

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
Fakulta strojního inženýrství
Ústav fyzikálního inženýrství

Josef Polčák

**Analýza povrchů pevných látek pomocí fotoelektronů - počítačové řízení
experimentů**

Surface Analysis by Photoelectrons – Computer Control of Experiments

Zkrácená verze PhD thesis

Obor: Fyzikální a materiálové inženýrství

Školitel: prof. RNDr. Tomáš Šikola, CSc.

Oponenti:

Datum obhajoby:

KLÍČOVÁ SLOVA

XPS, ARXPS, XPD, UHV, manipulátor, hloubkový profil

KEYWORDS

XPS, ARXPS, XPD, UHV, manipulator, depth profile

Dizertační práce je uložena na oddělení vědy a výzkumu FSI VUT v Brně, Technická 2, 616 69 Brno

© Josef Polčák, Brno, 2010

ISBN 80-214-

ISSN 1213-4198

OBSAH

1	ÚVOD	5
1.1	Cíle dizertační práce	5
2	ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ	6
2.1	Rentgenová fotoelektronová spektroskopie	6
2.2	Úhlově závislá rentgenová fotoelektronová spektroskopie	6
2.3	Rentgenová fotoelektronová difrakce	7
3	VÝSLEDKY DIZERTAČNÍ PRÁCE	8
3.1	Software pro výpočet hloubkových profilů ARXPS	8
3.1.1	Výpočet relativních koncentrací závislých na emisním úhlu	9
3.1.2	Porovnání vypočtených a experimentálních koncentrací	10
3.1.3	Změny koncentrací modelu v jednotlivých cyklech	10
3.1.4	Implementace výpočtu hloubkových profilů v Matlabu	11
3.1.5	Testování výpočtu hloubkových profilů na simulovaném vzorku	12
3.1.6	Výpočet hloubkových profilů reálného vzorku	14
3.2	Manipulační systém pro fotoelektronová měření	16
3.2.1	Mechanický návrh manipulátoru	16
3.2.2	Ovládání manipulátoru	17
3.2.3	Komunikace PC s řídicí jednotkou	18
3.2.4	Počítačové řízení experimentů	20
3.2.5	Měření difrakce měděného monokrystalu	21
4	ZÁVĚR	22
	LITERATURA	24
	PUBLIKACE AUTORA	25
	CURRICULUM VITAE	27
	SUMMARY	28

1 ÚVOD

Předkládaná dizertační práce se zabývá metodami pro výzkum chemického složení vzorků za použití fotoelektronů. Fotoelektrony jsou ve všech uváděných případech vytvářeny fotoemisí vyvolanou rentgenovým zářením. Základním stavebním kamenem je metoda rentgenové fotoelektronové spektroskopie, na kterou navazují její příbuzné metody – úhlově závislá rentgenová fotoelektronová spektroskopie a rentgenová fotoelektronová difrakce.

Práce je rozdělena do tří tématických částí. V teoretické části je popisována základní teorie uvedených metod. Větší pozornost je věnována metodě úhlově závislé rentgenové fotoelektronové spektroskopie, která je používána ke zkoumání hloubkového složení povrchu vzorků – hloubkových profilů. V závěru této části jsou uvedeny teoretické výpočty simulovaných vzorků touto metodou pomocí vytvořeného softwaru.

Druhá – návrhová část popisuje vývoj manipulačního a řídicího systému pro experimentální zařízení realizující uvedené fotoelektronové metody. Je zde popsán návrh mechanické konstrukce a návrh elektronického řízení manipulátoru, včetně popisu vytvořeného ovládacího softwaru.

V poslední – experimentální části jsou prezentovány experimenty provedené všemi uvedenými metodami. Největší prostor je opět věnován metodě úhlově závislé rentgenové fotoelektronové spektroskopie, pomocí níž je určováno hloubkové složení reálných vzorků. U dalších metod jsou stručné ukázky získaných dat s popisem jejich významu.

1.1 CÍLE DIZERTAČNÍ PRÁCE

Hlavní dva cíle dizertační práce byly:

1. vytvoření softwaru pro výpočet hloubkových profilů úhlově závislé rentgenové fotoelektronové spektroskopie
2. vybudování nového manipulačního systému pro realizaci fotoelektronových měření

Pro splnění cíle 1 bylo zapotřebí splnit následující dílčí cíle:

- zvolit vhodný algoritmus výpočtu hloubkových profilů
- zvolit vhodnou metodu pro výpočet relativních koncentrací z modelu vzorku
- zvolit vhodné minimalizační metody pro výpočet hloubkových profilů
- odzkoušet vytvořený software na simulovaných vzorcích
- odzkoušet vytvořený software na reálných vzorcích

Cílem 2 bylo navržení manipulačního systému pro vakuovou komoru v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně. Motivace tohoto úkolu spočívala ve vylepšení stávajícího systému pro uskutečnění nových typů experimentů a také pro snadnější manipulaci se vzorky. Tento úkol se skládal z několika dílčích cílů:

- návrhu mechanické části manipulátoru
- návrhu elektronické řídicí jednotky pro ovládání tohoto manipulátoru

- návrhu softwaru pro mikrokontrolery řídicí jednotky
- návrhu ovládacího softwaru v PC pro řízení manipulátoru
- počítačového řízení experimentů

2 ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ

2.1 RENTGENOVÁ FOTOELEKTRONOVÁ SPEKTROSKOPIE

Rentgenová fotoelektronová spektroskopie (dále XPS – z anglického X-ray Photoelectron Spectroscopy) je metoda používaná již dlouhá léta pro chemickou analýzu vzorků. Odpovídá na tyto otázky: jaké prvky jsou přítomny na povrchu vzorku, v jakém chemickém stavu se tyto prvky nacházejí a jaké je jejich množství (relativně vůči ostatním prvkům ve vzorku) [1, 2].

Podstatou této metody je fotoelektrický jev. Zkoumaný vzorek je ozařován rentgenovým zářením, které emituje z vnitřních hladin atomů elektrony, nazývané fotoelektrony, postupující z místa emise do různých směrů. Fotoelektrony na své cestě podstupují srážky s atomy ve vzorku, které jsou nepružné i pružné. Při nepružné srážce fotoelektron pokračuje v letu původním směrem, ale ztrácí svoji energii, při pružné srážce se jeho energie nemění, ale změní se směr jeho letu. Fotoelektrony, které opustí vzorek, jsou detekovány v příslušném směru energiovým analyzátozem, který měří intenzitu fotoelektronů v závislosti na jejich kinetické energii. Fotoelektron získá kinetickou energii E_K z energie rentgenového záření o velikosti $h\nu$ a zbylá část je rozdělena na energii nezbytnou pro opuštění atomu – vazebnou energii E_B a výstupní práci analyzátoru W :

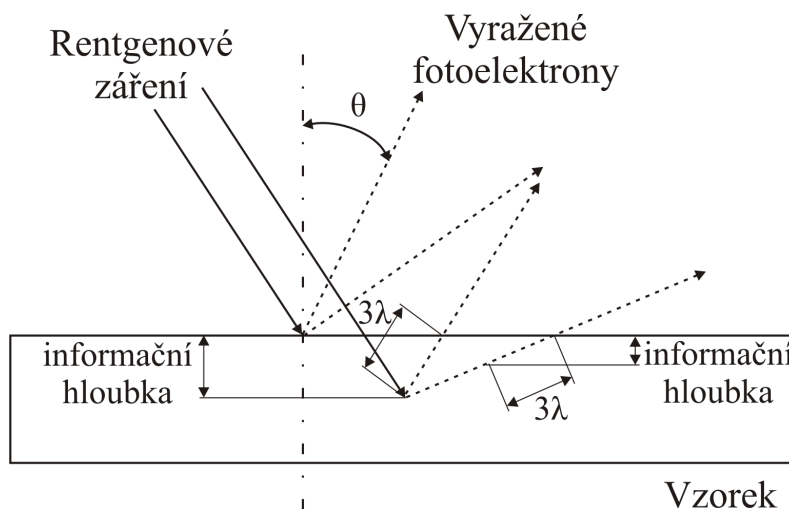
$$E_K = h\nu - E_B - W \quad (2.1)$$

Výsledkem experimentu je fotoelektronové spektrum – závislost intenzity na energii, která může být buď kinetická nebo vazebná. Vzhledem k tomu, že každý elektron v každém atomu má danou vazebnou energii, je ve spektru uváděna většinou tato energie. Fotoelektrony z různých hladin atomů vyvolají ve spektru příslušné spektrální čáry – píky, pomocí nichž lze identifikovat prvky obsažené ve vzorku. Z fotoelektronového spektra lze také určit chemické sloučeniny, u kterých dochází vlivem chemické vazby mezi atomy ke změně vazebné energie fotoelektronu a pík je tak posunutý. Metodu XPS lze použít také ke kvantitativní analýze, pomocí níž je možné zjistit relativní koncentrace prvků a sloučenin, které jsou ve vzorku obsaženy. Velká výhoda spočívá v tom, že metoda je nedestruktivní a tedy zkoumaný vzorek lze použít např. pro další analýzu, aniž by bylo změněno jeho složení nebo struktura.

2.2 ÚHLOVĚ ZÁVISLÁ RENTGENOVÁ FOTOELEKTRONOVÁ SPEKTROSKOPIE

Úhlově závislá rentgenová fotoelektronová spektroskopie (dále ARXPS – z anglického Angle Resolved X-ray Photoelectron Spectroscopy) vychází z metody XPS. Pomocí této metody lze zkoumat nejen chemické složení povrchu vzorku, ale také provádět hloubkovou analýzu [3, 4]. Skutečnost, že je metoda hloubkově citlivá ilustruje obrázek 2.1. Rentgenové záření proniká několik μm pod

povrch vzorku, ovšem vyražené fotoelektrony jsou schopny urazit mnohem kratší dráhu, protože dochází k jejich srážkám uvnitř vzorku. Tato vzdálenost je přibližně 3λ , tedy trojnásobek střední volné dráhy λ při nepružných srážkách (IMFP – z anglického Inelastic Mean Free Path). Informační hloubka je závislá na emisním úhlu θ , pod kterým jsou unikající fotoelektrony detekovány (měřen od osy vzorku). U velkých emisních úhlů je informace získávána z povrchu, zatímco u malých z větší hloubky. Největší běžně dosahovaná hloubková citlivost metody je 5–10 nm, tedy metoda je velmi povrchová.



Obrázek 2.1: Schéma experimentu ARXPS.

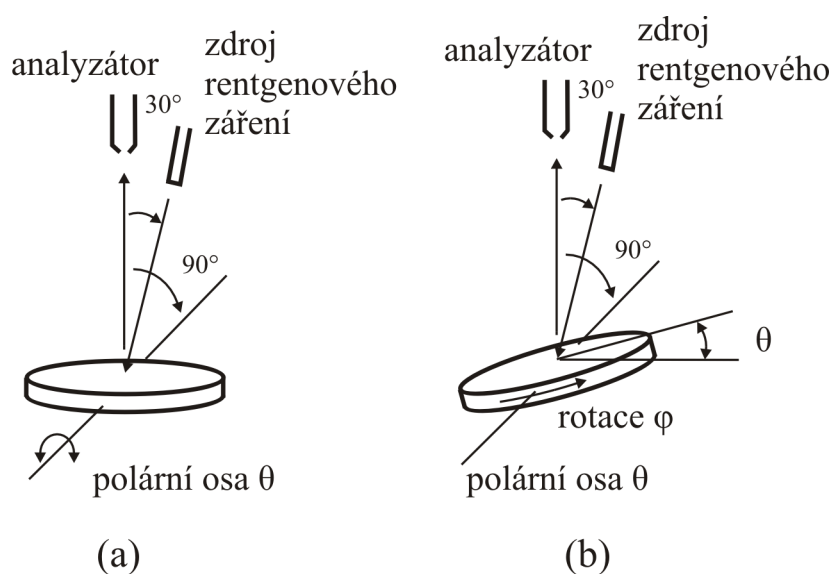
Obecně se předpokládá, že zkoumaná část vzorku je složena z homogenních vrstviček s ostrými rozhraními. Měřením se získá série spekter XPS pro různé emisní úhly, ze kterých se počítá hloubkové rozložení prvků. Tento výpočet není zcela jednoduchou záležitostí, protože neexistuje explicitní vztah, podle kterého by bylo možné jednoznačně určit hloubkové profily ze spekter XPS. Obrácený výpočet, tedy získání spekter XPS, respektive intenzit fotoelektronových píků, ze zadaného hloubkového profilu lze realizovat více metodami. Jednou s nejpřesnějších je metoda Monte Carlo [5], která je ovšem velmi pomalá, zvláště je-li požadována velká přesnost výpočtu. Metody, které se pro tyto typy výpočtů používají, jsou založené na útlumu fotoelektronů. Přesnost mají sice horší – zejména u větších emisních úhlů, kde se projevuje vliv elastického rozptylu, ale jsou velmi rychlé.

2.3 RENTGENOVÁ FOTOELEKTRONOVÁ DIFRAKCE

Rentgenová fotoelektronová difrakce (dále XPD – z anglického X-ray Photoelectron Diffraction) je metoda, která se používá pro zkoumání uspořádaných struktur, kterými mohou být např. monokrystalické objemové vzorky nebo uspořádané vrstvy deponované na různých substrátech. Zkoumat touto metodou lze také defekty, tedy poruchy uspořádanosti těchto materiálů. Základní informace o lokální struktuře povrchů může být odvozena přímo z naměřených závislostí – např. podle hlavních píků. K získání detailnějších informací je potřeba naměřená data porovnávat s teoretickými, počítanými podle kvantově-mechanických teorií rozptylu elektronu [6].

Metoda využívá jevu fotoelektronové difrakce, ke které dochází při průletu fotoelektronu uspořádanou strukturou. Jakmile foton předá dostatečnou energii elektronu, ten může být emitován a tento fotoelektron při opouštění atomu může být rozptýlen na okolních atomech látky. V případě uspořádané struktury je pravděpodobnost rozptylu závislá na směru letu fotoelektronu, v určitých směrech je velká, v jiných malá. Vytvářejí se tak rozptylové vlny, které spolu navzájem interferují a jejich výsledkem je vícenásobný rozptyl.

Měřením intenzity v různých směrech se získá informace o výsledné vlně. Difrakční anizotropie, daná minimální a maximální intenzitou podle vztahu $A = (I_{max} - I_{min})/I_{max}$ může dosahovat hodnot až 0,75 [1], tedy změny intenzit v závislosti na směru detekce mohou být velké. U XPD se zpravidla měří intenzita jednoho vybraného píku v závislosti na natočení vzorku, které může být buď polární (obrázek 2.2a) nebo azimutální (obrázek 2.2b). Vzhledem k tomu, že útlumové délky fotoelektronů jsou malé, je informace o struktuře získávána z hloubky 1–10 nm.



Obrázek 2.2: Znázornění „skenu“ XPD (a) polárního, (b) azimutálního. Přejato z [6].

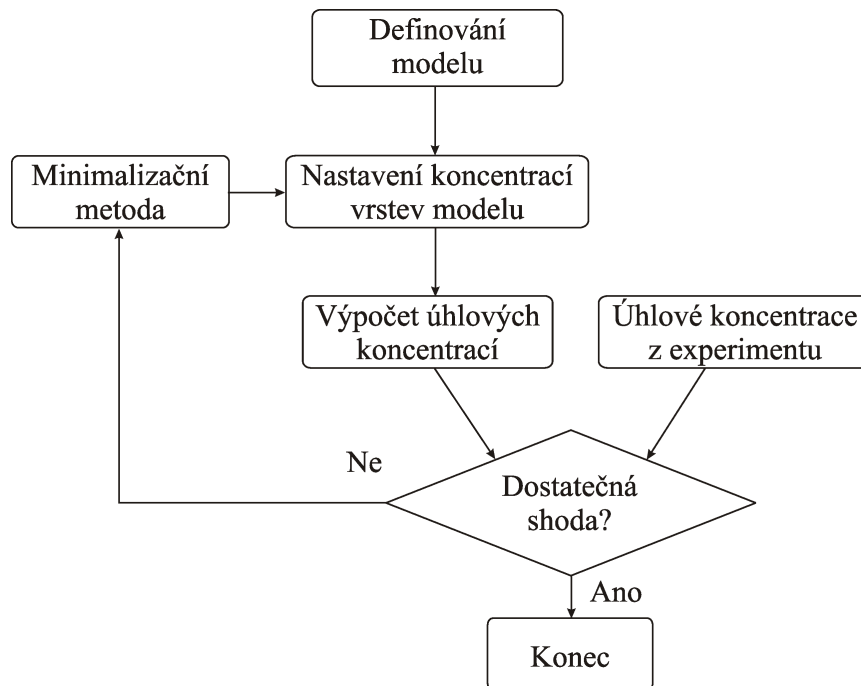
Jednou z výhod XPD je výběr prvku nebo chemické sloučeniny, jejíž vlastnosti se budou zjišťovat. Zkoumaný vzorek tedy může obsahovat více prvků nebo sloučenin a XPD si vybere jen tu, která je předmětem zájmu. Toto je velká výhoda v porovnání s metodou LEED (z anglického Low Energy Electron Diffraction) [7], která je tradičně používána pro určování struktury. V mnoha případech je pomocí XPD objevena zřetelně uspořádaná struktura, zatímco u metody LEED nikoliv [1].

3 VÝSLEDKY DIZERTAČNÍ PRÁCE

3.1 SOFTWARE PRO VÝPOČET HLOUBKOVÝCH PROFILŮ ARXPS

Výpočet hloubkových profilů, realizovaný vytvořeným softwarem, se řídí algoritmem uvedeným na obrázku 3.1. Na počátku je nejprve potřeba definovat model vzorku, v němž je nejhornější povrch vzorku rozdělen na N vrstev, které mohou mít jednotnou konstantní tloušťku t nebo naprosto indi-

viduálně definovanou tloušťku. Nejhornější vrstva je označena indexem 1 a nejspodnější N , která může být již považována za substrát, tedy nekonečně silnou vrstvu. V dalším kroku jsou z hloubkových koncentrací modelu počítány relativní koncentrace v závislosti na emisních úhlech a jsou porovnávány s experimentálními. Jsou-li v dostatečné shodě, výpočet může být ukončen, v opačném případě jsou koncentrace modelu změněny a výpočet se opakuje.



Obrázek 3.1: Algoritmus výpočtu hloubkových profilů.

3.1.1 Výpočet relativních koncentrací závislých na emisním úhlu

Pro výpočet relativních koncentrací závislých na emisním úhlu se využívá vztahů pro útlum fotoelektronů. Korekce elastického rozptylu je prováděna nahrazováním neelastických středních volných drah útlumovými délkami [8].

Tento výpočet vychází ze dvou základních vztahů:

- pro výpočet relativní koncentrace X_A prvku A ve vzorku obsahujícího j prvků [1]

$$X_A = \frac{I_A/R_A}{\sum_j I_j/R_j}, \quad (3.1)$$

kde I_A je intenzita fotoelektronového píku prvku A a R_A je intenzita měřená na standardizovaném vzorku obsahujícím pouze čistý prvek A za stejných podmínek.

- pro útlum fotoelektronů unikajících ze vzorku (Beer-Lambertův zákon)

$$I = I(z) \exp\left(\frac{-z}{\lambda_{ij} \cos\theta}\right), \quad (3.2)$$

kde I je měřená intenzita, $I(z)$ intenzita generovaná v hloubce z , θ je emisní úhel vztažený ke kolmici vzorku, λ_{ij} je střední volná dráha fotoelektronu prvku j při nepružných srážkách procházejícího přes prvek (sloučeninu) i .

3.1.2 Porovnání vypočtených a experimentálních koncentrací

Posouzení souhlasu úhlových koncentrací hloubkových profilů ARXPS se provádí kombinovaným kritériem, které je složeno ze dvou metod. Prvním z nich je suma čtverců odchylek:

$$C = \sum_{j,\theta} \left[X_j^{calc}(\theta) - X_j^{exp}(\theta) \right]^2, \quad (3.3)$$

kde $X_j^{calc}(\theta)$ jsou vypočtené a $X_j^{exp}(\theta)$ experimentální úhlové koncentrace. Druhým kritériem je metoda neuhlazenosti (kvadrát gradientu koncentrací) [9]:

$$U = n'^2 = \int_0^\infty \left[\frac{dn(z)}{dz} \right]^2 dz, \quad (3.4)$$

kde $n(z)$ je koncentrace profilu v hloubce z . Celkové kritérium se vypočítá podle vztahu:

$$Q = C + \alpha U, \quad (3.5)$$

kde α je regulační konstanta, která stanoví váhu mezi oběma metodami.

3.1.3 Změny koncentrací modelu v jednotlivých cyklech – minimalizační metody

Tyto změny se v podstatě vždy provádějí pomocí nějaké metody, která umí minimalizovat obecnou funkci o více argumentech. Vstupními argumenty této funkce jsou koncentrace modelu hloubkového profilu n_{ij} , výstupem je hodnotící kritérium Q . Tato metoda musí být schopna měnit argumenty (koncentrace modelu) s určitými omezeními. Koncentrace kteréhokoliv prvku v libovolné vrstvě musí být v rozmezí od 0 do 1 a součet koncentrací všech prvků ve vrstvě musí být roven jedné.

Pro minimalizaci lze použít některé z funkcí optimalizačního toolboxu Matlabu. Výpočet je standardně prováděn funkcí „fmincon“ [10]. Je to funkce, která hledá minimum nelineární spojitě funkce s možností zadání nejruznějších omezujících podmínek – rozsahů jednotlivých proměnných, lineárních kombinací vstupů ve formě rovnic a nerovnic a také s možností definice vlastní nelineární funkce, jejíž omezující podmínky pro vstupy budou při hledání dodrženy.

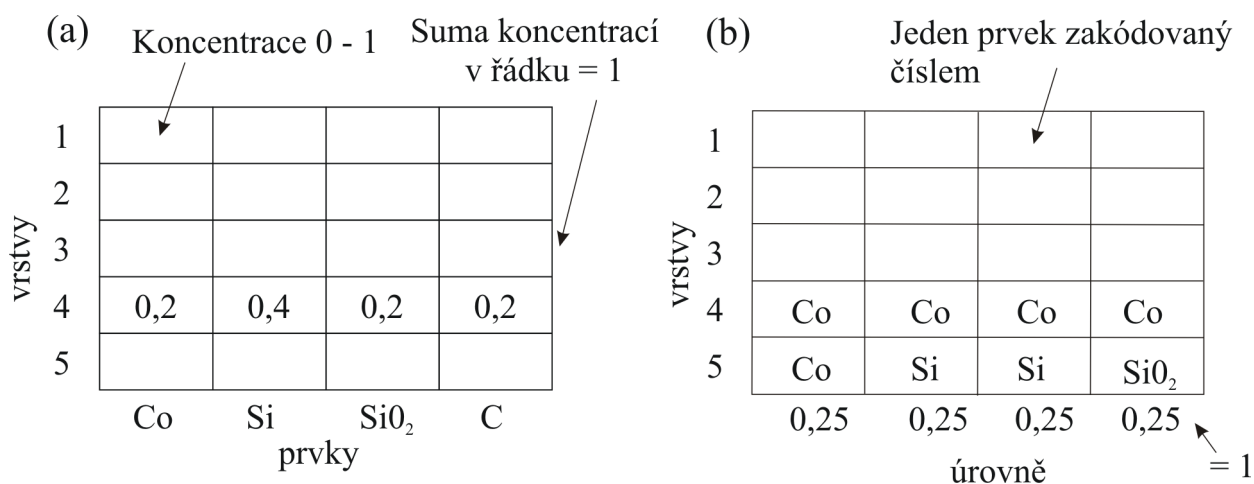
Speciální metodou, která je schopna hledat minimum u velmi různorodých problémů jsou genetické algoritmy [11, 12]. Narozdíl od jiných minimalizačních metod, u kterých musí minimalizovaná funkce splňovat určité požadavky, je spektrum jejich možného použití velmi široké. O minimalizované funkci není třeba vědět téměř nic – postačí, je-li její vstup možno vyjádřit pomocí binárního řetězce a její výstup, který se má minimalizovat je skalár. Mohou být použity prakticky na minimalizaci funkcí spojitých i nespojitých, analogových i diskrétních. K jejich obecným vlastnostem

patří velmi dobré prohledávání možných řešení. Zatímco většina optimalizačních algoritmů se „drží“ určitého řešení a snaží se toto dále vylepšovat, genetické algoritmy stále „zkoumají“, jestli není lepší řešení někde úplně jinde, tzn. snaží se nalézt skutečné globální minimum. Jejich široká prohledávací kapacita může být použita k přiblížení se ke správnému výsledku a dále je možno pokračovat jinou minimalizační metodou.

3.1.4 Implementace výpočtu hloubkových profilů v Matlabu

Výše uvedený algoritmus výpočtu hloubkových profilů byl implementován do výpočetního prostředí Matlab, protože toto prostředí poskytuje nejen minimalizační funkci „fmincon“, ale také genetické algoritmy [13]. Veškeré parametry, které program potřebuje k výpočtu, zadává uživatel do souborů „zadaniARXPS.m“ a „knihovna_prvku“. „Knihovna_prvku“ obsahuje textovou databázi prvků s parametry potřebnými pro výpočet útlumových délek včetně středních volných drah u nepružných rozptylů, „zadaniARXPS.m“ obsahuje všechny ostatní parametry výpočtu.

Před vlastní minimalizací je potřeba stanovit, jakým způsobem se budou koncentrace modelu předávat dané minimalizační metodě. U „fmincon“ obrázek 3.2a se definuje matice, jejíž řádky odpovídají vrstvám, a každý sloupec představuje jeden prvek, jehož koncentraci v příslušné vrstvě udává reálné číslo v rozmezí od 0 do 1. Součet všech koncentrací ve vrstvě musí být roven 1. Obě tyto podmínky jsou u funkce „fmincon“ splnitelné.



Obrázek 3.2: Kódování koncentrací modelu (a) u minimalizační funkce „fmincon“, (b) u genetických algoritmů.

U výpočtu hloubkových profilů pomocí genetických algoritmů mohou koncentrace modelu nabývat pouze několika diskretních hodnot – úrovní, které se převedou na binární řetězce [I]. Používá se zde podobná matice jako u „fmincon“ (obrázek 3.2b) s vrstvami v řádcích, ovšem sloupce zde představují diskrétní úrovně a v každé buňce matice bude právě jeden prvek. Velikost koncentrace určité buňky je rovna převrácené hodnotě počtu úrovní ve vrstvě. V tomto případě jsou zde 4 sloupce, tedy koncentrace každé buňky bude 0,25. Ve vrstvě 4 je jen Co s koncentrací 1 a ve vrstvě 5 je 0,25 Co, 0,5 Si a 0,25 SiO₂. Tato koncepce má výhodu v tom, že se nemusí kontrolovat

meze koncentrací ani jejich součty ve vrstvách. Navíc celkový počet kombinací profilu je zde omezen oproti nekonečnému počtu profilů v předchozím případě, což zvyšuje pravděpodobnost nalezení optimálního profilu za relativně krátký čas.

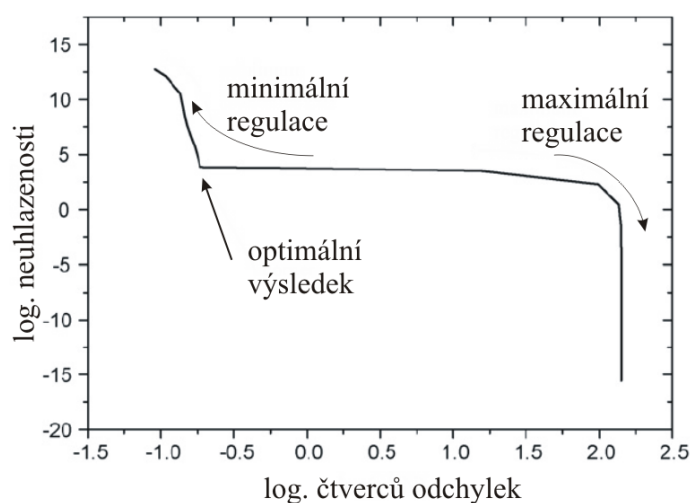
Pro každý výpočet musí být zadán vzorek, model a parametry výpočtu. U vzorku se zadává, z jakých prvků nebo sloučenin se vzorek skládá a to včetně spektrálních čar – píků, jejichž koncentrace v závislosti na emisním úhlu jsou rovněž předávány. Dále je to vektor emisních úhlů a materiál anody rentgenového zdroje. U modelu se zadává především počet vrstev a jejich tloušťka. Je možné definovat tloušťku každé vrstvy individuálně a také rozhodnout, zdali bude poslední vrstva považována za substrát či nikoli. Na místě substrátu (poslední vrstvy) bude vždy právě jeden prvek. V případě funkce „fmincon“, která nepracuje diskrétně, je potřeba substrát definovat, genetické algoritmy ho budou hledat samy. Dalším obecným parametrem modelu je typ srovnávací metody „neuhlazenosti“. Genetické algoritmy startují z náhodných počátečních koncentrací modelu, u „fmincon“ se musí zadat – např. „napevno“ nebo z předchozího výpočtu. Dále je u „fmincon“ možnost zadání pevné koncentrace určitého prvku na určité vrstvě nebo nastavení minimální/maximální hodnoty této koncentrace. Tímto lze např. nařídit algoritmu, že na určitém místě daný prvek bude alespoň v dané minimální koncentraci nebo naopak říci, že se zde daný prvek nebude vyskytovat. Tedy v případě, že algoritmus hledání se odklání od odhadovaného řešení, je možné tímto způsobem ho „navést“ k řešení, které se předpokládá a pak se odzkouší, zdali je toto řešení vůbec možné (podle shody vypočtených a experimentálních úhlových koncentrací).

Parametry výpočtu určují, co se bude kdy počítat a pomocí jaké metody. Při výpočtu lze kombinovat různé vzorky a modely, počítat stejné výpočty s různou přesností, apod. Je zde definovaná sekvence po sobě následujících výpočtů, kde je v každém kroku zadána: konstanta α určující váhu mezi hodnotícími kritérii, vzorek a model které jsou použity v tomto výpočtu, metoda výpočtu („fmincon“ nebo genetické algoritmy) a další parametry.

3.1.5 Testování výpočtu hloubkových profilů na simulovaném vzorku

Na testovacím výpočtu bude ukázán postup při výpočtu hloubkových profilů, kde na místo experimentálních úhlových koncentrací jsou dosazeny teoretické koncentrace simulovaných vzorků vypočtené programem SESSA [14], který počítá fotoelektronová spektra metodou Monte Carlo. Tento software rovněž obsahuje databázi středních neelastických volných drah, které byly použity ve všech uvedených výpočtech. Uvedený algoritmus z obrázku 3.1 je při výpočtu použit několikrát, zvlášť pro každé α a minimalizační metodu. Výpočty hloubkových profilů jsou prováděny ve dvou fázích. V první fázi se profily počítají pro několik α pomocí genetických algoritmů. Z těchto výsledků se vybere jeden „vhodný“, kterým se bude inicializovat druhá fáze výpočtu – minimalizace funkcí „fmincon“. Ta probíhá od určitého α – zpravidla odpovídajícího inicializačním koncentracím. Výsledek této první minimalizace inicializuje další minimalizaci pro α menší než předchozí (profil se zpřesňuje). Další postupné minimalizace probíhají tak dlouho, dokud není nalezen „vhodný“ výsledek.

Zde se ovšem nabízí otázka, jak vybírat vhodné výsledky u obou minimalizačních metod. Toto rozhodování je na uživateli, který zkoumáním výsledných profilů vybere takové, které nejsou „přefitované“, ani „nedofitované“ dle vlastního uvážení nebo může k rozhodování použít takzvané metody „L-curve“. Tato metoda je založena na posouzení logaritmické závislosti neuhlazenosti U na logaritmu čtverců odchylek C pro velký rozsah hodnot α [15], která je u ARXPS použita např. v [9]. Na obrázku 3.3 je ukázka tohoto zobrazení s vyznačením oblasti s maximální váhou neuhlazenosti (maximální regulace – velké α) a maximální váhou čtverců odchylek (minimální regulace – malé α). Podle této metody se α odpovídající nejoptimálnějšímu výsledku nachází ve vyznačeném rohu v levé části křivky.

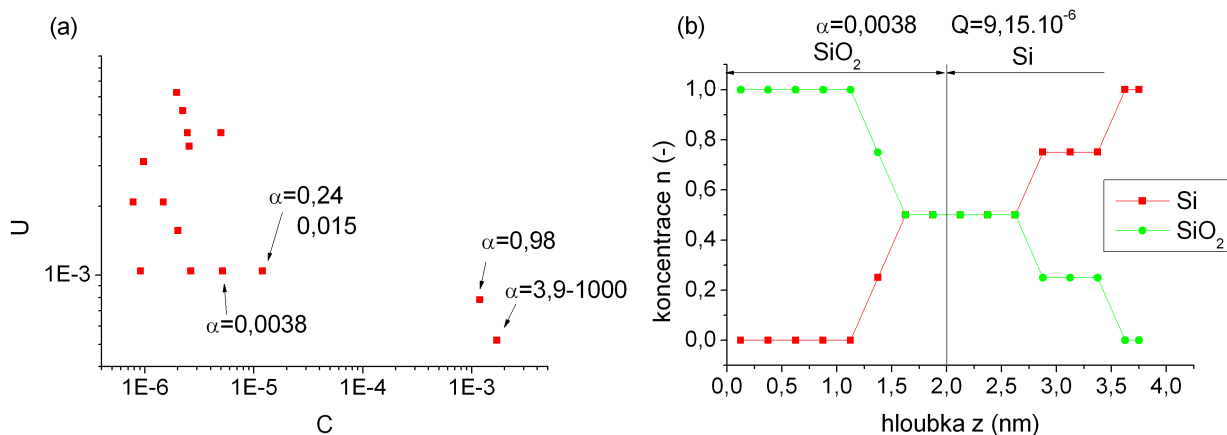


Obrázek 3.3: Ukázka „L-curve“ metody. Přejato z [9].

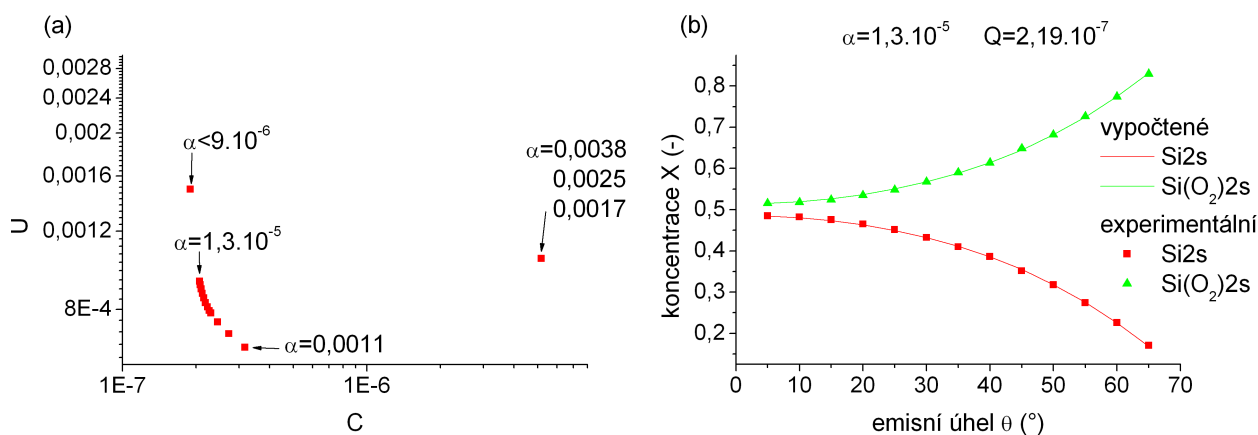
Programem SESSA byly tedy vypočteny intenzity píků $Si2s$ a $Si(O_2)2s$ vzorku $2\text{ nm } SiO_2$ na substrátu Si . Následně byly převedeny na úhlově závislé koncentrace vztahem 3.1, kde se za intenzitu standardizovaného vzorku R_A dosadí intenzita, kterou vypočítá SESSA pro vzorek složený jen ze substrátu prvku A za stejných podmínek. Zvolený model vzorku se skládá z 15 vrstev o jednotné tloušťce 0,25 nm, za nejhlubší vrstvou následuje substrát. Pro výpočet genetickými algoritmy byl stanoven počet úrovní ve všech vrstvách na 4 a dosazovaná α byla v rozsahu 10^{-9} až 10^3 (geometrická řada o 20 členech s kvocientem 4). Dále jako kritérium neuhlazenosti bylo použito kvadrátu gradientu koncentrací (rovnice 3.4) a to jak u výpočtu genetickými algoritmy, tak i u funkce „fmincon“. Toto kritérium bylo použito ve všech výpočtech ARXPS v této práci.

Na obrázku 3.4a je „L-curve“ graf výpočtu genetickými algoritmy, v jehož levé části je náznak ohyb nahoru, tak jako je tomu na obrázku 3.3. Podle tohoto grafu byl vybrán profil pro $\alpha = 0,0038$ (obrázek 3.4b), na kterém je rozhraní SiO_2/Si poměrně široké. Tímto profilem byl inicializován výpočet funkcí „fmincon“. „L-curve“ graf na obrázku 3.5a má již naprosto zřejmý ohyb nahoru. Jako vhodné profily pro výsledek byly vybrány ty s $\alpha = 1,3 \cdot 10^{-5}$ a $9 \cdot 10^{-6}$ (obrázek 3.6a, b). U druhého profilu je zřetelný ostřejší přechod v hloubce 2 nm než u prvního, který je ovšem kompen-

zován mírnou změnou koncentrací na povrchu. Tedy jako „vhodný“ výsledek se spíše jeví profil pro $\alpha = 1,3 \cdot 10^{-5}$ (obrázek 3.6a). Rovněž srovnání vypočtených a „experimentálních“ úhlově závislých koncentrací tohoto profilu je velmi dobré (obrázek 3.5b).



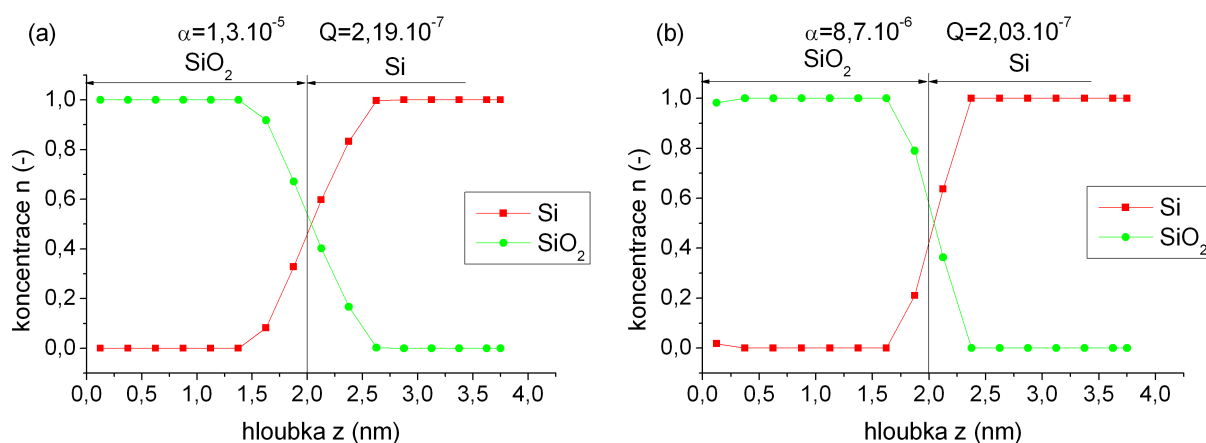
Obrázek 3.4: (a) „L-curve“ graf a (b) vypočítaný hloubkový profil genetickými algoritmy pro $\alpha = 0,0038$ vzorku 2 nm SiO_2/Si .



Obrázek 3.5: (a) „L-curve“ graf a (b) srovnání vypočtených a „experimentálních“ úhlově závislých koncentrací výpočtu funkcí „fmincon“ pro $\alpha = 1,3 \cdot 10^{-5}$ vzorku 2 nm SiO_2/Si .

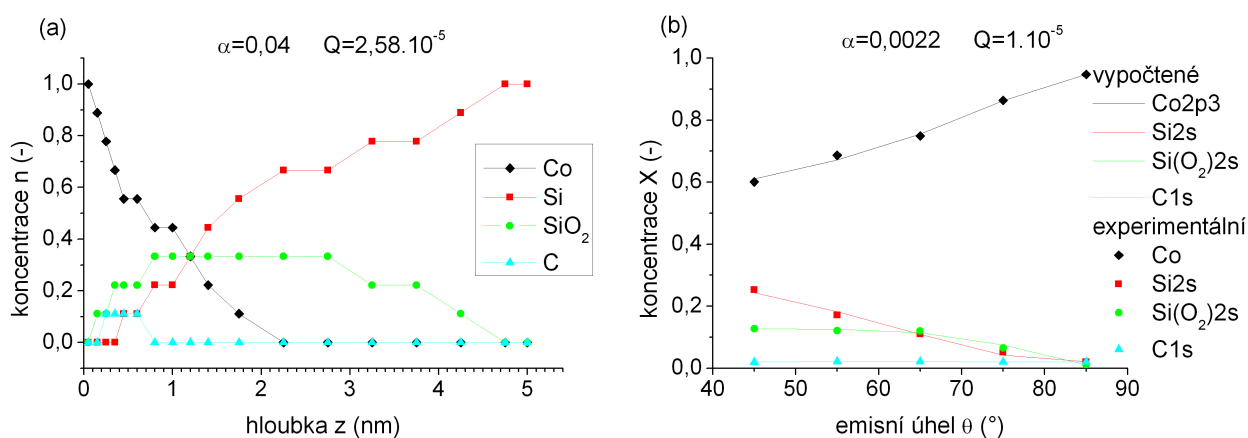
3.1.6 Výpočet hloubkových profilů reálného vzorku

Na křemíkový substrát s vrstvou přírodního oxidu křemičitého byl v podmínkách UHV napařen kobalt pomocí efúzní cely (Omicron EFM3/4). Rychlost depozice byla ověřována pomocí tloušťkoměru Sycon STM-100. Substrát byl před depozicí žhán na teplotě $560^\circ C$ po dobu 10 hodin. Tlak během žhánání nepřekročil hodnotu $3 \cdot 10^{-7}$ Pa. Po „zchlazení“ na pokojovou teplotu byla v komoře „Ježek“ provedena depozice 2 nm kobaltu (50 min při depoziční rychlosti 1 nm za 25 min) za tlaku nepřesahujícího $1 \cdot 10^{-7}$ Pa. Za těchto podmínek se na povrchu vzorku vytvořila souvislá vrstva kobaltu [16].



Obrázek 3.6: Vypočítané hloubkové profily funkcí „fmincon“ vzorku 2 nm SiO_2/Si pro vybrané α .

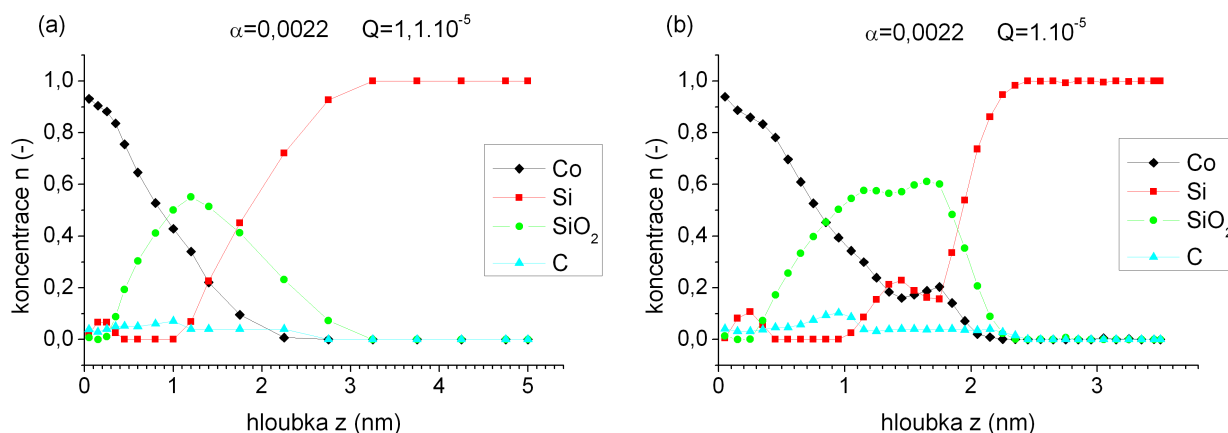
Pro výpočet ARXPS byla změřena detailní spektra $Co2p3$, $Si2s$ a $C1s$. Z vypočítaných úhlově závislých koncentrací byl získán hloubkový profil genetickými algoritmy (obrázek 3.7a). Pro tento výpočet byl použit model s různými tloušťkami vrstev – prvních 5 vrstev mělo tloušťku po 0, 1 nm, dalších 5 vrstev po 0, 2 nm, posledních 7 vrstev po 0, 5 nm a poté následoval substrát. Hloubkový profil poukazuje na malé množství uhlíku a rovněž velké množství kobaltu na povrchu. Jediné, co není na tomto vzorku zcela v souladu s očekáváním je SiO_2 , který je v širokém intervalu hloubek 0, 5–4 nm.



Obrázek 3.7: (a) Vypočítaný hloubkový profil genetickými algoritmy reálného vzorku pro $\alpha = 0,04$ a (b) srovnání vypočtených a experimentálních úhlově závislých koncentrací druhého výpočtu „fmincon“ pro $\alpha = 0,0022$.

Z tohoto výsledku vycházejí obě minimalizace funkcí „fmincon“, první byla provedena pro stejný model jako u genetických algoritmů, druhá pro zjemněný model – složený z 35 vrstev o tloušťce 0, 1 nm a zakončený substrátem. Při těchto výpočtech se začal uhlík přesunovat do větších hloubek a bylo nezbytné provést jeho omezení v hloubce 1, 3–2, 5 nm na koncentraci 0, 04. Na obrázku 3.8a je hloubkový profil z prvního výpočtu. Uhlík byl rozprostřen v hloubce 0–2 nm, ale zároveň došlo ke zlepšení rozložení SiO_2 , který se nyní nachází v hloubce 0, 5–2, 5 nm. Podobná situace je i u druhého

výpočtu (obrázek 3.8b), kde došlo k vyostření rozhraní SiO_2/Si , ale tento výpočet je již malinko „přefitovaný“. Srovnání úhlově závislých vypočtených a experimentálních koncentrací je u obou výpočtů velmi dobré (na obrázku 3.7b je srovnání z druhého výpočtu), tedy vypočtené hloubkové profily patrně odpovídají skutečnosti.



Obrázek 3.8: Vypočítaný hloubkový profil funkcí „fmincon“ reálného vzorku (a) první varianta a (b) druhá varianta se zjemněným modelem. U obou variant je $\alpha = 0,0022$.

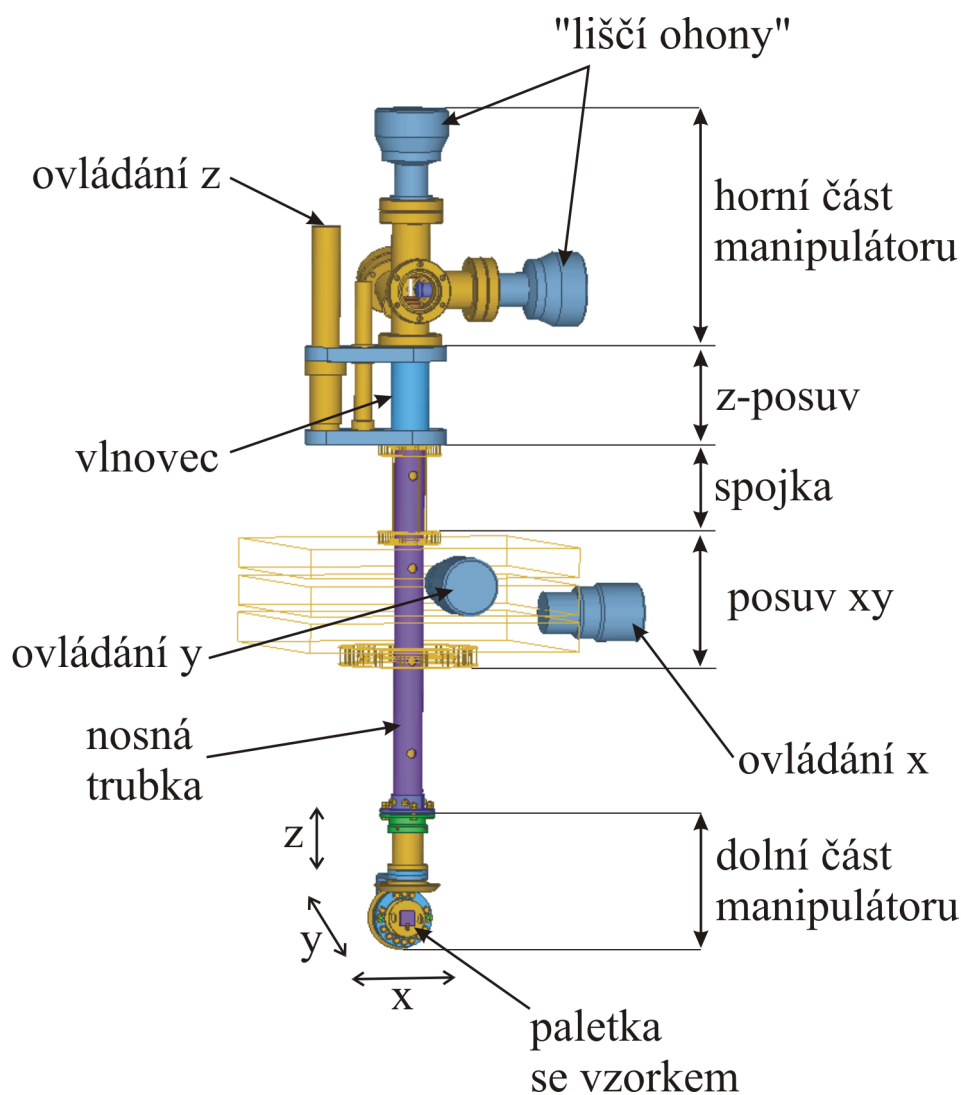
3.2 MANIPULAČNÍ SYSTÉM PRO FOTOELEKTRONOVÁ MĚŘENÍ

Nový manipulační systém byl navrhován v souladu s hlavním systémem vakuových komor v laboratoři povrchů a tenkých vrstev. Dále bylo potřeba při návrhu splnit požadavky na realizaci experimentů uvedenými metodami. Těmito požadavky byly především posuv v horizontální rovině, vertikálním směru a rotace vzorku ve dvou osách – polární a azimutální. Dalším požadavkem bylo přivedení elektrických vodičů na vzorek s možností řízeného přepínání mezi zemí a externími vstupy, které se nejčastěji používají pro žíhání vzorků.

3.2.1 Mechanický návrh manipulátoru

Navržený manipulátor je na obrázku 3.9 [IV, VI]. Skládá se z komerčního posuvu xy , jehož spodní a horní příruba se vůči sobě pohybují v horizontální rovině. Nosná trubka manipulátoru se při tomto posuvu pohybuje vůči spodní přírubě v rozsahu $\pm 12,5$ mm. Nad posuvem xy je přes spojku umístěn vertikální z -posuv, použitý z původního manipulátoru, který nastavuje vzájemnou vzdálenost přírub v rozsahu 70 mm. Nad z -posuvem je horní část manipulátoru, jejíž funkcí je ovládání rotací a také přivedení elektrických vodičů do vakua. Na této části je upevněna nosná trubka, na jejímž druhém konci je spodní část manipulátoru s paletkou, na které je umístěn vzorek.

„Liščí ohony“ v horní části manipulátoru slouží k přenosu rotací do vakua, které se přenášejí do dolní části manipulátoru dvěma hřídeli, z nichž jeden je řešen jako dutá trubka. Je zde tedy vnitřní hřídel pro ovládání azimutální rotace (kolem osy vzorku), vnější hřídel pro ovládání polární rotace (kolem osy analyzátoru) a nad nimi je nosná trubka. Na spodní části manipulátoru je držák paletky,



Obrázek 3.9: Manipulátor v 3D pohledu.

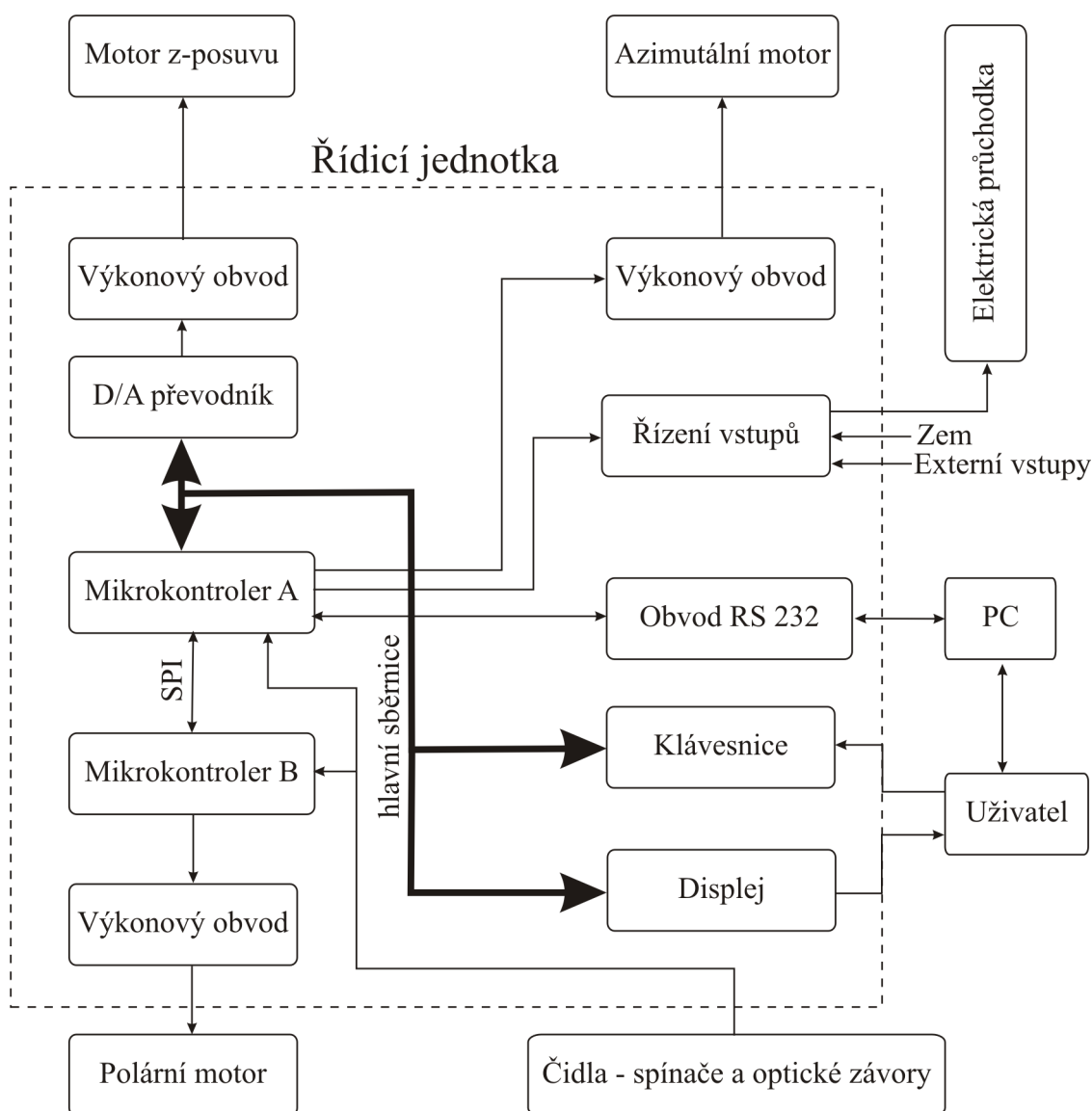
který se skládá ze tří vzájemně odizolovaných segmentů, do kterých se zakládají kolíky paletky. Na tyto segmenty jsou přivedeny kabely z horní části manipulátoru.

3.2.2 Ovládání manipulátoru

Řízení manipulátoru je řešeno pomocí tří krokových motorů, které ovládají polární a azimutální „liščí ohony“ a vertikální z-posuv, posuvy x a y se ovládají ručně. Připojení motorů na manipulátor je realizováno ozubenými řemenicemi s řemeny. Elektronické ovládání těchto prvků vzešlo z prvotního požadavku počítačově řízených experimentů a také z nutnosti přesného ovládání rotací, neboť azimutální rotace je ovlivňována polární.

Na obrázku 3.10 je schématický diagram řídicí jednotky. Jádrem jednotky je mikrokontroler A (PIC 18F452 – master), který komunikuje s mikrokontrolerem B (PIC 18F252 – slave), pomocí sériového periferního rozhraní (SPI – z anglického Serial Peripheral Interface) [17].

Mikrokontroler B ovládá polární krokový motor a vstupy některých čidel. Mikrokontroler A řídí



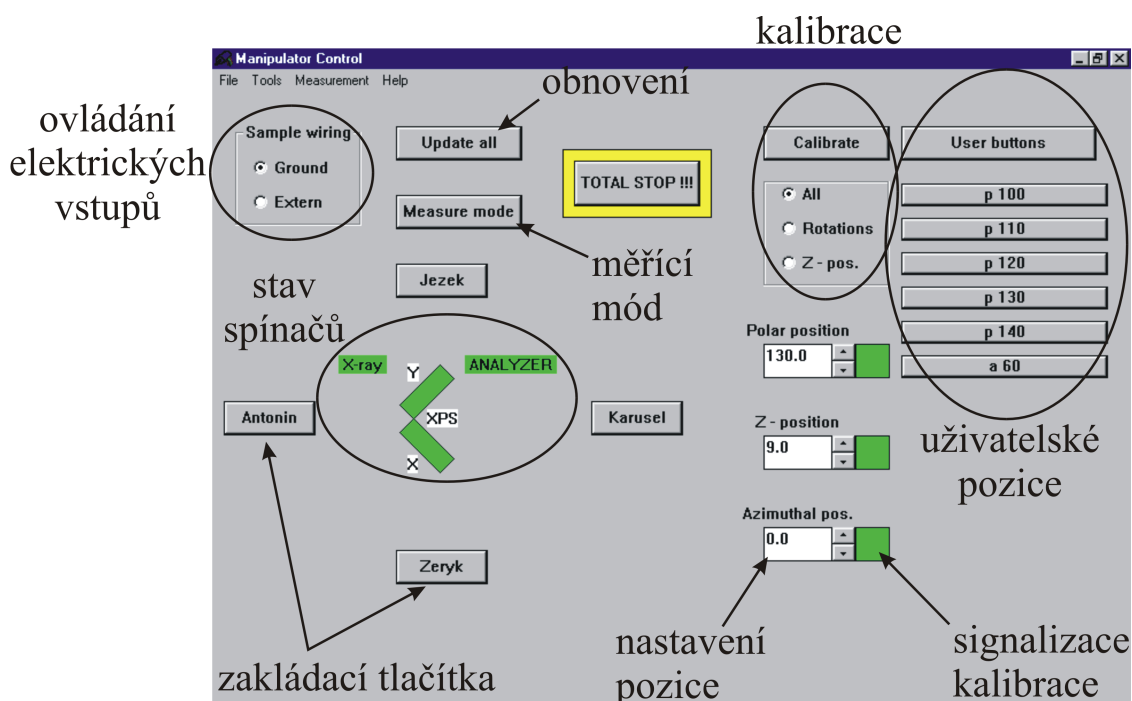
Obrázek 3.10: Blokové schéma řídicí jednotky.

azimutální motor a také motor z-posuvu. Dále zabezpečuje komunikaci s klávesnicí a displejem na řídicí jednotce a komunikaci s počítačem (dále PC) pomocí sériového asynchronního rozhraní (sériový port počítače). Uživatel má tedy na výběr, jestli bude ovládat manipulátor pomocí PC nebo přímo pomocí řídicí jednotky.

3.2.3 Komunikace PC s řídicí jednotkou

Pro ovládání manipulátoru pomocí PC byl vytvořen v prostředí Visual C++ řídicí program „Manipulator Control“, který zároveň ovládá některé funkce programu „SPECTRA-W“ (od firmy Omicron) pro měření XPS, jako je spouštění spektroskopického měření a ukládání těchto výsledků do souborů. Řídicí program umožňuje uživateli snadnější a přehlednější ovládání manipulátoru než přímo pomocí řídicí jednotky. Lze pomocí něj vykonávat v podstatě stejné příkazy, jako na řídicí jednotce a také řídit samotné experimenty.

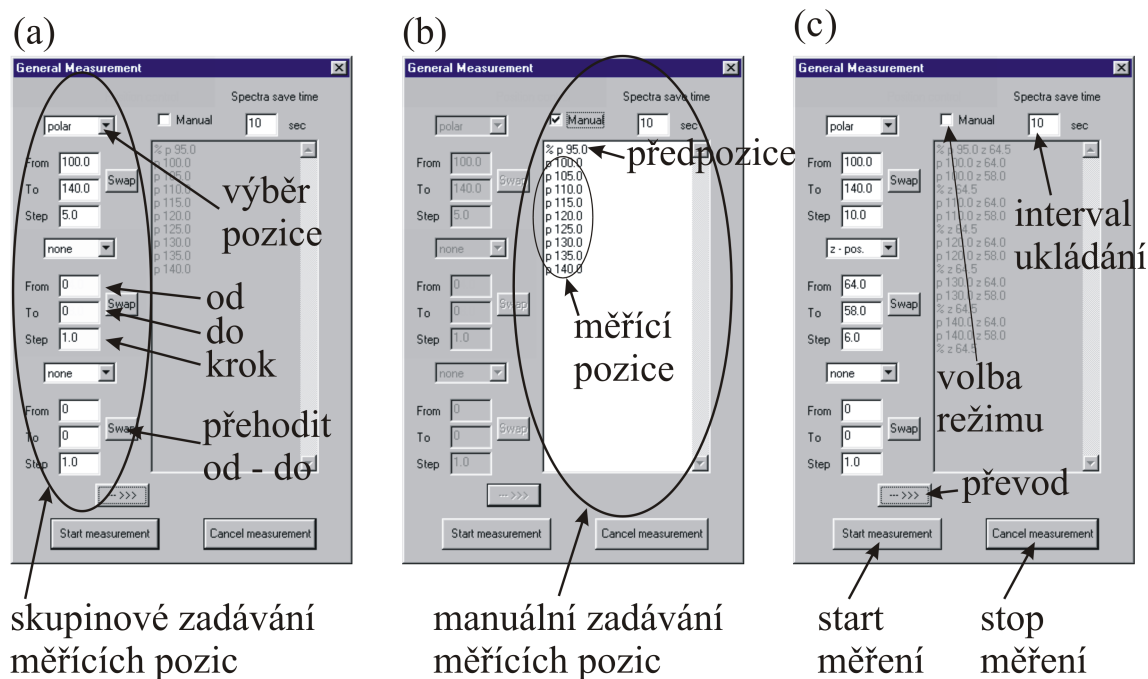
Na obrázku 3.11 je základní okno programu „Manipulator Control“. Před kalibrací pozic manipulátoru se zvolí, jestli se bude kalibrovat vše, rotace nebo jen z-posuv a stiskne se tlačítko „Calibrate“. Po úspěšné kalibraci je možné nastavovat individuálně manipulační pozice pomocí editboxů nebo šipkami vedle nich. Barevný čtvereček vedle šipek signalizuje, zdali je daná pozice kalibrována (zelený) nebo není (červený). V případě, že kalibrována není, příkaz změny pozice se nevykoná. Další sekce tlačítek slouží pro transport vzorků – jedná se o tlačítka „Karusel“, „Antonin“, „Jezek“ a „Zeryk“, která nastaví manipulátor tak, aby byl umožněn transport mezi příslušnými vakuovými komorami. Dále je v tomto pomyslném schématu komor také uveden stav kontrolních spínačů, na jejichž základě je pohyb manipulátoru omezen. Jedná se o kontrolní spínače „přijetí“ rentgenového zdroje, analyzátoru a posuvu xy . Zelená barva opět znamená bezpečný stav a jsou-li všechna signa- lizační políčka zelená, manipulátor lze nastavit do všech povolených pozic a také kalibrovat. Jakmile je alespoň jedno z nich červené, kalibrace není možná a manipulační pozice jsou omezeny (hrozí ko- lize manipulátoru uvnitř komory). Program může dávat příkazy na změnu nejenom jedné, ale i více pozic současně. Na pravé straně základního okna je sekce tlačítek, kde si lze podle potřeby nadefino- vat uživatelské pozice, např. často používané pozice manipulátoru. Dalším důležitým ovládacím prv- kem na hlavní obrazovce programu je ovládání elektrických vstupů manipulátoru. Je-li na krabici ovládání elektrických vstupů přepnutý přepínač do pozice „remote“, jsou tyto vstupy řízeny softwa- rově přepínáním příslušného tlačítka, tedy lze na dálku volit uzemnění vzorku nebo jeho připojení na externí vstupy.



Obrázek 3.11: Hlavní okno programu „Manipulator Control“.

3.2.4 Počítačové řízení experimentů

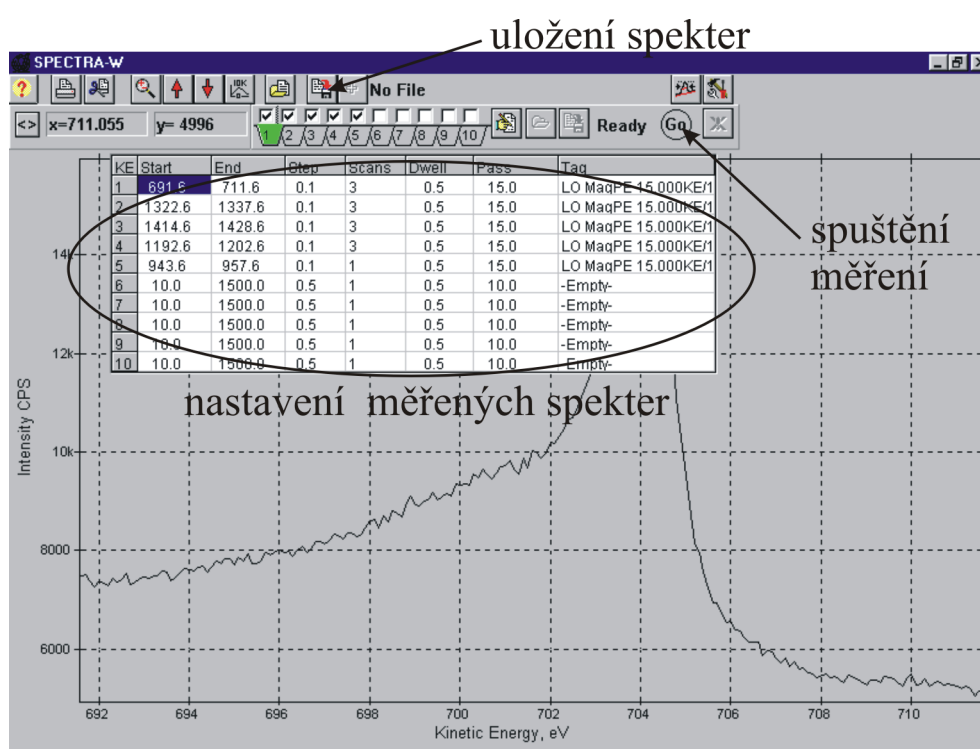
U metod ARXPS, z-XPS a XPD je potřeba měřit spektra pro různá geometrická nastavení. K tomu slouží dialogové okno obecného měření v menu „Measurement/General Measurement“ uvedené na obrázku 3.12 ve více variantách zadání. Měřicí pozice lze nastavovat manuálně ve velkém editačním okně (b) nebo pomocí skupinového zadání v levé části dialogového okna (a), kde jsou tři skupiny ovládacích prvků ve kterých se nastaví jaká pozice se bude měnit a dále její počáteční, koncová hodnota a krok změny. Pomocí tlačítka „Swap“ se přehodí počáteční a koncová hodnota. Tři skupiny těchto ovládacích prvků jsou zde z důvodu vzájemného kombinování pozic.



Obrázek 3.12: Dialogové okno obecného měření ve více variantách zadání.

Zadávání začíná od horní skupiny, kde jsou na výběr všechny pozice – polární, azimutální i z-pozice, po výběru některé z nich už jsou v prostřední na výběr jen zbylé dvě pozice. Na (c) je příklad kombinování polární a z-pozice. Aktivovaný manuální nebo skupinový režim se volí přepínačem „Manual“, přičemž prvky, které nelze v daném režimu měnit se deaktivují („zašednou“) a nelze je ovládat. Nejen pro lepší názornost, co se „bude dít“ ve skupinovém režimu lze pomocí tlačítka „— >>>“ převést skupinové zadání do editačního okna manuálního zadání, což bylo provedeno u (a) i (c), přičemž (b) vzniklo z (a) přepnutím na manuální režim. Skupinové zadání pracuje tak, že se před nastavením počáteční pozice manipulátor nastaví do předpozice, ve které se neměří, ale která je potřebná pro eliminaci vůle v ozubených kolech a řemenech. Tedy např. při nastavování polární pozice od 100° do 140° se před první pozicí 100° nastaví před-pozice 95° a manipulátor se při tomto měření nadále pohybuje stále stejným směrem. Pro rozlišení před-pozice v manuální režimu je před údajem pozice znak „%“. Po přenesení dat ze skupin lze přepnout na manuální režim a např. předpozice ještě upravit.

Vlastní měření spekter probíhá pomocí programu „SPECTRA-W“, který je ovládán programem „Manipulator Control“. Před spuštěním měření je nezbytné manuálně ve „SPECTRA-W“ nastavit typ anody rentgenového záření (Mg/Al), zvětšení vstupní optiky (high, medium nebo low) a především rozsahy energií měřených spekter – viz obrázek 3.13. Poté se spustí měření z dialogového okna „General Measurement“ (obrázek 3.12) tlačítkem „Start Measurement“. Program postupně nastavuje všechny měřené pozice a přitom pomocí emulace myši spouští měření spekter stiskem tlačítka „GO“ (obrázek 3.13). V nastaveném intervalu ukládání („Spectra save time“ – viz obrázek 3.12) realizuje stisk tlačítka „Save“ (obrázek 3.13). Pokud již měření spekter skončilo, otevře se dialogové okno pro uložení, program emulací klávesnice napíše název souboru a klávesou „enter“ soubor uloží. Jsou-li ve frontě ještě další měřící pozice, nastaví se další z nich a celý proces se opakuje až do vyčerpání všech pozic. V případě, že se dialogové okno uložení neotevře, měření ještě neskončilo a program otestuje uložení zase po uplynutí intervalu ukládání.



Obrázek 3.13: Hlavní okno programu „SPECTRA-W“.

„Žíhací XPS“ se měří podobným způsobem s tím rozdílem, že pozice vzorku zůstává po celou dobu měření stejná a cyklicky se střídá žíhání s měřením XPS (ovládají se elektrické vstupy).

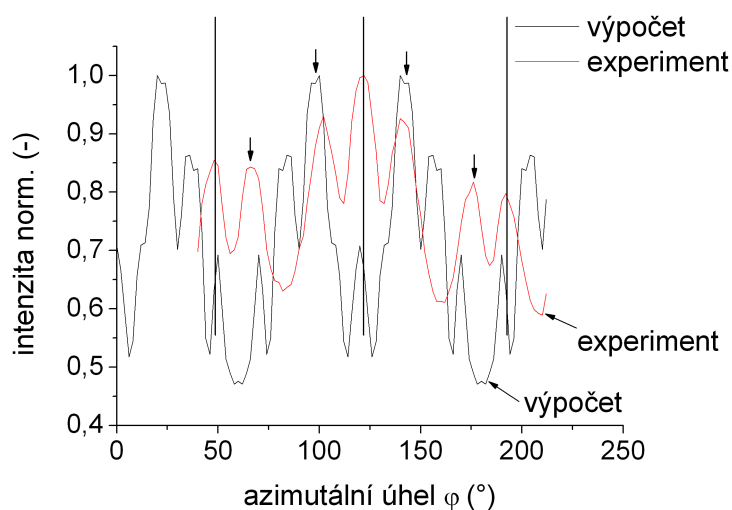
3.2.5 Měření difrakce měděného monokrystalu

V rámci experimentu XPD, provedeného pomocí vytvořeného manipulačního systému, byl zkoumán monokrystal mědi s povrchovou rovinou (111). Tento vzorek ve tvaru mince byl umístěn do žíhací paletky s keramikou PBN (z anglického Pyrolytic Boron Nitride). Čištění vzorku probíhalo podle procedury uvedené v [18]. Po jednodenním „předžíhání“ vzorku na teplotě cca

400 °C se částečně odstranily nečistoty ze vzorku a také z paletky. Poté byl vzorek oprašován argonovými ionty o energii 1000 eV po dobu 2 hodin. Po provedení finálního žhání pro obnovení krystalové struktury (600 °C po dobu jedné hodiny) byla přítomnost krystalové struktury ověřena metodou LEED.

V rámci experimentu XPD se měřily azimutální „skeny“ píku $Cu2p3$ ($E_K = 550$ eV), intenzita byla určována z jeho plochy při použití Shirleyho pozadí. Ověřování spolehlivosti naměřených dat bylo provedeno porovnáním těchto dat s teoretickými získanými softwarem EDAC (z anglického Electron Diffraction in Atomic clusters) [19], užitím volně dostupné internetové verze tohoto programu [20]. Tato verze má však řadu omezujících podmínek výpočtu, jako je např. celkový počet úhlů, ve kterých se určuje intenzita, řád vícenásobného rozptylu a další parametry. Nicméně pro srovnání hlavních píků, které jsou v měřených závislostech je toto srovnání dostačující.

Na obrázku 3.14 je uvedeno srovnání teoretického a experimentálního azimutálního „skenu“. Svislými čarami a šipkami jsou vyznačeny pozice hlavních píků. Kombinace $\theta = 47^\circ$ – teorie a $\theta = 50^\circ$ – experiment, která je zde uvedena, vykazovala opticky lepší shodu než u stejných $\theta = 50^\circ$. To může být způsobeno experimentem – např. chybami v přesnosti paletky nebo manipulátoru, nebo to může být teoretickým výpočtem, který má uvedená omezení. Shoda naměřených křivek není ideální, ale je zřejmé, že pozice hlavních píků si navzájem odpovídají.



Obrázek 3.14: Srovnání teoretického ($\theta = 47$) a experimentálního ($\theta = 50$) azimutálního „skenu“ monokrystalu $Cu(111)$.

4 ZÁVĚR

Nový manipulační systém byl vytvořen v souladu s konfigurací vakuových komor v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně. Manipulátor byl navržen a sestaven kompletně z hlediska mechanického a také elektroniky a řídicího softwaru. Polární a azimutální rotace a z-posuv jsou realizovány motoricky. K ovládání těchto pohonů byla navržena a

zkonstruována elektronická řídicí jednotka, která je schopna ovládat manipulátor bez použití řídicího počítače a zároveň také ošetřuje kolizní stavy na manipulátoru, ke kterým by mohlo docházet.

Vytvořený ovládací program v řídicím počítači umožňuje vykonávat základní úkony, jako je nastavení kterékoli motorizované pozice na žádanou hodnotu, řízení zakládání palet se vzorky, kalibraci a další. Zejména vytvoření předvoleb zakládacích pozic usnadnilo transport vzorků, který je nyní jednodušší a rychlejší. Dále ovládací program slouží pro realizaci automatizovaných měření, jako jsou „žihací XPS“, ARXPS a XPD. V podstatě všechna tato měření mohou být prováděna bez trvalé přítomnosti obsluhy, tedy i přes noc, a vakuová aparatura může být takto efektivněji využita.

Určování hloubkových profilů metodou ARXPS bylo realizováno v prostředí Matlab podle uvedeného algoritmu. Výpočet relativních koncentrací závislých na emisním úhlu (ze zadaného hloubkového profilu) vychází ze vztahů pro útlum fotoelektronů s korekcí elastického rozptylu, jenž má vyhovující přesnost ve srovnání s výsledky obdrženými programem SESSA. Navíc je doba jednoho výpočtu (jednotky ms) dostatečně krátká na to, aby mohly být hloubkové profily hledány v reálném čase minimalizací dvěma metodami – genetickými algoritmy a funkcí „fmincon“.

Jak ukazují testovací výpočty hloubkových profilů na simulovaných datech a také výpočty reálných vzorků, nejvíce se osvědčil dvoufázový výpočet. V první fázi jsou hloubkové profily počítány pomocí genetických algoritmů, kde jsou koncentrace profilu hledány pouze na několika diskrétních hodnotách. Tím je omezen počet možných řešení a tedy je vyšší pravděpodobnost nalezení dobrého řešení za relativně krátký čas. Výpočet genetickými algoritmy navíc startuje z náhodně inicializovaného hloubkového profilu a nalezený optimální profil, který není ovlivněn žádnými počátečními předpoklady, se již zpravidla velmi blíží skutečnému výsledku.

Optimální výsledek inicializuje počáteční hloubkový profil druhé fáze – minimalizaci funkcí „fmincon“, která již hledá profil v oboru reálných čísel za striktního dodržení podmínky celkové sto-procentní koncentrace všech prvků na vrstvě. Tato minimalizace probíhá několikrát při postupně klesající regulační konstantě α , čímž dochází ke zpřesnění a vyhlazení hloubkového profilu zjištěného genetickými algoritmy.

Při výpočtu hloubkových profilů reálného vzorku vycházela rozhraní mezi vrstvami méně ostrá, než tomu bylo u teoretického výpočtu simulovaného vzorku. Ovšem i tak jsou dosažené výsledky velmi dobré.

Postupy výpočtu hloubkových profilů, které byly v této práci uvedeny, se jevily v daných případech jako neoptimálnější. Uživatel pracující s vytvořeným softwarem se jimi samozřejmě řídit nemusí, software mu dává prostor ke zvolení podmínek výpočtu dle vlastního uvážení. Např. může být při výpočtu používána jen jedna z uvedených metod, jiné zastavující kritérium minimalizace, jiná posloupnost α , apod.

Rentgenová fotoelektronová difrakce díky svým vlastnostem rovněž rozšiřuje možnosti analýzy vzorků. Pro přesnou analýzu touto metodou je nutné mít k dispozici vhodný software pro simulaci difrakce fotoelektronů. U prezentovaného experimentu s monokrystalem mědi tomu tak nebylo, což bylo poznat na srovnání azimutální „skenů“, u kterých se shodovaly jen pozice hlavních píků.

LITERATURA

- [1] D. Briggs, J. T. Grant, *Surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy*, IM Publications and Surface Spectra Ltd., Trowbridge, 2003.
- [2] J. F. Watts, J. Wolstenholme, *An Introduction to surface analysis by XPS and AES*, John Wiley & Sons Ltd., Chichester, 2003.
- [3] A. K. Livesey, G. C. Smith, *The determination of depth profiles from angle-dependent XPS using maximum entropy data analysis*, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena 67, 1994, p. 439.
- [4] N. Layadi, V. M. Donnelly, J. T. C. Lee, *Cl₂ plasma etching of Si(100): Nature of the chlorinated surface layer studied by angle-resolved x-ray photoelectron spectroscopy*, Journal of Applied Physics 81, 1997, p. 6738.
- [5] W. S. M. Werner, *Electron transport in solids for quantitative surface analysis*, Surface and Interface Analysis 31, 2001, p. 141.
- [6] Y. U. Idzerda, *X-ray Photoelectron Diffraction*, The Handbook of Surface Imaging and Visualization, CRC Press, 1995.
- [7] P. Kostelník, *Studium struktury povrchů metodou LEED*, Dizertační práce, Brno, 2009, 103 s.
- [8] M. P. Seah, I. S. Gilmore, *Simplified equations for correction parameters for elastic scattering effects in AES and XPS for Q , β and attenuation lengths*, Surface and Interface Analysis 31, 2001, p. 835.
- [9] Z. Chanbi, R. W. Paynter, *On the choice of the regularization parameter for the interpretation of ARXPS data using a multilayer model*, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena 164, 2008, p. 28.
- [10] <http://www.mathworks.com/help/toolbox/optim/ug/fmincon.html>, [cit. 15.8.2010].
- [11] C. B. Lucasius, G. Kateman, *Understanding and using genetic algorithms Part 1. Concepts, properties and context*, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems 19, 1993, p. 1.
- [12] C. B. Lucasius, G. Kateman, *Understanding and using genetic algorithms Part 2. Representation, configuration and hybridization*, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems 25, 1994, p. 99.
- [13] <http://www.mathworks.com/help/toolbox/gads/ga.html>, [cit. 15.8.2010].
- [14] W. Smekal, W. S. M. Werner, C. J. Powell, *Simulation of electron spectra for surface analysis (SESSA): a novel software tool for quantitative Auger-electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy*, Surface and Interface Analysis 37, 2005, p. 1059.
- [15] P. C. Hansen, *The L-curve and its use in the numerical treatment on inverse problems*, <http://citeseer.ist.psu.edu/393521.html>, [cit. 15.7.2010].

- [16] J. Čechal, J. Luksch, K. Koňáková, M. Urbánek, E. Brandejsová, T. Šíkola, *Morphology of cobalt layers on native SiO₂ surfaces at elevated temperatures: Formation of Co islands*, Surface Science 602, 2008, p. 2693.
- [17] <http://www.microchip.com/wwwproducts/Devices.aspx?dDocName=en010296>, [cit. 15.8.2010].
- [18] R. G. Musket, W. McLean, C. A. Colmenares, D. M. Makowiecki, W. J. Siekhaus, *Preparation of atomically clean surfaces of selected elements: a review*, Applications of Surface Science 10, 1982, p. 143.
- [19] F. J. García de Abajo, M. A. Van Hove, C. S. Fadley, *Multiple scattering of electrons in solids and molecules: A cluster-model approach*, Physical Review B, 63, 2001, p. 075404.
- [20] <http://nanophotonics.csic.es/static/software/edac/>, [cit. 3.8.2010].

PUBLIKACE AUTORA

Příspěvky v impaktovaných časopisech

- [I] J. Polčák, J. Čechal, P. Bábor, M. Urbánek, S. Průša, T. Šíkola, *Angle-resolved XPS depth profiling of modeled structures: testing and improvement of the method*, Surface and Interface Analysis 42, 2010, p. 649.
- [II] J. Čechal, T. Matlocha, J. Polčák, M. Kolíbal, O. Tomanec, R. Kalousek, P. Dub, T. Šíkola, *Characterization of oxidized gallium droplets on silicon surface: An ellipsoidal droplet shape model for angle resolved X-ray photoelectron spectroscopy analysis*, Thin Solid Films, 517, 2009, p. 1928.
- [III] J. Čechal, J. Polčák, M. Kolíbal, P. Bábor, T. Šíkola, *Characterization of oxidized gallium droplets on silicon surface: An ellipsoidal Formation of copper islands on a native SiO₂ surface at elevated temperatures*, Applied Surface Science, 256, 2010, p. 3636.

Funkční vzorek

- [IV] J. Polčák, J. Čechal, P. Bábor, T. Šíkola, *Počítačově řízený UHV manipulátor pro automatické měření spekter XPS*, funkční vzorek, 2009.

Grantová činnost

- [V] J. Polčák, *Implementace XPD metody pro měření povrchů a tenkých vrstev*, Grant Fondu vědy FSI VUT Brno, 2006, č. BD1363011.

Příspěvky v ostatních časopisech

- [VI] J. Polčák, P. Bábor, J. Čechal, T. Šíkola, *Manipulátor vzorku pro rentgenovou fotoelektronovou spektroskopii do velmi vysokého vakua*, Jemná mechanika a optika, roč. 54, č. 7–8, 2009, p. 215.
- [VII] J. Čechal, J. Polčák, O. Tomanec, T. Šíkola, *Řízený růst kobaltových ostrůvků na křemíkovém substrátu*, Jemná mechanika a optika, roč. 54, č. 7–8, 2009, p. 222.

Příspěvky na národních a mezinárodních konferencích a seminářích

- [VIII] J. Polčák, J. Čechal, P. Bábor, E. Brandejsová, O. Tomanec, J. Spousta, Z. Bochníček, J. Sobota, T. Šíkola, *Non-destructive depth profiling of ultrathin films by ARXPS and XRR*, Poster presentation at the conference European Conference on Surface Science ECOSS 24, Paris (France), September 2006, Final programme, CLU-Th- P-470, p. 264.
- [IX] J. Polčák, J. Čechal, P. Bábor, M. Urbánek, J. Spousta, L. Dittrichová, D. Škoda, M. Potoček, T. Šíkola, *Growth of Cu/Co layers on Si studied by ARXPS*, Poster presentation at the conference 14th International Conference on Solid Films and Surfaces (ICSFS14), Dublin (Ireland), June/July 2008, Final Programme, Tue-P-26, p. 285.
- [X] J. Polčák, J. Čechal, P. Bábor, M. Urbánek, S. Průša, T. Šíkola, *Angle-resolved XPS depth profiling of modelled structures – a testing and improvement of the method*, Poster presentation at the conference ECASIA09, Antalya (Turkey), October 2009, Final Programme, DPR-P-2, p. 80.
- [XI] J. Polčák, J. Čechal, P. Bábor, M. Urbánek, S. Průša, T. Šíkola, *Growth of Co on silicon dioxide surface studied by angle-resolved XPS*, Poster presentation at the conference European Conference on Surface Science ECOSS 27, Groningen (The Netherlands), August/September 2010, Final Programme, SDG-M0-p017, p. 188.
- [XII] P. Bábor, M. Potoček, M. Urbánek, J. Mach, J. Polčák, J. Spousta, L. Dittrichová, J. Sobota, Z. Bochníček, T. Šíkola, *Depth profiling of 2D nanostructures by DSIMS*, Oral presentation at the conference European Conference on Surface Science ECOSS 24, Paris (France), September 2006, Final programme, CLU-We3-217, p. 91.
- [XIII] P. Bábor, M. Potoček, S. Voborný, J. Polčák, S. Průša, M. Kolíbal, J. Spousta, L. Dittrichová, J. Sobota, Z. Bochníček, R. Roučka, J. Kouvetakis, T. Šíkola, *Depth profiling of Mo/Si multi-nano-layers by DSIMS and HRTEM*, Poster presentation at the conference 17th International Vacuum Congress (IVC-17), Stockholm (Sweden), July 2007, Final Programme, ASSP3-26, p. 137.
- [XIV] J. Čechal, O. Tomanec, D. Škoda, J. Polčák, M. Kolíbal, T. Šíkola, *Guided growth of metallic nanostructures on the native SiO₂ locally modified by focussed ion beam*, Poster presentation at the conference EuroNanoForum 2009, Praha, June 2009, Final Programme, P-140, p. 180.
- [XV] J. Čechal, M. Šimíková, J. Polčák, O. Tomanec, K. Koňáková, D. Škoda, T. Šíkola, *Controlling the morphology of Fe and Co catalysts on SiO₂ surface for carbon nanotubes growth*, Oral presentation at the conference European Conference on Surface Science ECOSS 26, Parma (Italy), July-September 2009, Final Programme, WeA-A-DIF3-268, p. 83.

CURRICULUM VITAE

Josef Polčák

Osobní údaje

Datum a místo narození: 12. října 1979, Zlín
Adresa trvalého bydliště: Zádveřice 359, 763 12 Vizovice
Kontaktní telefon: +420 604 415 344
E-mail: jpolcak@email.cz

Vzdělání

- 2003–dosud Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Doktorské studium oboru Fyzikální a materiálové inženýrství – kombinovaná forma. Téma dizertační práce: Analýza povrchů pevných látek pomocí fotoelektronů – počítačové řízení experimentů.
- 1998–2003 Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Magisterské studium oboru Kybernetika, automatizace a měření. Téma diplomové práce: Vývojový systém pro průmyslové sběrnice.
- 1994–1998 Střední průmyslová škola Zlín. Obor: Slaboproudá elektrotechnika (čtyřleté studium zakončené maturitou).

Zaměstnání

- 07/2008–dosud Akademický pracovník (asistent) na VUT v Brně, Fakultě strojního inženýrství. Vědeckovýzkumná činnost: Studium ultratenkých vrstev metodou ARXPS, vývoj software pro počítačové řízení experimentů.
- 2005–06/2008 Technický pracovník na VUT v Brně, Fakultě strojního inženýrství. Popis pracovní činnosti : Použití zařízení pro výzkum nanostruktur, aplikace ex situ a in situ monitorování vlastností povrchů a tenkých vrstev.

Zahraniční stáže

- 2004 Odborná šesti měsíční stáž: University of Salford, Greater Manchester, UK.

Josef Polčák

SUMMARY

Doctoral thesis is dealing with the methods for analysis of surfaces by photoelectrons being emitted by X-ray radiation. The methods are: X-ray Photoelectron Spectroscopy – XPS, Angle-resolved XPS – ARXPS and X-ray Photoelectron Diffraction – XPD. The work is especially focused on a method of ARXPS, which is used for the depth compositional analysis of sample surfaces. To obtain an information about the depth composition from the measured ARXPS spectra, a calculation software in the Matlab environment has been developed. The software has been tested both for simulated and real sample data. For an experimental implementation of these methods, a complete manipulation system has been developed. It ensures the transport of samples inside a vacuum apparatus and the experiment itself. The system is controlled mainly by a software and enables to run the experiments automatically.