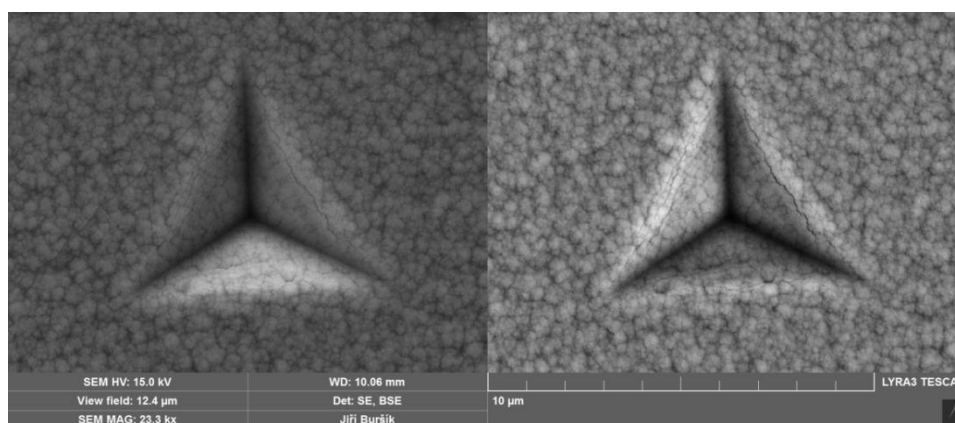


1. Úvodní slovo

Odbornou praxi jsem absolvoval na Ústavu fyziky materiálů AV ČR v Brně pod odborným dohledem RNDr. Jiřího Buršíka, CSc., DSc. Tato praxe byla zaměřena na práci s elektronovými mikroskopy CM12 TEM/STEM Philips a LYRA 3 XMU FEG/SEMxFIB. Pro měření byly použity převážně tenké vrstvy nc-TiC/a-C:H. Výsledky získané těmito měřeními jsem posléze použil ve své diplomové práci.

2. Výroba lamely pro TEM

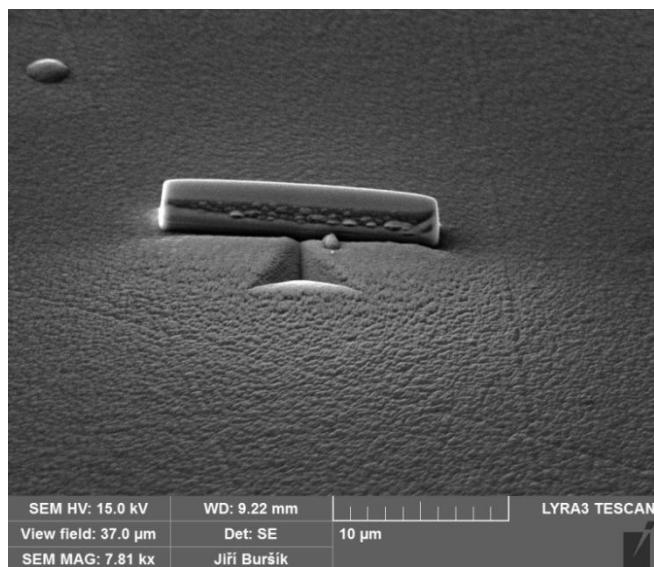
Bylo využito technologie dual-beam mikroskopu LYRA 3 XMU FEG/SEMxFIB od firmy Tescan na výrobu lamely pro analýzu na transmisním elektronovém mikroskopu. Zdrojem iontů galia zde je LMIS (Liquid Metal Ion Source). Volba urychlujícího napětí Ga iontů se pohybuje od 0,5 kV do 30 kV. V rámci této praxe byla úspěšně vyrobena lamela ze vzorku TiC₅₆ při urychlovacím napětím 30 kV. Lamelu jsme připravovali poblíž nanoindentačního vtisku vedeného pod zátěží 500 mN ve snaze určit vliv deformace na strukturu vrstvy. Na obrázku 2.1 je zobrazen tento vtisk v signálech sekundárních elektronů (SE) a zpětně odražených elektronů (BSE).



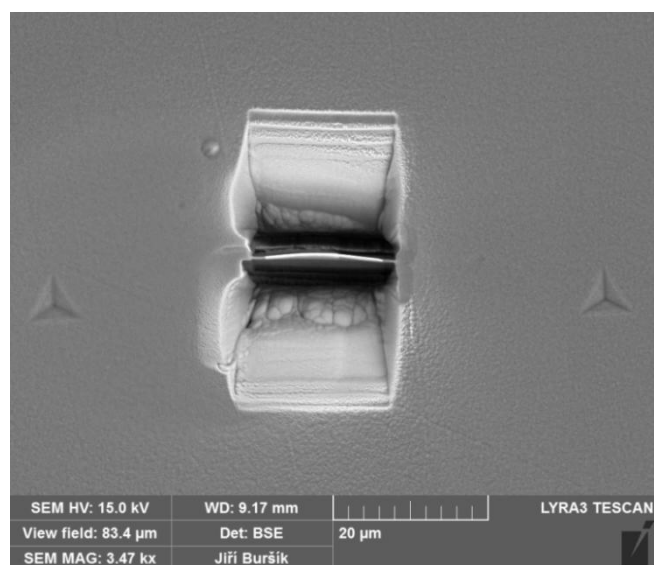
Obrázek 2.1: Vtisk 500 mN v SE (sekundárních elektronech) a BSE (zpětně odražených elektronech).

V první fázi výroby bylo třeba na místo, ze kterého měla být lamela vyrobena, nanést ochranou platinovou vrstvou pomocí technologie GIS. Byl nastaven se tedy nižší

proud galiových iontů (cca. 300 pA), aby docházelo k co nejmenšímu odprašování vrstvy, a dopad těchto iontů pak definoval oblast, kde se deponovala platina principem CVD depozice indukované iontovým svazkem. K tomuto místu byla co nejbližší přisunuta tryska obsahující mimo jiné platinu v plynné fázi. Nadeponovaná platinová vrstva je znázorněná na obrázku 2.2 v signálu SE. Na obrázku je také vidět výše zmíněný 500 mN vtisk. Obrázek je skloněný pod úhlem 54° , protože v době jeho zaznamenání byl iontový tubus v pozici kolmé k povrchu vzorku.



Obrázek 2.2: Platinová vrstva poblíž vtisku.

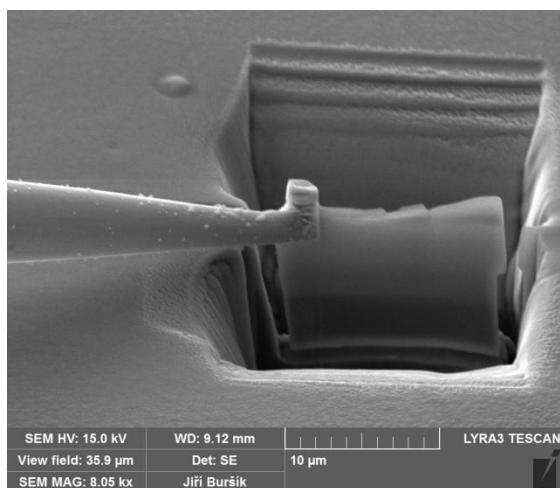


Obrázek 2.3: Dvě odprašované prohlubně po obou stranách vznikající lamely.

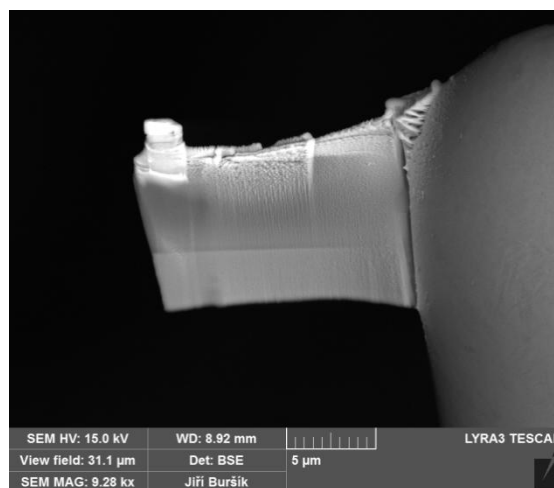
V další části se z obou stran platinové vrstvy nadefinovaly oblasti s postupným růstem hloubky odprášení směrem k platinové vrstvě. Proud iontů byl nastaven na nejvyšší možný (až 16 nA) pro urychlení procesu odprašování. Ovšem svazek s vyšší proudovou hustotou má zároveň vyšší rozbíhavost, a tedy je nevhodné používat nejvyšších proudů v blízkosti ochranné platinové vrstvy, protože hrozí její rychlé odprášení a poškození chráněné oblasti pod ní. Proto se poté na snížení výsledné tloušťky používá postupně nižších proudů galiových iontů. Na obrázku 2.3 je znázorněn výsledek této části výroby. Z obou stran jsou až hluboko do substrátu odprašeny dvě prohlubně s postupně rostoucí hloubkou směrem k vznikající lamelle uprostřed.

Dále pak byl vzorek vhodně nakloněn, abychom mohli s pomocí iontů s vysokým urychlovacím napětím odříznout lamelu. Ta zůstala připevněna pouze na malé části vrstvy. Poté byl k lamelle přiveden manipulační hrot téměř až na dotek. Pohyb hrotu byl sledován a kontrolován v signálu SE. Tento hrot byl opět s pomocí technologie GIS depozicí platiny připevněn k lamelle. Pak byla lamela odříznuta úplně a visela tak pouze na manipulačním hrotu (viz obrázek 2.4a v signálu SE). Podobným způsobem pak byla lamela dopravena a připevněna k Cu mřížce (viz obrázek 2.4b v signálu BSE). Lamelu bylo třeba ještě ztenčit. Pro tyto účely posloužily nízké proudy svazku galiových iontů.

a)



b)

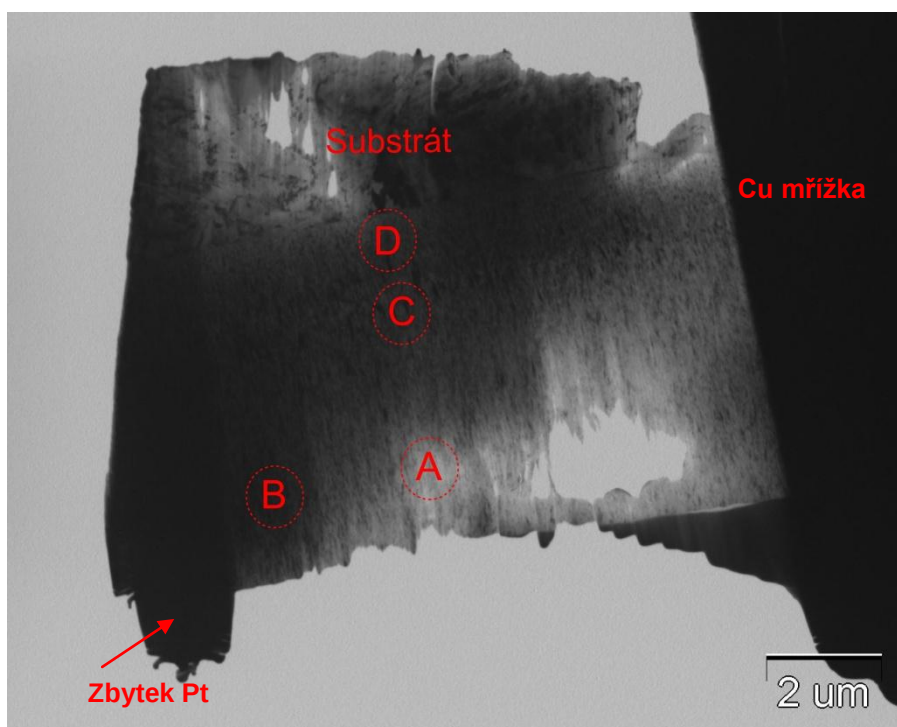


Obrázek 2.4: a) Manipulační hrot připevněný k lamelle. b) Lamela připevněná k měděné mřížce.

3. Analýza na TEM

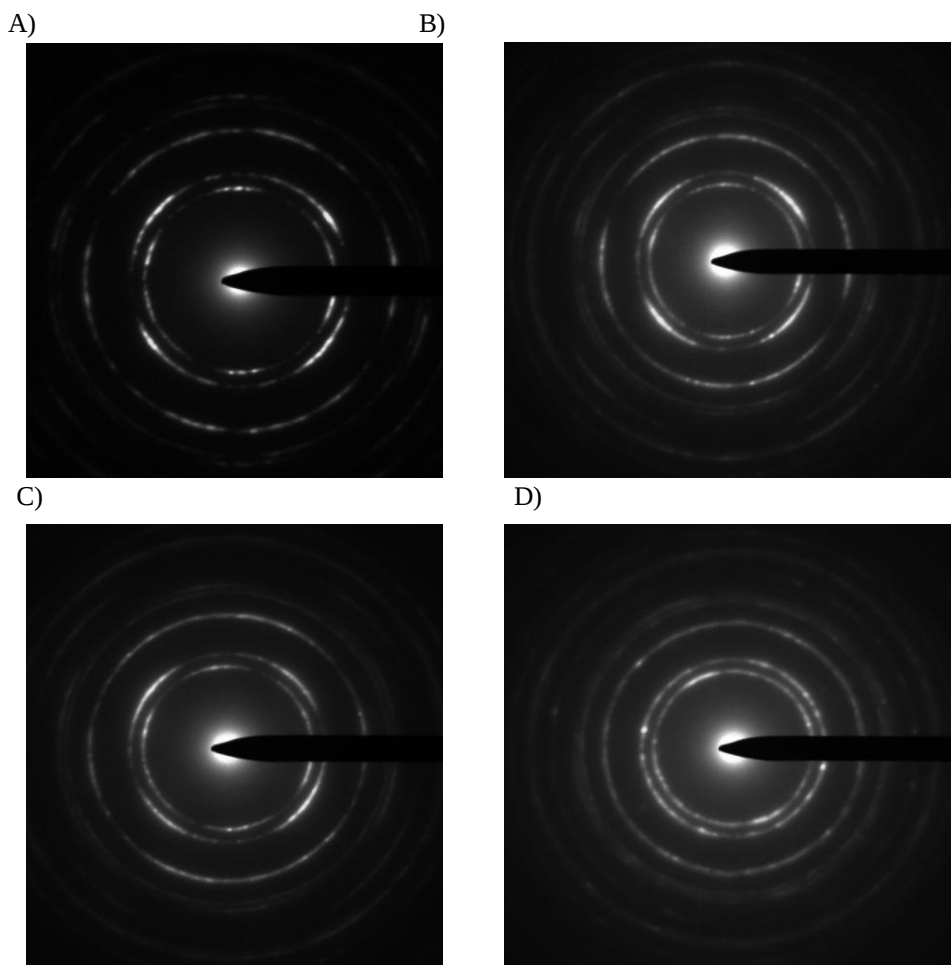
Celá analýza na transmisním elektronovém mikroskopu CM12 TEM/STEM Philips se žhavenou wolframovou katodou. Bylo využito urychlovacího napětí 120 kV. Mikroskop bohužel nemá korekci na stáčení obrazu pro různá zvětšení, takže výsledné snímky jsou vzájemně stočeny.

Nejprve bylo získáno několik difrakčních obrazů z různých míst lamely, abychom mohli prozkoumat vliv plastické deformace kolem místa vtisku na výslednou strukturu. Avšak ukázalo se, že tímto způsobem nebylo možné vliv deformace na strukturu prokazatelně zaznamenat. Lamela byla navíc vyrobena v docela velké vzdálenosti od místa vtisku, jak je vidět na obrázku 2.2. Ovšem taktéž složitost sloupcové struktury našich nc-TiC/a-C:H vrstev může způsobovat obtížnost provést tento typ analýzy u tohoto typu tenkých vrstev. Na obrázku 3.1 je přibližné schématické znázornění míst vyrobené lamely, ze kterých byly brány difrakční obrazy. Místo „A“ je nejbližší místu vtisku, „B“ je od něj dále směrem do strany a „C“ zase do hloubky. Místo „D“ je pak na rozhraní mezi nanokompozitní vrstvou a titanovou mezivrstvou. Je vidět, že lamela je na různých místech různě tlustá. Na několika místech byla dokonce postupným ztenčováním proděravěna.



Obrázek 3.1: Schématické znázornění míst měření difrakčních obrazů.

Na obrázku 3.2 jsou difrakční obrazy náležící patřičným místům ve schématickém znázornění na obrázku 3.1. V místech „A“, „B“ a „C“ je patrná výrazná textura n-TiC/a-C:H vrstvy, která se na difrakčních obrazech prezentuje nerovnoměrnou intenzitou na jednotlivých kružnicích. Tato textura už není tak výrazná, pokud se blížíme směrem k titanové mezivrstvě (místo „D“), kde je intenzita difraktovaných elektronů rovnoměrněji rozptýlena na kružnicích.



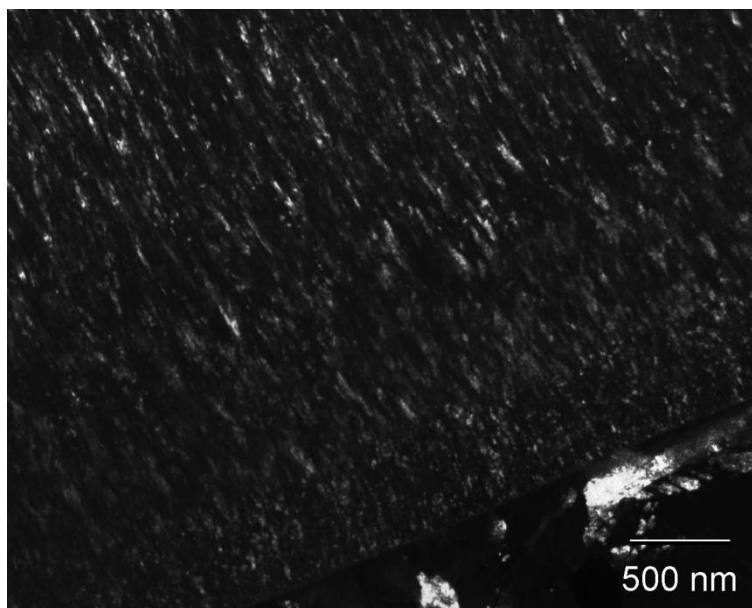
Obrázek 3.2: Difrakční obrazy náležící určitým místům v lamelle vzorku TiC56. „A“ je nejblíže ke vtisku, „B“ posunuté na stranu, „C“ posunuté do hloubky a „D“ je na rozhraní mezi titanovou mezivrstvou a nanokompozitem.

Dvojice obrázků 3.3 a 3.4 zobrazují totéž místo lamely – rozhraní mezi titanovou mezivrstvou a samotnou n-TiC/a-C:H vrstvou. Na obrázku 3.3 je snímek ve světlém poli a na obrázku 3.4 v poli temném. Lze si povšimnout, že obrázky jsou oproti předešlým snímkům otočené. V těchto snímcích je substrát v pravém spodním rohu

snímku. Na obou obrázcích je dobře viditelná titanová mezivrstva, jejíž tloušťka přibližně odpovídá předpokládané hodnotě 700 nm uvedené výše. Oba snímky ukazují, že titanová mezivrstva obsahuje spíše drobná rovnoosá zrna. Nanokompozitní vrstva naopak obsahuje spíše protáhlá zrna. Je tedy patrné, že titanová mezivrstva funguje jako přechod mezi nanokompozitní vrstvou a substrátem, čímž zvyšuje adhezi vrstvy (až na výsledná hodnocení HF0 a HF1 získaná mercedes testem).



Obrázek 3.3: Snímek lamely ve světlém poli.



Obrázek 3.4: Snímek lamely v temném poli.