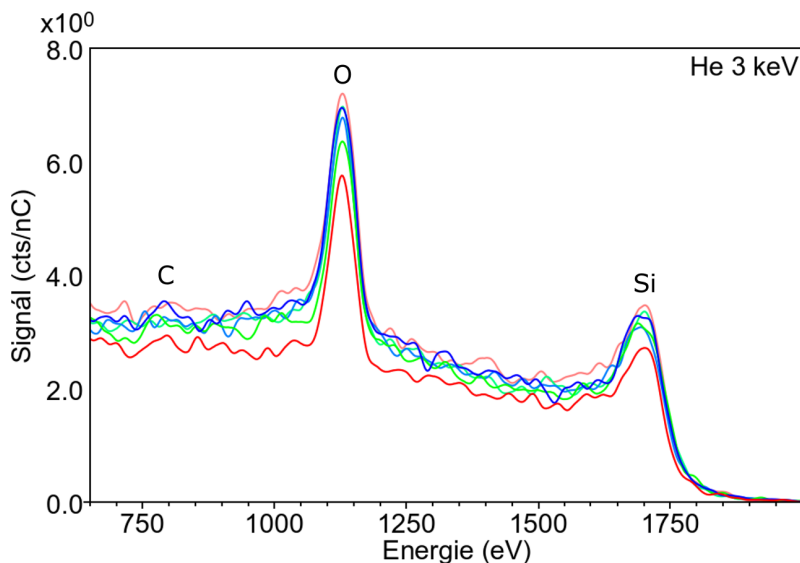
6.2. Měření kontaminace

Kontaminaci povrchu optických elementů budeme měřit na pravoúhlých optických hranolech z SiO_2 . Kusy projdou výrobním procesem představeným ve druhé kapitole a jejich povrch bude čištěn na mycích linkách. Po tomto mytí budou některé kusy ručně začištěny směsí diethyletheru s ethanolem a některé kusy budou očištěny plazmovým výbojem v UHV.

Kusy budou značeny ve formátu MYCÍ PROCES + DALŠÍ OPERACE, kterými vzorek prošel. Mycí proces bude značen kombinací písmen a čísel, kde písmeno značí mycí linku a číslo použitý mycí program. Písmeno „U“ značí mycí linku UCM na vodní bázi a „N“ značí myčku Naicotec na bázi ředidel.

6.2.1. U-2

První měřený kus byl mytý mycí linkou UCM na vodní bázi standardním silnějším programem. Povrch skenujeme svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$. Analýzu provádíme v šesti místech měřeného vzorku na plochách $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$. Získaná spektra můžeme vidět na obrázku 6.2. Vidíme výrazné píky Si a O. Pozorujeme také drobné píky uhlíku, C.

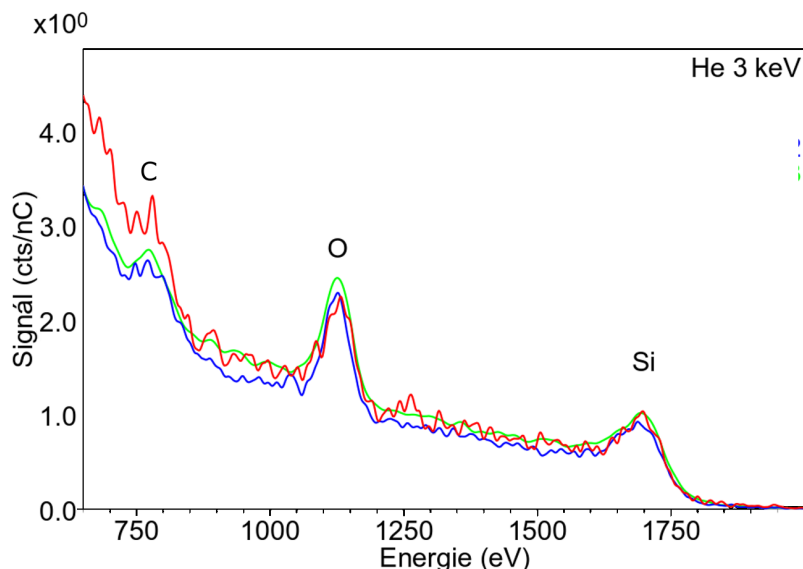


Obrázek 6.2: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého v mycí lince na vodní bázi bez ručního začištění. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.

6.2.2. U-2 + ruční dočištění

Druhým měřeným kusem je hranol mytý stejným mycím programem na vodní bázi s ručním dočištěním směsí diethyletheru s acetonem. Skenujeme na ploše $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$ svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$ ve třech místech. Změřená spektra jsou na obrázku 6.3.

Opět vidíme výrazné píky Si a O s drobným píkem C. Intenzita signálu Si a O píků je oproti předchozímu vzorku méně jak poloviční.



Obrázek 6.3: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého v mycí lince na vodní bázi s ručním začišťením. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.

6.2.3. U-2 + ruční dočištění + čištění plasmou

Třetí vzorek je umyt stejným mycím programem na vodní bázi. Kus byl dále ručně začištěn a očištěn plazmovým výbojem ve vakuové komoře. Skenování provádíme na šestici míst na vzorku o ploše $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$ svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$. Spektra z těchto míst vidíme na obrázku 6.4. Opětovně jsou zde píky pro Si, O a C o mírně vyšší intenzitě signálu než u vzorku U-2.

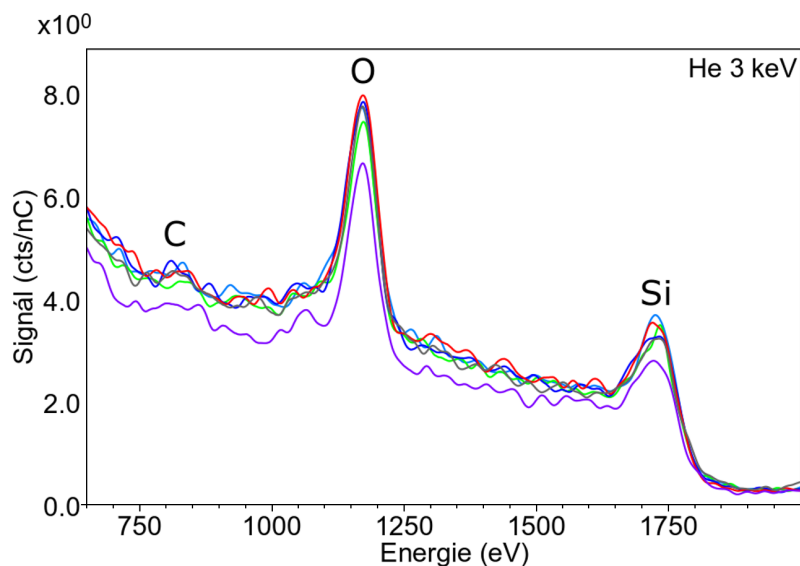
6.2.4. U-2 + čištění plasmou

Čtvrtý kus je posledním vzorkem mytým standardním silnějším procesem na vodní bázi. Vzorek byl čištěn plazmovým výbojem v UHV. Tak jako v předchozím případě skenujeme na ploše $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$ v šesti lokacích na vzorku svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$. Změřená spektra jsou na obrázku 6.5. Získáváme píky Si, O a C o intenzitě signálu menší než u vzorku U-2.

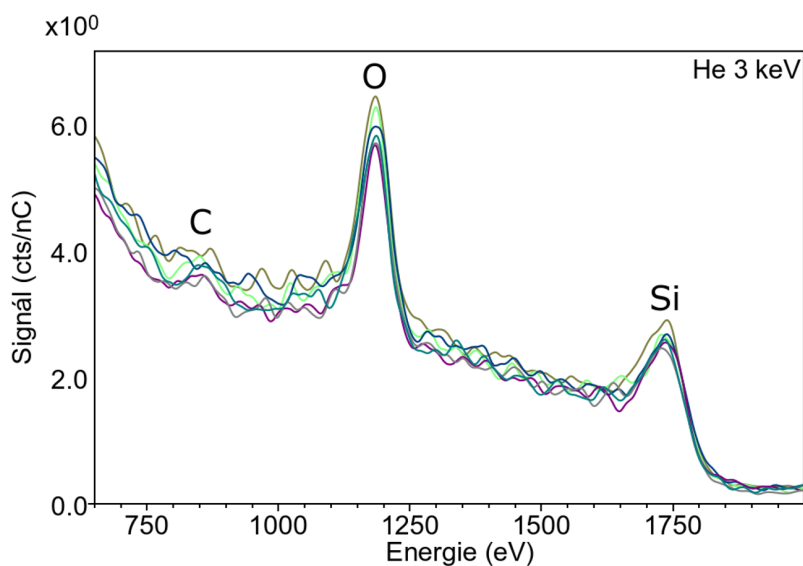
6.2.5. U-21

Pátým měřeným vzorkem je hranol mytý slabším mycím procesem na vodní bázi bez dalšího dočišťování. Měření provádíme v šestici bodů na povrchu vzorku. Analyzujeme plochu $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$ svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$. Získaná spektra můžeme vidět na obrázku 6.6. Vidíme, že v každém bodě povrchu je intenzita signálu naprosto odlišná. Povrch není očištěn homogenně a ve dvojici spekter nedošlo k detekci Si, O a C píků.

6.2. MĚŘENÍ KONTAMINACE



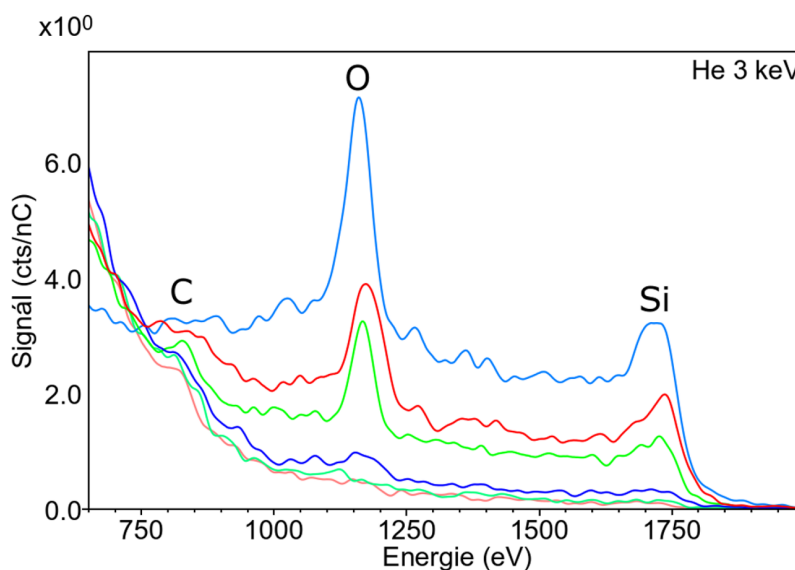
Obrázek 6.4: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého v mycí lince na vodní bázi s ručním začištěním a následně očištěného plazmovým výbojem v UHV. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.



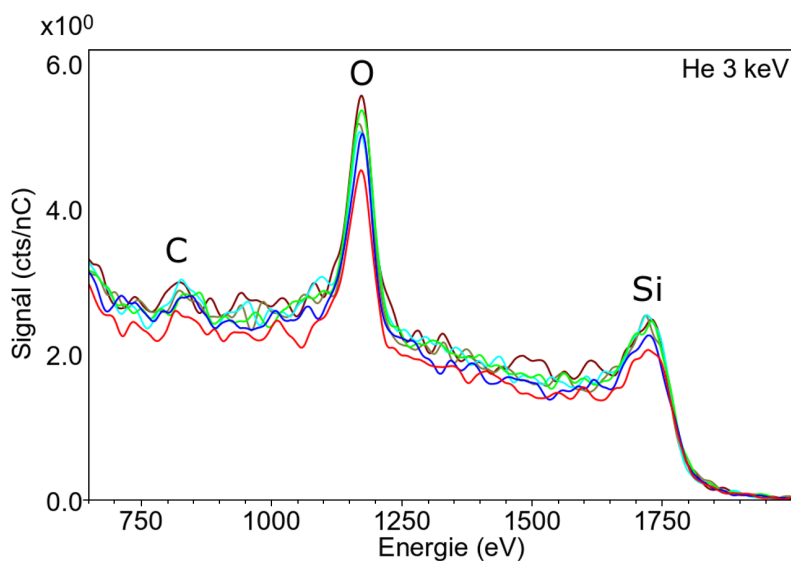
Obrázek 6.5: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého v mycí lince na vodní bázi bez ručního začištění a následně očištěného plazmovým výbojem v UHV. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.

6.2.6. N-4

Šestým a posledním vzorkem je hranol mytý standardním procesem na bázi ředidel bez dalšího dočištění. Skenujeme v šesti místech o ploše $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$ svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$. Změřená spektra vidíme na obrázku 6.7. Vidíme opět trojici píků pro Si, O a C. Intenzita signálu je srovnatelná se vzorkem U-2, který byl ošetřen plazmovým výbojem.



Obrázek 6.6: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého v mycí lince na vodní bázi bez ručního začištění. Mycí program je slabší oproti předchozím kusům. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.



Obrázek 6.7: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého v mycí lince na bázi ředidel bez ručního začištění. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.

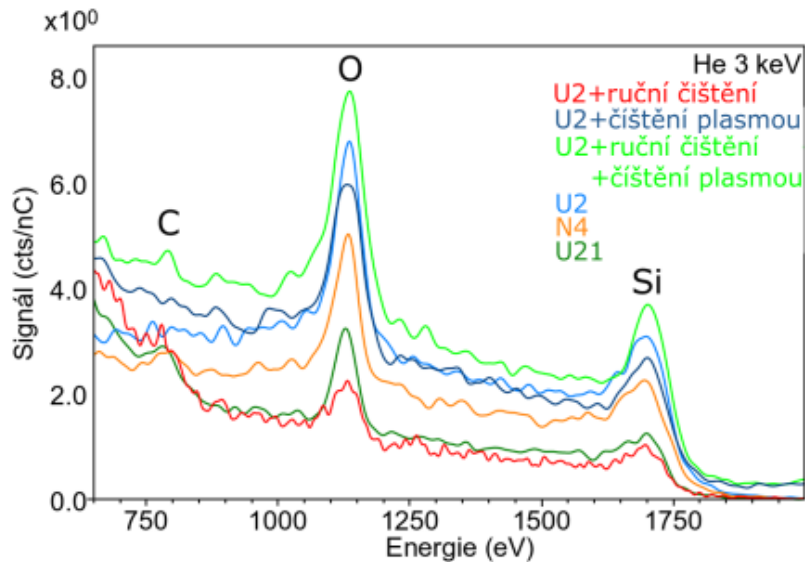
6.3. Srovnání mycích procesů

Ke srovnání mycích procesů využijeme reprezentantů spekter naměřených na šestici vzorků. Reprezentanty volíme tak, aby měli střední hodnotu intenzity signálu ze spekter daného vzorku. Jednotlivé reprezentanty vidíme v obrázku 6.8. Jednotlivá spektra jsou označeny dle aplikovaného mycího procesu.

Budeme předpokládat, že intenzita signálu je úměrná čistotě povrchu vzorku. Nejčistší povrch dostáváme kombinací mytí na vodní bázi s ručním začištěním a ošetřením

6.4. ODPSTRANITELNOST NEČISTOT ODPRAŠOVÁNÍM

plazmovým výbojem. Druhý nejčistší povrch je získán mytím na vodní bázi bez začistění. Třetí místo patří mytí na vodní bázi v kombinaci s očištěním plazmovým výbojem. Další v pořadí je mytí na bázi ředidel. Předposlední pozici drží mytí na vodní bázi se slabším mycím programem a poslední místo patří kusu mytému procesem na vodní bázi s ručním začistěním.



Obrázek 6.8: Spektra přepón optických hranolů z SiO_2 mytých různými metodami. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$.

6.4. Odstranitelnost nečistot odprašováním

U vzorku mytého procesem na vodní bázi s ručním začistěním, který měl nejhorší čistotu povrchu, provedeme cyklus skenování a odprašování za účelem odstranění povrchových nečistot. Skenovat budeme na ploše $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$ svazkem He^+ o energii $E_0 = 3,0 \text{ keV}$. K odprašování pak použijeme Ne^+ svazku o energii $E_0 = 5,0 \text{ keV}$ a proud 48 nA na ploše $(1,7 \times 1,7) \text{ mm}^2$. Odprašovací dávku mezi jednotlivými měřeními volíme $N = 1 \cdot 10^{15} \text{ Ne/cm}^2$. Před posledním měřením aplikujeme dávku $N = 4 \cdot 10^{15} \text{ Ne/cm}^2$.

Vybraná získaná spektra vidíme na obrázku 6.9. Po odprašovací dávce $3 \cdot 10^{15} \text{ Ne/cm}^2$ dostáváme intenzitu signálu jako u reprezentanta vzorku N-4 na obrázku 6.8. Porovnáním intenzit píků s referencí získáváme střední hodnotu zastoupení SiO_2 na povrchu 35,8%.

Při výpočtu povrchového zastoupení SiO_2 postupujeme tak, že určíme poměry intenzit píků křemíku I_{Si} a kyslíku I_{O} vůči intenzitám píků referenčního vzorku $I_{\text{Si}}^{\text{ref}}$ a $I_{\text{O}}^{\text{ref}}$ z tabulky 6.1. Předpokládáme, že referenční vzorek má 100% zastoupení SiO_2 . Dostáváme tak

$$n_{\text{Si}} = \frac{I_{\text{Si}}}{I_{\text{Si}}^{\text{ref}}} = \frac{245,9}{767,7} = 32,0\% \quad \text{a} \quad n_{\text{O}} = \frac{I_{\text{O}}}{I_{\text{O}}^{\text{ref}}} = \frac{257,7}{651,1} = 39,6\%. \quad (6.1)$$

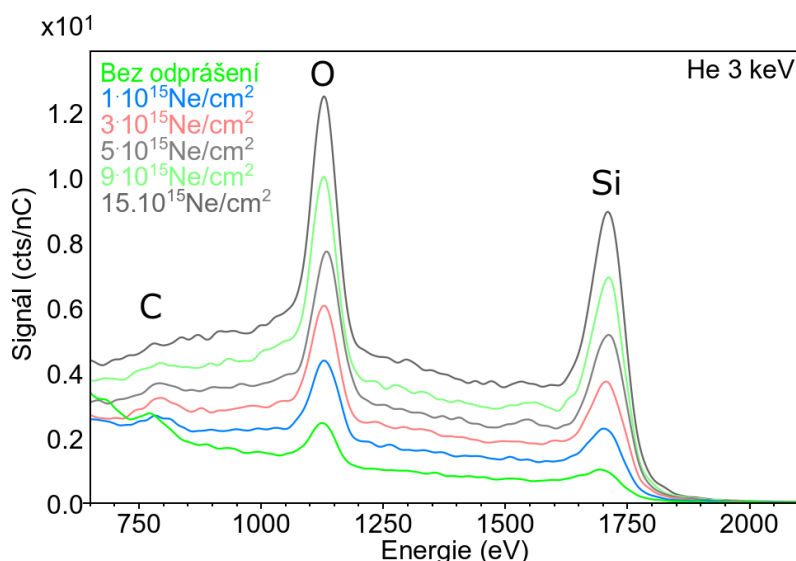
Povrchové zastoupení poté aproximujeme jako aritmetický průměr těchto hodnot, tj.

$$n_{\text{SiO}_2} = \frac{n_{\text{Si}} + n_{\text{O}}}{2} = \frac{32,0 + 39,6}{2}\% = 35,8\%. \quad (6.2)$$

Při celkové odprašovací dávce $5 \cdot 10^{15} \text{ Ne/cm}^2$ dostáváme intenzitu obdobnou jako u reprezentanta nejčistší mycí metody, kombinace mytí na vodní bázi s ručním čištěním a plazmovým čištěním. Porovnáním s referencí dostáváme střední hodnotu zastoupení SiO_2 na povrchu 44,5%.

Při konečné odprašovací dávce, kterou jsme aplikovali, dostáváme porovnáním s referencí střední hodnotu zastoupení SiO_2 na povrchu 86,1%. Zvýšením dávky bychom mohli dosáhnout čistého povrchu. Tento proces je však zdlouhavý a pro sériovou výrobu neaplikovatelný.

Programové vybavení pro záznam experimentálních spekter a jejich analýzu umožňuje zobrazení rozložení intenzit měřených signálů v rámci skenované oblasti, v našem případě $(1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$. Této funkce jsme využili pro studium laterálního rozložení signálu pro povrch v závislosti na hloubce odprašování. Ze spekter získaných po jednotlivých od-

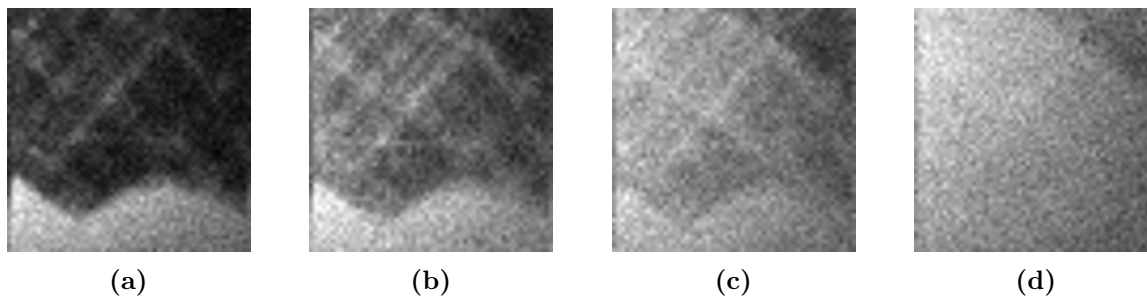


Obrázek 6.9: Spektra přepony optického hranolu z SiO_2 mytého procesem na vodní bázi s ručním začištěním pro různé odprašovací dávky. Experimentální podmínky: He^+ , $E_0 = 3,0 \text{ keV}$, $\theta = 145^\circ$. Odprašovací podmínky: Ne^+ , $E_0 = 5,0 \text{ keV}$, $N = 1 \cdot 10^{15} \text{ Ne/cm}^2$.

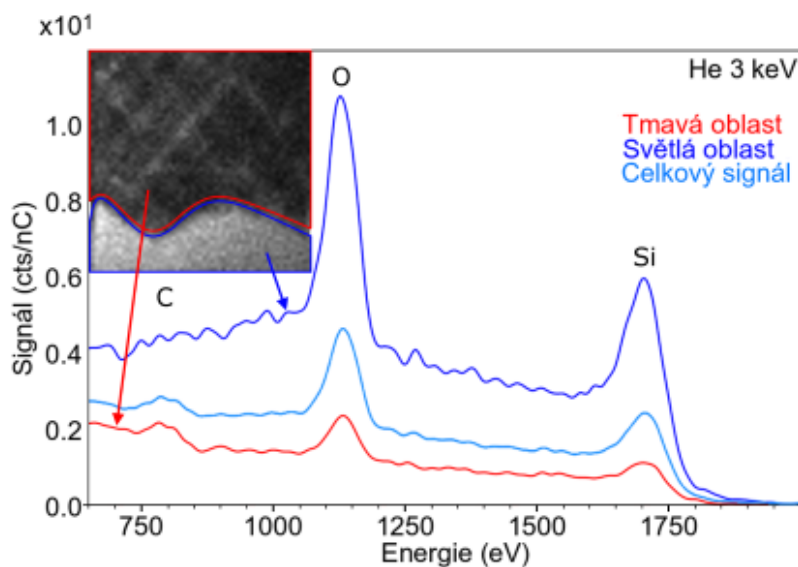
prašovacích dávkách jsme vybrali čtveřici z nich, pro které uvádíme snímky laterálního rozložení na obrázku 6.10. Kontrast mezi jednotlivými oblastmi v těchto snímcích odlišuje místa s různými intenzitami ve spektrech, čím větší je kontrast, tím větší je rozdíl. U obrázku 6.10a jsme provedli rekonstrukci. Získali jsme tak spektra z tmavé oblasti a ze světlé oblasti obrázku 6.10a.

Tyto spektra jsou na obrázku 6.11. Tmavá oblast dává signál s mnohem menší intenzitou než oblast světlá. Pík intenzity pro C je zde téměř stejně vysoký jako píky pro Si a O. Ve světlé oblasti je naopak vysoká intenzita píků Si a O. Pík C v této oblasti není rozlišitelný.

Se zvyšující se celkovou odprašovací dávkou tato tmavá oblast mizí, viz obrázek 6.10b a 6.10c, než dostaneme téměř homogenní povrch na obrázku 6.10d při maximální aplikované odprašovací dávce. Dále vyneseme závislost intenzity signálu Si, O a C na odprašovací dávce viditelnou na obrázku 6.12. Intenzity signálu pro Si a O až na malá kolísání



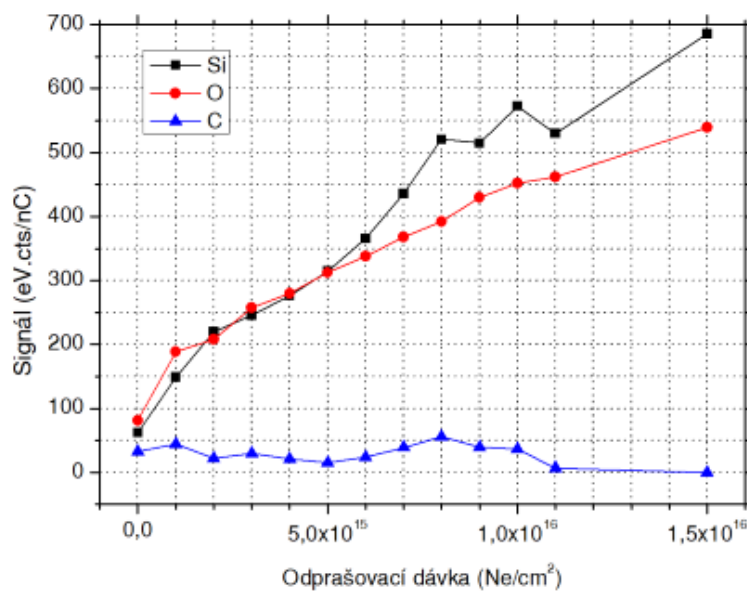
Obrázek 6.10: Laterální rozložení na skenované oblasti ($1,5 \times 1,5$) mm² po odprašovací dávce: (a) $1 \cdot 10^{15}$ Ne/cm², (b) $5 \cdot 10^{15}$ Ne/cm², (c) $9 \cdot 10^{15}$ Ne/cm² a (d) $15 \cdot 10^{15}$ Ne/cm². Světlá místa přispívají do měřeného spektra intenzivněji než tmavé oblasti.



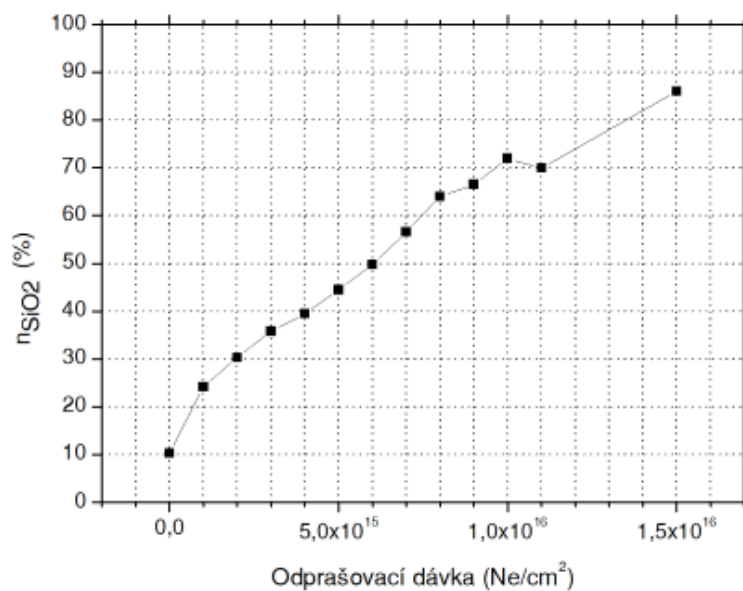
Obrázek 6.11: Rekonstrukce spekter přepony optického hranolu z SiO₂ mytého procesem na vodní bázi s ručním začištěním pro odprašovací dávku $N = 1 \cdot 10^{15}$ Ne/cm². Spektra odpovídají tmavé a světlé oblasti na obrázku 6.10a. Pro porovnání je zde také celkové spektrum. Experimentální podmínky: He⁺, $E_0 = 3,0$ keV, $\theta = 145^\circ$. Odprašovací podmínky: Ne⁺, $E_0 = 5,0$ keV, $N = 1 \cdot 10^{15}$ Ne/cm².

stále rostou a zastoupení uhlíku postupně klesá k nule. Uhlík je tedy odstranitelný odprašováním ve vakuové aparatuře.

Na závěr vyneseme závislost povrchové koncentrace SiO₂ na odprašovací dávce. Závislost je na obrázku 6.13. Vidíme, že z počáteční hodnoty pokrytí povrchu 10,3% SiO₂ před odprašováním se dostaneme až na hodnotu pokrytí 86,1% SiO₂ po celkové odprašovací dávce $15 \cdot 10^{15}$ Ne/cm².



Obrázek 6.12: Závislost intenzity signálu Si, O a C píků na odprašovací dávce.



Obrázek 6.13: Závislost povrchové koncentrace SiO_2 na odprašovací dávce.

7. Závěr

V úvodní části této práce jsme se věnovali použité měřicí metodě, LEIS. Představili jsme její přednosti a možnosti analýzy povrchů pevných látek s jejím využitím. Uvedli jsme teoretický základ fyzikálních principů této metody a stručně jsme představili měřicí aparaturu společně s funkcí jednotlivých komponent v ní se nacházejících.

Dále jsme se věnovali představení metod uchycení a přípravy optických elementů, kroků výrobního procesu a finálního mytí kusů. Mytí kusů jsme věnovali část práce, jelikož se jich týkají měření a také výrazně ovlivňuje kontaminaci povrchu kusů. Představili jsme také problematiku kontaminace povrchových vrstev.

Poté jsme přešli ke konstrukčnímu návrhu držáku vzorků pro měření opticky aktivních povrchů. Zmínili jsme požadavky na konstrukční návrh a jednotlivé konstrukční návrhy pro jejich dodržení.

Zabývali jsme se modifikací paletky pro přenos vzorků s možností instalace topné soustavy za současného dosažení kolmého dopadu svazku na měřenou plochu. V dalším kroku jsme navrhovali manipulátor pro přesun paletky ve vakuové aparatuře s přívodem elektrického proudu k topným tělesům na paletkách. V závěru konstrukční části jsme se věnovali návrhu rozšíření komory pro připojení manipulátoru k vakuové aparatuře. Toto rozšíření jsme plánovali realizovat z komerčně dostupných komponent, ale v závěru se ukázalo, že bude pro optimální funkčnost a kompaktnost návrhu nutno zkonstruovat vlastní rozšíření komory. Této konstrukci se hodláme dále věnovat v budoucnu.

Analýzou LEIS spekter jsme ze vzorků připravených různými mycími procesy zvolili metodu dosahující nejnižší kontaminace povrchu. Nejčistší metodou dle měření je kombinace mytí na vodní bázi, ručního dočištění a plazmového čištění. Nejhorší se naopak jeví kombinace mytí na vodní bázi pouze s ručním dočištěním.

Na závěr jsme se věnovali odstranitelnosti povrchových nečistot odprašováním za využití iontového svazku. Zjistili jsme, že lze odstranit kontaminaci povrchu uhlíkem. Věnovali jsme se také určení povrchové koncentrace SiO_2 vzhledem k referenčnímu vzorku. Z počáteční hodnoty pokrytí povrchu 10,3% SiO_2 po aplikaci celkové odprašovací dávky $15 \cdot 10^{15} \text{ Ne/cm}^2$ dosahujeme hodnotu pokrytí 86,1% SiO_2 . Tento proces je bohužel zdlouhavý a v praxi nebude nejspíše využit.

Literatura

- [1] WALLS, J.M. *Methods of surface analysis*. New York: Cambridge University Press, 1989, 342 s. ISBN 0-521-38690-X.
- [2] BRONGERSMA, H. H., M. DRAXLER, M. DE RIDDER a P. BAUER. Surface composition analysis by low-energy ion scattering. *Surface Science Reports* [online]. Elsevier B.V, 2007, **62**(3), 63-109 [cit. 2019-4-26]. DOI: 10.1016/j.surfrep.2006.12.002. ISSN 0167-5729.
- [3] TRÖGER, L., H. H. PIEPER a M. REICHLING. Concept for support and heating of plate-like samples in the ultra-high vacuum. *Review of Scientific Instruments* [online]. American Institute of Physics, 2013, **84**(1) [cit. 2019-4-26]. DOI: 10.1063/1.4769994. ISSN 0034-6748.
- [4] Straight connectors, 2018. *LewVac: Products - Straight connectors* [online]. [cit. 2019-4-26]. Dostupné z:
<https://www.lewvac.co.uk/product/full-nipples-straight-connectors/>
- [5] Reducing connectors, 2018. *LewVac: Products - Reducing connectors* [online]. [cit. 2019-4-26]. Dostupné z:
<https://www.lewvac.co.uk/product/reducing-nipples-reducing-connectors/>
- [6] Tees, 2018. *LewVac: Products - Tees* [online]. [cit. 2019-4-26]. Dostupné z:
<https://www.lewvac.co.uk/product/tees/>

Seznam použitých zkratek

DTA	<i>Double Toroid Analyser</i> - dvojitý toroidní analyzátor
MCP	<i>Micro-Channel Plate</i> - mikrokanálové destičky
LEIS	<i>Low Energy Ion Scattering</i> - spektroskopie rozptylu nízkoenergiových iontů
SIMS	<i>Secondary Ion Mass Spectrometry</i> - hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů
TOF	<i>Time Of Flight</i> - doba letu
UHV	<i>Ultra High Vacuum</i> - velmi vysoké vakuum

Seznam příloh

Seznam výkresové dokumentace přiložené v deskách práce (ke stažení ve formátu pdf v případě elektronické práce).

Číslo výkresu	Název výkresu	Formát
PAL-01-19	Paletka čistá	A4
PAL-02-19	Modifikovaná paletka	A4
PAL-03-19	Nosič vzorků	A4
PAL-04-19	Kryt nosiče	A4
PAL-05-19	Al ₂ O ₃ destička	A4
PAL-S-19	Sestava paletky	A3
MAN-01-19	Tělo manipulátoru	A3
MAN-02-19	Spojný člen	A4
MAN-S-19	Sestava manipulátoru	A3