

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

ÚSTAV FYZIKÁLNÍ A SPOTŘEBNÍ CHEMIE

FACULTY OF CHEMISTRY

INSTITUTE OF PHYSICAL AND APPLIED CHEMISTRY

STUDIUM TLOUŠŤKY TENKÝCH VRSTEV ORGANICKÝCH
MATERIÁLŮ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

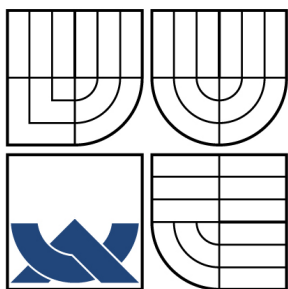
DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE

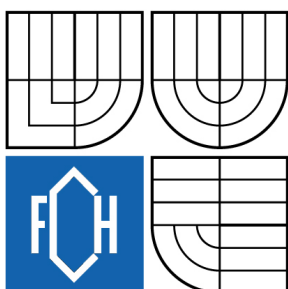
AUTHOR

LUCIE HEGEROVÁ

BRNO 2008



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍ A SPOTŘEBNÍ CHEMIE
FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF PHYSICAL AND APPLIED CHEMISTRY

STUDIUM TLOUŠTKY TENKÝCH VRSTEV ORGANICKÝCH MATERIÁLŮ

STUDY OF THIN FILM ORGANIC MATERIALS THICKNESS

DIPLOMOVÁ PRÁCE
DIPLOMA THESIS

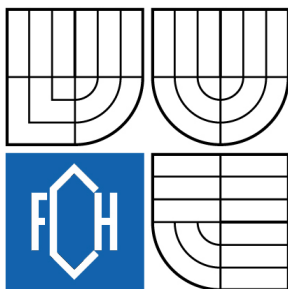
AUTOR PRÁCE
AUTHOR

LUCIE HEGEROVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. Ing. OLDŘICH ZMEŠKAL, CSc.

BRNO 2008



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání diplomové práce

Číslo diplomové práce

FCH-DIP0123/2007

Akademický rok: **2007/2008**

Ústav

Ústav fyzikální a spotřební chemie

Student(ka)

Hegerová Lucie

Studijní program

Spotřební chemie (M2806)

Studijní obor

Spotřební chemie (2806T002)

Vedoucí diplomové práce

prof. Ing. Oldřich Zmeškal, CSc.

Konzultanti diplomové práce

Název diplomové práce:

Studium tloušťky tenkých vrstev organických materiálů

Zadání diplomové práce:

1. Provedte rešerši na téma příprava tenkých vrstev metodou rotačního nanášení a inkoustového tisku a na téma měření tloušťek tenkých vrstev
2. Charakterizujte optické vlastnosti tenkých vrstev připravených uvedenými metodami a pomocí optických metod (z indexu lomu a pomocí interferenčního mikroskopu) určete jejich tloušťky
3. Provedte srovnání tloušťek získaných z výsledků obou metod. Pomocí metod obrazové analýzy charakterizujte kvalitu a homogenitu vrstev
4. Výsledky zpracujte do diplomové práce

Termín odevzdání diplomové práce: 16.5.2008

Diplomová práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu diplomové práce. Toto zadání je přílohou diplomové práce.

Lucie Hegerová
student(ka)

prof. Ing. Oldřich Zmeškal, CSc.
Vedoucí práce

Ředitel ústavu

V Brně, dne 1.9.2007

doc. Ing. Jaromír Havlica, CSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá stanovením tloušťky a indexu lomu tenkých vrstev organických filmů s použitím obrazové analýzy. V teoretické části jsou popsány principy metod, které jsou používány k přípravě tenkých vrstev (rotační nanášení, inkoustový tisk, vakuové napařování), vlastnosti tenkých vrstev, způsoby zjišťování tloušťky a indexu lomu látek (metody váhové, metody elektrické, metoda založená na měření koeficientu absorpce světla, interferenční mikroskopie, elipsometrie) a také obrazová analýza (harmonická a waveletová analýza)

Pro stanovení tloušťky a indexu lomu byl použit interferenční mikroskop Epival – Interpako (Carl Zeiss Jena) v kombinaci s digitálním fotoaparátem Nikon Coolpix 5400 a počítačem. Byly určeny tloušťky vrstev z interferenčních obrazců hran a rýh a to jak ze strany kovového kontaktu tak i ze strany podložního sklíčka. Ze získaných hodnot byly určovány indexy lomu tenkých vrstev. V závěru práce jsou diskutovány výsledky interferenčních obrazců fotografovaných po celé délce hliníkového kontaktu určeném pro měření elektrických vlastností struktur s DPP. Výsledkem jsou pak tloušťky jednotlivých vrstev struktury (indexy lomu).

ABSTRACT

The diploma thesis deals with the determination of thickness and refractive index of thin organic films using image analysis. In the theoretical part there are described principles of the methods, which are used to prepare the films (spin coating, inkjet printing, vapour deposition), the characteristics of thin films, ways of finding out the thickness and refractive index of substances (weight methods, electric methods, method based on measurement of absorption coefficient of light, interference microscopy, ellipsometry) and also image analysis (harmonic and wavelet analysis).

Interference microscope Epival - Interpako (Carl Zeiss Jena), digital camera Nikon Coolpix 5400 and computer were used for the determination of thickness and refractive index. The thicknesses of layers were set on the basis of interference images of edges and grooves – both from the side of the metal contact and the side of underlying glass. The refractive indices of thin layers were then set using the recorded figures. In the final part of the thesis there are discussed the results of interference images photographed along the full length of the aluminium contact which are used for measuring electrical characteristics of DPP structures. The produces are thicknesses and refractive indices of individual layers.

KLÍČOVÁ SLOVA

tenké vrstvy, interferenční mikroskopie, obrazová analýza, index lomu, tloušťka vrstev, vlastnosti tenkých vrstev, spin coating, vakuové napařování, inkoustový tisk, elipsometrie

KEYWORDS

thin layers, interference microscopy, image analysis, refractive index, thickness of the layer, the characteristics of thin films, spin coating, vapour deposition, inkjet printing, ellipsometry

HEGEROVÁ, L.: *Studium tloušťky tenkých vrstev organických materiálů*. Brno, 2008 46 s.
Diplomová práce na Fakultě chemické Vysokého učení technického v Brně, Ústav Fyzikální a
spotřební chemie. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Oldřich Zmeškal, CSc.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární
zdroje jsem správně a úplně citovala. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem
Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem
vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

*Děkuji panu prof. Ing. Oldřichovi Zmeškalovi, CSc.
za jeho pomoc při řešení zadaného úkolu, za jeho
cenné rady a čas, který věnoval konzultacím.*

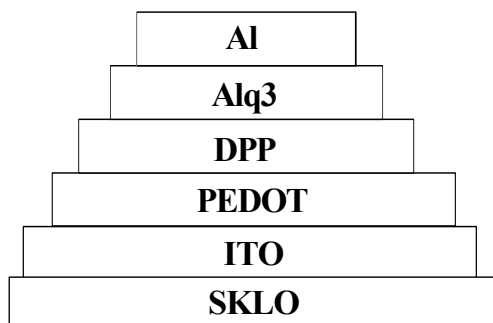
OBSAH

1 ÚVOD	7
2 TEORIE	8
2.1 METODY PŘÍPRAVY TENKÝCH VRSTEV	8
2.1.1 Spin coating (rotační nanášení)	8
2.1.2 Inkoustový tisk	9
2.1.3 Vakuové napařování	10
2.2 VLASTNOSTI TENKÝCH VRSTEV	11
2.2.1 Obecné vlastnosti tenkých vrstev	11
2.2.2 Vlastnosti materiálů ITO, PEDOT, DPP, Alq3	12
2.3 METODY URČENÍ TLOUŠTKY VRSTEV A INDEXU LOMU	13
2.3.1 Obecný přehled používaných metod	13
2.3.2 Metody váhové	13
2.3.2.1 Měření pomocí mikrováh	13
2.3.2.2 Metoda používající kmitající křemenný krystal	14
2.3.3 Metody elektrické	15
2.3.3.1 Měření elektrického odporu	15
2.3.3.2 Měření kapacity	16
2.3.3.3 Měření změny kvality cívky	16
2.3.4 Metoda založená na měření koeficientu absorpce světla	16
2.3.5 Interferenční mikroskopie	16
2.3.5.1 Interference světla	17
2.3.5.2 Typy interferenčních mikroskopů	20
2.3.5.3 Metody měření	22
2.3.6 Elipsometrie	24
2.3.6.1 Elipticky polarizovaná vlna, elipsometrické parametry	24
2.3.6.2 Princip metody s použitím elipsometru s rotujícím analyzátozem a využitím odrazu světla	24
2.3.6.3 Určení indexu lomu a tloušťky vrstvy	26
2.4 ZPRACOVÁNÍ DAT	26
2.4.1 Obrazová analýza	26
2.4.1.1 Periodické transformace	27
2.4.1.2 Waveletové transformace	28
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	29
3.1 PŘÍPRAVA VRSTEV V LABORATOŘI	29
3.1.1 Úprava substrátu sklo + ITO vrstva	29
3.1.2 Příprava vrstvy PEDOT	29
3.1.3 Návod na přípravu Cu-drátů a jejich aplikaci na „ITO“ sklička	29
3.1.3.1 Příprava Cu-drátů	29
3.1.3.2 Úprava ITO skla před aplikací Cu drátů	30
3.1.3.3 Aplikace Cu drátů na ITO sklička	30
3.2 MĚŘICÍ APARATURA, ZÁZNAM OBRÁZKŮ	31
3.2.1 Podmínky fotografování	31
3.2.2 Technické parametry fotoaparátu Nikon CoolPix 5400	31
3.2.3 Princip měření	32
3.3 ANALÝZA POMOCÍ PROGRAMU HARFA	33
3.4 VÝSLEDKY	35
3.4.1 Interference na hraně	35

3.4.2 Interference na rýze	37
3.5 VÝSLEDKY	39
3.5.1 Určení tloušťky vrstvy ITO – výsledky analýzy	41
3.5.2 Určení tloušťky vrstvy DPP – výsledky analýzy	41
4 ZÁVĚR.....	44
5 LITERATURA	45

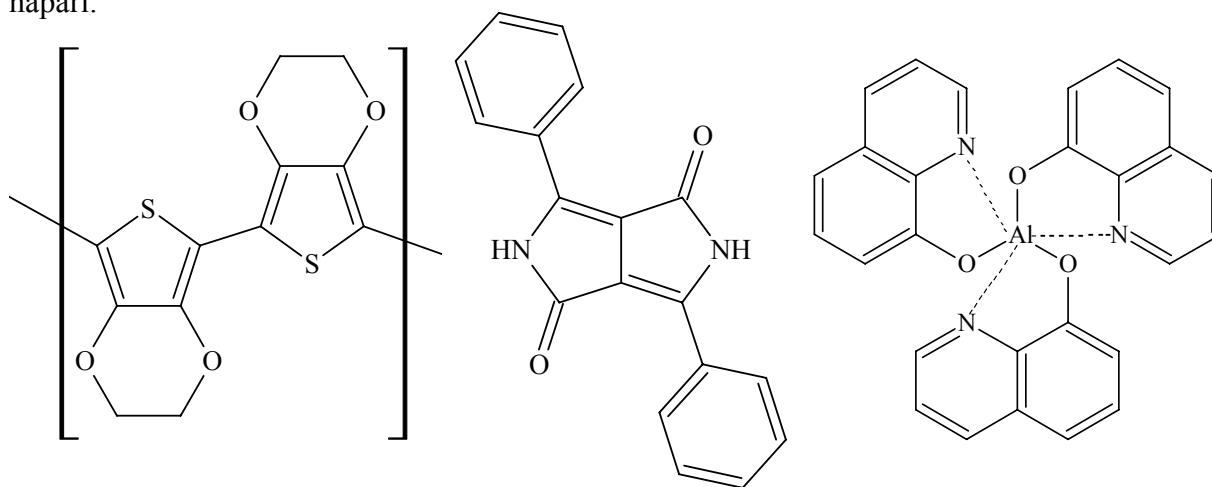
1 ÚVOD

V souvislosti s vývojem nových organických materiálů vhodných pro optoelektronické aplikace (fotočlánky, LED diody) se také hledají nové techniky jejich výroby. Jako perspektivní cesta příprav tenkých filmů se zdá být použití tiskových metod (Inkjetu), případně jejich kombinace s jinými technologickými procesy. Struktury připravované pro elektronické aplikace se skládají z více vrstev. Příklad takové struktury je vidět na následujícím obrázku (*Obr. 1*):



Obr. 1: Příklad struktury vhodné pro elektronické aplikace

Postup výroby: Nejprve je na sklo nanесena vrstva tenkého vodivého filmu ITO (indium tin oxide). Další dva filmy PEDOT (poly(3,4-ethyldioxythiophén) a polovodič DPP (diketopyrolopyrol), používaný jako aktivní fotovodivý element, lze připravit např. pomocí inkjektového tisku. Film Alq3 (tris)8-hydroxychinolin) a hliníková elektroda se pak vakuově napaří.



Obr. 2: Strukturní vzorce použitých látek: PEDOT, příklad DPP, Alq3

Funkčnost takto připravených struktur závisí na kvalitě jednotlivých vrstev zejména na homogenitě jejich tloušťky, vzájemné adhezi a na časové a mechanické stabilitě [1].

2 TEORIE

2.1 Metody přípravy tenkých vrstev

2.1.1 Spin coating (rotační nanášení)

Technika spin coatingu (SC) je vhodná pro nanášení tenkých vrstev ze solu. Byla vyvinuta pro skla pro mikroelektroniku nebo pro skla s rotační symetrií, např. optické čočky. Běžně se používá v mikroelektronice k nanášení fotorezistů (polymerů pro přípravu leptacích masek) na různé substráty.

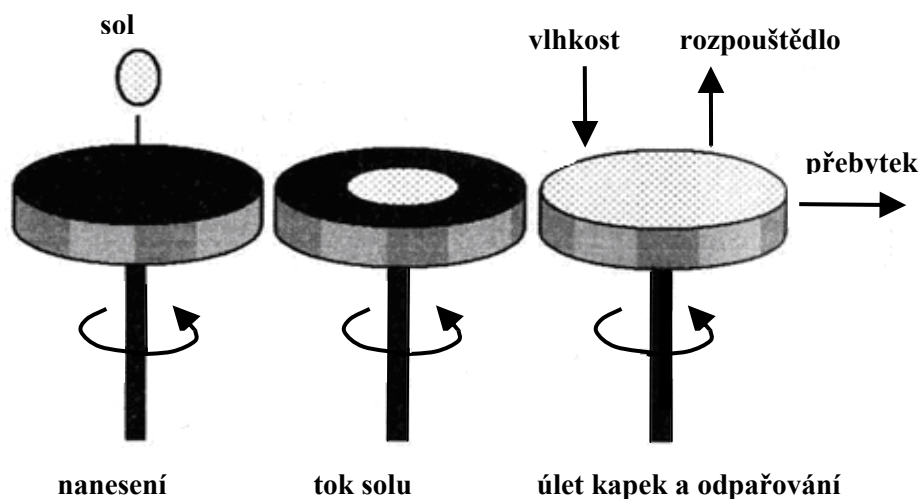
Typické pro tuto metodu je nakapání solu do středu substrátu a následné roztočení substrátu vysokou rychlostí (typicky kolem 3 000 otáček za minutu) kolem vlastní osy, která je kolmá na nanášenou plochu. Dostředivé zrychlení zapříčiní, že se sol rozptýlí k okraji substrátu a zanechá za sebou tenkou vrstvu. Vlastnosti výsledné vrstvy závisí především na vlastnostech solu (viskozitě, rychlosti usychání, množství pevných částic, povrchovém napětí, atd.) a parametrech zvolených pro manipulaci se substrátem (zrychlení, konečná rychlost otáčení, odvod výparů, atd.).

Jedním z nejdůležitějších faktorů spin-coatingu je opakovatelnost. Malá změna parametrů procesu může totiž vyvolat dramatické změny vlastností vrstvy.

Typický proces spin-coatingu se skládá ze 3 kroků (Obr. 3):

- a) nalévání solu, může být statické nebo dynamické,
- b) otáčení, rozptýlení do tenké vrstvy,
- c) vysoušení, odpařování rozpouštědel,

Výhodou této techniky je rovnoměrná tloušťka vrstvy, nevýhodou je možnost použití pouze na relativně malé plochy. Tloušťka výsledné vrstvy se pohybuje od 15 do 300 nm a je omezena vznikem velkého napětí vlivem smršťování při tepelném zpracování. Pokud toto omezení není, lze připravit vrstvy o tloušťce až několik desítek mikrometrů.



Obr. 3: Rotační nanášení [2]

V praxi je používána rovnice, která popisuje tloušťku vrstvy h v závislosti na úhlové rychlosti ω :

$$h = A \cdot \omega^{-\beta} . \quad (1)$$

Konstanty A a β jsou stanovovány empiricky a hodnota konstanty β se pohybuje v rozmezí hodnot od 0,4 do 0,7 [2, 3].

2.1.2 Inkoustový tisk

Jednou z perspektivních cest přípravy tenkých vrstev se ukázala být metoda inkoustového tisku a to z mnoha důvodů. V první řadě se jedná o to, že umožňuje nanášení kapiček o velikostech od 2 do 12 pl na různé povrchy – plast, kov, sklo atd. s vysokou přesností. Dalšími výhodami jsou možnost kontroly množství nanášeného materiálu a díky bezkontaktnímu přenosu kapek z tiskové hlavy i tisk na na dotyk citlivé substráty.

Inkoustový tisk může být využit jak pro přípravu vrstev anorganických tak i organických. Vrstev z anorganických látek se ovšem tiskne méně a to především kvůli obtížím, které nastávají při přípravách vhodných prekurzorů.

Pro tisk vrstev se používá technologie **Drop of demand**, u které jsou jednotlivé kapky vypuzovány z tiskové hlavy pouze tehdy, mají-li "dopadnout" na potiskované médium. Existují 2 základní způsoby přenosu kapek na substrát a to piezoelektrický a termální.

Piezoelektrický inkoustový tisk – součástí tiskové hlavy je piezoelektrický krystal, který díky přivedenému proudu změni svou velikost, tím se zmenší prostor pro kapalinu v trysce, zvětší se tlak a dojde k vypuzení kapky

Termální inkoustový tisk - rychlým ohřevem vznikne v prostoru trysky přetlak, který způsobí vystřelení kapky.

V případě, že roztok prekurzoru je vodorozpustný, je výhodnější použít termální tisk, v případě že existují obavy z možného poškození použitých organických molekul vlivem vysokého tepla v trysce, je naopak výhodnější tisk piezoelektrický.

Příklady tisku tenkých vrstev:

Tisk oxidů titaničitých

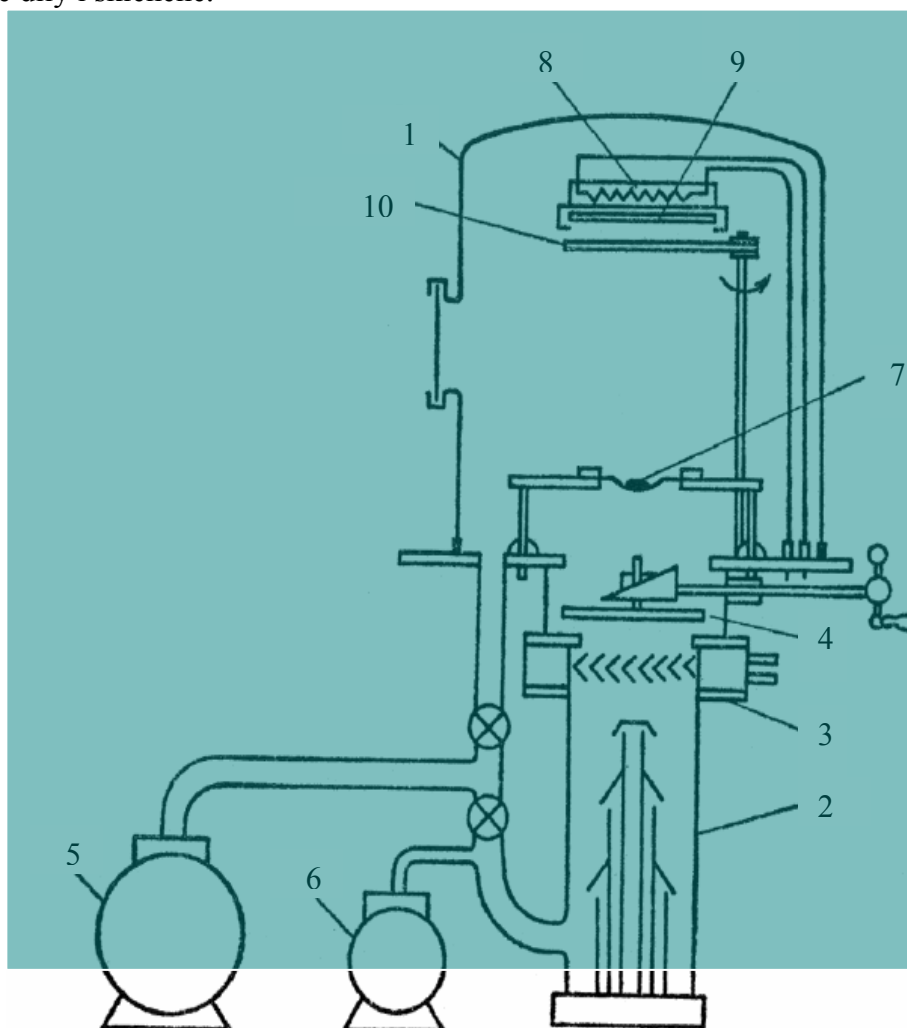
- na začátku práce se TTIP (tetraisopropoxide) přidává po kapkách do roztoku etanolu a kyseliny chlorovodíkové
- do vzniklé směsi přidá se voda a PEG (polyethylenglycol)
- takto připravený sol je již určen pro tisk [28].

Tisk PEDOT:PSS na sklo pokryté vrstvou ITO

- PEDOT:PSS – poly(3,4-ethylene dioxythiophene):polystyren sulfonic acid) se nejprve v destilované vodě
- získaná disperze se zfiltruje
- přidá se polyoxyethylene- (20)- sorbitan monooleát, který upraví povrchové napětí tak, aby bylo vhodné pro následný termální tisk [29].

2.1.3 Vakuové napařování

Aparatura pro vakuové napařování (Obr. 4) bývá kovová, laboratorní zařízení mívají některé díly i skleněné.



Obr. 4: Schematické uspořádání vakuové napařovací aparatury

1 – recipient, 2 – olejová difúzní vývěva, 3 – lapač olejových par, 5,6 – rotační vývěvy, 7 – výparník, 8 – držák podložek, 9 – podložka, 10 – clona

Technologie je založena na odpařování nanášeného materiálu z výparníku, který je zahříván průchodem elektrického proudu (případně laserem) na teplotu tání nebo sublimace zdrojového materiálu. Teplota ohřevu obvykle bývá v rozmezí 300 – 400 °C a je jí třeba regulovat tak, aby nepřesáhla teplotu dekompozice daného materiálu.

Na stranu protilehlou vypařovacímu zdroji je v recipientu (vakuová nádoba) umístěn substrát, na který bude film deponován. Držák obvykle umožňuje temperování substrátu na zvolenou teplotu a také jeho rotaci zvyšující homogenitu rostoucí vrstvy. Mezi vypařovacím zdrojem a substrátem se nacházejí dálkově ovládané clony umožňující regulovat začátek a konec depozice, případně přepínat mezi několika napařovacími zdroji či substráty.

Před započítím vakuové depozice je komora recipientu vyčerpána (pomocí soustavy rotačních a difúzních vývěv) na úroveň vysokého vakua (10^{-4} – 10^{-6} Pa). Při „horším“ vakuu se zmenší střední volná dráha a vlivem srážek se zbytkovým plynem se zmenšuje počet částic, které mohou dopadnout na podložku.

Po evakuaci systému je zapojeno vyhřívání napařovacího zdroje, jsou odsunuty clony a páry deponovaného materiálu kondenzují na substrátu. V případě chemisorpce může docházet k vytváření chemických vazeb mezi podložkou a deponovanou substancí. Tloušťka rostoucího filmu je monitorována krystalovým monitorem. Jeho princip je založen na změně frekvence vlastních kmitů křemíkového monokrystalu v důsledku přítomnosti dodatečné hmoty na jeho povrchu. Monitor se skládá ze dvou částí – vlastní sondy umístěné v recipientu vakuového systému a vyhodnocovací elektronické jednotky. Podmínkou určení správné tloušťky filmu je zadání přesné hustoty rostoucího materiálu.

Důležitým parametrem vakuové depozice je rychlost růstu filmu. Pro dosažení vysoké homogenity filmu (případně dokonalosti krystalické struktury) jsou obvykle voleny nízké depoziční rychlosti (0,01 – 1 nm/s).

Výhodou této techniky je poměrně snadné vytváření povlaků, není třeba speciální atmosféry. Mezi nevýhody patří, tak jako pro všechny vakuové aparatury, nákladnost zařízení a poměrně dlouhé doby na uskutečnění celého procesu, ale také omezená plocha pro vytvoření vrstvy a možnost vytváření stínů při maskování.

2.2 Vlastnosti tenkých vrstev

2.2.1 Obecné vlastnosti tenkých vrstev

Vlastnosti tenkých vrstev jsou významnou měrou ovlivňovány jejich tloušťkou, která se pohybuje od jednotek nanometrů až do desítek mikrometrů. Vrstvy se připravují z materiálů vodičů, polovodičů i nevodivých na různých podložkách a používají se ve funkci vodičů, dielektrik, izolantů, supravodičů, polovodičů, ale také jako vrstvy optické, magnetické, dekorativní atd. Rozsah technologií jejich přípravy zahrnuje technologie chemické, elektrochemické, vakuové, plasmatické a další.

Tenké vrstvy mají s ohledem na svou strukturu řadu vlastností odlišných od vlastností základního materiálu. Z mechanických vlastností jsou u nich sledovány zejména tyto:

– **adheze** – adhezní vlastnosti vrstev jsou dány zejména počátečními poměry při růstu vrstev. Obecně platí, že vrstvy, které vytváří s podložkou chemické vazby (chemisorpce) mají vyšší adhezi než ty, které jsou na povrch navázány pouze fyzikálními vazbami (absorpce). Pro zvýšení adheze vrstev k podložce se často používá postup, kdy je nejprve nanesen na podložku ve velmi tenké vrstvě materiál s dobrou adhezí a na něj je pak nanesen funkční materiál, jehož adheze k podložce je horší.

– **vnitřní napětí** – je vyvoláno zejména rozdílností teplotních koeficientů vrstvy a podložky a tím, že vrstva bývá často deponována za vyšší teploty nanášeného materiálu. Toto napětí se dá částečně odstranit vyžeháním vrstvy po jejím nanesení.

– **tvrdost a pevnost**

– **elektrická vodivost** – je dána tloušťkou vrstvy a mechanismy vodivosti, které se ve vrstvě uplatňují (fonon-elektronová interakce, tunelování, transport termiionickou emisí, transport Schottkyho emisí...)

– **dielektrické vlastnosti** – jsou dány především dielektrickou konstantou vrstev a dielektrickými ztrátami. Často jsou sledovány i teplotní a frekvenční relaxace vrstev.

– **supravodivost a ferromagnetické vlastnosti** [5].

Z dalších vlastností jsou to pak:

- **průhlednost** – týká se především dielektrických vrstev. Snížená průhlednost může být způsobena rozptylem nebo absorpcí světla.

- **index lomu** – závisí na druhu materiálu, krystalické struktuře vrstvy, složení vrstvy a na rozměru, velikosti a množství absorbovaných vodních par.

- **homogenita**

- **relativní hustota** – je dána podílem hustoty vrstvy a hustoty masivního materiálu stejného chemického složení. Relativní hustota menší než jedna může být způsobena zanesením molekul plynů do vrstvy, naopak vyšší relativní hustoty lze dosáhnout zvýšením teploty podložky v průběhu napařování nebo dodatečným ohřevem v peci.

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

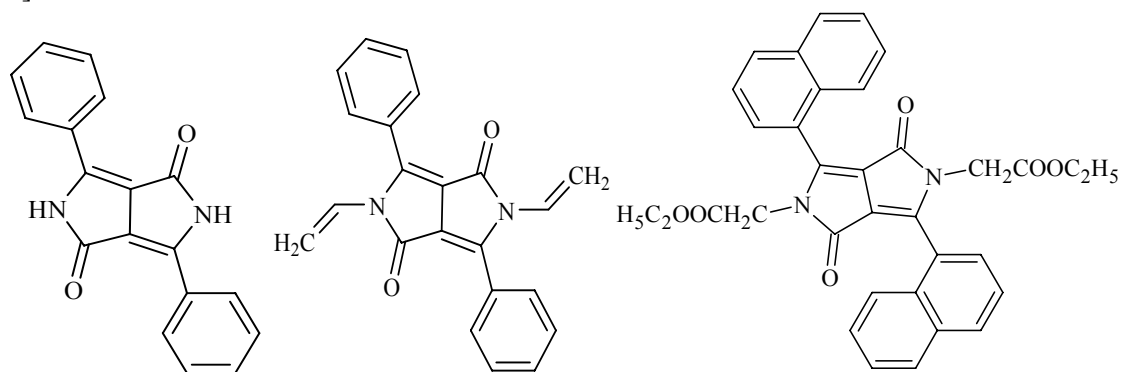
- a **stabilita vlastností v prostředí**, která zahrnuje např. odolnost vůči intenzivnímu elektromagnetickému záření, dlouhodobému působení UV nebo viditelného záření a teplotě [6].

2.2.2 Vlastnosti materiálů ITO, PEDOT, DPP, Alq3

ITO – směsný oxid indium (In_2O_3) a cín (SnO_2). Vrstvy ITO jsou transparentní, chemicky velmi stabilní, mechanicky odolné s dobrou adhezí ke sklu. Patří mezi polovodiče typu N. Při depozici na nezahříváné substráty (asi $T_s < 370 \text{ K}$) vzniká amorfni vrstva s nízkým stupněm uspořádání na krátkou vzdálenost. Při depozici na zahřáté substráty ($T_s = 570 - 670 \text{ K}$) vzniká polykrystalická vrstva. ITO je používán pro vytváření transparentních vodivých potahů pro LCD displeje, ploché panelové a plasmové displeje, dotykové panely, solární články, antistatické nátěry a v OLED diodách je používán jako anoda [7, 8].

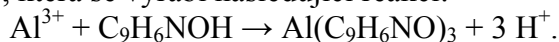
PEDOT – vodivý polymer s nízkým redoxním potenciálem. Je opticky transparentní, velmi stabilní a jeho velkou nevýhodou je špatná rozpustnost [9].

DPP – skupina derivátů diketopyrrolopyrolu (*Obr. 5*) s vysokým bodem tání a nízkou molekulovou hmotností. Jsou nerozpustné v běžných rozpouštědlech. Absorbují ve viditelné oblasti světla, jsou schopny luminiscence. Patří mezi polovodiče a používají se především jako součást optoelektronických součástek, solárních článků a elektroluminiscenčních diod [10].



Obr. 5: Příklady struktur DPP označovaných jako U04, U09 a U23 [11]

Alq3 – chemická sloučenina sumárního vzorce $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_3$, molekulovou hmotností 459,53 a teplotou tání $> 300\text{ }^\circ\text{C}$. Je nerozpustná ve vodě. Jedná se o komplexní sloučeninu, kde atom hliníku je vázán koordinační vazbou s 8 hydroxychinolinovými ligandy. Existuje několik isomerů této látky, která se vyrábí následující reakcí:



Používá se jako součást OLED diod [12].

2.3 Metody určení tloušťky vrstev a indexu lomu

2.3.1 Obecný přehled používaných metod

Pro zjištění tloušťky tenké vrstvy existuje celá řada metod. Jsou to:

- a) metody založené na přírůstku hmotnosti
 - mikrováhy,
 - rozladění krystalového oscilátoru.
- b) metody založené na změně elektrických veličin
 - elektrického odporu,
 - kapacity,
 - jakosti cívky (měří se tlumení a rozladění rezonančního obvodu),
 - metody ionizační.
- c) optické metody
 - měření absorpce světla,
 - interferenční metody,
 - elipsometrie.
- d) další metody
 - rentgenová fluorescenční analýza,
 - zpětný rozptyl záření β .

Ke zkoumání indexů lomu jsou vhodné metody následující:

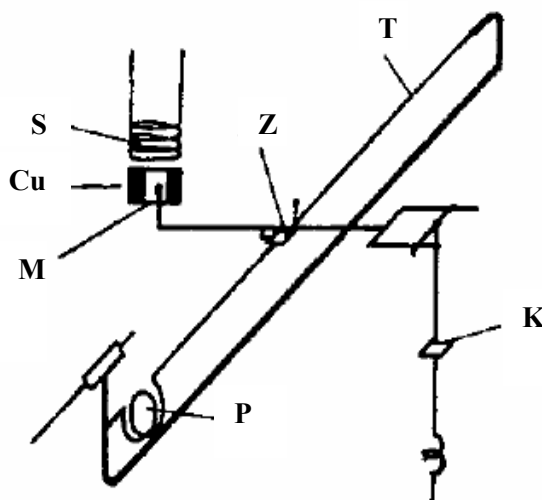
- interferenční mikroskopie,
- elipsometrie,
- proměřování spektrálních charakteristik apod.

2.3.2 Metody váhové

2.3.2.1 Měření pomocí mikrováh

Tato metoda je založena na přímém určení hmotnosti vrstvy, která je napařena na nějakou podložku. Používané mikrováhy by měly být citlivé, mechanicky pevné, odplynitelné při vyšší teplotě a měly by mít aperiodické tlumení.

Princip určení tloušťky tenké vrstvy pomocí Mayerovy torzní mikrováhy (*Obr. 6*):



Obr. 6: Schéma Mayerovy torzní mikrováhy

T – torzní vlákno, Z – zrcadlo, S – solenoid, Cu – měděný váleček, M – magnet, P – pružina, K – kalibrační zařízení [20]

Mayerova torzní mikrováha se skládá z vahadla tvořeného křemennou tyčinkou, které má na jedné straně podložku – na ni se napařuje a na straně druhé magnet. Ten je umístěn pod cívkou a je obklopen měděným válečkem. Po vidlici se na břitu posunuje jezdec, který slouží k nastavení těžiště a ke kalibraci. Dále je zde křemenný rámeček na kterém je pomocí křemenné spirály zavěšeno křemenné torzní vlákno. Poloha tohoto vlákna se dá určit pomocí zrcátka umístěného na vahadle. Po napaření tenké vrstvy dojde k posunu magnetu do blízkosti solenoidu a indukuje se elektrický proud.

Měřením se získá hmotnost vrstvy m připadající na plochu S . Pro hledanou tloušťku vrstvy pak platí následující vztah

$$t = \frac{m}{S\rho}, \quad (2)$$

kde ρ měrná hmotnost dané látky (za tuto veličinu se obvykle bere měrná hmotnost kompaktního materiálu, takže vypočítaná tloušťka t je pak menší než tloušťka skutečná).

2.3.2.2 Metoda používající kmitající křemenný krystal

Vrstva se napařuje na jednu elektrodu křemenného výbrusu (přesně vybroušená destička z krystalu křemene opatřeného na protilehlých stranách elektrodami), který je zapojen do oscilačního obvodu. Krystal má při tloušťce t určitou vlastní frekvenci kmitů

$$t = \frac{v_p}{2t} = \frac{N}{t}, \quad (3)$$

kde v_p je rychlost příčných elastických vln ve směru tloušťky vrstvy výbrusu t a N je frekvenční konstanta. V případě tzv. AT řezu (Obr. 7) je $N = 1670 \text{ kHz mm}$.

Po napaření vrstvy o hmotnosti dm na krystal se změní tloušťka o

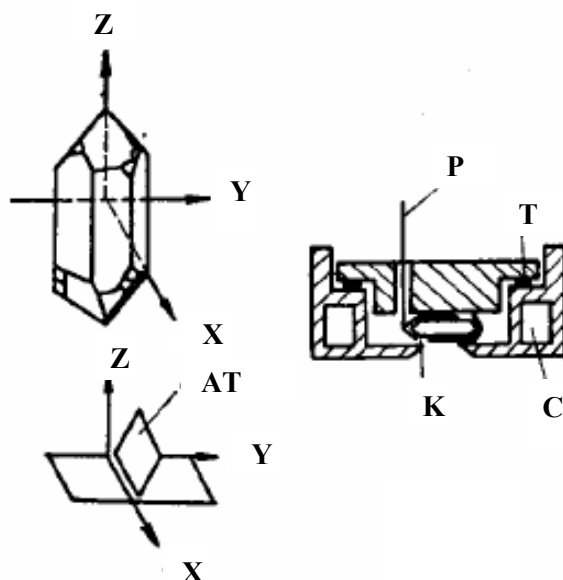
$$dt = \frac{1}{\rho_k S} dm, \quad (4)$$

kde ρ_k je hustota křemene a S plocha vrstvy.

Frekvence se tedy změní o

$$df = -\frac{f^2}{N\rho_k} \frac{dm}{S}. \quad (5)$$

Změna frekvence krystalu se měří obvykle tak, že se směšuje s frekvencí porovnávací a měřičem se určí jejich rozdíl.



Obr. 7: Orientace řezu AT v krystalu křemene a držák krystalu
P – průchodka, T – těsnění, K – krystal, C – chlazení [20]

Citlivost krystalového oscilátoru je obvykle $10^{-9} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}$. Důležitou roli při měření hraje teplota krystalu, což může vést k chybám. Aby se zmenšilo ohřívání krystalu vlivem tepelného záření zdroje nebo teplem uvolněným při kondenzaci, připevňuje se krystal na podložku chlazenou vodou před kterou je navíc clonka, která upravuje velikost plochy na kterou dopadá světlo.

Pomocí automatické clony lze zařídit, aby naparování končilo přesně při určité frekvenci tj. při dané tloušťce vrstvy [20].

2.3.3 Metody elektrické

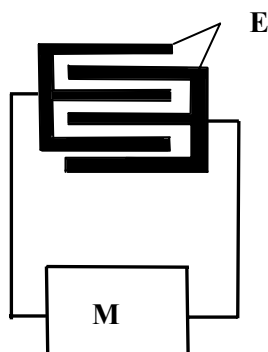
2.3.3.1 Měření elektrického odporu

Měření elektrického odporu probíhá většinou tak, že se měřená vrstva (mezi dvěma kontaktními pásky) zapojí jako jedno rameno Wheatstonova můstku. Tento můstek lze vyrovnávat automaticky a hodnoty proměnného odporu mohou být úměrné neznámému odporu vrstvy. Přesnost této metody je limitována vztahem mezi tloušťkou a odporem, kdy odpor roste rychleji než by vyplývalo z jednoduchých teoretických úvah – je to způsobeno např. rozptylem na hranicích vrstvy, tím, že struktury nejsou kompaktní případně absorpcí a adsorpcí zbytkových plynů.

2.3.3.2 Měření kapacity

U této metody máme dvě možnosti:

1. změnu kapacity měříme po napaření vrstvy na systém elektrod (Obr. 8),



Obr. 8: Kapacitní měření tloušťky vrstvy

E – elektrody, M – kapacitní můstek

2. tenkou vrstvu dielektrika na vodivé podložce pokryjeme další vrstvou kovu a měří se kapacita takto vzniklého kondenzátoru. Metodu lze použít až v případě hotové vrstvy.

2.3.3.3 Měření změny kvality cívky

Princip:

Pokud umístíme tenkou kovovou vrstvu o tloušťce t do vzdálenosti h od cívky o poloměru r , kterou protéká střídavý proud, dojde ke ztrátě části energie a to díky buzení vířivých proudů v cívce. Tím se mění rezonanční frekvence a kvalita cívky.

Měření lze provést dvěma způsoby:

1. indikační cívka je součástí můstku a při porušení rovnováhy vyvolané interakcí s vrstvou dojde k rozladění můstku a ke vzniku proudu v jeho diagonále, který pak můžeme změřit. Toto měření ale nelze použít v případě vysokých frekvencí.
2. cívka se zapojí jako součást rezonančního obvodu a měří se jeho tlumení a rozladění.

Popsaná metoda je nedestruktivní a lze ji použít k řízení napařovacího procesu [20].

2.3.4 Metoda založená na měření koeficientu absorpce světla

Princip:

Jestliže světlo ze zdroje o intenzitě I_0 projde tenkou vrstvou látky, která toto světlo absorbuje, zeslabí se jeho intenzita na hodnotu I , kterou můžeme měřit např. vhodným fotočlánkem. Platí:

$$I = I_0(1 - R)^2 \exp(-\alpha t), \quad (6)$$

kde t je tloušťka vrstvy, α její koeficient absorpce a R je odrazivost rozhraní vzduch – vrstva.

Tato metoda se používá zejména při napařování kovů. Lze ji využít i k řízení a měření rychlosti napařování [20].

2.3.5 Interferenční mikroskopie

Interferenční mikroskopické metody se používají ke zvýšení kontrastu obrazu. Jejich význam pak roste zejména při studiu topografie povrchu a při kvantitativním hodnocení povrchového reliéfu (např. měření tloušťek ve vakuu napařených kovových vrstev). Oproti mechanickým metodám měření nerovností má interferenční mikroskopie výhodu vysoké citlivosti.

Principem této techniky je hodnocení interference mezi paprskem odraženým od studovaného povrchu a paprskem odraženým od srovnávacího povrchu. Používaný

interferenční mikroskop je kombinací světelného mikroskopu a interferometru, které jsou spojeny v jeden celek.

2.3.5.1 Interference světla

Výrazným projevem vlnových vlastností světelného záření je interference. Tento jev spočívá ve skládání (podle principu superpozice) různých vlnění v daném místě prostoru. Vzniká interferenční pole, které je charakterizováno nerovnoměrným rozdělením energie (tzv. interferenční obrazec). U monochromatického světla se projevuje vznikem světlých a tmavých proužků nebo ploch, u bílého světla duhovostí.

Podmínkou vzniku interference světelných paprsků je koherence světla.

Koherence světla

Koherence vyzařovaného světla je důležitým parametrem kvality zdrojů záření, které jsou používány pro interferometrii a jiné optické měřicí metody (holografie,...).

Světelná vlnění jsou koherentní, jestliže mají stejnou frekvenci a jejich vzájemný fázový rozdíl v uvažovaném bodě prostoru se s časem nemění. Rozlišujeme koherenci časovou, která je ovlivněna monochromaticností záření, a koherenci prostorovou, danou velikostí zářící plochy zdroje.

Mezi zdroje koherentního elektromagnetického vlnění patří především lasery a masery.

a) Časová koherence

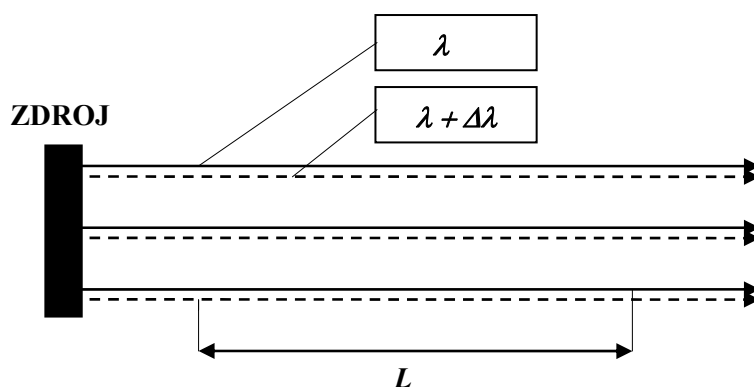
Koherentní zdroj záření by měl v každém okamžiku a z celého povrchu vyzařovat monochromatické záření. Pokud je generováno záření s konečnou šířkou spektrální čáry, jehož vlnová délka leží v intervalu $\lambda + \Delta\lambda$, bude docházet při interferenci paprsků o vlnové délce λ s paprsky o vlnové délce $\lambda + \Delta\lambda$ k záněmům ve směru šíření záření (Obr. 9). Vzdálenost je označována jako koherenční délka L (délka vlnového klubka), která vyjadřuje schopnost zdroje generovat stacionární záření se stálou fází ve sledovaném bodě. Platí:

$$L = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda} = \frac{c}{\Delta f}, \quad (7)$$

kde c je rychlost šíření záření.

Při aplikaci zdroje záření s konečnou koherenční délkou je třeba mít na zřeteli, že kvalitní interferenci lze získat pouze superpozicí takových paprsků, jejichž optické dráhy (měřeno od zdroje záření) se příliš od sebe neliší a jejich rozdíl je mnohem menší než L .

Koherenční délka u běžných polovodičových laserů je řádově v cm, u kvalitních He-Ne laserů se jedná až o metry.

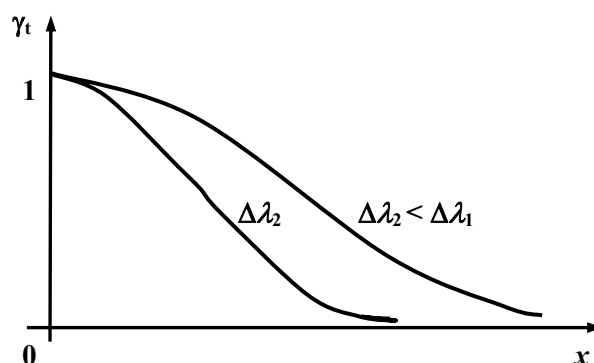


Obr. 9: Schéma k výkladu časové koherence – zdroj vyzařující záření o vlnové délce v intervalu $\lambda + \Delta\lambda$

V případě dvoupaprskové interference je v okuláru intenzita dána výrazem

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \exp\left\{-\left[\frac{\alpha x \Delta\lambda}{2\lambda^2}\right]^2\right\} \cos(kx\alpha). \quad (8)$$

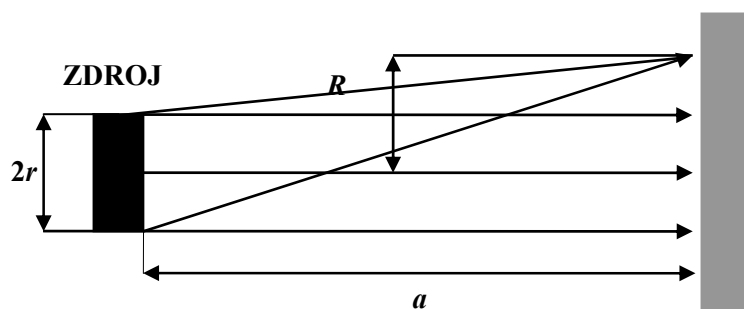
Exponenciální faktor ve třetím členu rovnice (8) je tzv. stupeň časové koherence, který se obvykle označuje γ_t . Funkce γ_t rozhoduje o kontrastu interferenčního jevu v daném místě x zorného pole okuláru (Obr. 10) – s rostoucím dráhovým rozdílem interferujících paprsků tato funkce klesá. Jestliže $\gamma_t = 1$ je kontrast maximální, v případě $\gamma_t = 0$ interference zcela vymizí.



Obr. 10: Závislost stupně časové koherence na pozici v zorném poli okuláru

b) Prostorová koherence

Prostorovou koherenci lze vyjádřit pomocí tzv. koherenční šířky, což je vzdálenost R na stínítku (Obr. 11) mezi osou svazku a místem, ve kterém dostaneme při interferenci paprsků šířících se od okraje monochromatického plošného zdroje minimum intenzity (optická dráha těchto paprsků se liší o $\lambda/2$).



Obr. 11: Schéma k výkladu prostorové koherence – zdroj konečné velikosti

Koherenční šířka je funkcí příčné velikosti zdroje $2r$, vlnové délky λ a vzdálenosti stínítka od zdroje a . Platí:

$$\frac{\lambda}{2} = \sqrt{a^2 + (R + r)^2} - \sqrt{a^2 + (R - r)^2} \quad (9)$$

Protože velikost zdroje $2r$ bývá mnohem menší než vzdálenost stínítka od zdroje a , lze předchozí vztah zjednodušit do tvaru

$$\frac{\lambda}{2} = \left[a + \frac{(R+r)^2}{2a} \right] - \left[a + \frac{(R-r)^2}{2a} \right] \quad (10)$$

Po úpravách lze koherentní šířku R vyjádřit ve tvaru

$$R = a \frac{\lambda}{4r}. \quad (11)$$

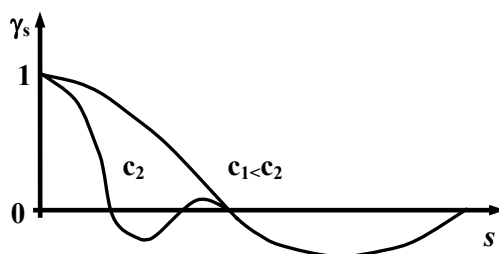
Při aplikaci zdroje záření s reálnou velikostí $2r$ je možné osvětlovat ve vzdálenosti a od zdroje pouze objekty, které mají rozměr příčný k ose záření podstatně menší než $2R$, protože jinak se začne projevovat interference paprsků šířících se od okraje monochromatického zdroje a ta může ovlivnit interferenci s případným dalším svazkem [15].

Jestliže k interferenci vlnoploch dochází ve vzdálenosti a od zdroje, je intenzita dána vztahem

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \frac{\sin\left(k \frac{sc}{2a}\right)}{k \frac{sc}{2a}} \cdot \cos(kx\alpha) \quad (12)$$

U třetího členu této rovnice se vyskytuje faktor označovaný γ_s , který určuje kontrast interferenčního jevu. Funkce $\gamma_s(s)$ se nazývá stupeň prostorové koherence a závisí na šířce zdroje měřené ve směru rozštěpení c (Obr. 12).

Čím menší budou rozštěpení obrazu a osvětlovací štěrba, tím bude kontrast lepší. Velikost štěrby ovlivňuje též celkový jas obrazu.



Obr. 12: Závislost stupně prostorové koherence na šířce zdroje

Dvoupaprsková interference

V prostoru se šíří 2 skalární rovinné monochromatické vlny u_1 a u_2

$$u_1 = U_1 \cdot e^{i(\omega t - k_1 r)} \quad (13)$$

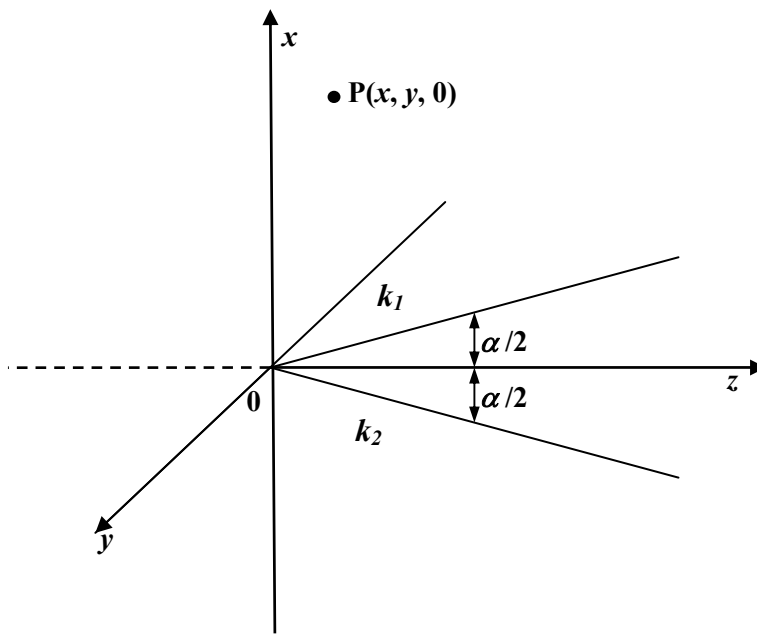
$$u_2 = U_2 \cdot e^{i(\omega t - k_2 r)}, \quad (14)$$

kde U_1 , U_2 jsou amplitudy, ω frekvence, k_1 a k_2 jsou vlnové vektory (Obr. 13) ležící v rovině (x,z)

$$k_1 = \left(k \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right), 0, k \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) \right) \quad (15)$$

$$k_2 = \left(-k \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right), 0, k \cdot \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right) \right) \quad (16)$$

a vektor r je funkcí souřadnic prostoru.



Obr. 13: Zobrazení vlnových vektorů v rovině [13]

Výsledný rozruch v bodě pozorování $P(x,y,0)$ je dán součtem obou rozruchů:

$$u = U_1 e^{i(\omega t - kx \sin(\alpha/2))} + U_2 e^{i(\omega t + kx \sin(\alpha/2))} \quad (17)$$

Intenzita v bodě P je dána výrazem

$$I(x,z) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(kx\alpha), \quad (18)$$

kde $I_{1,2} = U_{1,2}^2$.

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

$$\alpha \cdot k \cdot x_m = 2m\pi \quad (19)$$

Vzdálenost proužků lze vyjádřit následující rovnicí:

$$\Delta x = x_{m+1} - x_m = \frac{2\pi}{\alpha \cdot k} = \frac{\lambda}{\alpha} \quad (20)$$

Čím bude úhel α menší, tím budou interferenční proužky širší, pro $\alpha = 0$, bude rovina rovnoměrně osvětlena.

2.3.5.2 Typy interferenčních mikroskopů

Existují dva typy interferenčních mikroskopů, a to reflektanční (Epival) a transmisní (Peraval).

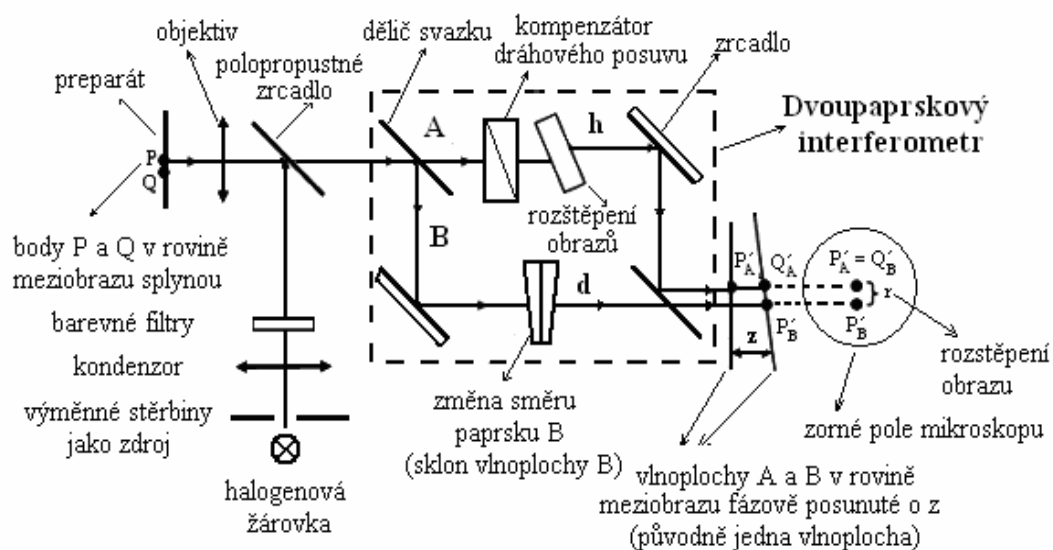
Interferenční mikroskop Epival (Obr. 14) se skládá v podstatě ze dvou částí - optického mikroskopu s osvětlovací soupravou pro pozorování v odraženém světle a dvoupaprskového interferometru. Ten je vložen do optické soustavy mikroskopu před okulár.



Obr. 14: Interferenční mikroskop Epival [22].

Princip činnosti (Obr. 15):

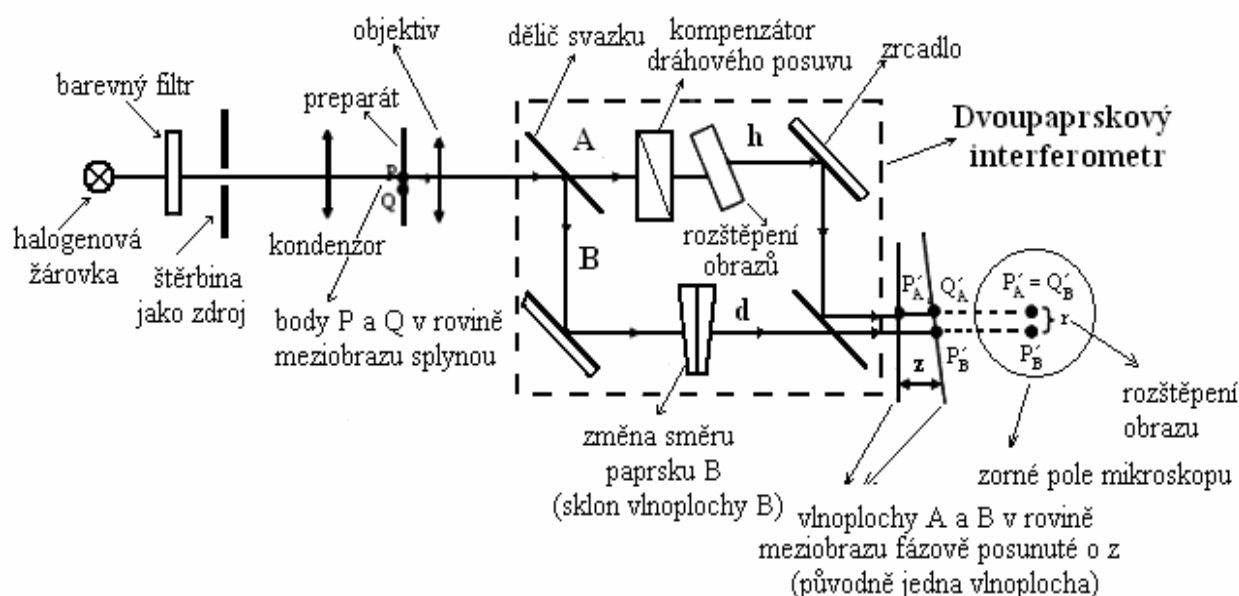
Světlo ze zdroje (halogenová žárovka) osvětluje přes polopropustné zrcadlo a objektiv pozorovaný předmět a tentýž objektiv jej pak zobrazí do předměťové roviny okuláru. Do cesty zobrazovacím paprskům je však vložen dvoupaprskový interferometr. První polopropustný hranol interferometru rozdělí amplitudově každý paprsek na dva (horní h a dolní d), které postupují dále interferometrem rozdílnými cestami. Druhý hranol oba paprsky opět složí. Nastane superpozice obou vln a v okuláru můžeme pozorovat buď interferenční jev nebo obraz předmětu.



Obr. 15: Schéma mikroskopu Epival [14]

Charakter interferenčního jevu závisí na dráhovém rozdílu zobrazovacích paprsků, na jejich vzájemném úhlu a vzájemné časové a prostorové koherenci. Pro vlastní funkci interferenčního mikroskopu jsou podstatné fázové rozdíly, které vznikají působením nerovností povrchu vzorku při rozštěpení obrazu. Další fázové rozdíly vznikají v interferometru působením některých ovládacích prvků, které jsou zde zařazeny. Změny směru paprsku (naklonění vlnoplochy) lze docílit průchodem světla přes klínovou desku. V dolní větvi interferometru jsou zařazeny do cesty paprsku dva takové klíny, které se otáčejí (jeden kolem vodorovné osy a druhý kolem osy svislé). V horní větvi paprsku interferometru se rovněž zasouvá do cesty paprsku klín, u kterého je možno měnit vrcholový úhel δ otáčením dvou klínových destiček proti sobě. V horní větvi se nachází ještě další měřicí klín, kterým je možné měřit optickou dráhu paprsku L .

Interferenční mikroskop Peraval (Obr. 16) – je normálním mikroskopem pro pozorování v procházejícím světle a objektivem korigujícím na nekonečnou vzdálenost obrazu



Obr. 16: Schéma interferenčního mikroskopu Peraval [14]

Osvětlení se děje podle Köhlerova způsobu osvětlení ze světelného zdroje přes soustavu čoček a hranolů. V této soustavě pak dochází k rozštěpení paprsku a jeho opětovnému složení.

2.3.5.3 Metody měření

a) Interphako

Tato metoda pracuje bez rozštěpení obrazu. Je vhodná na pozorování interference malých objektů o velikosti 1–10 μm , které mají jinou intenzitu (zbarvení) než rovinné okolí a objekty větší než 10 μm . Kontrast těchto malých objektů přitom závisí také na jejich výšce vzhledem k okolí. Tohoto efektu je dosaženo kombinací interferometru s metodou filtrace prostorových frekvencí.

Filtrace prostorových frekvencí

V ohniskové rovině se vytvoří takové rozložení amplitudy a fáze, které je z matematického hlediska popsáno Fourierovou transformací funkce $u(x,y)$ v předmětové rovině. Říkáme pak, že se v ohniskové rovině obraz rozloží podle prostorových frekvencí – obraz je uspořádán tak,

že tyto frekvence rostou směrem od optické osy. Pokud vložíme do ohniskové roviny stínítko, můžeme některé prostorové frekvence odfiltrovat a obraz pak vytváří frekvence ostatní. Informace o tvaru obrazu je obsažena především ve fázi odražené vlny, jas v její amplitudě. Intenzita zdroje nemá vliv na kvalitu obrazu, ovlivňuje jen jeho jas. Proto můžeme rozdělit vlnu odraženou od osvětleného předmětu na dvě:

1. Vlna s malou amplitudou nesoucí informaci o předmětu ve fázi (deformovaná vlnoplocha) – zobrazovací vlna
2. Vlna s velkou amplitudou s konstantní fází (rovinná vlnoplocha) – osvětlovací vlnoplocha, která odpovídá jasu obrazu.

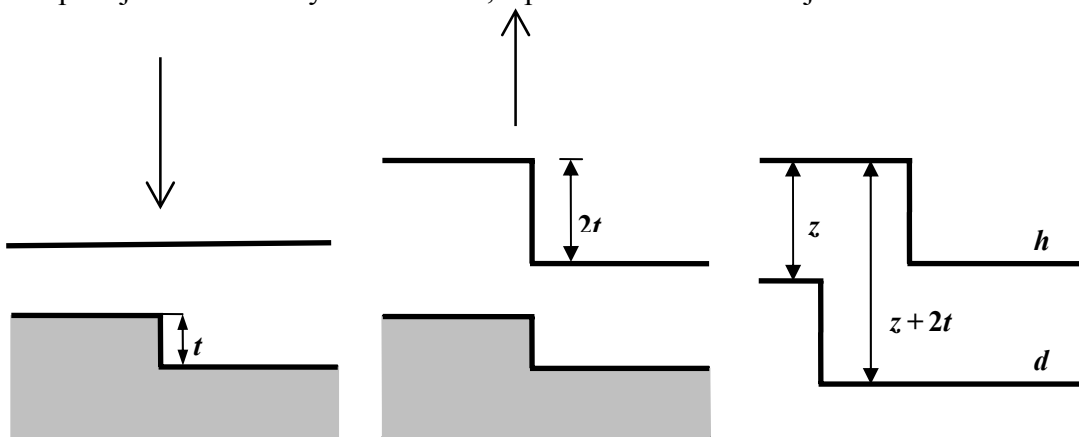
Princip: Na vstupu do interferometru se zobrazovací vlna amplitudově rozdělí na dvě. Kdyby procházela tato vlna jen dolní větví interferometru, pozorovali bychom v okuláru obraz předmětu. V horní větvi je vlně postaven do cesty filtr prostorových frekvencí, který dovoluje zobrazit předměty jen určité velikosti. Tento filtr má dvě propustné oblasti, které způsobí posunutí fáze mezi vlnami prošlými filtrem. Vlny zobrazující předmět různé velikosti přicházejí do předmětové roviny okuláru s různou fází a proto při splnění podmínky časové koherence se předměty jiné velikosti budou jevit různě intenzivní.

b) Sheering

Metoda sheering (štěpení obrazu) se používá na měření výšky vrstvy tenkého filmu (Obr. 17).

Princip:

Na předmět dopadá rovinná vlna. Jedna část vlny se odrazí dříve, takže odražená vlnoplocha na sobě otiskla schodek vrstvy s dvojnásobnou tloušťkou. V zorném poli okuláru tedy interferují dvě vlny, jejichž vlnoplochy jsou vzhledem k sobě posunuty ve směru osy z . Působením klínu jsou obrazy hrany vrstvy rozštěpeny. Dráhový rozdíl značíme z . V oblasti rozštěpení je však dráhový rozdíl $z + 2t$, a proto oblast bude mít jinou intenzitu než okolí.



Obr. 17: Princip metody sheering

Měření tloušťky je pak možné provést tak, že nastavíme okolí na nejmenší intenzitu a na bubínku odečteme mikrometru polohu a . Pak nastavíme tutéž intenzitu na oblast rozštěpení a odečteme hodnotu b . Pro výpočet hledané tloušťky pak platí:

$$t = \frac{K}{2}(b - a) \quad (21)$$

Aby bylo zaručeno, že nastavení v rozštěpeném pásu a v okolí minima je stejného řádu, upraví se vzorec na výsledný tvar:

$$t = (m_b - m_a) \frac{\lambda}{3} - (b - a) \frac{K}{2} \quad (22)$$

2.3.6 Elipsometrie

Elipsometrie je optická metoda pro analýzu povrchů a rozhraní. Je založena na detekci fázové změny elektromagnetického vlnění, které se odrazí od zkoumaného povrchu nebo jím projde. Tato technika umožňuje nalézt optické vlastnosti jedno i vícevrstevnatých systémů tenkých vrstev (index lomu, tloušťka vrstvy) a sledovat jejich vývoj v průběhu experimentu. Hlavními výhodami této metody jsou nedestruktivnost a neovlivňování strukturních procesů, které probíhají na vzorku a také možnost měření ve vakuu.

2.3.6.1 Elipticky polarizovaná vlna, elipsometrické parametry

Skládáním dvou na sebe kolmo polarizovaných vln se směry kmitů v osách x a y s nenulovým fázovým posuvem δ vzniká elipticky polarizovaná vlna. Při pohledu proti směru šíření elektromagnetické vlny bude koncový bod výsledné intenzity elektrického pole E se souřadnicemi (E_x, E_y) opisovat elipsu danou rovnicí :

$$\left(\frac{E_x}{A_x}\right)^2 + \left(\frac{E_y}{A_y}\right)^2 - \frac{2E_x E_y}{A_x A_y} \cos \delta = \sin^2 \delta, \quad (23)$$

kde A_x a A_y jsou amplitudy kolmo polarizovaných vln.

K vyjádření změny polarizace světla se pak používají parametry popisující tuto elipsu - tzv. elipsometrické úhly Δ a ψ .

Prvním elipsometrickým úhlem Δ je změna fázového rozdílu kolmo na sebe polarizovaných vln p a s :

$$\Delta = \delta_p - \delta_s, \quad (24)$$

druhý elipsometrický úhel ψ je definován jako poměr velikostí Fresnelových koeficientů, které jsou v obecném případě komplexním číslem:

$$\operatorname{tg} \psi = \frac{\left| \tilde{r}_p \right|}{\left| \tilde{r}_s \right|}. \quad (25)$$

Někdy se k zápisu elipsometrických parametrů používá komplexní parametr ρ definovaný jako poměr p a s složky Fresnelových koeficientů:

$$\rho = \frac{\tilde{r}_p}{\tilde{r}_s} = \frac{r_p}{r_s} e^{i(\delta_p - \delta_s)} = \frac{r_p}{r_s} e^{i\Delta} = \frac{\tilde{E}_p \tilde{E}_{0s}}{\tilde{E}_{0p} \tilde{E}_s}, \quad (26)$$

který lze s použitím rovnic (19) a (20) zapsat:

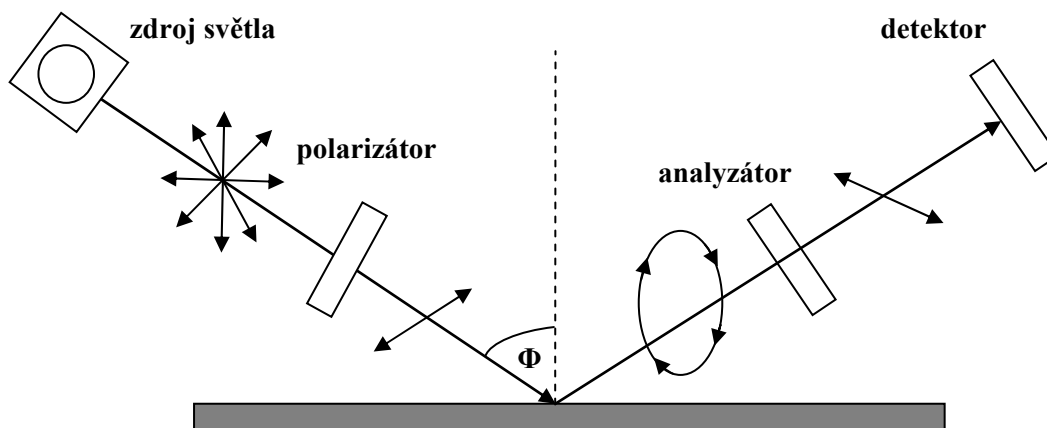
$$\rho = \operatorname{tg} \psi e^{i\Delta} = \operatorname{tg} \psi (\cos \Delta + i \sin \Delta). \quad (27)$$

2.3.6.2 Princip metody s použitím elipsometru s rotujícím analyzátozem a využitím odrazu světla

Experimentální uspořádání obsahuje zdroj světla, polarizátor (nejkvalitnější jsou vyrobeny z dvojlomného krystalu vápence), analyzátor a detektor (Obr. 18). Do zdrojové větve elipsometru může být vložen kompenzátor na bázi Mg_2F .

Měřením zjišťujeme parametry elipticky polarizovaného světla odraženého od vzorku, na který dopadá světlo lineárně polarizované. Odražený paprsek pak prochází rotačním

analyzátořem a následně je detekována jeho intenzita - závisí na úhlu natočení analyzátořu. Tato závislost je v polárních souřadnicích obrazem elipsy, která má shodné parametry s elipsou opisovanou koncovým bodem vektoru elektrické intenzity elektromagnetického pole.



Obr. 18: Schéma uspořádaní elipsometru s rotačním analyzátořem

Detektorem sledujeme závislost intenzity I_p na čase t . Tu můžeme popsat následující rovnicí:

$$I_p(t) = I_0 [1 + \alpha \cos 2A(t) + \beta \sin 2A(t)], \quad (28)$$

kde I_0 je střední intenzita odraženého paprsku

$$I_0 = \frac{E_p^2 + E_s^2}{2}, \quad (29)$$

$A(t)$ úhel analyzátořu (definovaný jeho frekvencí otáčení f a počátečním nastavením A_c):

$$A(t) = 2\pi ft + A_c \quad (30)$$

a α a β jsou tzv. Fourierovy koeficienty:

$$\alpha = -\cos 2\psi, \quad \beta = \sin 2\psi \cos \Delta. \quad (31)$$

Pro výpočet elipsometrických úhlů potom platí vztahy:

$$\cos \Delta = \sqrt{\frac{\beta^2}{1 - \alpha^2}} \operatorname{sgn} P, \quad \operatorname{tg} \psi = \sqrt{\frac{1 + \alpha}{1 - \alpha}} |\operatorname{tg} P|, \quad (32)$$

v nichž je zahrnut úhel nastavení polarizátoru P . Aby bylo možné tuto metodu použít, rovina polarizace nesmí ležet v rovině dopadu ani v rovině k ní kolmé.

Zjednodušené schéma postupu při určení parametrů Ψ and Δ :

$$\tilde{E}_0 \rightarrow \tilde{E} \rightarrow \frac{\tilde{r}_p}{\tilde{r}_s} \rightarrow \operatorname{tg} \Psi, \Delta.$$

Elipsometrie neumožňuje určování parametrů zkoumaného rozhraní přímo (to je možné jen u jednoduchých systémů jako je jedna neabsorbující vrstva na absorbující podložce se známými optickými konstantami) a to z důvodu velkého počtu neznámých parametrů (tloušťky jednotlivých vrstev a jejich komplexní indexy lomu). K výpočtu hledaných hodnot se používají numerické metody, které se upřesňují dalšími analytickými metodami [6, 18, 19].

2.3.6.3 Určení indexu lomu a tloušťky vrstvy

Komplexní index lomu substrátu můžeme definovat následujícím způsobem:

$$\tilde{n} = n + i\kappa, \quad (33)$$

kde κ je tzv. extinkční koeficient.

Při jeho výpočtu se uplatňují jednak Fresnelovy rovnice

$$r_s = \left[\frac{\sin(\theta_t - \theta_i)}{\sin(\theta_t + \theta_i)} \right]^2 = \left[\frac{n_1 \cos(\theta_i) - n_2 \cos(\theta_t)}{n_1 \cos(\theta_i) + n_2 \cos(\theta_t)} \right]^2 \quad (34)$$

$$r_p = \left[\frac{\operatorname{tg}(\theta_t - \theta_i)}{\operatorname{tg}(\theta_t + \theta_i)} \right]^2 = \left[\frac{n_1 \cos(\theta_t) - n_2 \cos(\theta_i)}{n_1 \cos(\theta_t) + n_2 \cos(\theta_i)} \right]^2 \quad (35)$$

a také Snellův zákon [23].

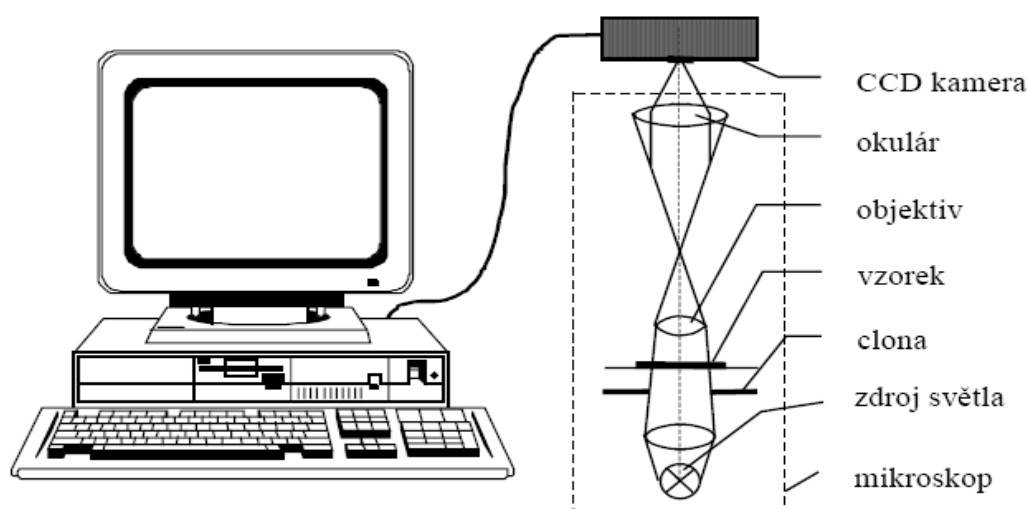
Druhá mocnina indexu lomu je pak rovna komplexní permitivitě ε .

Kromě již zmíněného indexu lomu lze elipsometricky stanovit i tloušťku vrstvy.

2.4 Zpracování dat

2.4.1 Obrazová analýza

Obrazová analýza kvantitativně hodnotí vlastnosti obrazu. Její podstatou je jeho digitalizace a zpracování vzniklého souboru v počítači.



Obr. 19: Princip záznamu obrazu pro obrazovou analýzu

Princip:

Obraz se nejdříve zaznamená digitálním fotoaparátem, kamerou nebo skenerem. Poté se obrazový signál převede na digitální data a ta jsou zpracována pomocí programového vybavení určeného k obrazové analýze.

Obraz je možné hodnotit buď jako celek nebo jen vybrané části. Nepracuje se přitom s jednotlivými pixely, ale s celým obrázkem najednou. Využívá se lineárních (integrálních) transformací dat, ke kterým jsou pomocí definované báze přiřazována jiná data (tzv. spektrum). Pokud je transformace ortogonální (ortonormální), lze pomocí inverzní báze dat získat lineární (integrální) transformaci původní data. Bázi mohou tvořit diskrétní periodické funkce (např. harmonické) nebo diskrétní prostorově omezené funkce (tzv. wavelety).

Mezi základní metody obrazové analýzy patří harmonická a waveletová analýza pomocí nichž lze určit fraktální parametry struktur [17].

Zpracování obrazu pomocí programu HarFA

Počítačový program HarFA (Harmonic and Fractal Image Analyser), který byl vyvinut na Fakultě chemické VUT v Brně, řeší problémy obrazové analýzy prostřednictvím harmonické a waveletové transformace. Program umožňuje provádět korekce obrazu jako je např. odstranění teplotního šumu, nehomogenity osvětlení nebo gamma korekci, pomocí něho je také možné aplikovat na obrazové struktury derivační, integrační, integračně derivační a hranové filtry a vytvářet barevné separace obrazu (RGB, HLS, HSB).

2.4.1.1 Periodické transformace

Při obrazové analýze se často používají diskrétní Fourierova, kosinová a Walsh-Hadamardova transformace, u nichž jsou jednotlivé funkce vytvářeny změnou měřítka a opakováním.

Diskrétní Fourierova transformace (DFT) – lineární ortogonální transformace pomocí, které se transformuje obraz $f(m, n)$, kde $m = 1, 2, \dots, M-1$, $n = 1, 2, \dots, N-1$ jsou souřadnice obrazu o velikosti $M \times N$, na diskrétní spektrum představované komplexní funkcí $F(k, l)$, kde $k = 1, 2, \dots, M-1$, $l = 1, 2, \dots, N-1$

$$F(k, l) = \sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} f(m, n) e^{-2\pi j(mk/M + nl/N)}, \quad (36)$$

kde j je imaginární jednotka. K výpočtu spekter obrazů se často využívají algoritmy **rychlé Fourierovy transformace (FFT)** vyžadující počet dat $N = M = 2^i$, kde i je celé číslo. Je-li Fourierova transformace aplikována na reálná obrazová data, je reálná složka obrazu funkcí sudou, imaginární funkcí lichou. K hodnocení se pak využívá tzv. modulační přenosová funkce (MTF), která je osově symetrická

$$MTF = \text{Re}[F(k, l)] + \text{Im}[F(k, l)] \quad (37)$$

Diskrétní kosinová transformace (DCT) – lineární ortogonální transformace, její bázi tvoří funkce kosinus. Transformuje obraz $f(m, n)$ na diskrétní spektrum představované reálnou funkcí $F(k, l)$

$$F(k, l) = \sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} f(m, n) \cos[\pi k(2m+1)/2M + \pi l(2n+1)/2N]. \quad (38)$$

Walsh-Hadamartova transformace (WHT) – opět lineární ortogonální transformace, její bázi tvoří funkce signum. Transformuje reálný obraz $f(m, n)$ na diskrétní spektrum představované reálnou funkcí $F(k, l)$

$$F(k, l) = \sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} f(m, n) h_{m,k} h_{n,l}, \quad (39)$$

kde $h_{m,k}$ a $h_{n,l}$ jsou koeficienty tzv. Hadamartovy matice $H_{N(M)}$

$$H_0 = 1, \quad H_1 = \begin{bmatrix} 1 & 1 \\ 1 & -1 \end{bmatrix}, \dots, \quad H_{n(m)+1} = \begin{bmatrix} [H_{n(m)}] & [H_{n(m)}] \\ [H_{n(m)}] & -[H_{n(m)}] \end{bmatrix}. \quad (40)$$

2.4.1.2 Waveletové transformace

U waveletových transformací je báze tvořena harmonickými (sin, cos) nebo obdélníkovými (sign) funkcemi. V praxi se často využívají i speciální funkce, které lépe vystihují charakter signálu nebo motivu obrazu (např. Ingrid Daubechies wavelets). Při těchto transformacích jsou jednotlivé funkce vytvářeny změnou měřítka a posunutím. Při obrazové analýze se často používá tzv. **Haarova transformace** – jedná se o lineární ortogonální transformaci, jejíž bázi tvoří funkce signum (obdélníková funkce). Transformuje reálný obraz $f(m, n)$ na diskrétní spektrum představované reálnou funkcí $F(k, l)$

$$F(k, l) = \sum_{m=0}^{N-1} \sum_{n=0}^{N-1} f(m, n) h_{m,k} h_{n,l}, \quad (41)$$

kde $h_{m,k}$ a $h_{n,l}$ jsou koeficienty tzv. Haarovy matice H_n

$$H_0 = 1, \quad H_1 = \begin{bmatrix} 1 & 1 \\ 1 & -1 \end{bmatrix}, \quad H_2 = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & -1 \end{bmatrix}, \text{ atd.} \quad (42)$$

Haarova matice H_n je řádu 2^n (2^n rozměrná).

Z koeficientů této matice lze pro černobílé obrázky určit počty černých, černobílých a bílých čtverců obrázků. Z jejich závislosti na velikosti měřítka pak můžeme zjistit fraktální dimenzi a fraktální míru.

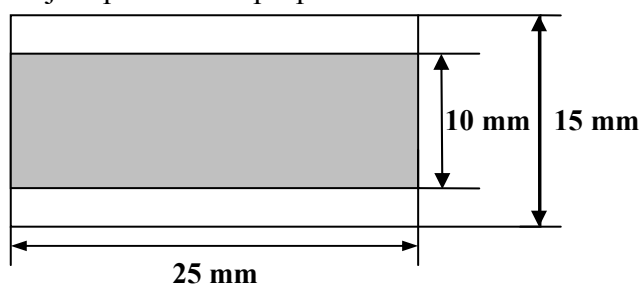
$$N(r) = K \cdot r^D \quad (43)$$

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Příprava vrstev v laboratoři

3.1.1 Úprava substrátu sklo + ITO vrstva

Sklička otočená ITO vrstvou (*Obr. 20*) nahoru se dají na podložku a pomocí izolepy, nařezané na proužky přibližně 10 mm široké a více než 2,5 cm dlouhé, se „maskují“. Pak se tyto sklička dají do vhodné nádoby, přelijí kyselinou chlorovodíkovou zředěnou destilovanou vodou v poměru 1:1 a posypou dvěma lžičkami zinku. Po 30 s leptání se to zředí a promyje destilovanou vodou. Sklička se následně očistí pomocí tenzidu a opláchnou vodou. Poté se sklička vyčistí za pomoci ultrazvuku postupně v destilované vodě, acetonu, chloroformu a v případě, že je jako rozpouštědlo aplikovaných látek užito něco jiného než chloroform, je nutné vyčistit sklička ještě v tomto rozpouštědle. Nakonec se sklička dají do uzavřené nádoby ITO vrstvou nahoru a nechají deponovat izopropanolem.



Obr. 20: Skleněná podložka s vrstvou ITO

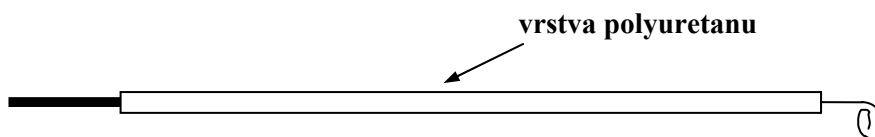
3.1.2 Příprava vrstvy PEDOT

Na střed zařízení pro rotační nanášení se umístí očištěná skleněná podložka s ITO vrstvou a nastaví se otáčky na 1 000 ot/min. Po zapnutí spin-coateru se mikropipetou nebo skleněnou špičkou nanese na skličko přiměřené množství připraveného roztoku toluenu, chloroformu, iniciátoru a polymeru (v poměru 3:3:1:1) a zapne otáčení. Pak se podložka s vrstvou sejme a vloží do uzavřené nádoby, kde se nechá polymerizovat. Po vytvrdnutí vrstvy PEDOTu je nutné vymýt přebytečný iniciátor tak, že skličko ponoříme do nádoby s ethanolem (popř. methanolem) na dobu 1 minuty. Poté se skličko položí na savý papír ve vzpřímené poloze tak, aby bylo odsáto zbylé rozpouštědlo.

3.1.3 Návod na přípravu Cu-drátů a jejich aplikaci na „ITO“ sklička

3.1.3.1 Příprava Cu-drátů

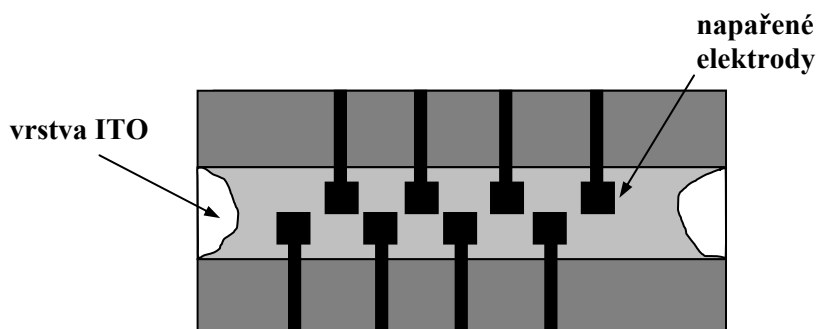
Cu drát nastříhaný na kousky o velikosti cca 8 cm je izolován polyuretanem. Ten je nutné opálit pomocí kahanu a to do vzdálenosti 1 cm. Opálený drát se následně ponoří do roztoku kyseliny chlorovodíkové a vody (v poměru 1:1). Po vyjmutí z roztoku a osušení se na jednom konci Cu drátu vytvoří očko, které zasahuje až k zůstalému polyuretanu (*Obr. 21*).



Obr. 21: Připravený Cu drát

3.1.3.2 Úprava ITO skla před aplikací Cu drátů

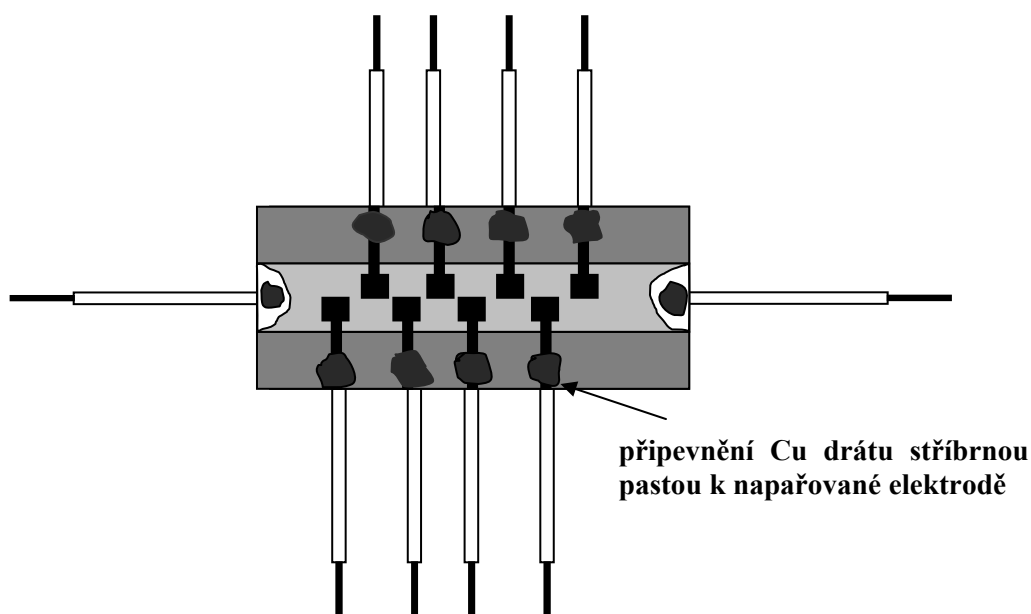
Na dvou užších koncích skel (Obr. 22) se skalpelem seškrábnou zbytky od napařování elektrod i vrstvy pigmentu a PEDOTu tak, aby byla vidět vrstva ITO, na niž budou posléze připevněny Cu dráty.



Obr. 22: Skleněná destička se dvěma místy, které jsou seškrábány až na vrstvu ITO

3.1.3.3 Aplikace Cu drátů na ITO skličku

Na připravené ITO skličko se připevní k napařeným elektrodám Cu drátky a to pomocí stříbrné pasty. Pasta nesmí zasahovat do pásu skla s ITO vrstvou, drátky musí být přichyceny pouze v odleptané části. Další dva Cu dráty se aplikují na ITO vrstvu z boční strany. Tyto drátky však nesmí zasáhnout elektrody a vrstvu PEDOTu s pigmentem (Obr. 23).



Obr. 23: Celkový pohled na sklo ITO s přidávanými Cu dráty k elektrodám

3.2 Měřicí aparatura, záznam obrázků

Pomocí digitálního fotoaparátu Nikon Coolpix 5400 (Obr. 24) připevněného na hlavu interferenčního mikroskopu Epival - Interpako (Carl Zeiss Jena) byly zaznamenávány interferenční obrazce vytvářené na připravených vzorcích a to jak ze strany napařeného hliníku, tak ze strany skla.



Obr. 24: fotoaparát Nikon CoolPix 5400 [27].

3.2.1 Podmínky fotografování

Nastavení fotoaparátu: manuální mód (M),
nejvyšší kvalita snímků (HIGH),
vyvážení na žárovku,
zaostření na nekonečno,
citlivost 200,
bez blesku,
maximální zvětšení,
normální kontrast,
clona 7,3.

Expoziční čas byl různý pro bílé a zelené světlo a byl zvolen tak, aby digitální fotografie byly co nejlépe dále analyzovatelné. Fotografovalo se při nejmenším zvětšení interferenčního mikroskopu, protože při zvětšeních větších nebylo možné interferenční proužky zaostřit.

Získané obrázky byly uloženy ve formátu tiff a podrobeny analýze pomocí programu HarFA.

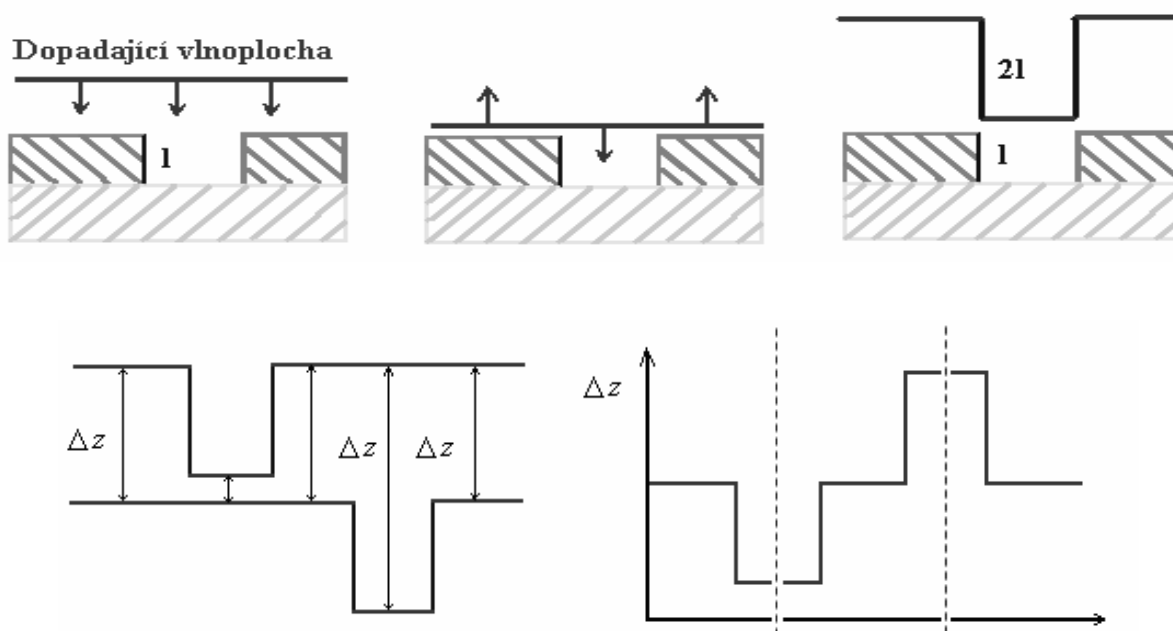
3.2.2 Technické parametry fotoaparátu Nikon CoolPix 5400

- kompakt s průhledovým hledáčkem
- rozměry – 108×73×69 mm
- hmotnost – 320 g
- CCD snímač: – 5,24 mil. bodů (využívá 5,1 mil. bodů)
 - RGB maska
 - úhlopříčka 1/1,8"
 - rozsah citlivostí 50 – 400 ISO
- objektiv: – 4×optický zoom
 - rozsah 28 – 116 mm při světelnosti F2.8 – 4.6
 - složen z 9 čoček (1 s ED úpravou a 2 asférické) v osmi skupinách a ED členů

- je vybaven autofokusem s bodovým i průměrovým měřením, s možností průběžného doostřování i použití manuálního zaostření. V makro režimu je optika schopna zaostřit na vzdálenost jednoho centimetru, při běžném fotografování od 0,5 metru.
- režimy: – plně automatický
 - scénické
 - BSS
 - a klasické A/S/M
- uložení snímků ve formátech JPEG nebo TIFF
- videozáznam: – 2 režimy - TV mode (VGA, 640×480 bodů, doba záznamu 70 s) a Small movie mode (QVGA, 320×240 bodů, max. 180 s)
 - ukládání ve formátu Quick Time
- ladění balance bílé barvy
- podpora EXIF 2.2 formátu
- 2 Slow-synchro režimy blesku
- časosběrný režim
- LCD displej –vyklápěcí, přetáček, s antireflexní vrstvou
 - úhlopříčka 1,5"
 - rozlišení 134.000 bodů [24, 25, 26].

3.2.3 Princip měření

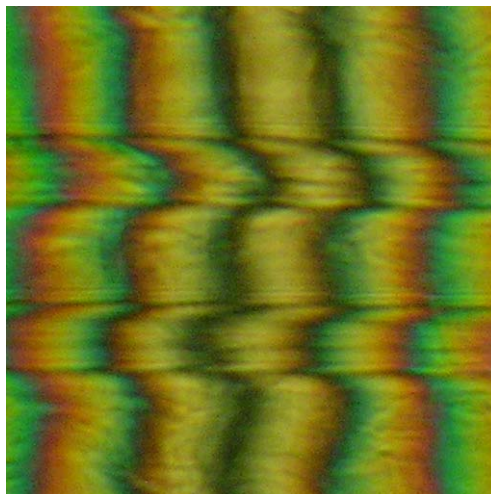
Metoda je založena na určení fázového posuvu, který vzniká následujícím způsobem: Na vzorek dopadá rovinná vlna. V případě „nerovnosti“ (rýha, hrana) se jedna část vlny odrazí dříve, takže druhá vlnoplocha na sobě otiskne schodek vrstvy s dvojnásobnou tloušťkou. Následně dochází k interferenci obou vln, jejichž vlnoplochy byly vůči sobě posunuty (*Obr. 25*).



Obr. 25: Schéma znázorňující princip měření v případě rýhy

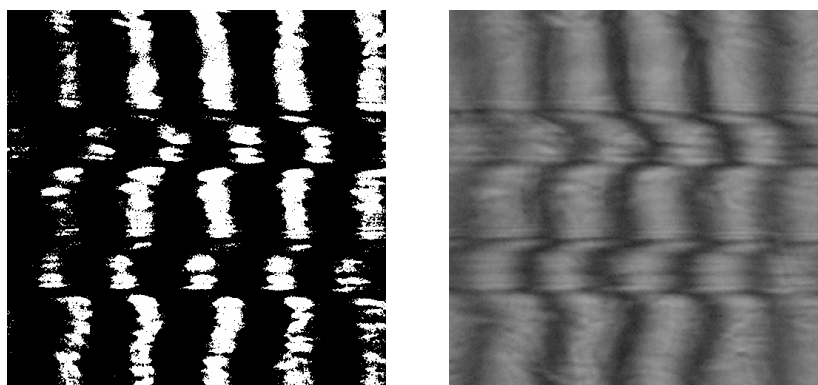
3.3 Analýza pomocí programu HarFA

Po načtení obrázku (Obr. 26) do programu HarFA je nutné zvolit vhodné parametry analýzy.

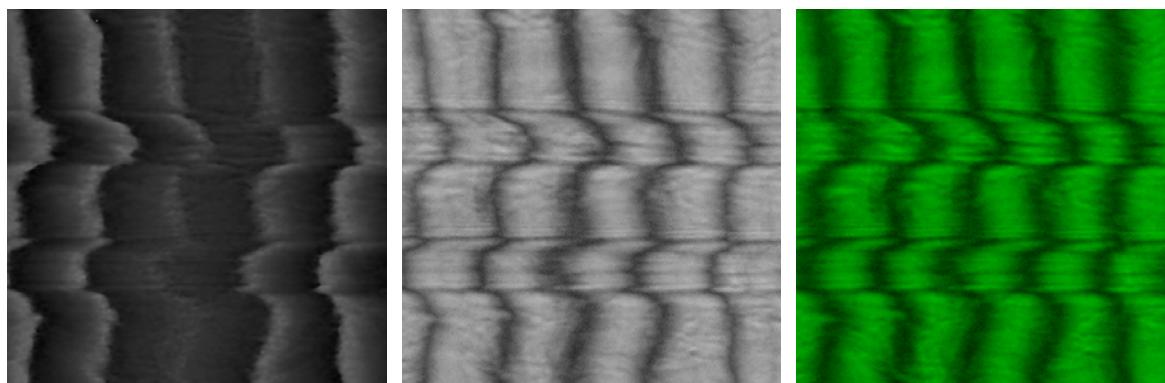


Obr. 26: Příklad interferenčního obrázku rýhy fotografovaného ze strany kovu

V první řadě se musíme rozhodnout, zda provést prahovanou nebo neprahovanou analýzu (Obr. 27) a poté vybrat barevnou informaci – zde máme celkem 6 možností, lze pracovat s intenzitou (odstíny šedé), odstínem, jasnem, RGB informací nebo s některou ze složek RGB prostoru (Obr. 28).



Obr. 27: Srovnání prahovaného a neprahovaného obrázku v intenzitním prostoru



Obr. 28: Výběr barevné informace: odstín, jas, a G složka (v případě prahované analýzy)

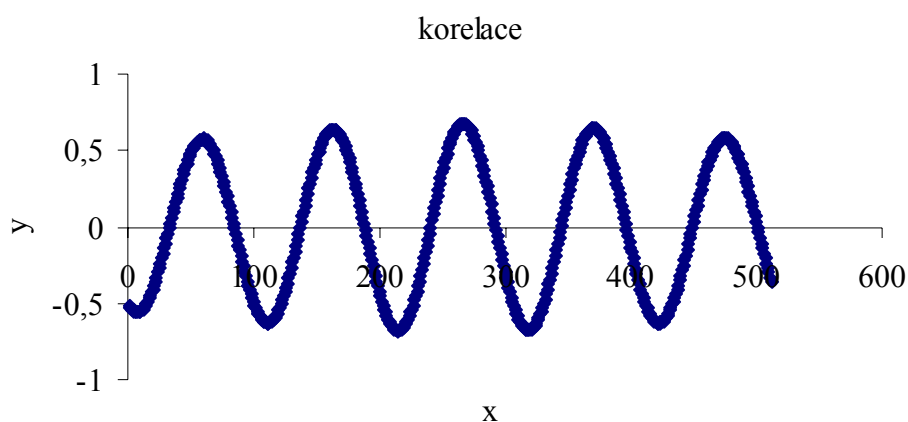
Dá se pracovat buď s celým obrázkem najednou nebo jen s určitou jeho částí a můžeme si také vybrat směr výpočtu (po řádcích nebo sloupcích).

V případě analyzovaných interferenčních obrázků se jako nejvýhodnější ukázalo být použití neprahované analýzy v intenzitním prostoru. Velikost zkoumané oblasti je 512×1024 pixelů, směr výpočtu po řádcích.

Nakonec byl zvolen konkrétní proces zpracovávání – tzv. korelace.

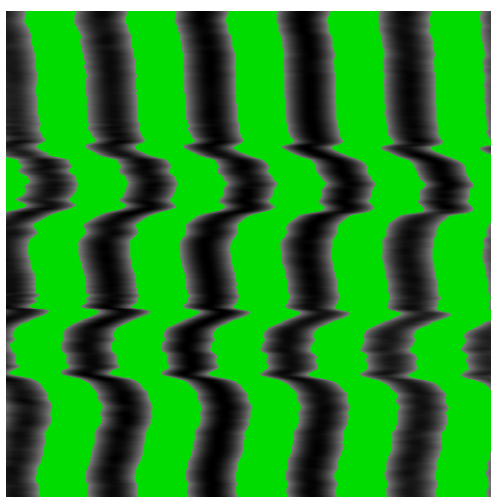
Princip korelace:

Korelaci si lze zjednodušeně představit tak, že se vezme obdélník o velikosti 512×1 pixel, který odpovídá funkci 1. řádku analyzované oblasti a tímto obdélníkem se projedou všechny řádky oblasti vždy zleva doprava. Postupně dochází ke skládání příslušných funkcí (vln). Jestliže jsou vlny během posuvu ve fázi, hodnota korelace je 1. Jestliže vlny jsou v protifázi, hodnota korelace je -1.



Obr. 29: Korelační funkce

Výsledkem korelace je profil interferenčních čar (Obr. 30). Z něj můžeme zjistit jednak fázový posun a také vlnovou délku (obojí v pixelech). Z těchto hodnot a ze znalosti vlnové délky použitého světla v nm pak jednoduchým výpočtem (trojčlenkou) určíme hledanou tloušťku vrstvy.

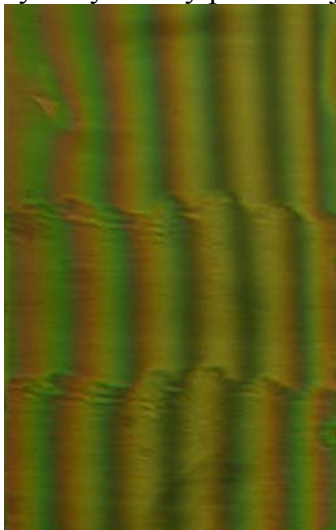


Obr. 30: Profil interferenčních čar

3.4 Výsledky

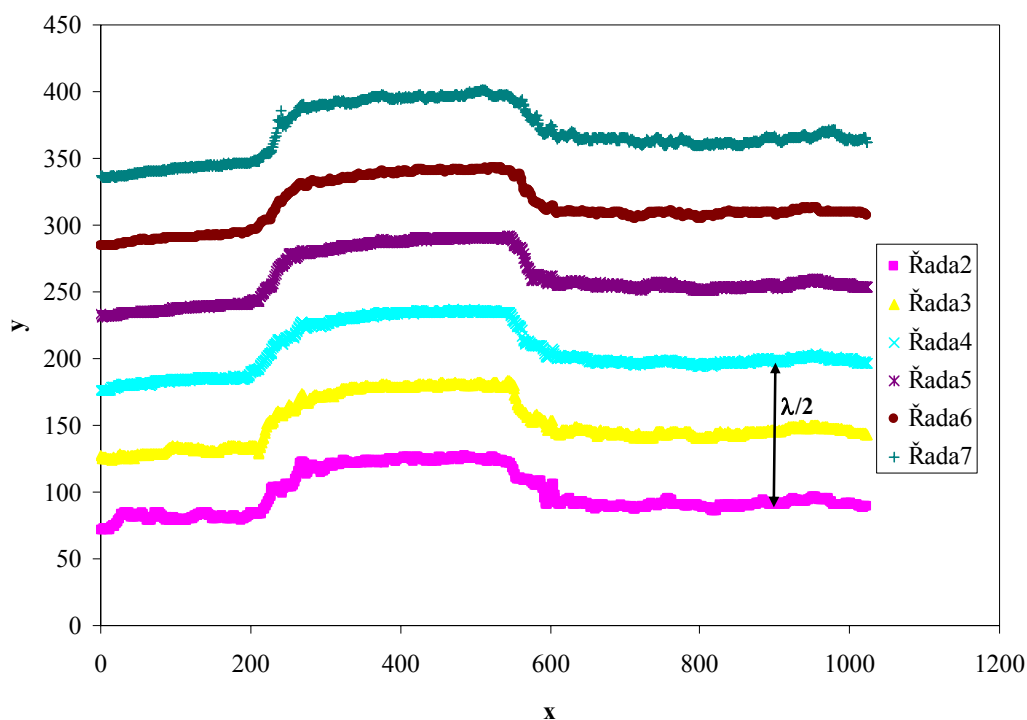
3.4.1 Interference na hraně

V případě, že dochází k interferenci paprsků na nějaké hraně, vidíme na vzniklém interferenčním obrázku (Obr. 31) výrazný fázový posuv na jednu stranu.



Obr. 31: Interference na hraně (fotografováno ze strany kovu)

Po provedení korelační analýzy byl získán následující průběh interferenčních čar (Obr. 32):

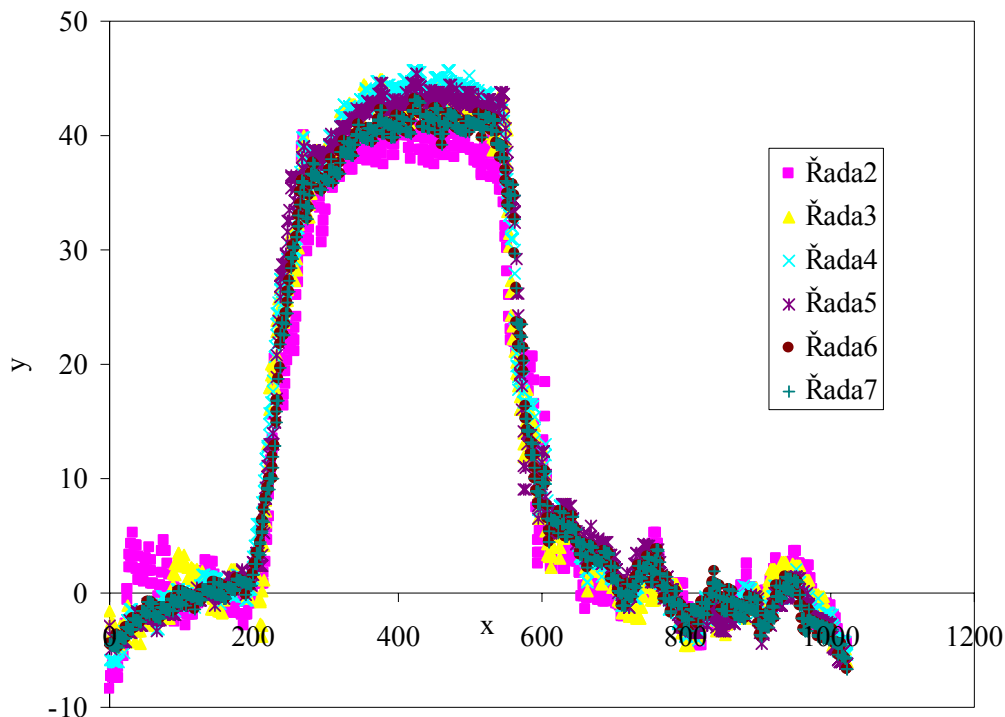


Obr. 32: Výsledek korelační analýzy – průběh interferenčních čar

K tomu, abychom mohli nyní určit hledanou tloušťku vrstvy v nm je třeba z tohoto profilu zjistit jednak tloušťku v pixelech a také to, kolik pixelů odpovídá vlnové délce použitého bílého světla, která je 512 nm.

Z teorie vyplývá, že tloušťka v pixelech odpovídá polovině velikosti schodku. Protože jsou ale interferenční čáry v profilu zešikma a při odečítání údajů by docházelo ke zkreslování a tedy k chybám, je nutné tyto čáry vyrovnat a to s použitím regresních přímek bodů mimo schodek (Obr. 33).

Vlnová délka v pixelech se pak rovná čtyřnásobku průměru vzdáleností bodů dvou sousedních čar.



Obr. 33: Průběh interferenčních čar posunutých kolem hodnoty 0

Pro výpočet tloušťky vrstvy v nm používáme následující vztah

$$t(\text{nm}) = \frac{t(\text{px})}{\lambda(\text{px})} \cdot \lambda(\text{nm}) = \frac{\text{min} - \text{max}}{2\lambda(\text{px})} \cdot 512 \quad (44)$$

Analýzou šesti čar bylo získáno šest různých výsledků (Tab. I), ze kterých byl vypočítán průměr a zjištěna odchylka.

Tab. I: Přehled výsledků analýzy

	$\lambda = 216,1 \text{ (px)}$	
	tloušťka (px)	tloušťka (nm)
	24,7	59
	25,5	60
	25,9	61
	25,8	61
	24,9	59
	27,4	65
průměr	25,9	61
odchylka	0,4	1

Hledaná tloušťka této měřené vrstvy je tedy $61 \pm 1 \text{ nm}$.

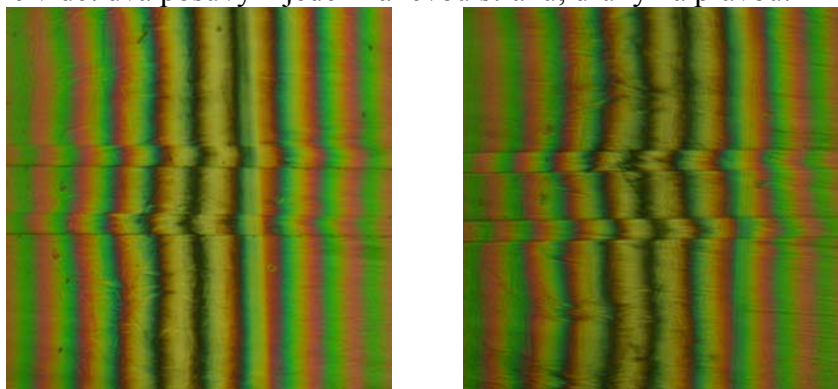
Vzhledem k většímu počtu dat a jejich vícenásobnému průměrování lze používanou metodu stanovení tloušťky vrstvy považovat za metodu velice přesnou.

Kromě velikosti fázového posuvu a hodnoty vlnové délky v pixelech lze z profilu interferenčních čar vyčíst také něco o homogenitě povrchu. Platí, že čím méně rovný bude průběh čar, tím je vzorek více nehomogenní.

3.4.2 Interference na rýze

Vzorek byl připraven nanesením souvislé vrstvy PEDOTu na skleněnou podložku. Ve vrstvě pak bylo uděláno několik rýh a celá struktura se nakonec přepařila hliníkem.

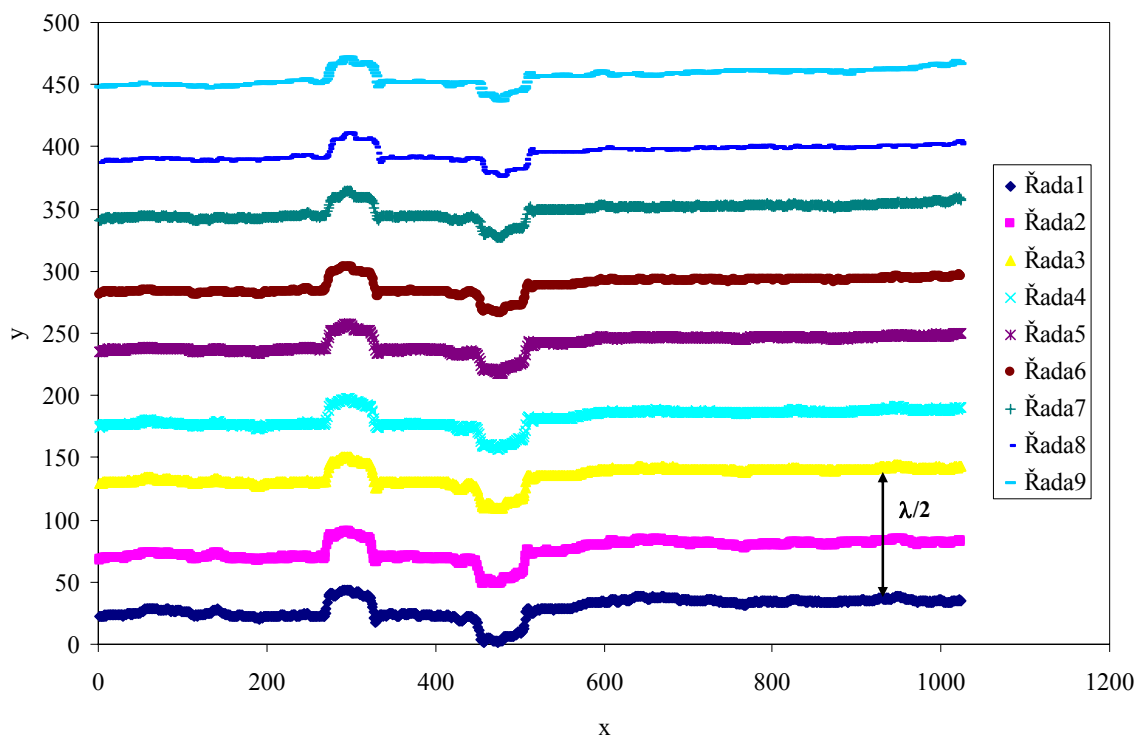
Na interferenčních obrázcích (Obr. 34) fotografovaných ze strany hliníku i ze strany skla jsou zřetelně vidět dva posuvy – jeden na levou stranu, druhý na pravou.



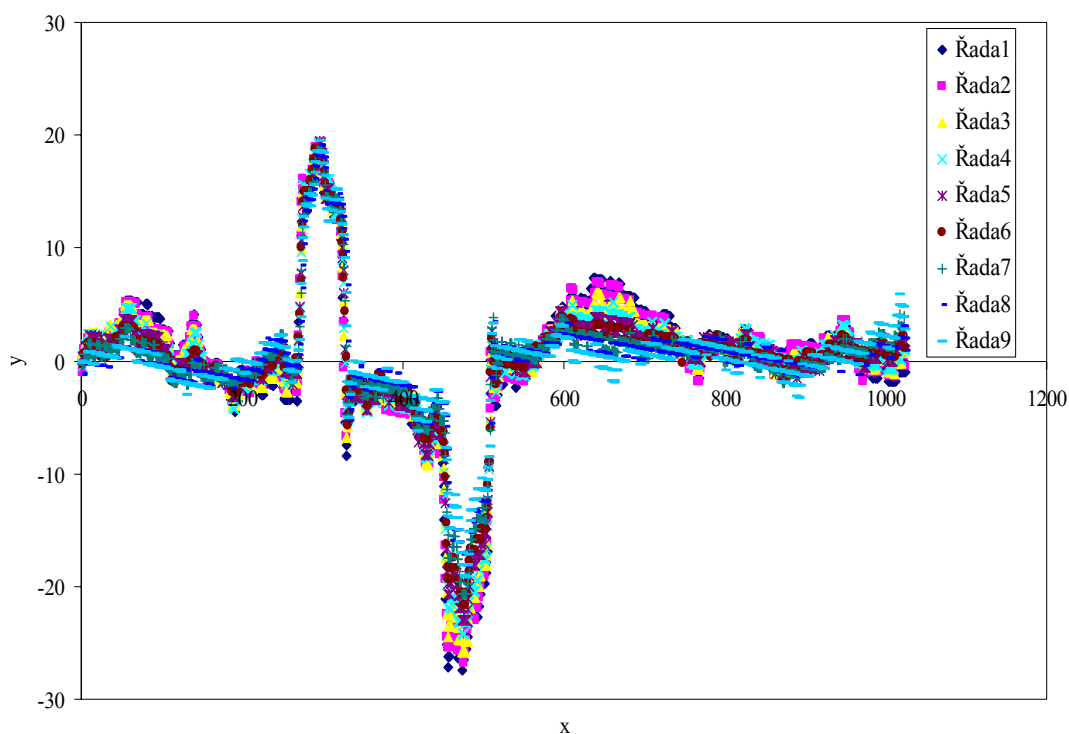
Obr. 34: Interferenční obrázky fotografovány ze strany kovu a ze strany skla

Při zpracování obrázku postupujeme úplně stejně jako v předchozím případě. Hlavními dvěma kroky analýzy jsou tedy stanovení fázového posuvu a nalezení počtu pixelů, které odpovídají vlnové délce použitého světla – 512 nm a to pomocí tzv. korelace.

Po provedení korelační analýzy (Obr. 35) a vyrovnaní (Obr. 36) byly získány následující průběhy čar



Obr. 35: Profily interferenčních čar vzorku R2 (měřeno ze strany kovu)



Obr. 36: Profily interferenčních čar po jejich vyrovnaní kolem hodnoty 0

Každá interferenční čára má své maximum a minimum. Po odečtení jejich vzdálenosti dostaneme hodnotu rovnající se čtyřnásobné tloušťce vrstvy (v pixelech).

Vlnová délka v pixelech se opět stanoví jako čtyřnásobek průměru rozdílů hodnot 2 sousedních čar.

Pro určení tloušťky tenké vrstvy v nm v případě interference na rýze je třeba předchozí vztah (44) modifikovat do tvaru

$$t(\text{nm}) = \frac{t(\text{px})}{\lambda(\text{px})} \cdot \lambda(\text{nm}) = \frac{\text{min} - \text{max}}{4\lambda(\text{px})} \cdot 512 \quad (45)$$

V následující tabulce jsou uvedeny výsledky této analýzy (Tab. II).

Tab. II: Přehled výsledků analýzy

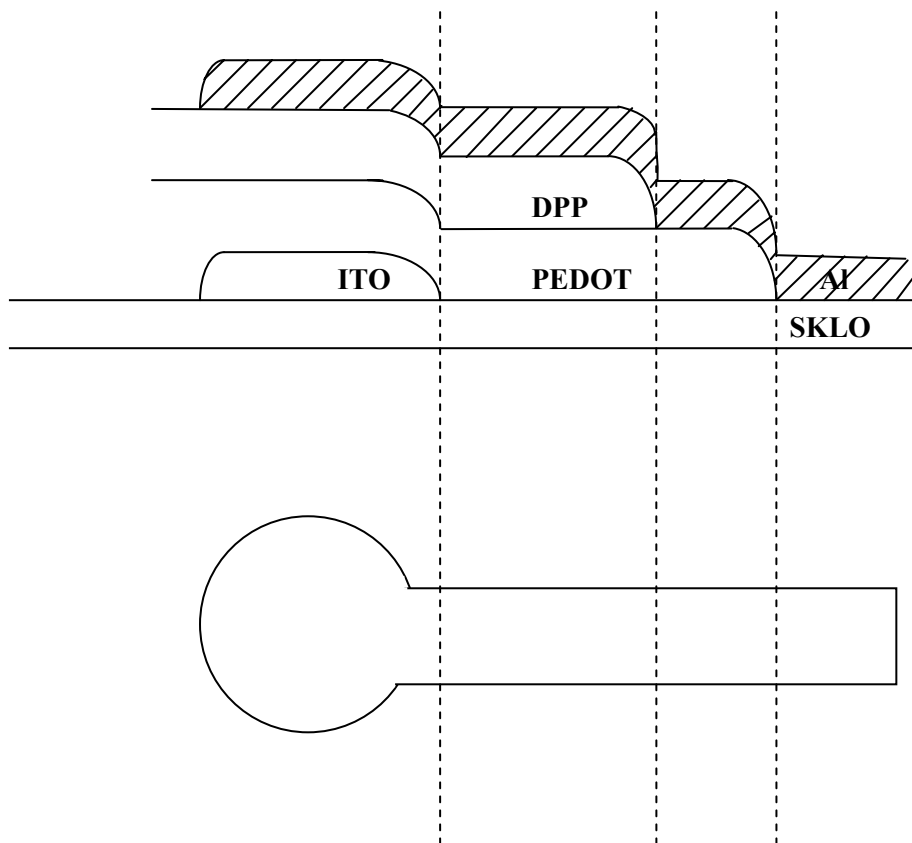
	kov ($\lambda = 213,2 \text{ px}$)		sklo ($\lambda = 213,2 \text{ px}$)		index lomu
	$t_1 \text{ (px)}$	$t_1 \text{ (nm)}$	$t_2 \text{ (px)}$	$t_2 \text{ (nm)}$	
	11,4	27	16,3	39	1,44
	11,4	27	17,4	42	1,53
	11,1	27	16,0	38	1,44
	10,9	26	17,1	41	1,57
	10,6	25	15,5	37	1,46
	10,1	24	16,0	39	1,59
	9,9	24			
	9,3	22			
	9,7	23			
průměr	10,5	25	16,4	39	1,50
odchylka	0,7	2	0,6	1	0,06

Hledaná tloušťka vrstvy vzorku R2 je tedy 25 ± 2 nm.

Jak již bylo zmíněno, měření probíhalo nejen ze strany kovu, ale i ze strany skla. Jestliže podělíme získané hodnoty t_2 (sklo) a t_1 (kov) dostaneme index lomu dané vrstvy $-1,50 \pm 0,06$.

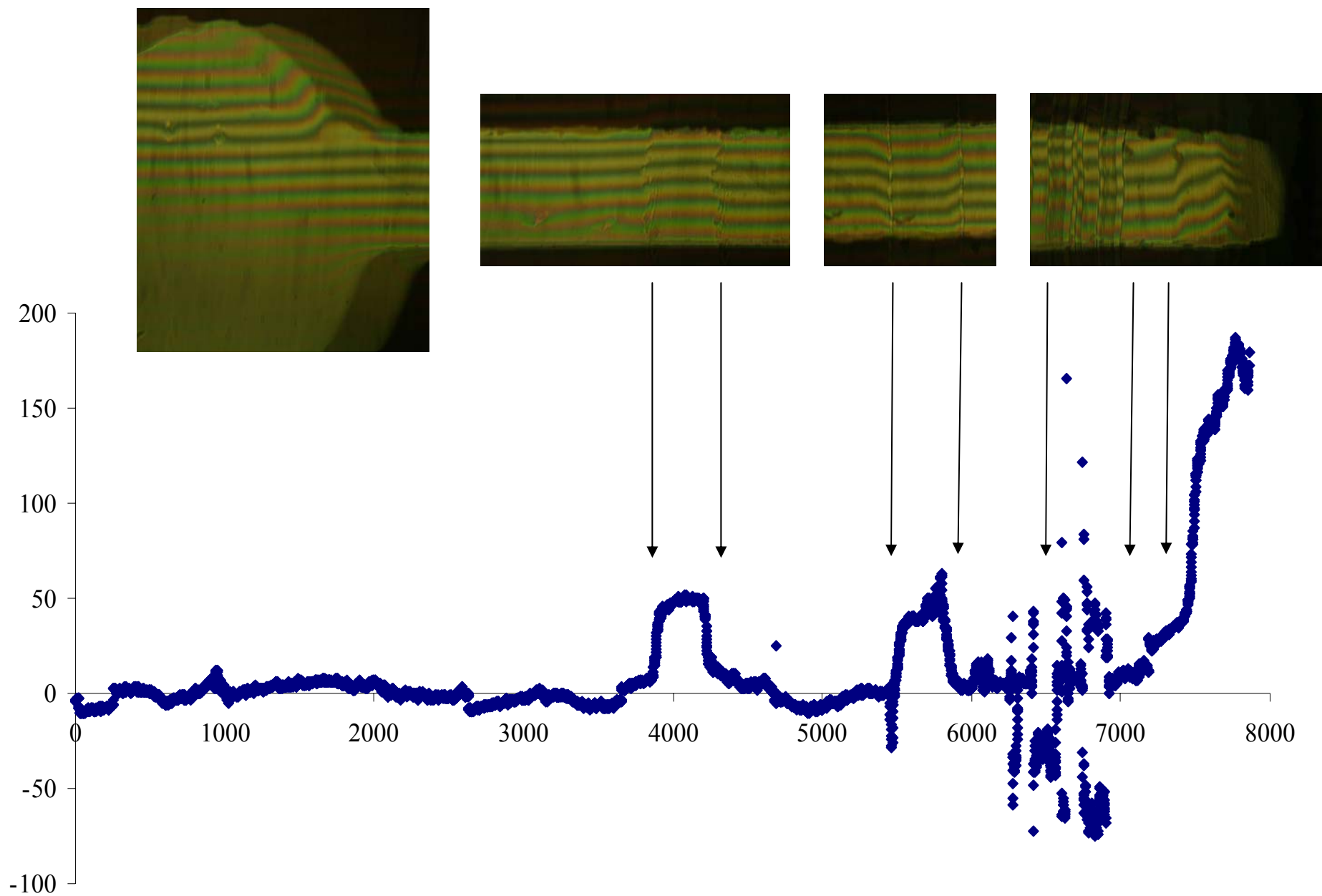
3.5 Výsledky

Otázkou nyní zůstává, zda a jak výše popsany způsob analýzy uplatnit v případě reálných vzorků, které jsou připravovány pro optoelektronické aplikace (Obr. 37).



Obr. 37: Vzorek určený pro optoelektronické aplikace

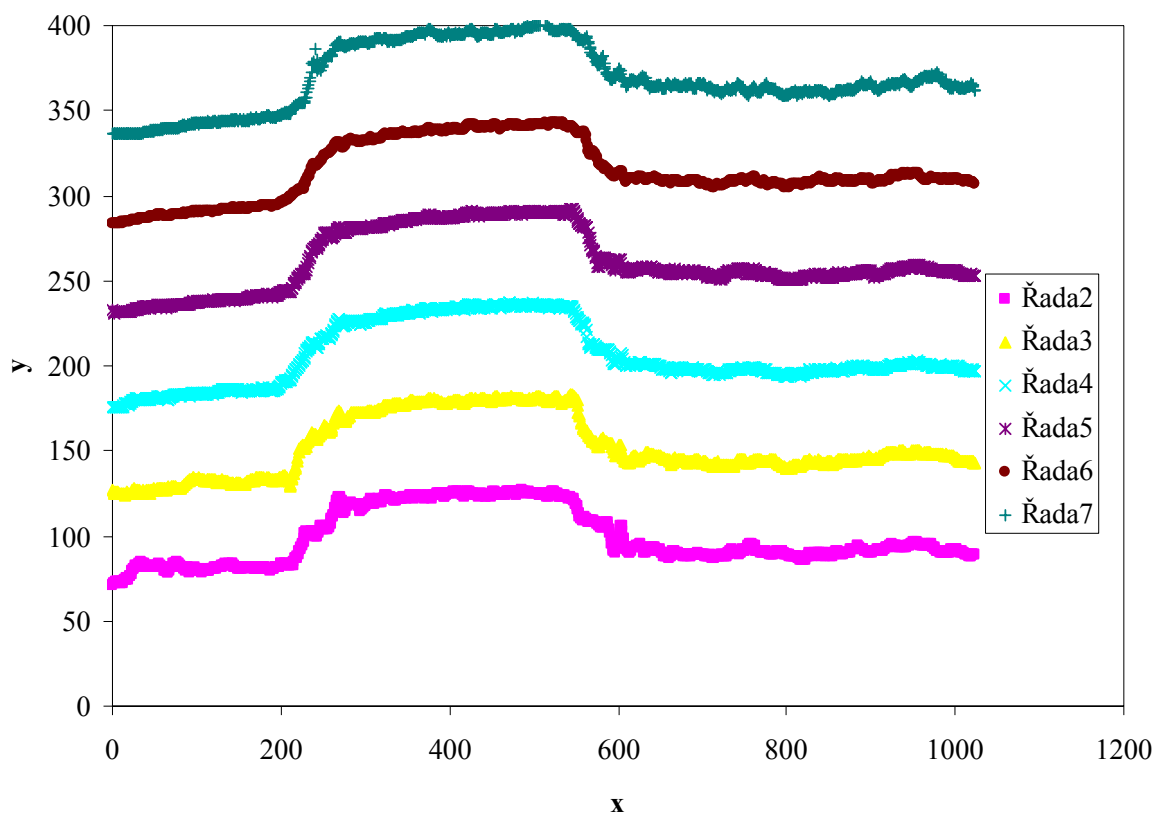
Za pomoci interferenčního mikroskopu a fotoaparátu byla získána série obrázků interferenčních jevů, ke kterým docházelo po celé délce hliníkového kontaktu. Tyto obrázky byly opět analyzovány v programu HarFA a pomocí korelační analýzy byl získán profil čar (Obr. 39). Na něm je zřetelně vidět několik posuvů. První schodek (jdeme-li z levé strany) odpovídá dvojnásobku tloušťky vrstvy ITO, druhý pak dvojnásobku tloušťky polymeru DPP. Dále je zde série bodů, které jsou způsobeny interferencí na rýhách ve vrstvě DPP v koncové části vzorku. Nakonec je na profilu vidět přechod DPP/sklo.



Obr. 38: Profil jedné z interferenčních čar

3.5.1 Určení tloušťky vrstvy ITO – výsledky analýzy

Po provedení korelační analýzy na snímcích interferenčních obrázků vrstvy ITO byl získán následující profil čar:

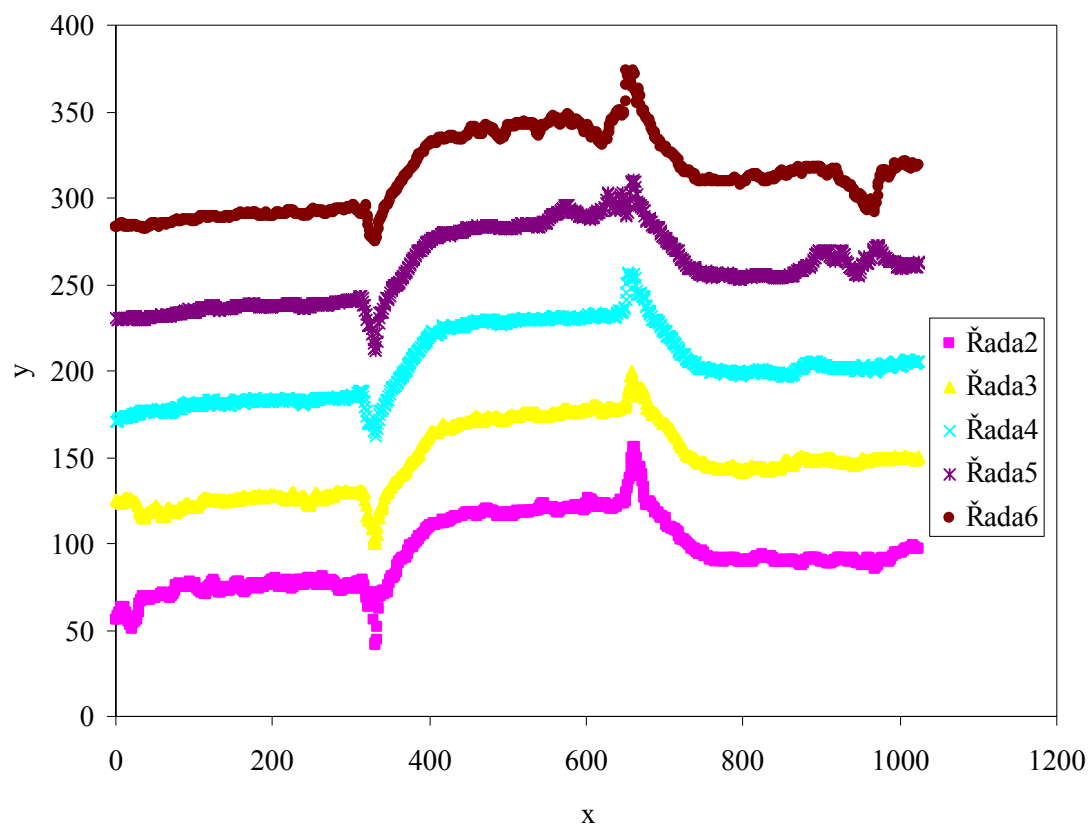


S pomocí tohoto profilu pak byla stanovena tloušťka této vrstvy – $t(\text{ITO}) = 61 \pm 1 \text{ nm}$. Podrobný popis analýzy je v kapitole 2.4.1.

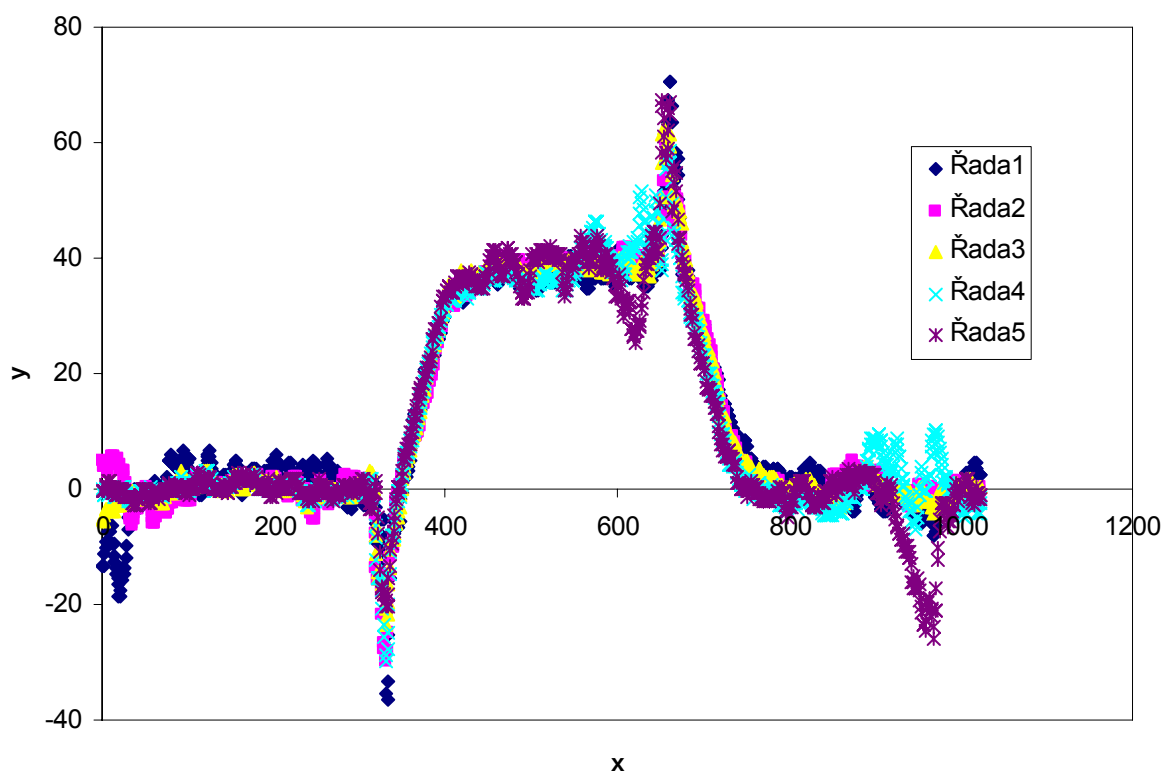
3.5.2 Určení tloušťky vrstvy DPP – výsledky analýzy

Srovnáme-li profil interferenčních čar u vrstvy DPP (*Obr. 39, Obr. 40*) s profilem čar vrstvy ITO, vidíme zde výrazný rozdíl.

U ITO je tvar schodku téměř ideální, hrana přechodu je krásná. Z toho vyplývá, že o této vrstvě můžeme říci, že je ve své tloušťce homogenní. V případě DPP je situace odlišná. Na interferenčních čarách jsou zřetelné skoky v hodnotách v přechodové části, což znamená, že při okrajích je tloušťka vrstvy větší.



Obr. 39: Profil interferenčních čar získaný korelační analýzou



Obr. 40 : Profil interferenčních čar po jejich vyrovnaní kolem hodnoty 0

Výsledky analýzy pěti interferenčních čar jsou uvedeny v tabulce (*Tab. III*)

Tab. III: Přehled výsledků analýzy

	$\lambda = 220,64974 \text{ (px)}$	
	tloušťka (px)	tloušťka (nm)
	26,2	61
	26,5	62
	26,4	61
	29,2	68
	26,3	61
průměr	26,9	62
odchylka	0,9	2

Hledaná tloušťka vrstvy DPP je tedy $62 \pm 2 \text{ nm}$.

4 ZÁVĚR

Práce se zabývala studiem tloušťky tenkých vrstev organických materiálů s použitím metody zvané interferenční mikroskopie. Pomocí fotoaparátu připevněného na hlavu interferenčního mikroskopu byly nejprve zaznamenávány interferenční obrazce na rýhách a hranách připravených vzorků a to jak ze strany skla, tak ze strany kovu. Získané obrázky pak byly podrobeny korelační analýze v programu HarFA. Výsledkem korelace je profil interferenčních čar, ze kterého byly určeny jednak tloušťky vrstvy v pixelech a počet pixelů odpovídající vlnové délce použitého bílého světla – 512 nm. Z těchto hodnot pak byly vypočítány hledané tloušťky vrstev v nm.

V případě tištěné vrstvy PEDOTu označené jako R2 byla zjištěna její tloušťka – 25 ± 2 nm a index lomu $1,50 \pm 0,06$, u reálného vzorku pak byly stanoveny tloušťky vrstev ITO – $t = 61 \pm 1$ nm a DPP – $t = 62 \pm 2$ nm.

5 LITERATURA

- [1] Zmeškal O., Veselý M., Vala M., Bednář P., Bžatek T.: *Image analysis used to study pysical properties of printed organic thin film*. Brno: VUT, Fakulta chemická, 2007.
- [2] Exnar P.: *Metoda sol-gel*. 1.vyd. Liberec: Technická univerzita v Liberci, Fakulta strojní, 2006. ISBN 80-7372-063-9.
- [3] Kalvoda L., Parshin A. S.: *Vybraná témata z fyziky povrchů: vícevrstevné systémy a tenké organické filmy* [online]. [citace 2008_03_23]. Dostupné z: <<http://kipl.fjfi.cvut.cz/skripta/FYPO/FYPO.pdf>>.
- [4] Kazelle J., Kaláb P., Maxa J., Sedlářiková M., Vaněk J., Zatloukal M.: *Výrobní procesy*. Brno: VUT, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, [online]. [citace 2008_03_32]. Dostupné z: <http://147.229.68.79/ute/predmety/MVYP/vyrobní_procesy_S.pdf?PHPSESSID=f9ca62c7fa44c6bcd98feb359da2e843>.
- [5] Kuba J., Mach P.: *Technologické procesy*. Praha: ČVUT, Fakulta elektrotechnická, 1995. ISBN 978-80-01-03617-4.
- [6] Křepelka J.: *Optika tenkých vrstev*. Olomouc: Univerzita Palackého, Přírodopisná fakulta, 1993. ISBN 80-7067-319-2.
- [7] Wikipedie: *Indium Tin Oxide* [online]. [citace 2008_03_30]. Dostupné z: <http://en.wikipedia.org/wiki/Indium_tin_oxide>.
- [8] Libra M.: Naprašování tenkých vrstev. ITO – tenké vrstvy pro elektrotechniku. *Elektro* [online]. [citace 2008_03_26]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=25484>.
- [9] Wikipedie: *Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)* [online]. [citace 2008_03_30]. Dostupné z: <<http://en.wikipedia.org/wiki/Poly%283%2C4-ethylenedioxythiophene%29>>.
- [10] Bednář P., Zmeškal O., Weiter M., Vala M.: Utilization of organic pigments for molecular electrical devices. In *VII. Pracovní setkání fyzikálních chemiků a elektrochemiků, Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity, Brno, 29. – 30. ledna 2007* [online]. [citace 2008_04_12]. Dostupné z: <http://cheminfo.chemi.muni.cz/ktfeh/Setkani07/Sbornik2007_web.pdf>.
- [11] Roční zpráva č. 2 projektu FT-TA4/048: *Nanomateriály a funkcionální systémy na bázi DPP a CPP sloučenin pro elektronické přístroje*. VUT, Fakulta chemická, 2007
- [12] Wikipedie: *Tris(8-hydroxyquinolino)aluminium* [online]. [citace 2008_03_30]. Dostupné z: <[http://en.wikipedia.org/wiki/Tris\(8-hydroxyquinoline\)_aluminium](http://en.wikipedia.org/wiki/Tris(8-hydroxyquinoline)_aluminium)>.
- [13] Kuběna, J., Orel, V.: *Interferenční mikroskop EPIVAL-INTERPAKO-princip a metodický návod*, Brno: Katedra fyziky pevné fáze přírodovědecké fakulty UJEP, Brno 1975
- [14] Kuběna J.: *Interferenční mikroskopie* [online]. [citace 2008_03_26], Brno: ÚFKL Přírodovědecká fakulta Masarykovy University. Dostupné z: <http://www.physics.muni.cz/~kubena/IMv6_soubory/frame.htm>.
- [15] Knyblová, L.: *Fyzikální principy technických měřících metod*, [online]. [citace 2008_01_26]. Dostupné z: <<http://www.knyblova.czweb.org/semestralky/fptmm.pdf>>.

- [16] Zmeškal O., Julínek M., Bžatek T.: *Obrazová analýza povrchu potiskovaných materiálů a potištěných ploch*, [online]. [citace 2008_01_28], Dostupné z: http://www.fch.vutbr.cz/lectures/imagesci/download/cz04_pard03.pdf.
- [17] Zmeškal O., Komendová B., Bžatek T., Julínek M.,: *Hodnocení kvality tiskových bodů metodami obrazové (waveletové) analýzy*, [online]. [citace 2008_01_28], Dostupné z: http://www.fch.vutbr.cz/lectures/imagesci/download/cz05_brat04.pdf.
- [18] Tichopádek P.: *Elipsometrie povrchů a tenkých vrstev – vývoj a aplikace zařízení*. Zkrácená verze Ph. D. teze. Brno: VUT, Fakulta strojního inženýrství, 2006.
- [19] Wikipedie: *Ellipsometry* [online]. [citace 2008_03_26]. Dostupné z: <http://en.wikipedia.org/wiki/Ellipsometry>.
- [20] Eckertová L.: *Populární přednášky o fyzice 21. Fyzika tenkých vrstev*. 1. vyd. Praha, 1973
- [21] *Světelná mikroskopie* [online]. [citace 2008_01_26]. Dostupné z: www.mtfda.szm.sk/subory/defektoskopia2.pdf.
- [22] <http://opto.elchem.szm.sk/Dscn5043.htm> [citace 2008_03_30].
- [23] Wikipedie: *Fresnel equations* [online]. [citace 2008_03_30]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Fresnel_equations.
- [24] Němec D.: Nikon Coolpix 5400 – černý elegán s příslušenstvím. [online]. [citace 2008_03_26]. Dostupné z: <http://www.zive.cz/default.aspx?section=44&server=1&article=115017>.
- [25] Březina J.: Nikon Coolpix 5400 – zásah do černého. [online]. [citace 2008_03_26]. Dostupné z: http://www.fotografvani.cz/art/nov_df_am/cp_5400.html.
- [26] <http://www.digineff.cz/fotaky/03/nikon5400/nikon5400.html> [online]. [citace 2008_03_30].
- [27] http://www.azfoto.cz/web/nikon/nikon_coolpix_5400.php [online]. [citace 2008_03_30].
- [28] Veselý M., Dzik P., Chomoucká J.: *Preparation of polymer films by inkjet printer*. Brno: VUT, Fakulta chemická.
- [29] Ballarin B., Fraleoni-Morgera A., Frascaro D., Marazzita S., Piana C., Setti L.,: *Thermal inkjet microdeposition of PEDOT:PSS on ITO-coated glass and characterization of the obtained film*. Italy: 2004. [online]. [citace 2008_05_10]. Dostupné z: http://www.sciencedirect.com/science?_ob=ArticleURL&_udi=B6TY7-4D75NF3-1&user=640830&coverDate=10%2F20%2F2004&alid=738794237&rdoc=8&fmt=high&orig=search&cdi=5611&sort=d&docanchor=&view=c&ct=8&acct=C000032308&version=1&urlVersion=0&userid=640830&md5=720bc7d40ff400aa7b796da7137728fb.
- [30] Krátký L.: Inkoustový tisk. [online]. [citace 2008_03_26]. Dostupné z: <http://www.grafika.cz/art/tiskarny/inkjet.html>.