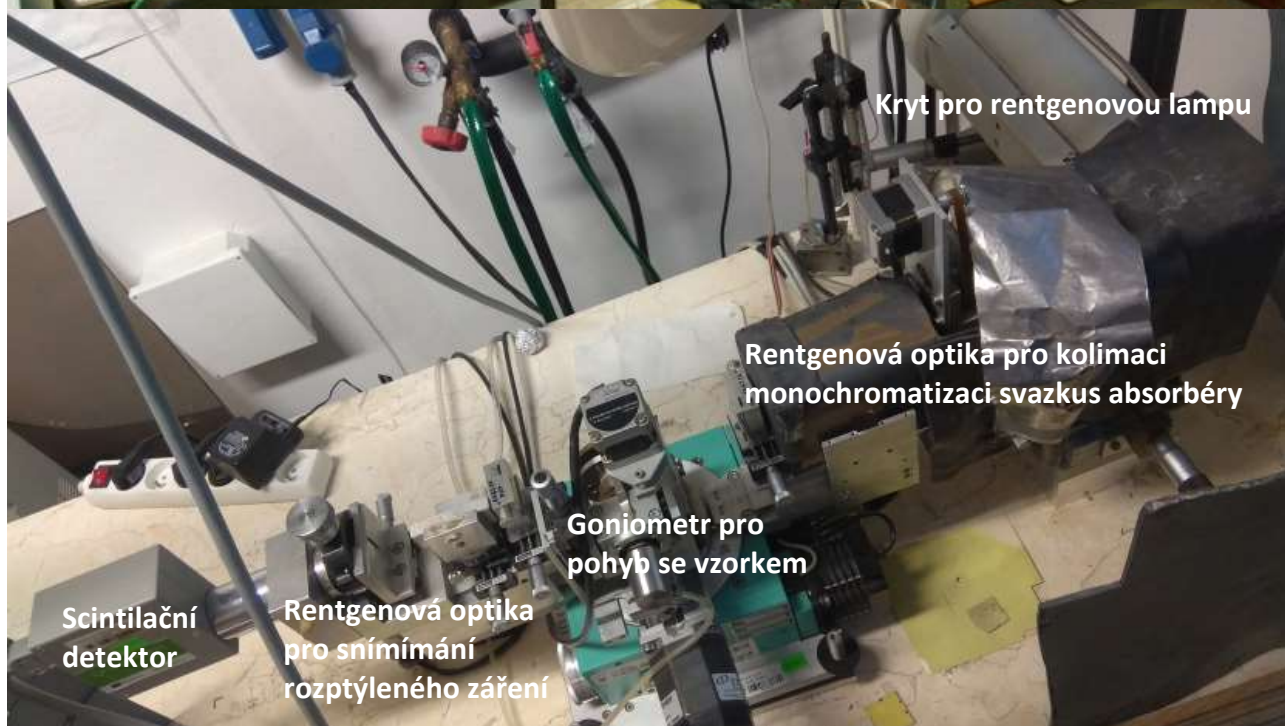


Úloha A1: Měření tloušťky tenké vrstvy rtg odrazivosti

Měření odrazivosti rentgenového záření probíhá na difraktometru (reflektometru) sestaveném ze speciálních komponent, které zaručují optimální podmínky pro vytvoření úzkého, téměř rovnoběžného (kolimovaného) a dobře monochromatického rtg svazku, přesně definovaný pohyb vzorku a správnou detekci měřeného rtg záření detektorem s dobrým rozlišením.

Na obr. 1 je fotografie celého zařízení společně s difraktometrem umístěným za posuvným skleněným stíněním, se zdroji pro rentgenky a posuvy motorků a s řídicím počítačem pro ovládání. Detailní přehled difraktometru při pohledu shora je pak na obr. 1 (dole).



Obr. 1 Celkové přehled experimentálního uspořádání difraktometru s řídicí elektronikou (nahore) s jednotlivými součástmi zařízení v detailu (dole).

Rentgenové záření pro měření odrazivosti na tenkých vrstvách na substrátu (obvykle např. Si), je generováno pomocí rtg lampy, viz obr. 2, v našem případě s Cu anodou (antikatodou), kdy nejčastěji používáme napětí a proud ze zdroje 40kV a 30 mA, viz obr.3 (uprostřed). Taková rentgenka musí být chlazena, v našem případě pomocí protékající vody v uzavřeném okruhu chlazení, které je nutné nejprve zapnout ve sklepúních prostorách před sepnutím vysokého napětí na rentgence. Před spuštěním vysokého napětí na zdroji pro rentgenku je také důležité otevřít modrý ventil pro přívod vakua k aparatuře, viz obr. 3 (vlevo), aby se jednak odčerpal vzduch v prostoru okolo rtg optiky a také bylo možné přichytit vzorek na goniometr pomocí podtlaku. Samotnou závěrku (propust) rentgenového primárního svazku dopadajícího na vzorek ovládáme červeným tlačítkem na černé krabičce na obr. 3 (vpravo).



Obr. 2 Vlevo: Detail části difraktometru, kde se tvoří a formuje primární rtg svazek pomocí rtg lampy a rtg optických prvků; Vpravo: Fotografie rentgenové lampy bez krytu a schéma uvnitř.

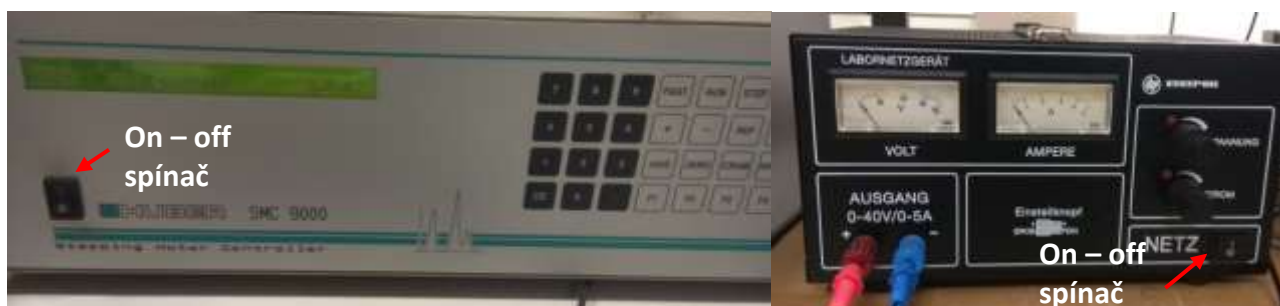


Obr. 3 Detail uzávěru rozvodu vakua pro uchycení vzorku a pro parabolické zrcadlo (vlevo), ovládání zdroje vysokého napětí pro rentgenku (uprostřed) a ovládání závěrky primárního svazku (vpravo).

Zapnutí zdroje vysokého napětí provádíme tak, že po zapnutí hlavního vypínače nejprve spustíme žhavení vlákna rentgenky a teprve po nějaké době začneme editačními tlačítky pomalu zvedat napětí U až na hodnotu 40 kV s pozstupnými přestávkami, a potom nakonec proud I na 30 mA. Mezitím zapneme počítač, kde se také řídíme instrukcemi v návodu přiloženého u PC. Při tom je také třeba zapnout zdroje pro ovládání různých krokových motorků, viz obr. 4 (vpravo) a motorku goniometru firmy Huber na obr. 4 (vlevo).

Po zapnutí vysokého napětí vychází z ohniska rentgenové lampy v úhlovém rozsahu divergence cca 1° nemonochromatické rentgenové záření, které se skládá z brzdného a charakteristického, u něhož dominují čáry Cu Kalfa. Takovéto záření je pro měření odrazivosti nedostatečné a je nutné jej upravit pomocí speciálních elementů rtg optiky. K tomu mohou sloužit buď různé štěrbinové, které jsou ovšem velmi neefektivní z hlediska intenzit, a nebo můžeme použít tzv. multivrstevnatá

zakřivená zrcadla pro kolimaci záření a krystalové monochromátory. Takové Göbelovo parabolické zrcadlo, viz obr. 6 (vpravo), umí ze svazku o divergenci cca 1° udělat téměř rovnoběžný svazek o divergenci pouze cca 0.03° , aniž by výrazně ubylo vyzařovaného výkonu. Protože toto Göbelovo parabolické zrcadlo funguje na principu interference rtg záření na tenkých vrstvách, paprsek vychází ze zrcadla pod daným úhlem pouze pro definované vlnové délky a tudíž slouží tento prvek taky jako částečný monochromátor, který významně eliminuje např. čáry Cu Kbeta. Pokud je pro některé experimenty divergence 0.03° nedostatečná a je potřeba odfiltrovat navíc i čáru Cu Kalfa2 vedle Cu Kalfa1, pak je možné zasunout do svazku navíc krystalový dvouodrazný Ge monochromátor, z něhož vychází svazek pouze o divergenci cca 0.01° . V oblasti monochromatizační rtg optiky před goniometrem se vzorkem se také ještě nachází karusel se řadou Al filtrů různé tloušťky, aby bylo možné záměrně snížit intenzitu svazku pokud je signál vstupující do detektoru příliš vysoký. V takových případech může být použitý detektor výrazně přehlcen, neukazuje správné hodnoty a je nezbytné intenzitu svazku celkově zeslabit o známý koeficient útlumu. Nakonec je velikost a tvar primárního svazku definován štěrbinou č. 1 před goniometrem, viz. Obr. 2 (vlevo) a obr. 5. Obvyklá šířka svazku se pohybuje od 0.1 do cca 0.4 mm pro rtg odrazivost, maximální rozměr svazku je 1.3 mm. Rozměr svazku podé vzorku lze měnit v krocích po 2 mm až do 8 mm, v tomto případě je optimum 4 mm.



Obr. 4 Detail ovladače krokových motorků od firmy Huber. (vlevo) a zdroj pro ovládání krokových motorků Microcon. (vpravo).



Obr. 5 Detailní pohled na štěrbinu tvarující primární svazek společně s olověným krytem krystalového monochromátoru a karuselu s řadou Al absorbérů (vlevo), Ge 2x(220) monochromátor s možností posuvu pod krytem mezi absorbéry a štěrbinou č.1. (vpravo).

Definovaný primární svazek dopadá na vzorek, jehož geometrickou polohu lze přesně nastavit v goniometru. Goniometr má dva základní stupně volnosti, omega -- otáčení vzorkem kolem svislé osy a regulace úhlu dopadu svazku na rovinu vzorku; a 2theta -- otáčení ramenem s detektorem a regulace polohy apertury odkud měříme rozptýlené záření. Úhel omega vztahujeme k povrchu vzorku a úhel 2theta se měří vzhledem k poloze primárního svazku, viz obr. 7 (vpravo nahoře).

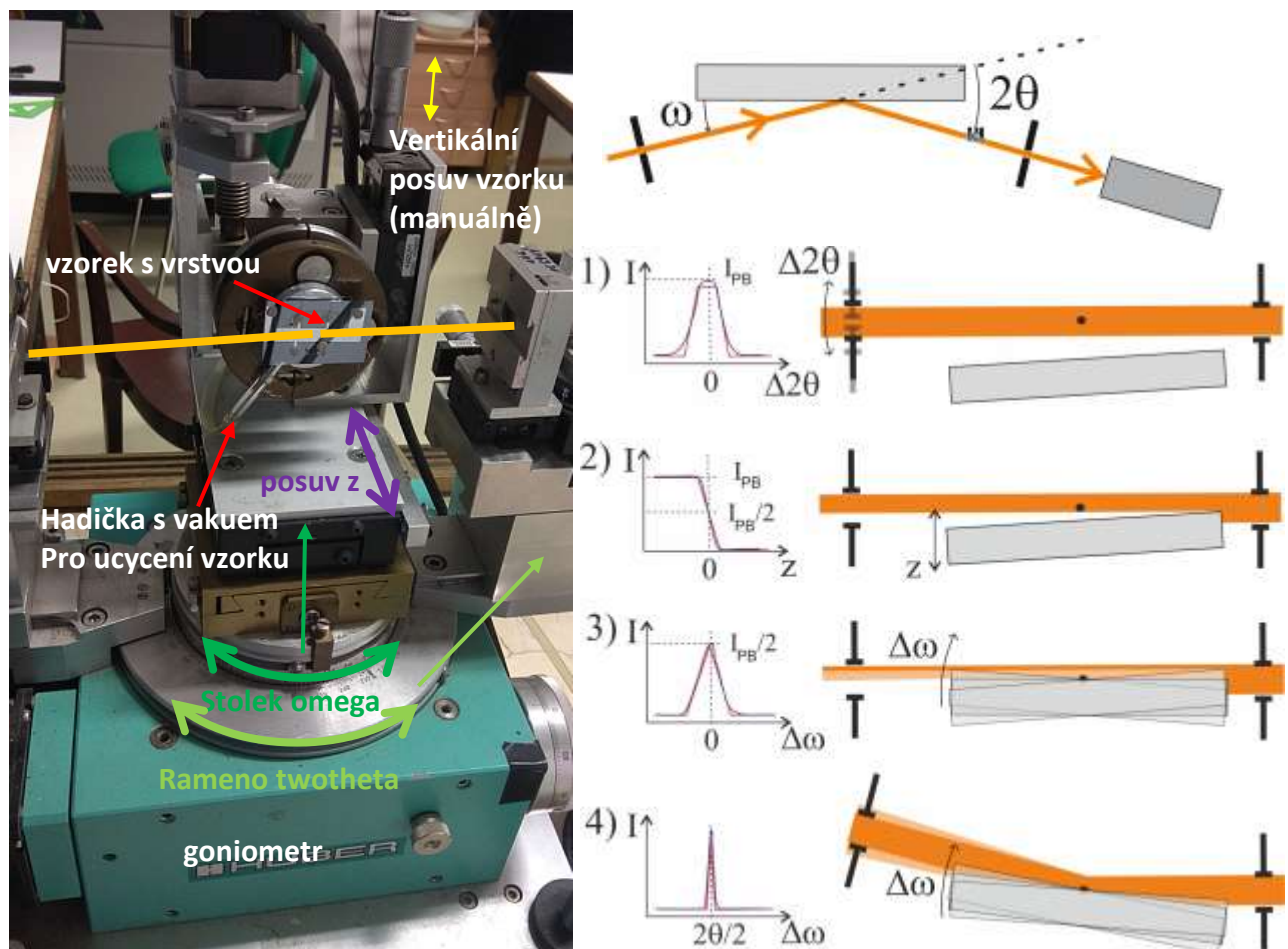
Na stolku se vzorkem, který je možné otáčet o úhel omega jsou navíc umístěny další prvky umožňující pohyb a náklon vzorku také v jiných směrech, viz obr. 7 (vlevo).

Po odrazu na vzorku pak rozptýlené záření detekujeme scintilačním detektorem umístěným na konci ramene s pohybem 2theta. Před tím je ještě rozptýlený svazek upraven tak, aby byl při detekci potlačen signál pocházející z rozptylu na vzduchu a kosmické záření. Za tímto účelem je hned za vzorkem umístěna štěrbinu č. 2 o šířce o něco málo větší než primární svazek tak, aby rozptýlené záření, které dále dopadá na Göbelovo parabolické zrcadlo, bylo v prostoru dobře definované.

Parabolické zrcadlo pak fokusuje svazek do další velmi úzké štěrbině za zrcadlem, tak že do scintilačního detektoru vejde pouze záření přicházející pouze z oblasti definované Göbelovým zrcadlem za štěrbinou č. 2.



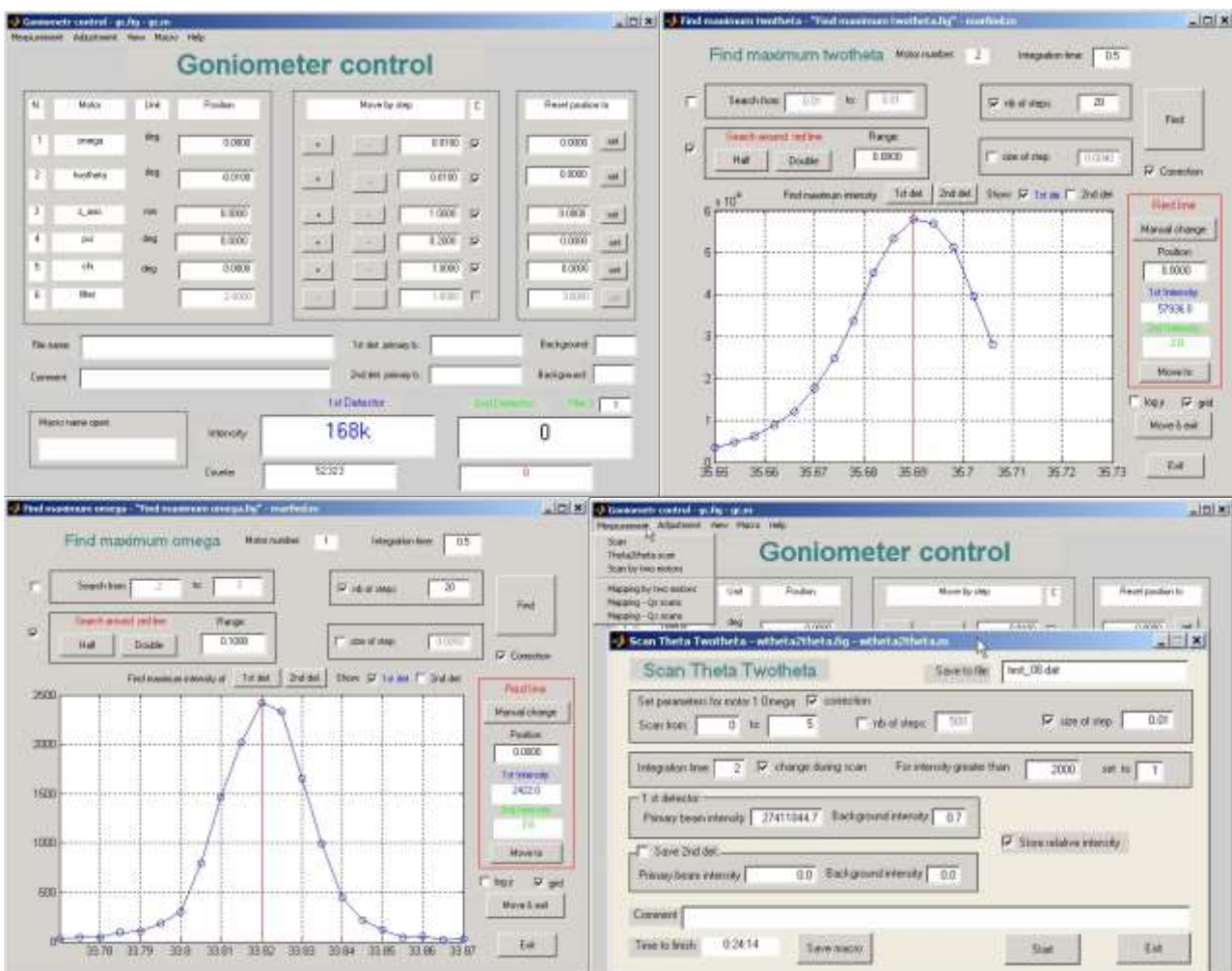
Obr. 6 Detail ramene s detektorem na němž jsou umístěny po řadě štěrbin vymežující tvar odraženého svazku, Göbelovo parabolické zrcadlo fokusující svazek do další velmi úzké štěrbině za zrcadlem a dále do scintilačního detektoru (vlevo). Schéma Göbelova multivrstevnatého parabolického zrcadla sloužící pro fokusaci resp. kolimaci a také monochmatizaci rentgenového záření (vpravo).



Obr. 7 Goniometr firmy huber s ramenem pohybu detektoru [úhel twotheta] a otáčením stoku se vzorkem [úhel omega]. Na stolku s pohybem omega jsou umístěny další možné posuvy vzorku [vertikální a horizontální posun plus otáčení a náklon] a možnost přichycení vzorku pomocí podtlaku vakua (vlevo). Pro rtg odrazivost jsou nejpodstatnější úhly omega a 2theta (vpravo nahoře), přičemž před měřením je nutné souřadnice omega, 2theta a také z, což je posuv podél normály povrchu vzorku správně přednastavit – najustovat postupem popsáním v krocích 1) až 4) (vpravo dole).

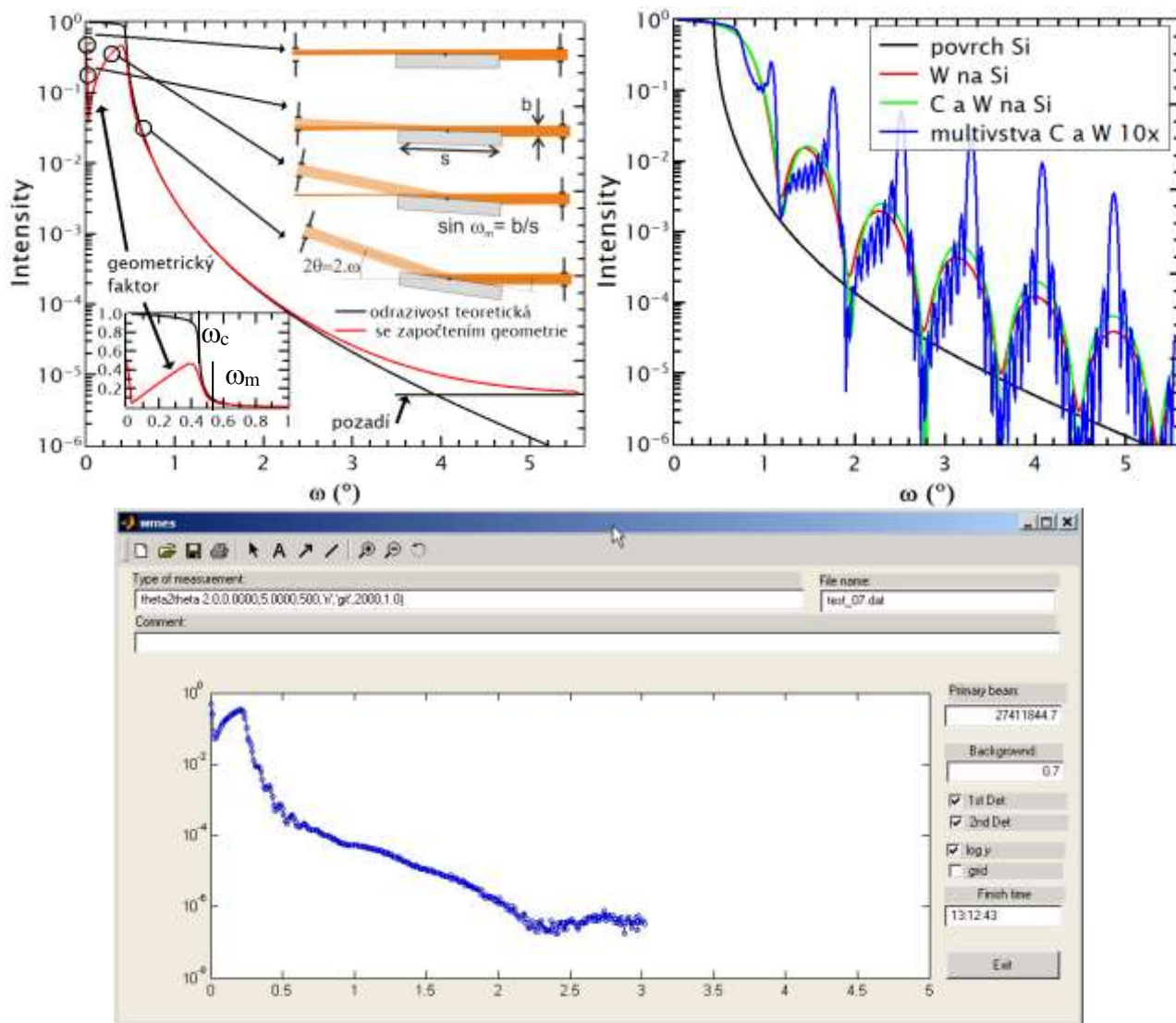
Celé zařízení s difraktometrem je možné nastavovat a řídit prostřednictvím krokových motorků pomocí PC. K ovládání přístroje slouží program MAR provozovaný v programovacím prostředí jazyku Matlab 7. Pomocí tohoto programu provádíme nejen samotná měření rentgenové odrazivosti (případně jiné difrakční experimenty), ale i veškeré pohyby motorků, včetně nastavení všech výchozích poloh motorů před zahájení samotného sběru dat požadované rtg reflexní křivky. Protože před zahájením experimentu nikdy nevíme v jakých polohách se přístroj nachází a po zapnutí PC to neví ani řídicí program, je vždy nezbytné najít případně otestovat nulové polohy a to pro všechny klíčové posuvy, tj. omega, 2theta a z viz. obr. 7 (vpravo dole).

Nejdříve je nutné najít nulovou polohu primárního svazku pomocí posuvu ramene s detektorem podél úhlu 2theta a v místě maximální intenzity resetujeme hodnotu 2theta=0, přičemž se musíme ujistit, že vzorek nezasahuje do cestu primárního svazku obr. 7 (vpravo dole – bod 1)). V dalším zasouváme vzorek již vložený do goniometru podél z souřadnice goniometru, což je směr podél normály k povrchu vzorku. V místě, kdy vzorek zastíní polovinu intenzity primárního svazku I_{PB} , by povrch mohl ležet v ose goniometru, ale protože při umístění vzorku do goniometru nemusí být nutně povrch rovnoběžný se svazkem viz. obr. 7 (vpravo dole – bod 2)), je nutné ověřit orientaci povrchu. To provedeme v dalším kroku, kdy postupně vzorkem otáčíme o úhel omega a hledáme maximum intenzity, ve kterém by vzorek měl být již rovnoběžný se svazkem viz. obr. 7 (vpravo dole – bod 3)). Jestliže maximum intenzity při změně omega v bodě 3 není polovina intenzity primárního svazku I_{PB} , je nutné poté opakovat předchozí bod 2) a mnohdy je třeba iteračně za sebou body 2) a 3) opakovat několikrát až dosáhneme stavu na obr. 7 (vpravo dole – bod 3)), kdy je povrch vzorku rovnoběžný se svazkem a prochází středem goniometru přesně uprosřed svazku a do detektoru dopadá polovina intenzity primárního svazku. Příklady oken programu MAR z ovládací obrazovky na řídicím PC jsou uvedeny na obr. 8.



Obr. 8 Snímky obrazovky s řídicím programem MAR na PC pro měření rtg odrazivosti. Hlavní menu se seznamem motorků, okno pro justaci 2theta a omega a pro spuštění měření odrazivosti.

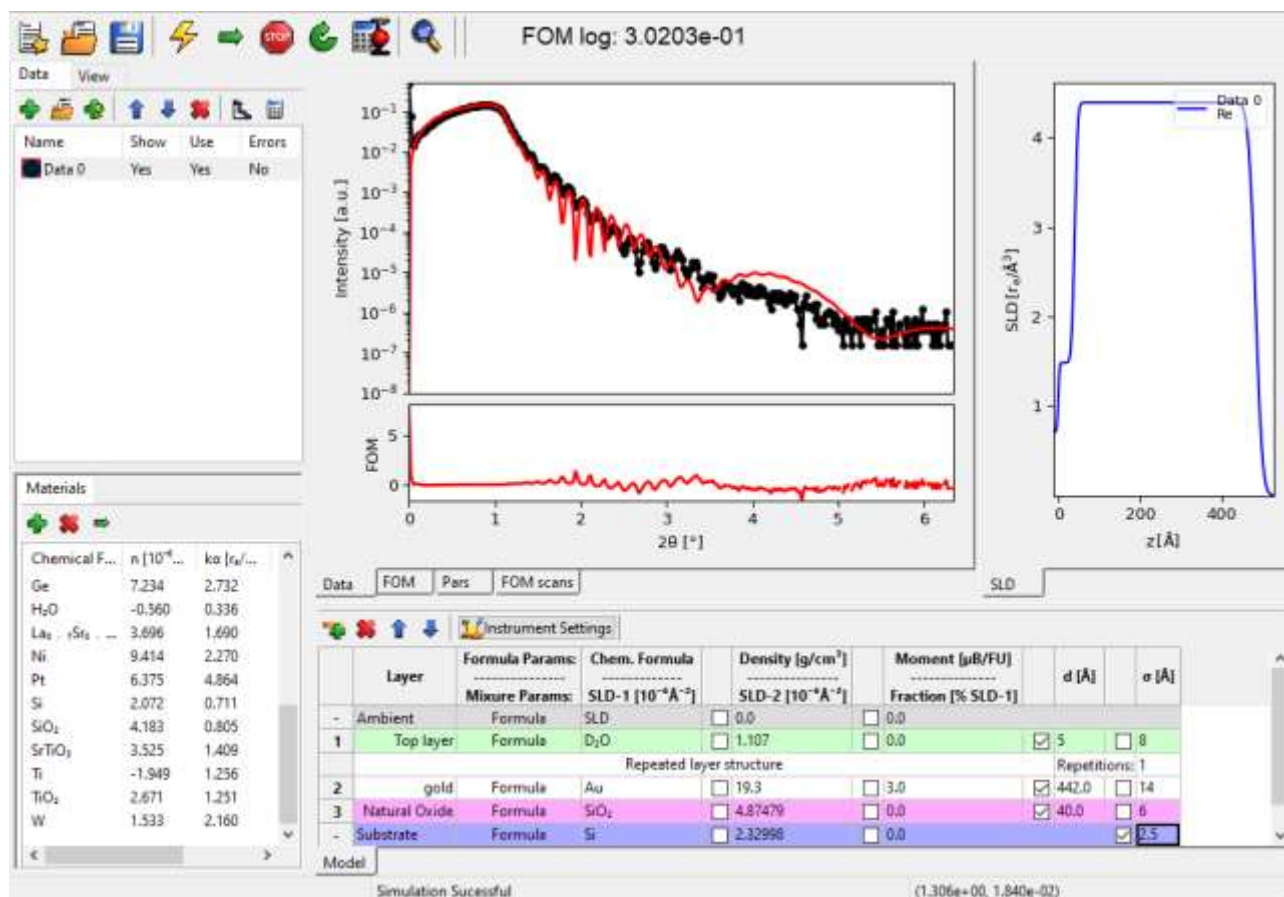
Po té co provedeme nastavení všech nulových poloh 2θ , ω a z (měníme manuálně) můžeme započít s měřením samotné reflektivity. K tomu zvolíme v Menu položku Theta2theta scan a vhodně naplánujeme experiment. Pro optimální měření křivky odrazivosti je vhodné zvolit krok ω 0.01° až 0.02°, integrační dobu na bod cca 1 s až 3 s a většinou postačí měřit v rozsahu od 0 do 5° pro ω podle typu vzorku a vrstev na něm umístěných. Příklady reflexních křivek jsou uvedeny na obr. 9.



Obr. 9 Křivka rtg odrazivosti teoreticky podle Frsnelových vzorců a se započtením geometrického faktoru daným šířkou svazku a velikosti vzorku (vlevo nahoře). Křivka rtg odrazivosti pro různé typy systémů vrstev od jednoduchého povrchu až po periodicky se opakující multivrstvu, která je v obdobné variantě obsažena i v Göbelově parabolickém zrcadle an parabolicky zakřiveném povrchu Si (vpravo nahoře). Okno v průběhu měření rtg odrazivosti v programu MAR (dole).

Během samotného měření se nám postupně zobrazuje křivka odrazivosti pro měřený povrch vzorku tak jak body postupně přibývají. Při tom je vhodné přepnout svislou osu intenzity do log škály, abychm zviditelnili i interferenční vlnky od tenké vrstvy, které mohou být vidět až několik řádů pod intenzitou primárního rtg svazku, viz obr. 9 (dole). Než přepneme do log škály, můžeme si také všimnout, že pro malé úhly dopadu v měřené křivce dominuje vliv geometrie vzorku tak, že intenzita nejprve narůstá lineárně až do doby než celý primární svazek dopadá na povrch vzorku. Do té doby je průmět vzorku do směru šíření dopadajícího záření menší než šířka svazku, a protože pro malé úhly dopadu ω je funkce $\sin(\omega) \sim \omega$, pozorujeme lineární nárůst, viz obr. 9 (vlevo nahoře). Tato mez je dána mezním úhlem dopadu ω_{m} , kdy $\sin(\omega_{m})=b/s$ odpovídá poměru šířky svazku ku délce vzorku. K výsledné odrazivosti se také nakonec přičítá pozadí dané kosmickým zářením, rozptylem na okolních molekulách vzduchu a také elektronický šum elektroniky detektoru.

Naměřenou rtg odrazivost je pak třeba nasimulovat pomocí některého z dostupných programů. Nejlépe se v dnešní době jeví program GenX, který je volně dostupný na internetu. <https://genx.sourceforge.io/> jako OpenSource. Při jeho opoužívání je nutné uvádět citaci na stránkách. Tento program ve verzi 3.1 je uživatelsky velmi přívětivý a umožňuje nejen simulace ale i automatické fitování, včetně zahrnutí geometrického faktoru a pozadí. Příklad okna s analýzou dat tohoto programu je na obr. 10. Pro výpočet je ovšem potřeba převést křivku odrazivosti z úhlů omega do úhlů 2theta a tuto volbu zakliknout i při spuštění programu.



Obr. 10 Příklad okna simulace rtg odrazivosti v programu GenX 3.1 pro zlatou vrstvu na Si.

Pomocí numerické simulace křivky rtg odrazivosti získáme informace o tloušťkách vrstev d nacházejících se na vzorku, ale také drsnosti σ jednotlivých rozhraní a průměrné elektronové hustoty materiálu vrstev.