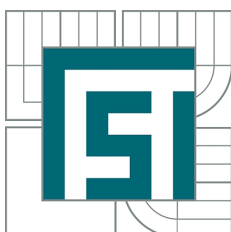


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

REKONSTRUKCE IONTOVÉHO DĚLA A JEHO APLIKACE PRO
TVORBU TENKÝCH VRSTEV A NANOSTRUKTUR
RECONSTRUCTION OF ION GUN AND ITS APPLICATION FOR DEPOSITION OF THIN
FILMS AND NANOSTRUCTURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

TOMÁŠ NOVÁK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. STANISLAV VOBORNÝ, Ph.D.

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá úpravou a experimentálním využitím iontového zařízení, které vytváří a transportuje svazek iontů dusíku o energiích 10^1 – 10^2 eV. V kombinaci s galliovou efúzní celou toto zařízení slouží k depozici tenkých vrstev nitridu gallitého (GaN). Zkrácením jeho iontově–optické části byl výrazně zvýšen proud dusíkového iontového svazku. Zachování ultravakuových podmínek v depoziční komoře je zajištěno diferenciálním čerpáním systému. Optimalizací provozních parametrů upraveného iontového děla byly nalezeny profily proudové hustoty iontového svazku vhodné k experimentům s depozicí GaN. Depoziční rychlost systému se díky zesílení iontového svazku zvýšila z desetin nm/h na více než 10 nm/h. Jako substrát pro depozici slouží k experimentům popsaným v této práci monokrystalický křemík (111). Při depozicích GaN byl sledován vliv množství dopadajícího gallia a iontů dusíku na růst vrstev. Dále byl zkoumán vliv zlatých nanočástic nanesených na substrát na růst GaN vrstvy. Vzorky byly analyzovány elektronovým mikroskopem a mikroskopem atomárních sil. Bylo pozorováno několik specifických morfologií deponovaných vrstev.

Summary

This bachelor's thesis deals with modification and experimental application of the ion device, generating and transporting nitrogen ion beam with energy in a range of 10^1 – 10^2 eV. Together with gallium effusion cell, this device can be used for deposition of gallium nitride (GaN) thin films. Nitrogen ion beam current significantly increased by shortening the optical part of the ion gun. A differential pumping provides the system with ultrahigh-vacuum conditions in the deposition chamber. Profiles of ion current density, appropriate for GaN depositions, were found by the optimization of potentials applied on electrodes of the ion gun. Due to increase of nitrogen–ion current, the deposition rate of the system raised from about tenth of nm/h to more than 10 nm/h. For experiments described in this paper, monocrystalline silicon (111) was used as a substrate. The effect of gallium and nitrogen ion fluxes on GaN growth was investigated, together with the effect of gold nanoparticles on a GaN growth. Thin films were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). Several specific morphologies of thin films were observed.

Klíčová slova

Nitrid gallitý, depozice iontovými svazky, ionty s nízkou energií, tenké vrstvy, zlaté nanočástice.

Keywords

Gallium nitride, ion beam deposition, low energy ions, thin films, gold nanoparticles.

NOVÁK, T. *Rekonstrukce iontového děla a jeho aplikace pro tvorbu tenkých vrstev a nanostruktur*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ, 2011. 35 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Stanislav Voborný, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně za odborného vedení Ing. Stanislava Voborného, Ph.D., a že v seznamu literatury uvádím všechny použité zdroje.

Tomáš Novák

Rád bych mnohokrát poděkoval Ing. Stanislavu Vobornému, Ph.D. za čas a úsilí, které mi věnoval při vedení této práce a za pomoc při experimentech i zpracování. Děkuji společnosti Tescan za možnost využití jejích přístrojů a Mgr. Tomáši Šamořilovi za provedená měření a poskytnuté výsledky. Děkuji také všem kolegům za jejich pomoc a rady, zvláště pak Ing. Miroslavu Rudolfovi, Filipu Ligmajerovi a Ing. Radku Kalouskovi, Ph.D. Velké poděkování patří mé rodině za podporu při studiu i v celém životě.

Tomáš Novák

Obsah

1	Úvod	7
2	Depozice tenkých vrstev nízkenergiiovými ionty	8
2.1	Interakce nízkenergiiových iontů s povrchem pevné látky	8
2.2	Systémy pro depozici vrstev metodou LEIBD	10
2.3	Nitrid gallitý	12
3	Zařízení pro depozici GaN před úpravami	14
3.1	Efúzní cela	14
3.2	Iontové dělo před úpravou	15
3.3	Depozice GaN systémem před úpravami	16
4	Úpravy a optimalizace systému	18
4.1	Úpravy iontového děla	18
4.2	Vakuové čerpání systému	19
4.3	Konstrukční řešení úprav	20
4.4	Další úpravy	20
4.5	Elektrické zapojení iontového děla	21
4.6	Měření a optimalizace proudových profilů iontového svazku	22
4.7	Shrnutí úprav	24
5	Experimenty s depozicí GaN	25
5.1	Substrát pro depozici GaN a jeho příprava	25
5.2	Měření profilu svazku gallia z efúzní cely	25
5.3	Odhad depoziční rychlosti systému	27
5.4	Vliv množství dopadajícího gallia a dusíku na růst GaN vrstvy	28
5.5	Vliv zlatých nanočástic na růst GaN vrstvy	31
5.6	Shrnutí experimentů	33
6	Závěr	34

1. Úvod

Lidé v posledních desetiletích neoddělitelně spojili své životy a chod celé společnosti s užíváním přístrojů, které jsou produktem vědeckého a technického pokroku a jejichž základem je elektronika. Hybnou silou rozvoje elektroniky je polovodičový průmysl využívající poznatků z fyziky pevných látek, povrchů a tenkých vrstev. Právě tenké vrstvy a jejich tvorba jsou důležitou součástí výrobního procesu elektronických prvků, jejichž miniaturizace dosáhla nanorozměrů. Vývoj elektroniky proto souvisí s požadavkem zvyšovat kvalitu připravovaných tenkých vrstev a nanostruktur, nacházet nové postupy jejich tvorby a optimalizovat je pro praktické využití.

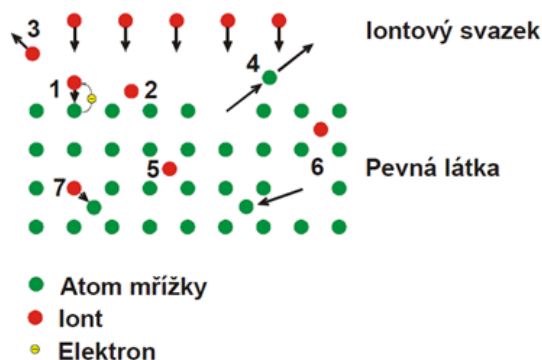
Jednou z nekonvenčních metod nanášení tenkých vrstev je použití svazku iontů o nízké energii pro přímou depozici vrstev (v anglické literatuře označováno převážně jako „Low Energy Ion Beam Deposition“ – LEIBD). Energie iontů dopadajících na substrát se při takovém procesu musí pohybovat v rozmezí $10^0 - 10^2$ eV. Takto nízké energie přináší určité technické obtíže realizace takového postupu.

Tato bakalářská práce se zabývá úpravou iontového děla, které v kombinaci s efúzní celou slouží k depozici tenkých vrstev nitridu gallitého (GaN) metodou LEIBD. Nízký výkon iontového děla dosud neumožnil vytvářet vrstvy z tloušťkami desítek nm a více. Zvýšení depoziční rychlosti umožní studovat růst tenkých vrstev GaN v závislosti na různých depozičních podmínkách. Druhá kapitola se věnuje fyzikálním a technickým principům metody LEIBD a nitridu gallitému jako aplikačně zajímavému polovodiči. Třetí kapitola popisuje uvedené zařízení, shrnuje jeho staré provozní parametry a zdůvodňuje potřebu provedení úprav. Čtvrtá kapitola je pak věnována úpravám a hledání nových provozních parametrů iontového děla. Pátá kapitola se zabývá experimenty s depozicí nitridu gallitého. Výsledky práce jsou shrnuty v závěru.

2. Depozice tenkých vrstev nízkoenergiiovými ionty

2.1. Interakce nízkoenergiiových iontů s povrchem pevné látky

Při depozici materiálu iontovým svazkem je základním dějem srážka iontu s povrchem substrátu. Charakter srážky je ovlivněn mnoha faktory. Mezi nejdůležitější patří druh interagujících částic, struktura a vlastnosti povrchu, teplota substrátu a především energie dopadajícího iontu. Obrázek 2.1 ukazuje nejčastější procesy, ke kterým dochází při dopadu iontu o energii v řádu $10^0 - 10^2$ eV na povrch pevné látky.



Obrázek 2.1: Interakce dopadajících iontů s povrchem pevné látky: 1 proces výměny náboje, 2 adsorpce na povrchu, 3 zpětný rozptyl, 4 odprašování, 5 intersticiální poloha, 6 Frenkelův pár, 7 výměna mřížkové pozice [1].

Neutralizace iontu

Iont je nejprve neutralizován procesem výměny náboje mezi iontem a substrátem („charge exchange“). Při nízkých energiích k tomuto ději dochází již v průběhu přibližování iontu k povrchu [2]. Aby se substrát nenabíjel a neodpuzoval tak další dopadající ionty, musí být dostatečně vodivý a uzemněn. Takto neutralizovaný iont bude i nadále nazýván iontem z důvodu odlišení od atomů substrátu.

Pronikání iontů pod povrch a odprašování

Po dopadu iont podstupuje sérii srážek, při nichž může proniknout pod povrch, zůstat na něm, nebo jej opět opustit. K proniknutí pod povrch musí energie iontu překročit určitou prahovou hodnotu. Vhodnou volbou energie iontů lze tento jev potlačit. Iont se dále může od povrchu jednoduše odrazit zpět, aniž by ovlivnil jeho strukturu. Pokud ale jeho energie převyšuje vazebnou energii atomů na povrchu substrátu, může být terčový atom vyražen ze své mřížkové pozice. Tento jev se nazývá odprašování a z hlediska přímé depozice materiálu má velmi negativní vliv, protože vede ke ztenčování povrchové vrstvy. Významněji se začíná projevovat při energiích iontů v řádu 10^2 eV. Odprašování před-

2. Depozice tenkých vrstev nízkoenergií ionty

stavuje jeden z fyzikálních limitů pro maximální energii, kterou mohou ionty mít, jestliže mají být použity k tvorbě vrstvy [2].

Adsorpce iontu na povrchu

Každý iont má určitou šanci, že na povrchu adsorbuje a stane se jeho součástí. Koefficient ulpění se pro kovy blíží jedné při energiích iontů okolo nebo pod 100 eV [2]. I takové hodnoty ale značně převyšují termální energii částic vázaných v mřížce substrátu (10^{-2} – 10^{-1} eV). Přebytná energie je předána substrátu a může generovat vadu v krystalové mřížce nebo zvýšit difúzní délku iontů na povrchu.

Model dislokační energie

S defekty krystalové mřížky souvisí tvorba Frenkelových párů, tj. intersticiálů a vakancí se zanedbatelnou pravděpodobností rekombinace. Minimální energie, která substrátu musí být předána k vytvoření stabilního Frenkelova páru, se označuje jako dislokační energie E_{dis} („displacement energy“). Maximální energie T , kterou lze přenést z projektilu (dopadající iont) na terčový atom (atom v krystalové mřížce substrátu), lze vypočítat ze vztahu:

$$T = 4E_K \frac{M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2}, \quad (2.1)$$

kde E_K je kinetická energie iontu, M_1 hmotnost iontu a M_2 hmotnost terčového atomu [2]. Označíme-li E_{th} („threshold energy“) minimální kinetickou energii, kterou musí iont mít, aby došlo k přenesení energie dostatečné k vytvoření Frenkelova páru, pak dosazením E_{th} za E_K , E_{dis} za T a vyjádřením E_{th} získáme

$$E_{th} = E_{dis} \frac{(M_1 + M_2)^2}{4M_1 M_2}. \quad (2.2)$$

Pokud energie iontů značně převyšuje hodnotu E_{th} , obsahuje vrstva i substrát velké množství defektů [2].

Při experimentech, popsaných v 5. kapitole, byl jako substrát pro depozici GaN často používán monokrystalický křemík s krystalografickou orientací (111) a příměsovou vodivostí typu n. Velikost dislokační energie pro tento materiál je 22 eV při pokojové teplotě [2]. Iont dusíku N_2^+ má téměř stejnou hmotnost jako atom křemíku, proto je E_{th} v tomto případě také přibližně 22 eV.

Při energiích menších než E_{th} stále dochází k tvorbě vad. Iont se může zastavit v intersticiální pozici, aniž by vytvořil vakanci, případně může vyrazit atom substrátu z jeho mřížkové pozice a nahradit jej. Ukazuje se však, že v určité míře jsou tyto defekty užitečné, protože vytváří na povrchu nestabilní podmínky, které jsou vhodné pro růst kvalitních vrstev [2]. Proto právě ionty s energií o něco menší než E_{th} mohou být optimální pro depozici tenkých vrstev metodou LEIBD.

Tvorba chemických vazeb

Chemické reakce hrají při růstu vrstvy stěžejní roli. Čím nižší energii ionty mají, tím více se uplatňují chemické procesy. Ionty s hypertermální energií (10^0 – 10^2 eV) mohou snadno rozbít chemické vazby nebo dodat aktivační energii pro vznik vazeb, které by jinak nemohly vzniknout. To umožňuje udržovat substrát během depozice na nižší teplotě než

2.2. Systémy pro depozici vrstev metodou LEIBD

je obvyklé u jiných metod, kdy je třeba dodávat energii ohřevem substrátu. Pro růst vrstvy je důležitá povrchová difúze. Umožňuje atomům zachyceným na povrchu najít místo energeticky výhodné z hlediska chemických vazeb a vytvářet nukleační zárodky. Ty jsou pak základem rostoucí vrstvy [2].

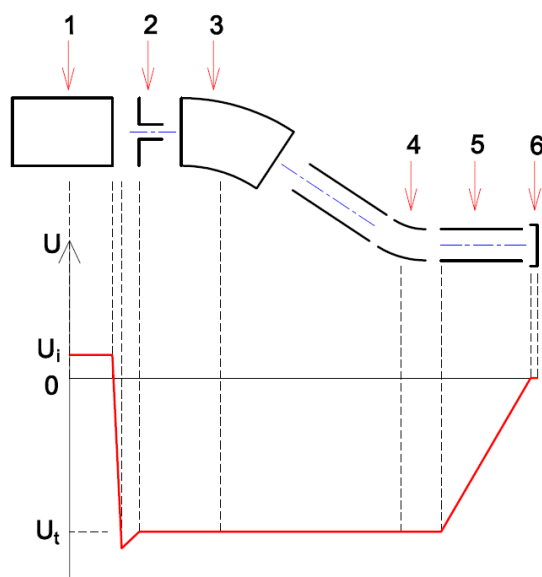
Při depozici vrstev nízkenergiiovými ionty se uplatňuje mnoho jevů. Komplexnost tohoto procesu je překážkou ve vypracování přesného teoretického modelu, který by spolehlivě popisoval a zdůvodňoval všechny děje. Proto je nutné studovat růst vrstev při přesně definovaných podmínkách a efektivně vyhodnocovat výsledky. Metoda LEIBD je v tomto ohledu pro studium růstu tenkých vrstev velmi výhodná.

2.2. Systémy pro depozici vrstev metodou LEIBD

Pro dosažení kvalitních vrstev je nezbytné zajistit co nejmenší kontaminaci vrstvy iontovým svazkem, substrátem a prostředím v depoziční komoře. Konstrukce zařízení pro depozici nízkenergiiovými ionty bývá poměrně složitá. Vychází z potřeby vytvořit a dopravit na substrát dostatečně silný svazek iontů o nízké energii, který obsahuje minimální množství nečistot. Substrát pro depozici tenké vrstvy bývá umístěn v ultravakuové („ultra-high vacuum“–UHV) komoře. UHV podmínky zvyšují čistotu vrstvy a umožňují používat in situ analytické techniky, aniž by byl vzorek vystaven atmosférickým podmínkám. V kombinaci s jinými zařízeními lze LEIBD systémy používat k depozici tenkých vrstev a multivrstev. Výhodou této technologie je možnost dobře kontrolovat provozní parametry zařízení (množství a dopadovou energii iontů).

Problém představují nízké energie iontů. Při požadovaných energiích (10–100 eV) a používaných proudech se odpudivé coulombovské síly projevují natolik výrazně, že by se jejich působením svazek ihned po extrakci z iontového zdroje rozšířil a zanikl by. Proto musí být ionty urychleny elektrickým potenciálem v řádu kV na vysokou transportní energii. Odpudivé síly sice působit nepřestanou, ale při vysoké rychlosti iontů se nestihnou projevit. Transportní potenciál musí být dodržován na celé ose dráhy iontů. Na konci transportní optiky (před dopadem na substrát) jsou ionty zpomaleny. Elektrické pole je konzervativní, proto energie iontů v elektronvoltech číselně odpovídá rozdílu potenciálů místa vzniku a zániku iontů, tedy přibližně napětí mezi anodou iontového zdroje a substrátem. Schéma na obrázku 2.2 ukazuje hlavní součásti iontového zařízení pro depozici nízkenergiiovými ionty a typický průběh potenciálu U na ose transportní optiky. Celé zařízení se obvykle skládá z iontového zdroje a iontově-optických transportních a vychylovacích prvků, jejichž součástí je hmotnostní separace iontového svazku.

Iontový zdroj (obrázek 2.2, pozice 1) musí mít malou energiiovou šířku a dostatečný iontový proud svazku. Extrakční elektroda (pozice 2) urychluje ionty z výbojové komory zdroje a formuje je do svazku. Svazek prochází hmotnostním separátorem (pozice 3), obvykle sektorovým magnetem nebo Wienovým filtrem. Zde jsou ze svazku odděleny ionty nečistot a vícenásobně ionizované atomy. Ve svazku mohou procesem „charge exchange“ vznikat rychlé neutrální částice. Ty mohou při dopadu na substrát poškozovat deponovanou vrstvu. Optická osa proto bývá zahnutá a svazek vychylován (pozice 4). Elektrostatické vychylování nepůsobí na rychlé neutrály, které tak naráží do součástí optického systému a jsou ze svazku odstraněny. Na konci transportní optiky je decelerační systém (pozice 5). Substrát (pozice 6) je většinou uzemněn z důvodu možné analýzy vrstev v průběhu depozice a potřeby zahřívání vzorku.



Obrázek 2.2: Hlavní části zařízení pro depozici nízkenergií ionty: 1 iontový zdroj, 2 extrakce iontů, 3 hmotnostní separátor, 4 vychylování svazku, 5 decelerační optika, 6 substrát. Pod jednotlivými částmi je zobrazen průběh potenciálu U na ose transportní optiky. U_i je potenciál určující energii částic při dopadu na substrát, U_t je transportní potenciál.

Vakuové podmínky depozice

Na čistotu tenkých vrstev má velký vliv tlak v depoziční komoře v průběhu experimentu. Většina metod přípravy tenkých vrstev vyžaduje tlak snížený na takovou hodnotu, při které nedochází k nepřiměřené kontaminaci tenké vrstvy. Depoziční rychlosti metody LEIBD jsou velmi malé a zařízení pro depozici tenkých vrstev touto metodou proto bývá součástí UHV aparatury. V laboratorních podmínkách se většinou jedná o soustavu vakuových komor, k nimž jsou připojena různá depoziční a analytická zařízení, umožňující vytvářet a in situ analyzovat povrchy a tenké vrstvy.

Před depozicí musí být substrát zbaven nečistot a umístěn do UHV aparatury, aby před růstem vrstvy nebyl povrch vzorku kontaminován. I ve vakuovém prostředí ale dochází k pomalé kontaminaci povrchu částicemi reziduálního plynu. Při samotné depozici pak musí být tlak dostatečně nízký a depoziční rychlost naopak vysoká. Počet molekul reziduálního plynu $\frac{dn_a}{dt}$ dopadajících na jednotkovou plochu za jednotku času za předpokladu, že všechny částice po dopadu zůstanou na povrchu (koeficient ulpění $S = 1$) a za teploty $T = 300$ K je dán výrazem

$$\frac{dn_a}{dt} = 1,5 \cdot 10^{23} \frac{P}{\sqrt{M_r}}, \quad (2.3)$$

kde P je tlak v Pa a M_r relativní molekulová hmotnost [2]. Počet deponovaných iontů $\frac{dn_i}{dt}$ dopadajících na jednotkovou plochu za jednotku času je

$$\frac{dn_i}{dt} = \frac{J}{q}, \quad (2.4)$$

2.3. Nitrid gallitý

kde J je proudová hustota a q náboj dopadajících iontů. Počet deponovaných iontů musí být podstatně větší, než počet dopadajících částic reziduálního plynu. Porovnáním výrazů 2.3 a 2.4 lze odhadnout hodnotu pracovního tlaku při depozici. Např. pro svazek iontů N_2^+ ($M_r = 28$) s proudovou hustotou $J = 20 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ platí, že tlak v depoziční komoře musí být podstatně nižší než $P \ll 4 \cdot 10^{-4}$ Pa. UHV podmínky jsou tedy pro dosažení kvalitních vrstev nutností.

Iontové zdroje pracují při mnohem vyšších tlacích než je oblast ultravakua¹. Zajištění UHV podmínek v depoziční komoře proto není jednoduché a systémy pro depozici nízkoenergieovými ionty musí být čerpány diferenciallyně, tj. rozdělením systému do několika samostatně čerpaných částí, vzájemně oddělených aperturami s malým průměrem.

2.3. Nitrid gallitý

Nitrid gallitý (dále jen GaN) je polovodič se zajímavými vlastnostmi z hlediska možnosti využití v elektronice. Jelikož se tato práce zabývá zařízením, které syntetizuje vrstvy GaN, v následujících odstavcích bude tento materiál stručně charakterizován.

GaN patří mezi polovodiče s přímým přechodem mezi valenčním a vodivostním pásem. Nejběžněji se vyskytuje v termodynamicky stabilní šesterečné modifikaci strukturního typu wurtzitu. Je chemicky i tepelně velmi stabilní a má výbornou tepelnou vodivost. Některé jeho fyzikální vlastnosti jsou shrnuty v tabulce 2.1. GaN má ve srovnání s jinými polovodiči široký zakázaný pás. Jeho šířka může být modifikována mísením s jinými kovy III. podskupiny, jejichž nitridy (AlN, InN) mají podobné vlastnosti jako GaN. Odolnost GaN umožňuje vyrábět tranzistory pro výkonovou elektroniku, používanou i při vysokých teplotách a v chemicky agresivním prostředí. GaN laserové diody pracující na vlnové délce 405 nm jsou využity k zápisu a čtení dat z Blu-ray disků. V současnosti jsou tenké vrstvy na bázi GaN využívány především v elektroluminiscenčních i laserových diodách emitujících světlo v barvách spektra od žluté po fialovou nebo ve fotodetekčních prvcích [3].

Parametr	Hodnota
Hustota (298 K)	6,81 g·cm ⁻³
Teplota tání	> 1973 K
Mřížkové parametry a, c (Wurtzit)	$a = 0,3189$ nm $c = 0,5185$ nm
Šířka pásu zakázaných energií	3,39 eV

Tabulka 2.1: Vybrané fyzikální vlastnosti nitridu gallitého [3]

Největším problémem z hlediska výroby GaN je nedostatek vhodných substrátů. Substráty dostupné pro homoepitaxní růst (epitaxní² růst vrstvy na podložce z totožného materiálu) jsou drahé a nevyrábí se ve velkých rozměrech. U substrátů pro heteroepitaxní

¹Např. zdroj iontů dusíku, popisovaný v kapitole 3.2, pracuje při tlaku ve výbojové komůrce v řádu 10^{-1} Pa.

²Epitaxní růst znamená orientovaný růst monokrystalické vrstvy s krystalografickým vztahem k substrátu.

2. Depozice tenkých vrstev nízkenergií ionty

růst (materiál podložky a vrstvy je jiný) je problémem rozdíl mřížkových parametrů a koeficientů teplotní roztažnosti vůči GaN. Tento problém je zvláště významný u křemíku, nejběžnějšího substrátu používaného při výrobě elektronických prvků. Technologie výroby monokrystalického křemíku je na vysoké úrovni a výrobní náklady jsou ve srovnání s jinými materiály nízké. Proto se hledají cesty, jak vytvářet kvalitní epitaxní vrstvy na křemíku. K překonání rozdílných mřížkových parametrů vrstvy a substrátu se používá nanášení tzv. mezivrstev („buffer layers“) nebo nukleačních vrstev. Mezi materiály, které jsou pro depozici GaN vhodnější, patří safír (Al_2O_3), hexagonální karbid křemíku (SiC), oxid zinečnatý (ZnO) nebo arsenid gallitý (GaAs) [3].

Nejrozšířenější metoda přípravy GaN se řadí mezi chemické metody a je založena na epitaxním růstu z plynných fází. Podle zkratky anglického názvu „Metalorganic Chemical Vapour Deposition“ je označována jako MOCVD. Gallium je dodáváno ve formě organokovové sloučeniny, dusík ve formě amoniaku. Růst probíhá za vysoké teploty substrátu (700–1050 °C). Jiné, fyzikální metody přípravy, jsou založeny na růstu vrstvy z molekulárních svazků („Molecular Beam Epitaxy“–MBE). Využívá se např. kombinace efúzní cely a disociačního atomárního zdroje [1]. Fyzikální metody depozice GaN zpravidla umožňují ve srovnání s chemickými postupy lépe kontrolovat depoziční podmínky a provádět depozice za nižších teplot substrátu.

Méně obvyklou variantou fyzikálních metod depozice GaN je využití iontového zdroje k tvorbě iontů dusíku. Takový systém umožňuje kontrolovat energii iontů dusíku a odstranit ze svazku nečistoty pomocí hmotnostního separátoru (viz oddíl 2.2). Právě takové zařízení slouží v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně v kombinaci s efúzní celou k syntéze tenkých vrstev GaN. Úprava a experimentální využití tohoto systému je hlavním tématem této práce. Popisu zařízení se věnuje následující kapitola.

Při depozici GaN metodou LEIBD dopadá na substrát svazek iontů N_2^+ . Atomy dusíku jsou v molekule N_2 vázány poměrně silnou trojnou vazbou. Energie této vazby je 9,8 eV [5]. Při syntéze GaN musí dojít k disociaci molekuly dusíku na dva atomy dusíku. Má-li se každý z těchto atomů navázat s atomem gallia za vzniku GaN, musí mu zůstat energie potřebná k vytvoření vazby. Dle údajů uvedených v [6] je hodnota této energie při teplotě 298 K přibližně 1,6 eV. Dopadající iont tedy musí mít dostatek energie k disociaci a tvorbě vazby. Z uvedených údajů vyplývá hodnota minimální požadované energie dopadajícího iontu dusíku při depozici GaN:

$$E_{i,min} = 9,8 \text{ eV} + 2 \cdot 1,6 \text{ eV} = 13 \text{ eV} \quad (2.5)$$

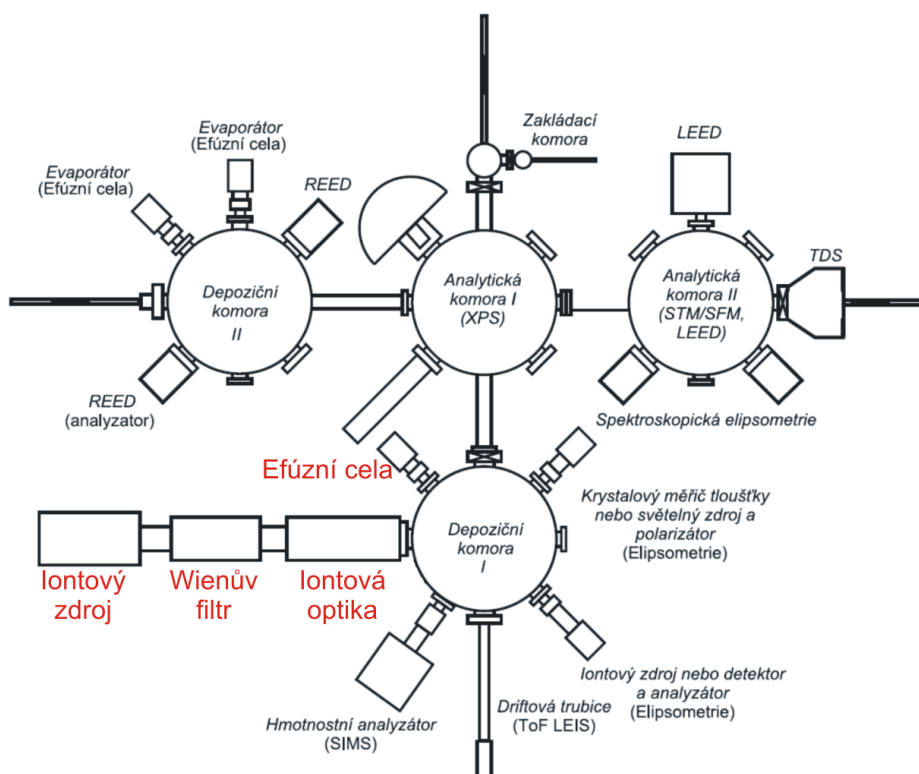
Z úvah provedených na základě modelu dislokační energie (viz oddíl 2.1) plyne, že iont by substrátu neměl předat energii větší, než je hodnota $E_{th} = 22 \text{ eV}$, jinak bude generováno velké množství defektů v substrátu i vrstvě. Přičtením této hodnoty získáme maximální vhodnou energii dopadajícího iontu:

$$E_{i,max} = E_{i,min} + E_{th} = 35 \text{ eV} \quad (2.6)$$

Pro depozici GaN metodou LEIBD na křemíkový substrát by se optimální energie dopadajících dusíkových iontů měla podle těchto úvah pohybovat v rozmezí 13–35 eV. Tento odhad je však vzhledem ke komplexnosti dějů na povrchu substrátu a při růstu vrstvy pouze orientační.

3. Zařízení pro depozici GaN před úpravami

V laboratoři povrchů a tenkých vrstev na ÚFI je využívána komplexní ultravakuová aparatura umožňující zkoumat povrchy, vytvářet tenké vrstvy, pracovat s nimi, modifikovat je a zkoumat je různými analytickými metodami.



Obrázek 3.1: Schéma UHV aparatury, používané v laboratoři povrchů a tenkých vrstev na ÚFI. Zkratky popisují instalované analytické metody. Červeně jsou označena zařízení, kterých se týká tato práce.

Ultravakuová aparatura slouží také k depozici tenkých vrstev GaN. K tomu se využívá dvou zařízení, připojených do Depoziční komory I (obrázek 3.1). Iontové dělo vytváří ionty dusíku o definované energii a formuje je do požadovaného svazku, který zaměřuje na substrát. V efúzní cele je elektronovým svazkem zahříváno gallium, jehož páry jsou rovněž přiváděny na substrát. Iontové dělo prošlo v minulých letech mnoha úpravami, které zajistily jeho funkčnost, spolehlivost a stabilitu. Zařízení se využívá pro přímou depozici tenkých vrstev GaN za různých podmínek na různé substráty a k modifikaci připravených vrstev.

3.1. Efúzní cela

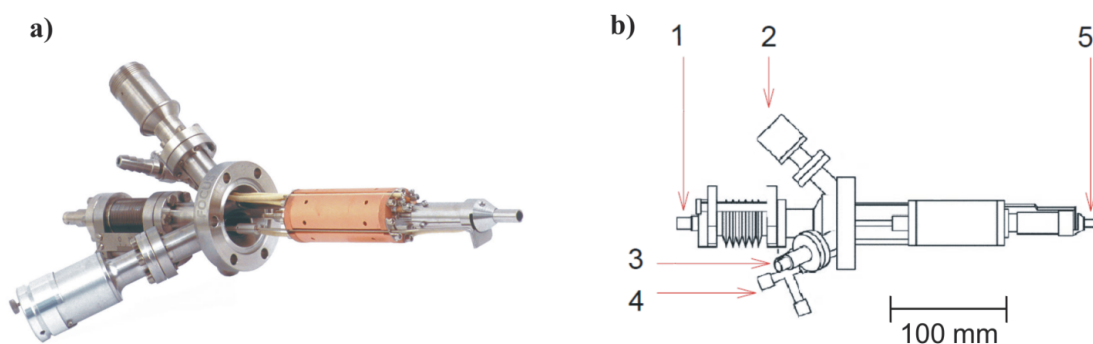
Efúzní cela slouží k napařování tenkých vrstev v prostředí ultravakua. Pracuje na principu zahřívání deponovaného materiálu a transportu jeho par na substrát. Materiál je umístěn

ve válcovém molybdenovém kelímku. Svazek elektronů o energii v řádu stovek eV zahřívá materiál v kelímku a ten se po zahřátí intenzivně odpařuje. Páry jsou vyvedeny kolimační trubicou efúzní cely a ve formě svazku částic dopadají na substrát.

Kelímek je od vnějšího prostředí tepelně izolován a efúzní cela je umístěna ve vodou chlazeném měděném válci, který brání úniku tepla a nežádoucímu přenosu tepla do ultra-vakuové aparatury. Důležitou součástí je stínící clonka („shutter“), která umožňuje zavřít výstup efúzní cely a časově tak synchronizovat svazek částic se svazkem iontů z iontového děla.

Pomocí ovládací jednotky nastavujeme a sledujeme pracovní parametry efúzní cely: napětí na kelímku a emisní proud elektronů. Těmito parametry lze nastavit tok vypařovaných atomů. Cela má zabudovaný monitor vypařených iontů, který podává orientační informaci o ionizované části atomů ve svazku. Můžeme také sledovat teplotu efúzní cely pomocí zabudovaného termočlánku [8].

Efúzní celou lze napařovat různé materiály (např. Ga, Au, Si, Fe, Ag). Materiál v jiných efúzních celách může být umístěn i jinak než v kelímku a způsob zahřívání se taktéž může lišit. Vždy závisí na konkrétní aplikaci a materiálu. K experimentům s depozicí GaN, které jsou popsány v 5. kapitole této práce, byla využívána efúzní cela EFM3 firmy Omicron (obrázek 3.2).



Obrázek 3.2: a) Efúzní cela EFM 3 a b) její schéma: 1 přívod vysokého napětí, 2 ovládání stínící clonky, 3 monitorování toku gallia, 4 vodní chlazení, 5 výstup svazku [8].

3.2. Iontové dělo před úpravou

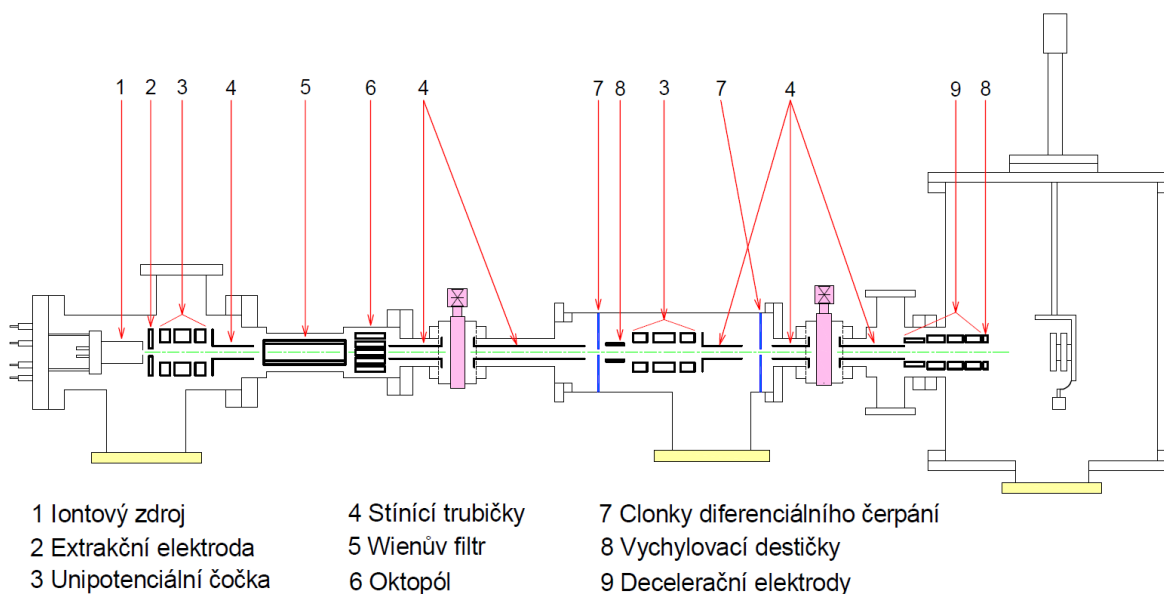
Iontové dělo je zařízení sestávající z iontového zdroje, separátoru nečistot a transportní a vychylovací optiky. V první části děla je iontový zdroj, extrakční a fokusační elektrody. Do výbojové komory zdroje je přiváděn pracovní plyn. Žhavené vlákno katody emituje elektrony. Rozdíl potenciálů mezi katodou a anodou (výbojové napětí) elektrony urychluje na energii vhodnou k ionizaci plynu přiváděného do výbojové komory. Při nastavení správných provozních parametrů (tlak plynu ve výbojové komoře zdroje, žhavicí proud katodou, výbojové napětí) vzniká ve výbojové komoře plazma. Extrakční elektroda vytváří elektrostatické pole, které urychluje ionty ven z výbojové komory a formuje je do svazku. Svazek je dále fokusován unipotenciální čočkou.

3.3. Depozice GaN systémem před úpravami

Ve druhé části iontového děla je instalován Wienův filtr, který pomocí zkříženého magnetického a elektrického pole odděluje ze svazku ionty nečistot a vícenásobně ionizované částice. Protože Wienův filtr deformuje tvar a profil svazku, následuje oktopól, který jeho zobrazovací vadu odstraňuje.

Druhá část děla je připevněna ke kloubu, který mírně zalomí osu iontového děla. Za ventilem jsou ve třetí části umístěny clonky diferenciálního čerpání, vychylovací destičky a unipotenciální čočka. Vychylovací destičky zde slouží k zahnutí svazku na osu transportní optiky po předchozím zalomení osy iontového děla kloubem. Na rychlé neutrální částice vychylování nepůsobí, narážejí tedy do vnitřních stěn transportní optiky a jsou tak ze svazku odstraněny. Unipotenciální čočka pak zajistí fokusaci svazku.

Poslední, ventilem oddělená část, obsahuje decelerační elektrody a vychylovací destičky k zaměření svazku na požadované místo na substrátu. Tato část je vakuově spojena s depoziční komorou. Schéma aparatury je na obrázku 3.3.



Obrázek 3.3: Schéma iontového děla. Ke žlutě označeným přírubám jsou připojeny vývěvy. Růžově jsou znázorněny ventily a modře clonky s otvory diferenciálního čerpání. Pomocí diferenciálního čerpání je zajištěn dostatečný tlakový spád nutný k dosažení UHV podmínek v depoziční komoře.

3.3. Depozice GaN systémem před úpravami

V tabulce 3.1 jsou uvedeny typické experimentální podmínky při depozicích GaN popsaným systémem. Při těchto provozních parametrech vytvářel systém na povrchu substrátu ultratenkou vrstvu GaN o tloušťce desetin až jednotek monovrstev za hodinu. Takto nízké depoziční rychlosti umožňovaly studovat pouze počáteční fáze růstu vrstvy, nebyl tedy zcela objasněn ani způsob růstu. Obrázek 3.4 získaný rastrovacím elektronovým mikroskopem ukazuje povrch substrátu po 3hodinové depozici GaN za pokojové teploty.

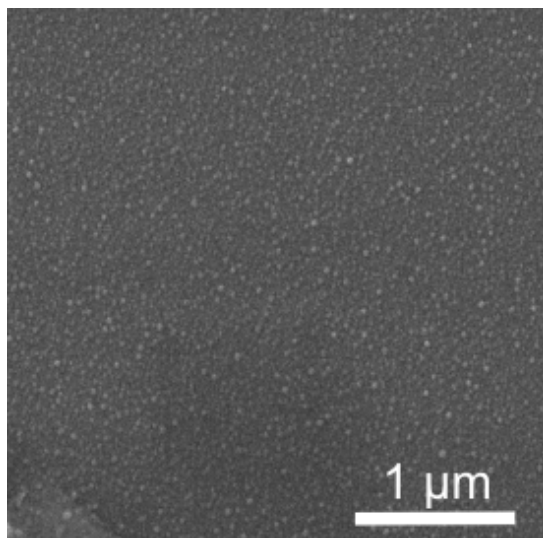
3. Zařízení pro depozici GaN před úpravami

Pokrytí povrchu je i po takto dlouhé depozici velmi malé, spíše se jedná o ostrůvkovité zárodky rostoucí vrstvy.

Aby bylo nadále možné využívat systém k nanášení tenkých vrstev GaN a studovat vliv různých depozičních podmínek na růst, je třeba výrazně zvýšit depoziční rychlost, která je limitována nízkým výkonem iontového děla. Během transportu iontů dochází k proudovým ztrátám, přičemž 95–98 % iontů dusíku extrahovaných ze zdroje nedopadá na substrát, ale je ztraceno v průběhu transportu [1]. Úpravami systému, především iontového děla, se zabývá následující kapitola.

Parametr	Hodnota
Výbojové napětí	80 V
Výbojový proud	60 mA
Maximální hustota iontového proudu ve svazku	$1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$
Pološířka svazku iontů	8–11 mm
Celkový iontový proud dopadající na substrát	300–500 nA
Proudové ztráty při transportu iontů	95–98 %
Energie iontů	10–100 eV
Teplota substrátu	R.T.– 400 °C
Pracovní tlak v depoziční komoře	$3 \cdot 10^{-6}$ Pa

Tabulka 3.1: Typické hodnoty některých provozních parametrů [1]



Obrázek 3.4: Povrch vzorku po depozici GaN systémem před úpravami.

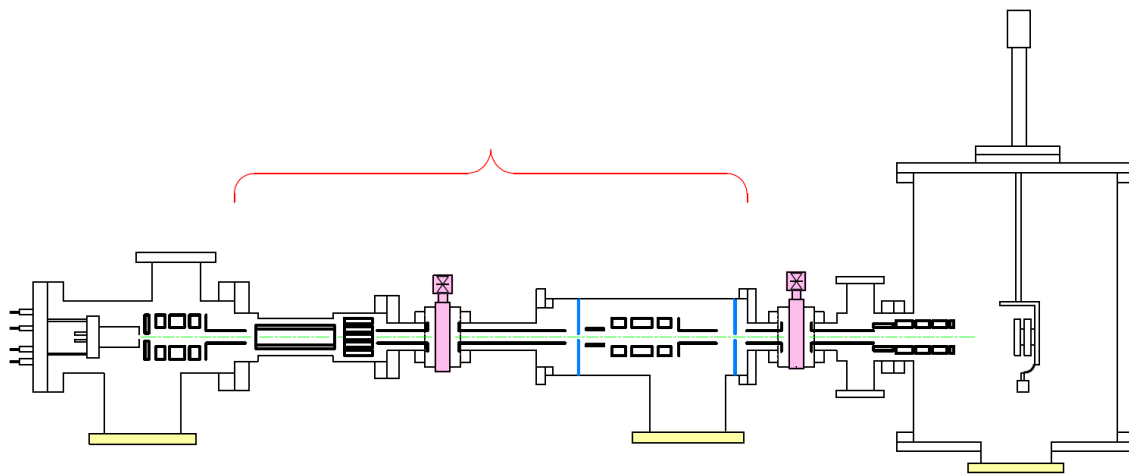
4. Úpravy a optimalizace systému

4.1. Úpravy iontového děla

Cílem úprav iontového děla bylo významné zesílení proudu dusíkového iontového svazku při zachování UHV podmínek v depoziční komoře. K největším proudovým ztrátám z hlediska transportu iontů dusíku dochází v přední části iontového děla, tedy na elektrodách v bloku iontového zdroje, dále v oblasti Wienova filtru a přilehlých stínících trubiček a také na clonkách diferenciálního čerpání [1].

Wienův filtr spolu s možností zalomit osu iontového děla pomocí kloubu umožňuje vynikající kontrolu čistoty svazku iontů, avšak z hlediska proudových ztrát a nemožnosti přípravy tlustších vrstev než doposud je tento přínos málo významný. Používaný dusíkový plyn má vysokou čistotu (99,999 %, [9]) a z analýzy deponovaných vrstev vyplývá, že iontový svazek obsahuje málo nečistot i bez Wienova filtru. Z těchto důvodů bylo jako pokusné řešení zvoleno značné zkrácení a zjednodušení celé transportní optiky.

Ze systému byla vyjmuta druhá část s Wienovým filtrem, oktopólem, otočným kloubem a prvním ventilem. Svůj účel tím ztratila i třetí část s vychylovacími destičkami (vychylovaly svazek po zalomení iontového děla), unipotenciální čočkou a otvory diferenciálního čerpání, a byla tedy také odebrána. Všechny demontované části jsou na obrázku 4.1 označeny červeným svorníkem.

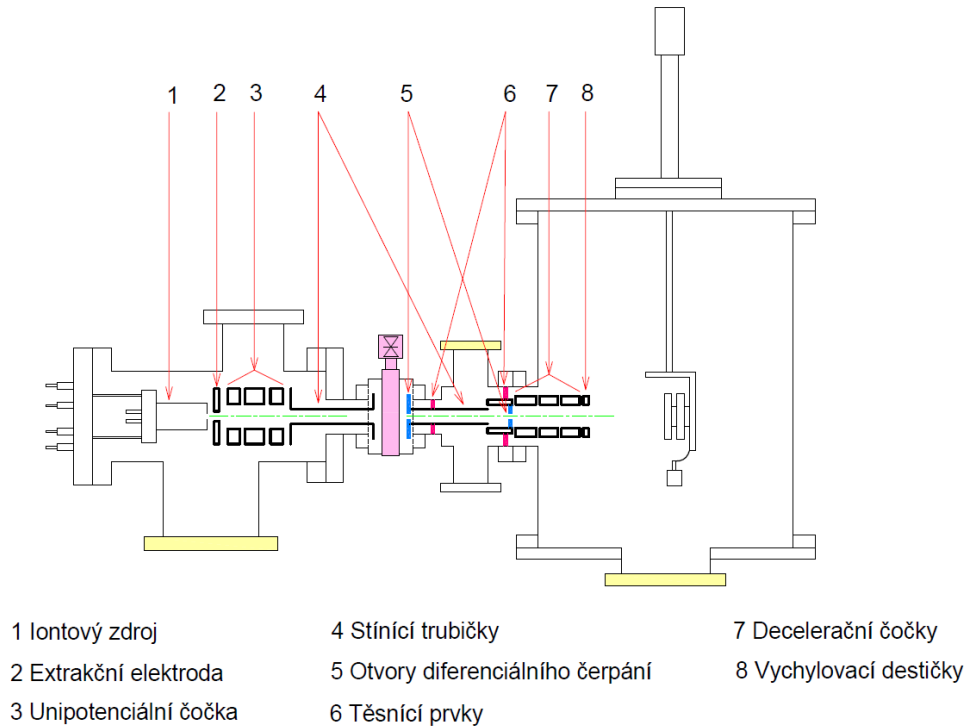


Obrázek 4.1: Schéma iontového děla v původní konfiguraci. Červeně je označena část systému, která byla v rámci úprav demontována.

Zkrácené iontové dělo se tedy skládá ze dvou hlavních částí oddělených ventilem. První blok obsahuje iontový zdroj, extrakční elektrodu, unipotenciální čočku a stínící trubičku, která brání pronikání nulového potenciálu do oblasti osy transportní optiky. Druhá část za ventilem ústící do depoziční komory začíná druhou stínící trubičkou, pokračuje decelerační optikou a je zakončena vychylovacími elektrodami. Nevýhodou této konfigurace je pravděpodobná přítomnost rychlých neutrálů ve svazku. Bylo by vhodné systém doplnit vychylováním svazku a zalomením transportní optiky. Obrázek 4.2 ukazuje schéma zkráceného iontového děla s hlavními součástmi.

4.2. Vakuové čerpání systému

Pro nanášení kvalitních vrstev je nutné udržovat substrát v podmínkách ultravysokého vakua [4]. Ve výbojové komoře iontového zdroje je při experimentu udržován tlak v řádu 10^{-1} Pa, proto je nutné, aby byl systém čerpán diferenciálně. U starého systému byl vytvořen značný tlakový spád dvěma clonkami s otvory diferenciálního čerpání, které vymezovaly samostatně čerpanou střední část systému (viz obrázek 3.3 na straně 16). Po odebrání této části bylo nutné zajistit diferenciální čerpání jinak.

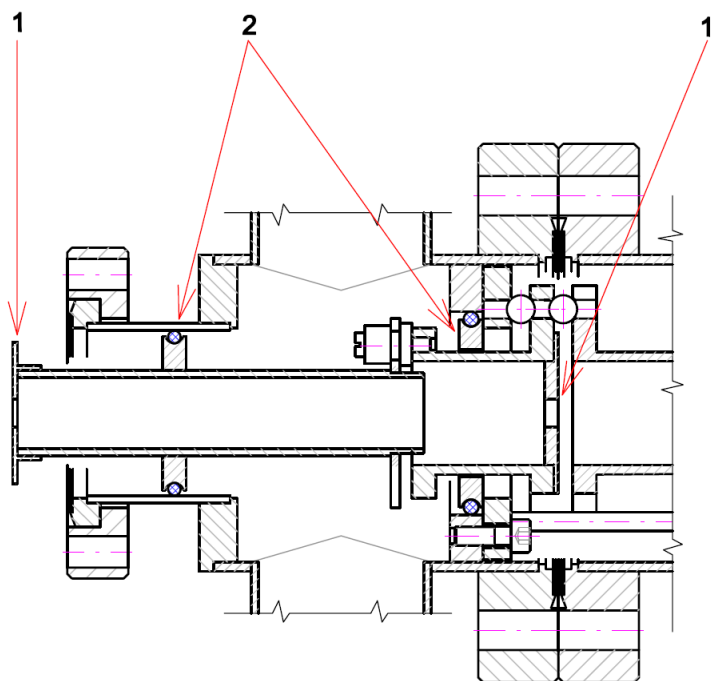


Obrázek 4.2: Zkrácené iontové dělo s návrhem umístění otvorů diferenciálního čerpání (zobrazeny modře) a těsnících prvků (zobrazeny fialově). Ke žlutě zvýrazněným přírubám jsou připojeny vývěvy.

Z obrázku 4.2 je zřejmý záměr vytvořit samostatně čerpanou část v oblasti před decelací. Je zde vhodná příruba k připojení turbomolekulární vývěvy a transportní optika umožňuje umístění clonek i těsnících prvků. Funkčnost takového řešení byla před jeho realizací ověřena výpočtem pracovního tlaku v depoziční komoře. Výpočet byl proveden metodou porovnání množství plynu přicházejícího do dané části s množstvím odčerpávaného plynu, což je standardní postup užívaný při výpočtech parametrů vakuových systémů [7]. Pracovní tlak v depoziční komoře byl odhadnut na hodnotu $3,2 \cdot 10^{-6}$ Pa. Tlakový spád by tedy měl být dostatečný a UHV podmínky depozice zůstanou zachovány.

4.3. Konstrukční řešení úprav

Celý blok decelerační optiky byl nejprve vymontován, rozebrán a zrevidován. Stínící trubičky měly kvůli svému malému průměru jistě podíl na proudových ztrátách, byly proto navrženy a vyrobeny nové stínící trubičky o maximálním možném průměru.



Obrázek 4.3: Nákres oblasti decelerační optiky, kde byla nově vytvořena samostatně čerpaná oblast: 1 clonky s otvory diferenciálního čerpání o průměru 6 mm, 2 těsnící prvky.

Protože prvky transportní optiky (elektrody i stínící trubičky) jsou udržovány na různých potenciálech a stěny komor jsou uzemněny, je nutné jednotlivé prvky elektricky izolovat od stěn komor i mezi sebou. Na tuto skutečnost musíme dbát při návrhu těsnících prvků a nelze tedy použít pouze kovové materiály. Jedním z elektrických izolantů použitelných v ultravakuu je viton, elastomer s vysokou odolností proti agresivním látkám a teplotám do 200 °C. Vitonové O-kroužky jsou hojně využívány jako těsnící prvky v různých oblastech průmyslu, jsou levné a dostupné v široké škále rozměrů. Navržené těsnící prvky proto sestávají z kovového kroužku nasunutého na požadované místo (např. na stínící trubičku) a vitonového O-kroužku navlečeného na kovový kroužek. Vitonové kroužky musely být před instalací odplyněny zahřátím v pomocné vakuové komoře. Nákres upravené části decelerační optiky je na obrázku 4.3.

4.4. Další úpravy

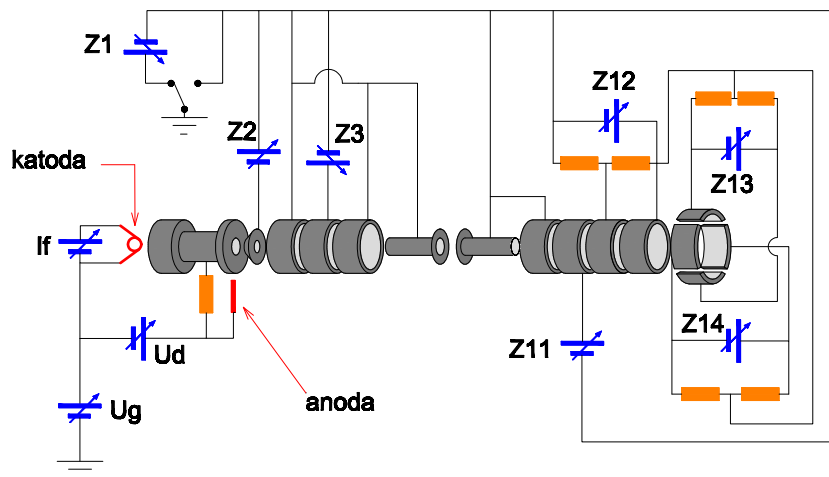
Gallium je lehce tavitelný kov s teplotou tání $T_t = 29,76$ °C a vyskytuje se proto v kapalném stavu i za běžných teplot. V efúzní cele je gallium umístěno ve válcovém kelímku. Cela musí být v depoziční komoře umístěna tak, aby gallium nemohlo vytéct ven. Při stávajícím nevhodném umístění musela být depoziční komora často zavzdušňována a efúzní

cela odpojována kvůli doplňování gallia. Aby bylo možné kelímek více naplnit, byla efúzní cela nově připojena k přírubě ve spodní části depoziční komory.

Upravená decelerační část transportní optiky byla opět sestavena a celé iontové dělo připojeno ke komoře. Po vypečení komory a všech připojených zařízení klesl tlak uvnitř komory na hodnotu mezi $10^{-7} - 10^{-8}$ Pa.

4.5. Elektrické zapojení iontového děla

Po extrakci ze zdroje je nutné ionty urychlit na vysokou transportní energii (viz 2. kapitulu). Soustavou deceleračních čoček na konci transportní optiky jsou poté zpomaleny. Potenciál anody je blízký potenciálu plazmatu, z jehož okraje jsou ionty vytahovány [1]. Protože substrát je uzemněn, je dopadová energie iontů vyjádřená v elektronvoltech (eV) číselně rovna potenciálu anody.



Obrázek 4.4: Schéma zapojení elektrod iontového děla ke zdrojům proudu a napětí

Obrázek 4.4 ukazuje schéma elektrického zapojení jednotlivých součástí iontového děla. Napětí na anodě je určeno plovoucím napětím zdroje označeného U_g . K němu je připojen zdroj proudu I_f zajišťující žhavení vlákna a zdroj výbojového napětí U_d určující napětí mezi katodou a anodou. Proud procházející zdrojem výbojového napětí U_d (proud nabitých částic mezi katodou a anodou) označujeme jako výbojový proud [1].

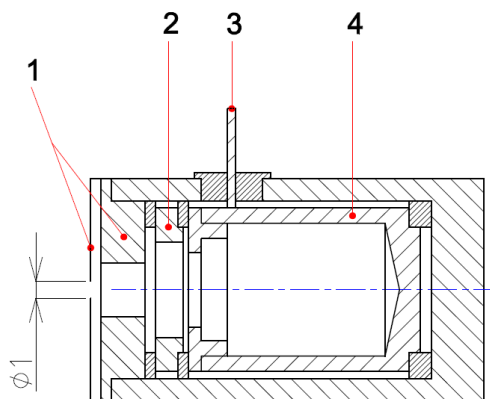
Napěťový zdroj Z_1 vytváří plovoucí napětí transportní optiky (přibližně -2500 V), ostatní zdroje pak napájí elektrody transportní optiky vzhledem k plovoucímu napětí. Přímo ke zdroji Z_1 jsou připojeny krajní elektrody unipotenciální čočky a stínící trubičky před a za ventilem, které udržují v oblasti osy optiky plovoucí potenciál a brání tak nežádoucímu pronikání nulového potenciálu stěn komor na osu optiky. Extrakční elektroda je k plovoucí zemi připojena přes zdroj Z_2 , prostřední elektroda unipotenciální čočky přes zdroj Z_3 a druhá elektroda decelerace přes zdroj Z_{11} . Poslední dvě elek-

4.6. Měření a optimalizace proudových profilů iontového svazku

trody decelerace jsou přes odporový dělič připojeny ke zdroji **Z12**. Vychylovací elektrody jsou napájeny zdroji **Z13** a **Z14**, přičemž odporové děliče symetricky rozkládají napětí na odpovídající dvojici elektrod kolem potenciálu zdroje **Z12**. Podrobně je celý systém z hlediska elektrického zapojení popsán v [1]. K ovládání iontového děla slouží program Ion Control. Umožňuje jednoduše a bezpečně ovládat iontový zdroj i transportní optiku, ukládat nastavení všech parametrů i kontrolovat správnou funkčnost zařízení.

4.6. Měření a optimalizace proudových profilů iontového svazku

Optimalizací dusíkového iontového svazku je myšleno nalezení takových napětí na jednotlivých elektrodách transportní optiky, které zajistí požadované parametry svazku: vhodnou pološířku, profil proudové hustoty a dostatečný celkový proud ve svazku. K jejich zjišťování se používají Faradayovy sondy. V depoziční komoře je možné měřit pomocí Faradayovy sondy připevněné ke spodní části manipulátoru. Její schéma je na obrázku 4.5.

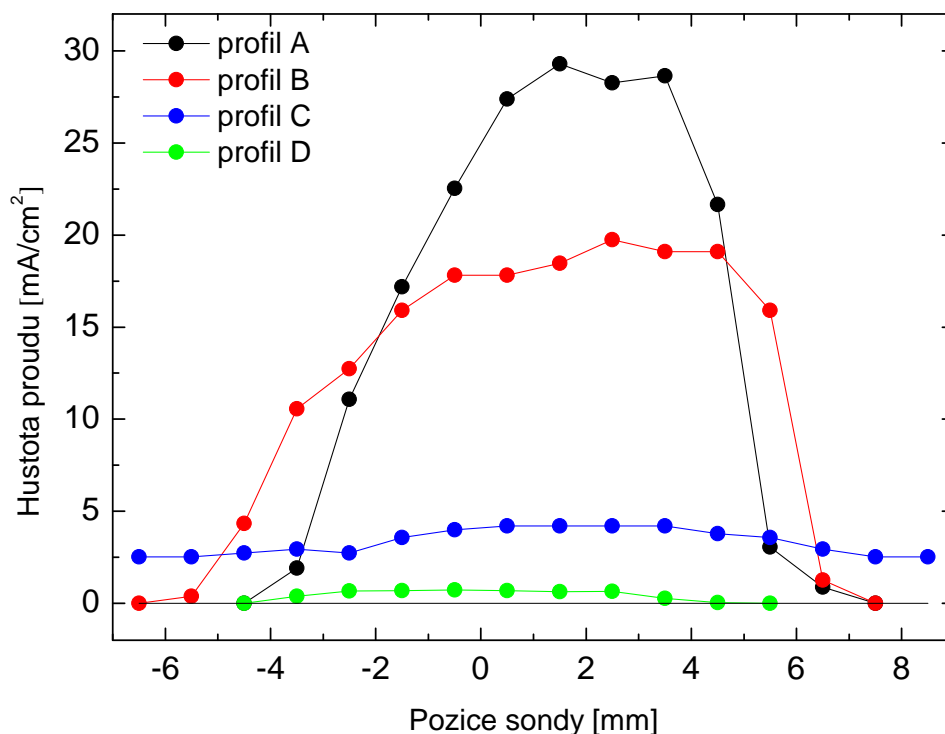


Obrázek 4.5: Řez Faradayovou sondou: 1 stínící clona, 2 odpuzovací elektroda, 3 vývod signálu, 4 sběrná elektroda

Iontový svazek dopadající na Faradayovu sondu je omezen stínící clonou s otvorem o průměru 1 mm. Ionty prošlé otvorem dopadají na sběrnou elektrodu připojenou k pikoampermetru. Při dopadu iontu na sběrnou elektrodu se může z kovu uvolnit sekundární elektron. Aby nebyl detekovaný proud zkreslován únikem těchto elektronů ze sondy, je před sběrnou elektrodou odpuzovací elektroda. K potlačení vlivu sekundárních elektronů stačí nastavit na ní záporné napětí v řádu desítek voltů. Při měření byl vliv sekundárních elektronů zanedbatelný a odpuzovací elektroda byla uzemněna. Proudovou hustotu v daném místě získáme jako podíl detekovaného proudu a plochy otvoru. Manipulátorem pohybujeme ve svislém směru přes osu transportní optiky. Odečítáním polohy a příslušného proudu získáme profil proudové hustoty ve svislém průřezu svazku.

Iontový zdroj nebyl nijak upravován a ve všech experimentech jsou pro jeho parametry (výbojový proud a napětí) nastaveny hodnoty uvedené v tabulce 3.1. Pokud není uvedeno

jinak, potenciál zdroje U_g určující potenciál anody je 30 V a energie iontů dopadajících na substrát je rovněž 30 eV.



Obrázek 4.6: Optimalizované profily proudové hustoty svazků používaných v experimentech s depozicí tenkých vrstev GaN (profily A–C) a jejich srovnání s typickým profilem svazku před úpravami (profil D). Na vodorovné ose, udávající pozici sondy, odpovídá nula geometrické ose transportní optiky.

Byly nalezeny vhodné profily svazků, umožňující zjišťovat při experimentech vliv množství dusíku dopadajícího na substrát na tvorbu GaN vrstvy. Optimalizované napětí na extrakční elektrodě a unipotenciální čočka je u všech profilů stejné, různé profily získáváme obměnou potenciálů na deceleračních elektrodách (napájeny zdroji **Z11**, **Z12**). Obrázek 4.6 ukazuje profily tří používaných svazků (A–C). Profil A představuje dobře fokusovaný iontový svazek, tomu odpovídají vyšší proudové hustoty a menší pološířka než u méně fokusovaného profilu B. Profil C představuje svazek záměrně defokusovaný pro dosažení nízkých proudových hustot. Svazek vždy mírně vychylujeme směrem nahoru napětím 200 V na zdroji **Z13**, čímž je střed svazku posunut asi o 2 milimetry nad optickou osu systému. Pozitivní je zjištění, že vychylování téměř nedeformuje profil iontového svazku.

Profil D v obrázku 4.6 odpovídá typickému svazku iontů, používanému před úpravami. Hodnoty proudové hustoty se v něm pohybují v řádu $10^{-1} \mu\text{A}/\text{cm}^2$, tedy až o dva řády níže, než je možné dosáhnout po provedených úpravách. Celkový iontový proud, dopadající na substrát při nastavení nejčastěji používaných profilů A a B je shodně $4,5 \mu\text{A}$ ¹

¹Maximální dosažený proud iontů dopadající na substrát po úpravách je $8 \mu\text{A}$.

4.7. Shrnutí úprav

oproti typické staré hodnotě 400 nA. Úpravami iontového děla se tedy podařilo více než desetinásobně zesílit iontový svazek.

Iontově optická část děla byla simulována v programu Simion 8.0. Výsledky simulací měly být použity při optimalizaci a hledání vhodných profilů proudové hustoty svazku iontů. Ukázalo se, že simulace neodpovídají skutečnosti a jejich výsledky nemohou být využity. Důvodů je pravděpodobně více. Program Simion při výpočtu trajektorie iontů neuvažuje jejich vzájemné odpuzování vlivem prostorového náboje, které by se v určitých místech mohlo při dosahovaných proudech iontů projevit. Problémem je také odhad startovních pozic iontů při trasování svazku. Používaný iontový zdroj pracuje při tlaku ve výbojové komůrce v řádu 10^{-1} Pa a není zcela jednoznačné, zda pracuje jako plazmatický nebo elektronově srážkový zdroj. Proto je obtížné spolehlivě určit tvar a polohu oblasti, z níž jsou ionty extrahovány. Do budoucna bude vhodné simulovat systém v programu EOD, který uvažuje i prostorový náboj, a využít poznatků o extrakci iontů z používaného iontového zdroje shrnutých v [10].

4.7. Shrnutí úprav

Zkrácení iontového děla vedlo přibližně k desetinásobnému zvýšení proudu dusíkového iontového svazku. Byly nalezeny profily proudové hustoty svazku vhodné pro plánované experimenty. Od provedení úprav funguje systém bez závad. Během depozice se tlak v depoziční komoře pohybuje v rozmezí $5 \cdot 10^{-6}$ – $8 \cdot 10^{-6}$ Pa, tedy o málo výše než je hodnota $3,2 \cdot 10^{-6}$ Pa odhadnutá výpočtem. Při výpočtu nebylo zohledněno zahřívání substrátu, které má za následek desorpci částic ze substrátu i z paletky, v níž je substrát umístěn. Diferenciální čerpání je ale dostatečně efektivní a umožňuje udržovat v depoziční komoře UHV podmínky v průběhu celého experimentu.

Parametr	Hodnota před úpravami	Hodnota po úpravách
Max. hustota iontového proudu ve svazku	$1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$	$40 \mu\text{A}/\text{cm}^2$
Celkový iontový proud	300–500 nA	3–8 μA
Pracovní tlak v depoziční komoře	$3 \cdot 10^{-6}$ Pa	$\sim 7 \cdot 10^{-6}$ Pa

Tabulka 4.1: Typické hodnoty provozních parametrů po úpravách a srovnání s předchozím stavem.

5. Experimenty s depozicí GaN

Jedním z hlavních cílů práce bylo zvýšení depoziční rychlosti při nanášení tenkých vrstev GaN a jejich kalibrace. V první části experimentů byla zkoumána tloušťka deponovaných vrstev a růst GaN v závislosti na množství dopadajícího gallia a iontů dusíku. Při experimentech byly využity výsledky z předchozího výzkumu, částečně shrnuté v [1]. Druhá série experimentů byla zaměřena na zjištění vlivu přítomnosti zlatých nanočástic na substrátu na růst GaN. Zlato patří mezi kovy, které jsou intenzivně zkoumány z hlediska katalytického působení při syntéze některých materiálů.

Vzorky byly analyzovány různými metodami. Základními metodami byla rastrovací elektronová mikroskopie („Scanning Electron Microscopy“–SEM) a mikroskopie atomárních sil („Atomic Force Microscopy“–AFM) pro zobrazení morfologie a reliéfu povrchu. Povrch vzorků byl zkoumán rastrovacími elektronovými mikroskopy firmy Tescan. Měření na přístroji Vega prováděl autor práce, měření na přístroji Mira s vyšším rozlišením prováděl Mgr. Tomáš Šamořil ve firmě Tescan. Některé vzorky byly in-situ analyzovány pomocí rentgenové fotoelektronové spektroskopie („X-ray Photoelectron Spectroscopy“–XPS) pro zjištění chemického složení. Při zkoumání vlivu zlatých nanočástic na růst GaN byla použita metoda energiově disperzní spektroskopie („Energy–Dispersive X-ray Spectroscopy“–EDS). EDS měření prováděl Mgr. Tomáš Šamořil ve firmě Tescan a Ing. Drahomíra Janová na Ústavu materiálových věd a inženýrství FSI VUT v Brně.

5.1. Substrát pro depozici GaN a jeho příprava

Při všech popisovaných experimentech byl jako substrát používán monokrystalický křemík ve formě desek, nařezaných v krystalografické orientaci (111). Křemík je dopován fosforem nebo borem na odpovídající typ příměsově vodivosti. Jednotlivé vzorky o rozměrech 10×15 mm jsou připraveny řezáním desek diamantovým nožem. Celý proces přípravy substrátu je prováděn s ohledem na zamezení kontaminace povrchu křemíku ve speciální digestoři.

Na povrchu monokrystalického křemíku se vlivem atmosférických podmínek vytváří tenká vrstva oxidu křemičitého (SiO_2), kterou je třeba před depozicí odstranit. Toho lze dosáhnout různými způsoby. V uvedených experimentech byl oxid před depozicí odstraněn leptáním v 2% roztoku kyseliny fluorovodíkové (HF). Po odleptání oxidu se na povrch v místech uvolněných kyslíkem naváže vodík a vytvoří tak pasivační vrstvu. Substrát je v roztoku ponořen po dobu 2 minut, poté je opláchnut deionizovanou vodou a vystaven proudu dusíku pro vysušení vzorku a odstranění prachu z povrchu. Tato čistící procedura bude dále označována jako standartní.

Čistý substrát je bez prodlení umístěn do UHV aparatury. Teplota substrátu je nastavována přímým průchodem proudu a měřena pyrometrem. Před depozicí je substrát odplyněn ohřevem při teplotě 500 °C. Tím je rovněž odstraněna pasivační vrstva vodíku a částečně odplyněna paletka, v níž je vzorek uchycen.

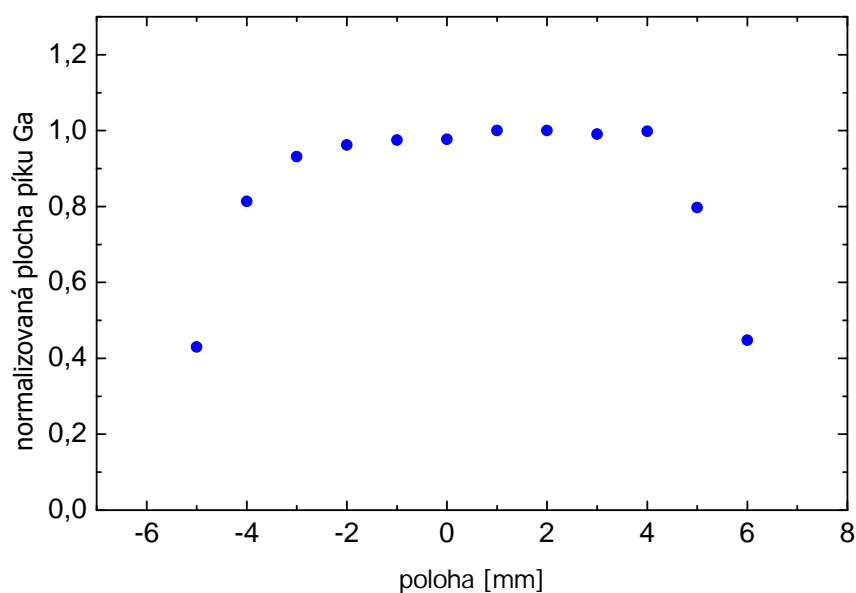
5.2. Měření profilu svazku gallia z efúzní cely

Pro co nejpřesnější vyhodnocení výsledků depozic GaN je potřeba znát také parametry toku gallia z efúzní cely. Určit přesné množství dopadajících částic gallia v určitém

5.2. Měření profilu svazku gallia z efúzní cely

místě bez speciálního měřiče tloušťek vrstev není možné. Ovládací jednotka efúzní cely poskytuje pouze orientační údaj o toku gallia. Tento údaj odpovídá proudu části iontů ve svazku dopadajících na snímací elektrodu, přičemž ionty tvoří pouze malou část jinak atomárního svazku. Při vyhodnocování se tedy do značné míry musíme spolehnout na předchozí kalibraci měřičem tloušťek nebo experimentálně získané údaje o tloušťkách deponovaných galliových vrstev při určitém galliovém toku za určitý čas. Rychlost depozice gallia bývá udávána v jednotkách monovrstev za hodinu (ML/h). 1 monovrstva znamená jeden atom Ga na jeden atom na povrchu substrátu, pro Si(111) je to $7,83 \cdot 10^{14}$ atomů na cm^2 [11]. Tohoto údaje je využito k přepočtu z rychlosti depozice gallia v ML/h na počet částic dopadajících na cm^2 substrátu za sekundu.

Osa efúzní cely svírá s osou iontového děla úhel přibližně 55° , přičemž substrát je manipulátorem orientován kolmo k ose iontového děla. K odhadnutí profilu galliového svazku byla provedena samostatná depozice gallia za pokojové teploty substrátu. Vzorek byl profilován metodou XPS ve svislém směru v bodech s rozestupem 1 mm. Plochy galliových píků v získaných spektrech jsou normalizovány k největší hodnotě a vyneseny do grafu na obrázku 5.1.



Obrázek 5.1: Profil svazku gallia získaný z XPS spekter nadeponované vrstvy Ga. Parametry depozice: rychlost depozice Ga 6 ML/h ($1,3 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$), doba depozice 30 min. Na vodorovné ose nula odpovídá geometrické ose transportní optiky.

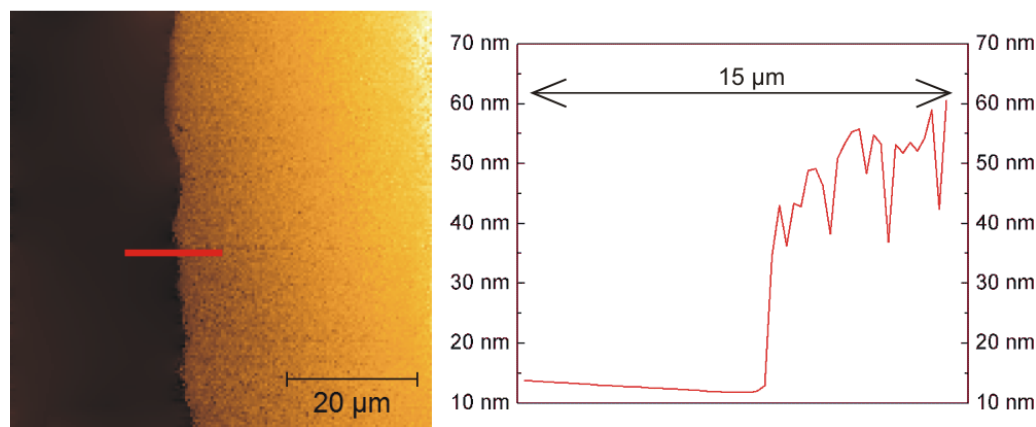
Profil má téměř ideální tvar a pološířku 10 mm. Vzhledem k úhlu, pod nímž galliový svazek dopadá na substrát, je dopadová plocha svazku pravděpodobně eliptická. Kontrolní XPS měření tuto skutečnost potvrzují. Pološířka svazku iontů dusíku je vždy menší než 10 mm, proto tato mírná nesymetrie v rozložení dopadajícího gallia není problémem. Při pečlivém nastavení polohy manipulátoru se vzorkem a vhodným vychýlení dusíkového svazku lze dosáhnout dostatečně přesného sladění středů dopadových ploch obou svazků. Pokud nebude uvedeno jinak, prezentované výsledky se budou vztahovat právě ke středu dopadu svazků.

5.3. Odhad depoziční rychlosti systému

Při volbě parametrů depozice byly zohledněny výsledky experimentů s depozicemi GaN před úpravou zařízení. Na jejich základě byla zvolena energie iontů 30 eV a teplota substrátu 300 °C. Po depozici byla provedena XPS analýza vzorku, která prokázala růst GaN vrstvy. Tloušťka vrstvy byla odhadnuta dvěma metodami: pomocí reflexní spektroskopie¹ a měření na AFM mikroskopu. Aby byl zviditelněn výškový profil při AFM mikroskopii, substrát byl při depozici z poloviny zakryt molybdenovou maskou. Tabulka 5.1 shrnuje parametry depozice a výsledky měření. Obrázek 5.2 ukazuje snímek z AFM mikroskopu s úsečkou označující místo, ve kterém byl zobrazen výškový profil v místě hrany krycí masky. Z profilu je zřetelný schod a začátek oblasti rostoucí GaN vrstvy s vyšší drsností.

Parametr	Hodnota
Množství dopadajících iontů N_2^+	$1,8 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
Množství dopadajícího gallia	$1,1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
Poměr N_2^+ / Ga	16,4
Doba depozice	120 min
Tloušťka vrstvy–reflexní spektroskopie	25 nm
Tloušťka vrstvy–AFM	25–40 nm

Tabulka 5.1: Shrnutí měření tloušťky GaN vrstvy



Obrázek 5.2: AFM snímek povrchu substrátu s vrstvou GaN v místě překrytí molybdenovou maskou. Vpravo je znázorněn výškový profil měřený v místě červené linie.

Vzhledem k členitosti povrchu deponované vrstvy lze výsledek považovat spíše za určitou vystředovanou hodnotu. Podle AFM měření je v určitých místech tloušťka vrstvy až 40 nm. Tyto místa pravděpodobně odpovídají větším ostrůvkovitým krystalkům GaN rostoucím z nižší souvislé vrstvy. Hodnota získaná reflexní spektroskopií se ovšem shoduje s dolním odhadem podle AFM. Vezmeme-li v úvahu tloušťku vrstvy 25 nm, depoziční

¹Měření prováděl Ing. Miroslav Rudolf.

5.4. Vliv množství dopadajícího gallia a dusíku na růst GaN vrstvy

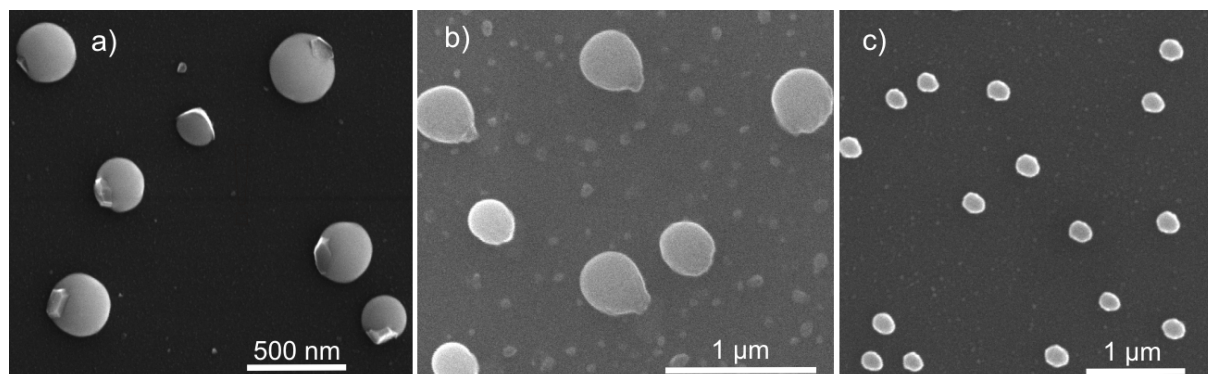
rychlost je při daných podmínkách 12,5 nm/h. V podobné míře, v jaké se podařilo zesílit svazek iontů dusíku, se tedy také povedlo zvýšit depoziční rychlost systému. Podrobnější analýzou deponovaných vrstev, především morfologií povrchu, se zabývá následující oddíl.

5.4. Vliv množství dopadajícího gallia a dusíku na růst GaN vrstvy

V první sérii experimentů byl zkoumán vliv velikosti toku gallia a iontů dusíku na růst GaN vrstvy. Ostatní parametry depozice (energie iontů 30 eV, teplota substrátu 300 °C a doba depozice 120 min) byly ponechány vždy stejné. Pracovní tlak v depoziční komoře se pohyboval okolo hodnoty $7 \cdot 10^{-6}$ Pa. V tabulkách u obrázků je uvedeno vždy množství dopadajícího gallia a iontů dusíku na cm^2 za sekundu a jejich poměr.

Depozice při použití profilu C dusíkového iontového svazku

Při zvýšených teplotách substrátu gallium snadněji difunduje po povrchu vzorku a pokud nenalezne atom dusíku k vytvoření vazby, má tendenci shlukovat se. Tento jev nastává při použití profilu C dusíkového iontového svazku (obrázek 4.6 v oddílu 4.6) nebo na vnějších okrajích dusíkových svazků s vyššími proudy, kde se proudová hustota pohybuje stejně nízko jako u profilu C (tj. v jednotkách $\mu\text{A}/\text{cm}^2$). Některé výsledky ukazují obrázek 5.3.



Obrázek	N_2^+ [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	Ga [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	N_2^+/Ga
a	$2,5 \cdot 10^{13}$	$1,1 \cdot 10^{13}$	2,3
b	$2,5 \cdot 10^{13}$	$1,7 \cdot 10^{13}$	1,5
c	$3 \cdot 10^{13}$	$1,1 \cdot 10^{13}$	2,7

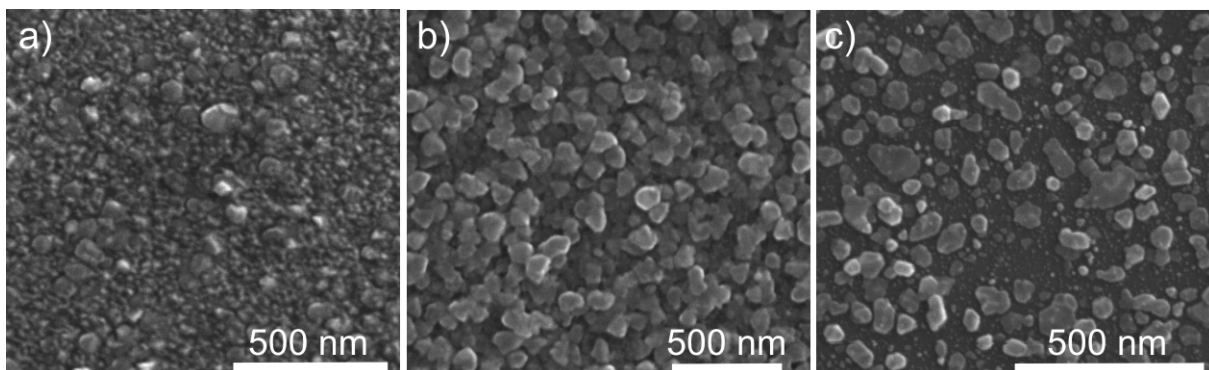
Obrázek 5.3: Snímky povrchu vzorků získané elektronovým mikroskopem a tabulka s parametry depozic.

Utvořené galliové kuličky mají průměr stovek nm. XPS analýza ukázala, že v takových místech substrátu se vyskytuje mnoho kovového gallia a jen velmi málo GaN. Galliové

atomy se shlukují nebo desorbují z povrchu pryč. Gallium je pravděpodobně mírně nitridováno slabým dusíkovým svazkem a GaN je v kovové Ga matici přítomno v amorfní či nanokrystalické formě. Na povrchu se také může tvořit velmi tenká vrstva GaN. Na obrázku 5.3a,b jsou zřetelně vidět krystalky GaN na galliových kuličkách. Takové útvary mohou vznikat buď nitridací galliových shluků, nebo obalováním rostoucích ostrůvků GaN galliem. Obrázek 5.3c ukazuje okraj místa dopadu dusíkového iontového svazku s vyššími proudy. Kuličky jsou menší a členitější. I přes to, že se jedná o okraj svazku, dopadá zde více dusíku než v případech 5.3a a 5.3b. Lze tedy předpokládat, že galliové shluky jsou zde více nitridovány. Na všech vzorcích se kromě kuliček objevuje slabé ostrůvkovité pozadí. Jedná se pravděpodobně o zárodky velmi pomalu rostoucí GaN vrstvy.

Depozice při použití profilu B dusíkového iontového svazku

Při nastavení profilu B dusíkového iontového svazku dopadá na substrát v místech uprostřed svazku několikanásobně více dusíku než při použití profilu C. Dostatek dusíku způsobí, že se gallium neshlukuje a v energeticky výhodných místech na povrchu dochází k nukleaci a růstu krystalků GaN. Zároveň ionty předávají substrátu a částicím na jeho povrchu energii, která může zvýšit míru desorpce gallia z povrchu. Rychlost depozice gallia proto hraje v tomto případě důležitou roli.



Obrázek	N_2^+ [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	Ga [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	N_2^+/Ga
a	$1,2 \cdot 10^{14}$	$1,1 \cdot 10^{13}$	10,9
b	$1,2 \cdot 10^{14}$	$2,2 \cdot 10^{13}$	5,5
c	$6 \cdot 10^{13}$	$\sim 1 \cdot 10^{13}$	~ 6

Obrázek 5.4: Snímky povrchu vzorků získané elektronovým mikroskopem a tabulka s parametry depozic.

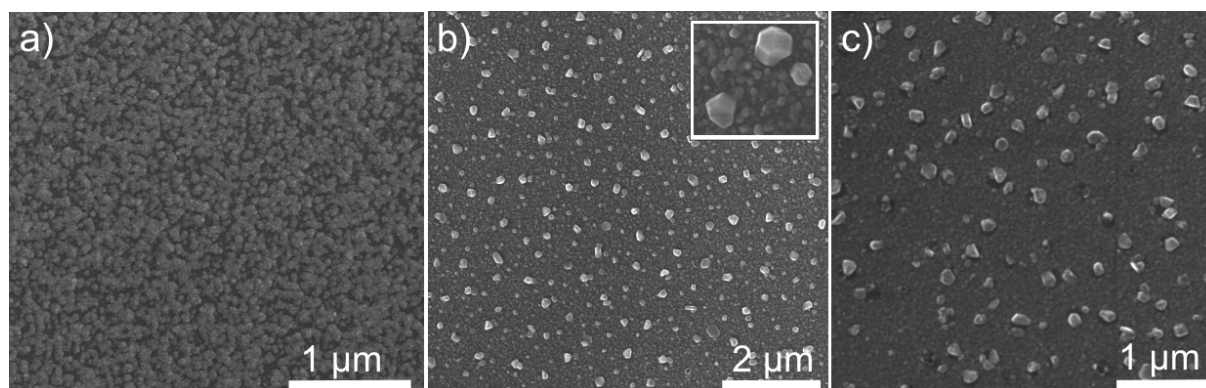
V případě nižšího toku gallia (obrázek 5.4a) je substrát hustě pokryt malými krystalickými útvary a jejich zárodky. Při vyšším toku gallia (obrázek 5.4b) jsou krystalky podstatně větší a tvoří poměrně homogenní nanokrystalickou vrstvu. Z výsledků je patrné, že růst je převážně ostrůvkovitěho charakteru a k tvorbě souvislé vrstvy je potřeba dodávat na substrát dostatek dusíku i gallia. Obrázek 5.4c ukazuje okraj místa dopadu

5.4. Vliv množství dopadajícího gallia a dusíku na růst GaN vrstvy

dusíkového a galliového svazku (tok gallia je zde určen přibližně). Krystalky a jejich zárodky pokrývají substrát jen z části. V místech okrajů svazků se objevují i jiné útvary, většinou více či méně nitridované galliové shluky, přičemž v okolí shluků je substrát řídce pokryt zárodky vrstvy.

Depozice při použití profilu A dusíkového iontového svazku

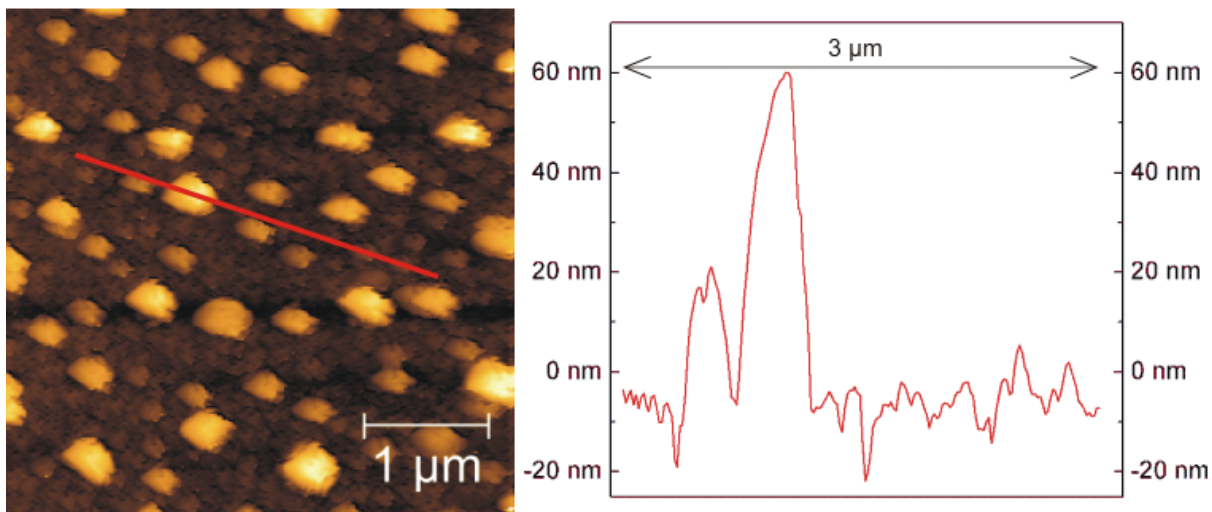
Proudová hustota v dusíkovém iontovém svazku profilu A překračuje hodnotu $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ (obrázek 4.6). Ionty na povrch dodávají značnou energii. Pro atomy gallia to znamená zmenšení difúzní délky a větší míru desorpce pryč z povrchu. Výsledky ukazuje obrázek 5.5. Nezávisle na toku gallia je povrch v místě dopadu středu iontového svazku pokryt tenkou, ne zcela souvislou vrstvou GaN bez jakýchkoli větších útvarů (obrázek 5.5a). V místech dopadu okraje iontového svazku (obrázek 5.5b,c) je substrát také pokryt touto vrstvou, z ní ale vyrůstají výrazné, desítky až stovky nm velké krystalky. EDS analýza potvrdila, že jsou tvořeny GaN. Detail krystalku o velikosti 200 nm je na obrázku 5.5b. Zdá se, že proudová hustota uprostřed svazku je příliš velká a na povrchu se v takových místech neudrží dostatek gallia ani při vyšších rychlostech jeho depozice. Povrch v místě s krystalky byl zobrazen AFM mikroskopem. Snímek povrchu spolu s výškovým profilem vyznačené linie je na obrázku 5.6. Krystalky dosahují výšky desítek nm, vrstva má tloušťku okolo 10 nm.



Obrázek	N_2^+ [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	Ga [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	N_2^+/Ga
a	$1,9 \cdot 10^{14}$	$1,1\text{--}2,2 \cdot 10^{13}$	8,6–17,3
b	$1 \cdot 10^{14}$	$1,1 \cdot 10^{13}$	9
c	$1 \cdot 10^{14}$	$2,2 \cdot 10^{13}$	4,5

Obrázek 5.5: Snímky povrchu vzorků získané elektronovým mikroskopem a tabulka s parametry depozic.

Malá část experimentů těmito výsledkům zcela odporuje. Při jednom z experimentů byl použit také profil A dusíkového iontového svazku a tok gallia byl $1,1 \cdot 10^{13} \text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (tedy stejné parametry jako u experimentu z obrázku 5.5a). Velké krystalky se nacházely na celé ploše dopadu iontového svazku, nejen na okrajích. Experiment proběhl dříve,



Obrázek 5.6: AFM snímek povrchu substrátu v místě růstu krystalků GaN. Vpravo je znázorněn výškový profil v místě červené linie.

než byla efúzní cela přesunuta do současné konfigurace (viz oddíl 4.4) a poloha vzorku mohla být vzhledem ke svazku gallia nastavena špatně. Je také možné, že teplota substrátu nebyla 300 °C jako u ostatních experimentů. Substrát je ohříván přímým průchodem proudu a jeho teplota je snímána pyrometrem. Nepřesné zaměření pyrometru může hodnotu zkreslovat. U uvedeného experimentu byl použit křemíkový substrát, dopovaný fosforem na vodivost typu n, kdežto při většině jiných depozic sloužil jako substrát křemík dopovaný borem na vodivost typu p. Typ substrátu je volen podle toho, který je v laboratoři k dispozici. Jiné experimenty při použití křemíku dopovaného fosforem ale naznačují, že typ vodivosti na růst GaN pravděpodobně nemá vliv. Vliv uvedených skutečností na odlišný výsledek experimentu nebyl zatím zjišťován.

5.5. Vliv zlatých nanočástic na růst GaN vrstvy

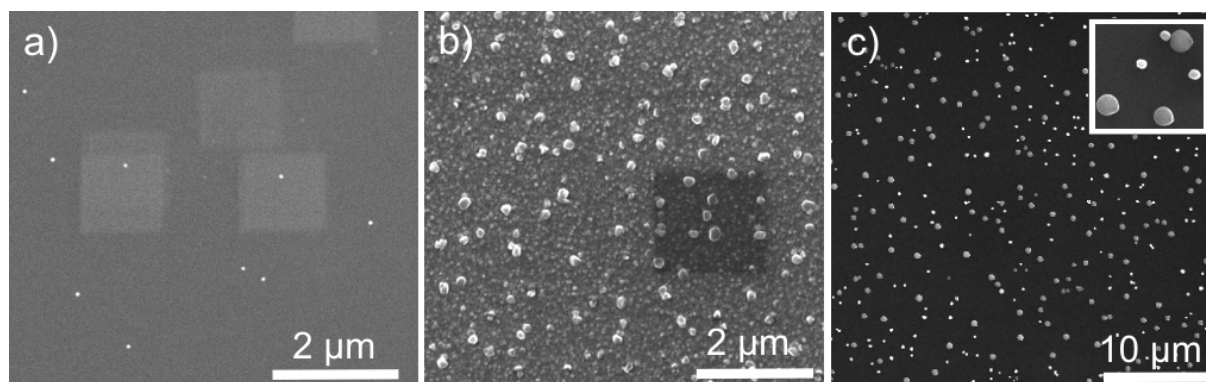
Část experimentů se zabývala růstem GaN na substrátu s nanosenými zlatými nanočásticemi. Kuličky zlata o průměru 40 nm jsou na standardně vyčištěný křemíkový substrát nanášeny z roztoku. Proces ulpívání kuliček na povrchu je závislý na pH prostředí. Při provedených experimentech byl roztok s kuličkami smíchán s kyselinou chlorovodíkovou (HCl) v poměru 10000:1².

Při nanášení zlatých nanokuliček je substrát po standardní čistící proceduře ponořen do roztoku s kuličkami. Na substrátu v závislosti na době ponoření ulpí určité množství kuliček. Po vyjmutí z roztoku je substrát očištěn proudem dusíku, vložen do UHV aparatury a krátce odplyněn. Na takto připravený povrch je provedena depozice GaN. Obrázek 5.7a ukazuje křemíkový substrát s kuličkami nanosenými 5minutovým ponořením v roztoku před depozicí GaN. Obrázek 5.7b ukazuje přibližně stejné místo na substrátu po depozici GaN při použití parametrů uvedených v tabulce. Jedná se o okraj místa dopadu

²Metodiku nanášení zlatých kuliček z roztoku vypracoval na ÚFI FSI VUT v Brně Filip Ligmajer.

5.5. Vliv zlatých nanočástic na růst GaN vrstvy

dusíkového iontového svazku. Výsledek je prakticky totožný jako u experimentu z obrázku 5.5b. Z tenké ostrůvkovité vrstvy vyrůstají krystalové útvary o velikosti 100–200 nm. Plošná hustota krystalků na povrchu je mnohonásobně vyšší, než je plošná hustota nanesených zlatých kuliček. EDS analýza ukázala, že takové krystalky jsou tvořeny GaN a neobsahují v sobě zlatou kuličku. Pro vyslovení jednoznačného závěru by muselo být proměřeno více krystalků, z výsledků je však patrné, že zlaté kuličky pravděpodobně na preferenční růst GaN nemají vliv. Krystalky i vrstva rostou v podobných velikostech a stejným způsobem jako na substrátu bez zlatých kuliček.



Obrázek	N_2^+ [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	Ga [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$]	N_2^+/Ga
b	$1 \cdot 10^{14}$	$2,2 \cdot 10^{13}$	4,5
c	$2,5 \cdot 10^{13}$	$1,1 \cdot 10^{13}$	2,3

Obrázek 5.7: Snímky povrchu vzorků získané elektronovým mikroskopem a tabulka s parametry depozic. Obrázek **a** ukazuje substrát se zlatými kuličkami před depozicí, obrázek **b** a **c** po depozici GaN za uvedených toků gallia a iontů dusíku.

Obrázek 5.7c ukazuje výsledek depozice na substrát se zlatými kuličkami při použití profilu C iontového svazku (nízké proudové hustoty). Oproti případu depozice na substrát bez zlatých kuliček (viz obrázek 5.3) je zde patrný rozdíl. Kromě již pozorovaných slabě nitridovaných galliových koulí o velikosti 200–500 nm jsou na obrázku z elektronového mikroskopu vidět menší jasně bílé kuličky (detail obrázku 5.7c). EDS analýza potvrdila, že se jedná o zlaté kuličky obalené gallií, avšak s žádným nebo nedetekovatelným obsahem dusíku. Jejich velikost se pohybuje mezi 100–200 nm, množství a plošná hustota odpovídá nanášeným zlatým kuličkám (na obrázcích 5.7a a 5.7c je jiné měřítko). Světlejší barva na obrázcích z elektronového mikroskopu je způsobena větším kontrastem při detekci sekundárních elektronů pocházejících ze zlata.

Zlaté kuličky mají tendenci shlukovat se při nanášení z roztoku v místech nečistot, nehomogenit a defektů na povrchu. V takových místech byly pozorovány větší útvary, obsahující podle analýzy EDS zlato a gallium. Samostatné zlaté kuličky neobalené gallií na substrátu po depozici nikdy pozorovány nebyly. Ze všech provedených experimentů lze usoudit, že zlaté kuličky o průměru 40 nm mají určitý vliv na shlukování gallia. Při povrchové difúzi se Ga atomy shlukují na zlatých kuličkách nebo na ostrůvcích Ga a GaN

a vznikají dva typy útvarů (obrázek 5.7c). Vliv zlatých kuliček na růst GaN se na základě provedených experimentů neprokázal.

5.6. Shrnutí experimentů

AFM měřeními a reflexní spektroskopii byla odhadnuta depoziční rychlost upraveného systému na hodnotu 12,5 nm/h při teplotě substrátu 300 °C a energii iontů dusíku 30 eV. Experimenty s depozicí GaN ukázaly, že výsledek depozice je kromě jiných parametrů značně ovlivněn množstvím gallia a iontů dusíku, které dopadají na substrát, a to jak jejich absolutním množstvím, tak i poměrem. Při depozici se slabým svazkem iontů dusíku (profil C na obrázku 4.6), kdy poměr množství dopadajících N_2^+/Ga je nižší než 3, se na substrátu vytvářejí galliové shluky, z nichž vyrůstají krystalky GaN (obrázek 5.3a). Objasnění tohoto zajímavého jevu vyžaduje podrobnější analýzu a další experimenty. Při použití vhodného dusíkového iontového svazku (profil B na obrázku 4.6) a dostatečně vysokého toku gallia lze dosáhnout růstu souvislé nanokrystalické vrstvy (obrázek 5.4b, $N_2^+/Ga \sim 5,5$). Na okrajích místa dopadu iontového svazku s vysokými proudovými hustotami rostou kromě vrstvy GaN také výrazné krystalky o velikosti 100-200 nm a výšce několika desítek nm (obrázek 5.5b). Největší pozorované krystalky měly velikost 300 nm a výšku až 80 nm při depoziční době 120 min. Poměr množství dopadajících N_2^+/Ga se zde pohybuje v rozmezí 5–10.

Experimenty ukázaly, že růst GaN je převážně ostrůvkovitého charakteru. Ostrůvky rostou na povrchu dostatečně hustě a mohou být vytvářeny souvislé nanokrystalické vrstvy. Experimenty s depozicí GaN na substrát s nanosenými zlatými nanokuličkami neprokázaly jejich vliv na růst GaN. Při depozici s nízkým proudem dusíkového svazku dochází k obalování zlatých kuliček galliem.

Při současné konfiguraci iontového děla dopadá na substrát spolu s ionty dusíku pravděpodobně také určité množství rychlých neutrálních částic, které mohou negativně ovlivnit rostoucí vrstvu. Iontový svazek je vychylovacími destičkami mírně vychýlen a dopadá na substrát o 2 mm výše, než by odpovídalo nevychýlenému svazku. Rychlé neutrály by tedy měly dopadat více na místa ve spodní části svazku. Výsledky depozic byly stejné v horní i dolní části okraje místa dopadu iontového svazku, proto se zdá, že rychlých neutrálních je ve svazku velmi málo a růst GaN významně neovlivňují. Přesto bude vhodné systém doplnit o zalomení transportní optiky a další vychylování svazku.

6. Závěr

Cílem bakalářské práce bylo zvýšit výkon iontového děla a dosáhnout vyšší depoziční rychlosti systému pro depozici GaN nízkooenergiiovými ionty. Zjednodušením iontově-optické části děla byly sníženy proudové ztráty a tím bylo dosaženo více než desetinásobného zvýšení proudu dusíkového iontového svazku. Úpravy iontového děla byly provedeny s ohledem na zachování UHV podmínek v depoziční komoře během experimentů. Jednoduchým konstrukčním řešením bylo zajištěno dostatečně efektivní diferenciální čerpání vakuové části iontového děla, tlak v depoziční komoře se v průběhu experimentů pohyboval v rozmezí $5 \cdot 10^{-6}$ – $8 \cdot 10^{-6}$ Pa. Po úpravách systému byly nalezeny vhodné profily proudové hustoty dusíkového iontového svazku, následně používané při experimentech s depozicí GaN. Depoziční rychlost se zvýšila z desetin nm/h na více než 10 nm/h. Experimentální část práce se zabývala depozicí a analýzou tenkých vrstev GaN. V závislosti na množství gallia a iontů dusíku dopadajících na substrát byly pozorovány různé morfologie vrstvy. Byl prokázán nanokrystalický růst vrstvy, krystalky GaN mají velikost desítek až stovek nm a výšku maximálně 80 nm při 2hodinové depozici. Vliv zlatých nanokuliček nanosených na substrátu na růst GaN vrstvy se provedenými experimenty neprokázal.

Některé experimenty přinesly poněkud rozporuplné výsledky. V budoucnu bude nutné ještě více se zaměřit na preciznost při nastavování svazků gallia a iontů dusíku, polohy vzorku, parametrů depozice a při analýze výsledků.

V dalších plánovaných experimentech bude sledován vliv jiných provozních parametrů (teplota substrátu, energie iontů dusíku) na růst GaN a zjišťován vliv podmínek depozice na luminiscenční chování vrstvy. Bude také nutné zaměřit se více na teoretické pochopení a znalost dějů na povrchu substrátu při růstu vrstev. Plánovány jsou experimenty zaměřené na selektivní růst GaN, přičemž by mohlo být využito metod elektronové litografie nebo lokální anodické oxidace k přípravě definované masky pro depozici. V budoucnu bude k dispozici substrát tvořený tenkou vrstvou GaN na saříru. Nabízí se tedy možnost vytvářet epitaxní vrstvy GaN, což na křemíku bez složitých mezivrstev nelze. Zařízení, kterému je věnována tato práce, může být vhodným nástrojem pro všechny tyto experimenty.

Literatura

- [1] S. Voborný, *Optimalizace parametrů iontových zařízení a jejich aplikace pro depozici tenkých vrstev*, dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno (2005).
- [2] D. Marton, *Film Deposition from Low energy Ion Beams*, v *Low Energy Ion surface interactions*, ed. J. W. Rabalais, Wiley, Chichester (1994).
- [3] J. Stejskal, J. Leitner, *Nitridy hliníku, gallia a india jako perspektivní materiály v elektronice*, Chem. Listy **96**, 311 (2002).
- [4] Z. Klimeš, *Návrh ultravakuového zařízení pro modifikaci povrchů a depozici tenkých vrstev nízkooenergiovými fokusovanými iontovými svazky*, diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno (1996).
- [5] výukový materiál v informačním systému Masarykovy univerzity, 7. 5. 2011, dostupné z <http://is.muni.cz/do/rect/el/estud/prif/js09/molekuly/web/N2/N2.html>
- [6] M. R. Ranade, F. Tessieer, A. Navrotsky, V. J. Leppert, S. H. Risbud, F. J. DiSalvo, C. M. Balkas, *Enthalpy of formation of Gallium Nitride*, J. Phys. Chem. B 2000, 104, 4060–4063 (2000)
- [7] A. Roth, *Vacuum technology*, Springe Berlin, North holland (1990).
- [8] *Electron beam evaporator EFM3* [online], technická specifikace produktu firmy Omicron, 4. 5. 2011, dostupné z <http://www.omicron.de/en/products/efm-3/instrument-concept>
- [9] technická specifikace produktu firmy Messer Schweiz AG
- [10] J. Zlámal, *Simulace elektrostatických iontově optických systémů*, dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno (2003).
- [11] J. Čechal, *Analýza povrchů a tenkých vrstev využitím fotoelektronové spektroskopie*, dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno (2005).