

Abstrakt

Práce se zabývá vakuovým napařováním kovů, a to jak základními principy této technologie, tak i zkoumáním vlastností výsledné vrstvy. Je zde popsána funkce napařovacího zařízení a jeho jednotlivé části. Stěžejní část práce se zabývá napařováním mědi i dalších látek a vodivostí výsledného filmu ve vztahu k jeho tloušťce. Jako parametr při měření je zadána teplota substrátu.

Abstract

This work deals with vacuum evaporation of metals, basic principles of this technology and exploring the properties of the resulting layer. It describes how vacuum evaporation works and its individual parts. The main part deals with evaporation of copper and other substances and the conductivity of the resulting film in relation to its thickness. As a parameter for measuring substrate temperature is specified.

Klíčová slova

Vakuové napařování, vrstva, teplota, výparník, napařovaný materiál, recipient, tlak, vodivost, vývěva.

Key words

Vacuum evaporation, layer, temperature, vaporizer, evaporation material, recipient, pressure, conductivity, air-pump.

Bibliografická citace práce

MILICHOVSKÝ, M. *Vlastnosti kovových vrstev realizovaných vakuovým napařováním*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Josef Šandera, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 26. května 2011

.....
podpis autora

Poděkování

Děkuji vedoucímu semestrálního projektu Ing. Josefu Šanderovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování projektu.

V Brně dne 26. května 2011

.....
podpis autora

Obsah

Úvod	9
1 Princip vakuového napařování.....	10
1.1 Teplota výparníku a tlak v recipientu	10
1.2 Funkce a konstrukce výparníků, dávkovače materiálu.....	11
1.3 Vakuové napařovací zařízení.....	12
1.4 Metody napařování	14
1.5 Napařování sloučenin slitin a směsí	15
2 Závislost tloušťky vakuově napařené mědi na elektrické vodivosti filmu	17
2.1 Fyzikální podstata elektrické vodivosti kovů	20
3 Praktická část	22
3.1 Parametry napařování	22
3.2 Postup měření	23
3.2.1 Příprava	23
3.2.2 Čerpání a ohřev	23
3.2.3 Měření elektrického odporu.....	23
3.2.4 Vyjmutí a kontrola	24
3.3 Měřicí přípravek	24
3.3.1 Duralová základna	25
3.3.2 Měděné šablony	25
3.3.3 Substráty	27
3.4 Stabilizace výsledné vrstvy	27
3.5 Řízení napařovací rychlosti	28
3.6 Ovlivňování měření tepelnou energií z výparníku	28
4 Vodivost napařených vrstev.....	29
4.1 Napařování mědi.....	29
4.2 Napařování stříbra	31
4.3 Napařování hliníku	32
4.4 Napařování niklu	33
5 Závěr	36
6 Citovaná literatura.....	37
7 Seznam příloh	38
8 Přílohy.....	39

Seznam obrázků

Obrázek 1: Závislost tlaku par na teplotě u vybraných kovů	10
Obrázek 2: Některé typy výparníků	12
Obrázek 3: Dávkovače materiálu pro bleskové odpařování	12
Obrázek 4: Základní schéma vakuového napařovacího zařízení	13
Obrázek 5: Typy elektronových děl	14
Obrázek 6: Závislost tlaku materiálů na teplotě	16
Obrázek 7: Závislost elektrické vodivosti na tloušťce napařené vrstvy	18
Obrázek 8: Použité napařovací zařízení	22
Obrázek 9: Měřicí a zobrazovací technika pro parametry napařené vrstvy	24
Obrázek 10: Měřicí přípravek	25
Obrázek 11: Řez přípravkem pro měření měrné vodivosti	25
Obrázek 12: Rozměry napařené vrstvy	26
Obrázek 13: Detail šablon použitých v měřicím přípravku.....	26
Obrázek 14: Chyba vniklá při tvorbě šablon	27
Obrázek 15: Šablony použité pro měření	27
Obrázek 16: Závislost vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro měď při teplotě substrátu 50°C	29
Obrázek 17: Lodička použitá při napařování měděného filmu	30
Obrázek 18: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro měď, parametrem je teplota	30
Obrázek 19: Výsledná napařená vrstva mědi	30
Obrázek 20: Lodička použitá při napařování stříbrného filmu	31
Obrázek 21: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro stříbro, parametrem je teplota	32
Obrázek 22: Výsledná napařená vrstva stříbra	32
Obrázek 23: Drátový výparník použitý pro napařování hliníku.....	33
Obrázek 24: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro hliník	33
Obrázek 25: Drátový výparník použitý pro napařování niklu.....	34
Obrázek 26: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro nikl	34
Obrázek 27: Výsledná napařená vrstva niklu.....	35

Úvod

Vakuové napařování je technologie umožňující pokovování materiálů, a to i elektricky nevodivých; je založeno na principu kondenzace par v ohraničeném prostoru s vytvořeným vakuem. Napařovací prostor - zvon (recipient) - obsahuje výparník tvořený vysokotavitelným kovem, v němž či na němž je odpařovaný kov a držák substrátu v definované vzdálenosti od výparníku. Ten se často skládá z karuselového zařízení, aby byla možnost přivádět do proudu par postupně různé substráty. Mezi substrátem a výparníkem také bývá clona sloužící k zachycení první dávky par, které bývají znečištěné v důsledku oxidů, které se nacházejí na povrchu materiálu ve výparníku. V recipientu obvykle bývá i čidlo vyhodnocující tloušťku napařené vrstvy.

Ohřev výparníku způsobený průchodem elektrického proudu, ohřevem iontovým svazkem či vysokofrekvenčním ohřevem způsobí odpařování kovu. Pokud teplota kovu vzroste nad předepsanou mez, zvýší se kinetická energie v povrchové vrstvě natolik, že se z ní začnou uvolňovat atomy, případně i molekuly odpařované látky. V tomto případě se na podložku, která má nižší teplotu než odpařovaný materiál, postupně nanáší materiál od ostrůvků po vytvoření kompaktní vrstvy.

Je třeba zajistit, aby dráha vypařovaných částic byla přímočará a střední volná dráha co nejdelší, proto celý proces napařování probíhá ve vakuu (10^{-4} až 10^{-6} Pa, v některých případech stačí pouze 10^{-2} Pa), střední volnou dráhu odpařovaných částic prodlužujeme např. nižší hodnotou vakua. Je naprosto nezbytné zařídit, aby střední volná dráha měla minimální vzdálenost od výparníku k substrátu, v praxi se ale navrhuje ještě delší. Takto nízké vakuum také způsobí, že se částice odpařovaného kovu nestřetnou během své dráhy s plynnými částicemi a nezmění se jejich směr. Čím více rostou požadavky na přesnost a čistotu vrstvy, tím více rostou i náklady na zajištění hlubšího vakua a na čistotu vnitřních prostor recipientu.

Praktická část práce se zabývá napařováním vybraných kovů, a to mědi, stříbra, hliníku a niklu. Jsou zde popsány způsoby napařování použité při měření. Měření obsahuje závislost tloušťky napařené vrstvy na výsledné měrné vodivosti kovů, tato měření jsou provedena při různých teplotách substrátu (50, 100, 150°C). Výsledkem práce je popsání chování daných materiálů při napařování, zhodnocení měření měrné vodivosti a porovnání výsledných parametrů u vybraných kovů.

1 Princip vakuového napařování

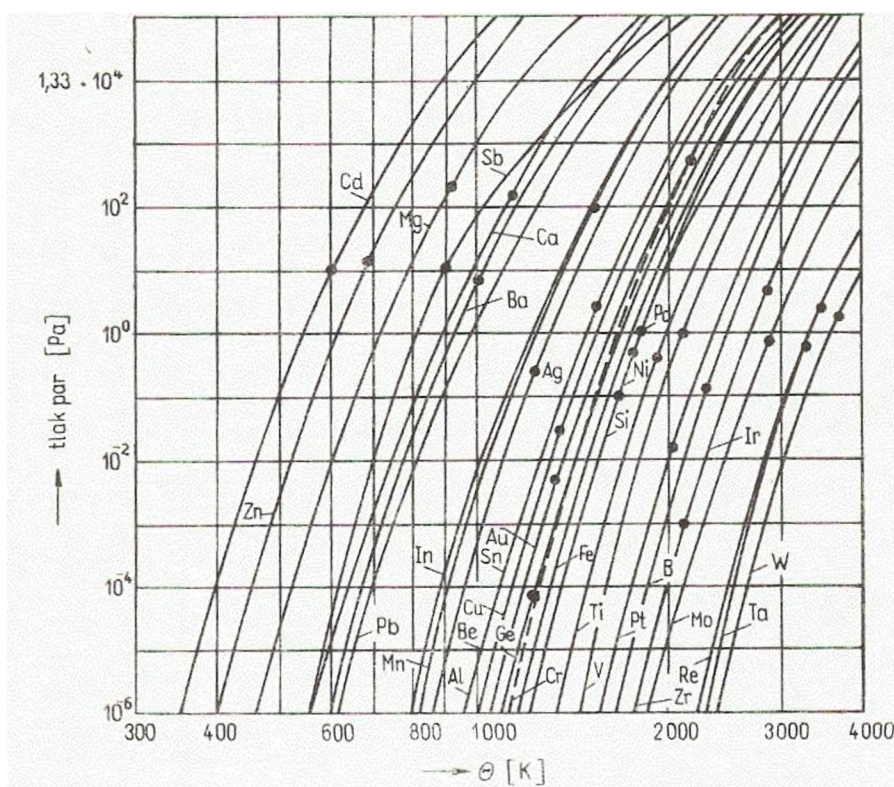
1.1 Teplota výparníku a tlak v recipientu

Vzrůstem teploty výparníku na odpařovací teplotu se zahájí odpařování materiálu. Odpařovací teplota je taková teplota, při níž je nad odpařovaným materiálem tlak par 1,33 Pa. Rychlost volného molekulárního odpařování ve vakuu v [$\text{g cm}^{-2} \text{s}^{-1}$], tj. hmotnost odpařované látky z jednotkové čisté plochy za 1s, je dána Langmuirovým vztahem za podmínky volného odpařování při vakuu hlubším než $1,33 \cdot 10^{-2}$ Pa a při tenzi par nepřesahující $1,33 \cdot 10^2$ [1]:

$$v = k_1 p \sqrt{\frac{M}{\Theta}} \quad (1)$$

kde p je zde tenze nasycených par při teplotě Θ , M - molekulová hmotnost odpařované látky, Θ – teplota odpařovaného materiálu.

Pokud je tenze par vyšší, páry se hromadí v prostředí výparníku a zkracuje se volná dráha. Při každém přesáhnutí teploty výparníku o 10 až 15% nad teplotu potřebnou k odpařování se zvyšuje tlak nasycených par o řád, což dokládá obr. 1:



Obrázek 1: Závislost tlaku par na teplotě u vybraných kovů [1]

Rychlost odpařování lze také vyjádřit počtem N dopadajících molekul na plochu 1 cm^2 za 1 s [1].

$$N = k_2 p \frac{1}{\sqrt{M\theta}} \quad (2)$$

Střední volná dráha, stejně jako počet srážek molekul námi napařované látky se zbytkovými vzdušnými částicemi je závislá na hodnotě vakua, viz tab. 1. Kvalita a struktura vrstev je kromě rychlosti ovlivňována tlakem zbytkových plynů, povrchem podložky a její teplotou [1].

Tabulka 1: závislost napařovacích parametrů na tlaku [1]

Tlak [Pa]	Střední volná dráha [cm]	Počet srážek mezi molekulami za 1 s	Počet molekul dopadajících na jednotkovou plochu za 1 s	Počet monovrstev N za 1 s
1,33	0,5	$9 \cdot 10^4$	$3,8 \cdot 10^{18}$	$4,4 \cdot 10^3$
$1,33 \cdot 10^{-2}$	$5,1 \cdot 10$	$9 \cdot 10^2$	$3,8 \cdot 10^{16}$	$4,4 \cdot 10$
$1,33 \cdot 10^{-3}$	$5,1 \cdot 10^2$	$9 \cdot 10$	$3,8 \cdot 10^{15}$	4,4
$1,33 \cdot 10^{-5}$	$5,1 \cdot 10^4$	$9 \cdot 10^{-1}$	$3,8 \cdot 10^{13}$	$4,4 \cdot 10^{-2}$
$1,33 \cdot 10^{-7}$	$5,1 \cdot 10^6$	$9 \cdot 10^{-3}$	$3,8 \cdot 10^{11}$	$4,4 \cdot 10^{-4}$

Rovnice (3) je pro výpočet střední volné dráhy, kde T je teplota, p tlak, d průměr molekuly dané látky, k Boltzmannova konstanta [2].

$$\bar{\lambda} = \frac{k \cdot T}{p \cdot \pi \cdot d^2 \cdot \sqrt{2}} \quad (3)$$

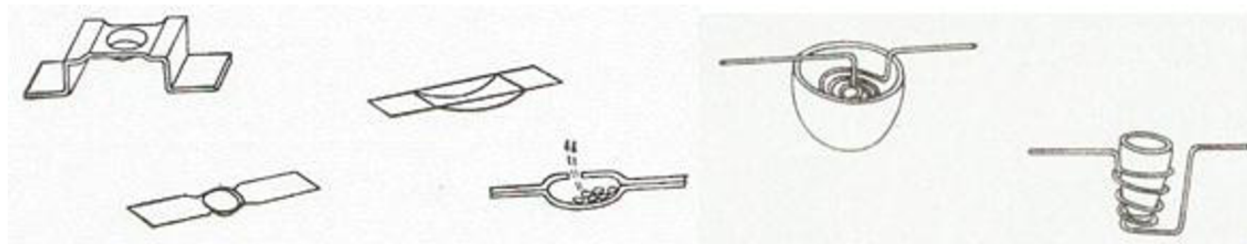
1.2 Funkce a konstrukce výparníků, dávkovače materiálu

První skupinou výparníků jsou výparníky pro sublimaci. Tyto výparníky jsou konstrukčně nejjednodušší, jsou tvořeny přímo odpařovaným materiálem, a to ve tvaru svinutého drátu či svazku drátů. Tento výparník je vyhříván přímo protékajícím proudem. Aby výparník plnil svou funkci, musí být z materiálu, který dosáhne tlaku par $1,33 \text{ Pa}$ ještě před jeho přetavením. Mezi takto napařované materiály patří Cr, Mo, V, Fe, NiCr.

Používanější výparníky ale ohřívají (např. odporovým ohřevem) napařovanou látku na svém povrchu. Pracovní teplota těchto výparníků je v rozmezí 1000 až 2000°C . Výparník nesmí znečišťovat odpařovaný materiál vlastním odpařováním či vzájemnou interakcí. Mezi nepoužívanější materiály pro výrobu výparníků patří těžkotavitelné kovy (např. W, Mo, Ta) a kysličníky. Wolframové výparníky mají větší trvanlivost při vyšších teplotách, tantalové se dají lépe tvarovat, molybdenové jsou levnější a vhodnější pro odpařované materiály s nižším bodem tavení. Výparníky z uhlíku vyhovují do 2000°C , mohou však vznikat karbidy a

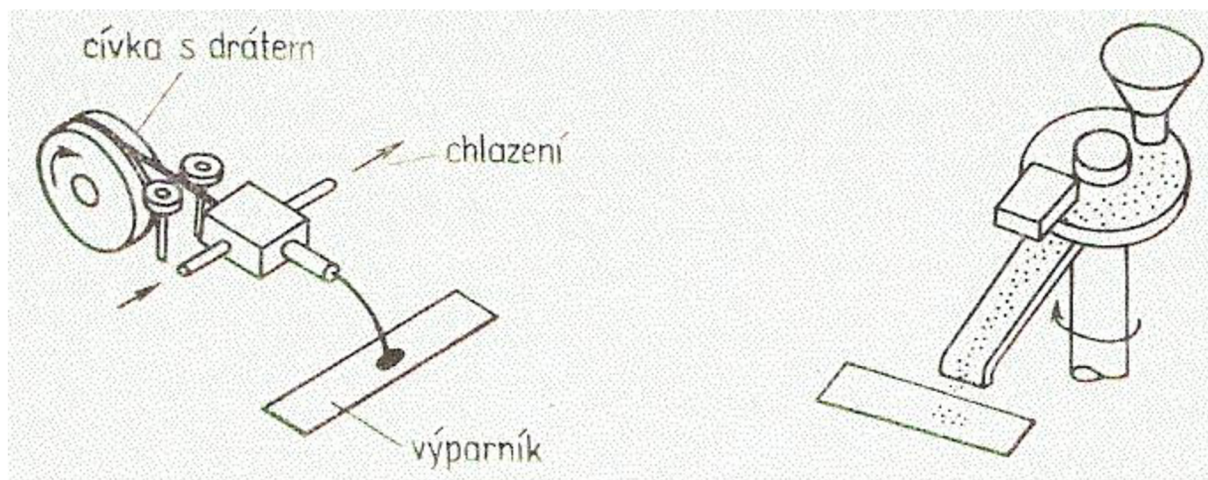
eutektika, čemuž lze ale čelit použitím keramických vložek. Uhlíkové mohou také uvolňovat nežádoucí plyny (H_2 , N_2 , CO , CO_2).

Výparníků je mnoho typů. Drátové výparníky slouží pro odpařování menšího množství materiálu, který je dobře smáčí. Jsou realizovány svinutím několika drátů či zhotovením roštu. Tyčové výparníky jsou grafitové, kovové, případně z intermetalických materiálů. Jsou vhodné pro větší navážky nebo i pro plynulý přísun materiálu. Trubicové nebo komorové provedení zabráňuje vylétávání větších částic a může mít i směrový charakter. Kelímkové výparníky mohou být z těžkovitelných kovů (Mo), uhlíku či keramických materiálů. Vhodným víčkem nebo stíněním lze ovlivnit směrové charakteristiky.



Obrázek 2: Některé typy výparníků [1]

Dávkovače materiálu pro bleskové odpařování jsou systémy, které ve vakuu přesně dávkují materiál na předehřátý výparník. Materiál pro tyto dávkovače je ve formě drátu nebo tyčky či prášku, granulí a tablet. Dávkovače se od sebe liší transportními mechanismy, jako jsou skluzavky, pásy, vibrační zařízení a šnekový pohon [1].

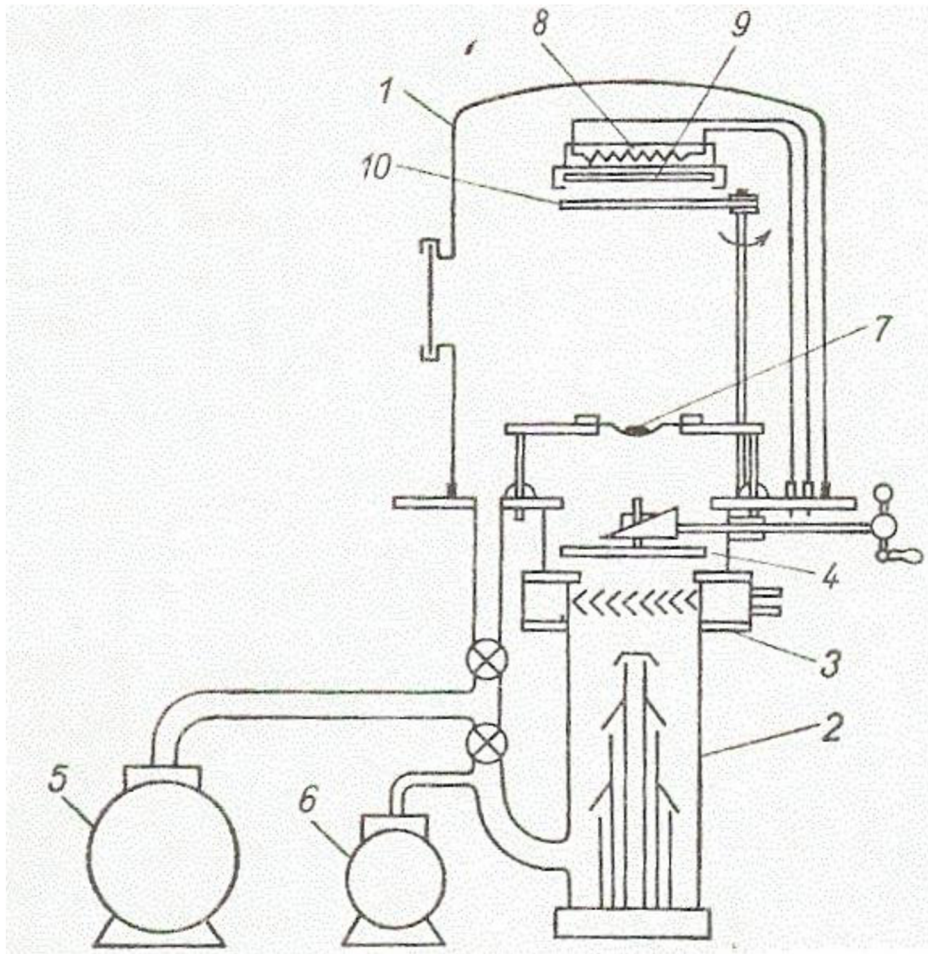


Obrázek 3: Dávkovače materiálu pro bleskové odpařování [1]

1.3 Vakuové napařovací zařízení

Struktura vrstev a jejich vlastnosti jsou především ovlivňovány úrovní a kvalitou vakua, zejména zbytkovými plyny. A právě proto je zde vždy snaha o co nejnižší úroveň vakua, na druhou stranu tím zase rostou náklady.

Celé čerpací zařízení je zobrazeno na obr. 4, jde o klasické uspořádání vakuového napařovacího zařízení s olejovou difúzní vývěvou s velkou čerpací rychlostí (asi 1000 ls^{-1} i více) a účinných lapačů olejových par, chlazených tekutým dusíkem. V dnešní době se nejčastěji používají vývěvy turbomolekulární.



Obrázek 4: Základní schéma vakuového napařovacího zařízení; 1-recipient, 2-olejová difúzní vývěva, 3-chlazený lapač olejových par, 4-deskový ventil, 5,6-mechanické rotační vývěvy, 7-výparník, 8-držák podložek s ohřevem, 9-substrát, 10-clona [1]

Konečný tlak v recipientu závisí jak na čerpacím systému, tak i na rychlosti odplynění recipientu. Tlaků řádově 10^{-6} Pa lze pečlivou přípravou dosáhnout difúzními olejovými vývěvami, ovšem nižší požadované hodnoty vakua si žádají iontové sorpční vývěvy, těmi se dosahuje tlaků až 10^{-8} Pa. Je-li potřeba vakuum ještě hlubší, používají se zejména při speciálních aplikacích na křemíku, doplňují se čerpací systémy o titanové sublimační vývěvy či kryogenní vývěvy chlazené tekutým N_2 či He, těmito doplňky se dosahuje tlaků 10^{-10} Pa. Pokud jsou potřeba vyšší hodnoty vakua a zbytkové plyny prosté uhlovodíků, používají se turbomolekulární vývěvy. Mezi zbytkové plyny v recipientu obvykle patří H_2 , H_2 , CO_2 , H_2O a organické páry. Při procesu napařování se mohou měnit parciální tlaky zbytkových plynů např. v důsledku sorpce plynů z výparníku.

Vlastní napařovací prostor je nejčastěji omezen kovovým recipientem. Tento recipient bývá často hydraulicky ovládán a zvenku opatřen potrubím pro regulaci teploty systému. V některých případech bývá recipient opatřen dávkovačem potřebných plynů. Přes základní desku je přivedeno ústí čerpacího agregátu, napájení výparníku, měřící čidla a ovládání clon a karuselu. Čidla v napařovacím zvonu mají za úkol snímat tloušťku vrstvy, elektrický odpor vrstvy či kapacitu, ale jaká čidla v napařovacím zvonu jsou, závisí na použití systému. Některá čidla umožňují průběžně registrovat kromě tloušťky vrstvy i rychlost její kondenzace. Čidla ale musí mít stejné napařovací podmínky v recipientu jako substrát (např. vzdálenost od výparníku) [1].

1.4 Metody napařování

Nejširší uplatnění našlo odpařování pomocí odporového ohřevu, v některých speciálních případech i bleskové odpařování (flash). Odpařování pomocí elektronového paprsku a laseru umožňuje odpařovat materiály s vysokou teplotou odpařování a navíc nekontaminuje napařovací prostor materiál výparníku.

Odpařování pomocí odporového ohřevu je založeno na průchodu elektrického proudu výparníkem z těžkotavitelného kovu (W, Ta, Mo). Výparník má tvar vlákna či lodičky. Vyjmeme-li velmi reaktivní kovy (Al, Si, Co, Ni, Fe) a volíme-li správný typ a tvar výparníku, nevznikají při napařování vážné potíže.

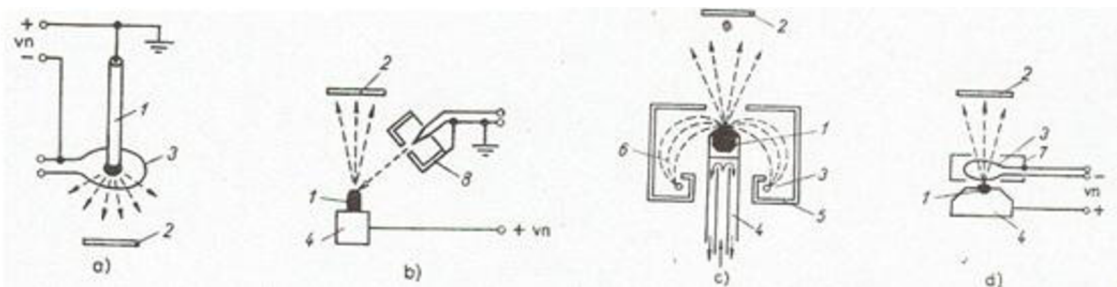
Bleskové odpařování je charakterizováno prudkým odpařením vícesložkového materiálu. Princip je založen na přesném dávkování odpařovaného materiálu na výparník s přesně stabilizovanou teplotou, která je značně vyšší než teplota, která je potřebná k odpaření nejméně těkavé složky materiálu. Výparník musí vydržet i teploty 2000°C, volba správného materiálu (W, Ta, Ir) je tedy zásadní. Bleskové odpařování dává odchylky od původního stechiometrického složení, dopadající páry na podložku jsou značně přesyceny a dochází ke značnému uvolňování plynů z odpařovaného materiálu provázenému poklesem vakua. Toto odpařování je vhodné k napařování slitin, směsí i sloučenin.

Obloukové odpařování využívá vysoké teploty oblouku mezi dvěma elektrodami a umožňuje odpařovat kovy vyžadující vysokou teplotu. Tato metoda je ale obtížně reprodukovatelná.

Odpařování explozivní vzniká náhlým ohřevem a úplným odpařením drátu průchodem elektrického proudu, např. výbojem z kondenzátorů. Tato metoda je velice rychlá a v některých případech nemusí probíhat ve vakuu.

Odpařování vysokofrekvenčním ohřevem se provádí buď přímo, nebo s použitím kelímku. Pokud nemá být odpařovaný materiál kontaminován materiálem výparníku, může být odpařovaný materiál vznášen vhodným konstrukčním uspořádáním vysokofrekvenčních cívek.

Další možností je odpařování elektronovým paprskem. Touto technologií můžeme odpařovat libovolný materiál. Rozsah působení dopadajících elektronů na povrch odpařovaného materiálu je dán jejich energií a atomovým číslem materiálu. Nejjednodušší konstrukce odpařování elektronovým paprskem (elektronovým dělem) je vyhřívaným wolframovým vláknem jako zdrojem elektronů, které urychlujeme kladným napětím (několik kilovoltů, výkon 2 až 4kW)



Obrázek 5: Typy elektronových děl a) se zavěšenou kapkou, b) se zdrojem elektronů mimo hlavní směr napařování, c) se stíněnou katodou a zakřivenými drahami elektronů, d) se stíněnou katodou a chlazeným držákem odpařovaného materiálu; 1-odpařovaný materiál, 2-podložka, 3-horká katoda, 4-chlazený držák, 5-fokusační elektroda, 6-dráhy elektronů, 7-stínění, 8-Wehnelův válec [1]

Tato technologie umožňuje odpařovat materiál za teploty až 3000°C, používá se pro napařování materiálů s vysokou teplotou tavení (W, Ta, Mo, Ta), dále k odpařování některých speciálních materiálů (C, Pt), popřípadě reaktivních kovů (Al, Ni, Fe). Je použitelná pro odpar sloučenin, kde nemá dojít k rozkladu ohřevem (SiO, SiO₂, Al₂O₃, TiO apod.). Elektronová děla chlazená vodou dávají výkon 2 až 10kW při urychlujícím napětí 10kV a umožňují dosáhnout teplot až 3500°C. Napařování dielektrik vyžaduje elektricky vodivé nosiče, aby se zabránilo hromadění náboje.

Odpařování laserem spočívá v dopadu fokusovaného svazku paprsků s extrémní intenzitou na povrch odpařovaného materiálu. Teplota par u takto odpařovaného materiálu vystoupá až na 20 000°C. U laserů pracujících v modulovaném režimu bývá stopa asi 30μm a intenzita záření 2-3.10⁹ Wcm⁻², v oblasti volných kmitů se dosahuje intenzity až 10⁷ Wcm⁻². Použití laseru při napařování umožňuje výborně řídit napařovací cyklus, přičemž složení nanesených vrstev odpovídá složení výchozího materiálu. Při napařování slitin s rozdílnou tenzí par jednotlivých složek má ohřev laserem nesporné přednosti. Úspěšně lze nanést dielektrika jako SiO, SiO₂ a MgF₂ v kontinuálním impulzovém režimu a polovodičové vrstvy A^{III}B^V (InSb, GaAs), A^{II}B^{VI} (CdS, CdSe, ZnS, ZnSe), A^{IV}B^{VI} (PbS, PbSe, PbTe) včetně častého dávkování legujících příměsí.

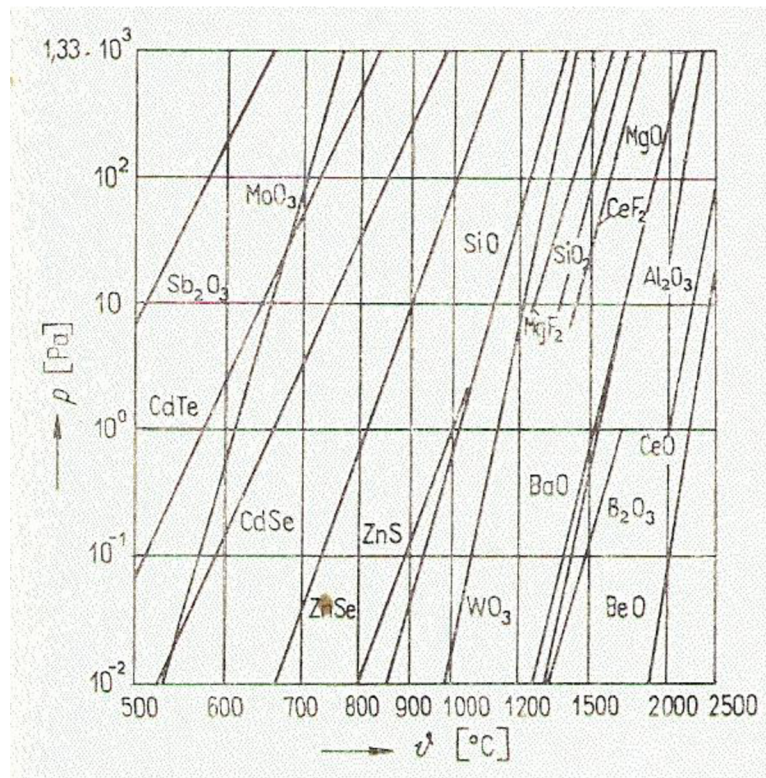
Napařování z více výparníků umožňuje nanášet vícesložkové vrstvy, které nejsou výrobitelné běžnými postupy. Výparníky musejí být od sebe dobře tepelně izolované a odstíněné.

Reaktivní napařování vrstev přichází v úvahu zejména tehdy, když není možné nanášet požadovanou vrstvu z důvodu částečného nebo úplného rozkladu odpařovaného materiálu. Používá se především napařování v kyslíkové atmosféře, je ale nutné dodržet řízený tlak O₂ v rozmezí 10⁻³ až 10 Pa. K tvorbě kysličnickové vrstvy dochází na povrchu substrátu srážkami atomů kovu a molekul O₂. Při použití této metody je růst filmu pomalý, je dán rychlostí srážek. Reaktivní napařování je použitelné na některé dielektrické a polovodičové aplikace [1].

1.5 Napařování sloučenin slitin a směsí

Pouze u malého počtu látek se shoduje složení par s výchozím materiálem, proto bývá obvykle nutno volit pracovní podmínky empiricky. Napařování sloučenin bývá často spojeno s disociací ovlivňující stechiometrii, zejména když je jedna složka nestálá. V takovém případě je tepelný rozklad problematický, v některých případech nepoužitelný. Napařování bez disociace je prakticky možné např. u SiO, MgF₂, B₂O₃, SnO a CaF₂. Tendence k disociaci vzniká se vzrůstající teplotou a klesajícím tlakem.

Při napařování sloučenin typu A^{II}B^{VI} (CdS, CdSe, CdTe) je možné použít jednoduchý výparník při teplotě pod 1000°C, přičemž teplota podložky má velký význam pro zajištění potřebné stechiometrie. Napařování kysličníků Be, Mg, Ca, Sr, Ba a Ni vyžaduje teploty nad 1500°C. Zde nastávají potíže s reakcí kysličníků a materiály výparníků, proto je potřeba problémy redukovat volbou vhodné kombinace výparník-odpařovaný materiál. Pro těžkovatelné kysličníky je doporučen odpar pomocí elektronového paprsku. Při odpařování materiálů A^{III}B^V dochází k rozpadu poměrně těkavé V. skupiny (P, Sb, As), dosahují tlaku 1,33 Pa už při teplotách 700 až 900°C, kdežto složky III. skupiny (P, Sb, In) je nutné zahřát na daleko vyšší teplotu, aby tlak jejich par dosáhl uvedené meze. Proto používáme odpařování ze dvou zdrojů či bleskové. Značné odchylky ve složení vznikají vlivem rozkladu u nitridů, karbidů a boridů kovů.



Obrázek 6: Závislost tlaku materiálů na teplotě [1]

Při napařování slitin dochází k nezávislému odpařování jednotlivých složek. Složení se během napařování významně nemění. Při napařování slitin je třeba klást velký důraz na obsah obou složek. Napařování směsí vyžaduje speciální techniku, např. odpařování z několika výparníků nebo bleskové odpařování [1].

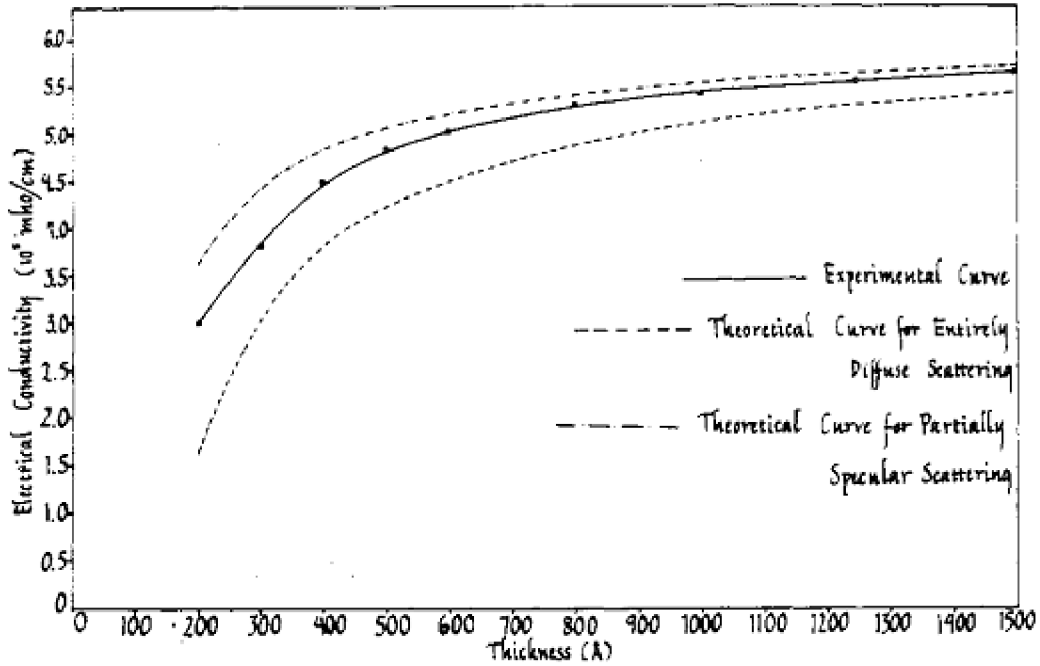
2 Závislost tloušťky vakuově napařené mědi na elektrické vodivosti filmu

Závislost elektrické vodivosti napařeného měděného filmu o tloušťce 20-150 nm popisuje Sondheinerova teorie za předpokladu, že jsou elektrony náhodně rozptýleny na hranici napařeného filmu. Zlomek elektronů odražených od povrchu je způsoben anomálním povrchovým jevem. Tato závislost byla zkoumána při následujících parametrech: vakuově napařená vrstva mědi (film) o tloušťce 20-150 nm, jako substrát bylo zvoleno sklo a proces probíhal při vakuu o hodnotě 10^{-4} Pa, předehřev substrátu na 150°C , po procesu napařování byly vzorky podrobeny žíhání na 250°C po dobu dvou hodin. Výsledky byly zobrazeny jako obr. 7. Po celou dobu zkoušek, a to i včetně skladování a přípravy, byly vzorky uloženy v přiměřené teplotě bez přístupu vzduchu, aby se zabránilo znehodnocení vzorků oxidací. Tloušťka napařené vrstvy se měřila oscilátorem s piezoelektrickým krystalem umístěným v recipientu [3].

Sondheinerova rovnice popisuje vodivost filmu σ_f a je reprezentována jako funkce tloušťky t [3]:

$$\sigma_f = \sigma_b \left(1 - \frac{3L}{2t} \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{X^3} - \frac{1}{X^5} \right) \left(1 - \exp\left(-\frac{tx}{L}\right) \right) dx \right) \quad (4)$$

kde σ_b označuje hodnotu vodivosti napařovaného kovu, jehož naměřená hodnota při pokojové teplotě pro měď je $5,99 \cdot 10^5$ S/cm, L označuje střední volnou dráhu elektronů na Fermiho hladině, která může být vyjádřena přes koncentraci N dle vztahu $L = (h\sigma_b/e^2)(3/8\pi N^2)^{1/3}$, kde h je Planckova konstanta, a L vychází 39,6 nm.



Obrázek 7: Závislost elektrické vodivosti na tloušťce napařené vrstvy (nepřerušovaná čára - ověřena pokusem, přerušovaná čára – výpočet dle Sondheinerovy rovnice, přerušovaná čára s tečkami – výpočet dle upravené Sondheinerovy rovnice) [3]

Řešením rovnice opakovanou integrací byly získané výsledky zobrazeny na obr. 7. U spočtených hodnot byla pozorována poněkud vyšší vodivost ve srovnání s hodnotami naměřenými v kontrastu s výsledky elektrického chování u niklových filmů, což se dá očekávat, nesoulad se ale dá vysvětlit tím, že část elektronů se od povrchu vzorku odrazila, a to hlavně na hranicích napařného filmu. Ovšem při napařování niklu, a to i při nízkých hodnotách vakua 10^{-4} Pa, bývá vzorek velmi náchylný k oxidaci a absorpci dalších zbytkových plynů, které také mohou zvýšit vodivost. Při experimentech se také zjistilo, že vodivost filmu se mění nahrazením skleněného substrátu hladkými deskami z křemeneči keramiky s napařovanými dielektrickými vrstvami z LiF, MgF₂, SiO, CeO₂, nebo TiO₂. Experimenty dokazují, že podíl zrcadlově odražených elektronů na hranicích napařného filmu je závislý na vlastnostech okolního média a na různých místech substrátu se vrstva filmu může lišit [3].

Tyto jevy byly následně popsány níže uvedeným vztahem [3]:

$$\sigma_f = \sigma_b \left(1 - \frac{3L}{2t} (1 - p) \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{X^3} - \frac{1}{X^5}\right) \frac{1 - \exp\left(-\frac{tx}{L}\right)}{1 - p \exp\left(-\frac{tx}{L}\right)} dx \right) \quad (5)$$

p zde představuje průměrnou pravděpodobnost pružného rozptylu na povrchu filmu, která může být interpretována jako průměr koeficientů odrazů elektronů na film-substrát a film-okolí a může být stanovena metodou založenou na anomálním povrchovém jevu. Jeho účinek se projevuje v abnormálně velké odolnosti povrchu způsobené vysokofrekvenčními elektromagnetickými vlnami, jejichž hloubka vniku do vodiče je menší než střední volná dráha elektronů. Za těchto podmínek elektrony narážejí na rozhraní a mohou účinně přispět k přenosu elektrické energie. Odpor se zvyšuje v důsledku absorpcí záření, to umožňuje

výpočet elektronů téměř rovnoběžných s hranicí filmu. To odpovídá prakticky zrcadlově odraženému podílu elektronů a může být vyjádřeno následujícím způsobem [3]:

$$p = 1 - \left(\frac{8c}{3v}\right) \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_\tau}\right) \frac{(\lambda_\tau - \lambda'_\tau)}{\lambda'_\tau} \quad (6)$$

c je zde rychlost světla ve vakuu, v rychlost elektronů na Fermiho hladině, jejíž hodnota pro měď je $1,58 \cdot 10^8$ cm/s, λ_0 plazmová vlnová délka elektronového plynu, λ_τ relaxace vlnové délky spojená z běžnou statickou vodivostí, λ'_τ vlnová délka nahrazující λ_τ při přenosu náboje, pokud rozrušení vysokofrekvenčním zářením vytváří anomální povrchový jev [3].

Tyto parametry jsou dány [3]:

$$\lambda_0 = \left(\frac{\pi m c^2}{N e^2}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

$$\lambda_\tau = \frac{2\pi c L}{v} \quad (8)$$

$$\lambda'_\tau = \left(\frac{\lambda^3}{4n k}\right) \left(\frac{1}{\lambda_0^2} + \left(\frac{1}{\lambda_0^4} - \frac{16n^2 k^2}{\lambda^4}\right)^{\frac{1}{2}}\right) \quad (9)$$

m^* zde označuje efektivní hmotnost elektronů, n a i značí reálnou a imaginární část komplexního indexu lomu a λ reprezentuje vlnovou délku. Uplatněním teorie volných elektronů máme $\lambda_0 = 1,15 \cdot 10^{-5}$ cm, $\lambda_\tau = 4,72 \cdot 10^{-3}$ cm. Pro výpočet λ'_τ musíme určit n a k pro monochromatické záření ve spektrálním intervalu anomálního povrchového jevu, nejlépe v infračervené oblasti, kde $\lambda_0 \ll \lambda \ll \lambda_\tau$.

Optické konstanty n a k absorbuujícího filmu napařeného na transparentních podkladech lze odvodit z měření propustnosti t a odrazivosti r na straně podkladu pomocí vztahů (10) a (11) [3]:

$$T = \frac{8n_0n_s(n^2 + k^2)}{((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) + 4n^2n_0n_s) \cosh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right) + 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right)} - \frac{((n^2 + k^2 - n_0^2)(n^2 + k^2 - n_s^2) - 4k^2n_0n_s) \cos\left(\frac{4\pi nt}{\lambda}\right) + 2k(n_0(n^2 + k^2 - n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 - n_0^2)) \sin\left(\frac{4\pi nt}{\lambda}\right)}{((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) - 4n^2n_0n_s) \cosh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right) - 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) - n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right)} \quad (10)$$

$$R = \frac{-((n^2 + k^2 - n_0^2)(n^2 + k^2 - n_s^2) + 4k^2n_0n_s) \cos\left(\frac{4\pi nt}{\lambda}\right) - 2k(n_0(n^2 + k^2 - n_s^2) - n_s(n^2 + k^2 - n_0^2)) \sin\left(\frac{4\pi nt}{\lambda}\right)}{((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) + 4n^2n_0n_s) \cosh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right) + 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right)} - \frac{((n^2 + k^2 - n_0^2)(n^2 + k^2 - n_s^2) - 4k^2n_0n_s) \cos\left(\frac{4\pi nt}{\lambda}\right) + 2k(n_0(n^2 + k^2 - n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 - n_0^2)) \sin\left(\frac{4\pi nt}{\lambda}\right)}{((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) - 4n^2n_0n_s) \cosh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right) - 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) - n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi kt}{\lambda}\right)} \quad (11)$$

To platí pro normální náraz, kde n_0 a n_s jsou indexy lomu vakua a substrátu, tento systém rovnic byl vyřešen za předpokladu, že t a r byly změřeny při $i=1$ s dvouvstupovým spektrometrem. Toto měření bylo provedeno na vzorcích uchovaných ve vzdušné atmosféře a tam mohly být vzorky potaženy oxidační vrstvou. Měření se omezovalo na vzorky s tloušťkou napařené vrstvy 20nm až 50nm a výpočet výše zmíněným způsobem, a to pouze za předpokladu $2\pi t/\lambda \ll 1$, hodnoty indexů lomů jsou $n_0=1$ a $n_s=1,51$, výsledky: $n=0,18$ a $k=6,4$. Výsledky prokázaly, že n a k nejsou závislé na tloušťce filmu, proto by tyto údaje získané pro 20 – 50 nm měly být platné i pro 50 – 150 nm. Pro tyto hodnoty dostáváme $\lambda'\tau = 3,30 * 10^{-3}$ cm, $p = 0,47$. Použitím těchto výsledků při výpočtech byly získány výsledky zobrazené na obr. 7 jako tečkovaná čára, která se s naměřenými hodnotami shoduje daleko lépe než předcházející výsledky. Hodnoty vodivosti vyšly nižší, než by se očekávalo, a ukázalo se, že odklon snižuje především například zvyšující se tloušťka. Oba tyto výstupy lze vysvětlit tím, že i při 10^{-4} Pa je napařená měď částečně kontaminovaná, což je samozřejmě více evidentní, když je film tenčí.

Nicméně rozpory mohou také naznačovat, že počet elektronů elasticky rozptýlených na povrchu je menší než teoretický výpočet a narůstá s tloušťkou filmu. Tyto hypotézy jsou na místě, protože povrchy vzorků nejsou tak hladké jako idealizovaný model považovaný v matematickém modelu a tloušťka může mít vliv na rozdělení elektronů na povrchu vzorku. A tím se bude počet zrcadlově odražených elektronů měnit [3].

2.1 Fyzikální podstata elektrické vodivosti kovů

Kovová vazba je nejobvyklejší vazbou prvků s malým počtem valenčních elektronů. Atomy v kovech jsou ionizovány tak, že kov může být považován za soubor kladných iontů v elektronovém oblaku, nezývaném též elektronový plyn, pohybují se poměrně volně, konají postupné pohyby podobné pohybu molekul plynu. Elektrony nejsou vázány k žádnému iontu, pohybují se volně kovem a jsou rozprostřeny tak, že v celém objemu je jejich hustota skoro

stejná. Kovová vazba umožňuje vzájemné posuvy atomů, jež jsou podkladem plasticity a houževnatosti kovů. Dá se jí dobře vysvětlit elektrická a tepelná vodivost. Dojde-li mezi dvěma místy kovu k potenciálnímu spádu, usměrní se pohyb částí uvolněných elektronů a kovem prochází proud [4].

3 Praktická část

Tenká vrstva se vyznačuje tím, že charakteristické parametry dané látky jsou jiné než u tlusté vrstvy. Tato práce se zabývá tím, jak se mění měrná vodivost kovů v závislosti na tloušťce vrstvy a teplotě substrátu. Postupovalo se tak, že se napařoval meandr daných rozměrů, měřil se elektrický odpor a z těchto parametrů se vyjádřila měrná vodivost napařené vrstvy.

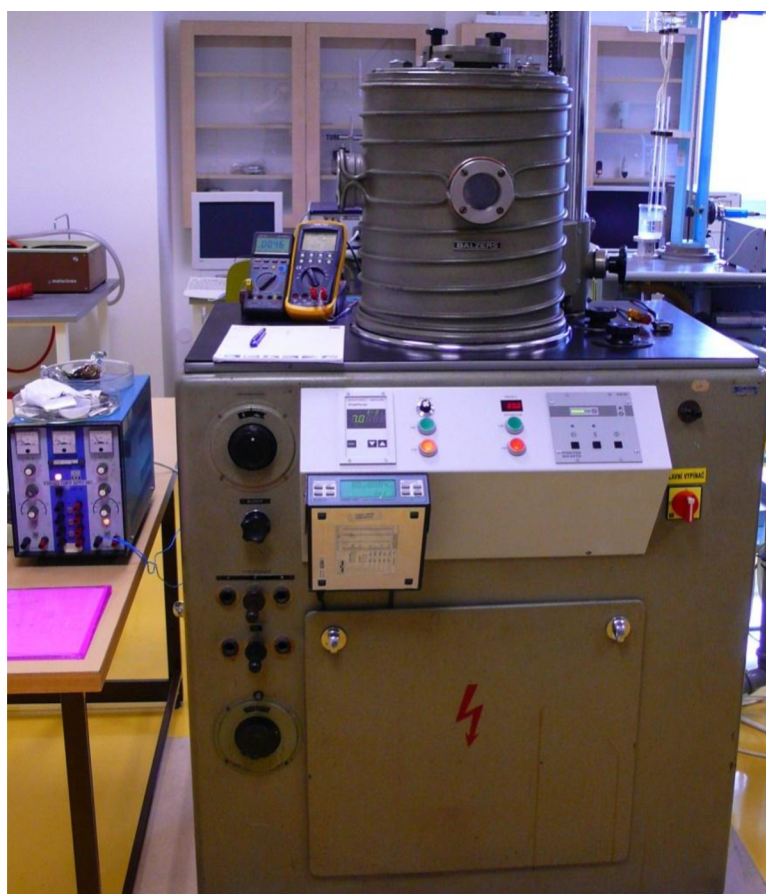
Dále byla měření prováděna za zvýšené teploty, a to až do hodnoty 150°C, a to z toho důvodu, že při zvýšení teploty ve vakuu se materiál odplyňuje. To má za následek kondenzaci par na základním substrátu a ne na látkách vázaných na substrátu. Tento jev se projeví tím, že výsledná vrstva je k substrátu pevněji přichycena. A dále odplynění substrátu před napařováním zamezí odplyňování při napařování, z čehož vyplývá, že vázané plynné látky neprostupují napařenou vrstvou a tím se tato vrstva stává homogennější.

3.1 Parametry napařování

Měření elektrické vodivosti pro tloušťky 10 – 200 nm (v některých případech i 300 nm)

Měřeno při teplotách substrátu 50, 100, 150°C (prvotní pokusy při pokojové teplotě)

Tlak v recipientu $8,8 \cdot 10^{-3}$ – $1,2 \cdot 10^{-3}$ Pa



Obrázek 8: Použité napařovací zařízení

3.2 Postup měření

3.2.1 Příprava

Příprava se skládala z více úkonů, které bylo nutno splnit k získání relevantních výsledků. Nejprve bylo potřeba připravit napařovací zařízení k napařování. Následovala příprava substrátu, bylo nutno ho očistit od mastnot a pevných částic, k tomuto účelu byl použit izopropylalkohol. Následně byl umístěn do měřicího přípravku, a to tak, aby substrát s kontakty svou polohou přesně odpovídal otvorům pro kontakty v měděné šabloně a kontaktům na duralové základně. Následovalo připojení měřících přístrojů a zkouška, jestli jsou vodivě spojeny s kontakty na substrátu. Dále bylo třeba připojit odporový článek nutný k ohřevu přípravku a provést zkoušku jeho funkce, čímž se ověřilo, zda funguje i měření teploty.

3.2.2 Čerpání a ohřev

Vakuová komora se uzavřela a spustila se automatizovaná soustava vývív (rotační, turbomolekulární). Při čerpání, které trvalo určitý čas, než se dosáhlo požadované hodnoty vakua, bylo třeba vyhřát přípravek na požadovanou teplotu. Jako topný člen byl použit výkonový keramický odpor kvádrového tvaru a výkon mu byl dodáván ze stabilizovaného zdroje. Napětí zdroje je úměrné dodávanému tepelnému výkonu, toto napětí bylo řízeno člověkem na základě teploty přípravku měřené termočlánkem, a proto jsou veškeré teploty u měření udány.

3.2.3 Měření elektrického odporu

Když bylo dosaženo dostatečné hodnoty vakua a byla stabilizována teplota přípravku na správnou úroveň, mohlo se začít s napařováním a měřením. Výparník se zakryl clonou, zahřál se průchodem proudu a po chvíli se clona odklonila a začalo se s napařováním. Změnou procházejícího proudu se řídí napařovací rychlost, takže byla nastavena napařovací rychlost vždy na 0,05 nm/s (tento údaj se musel často kontrolovat, případně ho změnou proudu znova nastavit). Při předepsané napařené tloušťce se vždy odečítal údaj elektrického odporu spolu s teplotou substrátu. Tato teplota se musela řídit spolu s napařovací rychlostí po celou dobu měření. Když byla napařena dostatečná tloušťka, výparník se zakryl clonou, vypnul se proud procházející výparníkem, proud pro ohřev vzorku i celé napařovací zařízení.



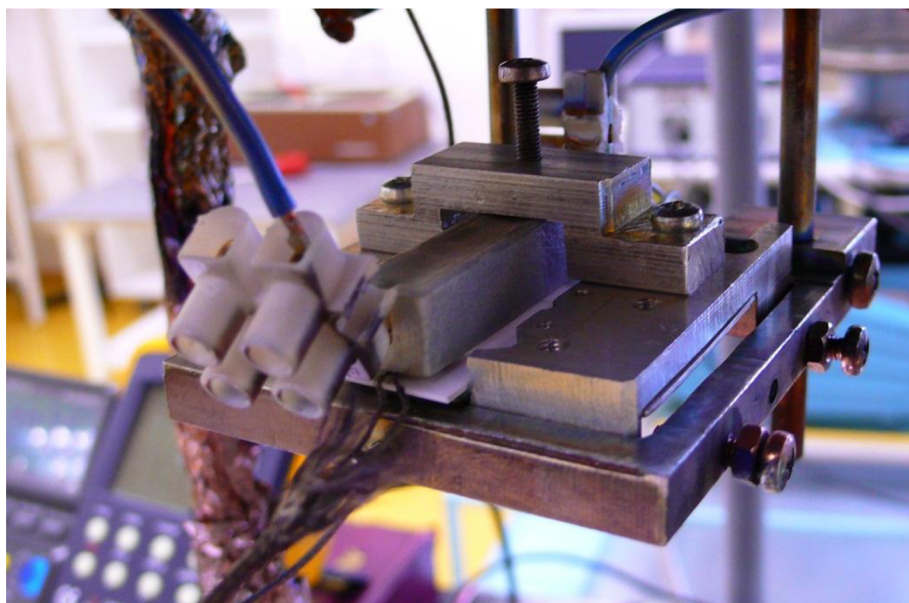
Obrázek 9: Měřicí a zobrazovací technika pro parametry napařené vrstvy

3.2.4 Vyjmutí a kontrola

Po ukončení napařování se celý recipient pomalu zavzdušnil. Následovalo otevření napařovacího zařízení, vyjmutí vzorku z přípravku, optická kontrola jeho povrchu a změření elektrického odporu. Toto měření bylo vždy prováděno po ukončení napařování, aby se zjistilo, zda tato hodnota odpovídá poslední změřené hodnotě, kvůli zamezení chyby v důsledku přechodového odporu mezi měřicím přístrojem a substrátem v průběhu měření.

3.3 Měřicí přípravek

Přípravek pro měření elektrické vodivosti v závislosti na tloušťce napařené vrstvy je zhotoven ze tří hlavních částí. Jako první bych uvedl měděné šablony omezující napařovanou část keramiky. Jako druhou samotnou keramikou s vodivými cestami, zhotovenými tlustovrstvou technologií. A jako poslední duralovou konstrukci, která má za úkol zajištění předepsané polohy předchozích dvou částí, elektrický kontakt mezi keramickým substrátem a měřicím zařízením, přichycení odporového tělesa pro ohřev substrátu a tepelný kontakt mezi substrátem a termočlánkem pro měření jeho teploty.



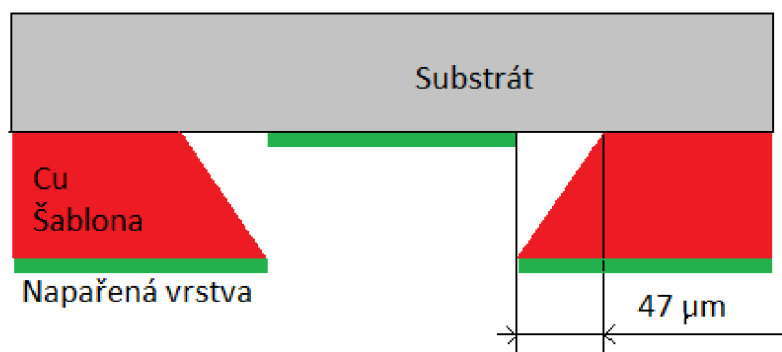
Obrázek 10: Měřicí přípravek pro měření měrné elektrické vodivosti napařené vrstvy

3.3.1 Duralová základna

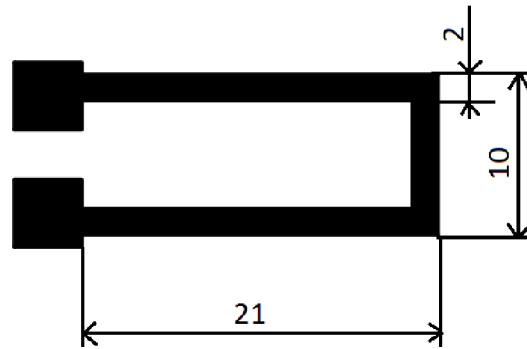
Je základním prvkem měřicího přípravku, zesponu této konstrukce je přišroubovaný měděný meandr, těsně nad něj ukládáme substrát. Kontakty na substrátu musí být vodivě spojeny s kontakty na základně a zároveň musejí odpovídat otvorům v měděném meandru. Z vrchní strany substrátu je přiložené odporové těleso zajišťující ohřev substrátu a termočlánek pro měření teploty. Základna zajišťuje, že všechny tyto části budou stále vůči sobě ve správné pozici.

3.3.2 Měděné šablony

Šablony jsou vyrobeny z měděné folie o tloušťce 150 μm . Aby byla zajištěna co nejvyšší rovinnost těchto folií, bylo jako technologie pro jejich výrobu vybráno leptání. Na měděnou folii byl pomocí fotorezistu a průsvitné šablony nanesen motiv a následně byly nežádoucí části odleptány. Měděná šablona byla leptána jen z jedné strany, aby došlo k jistému podleptání, které bude mít za následek to, že pokud bude šablona správně uložena vůči substrátu (jak je na obrázku níže, ne obráceně), nebude elektrický kontakt mezi šablonou a napařenou vrstvou. Tento případný kontakt by velice zkresloval měření.



Obrázek 11: Řez přípravkem pro měření měrné vodivosti



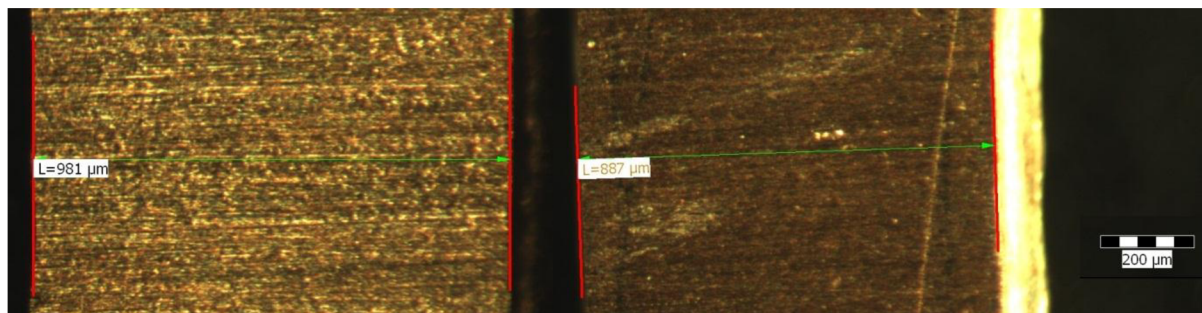
Obrázek 12: Rozměry napařené vrstvy

Rozměry díry v šabloně tudíž i napařené vrstvy jsou na obr. 12. Čtvercové útvary z levé strany byly podloženy tlustovrstvými přívodními kontakty, tudíž se jejich vodivost neuvažuje. Z rozměrů je patrné, že účinná délka meandru je 48mm a šířka 2mm. Měrná vodivost napařené vrstvy počítána dle vzorce:

$$\gamma = \frac{l \cdot G}{S} \quad (12)$$

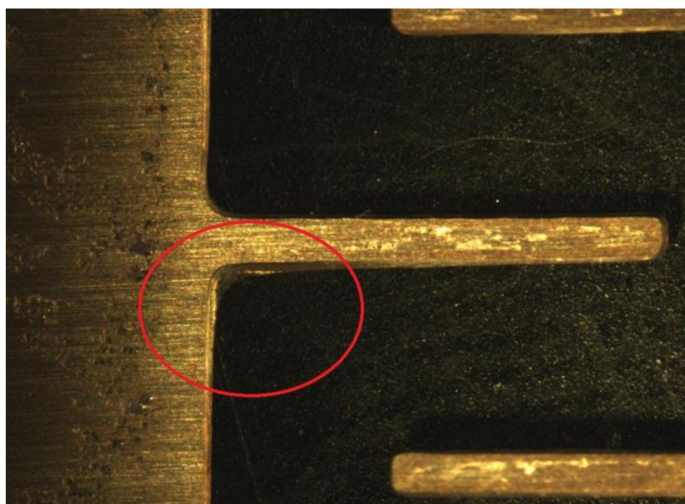
přičemž l je dána účinnou délkou meandru, S součinem tloušťky napařené vrstvy a šířky meandru a vodivost G byla naměřena.

O kolik se měděné šablony podleptaly, bylo zjištěno pomocí mikroskopu, a to tak, že byly změřeny tloušťky meandru šablony z jedné i druhé strany a z rozdílu těchto délek bylo spočteno, o jakou míru podleptání se jedná. To je patrné z obrázků níže. Jde o cca $47\mu\text{m}$, což je asi $1/3$ tloušťky materiálu, z něhož je měděný film zhotoven. Při měření se ukázalo, že je to naprosto dostačující vzdálenost, nikdy se nestalo, aby mezi napařeným filmem a měděným meandrem byl elektrický kontakt.



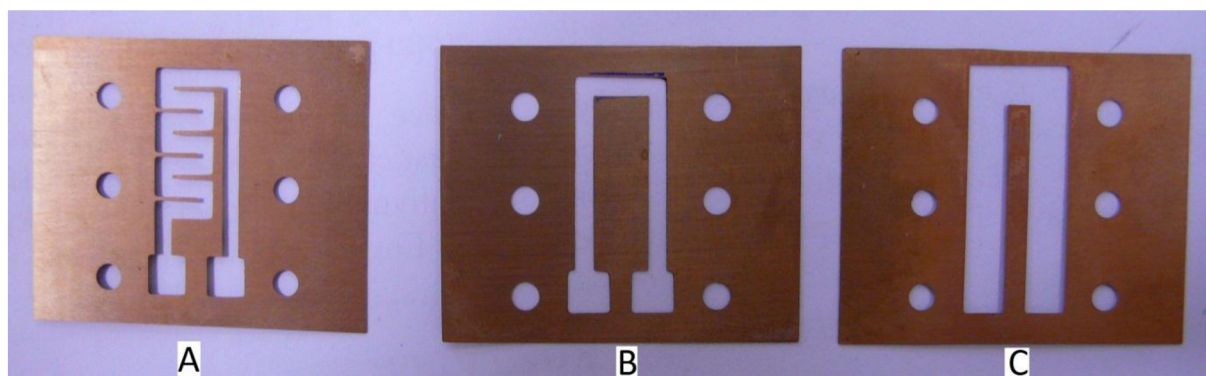
Obrázek 13: Detail šablon použitých v měřicím přípravku

Metoda leptání měděných meandrů se ukázala velice použitelnou pro danou aplikaci, ale má jedno slabé místo, a to nerovnoměrné leptání mezi rovinnými plochami a rohy. V rohách meandru bylo leptání mědi daleko horší jak ukazuje obrázek níže. Pro použití měření elektrické vodivosti napařeného filmu jsou ovšem chyby zanesené tímto principem v důsledku jeho velikosti naprosto zanedbatelné.



Obrázek 14: Chyba vniklá při tvorbě šablon

Pro měření elektrické vodivosti bylo vytvořeno více typů meandrů.



Obrázek 15: Šablony použité pro měření

Ale po prvotních měřeních bylo rozhodnuto zvolit meandr typu B na obr. 15. Tato volba se ukázala i velice výhodnou pro výpočet měrné vodivosti výsledné vrstvy, protože meandr má velice jednoduchý tvar. Kulaté otvory v šabloně jsou pouze pro její uchycení do duralové základny.

3.3.3 Substráty

Substráty pro napařování byly připraveny z keramiky, která byla již předem připravena na rozdělení laserem. Na tyto substráty byly pomocí sítotisku nanесeny kontakty spojující budoucí napařenou vrstvu s kontakty na duralové základně. Tyto kontakty byly vytvořeny vodivou stříbrnou pastou. Před každým napařováním byly substráty pečlivě očištěny izopropylalkoholem.

3.4 Stabilizace výsledné vrstvy

Byl proveden pokus, zda se nějak významně změní vodivost vrstvy po napaření ponecháním substrátu v recipientu po určitou dobu při dané teplotě. V praxi to bylo provedeno vždy napařením určité tloušťky, zastavením napařovacího procesu, získáním první hodnoty vodivosti a po deseti minutách získáním hodnoty druhé pro mírně stabilizovanou vrstvu. Vždy se ukázalo, že se vrstva mírně ustálila, povrch zkvalitnil a vodivost mírně vzrostla. Vždy byly však změny natolik drobné, že bylo od stabilizace pro práci upuštěno.

3.5 Řízení napařovací rychlosti

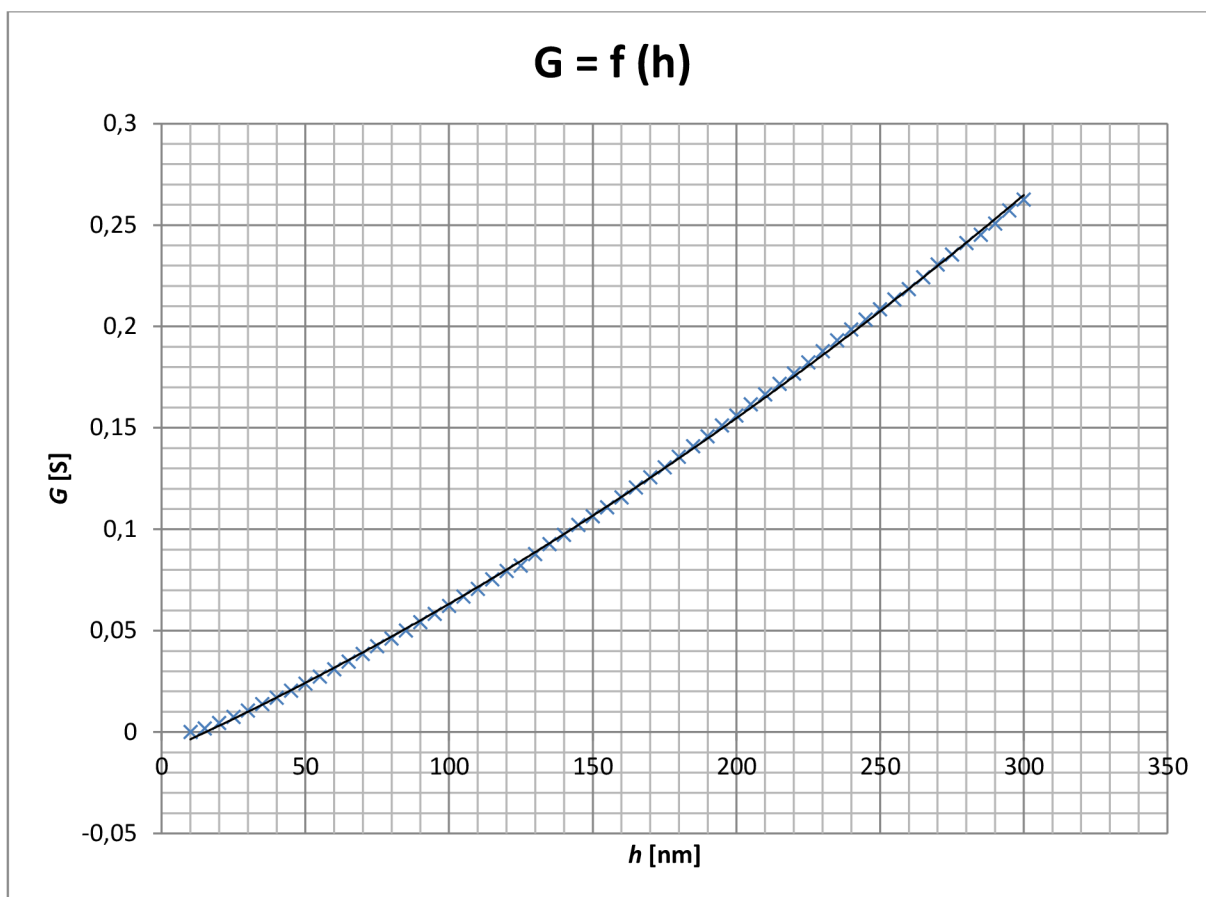
Rychlost napařování u použitého napařovacího zařízení je řešena stabilizovaným proudovým zdrojem. Tento zdroj není vůbec ideální, z čehož plyne, že proud procházející výparníkem není konstantní po celou dobu napařování a tím pádem je potřeba hodnotu při napařování mírně měnit. Dalším problémem, který je markantnější především při napařování z drátku je, že napařovaný materiál na drátku mění znatelně průměr vodiče výparníku, což je taky potřeba změnou proudu kompenzovat k dosažení předepsané napařovací rychlosti. Dosažení správné napařovací rychlosti je zejména u napařování z drátku velice složité a při napařování např. hliníku v daných podmínkách neřešitelné.

3.6 Ovlivňování měření tepelnou energií z výparníku

Při prvních měřeních nebylo použito vyhřívání substrátu, teplota byla ale měřena. Před započítím napařování byla teplota na substrátu cca. 20°C, ale v průběhu napařování vzrostla i o 17°C. Bylo to způsobeno zářením tepelné energie z výparníku. A protože měrná vodivost je závislá na teplotě substrátu, byly výsledky takto získané neakceptovatelné. Při regulovaném ohřívání substrátu odporovým tělesem na 50°C byl již dodávaný tepelný výkon z výparníku příliš malý na to, aby ohřál substrát na vyšší teplotu ve vztahu k tepelným ztrátám přípravku.

4 Vodivost napařených vrstev

U látek, na kterých se v daných podmínkách dalo měření provést (Cu, Ag), bylo zjištěno, že vodivost vrstvy roste takřka lineárně s tloušťkou vrstvy. U ostatních materiálů (Al, Ni) má tato charakteristika také stoupavou tendenci, ale je zde zanesena chyba popsána jednotlivě u daných materiálů. Jako příklad je uvedeno měření provedené napařováním mědi a při teplotě substrátu 50°C. Tyto charakteristiky jsou vytvořeny pro všechna měření a jsou přiloženy na CD.



Obrázek 16: Závislost vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro měď při teplotě substrátu 50°C

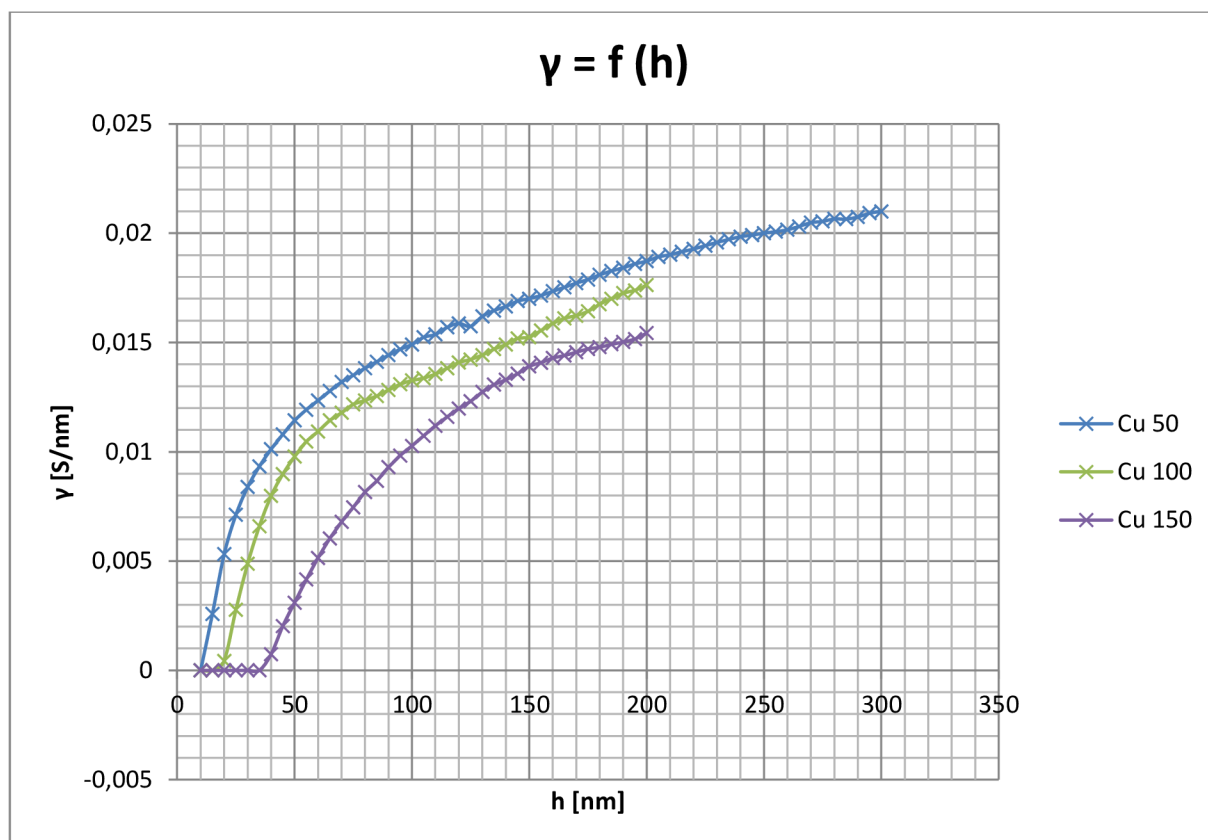
4.1 Napařování mědi

Napařování měděného filmu je základní částí této práce a obešlo se bez jakýchkoli potíží. Napařovat měď je velice jednoduché, lze to provádět z téměř jakékoli lodičky. Je možné velice jednoduše řídit rychlost napařování a její hodnota zůstává v průběhu napařování relativně konstantní.

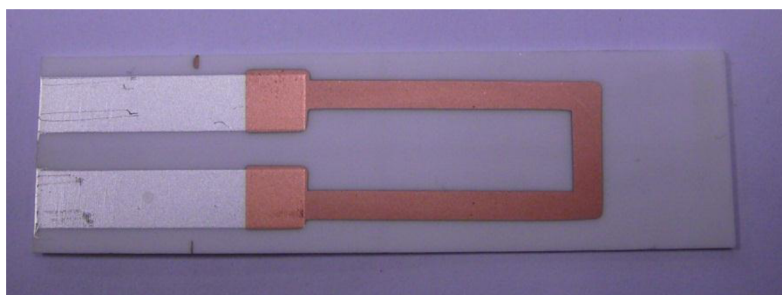
V důsledku potřeby poměrně malé rychlosti napařování byla k provedení měřených napařování vybrána menší lodička - obr. 17, která se ukázala i vhodnější z pohledu ovlivňování vzorku emitovanou tepelnou energií.



Obrázek 17: Lodička použitá při napařování měděného filmu



Obrázek 18: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro měď, parametrem je teplota



Obrázek 19: Výsledná napařená vrstva mědi

Měření prokázala, že při malé tloušťce napařené vrstvy se projeví nezanedbatelný vliv povrchové vodivosti, a to obou stran napařené vrstvy (film-substrát a film-okolí).

S přibývajícím tloušťkou 100 – 150 nm roste měrná vodivost již téměř lineárně až do maxima, které bude o něco menší, než je měrná elektrická vodivost mědi, a to proto, že napařená vrstva nemůže být nikdy ideální (póry, dírký, nerovnosti způsobené nerovností substrátu). U měděných vrstev byl tento vliv povrchové vodivosti sledován jako největší z vybraných materiálů. Naměřené hodnoty měrné vodivosti mědi jsou poněkud nižší než hodnoty v teoretické části, tato nesrovnalost pravděpodobně pramení jednak z toho, že měřené substráty nebyly podrobeny žihání, při kterém by se vrstva ustálila a měřená hodnota vodivosti by byla vyšší. Tento fakt ale nikterak nezhodnotil výsledky, jen musíme brát v potaz, že naměřené výsledky nejsou podrobeny procesu žihání. Dalším parametrem objasňujícím získané nižší hodnoty vodivosti je použití substrátu s větší nerovností povrchu. V teoretické části byly použity skleněné substráty, ale v praktické části byla použita korundová keramika.

Závislost měrné vodivosti na teplotě substrátu není lineární jak u mědi, tak u stříbra. S růstem teploty se také vytrácí vliv povrchové vodivosti (ohyb není tak ostrý). Tato závislost je diametrálně odlišná u obou kovů, u mědi se nejedná o tak zásadní závislost v porovnání se stříbrem. Z toho vyplývá, že závislost měrné vodivosti na teplotě závisí na napařovaném materiálu. Páry různých materiálů vytvářejí na povrchu substrátu vodivou vrstvu různou rychlostí v závislosti na napařovací rychlosti a čase. Z toho vyplývá, že tato vlastnost je charakteristickou vlastností daného napařovaného materiálu. Tato vlastnost je dobře pozorovatelná u napařování niklu, kdy již při 5 nm a 50°C je vodivost vrstvy měřitelná v porovnání s ostatními měřenými látkami, u nichž při takhle tenké vrstvě měřitelná není. Ale po vytvoření vodivé vrstvy na substrátu roste při vyšších teplotách měrná vodivost ve vztahu k tloušťce podobnou rychlostí a má téměř stejný charakter jako při teplotách nižších.

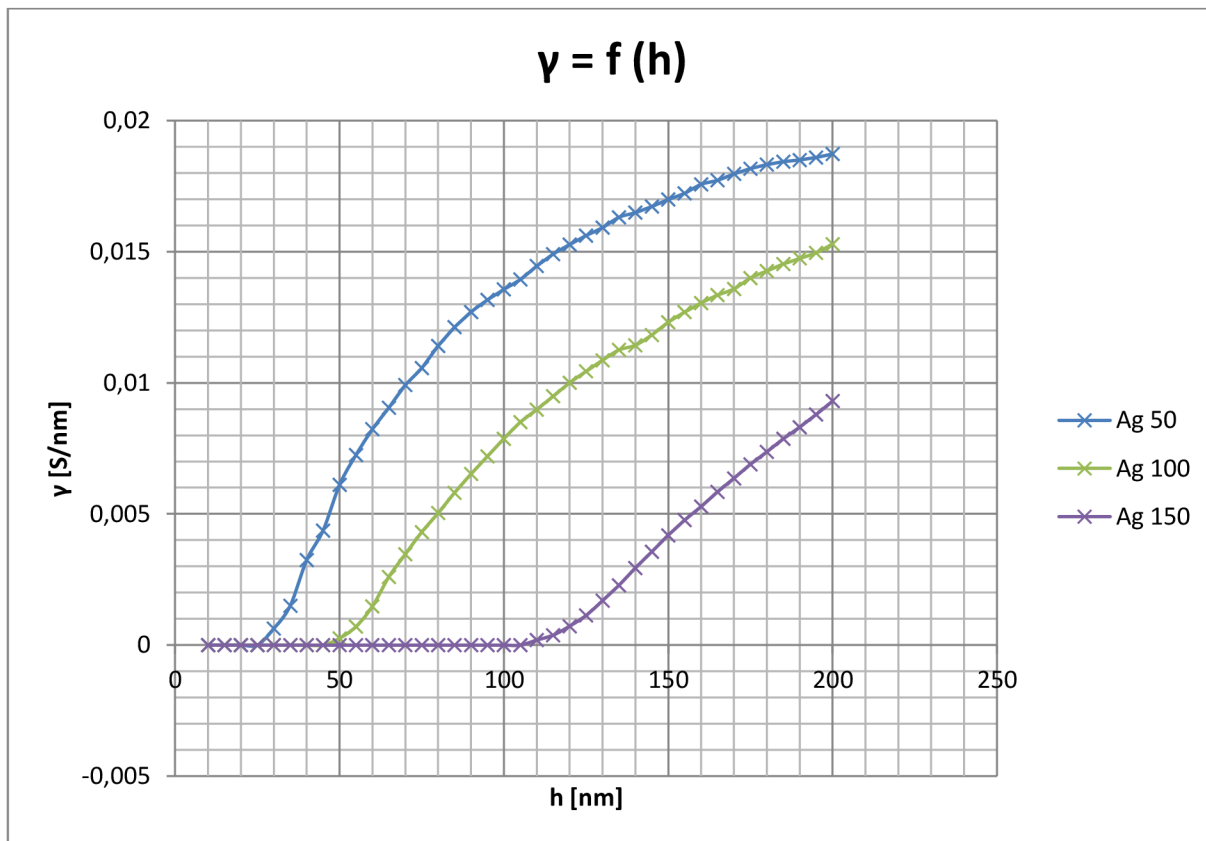
4.2 Napařování stříbra

Napařování stříbra má podobné charakteristiky jako napařování mědi. Jeho napařování se také obejde bez větších problémů. Stříbro se velice dobře napařuje z menší lodičky. Napařovací rychlost je také dobře říditelná a nevykazuje velké výkyvy.

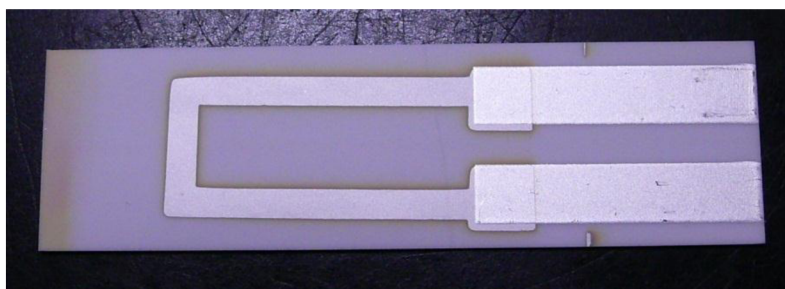
Pro napařování stříbra byla vybrána stejná lodička jako pro napařování mědi.



Obrázek 20: Lodička použitá při napařování stříbrného filmu



Obrázek 21: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro stříbro, parametrem je teplota



Obrázek 22: Výsledná napařená vrstva stříbra

Z výsledků měření provedených na stříbře je patrné, že povrchová vodivost se zde neuplatňuje v takové míře jako u měděných filmů. Charakteristika se linearizuje až při větší tloušťce vrstvy. Výsledná měrná vodivost při tloušťce 200 nm je mírně vyšší než u mědi, ale jen při teplotě substrátu 50°C.

Zde se projevila velká závislost měrné vodivosti na teplotě substrátu. Páry stříbra tvoří velmi obtížně prvotní vodivou vrstvu při vyšších teplotách, ale po jejím vytvoření roste měrná vodivost obdobně jako při teplotách nižších.

Hodnoty měření pro měď a stříbro jsou přiloženy v příloze, výsledky těchto i ostatních měření jsou uloženy na přiloženém CD.

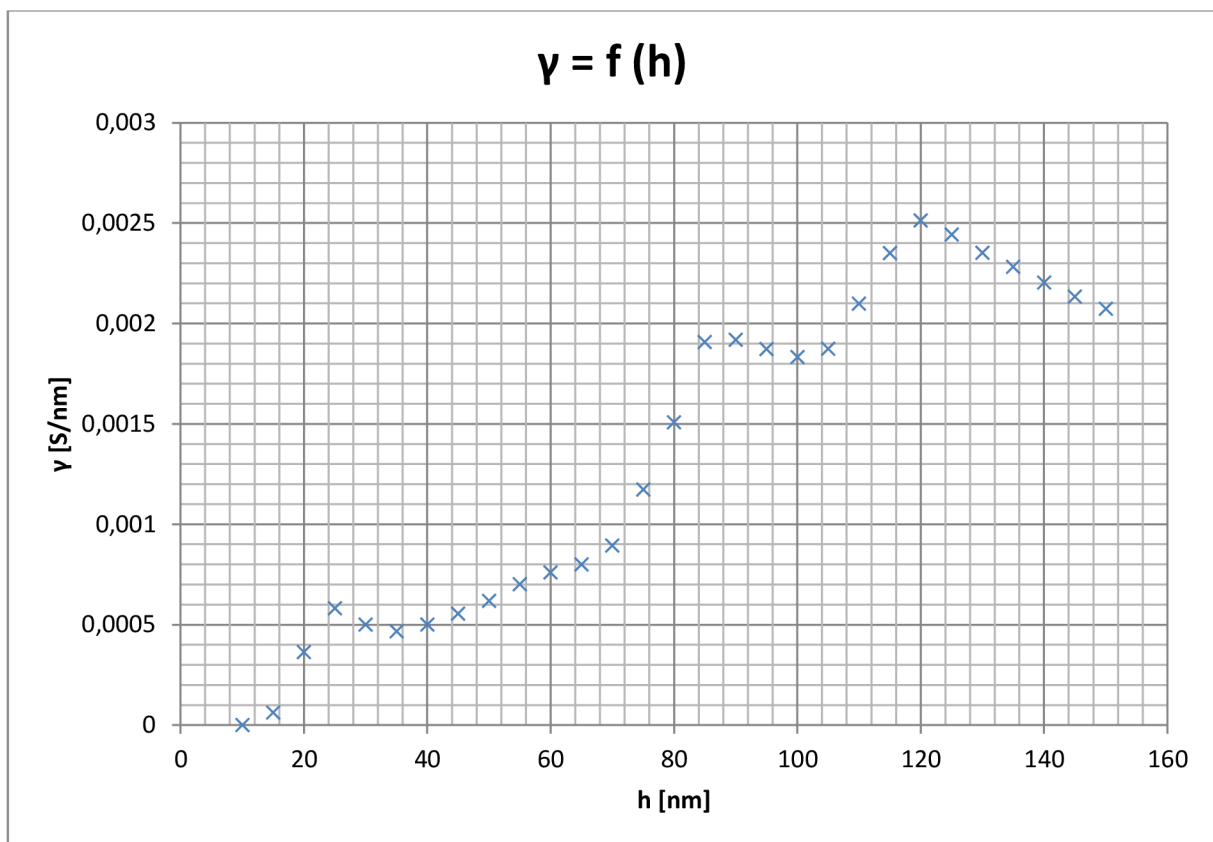
4.3 Napařování hliníku

Hliník se velice dobře napařuje z wolframového drátku. Pro dané měření se ale ukázalo měření hliníku nerealizovatelné. Při napařování hliníku z drátku se velice špatně řídí

napařovací rychlost. Je prakticky nemožné ji nastavit na tak nízkou hodnotu, aby bylo měření proveditelné. Jediná možnost, jak uskutečnit dané měření, je jiný způsob ohřevu. V daných podmínkách se ale měření nedalo uskutečnit právě kvůli změnám napařovací rychlosti.



Obrázek 23: Drátový výparník použitý pro napařování hliníku



Obrázek 24: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro hliník

Na výsledcích měření hliníku je patrné, že měrná vodivost vrstvy roste. Ale v důsledku právě zmíněné prakticky neřiditelné napařovací rychlosti jsou výsledky nepoužitelné. Z tohoto důvodu nebylo prováděno další měření.

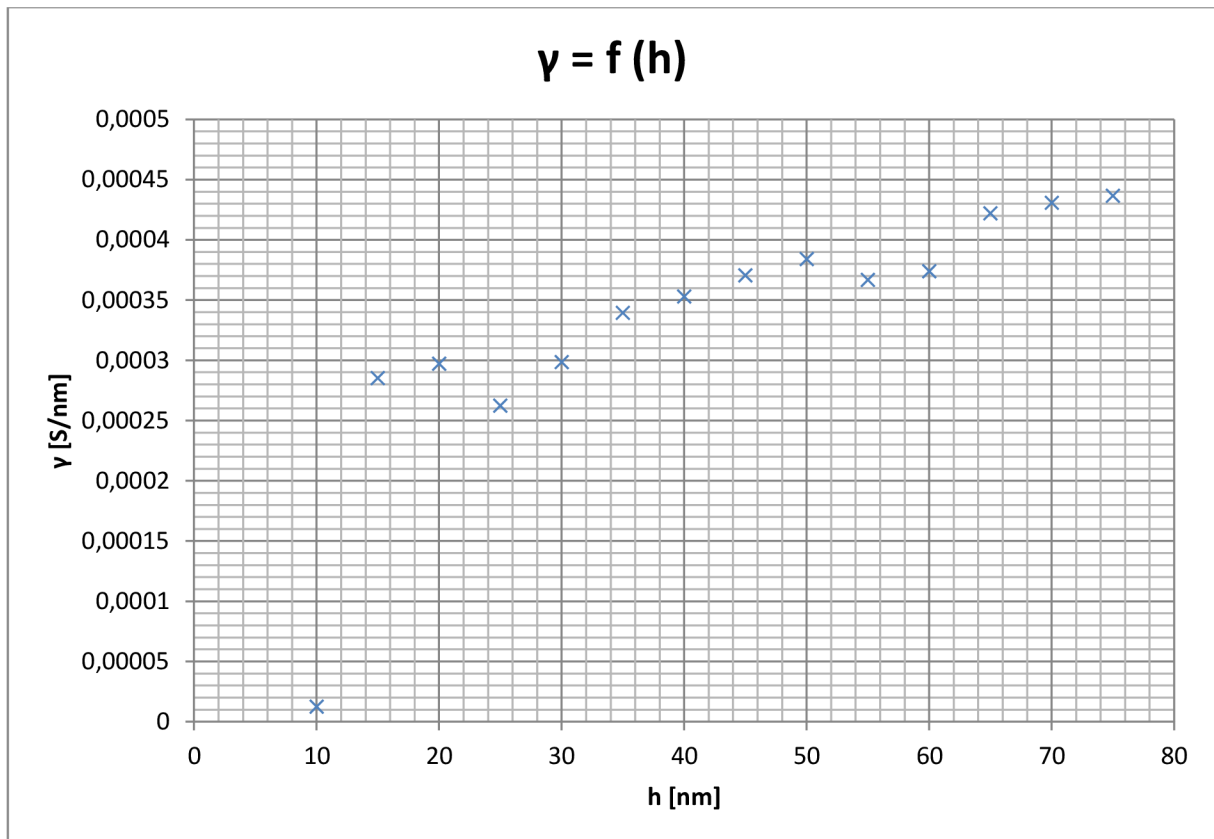
4.4 Napařování niklu

Nikl lze napařovat z wolframového drátku. V našem případě byly použity dva rovnoběžné drátky. Rychlost napařování se dala také velice obtížně řídit. Další problém je v tom, že nikl potřebuje vysokou teplotu výparníku. Tato teplota je tak vysoká, že pro získání potřebné napařovací rychlosti 0,05 nm/s na daném napařovacím zařízení se taví i wolframový drátek. Navíc se po ohřátí niklu napařovaný materiál přesune ve formě kapky na spodní stranu

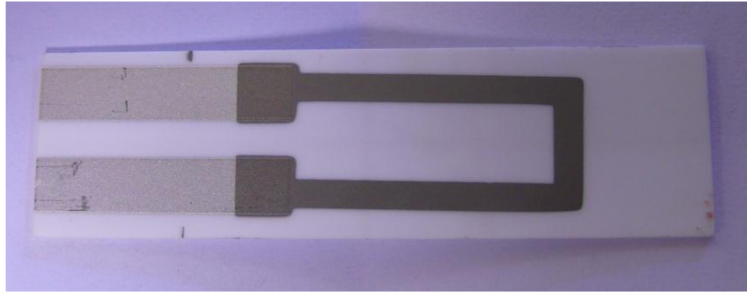
drátků a po odpaření zbylého materiálu na horní straně drátků už napařování nemůže pokračovat (musel by se zavzdušnit recipient, doplnit materiál a napařit další vrstvu, to by ale mělo za následek oxidaci již napařené vrstvy). Proto je měření provedeno jen do 75nm.



Obrázek 25: Drátový výparník použitý pro napařování niklu



Obrázek 26: Závislost měrné vodivosti na tloušťce napařené vrstvy pro nikl



Obrázek 27: Výsledná napařená vrstva niklu

Na výsledcích u napařené niklové vrstvy je zřejmé, že ani tento materiál nelze při daných podmínkách správně vyhodnotit. Je zde ale patrný větší vliv povrchové vodivosti v rozmezí 10-20 nm.

5 Závěr

Tato práce obsahuje všeobecné znalosti v oblasti vakuového napařování, je praktickým rozšířením práce uvedené v teoretické části *Závislost tloušťky vakuově napařené mědi na elektrické vodivosti filmu*. Popisuje možnosti vakuového napařování vybraných materiálů s výběrem vhodného výparníku pro vybrané kovy, použitou měřicí technologii s daným zařízením a přípravkem pro měření.

Ověřila vliv povrchové vodivosti na celkovou měrnou vodivost u velmi tenkých vrstev. Bylo zjištěno, že ze všech vybraných kovů se tato vlastnost nejvíce uplatňuje u měděných filmů. Materiály na kterých bylo provedeno měření jsou: Cu, Ag, Al a Ni, přičemž se ukázalo, že měření při použití dané technologie na určitých látkách (Al, Ni) nelze provést z důvodu jejich charakteristického chování při vakuovém napařování (příliš vysoká napařovací rychlost). Měření prokázalo, že měrná elektrická vodivost a tím pádem i vodivost napařené vrstvy u všech měřených látek roste v intervalu 10 – 200 nm a má popsané charakteristiky.

Byla zjištěna závislost měrné vodivosti na teplotě substrátu, tato závislost je naprosto odlišná u různých napařovaných materiálů a z toho bylo vydedukováno, že se jedná o charakteristickou vlastnost dané látky.

6 Citovaná literatura

1. **Sotour, Zdeněk, Šavel, Josef a Žůrek, Jaroslav.** *Hybridní integrované obvody*. Bratislava : Nakladatelství technické literatury, 1982. 621.3.049.776.
2. **Groszkowski, Janusz.** *Technika vysokého vakua*. Praha : Nakladatelství technické literatury, 1981. 533.58.092.
3. **Reale, C.** Thickness dependence of the electrical conductivity in vacuum deposited copper films. *IEEEExplore*. [Online] 1969. [Citace: 29. Říjen 2010.] http://ieeexplore.ieee.org/xpl/freeabs_all.jsp?arnumber=1449400. 0018-9219.
4. **Hassdenteufel, Josef, a další, a další.** *Elektrotechnické materiály*. Bratislava : Nakladatelstvo Alfa, 1971. 621.3.00.3.
5. **Roth, Alexander.** *Vacuum technology*. Amsterodam : Elsevier Science, 1998. 0 444 88010 0.
6. **Szendiuch, Ivan.** *Mikroelektronika a technologie součástek*. Brno : FEKT VUT, 2009.
7. **Ireland, J.W. a Fresh, D.L.** Thin-Film Integrated Electronic Reliability. *IEEEExplore*. [Online] Prosinec 1964. [Citace: 22. Říjen 2010.] <http://ieeexplore.ieee.org/Xplore/login.jsp?url=http://ieeexplore.ieee.org/iel5/5/31067/01445388.pdf%3Farnumber%3D1445388&authDecision=-203>. 0018-9219.
8. **McLennan, W., Katzberg, S. a Kitchen, W.** Electrical Properties of Vacuum Deposited Bismuth. *IEEEExplore*. [Online] 1968. [Citace: 22. Říjen 2010.] <http://ieeexplore.ieee.org/Xplore/login.jsp?url=http://ieeexplore.ieee.org/iel6/8221/25283/01135892.pdf%3Farnumber%3D1135892&authDecision=-203>. 0018-9502.
9. **Kohout, Jiří.** Příklady z termodynamiky - 3. [Online] 3. Listopad 2008. [Citace: 10. Prosinec 2010.] home.zcu.cz/~jkohout4/termo3.doc.
10. **Mattox, Donald M.** *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. místo neznámé : Elsevier Inc., 2010. 978-0-81-552037-5.
11. **Milichovský, M.** Možnosti a podmínky vakuového napařování vybraných kovů. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 22 s. Vedoucí semestrální práce Ing. Josef Šandera, Ph.D.

7 Seznam příloh

Naměřené hodnoty 1: materiál Cu; $h_{\max} = 300 \text{ nm}$; $\nu = 50^\circ\text{C}$	39
Naměřené hodnoty 2: materiál Cu; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $\nu = 100^\circ\text{C}$	41
Naměřené hodnoty 3: materiál Cu; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $\nu = 150^\circ\text{C}$	42
Naměřené hodnoty 4: materiál Ag; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $\nu = 50^\circ\text{C}$	43
Naměřené hodnoty 5: materiál Ag; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $\nu = 100^\circ\text{C}$	44
Naměřené hodnoty 6: materiál Ag; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $\nu = 150^\circ\text{C}$	45

8 Přílohy

Naměřené hodnoty 1: materiál Cu; $h_{\max} = 300 \text{ nm}$; $v = 50^\circ\text{C}$

h [nm]	t [°C]	R [Ω]	G [S]	γ [S/nm]
10	48	13700000	7,30E-08	1,75E-07
15	49	620	0,001613	0,002581
20	49	226	0,004425	0,00531
25	49	135	0,007407	0,007111
30	49	95,4	0,010482	0,008386
35	48	73,5	0,013605	0,009329
40	50	59,3	0,016863	0,010118
45	50	49,4	0,020243	0,010796
50	49	42	0,02381	0,011429
55	49	36,6	0,027322	0,011923
60	49	32,4	0,030864	0,012346
65	49	28,9	0,034602	0,012776
70	49	26	0,038462	0,013187
75	49	23,7	0,042194	0,013502
80	49	21,7	0,046083	0,013825
85	49	20	0,05	0,014118
90	50	18,5	0,054054	0,014414
95	50	17,2	0,05814	0,014688
100	51	16,1	0,062112	0,014907
105	50	15	0,066667	0,015238
110	49	14,2	0,070423	0,015365
115	50	13,3	0,075188	0,015691
120	49	12,6	0,079365	0,015873
125	48	12,2	0,081967	0,015738
130	51	11,4	0,087719	0,016194
135	53	10,8	0,092593	0,016461
140	51	10,3	0,097087	0,016644
145	50	9,8	0,102041	0,01689
150	49	9,41	0,10627	0,017003
155	50	9,03	0,110742	0,017147
160	51	8,65	0,115607	0,017341
165	50	8,3	0,120482	0,017525
170	50	7,97	0,125471	0,017713
175	50	7,67	0,130378	0,01788
180	51	7,37	0,135685	0,018091
185	52	7,1	0,140845	0,018272
190	50	6,86	0,145773	0,018413
195	53	6,62	0,151057	0,018592
200	52	6,41	0,156006	0,018721

205	50	6,19	0,161551	0,018913
210	50	6,01	0,166389	0,019016
215	50	5,83	0,171527	0,019147
220	50	5,66	0,176678	0,019274
225	51	5,49	0,182149	0,019429
230	52	5,33	0,187617	0,019577
235	52	5,18	0,19305	0,019716
240	49	5,04	0,198413	0,019841
245	49	4,92	0,203252	0,01991
250	49	4,8	0,208333	0,02
255	49	4,69	0,21322	0,020068
260	52	4,58	0,218341	0,020155
265	53	4,46	0,224215	0,020306
270	53	4,34	0,230415	0,020481
275	52	4,25	0,235294	0,020535
280	49	4,15	0,240964	0,020654
285	49	4,08	0,245098	0,02064
290	50	3,99	0,250627	0,020742
295	52	3,89	0,257069	0,020914
300	52	3,81	0,262467	0,020997

Naměřené hodnoty 2: materiál Cu; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $v = 100^\circ\text{C}$

h [nm]	t [°C]	R [Ω]	G [S]	γ [S/nm]
10	102	98100000	1,02E-08	2,45E-08
15	101	99700000	1,00E-08	1,60E-08
20	100	2770	0,000361	0,000433
25	100	347	0,002882	0,002767
30	101	164	0,006098	0,004878
35	98	104	0,009615	0,006593
40	103	75,2	0,013298	0,007979
45	96	59,4	0,016835	0,008979
50	100	49,1	0,020367	0,009776
55	101	41,7	0,023981	0,010464
60	97	36,6	0,027322	0,010929
65	103	32,3	0,03096	0,011431
70	99	29,1	0,034364	0,011782
75	103	26,3	0,038023	0,012167
80	99	24,3	0,041152	0,012346
85	101	22,5	0,044444	0,012549
90	103	20,8	0,048077	0,012821
95	102	19,3	0,051813	0,01309
100	99	18,1	0,055249	0,01326
105	98	17,1	0,05848	0,013367
110	100	16,1	0,062112	0,013552
115	103	15,1	0,066225	0,013821
120	99	14,2	0,070423	0,014085
125	98	13,5	0,074074	0,014222
130	100	12,8	0,078125	0,014423
135	102	12,1	0,082645	0,014692
140	100	11,5	0,086957	0,014907
145	98	10,9	0,091743	0,015185
150	103	10,5	0,095238	0,015238
155	102	9,96	0,100402	0,015546
160	99	9,45	0,10582	0,015873
165	103	9,03	0,110742	0,016108
170	102	8,7	0,114943	0,016227
175	99	8,35	0,11976	0,016424
180	99	7,96	0,125628	0,01675
185	102	7,63	0,131062	0,017003
190	99	7,32	0,136612	0,017256
195	99	7,08	0,141243	0,017384
200	98	6,81	0,146843	0,017621

Naměřené hodnoty 3: materiál Cu; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $v = 150^\circ\text{C}$

h [nm]	t [°C]	R [Ω]	G [S]	γ [S/nm]
10	150	1E+08	1E-08	2,4E-08
15	149	1E+08	1E-08	1,6E-08
20	152	1E+08	1E-08	1,2E-08
25	149	1E+08	1E-08	9,60E-09
30	148	1E+08	1E-08	8E-09
35	152	1E+08	1E-08	6,86E-09
40	152	814	0,001229	0,000737
45	151	263	0,003802	0,002028
50	151	155	0,006452	0,003097
55	150	105	0,009524	0,004156
60	151	77,7	0,01287	0,005148
65	151	61,2	0,01634	0,006033
70	150	50,5	0,019802	0,006789
75	154	42,9	0,02331	0,007459
80	155	36,8	0,027174	0,008152
85	151	32,6	0,030675	0,008661
90	151	28,7	0,034843	0,009292
95	151	25,7	0,038911	0,00983
100	151	23,37	0,04279	0,01027
105	152	21,3	0,046948	0,010731
110	151	19,5	0,051282	0,011189
115	150	18	0,055556	0,011594
120	151	16,7	0,05988	0,011976
125	150	15,6	0,064103	0,012308
130	151	14,5	0,068966	0,012732
135	151	13,6	0,073529	0,013072
140	151	12,9	0,077519	0,013289
145	151	12,2	0,081967	0,013567
150	151	11,5	0,086957	0,013913
155	150	11	0,090909	0,014076
160	151	10,5	0,095238	0,014286
165	151	10,1	0,09901	0,014401
170	151	9,7	0,103093	0,014554
175	151	9,33	0,107181	0,014699
180	152	9,02	0,110865	0,014782
185	152	8,7	0,114943	0,014911
190	151	8,41	0,118906	0,01502
195	151	8,12	0,123153	0,015157
200	150	7,78	0,128535	0,015424

Naměřené hodnoty 4: materiál Ag; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $v = 50^\circ\text{C}$

h [nm]	t [°C]	R [Ω]	G [S]	γ [S/nm]
10	48	96500000	1,04E-08	2,49E-08
15	49	95200000	1,05E-08	1,68E-08
20	49	95000000	1,05E-08	1,26E-08
25	49	84000000	1,19E-08	1,14E-08
30	49	1270	0,000787	0,00063
35	48	456	0,002193	0,001504
40	50	185	0,005405	0,003243
45	50	122	0,008197	0,004372
50	49	78,6	0,012723	0,006107
55	49	60,2	0,016611	0,007249
60	49	48,6	0,020576	0,00823
65	49	40,8	0,02451	0,00905
70	49	34,6	0,028902	0,009909
75	49	30,3	0,033003	0,010561
80	49	26,3	0,038023	0,011407
85	49	23,3	0,042918	0,012118
90	50	21	0,047619	0,012698
95	50	19,2	0,052083	0,013158
100	51	17,7	0,056497	0,013559
105	50	16,4	0,060976	0,013937
110	49	15,1	0,066225	0,014449
115	50	14	0,071429	0,014907
120	49	13,1	0,076336	0,015267
125	48	12,3	0,081301	0,01561
130	51	11,6	0,086207	0,015915
135	53	10,9	0,091743	0,01631
140	51	10,4	0,096154	0,016484
145	50	9,9	0,10101	0,016719
150	49	9,42	0,106157	0,016985
155	50	8,99	0,111235	0,017223
160	51	8,54	0,117096	0,017564
165	50	8,21	0,121803	0,017717
170	50	7,86	0,127226	0,017961
175	50	7,55	0,13245	0,018165
180	51	7,28	0,137363	0,018315
185	52	7,04	0,142045	0,018428
190	50	6,83	0,146413	0,018494
195	53	6,62	0,151057	0,018592
200	52	6,41	0,156006	0,018721

Naměřené hodnoty 5: materiál Ag; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $v = 100^\circ\text{C}$

h [nm]	t [°C]	R [Ω]	G [S]	γ [S/nm]
10	48	10000000	1E-07	2,4E-07
15	49	10000000	1E-07	1,6E-07
20	49	10000000	1E-07	1,2E-07
25	49	10000000	1E-07	9,6E-08
30	49	10000000	1E-07	8E-08
35	48	10000000	1E-07	6,86E-08
40	50	10000000	1E-07	6E-08
45	50	10000000	1E-07	5,33E-08
50	49	1850	0,000541	0,000259
55	49	622	0,001608	0,000702
60	49	271	0,00369	0,001476
65	49	142	0,007042	0,0026
70	49	99	0,010101	0,003463
75	49	74,3	0,013459	0,004307
80	49	59,6	0,016779	0,005034
85	49	48,6	0,020576	0,00581
90	50	40,9	0,02445	0,00652
95	50	35,1	0,02849	0,007197
100	51	30,5	0,032787	0,007869
105	50	26,9	0,037175	0,008497
110	49	24,3	0,041152	0,008979
115	50	22	0,045455	0,009486
120	49	20	0,05	0,01
125	48	18,4	0,054348	0,010435
130	51	17	0,058824	0,01086
135	53	15,8	0,063291	0,011252
140	51	15	0,066667	0,011429
145	50	14	0,071429	0,011823
150	49	13	0,076923	0,012308
155	50	12,2	0,081967	0,012692
160	51	11,5	0,086957	0,013043
165	50	10,9	0,091743	0,013344
170	50	10,4	0,096154	0,013575
175	50	9,8	0,102041	0,013994
180	51	9,35	0,106952	0,01426
185	52	8,93	0,111982	0,014527
190	50	8,57	0,116686	0,014739
195	53	8,23	0,121507	0,014955
200	52	7,85	0,127389	0,015287

Namřené hodnoty 6: materiál Ag; $h_{\max} = 200 \text{ nm}$; $\nu = 150^\circ\text{C}$

h [nm]	t [°C]	R [Ω]	G [S]	Y [S/nm]
10	48	10000000	1E-07	2,4E-07
15	49	10000000	1E-07	1,6E-07
20	49	10000000	1E-07	1,2E-07
25	49	10000000	1E-07	9,6E-08
30	49	10000000	1E-07	8E-08
35	48	10000000	1E-07	6,86E-08
40	50	10000000	1E-07	6E-08
45	50	10000000	1E-07	5,33E-08
50	49	10000000	1E-07	4,8E-08
55	49	10000000	1E-07	4,36E-08
60	49	10000000	1E-07	4E-08
65	49	10000000	1E-07	3,69E-08
70	49	10000000	1E-07	3,43E-08
75	49	10000000	1E-07	3,2E-08
80	49	10000000	1E-07	3E-08
85	49	10000000	1E-07	2,82E-08
90	50	10000000	1E-07	2,67E-08
95	50	10000000	1E-07	2,53E-08
100	51	10000000	1E-07	2,4E-08
105	50	10000000	1E-07	2,29E-08
110	49	1140	0,000877	0,000191
115	50	551	0,001815	0,000379
120	49	277	0,00361	0,000722
125	48	170	0,005882	0,001129
130	51	109	0,009174	0,001694
135	53	78	0,012821	0,002279
140	51	58,3	0,017153	0,00294
145	50	46,5	0,021505	0,00356
150	49	38,2	0,026178	0,004188
155	50	32,5	0,030769	0,004764
160	51	28,4	0,035211	0,005282
165	50	24,9	0,040161	0,005842
170	50	22,2	0,045045	0,006359
175	50	19,9	0,050251	0,006892
180	51	18,1	0,055249	0,007366
185	52	16,5	0,060606	0,007862
190	50	15,2	0,065789	0,00831
195	53	14	0,071429	0,008791
200	52	12,9	0,077519	0,009302