



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

MECHANICKÉ A ELEKTRICKÉ VLASTNOSTI TENKÝCH KOVOVÝCH VRSTEV NANÁŠENÝCH VAKUOVÝM NAPAŘOVÁNÍM

MECHANICAL AND ELECTRICAL PROPERTIES OF THIN METAL FILMS DEPOSITED BY
VACUUM EVAPORATION

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. DOAA YAHYA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF ŠANDERA, Ph.D.

BRNO 2015

Výzkum popsáný v této disertační práci byl realizovaný v laboratořích podpořených projektem Centrum senzorických, informačních a komunikačních systémů (SIX); registrační číslo CZ.1.05/2.1.00/03.0072, operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace.

Předmluva

V první části jsou přehledově uvedeny teoretické poznatky týkající se problematiky napařování tenkých kovových vrstev a je zde uveden popis technologického zařízení nutného pro tyto operace. V další části jsou prezentovány experimenty a měření, které jsem realizoval v rámci práce většinou s kladným výsledkem.

Dále bych se chtěl omluvit za případné chyby, stylistické i gramatické, které se mohou i přes pečlivou kontrolu objevit v českém textu práce. Čeština totiž není mým mateřským jazykem.

Doufám, že se disertační práce účinným pomocníkem pro ty, kteří se potřebují seznámit s problematikou vakuového napařování tenkých kovových vrstev i s originálními experimenty, které jsem v rámci své práce realizoval.

Prohlašuji, že jsem tuto disertační práci vypracoval samostatně, jen s použitím uvedených pramenů a literatury.

V Brně dne 15. listopadu 2015

Poděkování

Chtěl bych touto cestou poděkovat všem, kteří mi svými návrhy, radami, připomínkami a odbornými materiály přispěli k vypracování disertační práce. Zejména děkuji mému školiteli panu Doc. Ing. Josef Šanderovi, Ph.D. za cenné rady, konzultace, trpělivost, vstřícný přístup, ochotu a snahu mi pomoci nejen při řešení mé disertační práce, ale také po celou dobu doktorského studia. Dále děkuji Prof. Ing. Vladislav Musilovi, CSc z Fakulty elektrotechniky a komunikačních technologií v Brně. V neposlední řadě bych chtěl také poděkovat všem kolegům v laboratoři, jenž mi pomáhali plnit jednotlivé části praktické oblasti mé práce.

Takovou osobou byl zejména Ing. Tomáš Vejmla. Velké poděkování za trpělivost a nekončící podporu patří také mé rodině a přátelům.

Některé experimenty a hlavně snímky na elektronovém mikroskopu byly realizovány na zařízeních, které byla pořízena v rámci výzkumného projektu SIX.

Obsah

| | |
|---|----|
| 1. Úvod..... | 9 |
| 2. Historie a současnost vakuového napařování..... | 12 |
| 3. Část I (teorie)..... | 14 |
| 3.1 Technologie realizace tenkých vrstev | 14 |
| 3.1.1 Teplota výparníku a tlak v pracovním prostoru (recipientu)..... | 15 |
| 3.1.2 Teorie odpařování | 17 |
| 3.1.3 Fyzikální depozice – PVD..... | 20 |
| 3.1.4 Vakuové napařovací zařízení | 21 |
| 3.1.5 Metody napařování..... | 23 |
| 3.1.6 Podložky | 27 |
| 3.1.7 Kovové materiály | 28 |
| 3.1.8 Teorie kondenzace..... | 29 |
| 3.1.9 Bleskové napařování | 32 |
| 3.1.10 Realizace tenkých vrstev | 32 |
| 3.1.11 Čistění povrchu vzorků před napařováním | 33 |
| 3.1.11.1 Mechanické předúpravy povrchu vzorku (substrátu) | 34 |
| 3.1.11.2 Chemické a elektrochemické předúpravy povrchu vzorku (substrátu)..... | 35 |
| 3.2 Výhody a nevýhody vakuového napařování a terminologie..... | 38 |
| 3.3 Měření tloušťky a mechanických vlastností tenkých vrstev podle normy ČSN: EN: 62047-11..... | 39 |
| 3.3.1 Zkušební metoda pro měření koeficientu lineární tepelné roztažnosti volně umístěných materiálů pro mikroeletromechanické systémy (technická norma ČSN: EN: 62047-11). | 39 |
| 3.3.2 Metoda zkoušení ohybu tenkovrstvých materiálů (ČSN: EN: 62047-18) | 43 |
| 3.3.3 Metody měření tloušťky tenkých vrstev | 47 |

| | | |
|-----------|---|-----------|
| 3.4 | Pásová teorie vodivosti a její vliv na elektrické vlastnosti tenkých vrstev | 52 |
| 3.4.1 | Základní teorie elektrické vodivosti | 52 |
| 3.4.2 | Detailnější výklad pásového modelu..... | 54 |
| 3.4.3 | Faktory ovlivňující elektrickou vodivost | 55 |
| 3.4.3.1 | Vliv teploty | 56 |
| 3.4.3.2 | Vliv tlaku | 57 |
| 3.4.3.3 | Vliv chemického složení | 57 |
| 3.4.3.4 | Vliv struktury | 58 |
| 3.5 | Elektrické vlastnosti kovových vrstev a jejich měření | 59 |
| 3.5.1 | Elektrická vodivost tenkých kovových vrstev | 59 |
| 3.5.2 | Šumové vlastnosti tenkých vrstev | 62 |
| 3.5.3 | Elektromagnetické fluktuace | 63 |
| 3.5.4 | Proudová závislost spektrální hustoty na šum..... | 64 |
| 3.5.5 | Metody měření elektrické vodivosti | 65 |
| 3.5.6 | Aplikace tenkých vrstev | 71 |
| 4. | Cíl práce | 72 |
| 5. | Praktická část – výsledky disertační práce | 74 |
| 5.1 | Provedení kovové šablony pro napařování | 74 |
| 5.2 | Parametry napařování..... | 75 |
| 5.2.1 | Úprava povrchu vzorku | 76 |
| 5.2.2 | Vodivost napařených vrstev | 76 |
| 5.3 | Úvod k experimentu | 77 |
| 5.4 | Teplotní cyklování tenkých vrstev | 77 |
| 5.4.1 | Naměřené výsledky | 79 |
| 5.5 | Vliv podmínek na mechanické a elektrické vlastnosti tenkých vrstev..... | 82 |
| 5.5.1 | Popis experimentů | 82 |

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

| | | |
|-----------|---|------------|
| 5.5.2 | Příprava tenké vrstvy..... | 83 |
| 5.5.3 | Měření odporu tenkých vrstev..... | 83 |
| 5.5.4 | Výsledky povrchového odporu na vrstvách bez vibrací | 84 |
| 5.5.5 | Měření resistivity na vzorcích které byly rozkmitány během napařování | 85 |
| 5.6 | Ochrana tenké vrstvy..... | 86 |
| 5.7 | Seznámení s parylénem | 87 |
| 5.7.1 | Vlastnosti parylénové vrstvy | 88 |
| 5.7.2 | Provedení a použití parylénové ochrany | 89 |
| 5.7.3 | Technologie nanášení parylénové vrstvy | 89 |
| 5.8 | Realizace zkušebních vzorků | 90 |
| 5.8.1 | Testování vzorků..... | 92 |
| 5.8.2 | Výsledky experimentu..... | 92 |
| 5.8.3 | Struktura povrchu tenkých vrstev | 97 |
| 6. | Závěr – dosažené výsledky práce..... | 105 |
| 7. | Seznam použité literatury..... | 108 |
| 8. | Seznam použitých symbolů a zkratk..... | 115 |
| 9. | Přílohy – vybrané výsledky experimentů..... | 117 |

Abstrakt:

Tenké vrstvy mají velké uplatnění v mnoha odvětvích techniky a v současné době můžeme konstatovat, že je najdeme ve všech moderních technologiích. Tenké vrstvy je možné vytvářet dvěma způsoby, a to chemickou nebo fyzikální cestou. Tato práce se zaměřuje na druhý uvedený způsob, přesněji tedy na technologii napařování tenkých vrstev ve vakuu. Práce se zaměřuje na principy procesu, jevy během napařování a po něm. V práci jsou uvedeny originální měření a technologické postupy. Experimenty objasňují některé z jevů, které se odehrávají na tenkých vrstvách vytvořených již zmíněnou technologií. Práce pomáhá lépe pochopit pochody během vytváření tenké vrstvy a vlastnosti, které ovlivňují kvalitu a stabilitu tenkých vrstev. V závěru jsou popsány výsledky experimentů a jsou zde také shrnuty nové poznatky v oblasti nanášení tenkých vrstev pomocí napařování ve vakuu.

Klíčová slova: Vakuové napařování, kovová vrstva, teplota, výparník, napařovaný materiál, recipient, tlak, teplotní stabilita, elektrická vodivost, vývěva, parylén, teplotní cyklování.

Abstract:

Thin layers are widely used in many fields of technology and today we can say that they are found in all modern technologies. Thin layers can be created in two ways, namely by chemical or physical means. This work focuses on the latter method, more particularly a technology of thermal evaporation of thin layers in a vacuum. The work focuses on the process principles during and after the evaporation. Much of the work focuses on the development and design of experiments. These experiments illustrate some of the phenomena that take place on thin films produced by the aforementioned technology. Work helps to better understand processes during formation of thin layers and properties that influence the quality and stability of thin films. In conclusion we describe results of experiments and new developments in the field of thin films deposition using evaporation under vacuum are summarized.

Keywords: Vacuum evaporation, layer, temperature, vaporizer, evaporation material, recipient, pressure, temperature stability, electrical conductivity, air-pump, parylene, temperature cycling.

1. Úvod

Tenké vrstvy jsou dnes stále více využívány v mnoha technologiích. Používají se na výrobu elektronických součástek, k vytváření tvrdých povrchů pro různé nástroje a povrchů odolných proti opotřebování. Tloušťka tenkých vrstev se pohybuje od několika nanometrů až po několik mikrometrů. Téměř v každé reálné aplikaci jsou povrchy pokryty nějakou tenkou vrstvou, ať už úmyslně nadeponovanou či adsorbovanou z okolního prostředí. Všechny tyto vrstvy potom ovlivňují mechanické vlastnosti povrchů na mikro a nanoúrovni. Podnětem k vývoji oboru tenkých vrstev byla mikroelektronika, která vyžadovala stále dokonalejší vrstvy. Příprava tenkých vrstev probíhá nejčastěji depozicí ve vakuových komorách. Rozlišujeme dvě hlavní metody depozice tenkých vrstev, a to metody fyzikální (PVD) a chemické (CVD). V tomto oboru se nejvíce používají metody PECVD (Chemická depozice obohacená plazmou) k přípravě dielektrických a pasivačních vrstev, epitaxe k růstu monokrystalických vrstev křemíku, CVD (Chemická depozice z plynné fáze) a jeho modifikace LPCVD (Chemická depozice za sníženého tlaku) na výrobu nitridových a pasivačních vrstev. Samotný základní materiál je důležitým parametrem a silně ovlivňuje proces depozice tenkých vrstev i chování celého systému substrát-tenká vrstva v provozních podmínkách. Má-li tento systém dosahovat požadovaných parametrů, musí mít obě jeho části určité specifické vlastnosti, mechanické, chemické a patřičnou technologii zpracování. Stav rozhraní je jednou z určujících podmínek pro vysokou odolnost tenkých vrstev, neboť ovlivňuje adhezi k substrátu. Mezi metody, sledující kvalitu a vlastnosti tenkých vrstev, patří vrypová zkouška „Scratch test“, která je základní a nejrozšířenější zkoušky sledování adheze systému tenká vrstva – substrát. Tyto metody našly své uplatnění jako efektivní metody kvalitativní kontroly v oblastech průmyslových i vědeckých. Při zkoušce se posuzuje vzniklé porušení systému substrát-tenká vrstva. Tato práce poskytuje, pomocí různých metod zkoušek kvality předem upraveného povrchu a pokovení substrátu, analýzu nejvhodnější metody pro daný materiál. Výsledky byly použity pro návrh technologického postupu vytváření tenkých kovových vrstev.

Práce se zabývá napařováním a studiem vlastností kovových materiálů. Vakuové napařování patří mezi tenkovrstvé technologie, které umožňují mimo jiné pokovování materiálu, které nemusí být elektricky vodivé. Obecným principem napařování je kondenzace par v prostředí vytvořeného vakua. Napařovací prostor (zvon, recipient, vakuová komora) musí splňovat podmínky pro úspěšné napařování a skládá se z výparníku z vysokotavitelného kovu,

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

v něm, (případně na něm) se nachází odpařovaný kov v a předem určené vzdálenosti od výparníku také držák substrátu. Výparník má často karuselové zařízení, které umožní používat postupně různé napařované materiály. V recipientu pak také bývá čidlo, které měří tloušťku napařené vrstvy.

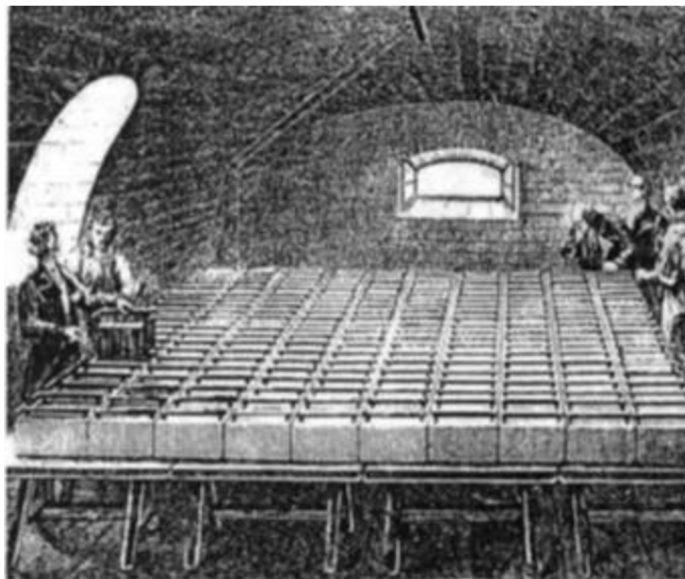
Odpaření kovu je způsobeno ohřevem výparníku, který může být způsoben ohřevem iontovým svazkem, průchodem elektrického proudu, vysokofrekvenčním ohřevem, nebo jinými způsoby. Teplota kovu musí být zvyšována nad určenou mez, při níž v povrchové vrstvě naroste kinetická energie a to tak, že dojde k uvolnění atomů nebo molekul odpařovaného materiálu. Napařovaný vzorek má nižší teplotu než odpařovaný materiál páry materiálu na ní postupně kondenzují až se vytvoří na substrátu kompaktní vrstva.

Napařování probíhá ve vakuu (10^{-4} až 10^{-3} Pa, v některých případech stačí pouze 10^{-2} Pa). Vakuum zajistí, aby dráha částic byla přímočará a střední volná dráha nejdelší. Vyšší hodnotou vakua se prodlužuje střední volná dráha odpařovaných částic. Zajištění minimální vzdálenosti střední volné dráhy výparníku a substrátu je naprosto zásadní.

Jak již bylo uvedeno, tenké vrstvy dnes mají značný význam v elektronice, optoelektronice, optice a mnoha dalších oblastech. Používají se jako funkční vrstvy odporů, pro přípravu kontaktů, vodivých propojení i funkčních vrstev integrovaných obvodů, pro vrstvy optických prvků, jako ochranné vrstvy i jinde. Jsou charakterizovány tím, že jejich vlastnosti jsou významnou měrou ovlivňovány jejich tloušťkou. Tomu odpovídají tloušťky v setinách až jednotkách μm . Vrstvy jsou vyráběny z různých materiálů na různých podložkách. Pro přípravu samotných tenkých vrstev dnes již máme několik technologických postupů.

2. Historie a současnost vakuového napařování

Historie depozice vrstev obloukovým odpařováním z katody sahá až do devatenáctého století. Pozorování pulzního a později kontinuálního výboje je úzce spojeno s vynálezem vhodných prostředků uchovávání elektrického náboje, jmenovitě kondenzátoru (Leydenské lahve) a elektrochemických baterií (Voltův článek). Joseph Priestly pozoroval tvorbu tenké vrstvy na skle při vybíjení kondenzátoru již v roce 1766. Kontinuální obloukový výboj se podařilo poprvé vybudit Vasiliji Petrovovi v Petrohradě (1803) a nezávisle Humphry Davymu v Londýně (okolo 1808). Oba vědci použili velké baterie Voltových článků (viz. obr.1.1).



Obrázek 1. 1: Voltův článek - obrázek pochází z roku 1820 [19]

Mnohá objasnění vnesli do této problematiky Michael Faraday objevením jevu elektromagnetické indukce (1831) a James Maxwell svojí teorií elektromagnetismu (1873). První praktické aplikace napařování vrstev obloukem z katody byly patentovány Thomasem Edisonem (1892 – 1894) [19],[24]. Katodové napařování zůstává předmětem výzkumu doposud. Různí vědci, jako např. Tanberg, vyvinuli různé techniky, které odkrývají tajemství

fyziky, například katodové skvrny. Jako součást „Projektu Manhattan“, bylo obloukové odpařování ve vakuu zkoumáno jako možná technika pro separaci isotopu uranu (rok 1940) [19],[24]. S růstem požadavků poválečného průmyslu vzrostl zájem o technologii obloukového napařování. V bývalém Sovětském svazu byly vyvinuty plasmové zdroje pro depozici pomocí střídavého proudu. Tyto zdroje byly napodobeny předními komerčními výrobci jako je MultiArc, kteří je dále zdokonalili [1],[2]. V současné době zaznamenává obloukové napařování velký rozmach. Zhruba rovným dílem se v případě depozice řezných nástrojů dělí o trh s chemickou metodou depozice – CVD.

3. Část I (teorie)

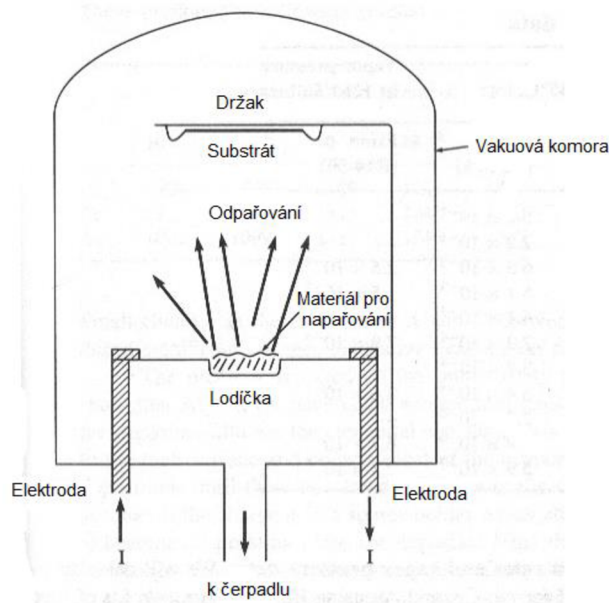
3.1 Technologie realizace tenkých vrstev

Tenké vrstvy v elektronice je možno vytvářet následujícími technologiemi.

- a) Katodovým napařováním
- b) Chemickou deposicí (nanášením)
- c) Vakuovým napařováním.

Další text se bude věnovat technologiím, vakuového napařování.

Vakuové napařování patří mezi technologie výroby tenkých vrstev. Částice nanášeného materiálu jsou uvolňovány z materiálu důsledkem jeho odpařování v uzavřeném systému. V něm se ustaví rovnovážný tlak nazývaný tenze nasycených par., Je-li v tomto systému porušena rovnováha a v určitém místě je teplota nižší, dochází v tomto místě ke kondenzaci par. Tím jsou vytvořeny podmínky pro přenos materiálu z místa o vyšší teplotě (z výparníku) do místa o teplotě nižší (na podložku, na níž se vytváří tenká vrstva). Ohřívání materiálu pro vypařování může být zajištěno odporovým ohřevem, iontovým svazkem, vysokofrekvenčním ohřevem atd. Celý proces napařování probíhá ve vakuu při tlaku přibližně 10^{-4} - 10^{-6} Pa, z důvodu zvětšení střední volné dráhy zbytkového plynu (vzduchu). Princip vakuového napařování je uveden na obr. 3.1.



Obrázek 3. 1: Princip vakuového napařování [6]

Ohřevem materiálu v evakuovaném prostoru na příslušně vysokou teplotu se zvětšuje kinetická energie částic v jeho povrchové vrstvě do té míry, že dojde k uvolňování atomů, popř. i molekul. Tyto pak vytvářejí prostorový mrak, čímž dochází v ohraničeném prostoru ke vzniku rovnovážného stavu (tenze nasycených par). Jestliže se v takovém systému nachází podložka s nižší teplotu, kondenzuje odpařovaný materiál na jejím povrchu. Je-li v odpařovacím prostoru dostatečně nízký tlak (menší než 10^{-3} Pa při vzdálenosti výparníku od podložky do 0,5 m), pohybují se uvolněné atomy přímočaře, pokud nedojde ke srážce s jiným atomem nebo molekulou. Pro úspěšnou realizaci vrstev je nutné zajistit delší volnou dráhu, než je vzdálenost mezi výparníkem a podložkou, aby vypařované částice dopadaly na podložku s dostatečnou rychlostí a energií.

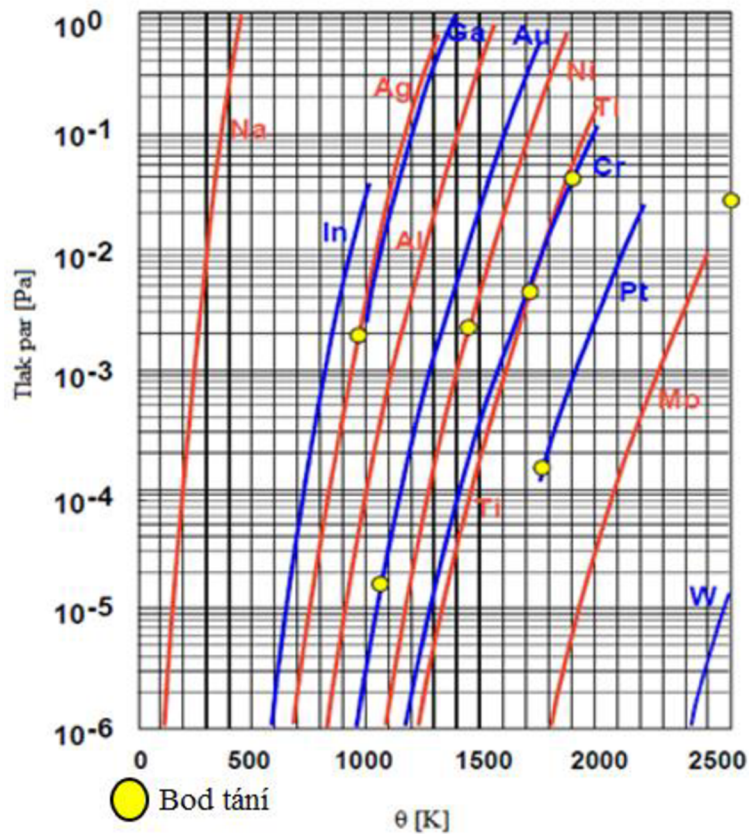
3.1.1 Teplota výparníku a tlak v pracovním prostoru (recipientu)

Vzrůstem teploty výparníku nad 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 (1) za podmínky volného odpařování při vakuu vyšším než $1,33 \cdot 10^{-2}$ Pa a při tenzi par nepřesahující $1,33 \cdot 10^2$. Langmuirův vztah je,

$$v = k_1 P \sqrt{\frac{M}{\theta}} \quad (1)$$

, kde P je zde tenze nasycených par při teplotě θ , M - molekulová hmotnost odpařované látky, θ – teplota odpařovaného materiálu, k_1 je materiálová konstanta.

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. 3.2:



Obrázek 3. 2: Závislost tlaku par na teplotě u vybraných kovů [3]

Rychlost odpařování lze také vyjádřit podle (2) počtem N částic, dopadajících na plochu 1 cm^2 za 1 s.

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

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

Tabulka 1: Závislost napařovacích parametrů na tlaku

| TLAK [Pa] | Střední volná dráha [cm] | Počet srážek mezi molekulami za 1s | 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 určena pro výpočet $\bar{\lambda}$ střední volné dráhy, kde T je teplota, p je tlak, d je průměr molekuly dané látky, k je Boltzmannova konstanta

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

3.1.2 Teorie odpařování

Pro porozumění a správné vyhodnocení procesu napařování je třeba znát fyzikální procesy, které probíhají při napařování.

Kinetická teorie odpařování. Za předpokladu ideálního vakua je maximální molární tok látky, který vzniká při přechodu z pevné fáze do plynné vyjádřen Hertz-Knudsenovým vztahem [2]. Platí podle (4),

$$\frac{dN}{dt} = \frac{C}{2\pi m k T} (p^* - p) \quad (4)$$

kde,

dN = počet odpařených atomů z 1cm^2 povrchu

C = konstanta, která závisí na stupni volnosti pro kapalinu a páry

p^* = tlak par napařovaného materiálu při dané teplotě

p = tlak par nad povrchem

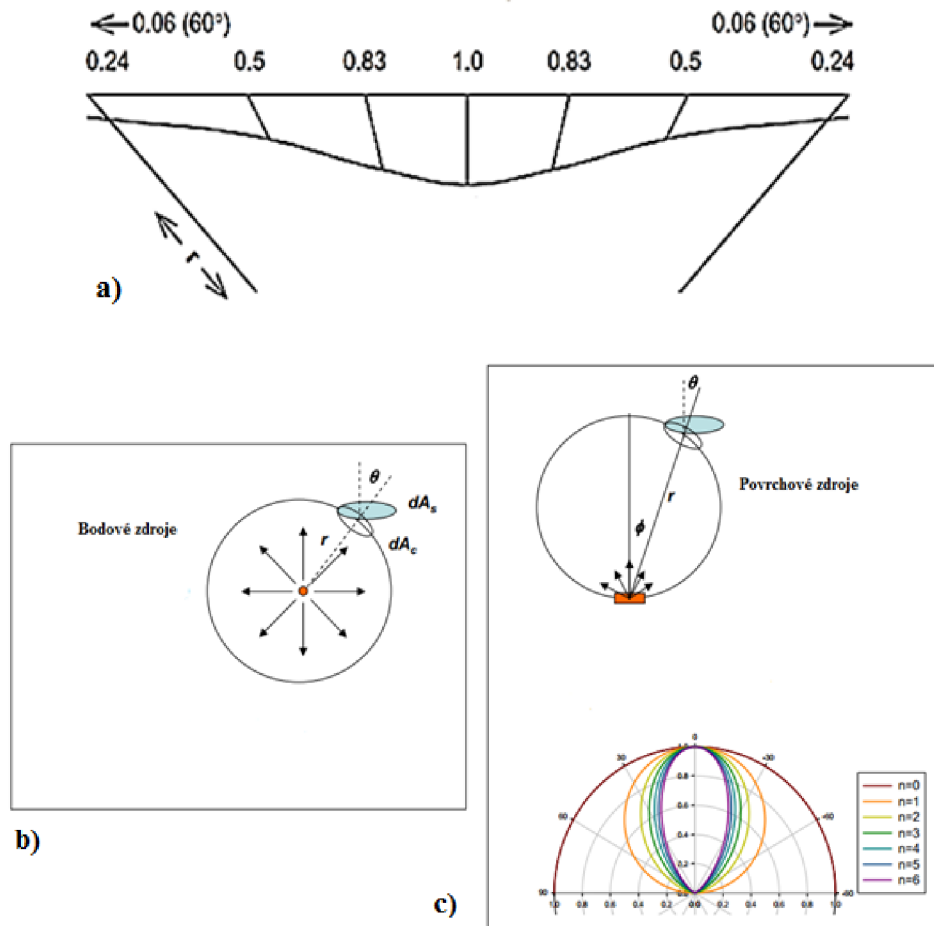
k = Boltzmannova konstanta

T = absolutní teplota

m = hmotnost odpařovaného vzorku

Vzorek se maximálně odpařuje při $p=0$ a $C=1$

Rozložení odpařovaného materiálu na povrchu vzorku. Odpařovaný materiál se ve formě par přímočaře šíří od uvažovaného bodového zdroje k povrchu vzorku. Závislost množství napařovaného materiálu na vzdálenosti a úhlu odpařování od vzorku vyjadřuje vztah (5) na obrázku 3.3.



Obrázek 3. 3: Tloušťka vrstvy odpařených atomů na rovinném vzorku v případě bodového zdroje pro odpařování, a) profil napařování b), princip bodového zdroje, c) princip povrchového zdroje [6]

$$\frac{dm}{dA} = (E/\pi r^2) \cos \varphi \cos \theta \quad (5)$$

kde,

dm/dA = je hmotnost materiálu na jednotku plochy

E = celková odpařená hmotnost

r = vzdálenost zdroje odpařování od substrátu

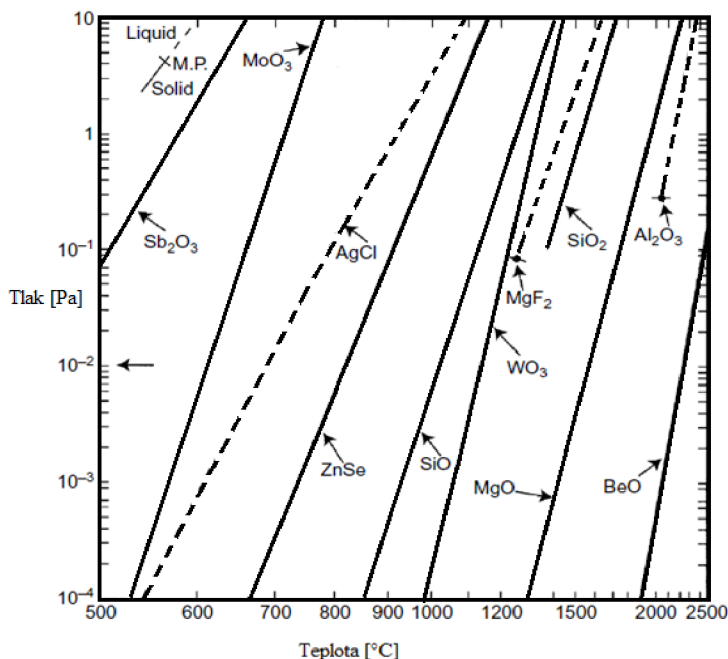
θ = úhel mezi kolmicí a polohou substrátu

φ = úhel mezi spojnicí ze zdroje k bodu na substrátu

Z uvedeného obrázku je patrné, že tloušťka napařovaného materiálu není stejná a jeho množství se snižuje se vzdáleností a úhlem odpařování. Přesné rozložení udává model, který specifikovali Ruth a Hirth [6]. Atomy opouští povrch, ze kterého se odpařují s energií $\frac{1}{2} kT$, kde k je Boltzmanova konstanta a T je absolutní teplota. Rozložení rychlosti vyletujících atomů definuje Maxwell-Boltzmannova rovnice [6]. Jako příklad pro Cu teploty 1500°C , je střední kinetická energie $0,2\text{eV}$ a střední rychlost atomů je přibližně 1km/sec .

Odpařování slitin a směsí. Slitiny se odpařují v závislosti na jejich tlaku nasycených par (látka s vyšším tlakem nasycených par se odpařuje více, než látka s nižším tlakem nasycených par. Výsledná vrstva má v závislosti na své tloušťce rozdílné složení.

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 , MgF_2 , B_2O_3 , SnO a CaF_2 viz. obr. 3.4. Tendence k disociaci vzniká se vzrůstající teplotou a klesajícím tlakem. Při napařování sloučenin typu AIII BVI (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 materiálu výparníku, proto je potřeba problémy redukovat volbou vhodné kombinace výparník-odpařovaný materiál.



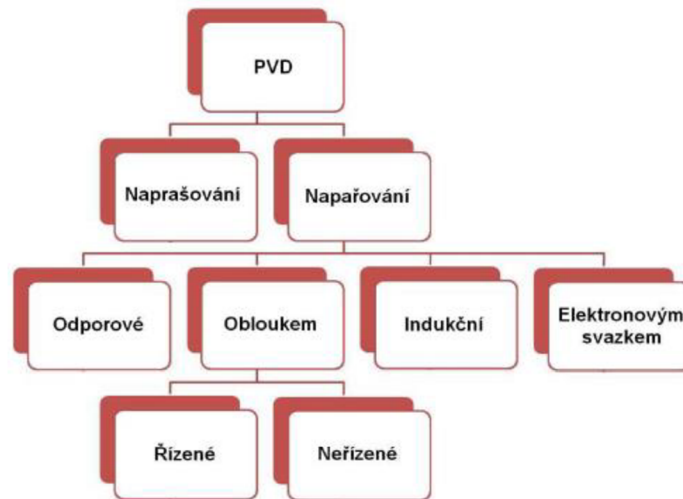
Obrázek 3. 4: Závislost tlaku materiálů na teplotě [20]

Nanášení polymerů napařováním. Velké množství monomerních látek je možno nanášet na substrát odpařováním, jako tenké vrstvy. Některé polymery je možno vytvrzovat v plynném stavu a potom je nanášet kondenzací na substrát (např. parylen), nebo jsou zkondenzované monomery vytvrzeny na povrchu elektronovým paprskem, nebo UV zářením.

3.1.3 Fyzikální depozice – PVD

Metoda PVD (Physical Vapour Deposition), neboli fyzikální depozice z plynné fáze zahrnuje širokou škálu technologií. Je založena na nanášení tenké vrstvy z pevného materiálu na povrch substrátu. Během tohoto procesu mají dominantní vliv fyzikální procesy oproti chemickým reakcím. Pevný materiál, který je určen k nanášení, je převeden do plynného stavu a následně kondenzuje na substrátu. K tomuto nanášení je třeba vytvořit velmi vysoké vakuum. Velikost vytvořeného vakua se pohybuje od 100 do 10^{-8} Pa a závisí na zvolené technologii. Teplota substrátu při nanášení je v rozmezí přibližně od 150 do 500°C. Díky tomu lze metodou PVD nanášet tenké vrstvy na substráty z mnoha různých materiálů, jako je např. ocel, hliník, plasty, velmi tenké fólie z PP (polypropylen) či PE (polyethylen) o tloušťce jen několik mikrometrů nebo dokonce i těžkotavitelné materiály. Metodou PVD dokážeme nanášet vrstvu od 2 až 5 mikrometrů.

Z ekologického hlediska je tato metoda nejšetrnější, protože nepracuje s žádným nebezpečným materiálem, ani se během depozice neuvolňují žádné toxické látky [75].



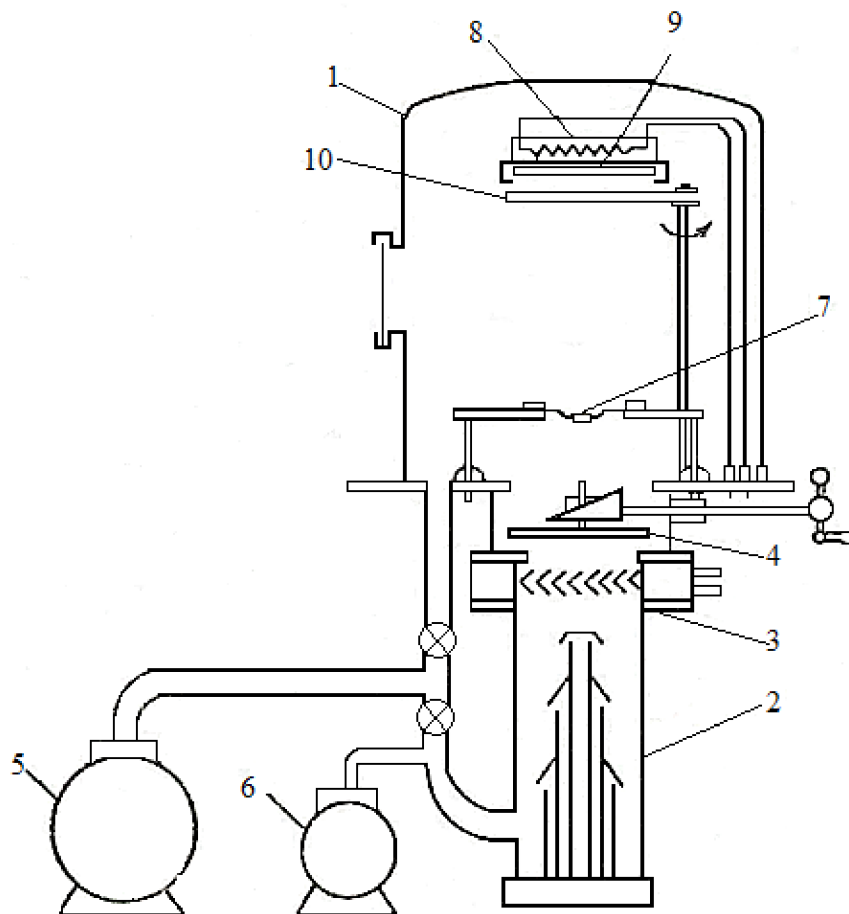
Obrázek 3. 5: Přehled technologií PVD napařování [75]

Princip PVD. Obecně je fyzikální depozice vrstvy založena na třech procesech, které se mohou lišit způsobem technologického provedení. Jde o přeměnu pevného materiálu do plynné fáze, jeho přivedení k substrátu a nakonec zkapalňování par tohoto materiálu na substrát.

3.1.4 Vakuové napařovací zařízení

Kvalita vakua, zejména zbytkové plyny, jsou jedním z hlavních faktorů ovlivňujících strukturu vrstev a vlastnosti těchto vrstev. To je důvodem, proč se vždy snažíme u vakua o jeho co nejnižší úroveň, s touto snahou ovšem výrazně rostou náklady.

Obr. 3. 6. zachycuje celé čerpací zařízení. Vidíme na něm klasické uspořádání vakuového napařovacího systému s difúzní vývěvou s velkou rychlostí čerpání (přibližně 1000 ls^{-1} a více) a účinnými lapači olejových par, které jsou chlazeny tekutým dusíkem. V současné době je nejpoužívanější turbomolekulární vývěva, jako primární vývěva se používají membránová vývěva, nebo rotační vývěva.



Obrázek 3. 6: Základní schéma vakuového napařovacího zařízení: 1- recipient, 2- difúzní vývěva 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 [20]

Mezi hlavní faktory ovlivňující konečný tlak v recipientu jsou jak čerpací rychlost, tak rychlost odplynění recipientu. Při pečlivé přípravě je možno dosáhnout tlaků v řádech 10^{-6} Pa s difúzními, nebo turbomolekulární vývěvami. Je-li ovšem potřeba dosáhnout vyšších hodnot vakua na hodnotě tlaků 10^{-8} Pa, je potřeba použít iontových sorpčních vývěv. V případě nezbytnosti dosáhnout vakua hlubšího, potom se čerpací systémy doplňují o titanové sublimační vývěvy či kryogenní vývěvy chlazené tekutým N_2 nebo He.

V recipientu bývají zbytkové plyny H_2 , CO, H_2O a organické páry. Při napařování může docházet ke změně parciálních tlaků zbytkových plynů, a to například v důsledku sorpce plynů z výparníku. Napařovací prostor jako takový je obvykle omezen kovovým recipientem, který bývá ovládán hydraulicky a zvenku bývá opatřen potrubím pro regulaci teploty systému. Někdy bývá recipient doplněn o dávkovač potřebných plynů. Přes základní desku je přivedeno ústí čerpacího agregátu, napájení výparníku, ovládání clon a karuselu a měřicí čidla.

3.1.5 Metody napařování

Zdroje odpařování lze rozdělit podle metody dodávky energie. Je třeba brát ohled na to, že ne každý materiál může být odpařen z každého zdroje. Možnost chemické reakce mezi kelímkem a odpařovaným materiálem může vést ke vzniku nečistot ve vrstvě anebo k porušení zdroje odpařování.

Jednotlivé složky (prvky nebo sloučeniny) se odpařují z oddělených kelímků, aby kondenzovaly na substrátu dohromady. Řízení rychlosti odpařování (např. prostřednictvím teplotního zdroje) je náročný úkol. O něco méně problematické je použití samostatného elektronového paprsku pro odpařování.

- *odpařování pomocí odporového ohřevu*

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

- a) *Přímý odporový ohřev*

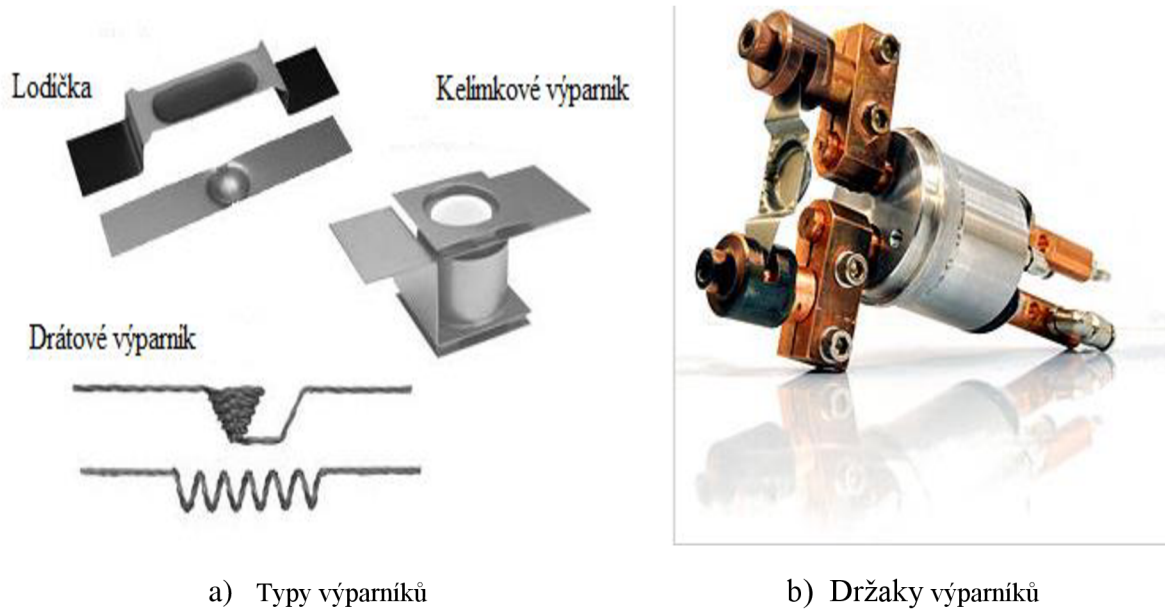
Některé (elektricky vodivé) prvky mohou být odpařeny sublimací. Odpařovaný materiál má tvar drátů nebo tyče a je přímo ohříván vysokým elektrickým proudem. Tato metoda není používána často, vzhledem k tomu, že je to omezena pouze na některé materiály (např. C, Cr, Fe, Mo, Ni, Pd, Rh, Ti, Al).

- b) *Nepřímý odporový ohřev*

Princip tohoto často používaného způsobu je ten, že se dá odpařovaný materiál do nádoby (nazývané "lodička"), nebo na spirálový drát, pásku nebo kelímkem z W Mo, Ta, C, Pt, TiB₂, který je vyhříván vysokým elektrickým proudem.

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 dávky nebo i pro plynulý přísun materiálu. Trubicové nebo komorové provedení zabraňuje vylétávání větších částic a může mít i směrový charakter. Kelímkové výparníky mohou být z těžkotavitelných

kovů (Mo), uhlíku či keramických materiálů. Vhodným víčkem nebo stíněním lze ovlivnit směrové charakteristiky.



a) Typy výparníků

b) Držáky výparníků

Obrázek 3. 7: Některé typy výparníků a držáky výparníků [1]

- *Obloukové odpařování*

Využívá vysoké teploty oblouku mezi dvěma elektrodami a umožňuje odpařovat kovy vyžadující vysokou teplotu. Tato metoda je však obtížně reprodukovatelná.

- *Explozivní odpařování*

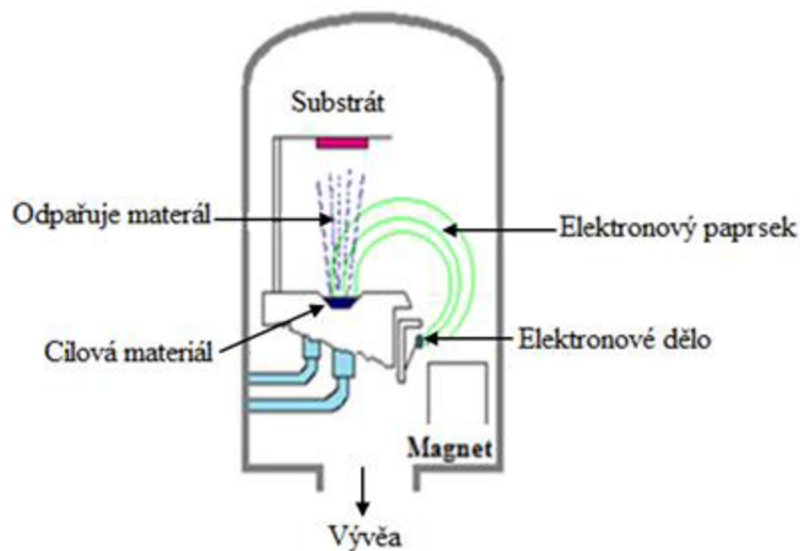
Vzniká náhlým ohřevem an úplným odpařením drátu průchodem elektrického proudu, např. výbojem z kondenzátorů. Tato metoda je velice rychlá a v některých případech nemusí probíhat ve vakuu.

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

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

- *Odpařování elektronovým paprskem.*

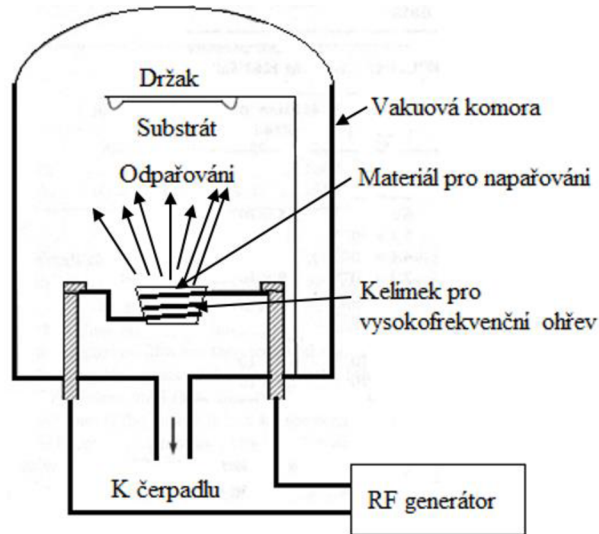
Touto technologií můžeme odpařovat libovolný materiál. Rozsah působení dopadajících elektronů na povrch odpařovaného materiálu je dán jejich kinetickou energií a atomovým číslem materiálu. Touto technologií můžeme odpařovat libovolný materiál. Nejjednodušší konstrukce odpařování elektronovým paprskem (elektronovým dělem) se skládá s vyhřívaného wolframového vlákna jako zdroje elektronů, které urychlujeme kladným napětím (několik kilovoltů, výkon 2 až 4kW), viz. obrázek 3.8.



Obrázek 3. 8: Odpařování elektronovým paprskem [2]

- *Vysokofrekvenční odpařování*

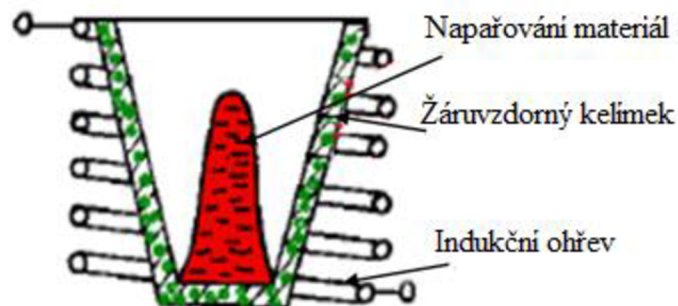
Ohřev se provádí buď přímo, nebo s použitím kelímku. Pokud nemá být odpařovaný materiál kontaminován materiálem výparníku, může se odpařovaný materiál odpařovat vhodným konstrukčním uspořádáním vysokofrekvenčních cívek podle obr.3.9.



Obrázek 3. 9: Vysokofrekvenční odpařování [32]

- *Indukční ohřev*

V tomto případě je odpařovaný materiál zahříván indukčně. Odpařované materiály musí být elektrické vodivé. Uspořádání pro indukční ohřev je uvedeno na obr.3.10.



Obrázek 3. 10: Indukční ohřevod [32]

- *Reaktivní napařování vrstev*

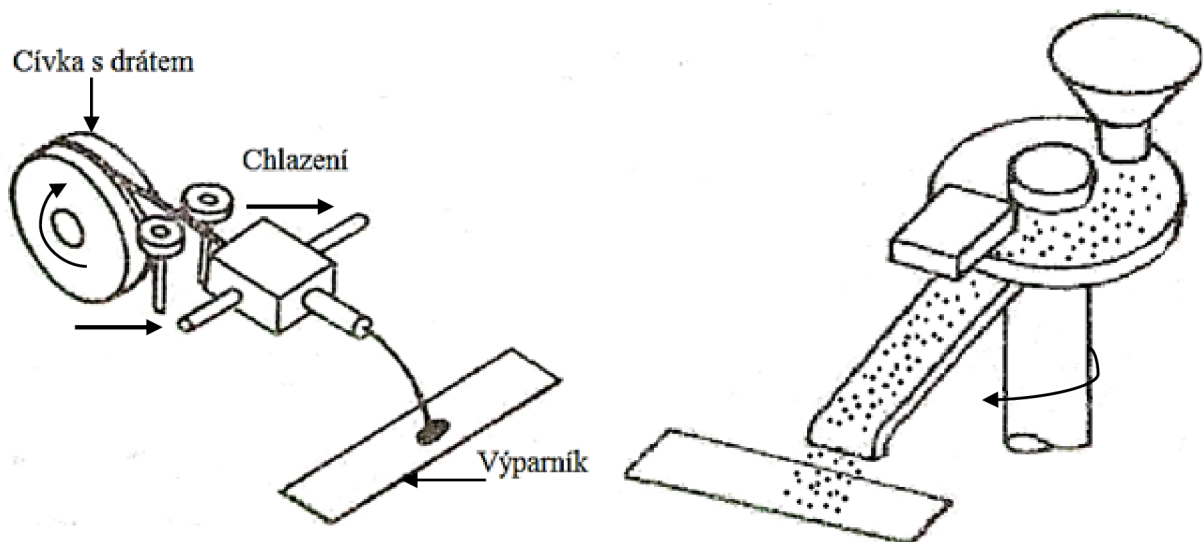
Přichází v úvahu zejména tehdy, když není možné nanášet požadovanou vrstvu z důvodu částečného nebo úplného rozkladu odpařovaného materiálu. Používá se především napařování v kyslíkové atmosféře, ale je nutné dodržet řízený tlak O_2 v rozmezí 10^{-3} až 10 Pa. K tvorbě oxidové vrstvy dochází na povrchu substrátu srážkami atomů kovu a molekul O_2 . Při použití této metody je růst vrstvy pomalý, je dán rychlostí srážek. Reaktivní napařování je použitelné na některé dielektrické a polovodičové aplikace.

- *Odpařování laserem*

Spočívá v dopadu fokusovaného svazku laserového záření s extrémní intenzitou na povrch odpařovaného materiálu. Teplota par u takto odpařovaného materiálu vystoupá až na 20 000°C

- *Dávkovače materiálu*

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. [7]. Příklady jsou uvedeny na viz. obr.3.11.



Obrázek 3. 11: Dávkovače materiálu pro bleskové odpařování [7]

3.1.6 Podložky

Vrstvy jsou vytvářeny na nosných podložkách. Nároky na ně kladně se mění podle konkrétního použití. Za nejdůležitější se považují kvalita povrchu, chemické složení, tepelná vodivost, tepelná a mechanická odolnost a stabilita, minimální pórovitost a cena. Pokud jde o materiál podložek, používají se nejčastěji:

- *Sklo*

Druh: sodnovápenaté, borokřemičité, hlinitokřemičité, tavený křemen.

Vlastnosti: mají kapalinově hladký povrch, dostatečně velkou mechanická pevnost, chemickou odolnost i tepelnou vodivost.

- *Polykrystalická keramika*

Druh: korundová (Al_2O_3), berylantá (BeO), sklokeramika.

Vlastnosti: Korundová keramika má vynikající mechanickou pevnost, velkou tepelnou vodivost, chemickou stabilitu, odolnost proti náhlým změnám teploty. Kvalita povrchu se upravuje dodatečným mechanickým opracováním (broušením, leštěním) nebo glazováním (opatřením povrchu tenkou vrstvou křemičité skloviny).

Dále se používají.

- *Monolykrystalické materiály*

Křemík, germanium, safír: pro vytváření monokrystalických vrstev nebo technologií epitaxe a difuze.

- *Organické materiály*

Organická sloučenina je látka, atomy uhlíku. Mohou obsahovat i atomy dalších prvků, především vodíku, kyslíku, dusíku, síry, fosforu a jiných. Mezi organické materiály používané jako podklad pro tenké vrstvy mohou sloužit například termoplastické polymery pro nanášení vodivých vrstev na dielektrických tenkých fóliích – polystyren, polypropylen, polykarbonát.

3.1.7 Kovové materiály

Napařování mědi je poměrně jednoduché, lze provádět z téměř jakékoli lodičky. Je možné velice jednoduše řídit rychlost napařování a její hodnota zůstává v průběhu napařování relativně konstantní.

Stříbro 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.

Hliník se velice dobře napařuje z wolframového drátku. Pro naše 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.

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.

3.1.8 Teorie kondenzace

Tepelně odpařené atomy nemusí vždy kondenzovat, když dopadnou na povrch. Místo toho mohou být odraženy, nebo znovu odpařeny. Opětné odpařování je funkcí povrchové teploty a toku ukládání atomů. Horký povrch může působit na atomy jako zrcadlo. Například výsledkem depozice kadmia na povrch oceli, která má teplotu vyšší než 200°C, je naprosté znovu odpaření kadmia. Umístěním horkých povrchů (zrcadel) kolem 3D substrátu, může být kadmium uloženo mimo linii pohledu tepelného zdroje odpařování.

- *Energie kondenzace*

Když tepelně odpařovaný atom kondenzuje na povrchu, uvolňuje energii:

- Teplo odpařování nebo sublimace (změna entalpie při vypařování). Jedná se o několik eV na atom, což zahrnuje kinetickou energii částice, která je zpravidla 0,3 eV nebo méně.
- Energie ochlazení se na teplotu okolí je závislá na tepelné kapacitě a změně teploty.
- Energie spojené s chemickými reakcemi (tepelné reakce), které mohou být exotermní, pokud se uvolní teplo, nebo endotermní, je-li teplo absorbováno.
- Energie uvolněná při rozpouštění (legování) nebo rozpouštění teplem.

Teplo odpařování zlata je asi 3 eV na atom a střední kinetická energie vypařovaného atomu zlata je asi 0,3 eV, což ukazuje, že kinetická energie je pouze malá část energie uvolněné na substrátu v průběhu nanášení. Nicméně bylo za použití mechanických filtrů rychlosti prokázáno, že kinetická energie nanášených atomů zlata je důležitá pro strukturu vrstvy, vlastnosti a žíhání. Při vysokých rychlostech ukládání může kondenzační energie způsobit znatelný ohřev substrátu.

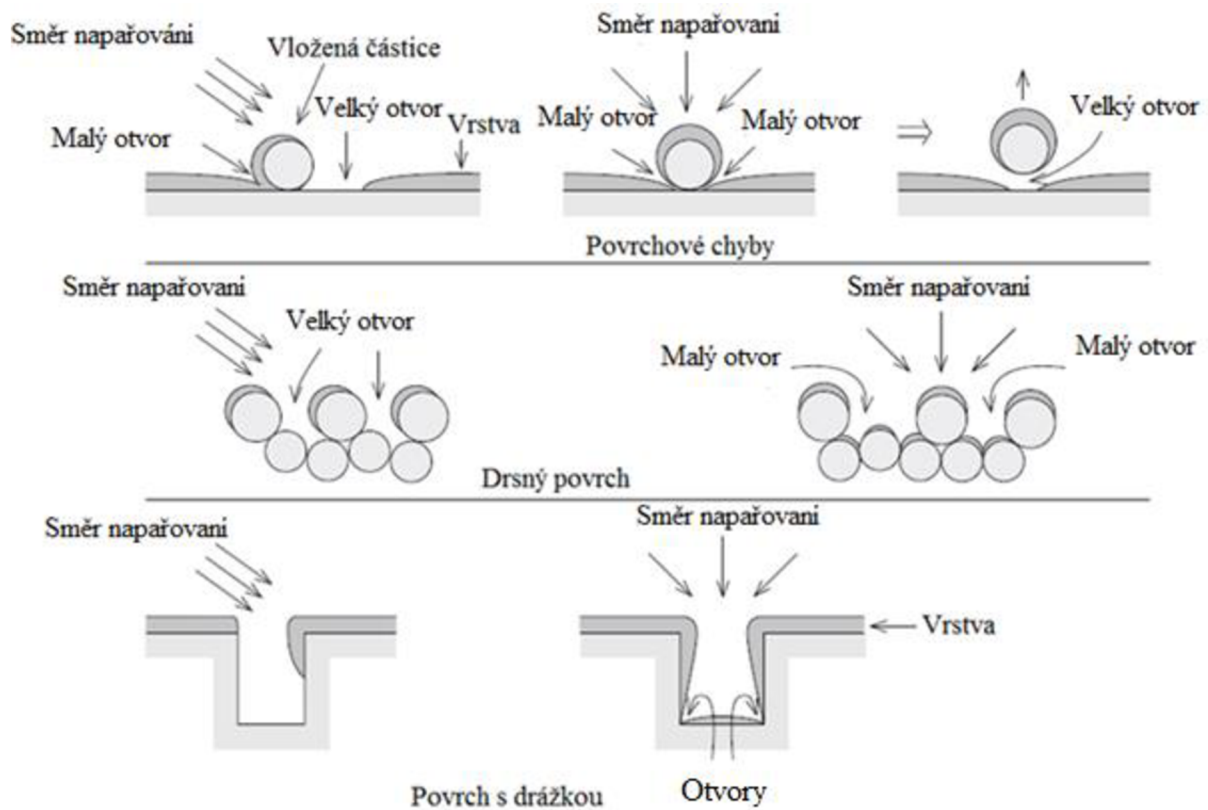
Rychlost nanášení při vakuovém napařování se může značně lišit. Může být v rozsahu od méně než 1 ML za sekundu (MLS) ($< 3 \text{ \AA/s}$) do více než 10^4 MLS (< 30 mikronů/s). Míra závisí na tepelném příkonu zdroje.

Rovnoměrnost tloušťky napařené vrstvy není obecně příliš dobrá. Lepší rovnoměrnost napařované vrstvy na plochem povrchu může být dosažena použitím více zdrojů s překrývajícími se vzory, ale to přináší problémy s řízením zdroje a distribučním tokem. Dále pohybem substrátu může být zlepšena rovnoměrnost v dané oblasti, ale rychlost nanášení se snižuje. Nejběžnější metoda pro zlepšení rovnoměrnosti vrstvy je, aby se substrát náhodným způsobem pohyboval všemi směry přes zdroj par. Vzhledem k tomu, že se rychlost odpařování může během procesu depozice změnit, pohyb by měl být při každé deposici vícenásobný. Často jsou substráty umístěny na polokouli tak, že zdroj odpařovaného materiálu je umístěn ve středu této koule, tak aby r bylo konstantní. (viz. rovnice (5)).

Vzhledem k tomu že depozice je přímá, ukládáním na hrubých nebo nerovných plochách mohou vzniknout geometrické stínové efekty. Ty pak vedou k nerovnoměrné tloušťce vrstvy, povrchovému pokrytí a variabilní morfologii vrstvy. To je zejména problém na ostrých výstupcích a v šikmých úhlech depozice. Na obr. 3.12 je znázorněn účinek náhodného úhlu na nanášený tok atomů a na pokrytí plochy mající částice nebo části na povrchu. Tyto stíny lze zmírnit použitím větší vzdálenosti zdrojů odpařování nebo pohybem substrátu.

- *Napařování slitin a směsí*

Slitina je tavením vzniklá směs kovu s dalšími kovy nebo jinými prvky či sloučeninami, obvykle ve formě pevného roztoku. Atomicky rozptýlené směsi mohou být vytvořeny fyzikální metodou depozice vrstev PVD. Tato technologie je založena na fyzikálních principech, odpaření nebo odprášení materiálů obsažených ve vrstvě (např. Ti, Al, Si, Cr, atd.) a jejich následné nanesení na substrát. Je možno ji použít pro nanášení, protože materiál je uložen na chladný povrch atom po atomu. Je-li slitina zahřátá, dojde k fázovému oddělení. Slitiny mohou být napařené přímo v případě, že tlaky par jednotlivých složek jsou téměř stejné. Nicméně v případě, že tlak par se značně liší, složení vrstvy se změní, neboť v průběhu depozice se mění složení taveniny.



Obrázek 3. 12: Stíny vzniklé při napařování u různých typů povrchů [6]

Kromě nanášení slitiny přímým odpařováním, mohou být uloženy vrstvy slitiny pomocí jiných technik, jako je například bleskové napařování. Jednou z technik pro nanášení vrstvy slitiny konstantního složení je použití zaostřeného paprsku jako zdroje odpařování, kde jsou teplota a objem tavné lodičky udržovány konstantní. Jsou-li teplota a objem tavné lodičky udržovány konstantní a materiál je přiváděn do lodičky ve stejném poměru, jak je z lodičky odpařován, bude mít pára stejné složení jako odpařovaná sloučenina. Moderní technologie umožňují ukládání slitin s daným složením, pokud jednotlivé složky mají parciální tlaky, které se neliší o více než 1000:1. Například Ti-6-4 ((titan: 6 %: hliník: 4 %: vanad), může být odpařen pomocí elektronového paprsku. Ti-6-4 vrstva může být vytvořena ukládáním střídajících se vrstev z různých materiálů z různých zdrojů. Vrstvy se pak navzájem prolnou a vytvoří vrstvu slitiny. Složení slitiny pak závisí na relativních množstvích materiálů ve vrstvách. Vrstvy slitin mohou být realizovány pomocí více zdrojů, které mohou regulovat rychlost depozice. V tomto případě musí být brána v úvahu distribuce toku páry z každého zdroje. Vícezdrojové technika může být také použita pro nanášení multivrstev. Při ukládání multivrstev vznikají na rozhraních

mezi jednotlivými složkami slitiny materiálů. Tohoto dosáhneme tak, že začneme s nanášením druhé vrstvy ještě před ukončením nanášení vrstvy první. To vytváří tzv. "pseudodifuzi" a rozhraní mezi dvěma vrstvami zabraňuje možnému znečištění (reakce první vrstvy a okolního prostředí před tím než začne nanášení druhé vrstvy). Tyto rozhraní mezi nanesenými vrstvami poskytuje lepší přilnavost.

3.1.9 Bleskové napařování

V tomto případě se jedná o postup, kdy se během krátké doby odpaří malé množství materiálu. Toto se může realizovat,

- a) Dopadem kousků vzorku na vyhřátou podložku s teplotou vyšší než je teplota tání materiálu ve vakuu, případně dotekem drátku na takto vyhřátou podložku. Drátek se periodicky dotýká podložky, dokud není kompletně odpařen.
- b) Odpařením technikou „exploding wire“ [3]. V tomto případě dojde k odpaření vzorku, který je realizován tenkým drátkem. Vzorek se odpaří proudovým impulsem, který je realizován vybitím elektricky nabitého kondenzátoru. Tato metoda je vhodná pro realizaci tenkých vrstev v uzavřeném prostoru. Drátek může být protažen i malou dírou a odpařený materiál tedy může pokrýt vnitřek díry.
- c) Paprskem YAG (Yttrium Aluminum Garnet) nebo ARF (Argon fluoride) laseru. Jedná o LAD technologii (Laser Ablation Deposition). YAG laser obvykle dodá pulzy (5ns, 5Hz) jejichž energie je 1J/pulz, pulz dodaný laserem ARF je potom (20ns, 50Hz) s energií 300nJ/pulz.

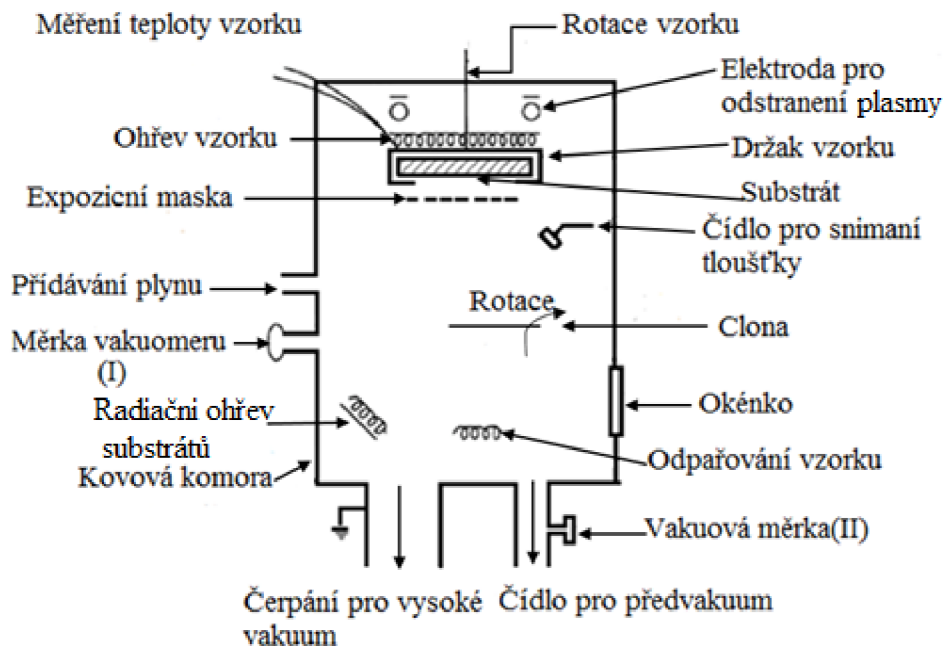
U laserového napařování je emitovaný materiál přesně směřovaný, což znesnadňuje jeho nanášení v definované tloušťce na velkou plochu. Emisi roztavených částic mohou zabraňovat speciální filtry. Laserové napařování kombinované s průchodem vysokého elektrického proudu spolu s laserovou ionizací za účelem ohřevu a ionizace je používáno k depozici uhlíkových vrstev s diamantovou strukturou (DLC), s intenzitou ablační energie větší než $5 \cdot 10^{10} \text{ W/cm}^2$.

3.1.10 Realizace tenkých vrstev

Odpařovaný materiál by měl být před zahájením napařování pečlivě vyčištěn. Například zpočátku zahřátím a odpařením na clonku. Povrchové nečistoty a těkavé látky jsou první materiál, který se začne odpařovat v některých případech je potřeba očistit materiál ještě před

započítím zahřívání materiálu, například zbrúšením povrchu. Je však nutné dbát na to, aby nedošlo ke kontaminaci materiálu nečistotami.

Z tohoto důvodu se používají pro manipulaci s napařovaným materiálem kovové nástroje. Teprve po provedení čištění je možné začít napařovat požadovanou vrstvu.



Obrázek 3. 13: Podrobné schéma napařovací soupravy [6]

3.1.11 Čištění povrchu vzorků před napařováním

Povrch kovů je znečištěn jednak látkami vázanými k povrchu mechanicky (mastnoty, zbytky past, mazadel, prach apod.) a jednak látkami vázanými chemicky (oxidy, rez, okuje apod.). Před aplikací povrchových úprav je nutno povrch kovů těchto nečistot zbavit a vytvořit čistý povrch. Toto je základem, aby napařená vrstva na povrchu držela.

Mechanicky vázané nečistoty odstraňujeme odmašťováním, chemicky vázané nečistoty obvykle mořením, nebo mechanickými úpravami (otryskávání, omílání, kartáčování, broušení, leštění). Těmito úpravami se získává rovněž vhodná mikrogeometrie a mikrostruktura povrchu. Při vyšších požadavcích se provádí ještě chemické nebo mechanické leštění.

Hlavním cílem mechanických, chemických nebo elektrochemických předběžných úprav je dosažení požadovaných vlastností zhotovované povrchové úpravy, např. dobré přilnavosti, korozní odolnosti, tvrdosti aj. Během výrobního procesu a skladování totiž dochází na povrchu výrobků k řadě změn, vzniku nepravidelností a poruch, k znečištění povrchu provozními médii, prašným depozitem apod., což významně ovlivňuje kvalitu konečné povrchové úpravy.

Požadované drsnosti se dosahuje především broušením, kartáčováním, leštěním a omíláním. Rozdíly v drsnosti povrchu u jednotlivých metod jsou značně velké a je třeba volbu technologie předúpravy provádět se zřetelem k následujícím operacím.

3.1.11.1 Mechanické předúpravy povrchu vzorku (substrátu)

- *Broušení*

Broušení je velice stará metoda technologie obrábění. Při broušení se odebrává tenká vrstva brousícím nástrojem přitlačovaným k povrchu. Pomocí úběru se odstraňují nepravidelnosti povrchu, rez, oxidové vrstvy atd. a upravuje se drsnost povrchu. Při broušení se využívají plstěné rotační kotouče, které mají po obvodu nalepeno brusivo s různou zrnitostí. Volba velikosti zrna záleží na typu prováděné operace jako jsou hlazení, jemné hlazení, hrubování a předleštění. Pro broušení je také možné použít papírové, dřevěné nebo plátěné brusné pásy, lístkové kotouče s odstupňovanou zrnitostí brusiva. Pro jemné hlazení a předleštění se využijí tuhé tukové pasty s brusivem, pasta je nanášena na brousící část nástroje.

- *Kartáčování*

Při kartáčování se z povrchu odstraňují hrubé nečistoty (zbytky brusiva po broušení, vrstvy oxidů a rzi), snižuje se drsnost povrchu. Slouží jako konečná operace před nanášením povlaků elektrolyticky. Na kartáčování se používají rotační kartáče z přírodních i uměle vyrobených vláken s nanesenými brusnými pastami. Takto se upravují povrchy, které se následně galvanicky pokovují.

- *Leštění*

Leštění se provádí pomocí různě tvarovaných kotoučů z různých materiálů: textilních nebo plastových s nanesenými pastami. Pasty jsou tuhé tukové s brusivem o velmi jemné zrnitosti brusiva (amorfní oxidy kovů). Pasty se aplikují na obvodovou část nástroje. Leštění je konečná úprava vzhledu hotového výrobku [65].

- *Omílání*

Omílání je mechanická nebo mechanicko-chemická úprava povrchu. Omílání je vhodné pro malé předměty oblých tvarů. Větší výrobky se také omílají, ale připevněné do přípravků. Podstata omílání je otírání předmětů o omílající tělesa a brusivo (suché omílání) a kapalinu (při mokřém omílání), to se děje v otáčejícím bubnu či zvonu. Při omílání dochází k odplavování, hrubování, odhroťování, jemnější obrušování a zaoblování hran, čištění, leštění a vyhlazování. Tuto úpravu je také možno použít pro čištění povrchu plastů, nebo neželezných kovů [65].

3.1.11.2 Chemické a elektrochemické předúpravy povrchu vzorku (substrátu)

Předúpravy jsou důležité pro samotné povrchové úpravy. Na znečištěný povrch není možné nanášet povlak, proto se využívají i chemické předúpravy. Tímto způsobem se odstraňují nečistoty chemicky nevázané k povrchu, např. mastnoty (olej, vazelína, vosk...), dále zbytky volného brusiva a nosných médií.

V dnešní době se některé chemické a elektrochemické úpravy sdružují. Čistící prostředky se dělí na kyselé, alkalické, sdružené, rozpouštědlové a ostatní. Alkalické a rozpouštědlové prostředky se používají při leptání a odmašťování plastů. Kyselé prostředky se využívají při moření a odrezování. Výsledek prostředků závisí na chemickém složení, povrchové úpravě, konstrukčním uspořádání, tvaru, morfologii povrchu, druhu nečistot a chemickém složení čistícího prostředku [65].

Odmašťování v alkalických roztocích je poměrně složitý proces. Mastné kyseliny se neutralizují a přejdou do roztoku jako rozpustná mýdla. Povrchově aktivní mýdla snižují povrchové napětí mezi roztokem a mastnotou, příznivě působí na průběh odmašťování. Takto probíhá odmašťování rostlinných a živočišných tuků.

Minerální mastnoty (oleje, vazelíny, vosky) se odmašťují obtížněji, protože se nezmýdelňují. Odmašťování minerálních olejů probíhá teprve za zvýšené teploty tím, že se emulgují ve formě drobných kapiček do roztoku odmašťovačů. Alkalické odmašťovací prostředky obsahují louh nebo sodu, fosforečnany, uhličitany, křemičitany, povrchově aktivní látky a emulgátory. Roztok musí mít dostatečnou alkalitu, aby nedošlo k hydrolýze mýdla. Zvýšení alkality zvyšuje možnost koroze lehkých a barevných kovů. Přítomnost křemičitanů v

roztoku potlačuje nebezpečí koroze. Teplota roztoku při ponorném odmašťování oceli je větší než 80°C, při postřiku alespoň 60°C, pro lehké a barevné kovy 70-80°C. Při ponoru je doba odmašťování 5-10 minut, podle stupně znečištění.

Účinnost alkalických odmašťovacích prostředků spočívá především v koloidně chemických pochodech, tj. v emulgaci a disperzi mastnot a nečistot nejrůznějšího druhu, dále ve zmýdelnění některých mastnot a zabránění redepozice nečistot na kovový povrch.. Působením alkalického odmašťovače dochází rovněž k rozpouštění heteropolárních nečistot, které jsou ve vodě rozpustné. Moderní odmašťovací prostředky obsahují povrchově aktivní látky, jako jsou tenzidy. Alkalické složky těchto přípravků byly nahrazeny boritany a polyfosfáty. Jako aktivní látky se používají anioaktivní tenzidy, neionogenní tenzidy a nejnovější amfolytické tenzidy nejčastěji betainového typu. Použitím povrchově aktivních látek při odmašťování se podstatně zvyšuje kvalita odmašťování, celý proces se urychluje a lze pracovat při nižších teplotách, čímž vznikají značně energetické úspory. Ponorné odmašťování ve vodní lázni alkalického odmašťovacího přípravku je relativně málo účinný proces. Účinnost se zvyšuje intenzivním mícháním a zvyšováním teploty. Nevýhodou je nutnost časté výměny lázně [65].

- *Odmašťování organickými rozpouštědly*

Tento typ je velmi rozšířený a používá se jako náhrada za alkalické roztoky u barevných kovů. Metoda je vhodná pro odstranění tlusté vrstvy mastnoty nebo u složitě členěných povrchů. Tuky, oleje, vosky apod. jsou rozpustné v některých organických rozpouštědlech. Rozpustnost závisí na druhu rozpouštědel, mastnot, teplotě a dalších faktorech.

- *Elektrochemické odmašťování*

Jde o ponorné odmašťování. Elektrický proud se využívá pro vznik kyslíku a plynného vodíku pro zvýšení účinku na nečistoty a jejich emulgaci. Tato metoda je významná před galvanickým pokovením.

- *Moření a elektrochemické moření*

Moření a elektrochemické moření Mořením se výrobek zbavuje chemicky vázaných povrchových nečistot, a to okují a oxidových vrstev. U moření je velmi významná doba procesu. Při delší době moření dochází k přemoření – podkladový kov se začne rozpouštět nebo

vznikne vodíková křehkost. Vzniku přemoření lze zabránit použitím kyseliny fosforečné s inhibítorem koroze oxidem chromovým. Jako mořidla se využívá kyselina sírová a kyselina chlorovodíková. Elektrochemické moření se používá v případech neuspokojivých výsledků chemického moření. Moření využívá kyselé či alkalické prostředí. Elektrochemické moření má řadu výhod před klasickým mořením, a to kratší dobu moření, nedochází k rozpouštění podkladového kovu a galvanické povlaky mají lepší přilnavost [65].

- *Chemické leštění a elektrochemické leštění*

Chemické leštění je vhodné pro úpravu výrobků z hliníku, mědi nebo jejich slitin. Minimální obsah hliníku při leštění musí být 99,8% , při nižším obsahu dochází ke snížení kvality lesku.

Do leštících lázní pro měď se používá kyselina fosforečná, kyselina dusičná a ledová kyselina octová. Při elektrochemickém leštění dochází k odstranění povrchové vrstvy a poruch povrchu.

3.2 Výhody a nevýhody vakuového napařování a terminologie

Vakuová depozice má ve srovnání s jinými technikami PVD své výhody a nevýhody.

a) Výhody přímočarého napařování:

- Přímočaré napařování umožňuje použití masky k definování oblasti depozice.
- U některých materiálů lze použít materiál s velkou plochou povrchu (např. kelímky pro Al a Zn, je možno použít více zdrojů).
- Lze dosáhnout vysoké míry depozice.
- Odpařování výchozího materiálu s vysokou čistotou je relativně jednoduché.
- Napařování je relativně levné.

b) Nevýhody přímočarého napařování

- Při přímočarém napařování vzniká špatné pokrytí povrchu – ke zlepšení se využívá rotačních držáků substrátu.
- V případě, že nevyužijeme rotačního držáku, vzniká nehomogenita u napařování větších ploch.
- Vyskytuje se problém s napařováním slitin a složitějších multivrstev.
- Je vysoké zatížení sálavým teplem v průběhu napařování.
- Neoptimální vlastnosti vrstev – vznikají např. dírky, menší objemová hmotnost, sloupovitá morfologie, vysoké zbytkové napětí.
- Existuje mnoho procesních proměnných, na kterých závisí kvality vrstvy.

c) Některé aplikace vakuového napařování:

Vakuové napařování je nejrozšířenější z PVD procesů nanášení tenkých vrstev.

Mezi aplikace vakuového napařování patří:

- Elektricky vodivé povlaky - keramická metalizace (např. Ti-Au, Ti-Pd-Au, Al, Al-Cu-Si, Cr-Au, Ti-Ag), polovodičové metalizace (např. Al: Cu (2%) na křemíku), metalizace kondenzátorových fólií (např. Zn, Al).
- Optické povlaky - reflexní a vícevrstvé povlaky, tepelná zrcadla. U optických vrstev je třeba, aby horní vrstva byla odolná vůči oděru.
- Dekorační vrstvy (např. Al, Au na plasty).
- Materiály odolné vůči průniku vlhkosti a vzduchu - obalové materiály (např. Al a SiO₂ ve formě polymerních pásů).

- Izolační vrstvy pro mikroelektroniku.
- Selenové povlaky pro elektrografii, nebo xerografie.
- Náhrada galvanického pokovení

3.3 Měření tloušťky a mechanických vlastností tenkých vrstev podle normy ČSN: EN: 62047-11.

Dále uvádím citaci normy, které popisuje měření mechanických vlastností tenkých vrstev pro mikromechanické aplikace.

3.3.1 Zkušební metoda pro měření koeficientu lineární tepelné roztažnosti volně umístěných materiálů pro mikroelektromechanické systémy (technická norma ČSN: EN: 62047-11).

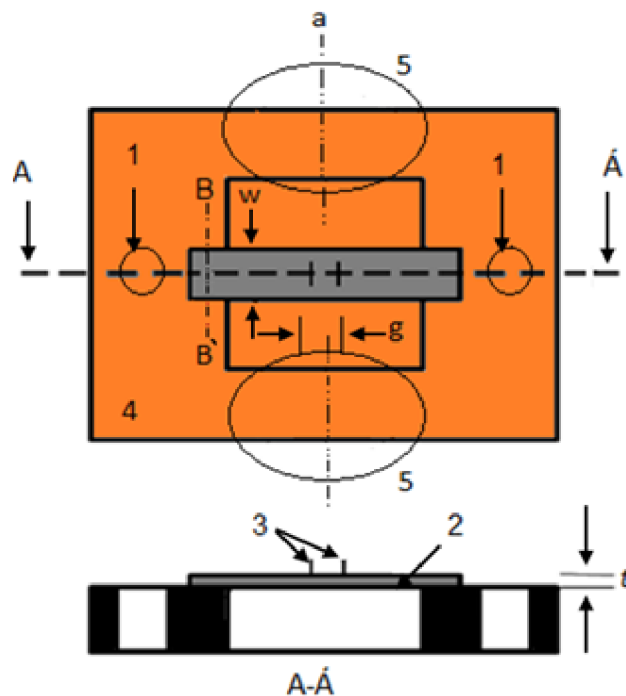
Tato norma popisuje zkušební metodu na měření lineárního koeficientu teplotní roztažnosti (CLTE) volně umístěných pevných (kovových, keramických, polymerních aj.) materiálů pro mikroelektromechanické systémy (MEMS) délek mezi 0,1 mm až 1 mm a šířek mezi 10 μm až 1 mm s tloušťkami od 0,1 μm do 1 mm. Jedná se o hlavní konstrukční materiály, které se používají pro MEMS, mikrostroje a další. Tato zkušební metoda se dá použít pro měření CLTE v teplotním rozsahu od pokojové teploty do 30 % teploty tavení materiálu [59].

a) Zkušební vzorek

Obecně: Zkušební vzorek by měl být připraven v souladu s IEC 62047-3. Měl by být vyroben pomocí stejných postupů používaných pro zařízení, na kterém se nanáší tenká vrstva. Měl by mít rozměry a být ve stejném poměru jako komponenty reálného zařízení, aby se minimalizoval vliv velikosti. Existuje mnoho způsobů, zhotovení zkušební vzorku v závislosti na použití [59].

b) Tvar zkušební vzorku

Rozměry zkušební vzorku, jako je tloušťka (t), šířka (w) a počáteční délka (L_0), by měly být navrženy tak, aby byly stejné jako u reálného zařízení. Rozměry musí být uvedeny v rozsahu přesnosti $\pm 1\%$ z příslušné stupnice délky. Příčné řezy podél linie A-A jsou označeny na obr. 3.14 jako přerušovaná čára.



Obrázek 3. 14: Nástroj ke zkoušení tepelné roztažnosti tenkých vrstev (1: Otvory pro upevnění (šrouby) nebo pro zavěšení 2: volně uložený zkušební vzorek. 3: značky měřidla, sloužící k definování jeho délky. 4: Podložka pro umístění zkušební vzorku. 5: díly, které musí být odděleny před testováním, aby byl zkušební vzorek volně umístěný)

Poznámka myšlená čára "a": Nosné pásy "5" mohou být odděleny řezáním podél této linie.

c) Tloušťka zkušební vzorku

Tloušťka každého zkušební vzorku musí být změřena a výsledky by měly být zaznamenány do protokolu. Každá tloušťka zkušební vzorku by měla být měřena přímo kalibrovaným zařízením (např. rastrovací elektronový mikroskop, elipsometr, atd.). Hodnota tloušťky vrstvy může být brána (skenovacím mikroskopem, interferenčním mikroskopem na bílém světle, nebo povrchovým profilometrem, atd.) podél linie B-B' na obr. 3.14. testovaného vzorku.

d) Rovinný zkušební vzorek

Vnitřní pnutí testovacího zařízení by mělo mít správné hodnoty, aby nezpůsobilo zvlnění zkušební vzorku. Měřicí značky by měly být vytvořeny ve středu zkušební vzorku. Měřidlo by nemělo omezit prodloužení zkušební vzorku a mělo by mít malý vliv na výsledek testu. Tuhost značky měřidla by měla být menší než $\pm 1\%$ tuhosti zkušební vzorku. Symetrie

ve směru tloušťky by měla být zachována, aby se zabránilo zvlnění zkušební vzorku, jak je znázorněno obr. 3.15.

e) Mímorovinný zkušební vzorek

Mímorovinný typ zkušební vzorku může být použit v případě, že volně stojící zkušební vzorek má tloušťku pod 1 μm nebo má nízkou pevnost pro zavěšení závaží. Otvory a značky měřidla z obr. 3.14 nejsou v případě mímorovinného typu nutné. Nosné pásy nemusí být odděleny. Zkušební vzorek musí být před měřením připnutý konkávně nebo konvexně. [59]

f) Zkušební metoda

Obecné: Průměrná hodnota CLTE by měla být získána lineární korelací teplotní změny napětí ($\Delta\varepsilon_T$) o odpovídající změně teploty (ΔT).

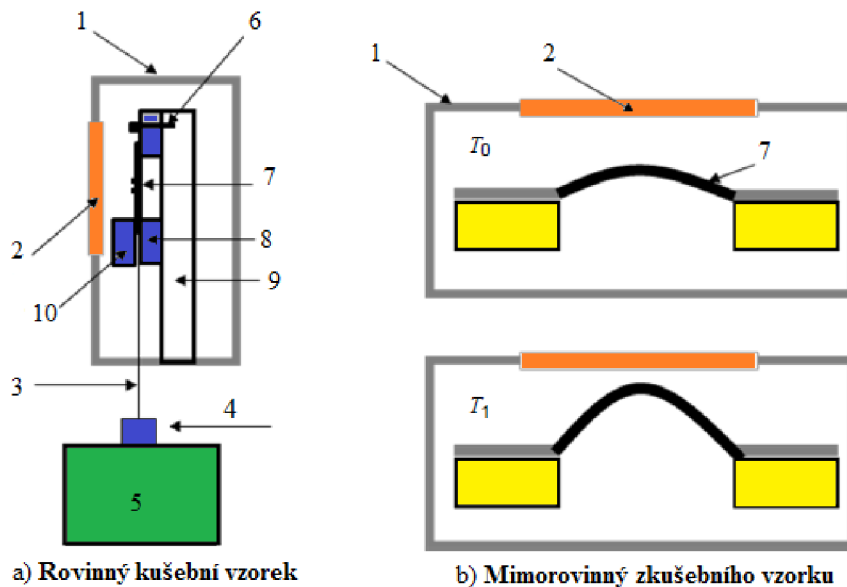
$$\alpha_{av} = \frac{\Delta\varepsilon_T}{\Delta T} \quad (6)$$

Kde,

α_{av} : Průměrná hodnota koeficientu teplotní roztažnosti zkoušeného dílu (1/°C).

Termální napětí je získáno dvěma druhy zkušebních metod, jak je znázorněno na obr.3.15.

Rovinná zkušební metoda by měla být preferována před mímorovinnou zkušební metodou z důvodu přesnosti a neurčitosti. Není-li možno test provést, použije se mímorovinné metody jako alternativy, protože tato metoda vyžaduje pec a měřicí zařízení.



Obrázek 3. 15: Principy měření CLTE (1: vytápěcí pec vybavena poklopem. 2: výřez sloužící k pozorování a měření deformací zkušební vzorku 3: kovový drát nebo vlákno k zavěšení závaží. 4:závaží. 5: translační konstrukce k držení a uvolnění závaží. 6: šroub k upevnění 7: volně umístěný zkušební vzorek:8: testovací matrice. 9: Držák testovací matrice. 10: modelový díl pro symetrii zkušební vzorku.

g) Rovinná metoda

Tepelné deformace (δ_T) se měří přímo jako funkce teploty pomocí techniky nekontaktního rovinného posunu (laserová interferometrie, 2- D digitální obraz korelace, atd.). Vzorek by měl být v peci, jak je znázorněno na obr.3.15a). Závaží by mělo být zavěšeno na zkušební vzorek za účelem zlepšení měření. Modul pružnosti by měl být nezávislý na teplotě v rozsahu měření. Je třeba se vyhnout plastické deformaci kvůli závaží (ohnutí), nebo teploty (tečení). Tepelná deformace se vypočítá podle vztahu:

$$\varepsilon_T = \frac{\delta_T}{g} \quad (7)$$

Kde,

ε_T : Poměrná deformace (1).

g: Délka měřky (μm).

δ_T : Deformace (μm).

h) Mimorovinná metoda

Celý profil vzorku ve směru délky by měl být měřen při proměnné teplotě metodou přesného mimorovinného posunutí (interferometrickým mikroskopem s bílým světlem,

laserovým Doppler interferometrem, 3-D digitální obrazovou korelací, atd.), tak, jak je znázorněno na obr.3.15b). Zkušební vzorek musí být nejprve upnut. Ve výrazu (8). se objevuje počáteční délka (L_0) při pokojové teplotě a po sobě následné délky (L_T) při různých teplotách. Tepelná deformace (T) bude rozdíl mezi L_T a L_0 . Tepelné deformace se vypočítá vydělením deformace původní délkou

$$\varepsilon_T = \frac{\delta T}{L_0} = \frac{L_T - L_0}{L_0} \quad (8)$$

Kde,

L_T : Délka zkoušeného dílu při teplotě T (μm).

L_0 : Počáteční délka zkoušeného dílu (μm).

CLTE substrátu by měla být brána v úvahu pro výpočet přesné CLTE zkušební vzorku, protože na oba působí stejná teplota. Účinek substrátu se projeví přidáním CLTE substrátu na průměrnou hodnotu CLTE do vztahu 8,

$$\alpha_{av} = \frac{\Delta \varepsilon_T}{\Delta T} + \alpha_s \quad (9)$$

Kde,

α_{av} : Průměrná hodnota koeficientu teplotní roztažnosti zkoušeného dílu ($1/^\circ\text{C}$).

α_s : Průměrná hodnota koeficientu teplotní roztažnosti substrátu ($1/^\circ\text{C}$).

3.3.2 Metoda zkoušení ohybu tenkovrstvých materiálů (ČSN: EN: 62047-18)

Tato norma stanovuje metody pro zkoušení ohybu tenkovrstvých materiálů s délkou a šířkou méně jak 1 mm a tloušťkou mezi 0,1 μm až 10 μm . Tyto tenkovrstvé prvky jsou používány jako hlavní konstrukční materiály pro mikroelektromechanické systémy (v tomto dokumentu MEMS) a mikrostroje.

Hlavní konstrukční materiály pro MEMS, velikosti několik mikrometrů, jsou vyráběny nanášením, fotolitografií anebo nemechanickým obráběním. Tato norma definuje zkoušku

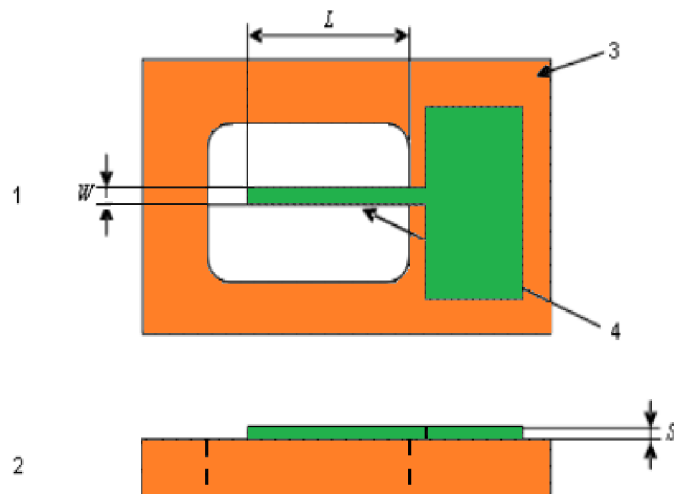
ohybem a zkoušku tvaru pro jemné mikročasticové zkušební vzorky tvaru nosníku, které umožňují zajistit přesnost, která je vyžadována ve speciálních případech [59].

a) *Zkušební vzorek*

Návrh zkušební vzorku: Zkušební vzorky jsou tvaru konzolového nosníku, jak je znázorněno na obr. 4.16. Tvar průřezu zkušební vzorku by měl být jednoduchý, například obdélníkový nebo lichoběžníkový, aby se usnadnil výpočet momentu setrvačnosti plochy. Poměr délky zkušebního tělesa (L) paralelní části zkušebního kusu a šířky (W) a tloušťky (S) by měl být v relaci $10 > L / W > 5$ a $100 > L / S > 10$.

Pevný konec zkušební vzorku se umístí do substrátu, jak je znázorněno na obr. 3.16. Kontaktní místo zkušební vzorku se substrátem je důležité, neboť nesmí dojít k plastické deformaci anebo k prasknutí kontaktního místa zkušební vzorku a substrátu vlivem koncentrace napětí.

Za účelem minimalizace vlivu velikosti, by měla velikost zkušební vzorku v být stejná, jako má reálný komponent zařízení [59].



Obrázek 3. 16: Schéma zkoušeného vzorku a substrátu (1: Horní pohled. 2: Boční pohled 3: Substrát. 4: Zkoušený vzorek).

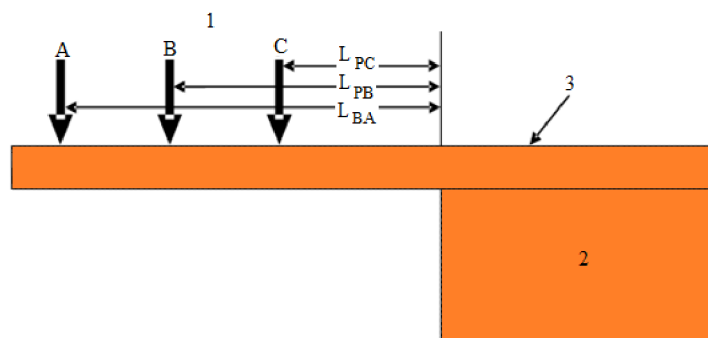
Příprava zkušební vzorku: Zkušební vzorku by měl být vyroben za použití stejného postupu, jako když se tenká vrstva se aplikuje na skutečné zařízení, protože mechanické vlastnosti jsou závislé na výrobních procesech. Zkušební vzorky také musí být vyrobeny v souladu s postupy uvedenými v IEC⁽¹⁾ 62047-6:2009. Substrát musí být pečlivě vybrán, aby nedošlo k jeho poškození [59].

- (1) IEC 62047-6:2009 zavedena v ČSN EN 62047-6:2010 (35 8775) Polovodičové součástky, Mikroelektromechanické součástky – Část 6: Metody zkoušení axiální únavy tenkovrstvých materiálů.

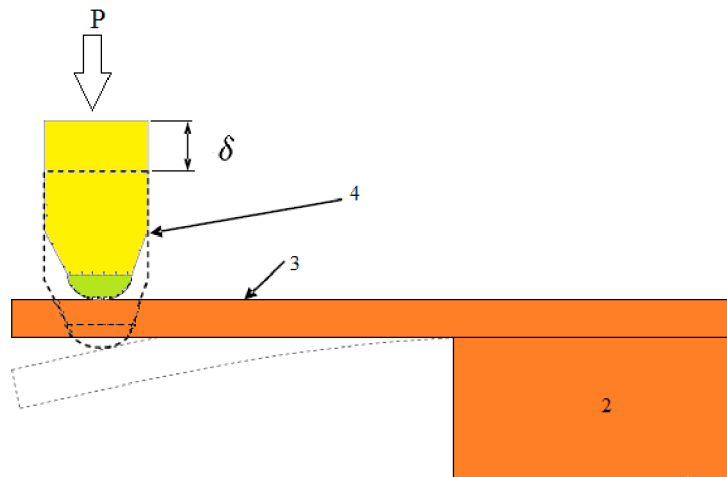
Šířka, délka a tloušťka každého zkušební vzorku musí být změřena, u tloušťky se předpokládá, že je rovnoměrná a stejná v každém bodě. Skladování před testováním: U tenkých vrstev může mít skladování vliv na jejich vlastnosti.

b) Zkušební metoda

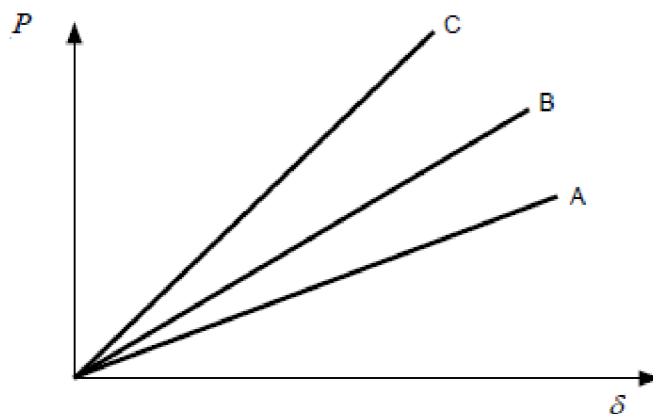
Zkušební zařízení musí obsahovat funkce, které usnadňují posunutí, nakládání, umístění a mělo by být vybaveno systémem měření síly a posunutí. V případě měření zatížení je na zkušební kus vyvíjen tlak pomocí hrotu s kulovým zakončením, jak je znázorněno na obr 3. 17a a 3.17b. Hodnoty by měly být zaznamenány jako síla (P), a posun (δ) konzolového nosníku, jak je znázorněno na obr 3.17 b). Místo kde nástroj tlačí na zkoušený vzorek, musí být specifikováno v rámci přesnosti v rozsahu $1\pm 0\%$ délky zkoušeného vzorku. Poloměr kulatého hrotu je $5\mu\text{m}$ a přesnos musí být $1\pm 0\%$ délky zkušební kusu.



a) : Konzolový nosník zkušební kusu s bodem pro vložení vzorku



c) : Konzolový nosník zkušební kusu s nastavením nástroje



c) : Vztah mezi silou a posunutím

Obrázek 3. 17: Metoda měření (1: Nastavení bodu A, B nebo C. 2: Zkušební kus. 3: Substrát. 4: Kulatý hrot.

Způsob upevnění zkušební vzorku k podkladu musí být takový aby bylo do pravého úhlu s osou hrotu. Upevnění zkušebních vzorků do substrátů a do zkušebních strojů musí splňovat následující požadavky:

- 1) Zkušební vzorky musí být bezpečně připevněny k podkladu, a nesmějí se pohybovat při testování. Podložka musí být pevně upevněna do testovacího zařízení, a jeho tuhost musí být vyšší než substrátu.

- 2) V průběhu testování, by měla být stanovena tuhost zkušební vzorku. Směr zatížení osy zkušební hrotu musí být maximálně do 5° od kolmice k povrchu substrátu.
- V případě, že průměr kulového hrotu je o dost menší, než je tloušťka (S) a šířku (W) zkušební vzorku zátěž musí působit pomalu, aby se zabránilo místní deformaci a lomu na kontaktním místě zkušební vzorku a kulového hrotu. Deformace zkušební kusu by měla být realizována v rozsahu čistě pružné deformace. Ke zjištění talové síli se použije siloměr s přesností nejhůře 5%.
 - Rychlost posunu kulového hrotu by měla být konstantní po celou dobu měření.
 - Měření pohybu kulového hrotu by mělo mít přesnost nejhůře 0,5%.
 - Teplota a vlhkost při testování musí být řízena tak, aby se zabránilo kolísání během testování, a je nutné věnovat zvláštní pozornost změnám teploty.
 - Analýza dat: Vztah mezi silou (P), a posunu (δ) konzolového nosníku může být vyjádřena jako rovnice (10) v elastické oblasti.

$$\delta = \frac{P L_p^2}{3E I_Z} \quad (10)$$

- Údaje o síle (P) a posunu (δ) musí být k dispozici pro další použití. Vztah mezi silou (P), a posunem (δ) konzolového nosníku závisí na tvaru průřezu zkušební kusu, kterým je moment setrvačnosti plochy (I_Z), a vzdálenost mezi místem bodu tlaku hrotu a kořenem zkušební kusu. Pokud dojde k plastické deformaci, zlomenní nosné části substrátu, nebo prokluzu kulového hrotu na zkušebním kusu, vztah síly a posunutí bude nelineární.

3.3.3 Metody měření tloušťky tenkých vrstev

Dále budou uvedeny obecně známe principy, které se používají pro měření tloušťky tenkých vrstev. Podle použitého principu se měření může provádět v průběhu technologického procesu, nebo až po jeho ukončení.

1. Mikrováhy (Mayerova torzní mikrováha)

- *Přímé měření hmotnosti vrstev*

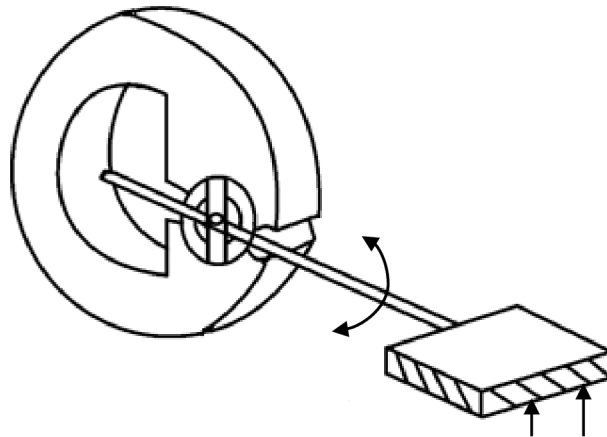
Měření pomoc mikrovah určuje přímo hmotnost nanesené vrstvy, popřípadě pohybový moment. Citlivost detekace bývá 1 až $10^{-2} \mu g$. Tloušťka nanesené vrstvy se vypočítá z naměřené hmotnosti m , známé plochy S a hustoty nanášeného materiálu ρ

$$d = m / (S \cdot \rho) \quad (11)$$

Kde,

d : Tloušťka vrstvy, m : Zjištěná hmotnost vrstvy, S : Plocha, ρ : Hustota napařovaného materiálu.

Přesné určení tloušťky ovlivňuje nezalost ρ daného materiálu v tenké vrstvě. Magnetoelektrické ústojí viz. obr.3.18 umožňuje měřit rychlost napařování nebo hmotnost nanesené vrstvy, popřípadě obě veličiny současně. Elektrický signal lze použít k řízení procesu nanášení [4].



Obrázek 3. 18: Mikrováha s magnetoelektrickým ústrojím [4]

- *Dynamické stanovení tloušťky kmitajícím křemenným výbrusem*

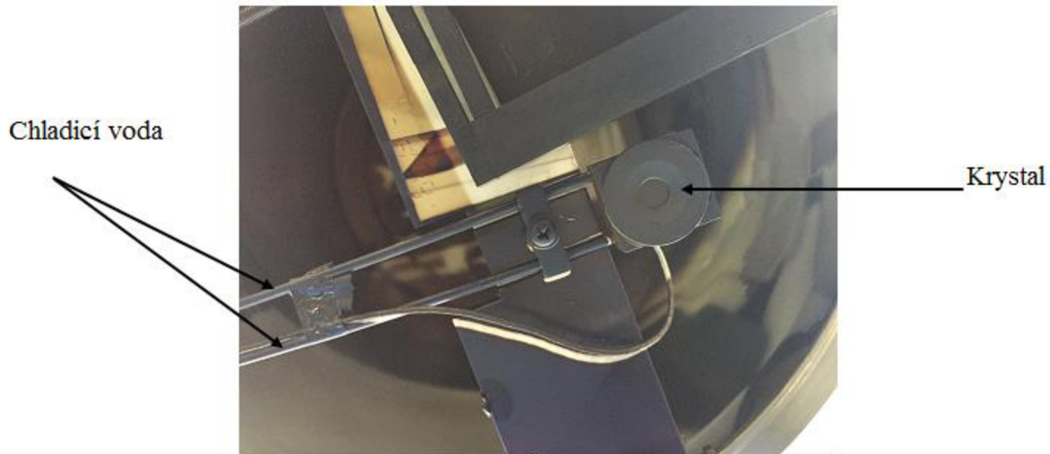
Toto měření využívá rozladování oscilátoru přírůstkem hmotnosti krystalového výbrusu, umístěného v napařovacím prostoru viz. obr.3.19, čímž se mění vlastní kmitočet oscilátoru o hodnotu, která je dána vztahem (12).

Kde:
$$f = N / d \quad (12)$$

f : Vlastní frekvence kmitů krystalu, N : Frekvenční konstanta, d : Tloušťka vrstvy

Citlivost krystalu (až $10^{-12} g \cdot cm^{-2}$) je definována jako hmotnost připadající na jednotkovou plochu krystalu ($\Delta N / d$), která způsobuje změnu kmitočtu o 1 Hz. Metoda umožňuje odvodit z časové derivace rozdílového kmitočtu také rychlost napařování a řídit celý proces. Tloušťka

vrstvy musí být tak malá, aby neovlivnila elastické vlastnosti krystalu. K zajištění konstantní teploty krystalu slouží chlazení pomocí vody, která protéká přes pouzdro krystalu.



Obrázek 3. 19: Krystal měřice tloušťky (pohled za spodní strany)

Někdy se používají krystaly, které mají minimální závislost frekvence na teplotě. Toho se dosáhne řezem v definované krystalografické rovině, tak aby závislost frekvence na teplotě byla minimální. Takové krystalové rezonátory jsou velice drahé, není třeba je temperovat protékající vodou.

2. Elektrické metody

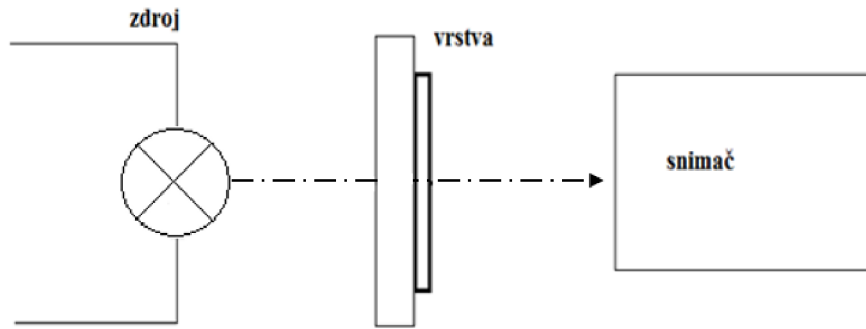
Měření elektrického odporu a kapacity

- *Můstkovými metodami.*
- *Odporová metoda* – hodí se rychle rostoucí vrstvy a nízký tlak zbytkových plynů.
- *Kapacitní metoda* - používá se pro sledování oxidových vrstev na kovových podložkách

3. Optické metody

Vychází ze třech fyzikálních jevů, které nastávají při interakci světla s látkou (vrstvou).

- *Absorbční měření:* měří se intenzita procházejícího světla přes napařenou vrstvu viz. obr.3.20.



Obrázek 3. 20: Absorbční měření

Absorpční zákon $I = I_0(1 - R)^2 e^{-\alpha d}$

I_0 – intenzita dopadajícího světla

I – intenzita prošlého světla

R – Koeficient odrazu světla na rozhraní vzduch

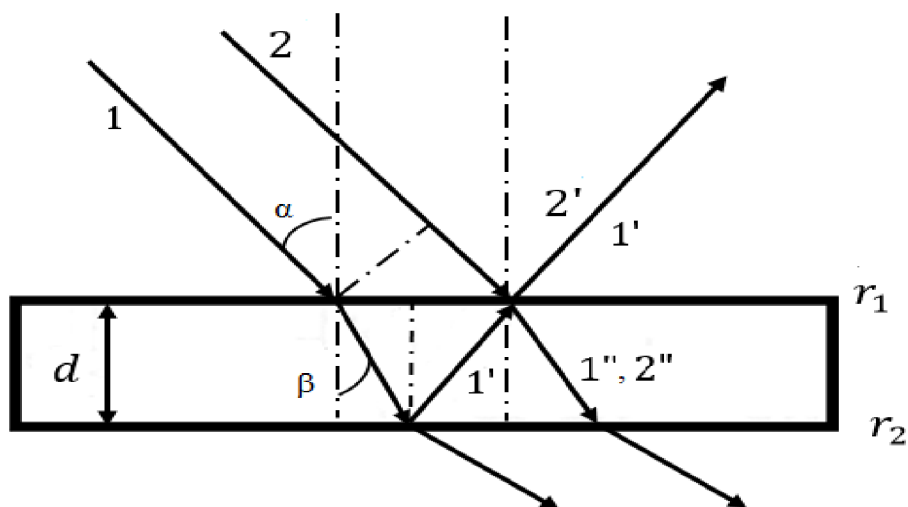
α – koeficient absorpce

d – Tloušťka vrstvy

Před měřením je třeba udělat kalibrační křivku. Tato metoda umožňuje i průběžné měření tloušťky.

- *Interferenční metody*

Využívají interference světla při dopadu na tenkou vrstvu viz obr.3.21.



Obrázek 3. 21: Interferenční metody

Interferenci pozorujeme v prošlém světle,

- Maximum $2nd \cos \beta = k\lambda_0$
- Minimum $2nd \cos \beta = (2k + 1) \frac{\lambda_0}{2}$

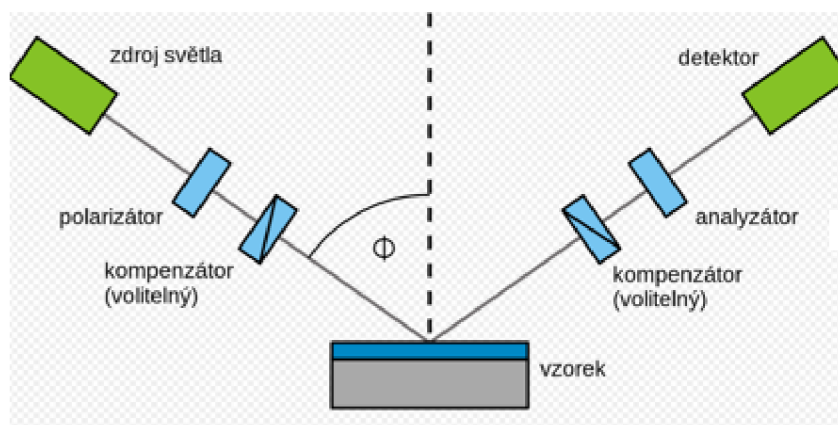
nebo v odraženém světle.

- Maximum $2nd \cos \beta = (2k + 1) \frac{\lambda_0}{2}$
- Minimum $2nd \cos \beta = k\lambda_0$

Při použití polychromatického bílého světla se vrstva se jeví zabarvená podle toho, které vlnové délky byly zesíleny a které zeslabeny. Podle barvy přímo určujeme tloušťku vrstvy

- *Polarizační (elipsometrická) metoda*

Tato metoda měří parametry elipticky polarizovaného světla odraženého od vzorku, na který dopadá lineárně polarizované světlo, které je po odrazu obecně elipticky polarizované. Poměr amplitud rovnoběžných a kolmých složek závisí na optických vlastnostech substrátu, na úhlu dopadu, na optických vlastnostech a tloušťce tenké vrstvy. Proto jsme schopni matematicky dopočítat tloušťku měřené vrstvy viz obr.3.22. Kromě určení tloušťky umožňuje tato metoda i určení optických vlastností vrstev. Tato metoda je tedy vhodná pro průhledné nebo extrémně tenké vrstvy ale díky náročnosti se metod nevyužívá při průběžném měření [101].



Obrázek 3. 22: Schéma elipsometrie [101]

4. Dotyková metoda

Tenká vrstva musí na podložce tvořit „schod“. Jeho výška se měří diamantovým hrotem posunujícím se přes tento schod.

5. Speciální metody měření tloušťky

- Absorpce záření α či β z radioaktivních zdrojů
- Zpětný rozptyl záření β – měření intenzity Geigerovými -Müllerovými čítači.
- Rentgenová fluorescenční analýza – měří se intenzita fluorescenčního záření vybuzeného ve vrstvě budícím rtg. zářením.
- Elektrolytickým odleptáním.

3.4 Pásová teorie vodivosti a její vliv na elektrické vlastnosti tenkých vrstev

Pod pojmem elektrická vodivost rozumíme schopnost materiálů vést elektrický proud. Je to jedna z nejdůležitějších fyzikálních vlastností. Podle této vlastnosti rozdělujeme pak všechny látky do tří skupin: jsou to vodiče (typu I nebo II), polovodiče a izolanty. Kovové materiály patří do skupiny vodičů typu, I přičemž jejich elektrická vodivost je ve srovnání s izolanty o 15 až 24 řádů vyšší.

Pokud neuvažujeme kovy a jejich slitiny v supravodivém stavu (tj při teplotách hluboko pod 273,15 K), tak za standardních termodynamických podmínek je z kovů nejlepším vodičem elektrického proudu stříbro. Jakákoliv slitina na bázi stříbra, může tedy logicky dosahovat jen nižší elektrickou vodivost [98].

3.4.1 Základní teorie elektrické vodivosti

Stručně podstatu elektrické vodivosti v kovech vystihuje pásová elektronová teorie kovů, ale při jejím bližším studiu se již nevyhneme aparátu kvantové teorie tuhých látek. Zjednodušeně by se však dala elektrická vodivost kovových soustav vysvětlit takto. Uvažujme kovový krystal, který se skládá z jistého počtu atomů. Tyto atomy mají ve svém orbitu určitý počet elektronů, které jsou podle Fermiho - Diracovy rozdělovací funkce rozloženy do energetických hladin ($1s^2$, $2s^2$, $2p^6$, $3s^2$, $3p^6$, atd ...), což je důsledek toho, že elektrony nabývají energii po kvantech, a nikoli spojitě. Představme si, že každý atom v krystalu má své

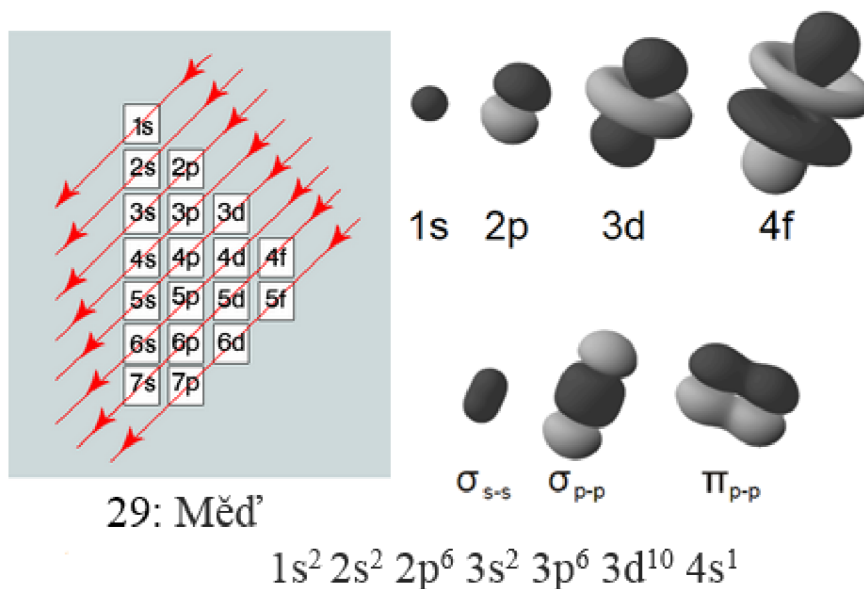
elektrony seřazeny do této konfigurace. Současně však mějme na zřeteli Pauliho vylučovací princip, podle kterého se nemohou v daném krystalu nacházet dva elektrony se stejnou energií. Pak lehce dojdeme k závěru, že každý atom přispěje do energetického spektra elektronů krystalu energií svých elektronů. Tak vznikne v krystalu pás energií $1s^2$, další pás energií $2s^2$, pak pás energií $2p^6$, atd.

Vznikají pásy dovolených energií, protože jsou to energetické oblasti, do kterých se elektrony mohou dostat. Pásy dovolených energií jsou však mezi sebou odděleny pásy zakázaných energií, tedy energií, které elektrony nabývat nemohou, a které představují jistou energetickou bariéru pro elektrony umístěné v dovolených pásech. Takto jsou elektrony v krystalu "naskládány" do těchto páků dovolených energií (šířka dovolených a zakázaných páků se udává v jednotkách energie, konkrétně v [eV]).

Zajímavá situace však nastává na posledním (čili valenčního) páku, který je daný krystal schopen vytvořit. Tento pás může být elektrony obsazen částečně, nebo úplně. Krystal se chová jako kov, pokud má valenční pás zaplněný jen částečně. Elektrony, kterými je takový valenční pás obsazen, nazýváme volné elektrony a spolu tvoří v kovovém krystalu tzv fermiónový plyn. Elektrony tohoto fermiónového plynu se objemem krystalu pohybují chaoticky, čímž se vzájemně anihilují. Proto je výsledná střední rychlost elektronu fermiónového plynu nulová. Situace se však mění po aplikování vnějšího elektrického pole. Vodivostní elektrony se pod účinkem energie elektrického pole nabudí do vyšších energetických stavů a začnou se pohybovat usměrněně, proti směru působení elektrického pole. Tím však ještě není zajištěna elektrická vodivost. Vodivostní pás musí totiž splňovat jednu důležitou podmínku, a to, že musí obsahovat Fermiho plochu (Fermiho plocha odděluje při teplotě absolutní nuly nezaplňené energetické stavy od zaplněných). Z toho vyplývá i povinnost vodivostních elektronů nabýt po přiložení vnějšího elektrického pole takové energie, aby se nacházely v oblasti Fermiho plochy, protože vedení elektrického proudu je určováno změnami hybnosti jen těch elektronů, které se nacházejí v blízkosti Fermiho plochy.

Vezměme si jako příklad měď. Její elektronová konfigurace je $1s^2, 2s^2 \dots 3d^{10}, 4s^1$ viz.obr.3.23. Z popisu konfigurace je vidět, že valenční pás má měď zaplněn elektrony jen do poloviny, protože orbital $4s$ může být obsazen dvěma elektrony. Z předešlého textu nám vyplývá, že na elektrické vodivosti se budou podílet elektrony z orbitalu $4s^1$, ale až poté, co

získají dostatečnou energii na to, aby přeskočily do druhé, neobsazené poloviny orbitalu 4s₁, kde se již nachází Fermiho plocha. Vodivostní elektrony tak snadno nabývají vyšší energii a současně zůstávají ve svém energetickém pásu.



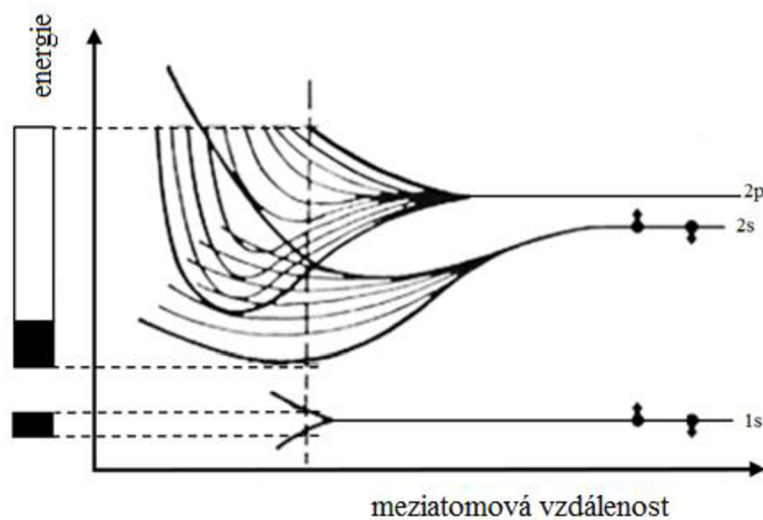
Obrázek 3. 23: Konfigurace elektronových orbitů pro Cu

Trošku jiný případ je železo. To má elektronovou konfiguraci 1s², 2s²... 3d⁶, 4s². Správně by se však měla jeho konfigurace zakončit v pořadí 4s², 3d⁶, protože orbital 4s je energeticky méně náročný než orbital 3d, přestože je již z vyšší periody. Zvláštností oproti mědi je to, že v železe mezi orbitální 4s² a 3d⁶ nejenže není žádný zakázaný pás, ale tyto dva pásy energií se vzájemně částečně překrývají. To znamená, že na elektrické vodivosti železa se tak mohou podílet i elektrony orbitalu 4s².

3.4.2 Detailnější výklad pásového modelu

Zjednodušené odvození modelu pásů přípustných energií vychází z orbitalové teorie. Každý atom kovu má orbitály určitého typu. Elektronovou konfiguraci atomu je možno odvodit na základě periodického systému prvků. Např. V atomech berylia jsou obsazeny orbitály 1s a 2s, každý dvěma elektrony. Elektrony v orbitalech jednoho atomu mohou při vzniku vazby interagovat s orbitály téhož typu jiného atomu. Chování elektronů v molekulách popisují

molekulové orbitaly, kterým přísluší určitá energie. V kovovém krystalu berylia dochází ke vzájemnému působení velkého počtu atomů, a tak se uplatňuje obrovský počet (delokalizovaných) molekulových orbitalů. Elektrony v každém orbitalu opět mají určitou energii, ale tyto hodnoty energie se od sebe velmi málo liší. Při grafickém znázornění (viz obr. 3.24) v důsledku toho splývají jednotlivé hladiny energií do pásů energie, a proto se hovoří o pásovém modelu.



Obrázek 3. 24: Vznik pásové struktury v krystalu berylia s překrýváním pásů [98].

3.4.3 Faktory ovlivňující elektrickou vodivost

Elektrická vodivost kovů je ovlivňována několika faktory. Jsou to především interakce elektron - fonon a elektron - porucha mřížky, při kterých dochází k rozptylu elektronů a ztrátám jejich energie (interakce elektron - elektron je při usměrnění toku elektronů minimální). Oba typy interakci jsou u každého kovu jiné intenzity, protože atomy různých prvků se ve svých vlastnostech liší. Podobně můžeme uvažovat i v případě množství poruch mřížky. Důležitá je i atomová stavba krystalu, čili typ mřížky. Kovy se rovněž liší šířkou dovolených a zakázaných pásů, což je také ovlivňuje a vede k rozdílné elektrické vodivosti. No nejvíce je elektrická vodivost ovlivňována tvarem a velikostí Fermiho plochy, protože jak je zmíněno výše, vedení elektrického proudu se realizuje v oblasti této plochy. A bylo prokázáno, že každý kov má svou Fermiho plochu trochu jinak tvarovanou. V případě slitin hraje důležitou roli i přítomnost různých fází, které se liší svou elektrickou vodivostí [97].

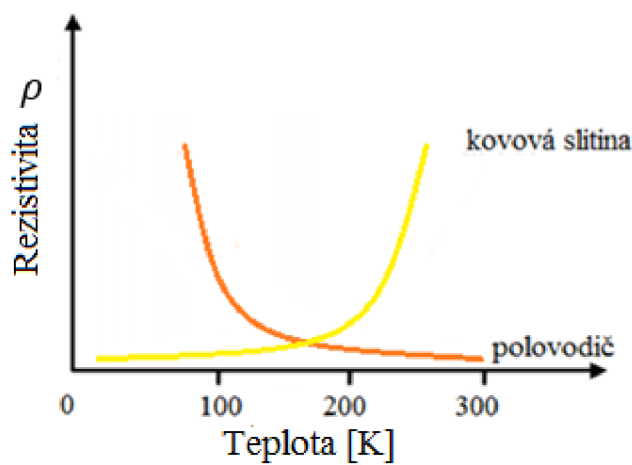
3.4.3.1 Vliv teploty

Závislost rezistivity na teplotě u kovových slitin a polovodičů můžeme vidět na obr. 3.25. Výpočet elektrického odporu u kovů můžeme vypočítat pomocí vztahu (13).

$$R = \rho \frac{l}{S} \quad (13)$$

Kde,

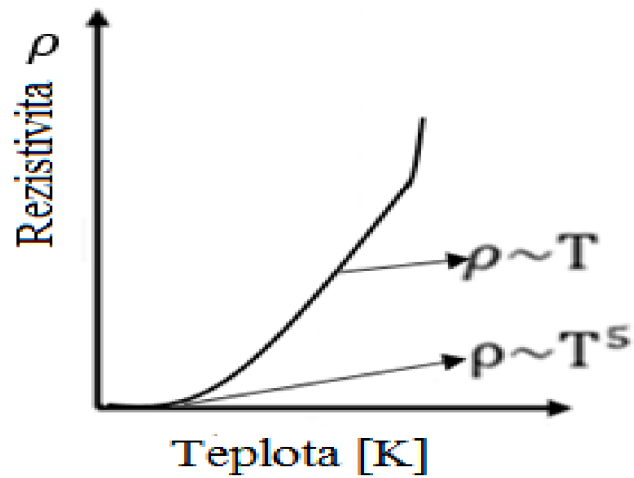
R : Elektrický odpor kovu; ρ : měrná rezistivita kovu, l : délka vodiče, S : průřez vodiče



Obrázek 3. 25: Změna rezistivity pro kovy a polovodič v závislosti na teplotě [97].

Při nízkých teplotách, dochází k tomu že:

- elektrický odpor mnoha kovů je úměrný T^5
- elektrický odpor se u většiny kovů při teplotách, které se blíží absolutní nule se snižuje téměř na nulu, tak jak ukazuje obr. 3.26.



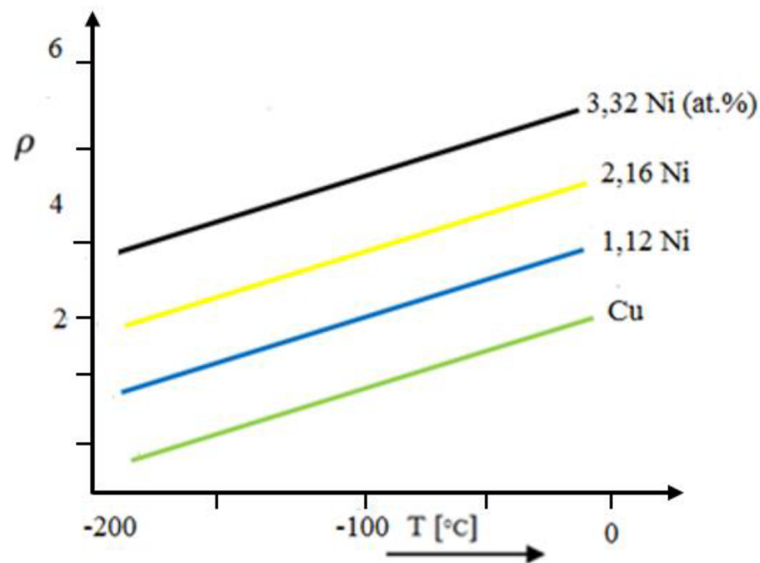
Obrázek 3. 26: Změna rezistivity kovů s teplotou [97]

3.4.3.2 Vliv tlaku

S rostoucím tlakem klesá El. odpor kovů (výjimkou je Li, Ca, Sr, Bi). U těchto kovů naopak s rostoucím tlakem dochází k zvětšení meziatomových sil a ke zvýšení Debyeovy teploty.

3.4.3.3 Vliv chemického složení

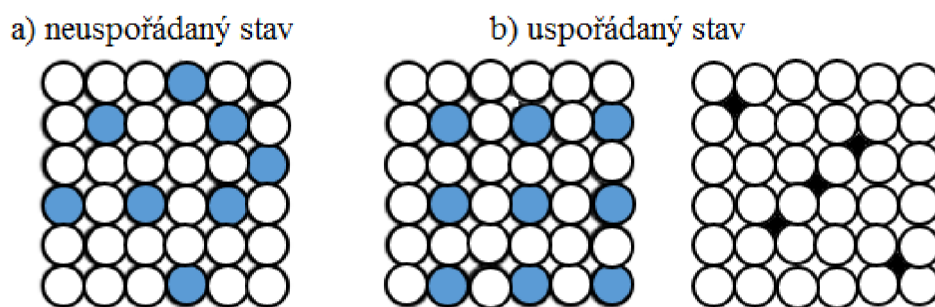
Pokud se v materiálu vyskytují nečistoty nebo legující prvky dochází k vzrůstání el. Odporu material, protože příměsi způsobují rozptyl vodivostních elektronů [97]. Díky těmto příměsím je v jejich okolí jiné elektrické pole než u základního atomu viz. obr. 3.28.



Obrázek 3. 27: Vliv niklu v mědi na rezistivitu slitin [97]

3.4.3.4 Vliv struktury

Neuspořádaností dochází k narůstání el. odporu. Pokud dojde u material k rychlému ochlazení (kalení) z nekritické teploty vzniká v material neuspořádaný stav, který vede k deformaci mřížky a vzrůst měrné rezistivity ρ . Tento process je možné vrátit pomocí postupného ohřevu (žihání), které vede k uspořádání mřížky v důsledku difúzních procesů, což dále vede k pokles ρ viz obr. 3.29



Obrázek 3. 28: Příklady uspořádané a neuspořádané krystalické struktury. Vlevo a uprostřed – substituční tuhý roztok vpravo – intersticiální tuhý roztok Atomy různého druhu jsou odlišeny [97]

3.5 Elektrické vlastnosti kovových vrstev a jejich měření

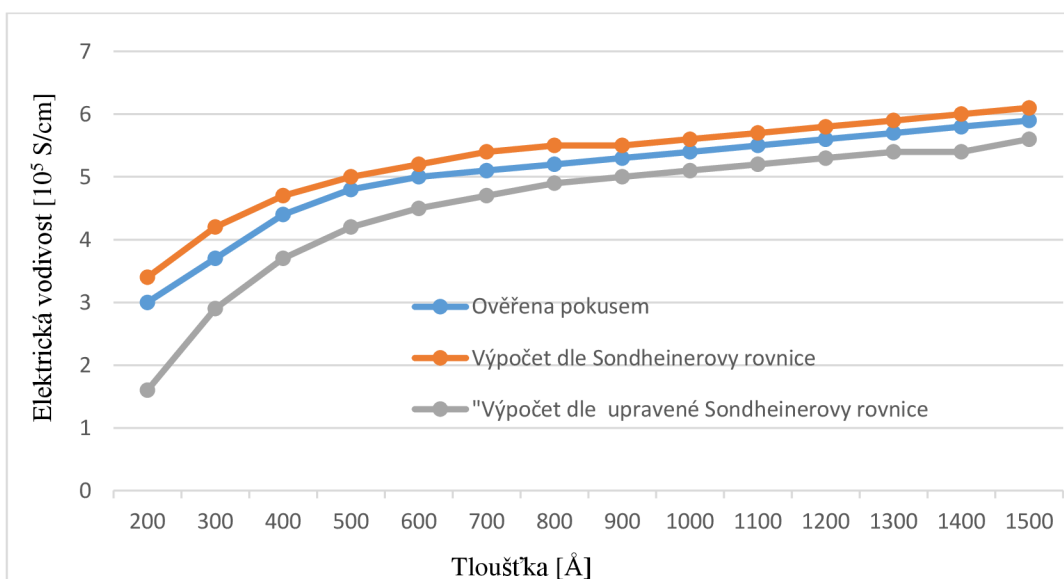
3.5.1 Elektrická vodivost tenkých kovových vrstev

Změnu elektrické vodivosti vakuově napařených kovů o malých tloušťkách (nm) popisuje Sondheinerova teorie, ovšem za předpokladu jsou-li elektrony náhodně rozptýlené na hranici napařeného filmu. Malá část elektronů se odrazí od povrchu, což je způsobeno anomálním povrchovým jevem. Toto bylo zkoumáno na vrstvě mědi při dodržení následujících parametrů: Tloušťka vakuově napařené vrstvy mědi byla o tloušťce 20-150nm, pro substrát bylo zvoleno sklo a hodnota vakua byla 10^{-4} Pa, substrát byl předehříván na 150°C a po ukončení napařování byly vzorky podrobeny žihání při teplotě 250°C po časový interval 2 hodiny. Během doby zkoušek a po dobu skladování a příprav, byly všechny vzorky uloženy při definovatelné teplotě a bez přístupu vzduchu, aby nemohlo docházet k oxidacím. Tloušťka napařené vrstvy byla měřené oscilátorem s piezoelektrickým krystalem umístěným v komoře [20].

Vodivost filmu σ_f popisuje Sondheinerova rovnice jako funkci tloušťky (t):

$$\sigma_f = \sigma_b \left(1 - \frac{3L}{2t} \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{x^3} - \frac{1}{x^5} \right) \left(1 - \exp\left(-\frac{tx}{L}\right) \right) dx \right) \quad (14)$$

Kde σ_b popisuje hodnotu vodivosti napařovaného kovu, která je při pokojové teplotě pro měď $5,99 \cdot 10^5$ S/cm, L značí střední volnou dráhu elektronů pro Fermiho hladinu, jenž může být vyjádřena přes koncentraci N podle $L = (h\sigma_b/e^2) \cdot (3/8\pi N^2)^{1/3}$, kde h je Planckova konstanta a L se pak rovná 39,6 nm.



Obrázek 3. 29: Závislost elektrické vodivosti na tloušťce napařené vrstvy mědi [20]

Řešením rovnice opakovanou integrací byly výsledky zobrazeny v grafu obr. 3.30. Propočítané hodnoty vykazují vyšší vodivost než hodnoty naměřené. Tyto hodnoty byly porovnány s výsledky elektrického chování tenkých niklových vrstev. Během porovnání došlo k nesouladu hodnot, jenž se dal očekávat a je možné jej popsat tak, že část elektronů byla odražena od povrchu vzorku hlavně na hranicích napařovaného filmu. Během napařování niklu bývá vzorek poměrně dosti náchylný k oxidaci a k absorpci dalších zbytkových plynů, jenž mohou zvýšit vodivost, a to i při nízkých hodnotách vakua 10^{-4} . Další informace, které nám experiment uvádí, byly, že vodivost vrstvy se mění, když nahradíme skleněný substrát jiným s hladším povrchem například keramická destička s napařenými dielektrickými vrstvami z LiF, MgF₂, SiO, CeO₂, nebo TiO₂. Díky těmto poznatkům bylo zjištěno, že podíl zrcadlově odražených elektronů, které byly na hranicích napařeného filmu, je závislý na parametrech okolního média a vrstva napařeného kovu se může v různých místech lišit. Výše popsané jevy reprezentuje vztah [20]:

$$\sigma_b = \sigma_b = \left(1 - \frac{3L}{2t}(1 - P)\right) \int_1^\infty \left(\frac{1}{X^3} - \frac{1}{X^5}\right) \frac{1 - \exp\left(-\frac{tx}{L}\right)}{1 - \exp\left(-\frac{tx}{L}\right)} dx \quad (15)$$

P zde reprezentuje průměrnou pravděpodobnost pružného rozptylu na povrchu napařené vrstvy, která může být interpretována jako průměr koeficientů odrazů elektronů na vrstva-substrát a vrstva-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. Díky tomuto elektrony narážejí na rozhraní a mohou tak přispět k přenosu elektrické energie. Díky absorpci záření se zvyšuje odpor a to dále umožňuje výpočet elektronů téměř rovnoběžných s hranicí filmu. Toto prakticky odpovídá zrcadlově odraženému podílu elektronů a může to být vyjádřeno následovně [20]:

$$P = 1 - \left(\frac{8c}{3v}\right) \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_\tau}\right) \left(\frac{\lambda_\tau - \lambda'_\tau}{\lambda_\tau}\right) \quad (16)$$

C je rychlosti světla ve vákuu, v je rychlost elektronů na Fermiho hladině, kde pro měď odpovídá 1,5.108 cm/s, λ_0 je plazmová vlnová délka elektronového plynu, λ_τ je 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 [20].

Toto je dáno:

$$\lambda_0 = \left(\frac{\pi m c^2}{N e^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (17)$$

$$\lambda_\tau = \frac{2\pi c L}{v} \quad (18)$$

$$\lambda'_\tau = \left(\frac{\lambda^3}{4nk} \right) \left(\frac{1}{\lambda_0^2} + \left(\frac{1}{\lambda_0^4} - \frac{16n^2 k^2}{\lambda^4} \right)^{\frac{1}{2}} \right) \quad (19)$$

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 $\lambda_0 \ll \lambda \ll \lambda'$

Z optické konstanty n a k absorbuujícího filmu napařené na transparentních podkladech lze odvodit z měření propustnosti T a odrazivosti R na straně podkladu pomocí vztahů (20) a (21) [20]:

$$T = \frac{8n_0 n_s (n^2 + k^2)}{\begin{aligned} & ((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_0^2) + 4n^2 n_0 n_s) \cosh\left(\frac{4\pi k t}{\lambda}\right) + 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi k t}{\lambda}\right) \\ & - ((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) - 4k^2 n_0 n_s) \cos\left(\frac{4\pi n t}{\lambda}\right) + 2k(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sin\left(\frac{4\pi n t}{\lambda}\right) \\ & ((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_0^2) + 4n^2 n_0 n_s) \cosh\left(\frac{4\pi k t}{\lambda}\right) - 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) - n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi k t}{\lambda}\right) \end{aligned}} \quad (20)$$

$$R = \frac{-((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) + 4k^2 n_0 n_s) \cos\left(\frac{4\pi n t}{\lambda}\right) - 2k(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) - n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sin\left(\frac{4\pi n t}{\lambda}\right)}{\begin{aligned} & ((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_0^2) - 4n^2 n_0 n_s) \cosh\left(\frac{4\pi k t}{\lambda}\right) + 2n(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sinh\left(\frac{4\pi k t}{\lambda}\right) \end{aligned}}$$

$$-((n^2 + k^2 + n_0^2)(n^2 + k^2 + n_s^2) - 4k^2 n_0 n_s) \cos\left(\frac{4\pi n t}{\lambda}\right) + 2k(n_0(n^2 + k^2 + n_s^2) + n_s(n^2 + k^2 + n_0^2)) \sin\left(\frac{4\pi n t}{\lambda}\right)$$

(21)

Výše uvedené vztahy platí pro normální náraz, přičemž n_0 a n_s jsou indexy lomu vakua a substrátu. Systém rovnic byl vyřešen díky proměření t a r při $i=1$ pomocí dvoustupňového spektrometru. V článku je uvedeno, že měření probíhalo na vzorcích, které byly uchovávány na vzduchu, a proto mohlo dojít k jejich povrchové oxidaci. Proměřeny byly pouze vzorky o velikosti vrstev 20nm – 50nm, kromě toho byly provedeny výše zmíněné propočty na těchto vzorcích. Pro propočet byly uvažovány podmínky $2\pi t/\lambda \ll 1$, pro indexy lomu platí $n_0=1$ a $n_s=1,51$, výsledky: $n=0,18$ a $k=6,4$. díky výsledkům lze tedy prohlásit, že n a k nejsou závislé na velikosti nanesené vrstvy, a díky tomu data získaná z rozsahu 20nm až 50nm korespondují i s hodnotami 50nm až 150nm. Díky těmto hodnotám dostaneme $\lambda' \tau = 3,30 \cdot 10^{-3}$ cm, $p = 0,47$. Tyto výsledky byly zobrazeny ve výše uvedeném grafu obr.4.29 jako červená čára. Přičemž tyto hodnoty se těm naměřeným rovnají více než předešlé výsledky. Vodivost vycházela nižší než se zprvu počítalo a dále bylo zjištěno, že na odklon má vliv převážně zvětšující se tloušťka nanesené vrstvy. Tyto jevy mají vysvětlení v tom, že při tlacích 10^{-4} Pa ve napařená vrstva mědi z nějaké části kontaminovaná, což pozorujeme více u tenkých vrstev.

Tyto neshody ve výsledcích naznačují, že elektronů elasticky rozptýlených na povrchu se elektrická vodivost od teoretických výpočtů liší a narůstá s tloušťkou filmu. Tyto hypotézy lze podložit tím, že povrchy nejsou dokonale hladké, jak tomu je u ideálních modelů, které uvažujeme v matematických výpočtech. Tloušťka tak může mít vliv na rozdělení elektronů na povrchu vzorku. Díky čemuž se tak bude počet odražených elektronů měnit.

3.5.2 Šumové vlastnosti tenkých vrstev

O studii šumu $1/f$ se v poslední době zvyšuje zájem, což je způsobeno několika faktory mezi které patří šum typu $1/f$ v oblasti nízkých frekvencí (pod 100 Hz), který je u většiny

materiálů dominantní. Dále zájem zvyšují teoretické a fyzikální problémy a v neposlední řadě značná univerzálnost. Šum typu $1/f$ způsobují fluktuace elektrických veličin v kovech, polovodičích i rezistorech, kompaktních materiálech i tenkých vrstvách, fluktuace elektronových svazků ve vakuu. Šum určuje do značné míry kvalitu kontaktů atd. Je určujícím typem fluktuací mnoha dalších i neelektrických veličin.

Šum typu $1/f$ lze definovat těmito třemi základními vlastnostmi:

- 1) exponent γ ve vztahu pro frekvenční závislost spektrální hustoty $S(f)$

$$S(f) \sim \frac{1}{f^\gamma} \quad (22)$$

Šum se liší od jedné nejvýše o 20% v rozsahu alespoň pěti řádů frekvenční stupnice.

- 2) Šum typu $1/f$ je Gaussovým náhodným procesem.
- 3) Spektrální hustota $S(f)$ je úměrná střední hodnotě druhé mocniny fluktuující veličiny.

Již v roce 1925 byl poprvé pozorován šum typu $1/f$ a to i přes to že se do dnes nepodařilo objasnit mechanismus vzniku šumu v pevných látkách. V současnosti existuje alespoň pět modelů popisujících tento typ fluktuací: McWhorterův model vyjadřuje superpozici generačně-rekombinačních šumů s širokým rozsahem relaxačních bodů, Hoogeova teorie pro fluktuace v objemu homogenních materiálů, Clarkeovy a Vossovy teorie tepelných fluktuací a dále např. rozvíjející se teorie fononových či nestacionárních fluktuací. I přes to žádná z výše zmíněných teorií není modelem vzniku šumu typu $1/f$ v celém jeho rozsahu.

3.5.3 Elektromagnetické fluktuace

Obecné teorie elektromagnetických fluktuací je založena na spektrální hustotě fluktuací náhodné veličiny x dané přechodem soustavy (podrobené periodické poruše s frekvencí ω) ze stacionárního stavu n do stavů m podle vztahu (23).

$$S_x(\omega) \sim \sum_m (x_{nm})^2 [\delta(\omega + \omega_{nm}) + \delta(\omega - \omega_{mn})] \quad (23)$$

Kde x_{nm} je časově nezávislý maticový prvek operátoru x , ω_{nm} frekvence přechodu mezi stavy n a m , δ je Diracova funkce delta. Při každém přechodu soustava pohltí, nebo emituje kvantum energie $\hbar\omega_{mn}$. Střední hodnota energie pohlcené soustavou za jednotku času je podle (24) a (25).

$$Q = \sum_m w_{mn} \hbar \omega_{mn} \quad (24)$$

Kde,

$$w_{nm} \sim (x_{nm})^2 [\delta(\omega + \omega_{nm}) + \delta(\omega + \omega_{nmm})] \quad (25)$$

je pravděpodobnost tohoto přechodu. Příčinou disipace této energie Q je vnější porucha. Vnější projevem je fluktuační fyzikální veličiny x . Z porovnáním (23) a (24) je zřejmé, že spektrální hustota náhodné veličiny x je mírou disipace energie v soustavě podrobené vnější poruše.

Disipace elektromagnetické energie se obvykle popisuje poruchovým parametrem $\alpha(\omega)$, který má význam zobecněné susceptibility. Podobně jako v obecné teorii disipace je i v teorii elektromagnetických fluktuací spektrální hustota a tedy i energie fluktuací procesu úměrná imaginární části $\alpha(\omega)$. Statistickým středová ním a použitím Gibbsova rozdělení lze pro spektrální hustotu $S(\omega)$ odvodit kompaktnější výraz než (23). Platí,

$$S(\omega) = \hbar c t h \frac{\hbar \omega}{2KT} \cdot \text{Im}\{\alpha(\omega)\} \quad (26)$$

protože v širokém rozsahu teplot a frekvencí je $\hbar \omega \ll 2KT$, lze (26) nahradit výrazem

$$S(\omega) = \frac{2kT}{\omega} \cdot \text{Im}\{\alpha(\omega)\}. \quad (27)$$

Je-li v širokých mezích frekvencí $\text{Im}\{\alpha(\omega)\} = \text{konst.}$ Potom (28) určuje spektrální hustotu šumu typu $1/f$.

$$S(\omega) \sim \frac{1}{\omega} \quad (28)$$

3.5.4 Proudová závislost spektrální hustoty na šum

Je známo, že spektrální hustota šumového napětí dvoj pólu, kterým prochází stejnosměrný proud I_0 , je funkcí proudu I_0 a má obvykle tvar.

$$S_u(\omega) = k(\omega) \cdot I_0^\beta \quad (29)$$

Kde exponent β nabývá hodnot obvykle 1 až 2 a je závislý na mechanismu generace šumu.

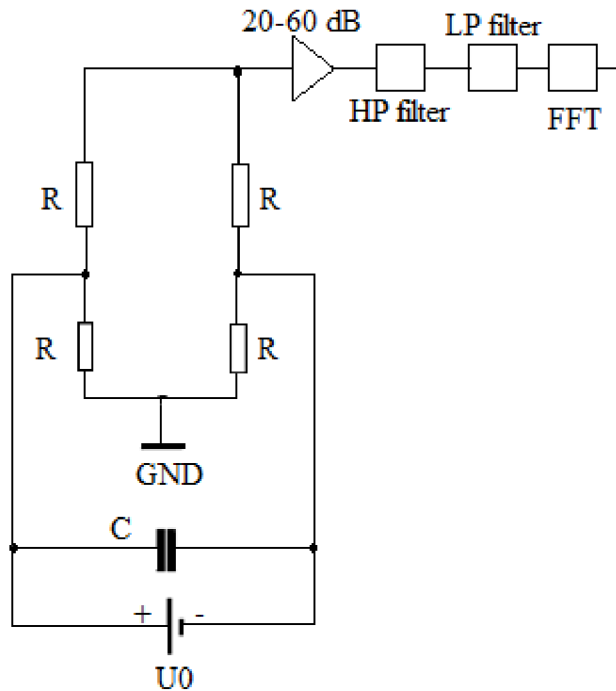
Vyjádříme v (29) proud I_0 pomocí můstkového stejnosměrného napětí U_0 podle obrázek 3.31 Platí.

$$I_0 = \frac{U_0}{2R} \quad (30)$$

kde R je odpor vzorku, potom

$$S_u(\omega) = \frac{K(\omega)}{(2R)^\beta} \cdot U_0^\beta \quad (31)$$

Ze vztahu (31) je vidět, že spektrální hustota závisí na můstkovém napětí U_0 (při měření šumu v můstkovém zapojení vzorku) podle stejného zákona jako na proudu I_0 .



Obrázek 3. 30: Analýza šumu pomocí můstkového stejnosměrného napětí U_0

Podle obrázku 4.31 je vidět, že se signál zesílí na hodnotu asi na jeden volt, potom filtr odstraní (LP) frekvence nižší jak 0,5 Hz a frekvence vyšší než 30 kHz (HP) a pomocí rychlé Fourierovy transformace se získá šumová spektrální hodnota [FFT]

3.5.5 Metody měření elektrické vodivosti

Princip měřících metod měření odporových vrstev je přímou aplikací Ohmova zákona, tj. hodnota elektrického odporu vzorku (R) je podílem úbytku napětí na odporové vrstvě (U) a proudem, který protéká vrstvou (I). Alternativně lze zapsat v diferenciálním tvaru:

$$j = \gamma \cdot E \quad (32)$$

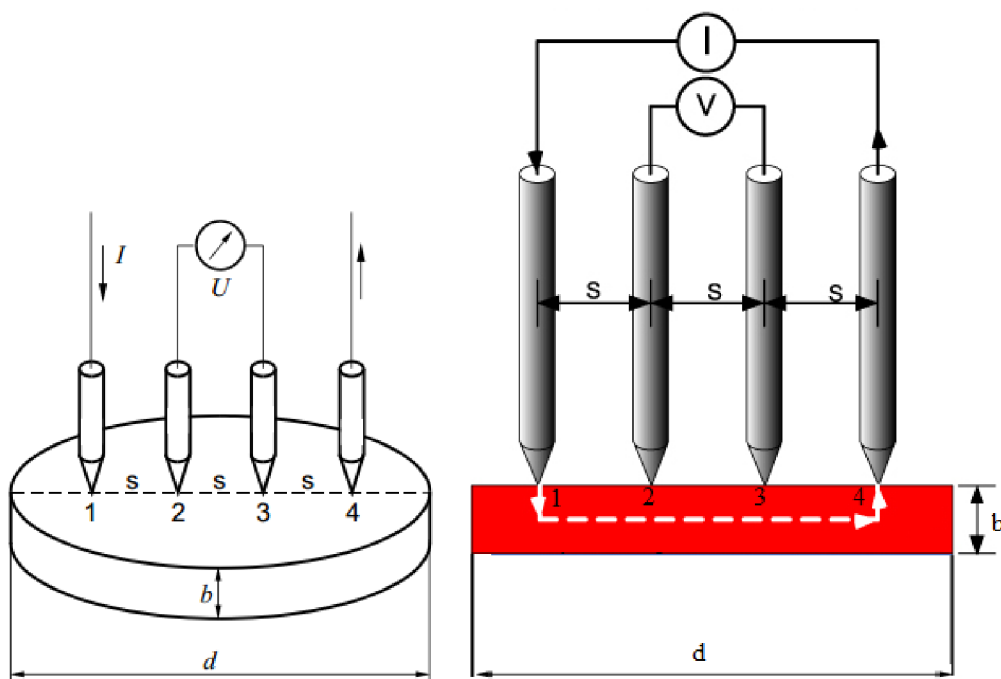
kde j je hustota elektrického proudu, γ je měrná elektrická vodivost a E je intenzita elektrického pole

a) *Metoda čtyřbodová (čtyřhrotová)*

Obr. 3.32. znázorňuje čtyřbodovou (čtyřhrotovou), která vznikla za účelem měření rezistivity vzorků vodiče velkých rozměrů a zároveň složitějšího geometrického tvaru. Metoda používá měřící hlavice se 4 hrotovými kontakty v jedné linii a se stejnou vzdáleností, dva z nich jsou proudové a jsou na kraji a dva jsou napěťové. Jednotná vzdálenost kolem 1mm usnadňuje výpočet. Rezistivitu poté počítáme

$$\rho = 2\pi s \frac{U}{I} \quad (\Omega\text{m}) \quad (33)$$

kde s je vzdálenost hrotů a U, I jsou velikosti napětí a proudu.



Obrázek 3. 31: Princip čtyřbodové metody [9].

Pro odvození tohoto vztahu bylo nutno vycházet z určitých předpokladů a k jejich plnění je vhodné se přiblížit. Existence nekonečného poloprostoru vyplňovaného měřenou látkou pod soustavou hrotů, je jedním z nich. Mezi podmínky tedy patří:

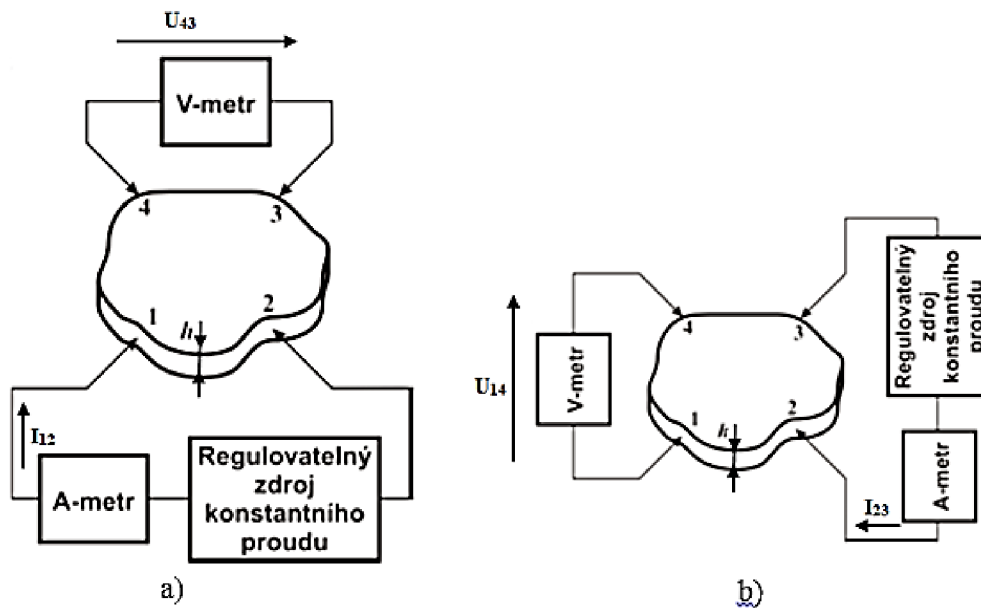
Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

- Zajištění malé vzdálenosti s vůči rozměrům vzorku, při tloušťce vzorku h musí být $h/s > 5$, kde s je vzdálenost hrotů.
- Zajištění, aby hrot sondy nejbližší k okraji vzorku byl vzdálenější než $4s$.
- Kontakty kov-polovodič musí být ohmické (pro případ, že tenká vrstva je nanášena na polovodič).

Tato metoda je vhodná jak pro běžné orientační i kontrolní měření ρ . Vzhledem k své jednoduchosti a rychlosti a také tomu, že měřicí hlavička je profesionálně vyráběna a běžně ke koupi, je velice používanou metodou měření odporu v elektrotecnickém průmyslu.

b) *Metoda Van der Pauw*

Díky metodě Van der Pauw je možno měřit plošný odpor R_{ps} , ale i objemovou rezistivitu ρ na rovinných deskách nebo vrstvách, které jsou homogenní, izotropní a mají konstantní tloušťku s libovolným tvarem. K realizaci musí být vzorek osazen čtveřicí nesouměrných, teoreticky bodových ohmických (lineárních) kontaktů. Měřené vzorky nesmějí obsahovat například trhliny a otvory, které z pohledu materiálového reprezentují nehomogenitu a z pohledu základní teorie VDP reprezentují nežádoucí nespojitosti.



Obrázek 3. 32: Princip měření plošné i objemové rezistivity desek, fólií a vrstev metodou Van der Pauw. [79].

Tuto metodu na stanovení rezistivity materiálu teoreticky i prakticky vytvořil a objasnil již v roce 1958 pan Van der Pauw (odtud zkratka VDP). I přes stáří metody jde o metodu s nejnižší nejistotou měření, ale je to metoda destruktivní.

Pro rovinnou desku, fólii nebo vrstvu z homogenního izotropního materiálu konstantní tloušťky (h) bez izolovaných otvorů a trhlin lze pro stanovení objemové rezistivity ρ (je-li známa tloušťka h) nebo plošného odporu R_{PS} (pokud tloušťka není v daném případě známa) použít následující postup.

1. Vzorek opatříme čtyřmi kontakty po jeho obvodu, příklad můžeme vidět na obrázku.
2. V zapojení dle (obr.3.33a) nastavíme vhodný proud I_{12} , jenž vyvolá úbytek napětí, který změříme pomocí V-metru. Ze změřených hodnot vypočteme podíl R_b

$$R_a = \frac{U_{43}}{I_{12}} \quad (34)$$

3. Změníme zapojení dle (obr.3.33b) (cyklická změna). Znovu se nastaví I_{23} ideálně stejný nebo podobný s I_{12} . Podobně jako u bodu číslo 2 vypočteme R_b

$$R_b = \frac{U_{14}}{I_{23}} \quad (35)$$

Za vhodný proud je považován takový, který vyvolá dostatečný úbytek napětí a zároveň ohřev vzorku průchodem proudu lze zanedbat.

Van der Pauw dokázal, že ve výše uvedeném případě platí rovnice

$$R_{ps} = \frac{\pi}{\ln 2} \cdot \frac{R_a + R_b}{2} \cdot f\left(\frac{R_a}{R_b}\right) = 1 \quad (36)$$

kde R_{PS} je plošný odpor materiálu. Plošný odpor bývá někdy nazýván také odpor na čtverec (Resistance Per Square – odtud zkratka R_{PS}). Výše uvedená rovnice platí pro nesymetrické vzorky.

$$R_a \neq R_b \quad (37)$$

Rovnice nemá obecné řešení v uzavřeném tvaru a je třeba jej řešit metodou postupnou aproximací.

Pokud ale máme elektricky symetrické vzorky, kde platí

$$R_a = R_b = R \quad (38)$$

lze po dosazení (38) do (36) najít řešení pro R_{PS} v uzavřeném tvaru velmi snadno řešením exponenciální rovnice

$$2 \cdot \exp\left(-\pi \cdot \frac{R}{R_{ps}}\right) = 1 \quad (39)$$

Po úpravách dostaneme:

$$R_{ps} = \frac{\pi}{\ln 2} \cdot R \quad (40)$$

Pokud je známa i tloušťka vzorku h [m] můžeme snadno vypočítat i objemovou rezistivitu vzorku ρ [Ω m] podle rovnice.

$$\rho = h \cdot R_{ps} = h \cdot \frac{\pi}{\ln 2} \cdot R \quad (41)$$

Díky poměrně jednoduchosti vyhodnocení hodnot u elektricky symetrických vzorků je tato metoda poměrně využívána, především tedy u jednorázových měření. Musíme však mít na paměti, že vzorek musí umožňovat připojení hrotů a zároveň je dobré při každém měření

otestovat symetrii vzorku. Protože vznik nesymetrie může signalizovat mechanické poškození vzorku, které nemusí být vizuálně patrné.

U nesymetrických vzorků jak již bylo zmíněno, je výpočet mnohem složitější a závislý na počtu provedených aproximačních cyklů.

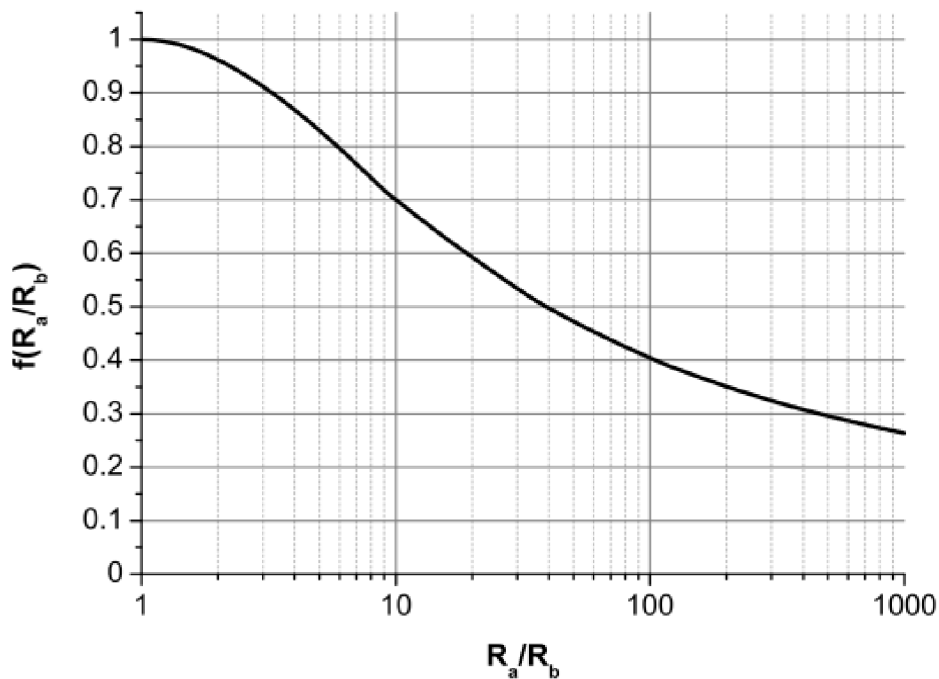
V praxi je možno pro nesymetrické vzorky využít tento vzorec

$$R_{ps} = \frac{\pi}{\ln 2} \cdot \frac{R_a + R_b}{2} \cdot f\left(\frac{R_a}{R_b}\right) \quad (42)$$

Kde $f(R_a/R_b) = f(k)$ je hledaná korekční funkce, pro kterou platí transcendentní rovnice ve tvaru

$$\exp\left(-\frac{\ln 2}{f(k)}\right) \cdot \cosh\left(\frac{k-1}{k+1} \cdot \frac{\ln 2}{f(k)}\right) = \frac{1}{2} \quad (43)$$

Hodnotu funkce $f(k)$ je možno vypočítat pro zvolený poměr $k = R_a/R_b$ metodou postupných aproximací, ale díky množství odborných prací na téma VDP jsou k dispozici již vynesené grafy této funkce ze kterých je možno hodnotu odečíst a dosadit do rovnice pro výpočet R_{PS} viz obr.3.34 .



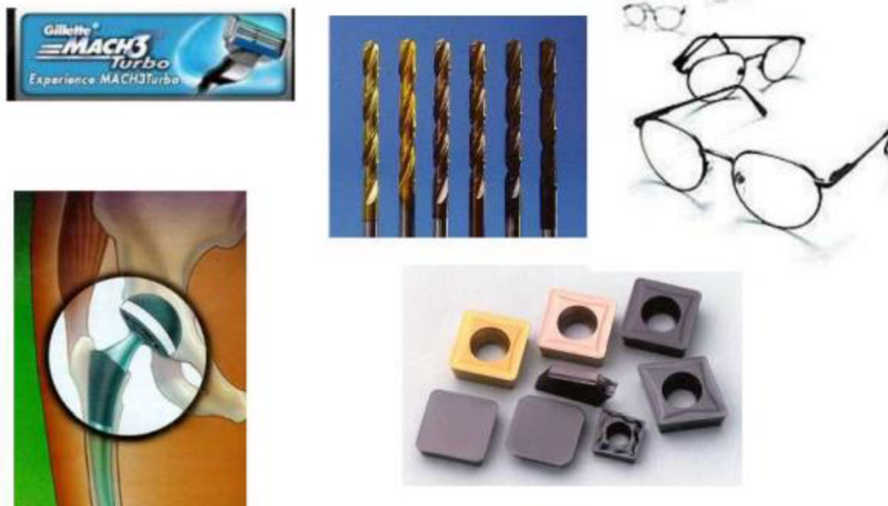
Obrázek 3. 33: Průběh faktoru f v závislosti na R_a/R_b [79].

Použitím této metody jsme schopni určit kvalitu vrstvy zejména její rovnoměrnost a případné defekty (praskliny apod).

3.5.6 Aplikace tenkých vrstev

Tenké vrstvy byly nejdříve aplikovány v optice. Nynější použití je převážně v elektronice a to zejména v mikroelektronice v souvislosti s rychlým a širokým rozvojem integrovaných obvodů. Lze je použít k povrchové úpravě skla či průhledných fólií jako odporové vrstvy sloužící k vyhřívání Jouleovým teplem, ke eliminaci nežádoucích elektrostatických nábojů z nevodivých povrchů, či jako transparentní elektrody, k plochým zobrazovacím prvkům a k solárním článkům.

- *Elektronika* - záznamová digitální média, fotočlánky, monitory, tranzistory, detekčních vrstvy chemických senzorů.
- *Elektrotechnika* - vodiče, kontakty.
- *Strojírenství* - zvyšují otěruvzdornost nebo tvrdost, ochrana proti korozi.
- *Optika* - ochrana proti UV záření nebo poškrábání, antireflexní vrstvy.
- *Dekorační technika* - viz obr.3.35.



Obrázek 3. 34: Příklad aplikací pro tenké vrstvy

4. Cíl práce

Je všeobecně známo, že technologie napařování tenkých vrstev ve vakuu je již poměrně stará technologie a za dobu několika desetiletí se této oblasti věnovala již spousta odborníků a bylo napsáno velké množství prací na toto téma. I přesto v oblasti elektroniky má zkoumání tenkých kovových vrstev stále hluboký smysl a může často poskytnout cenné informace a zlepšení pro vytváření tenkých vrstev s požadovanými parametry.

Tato práce si klade za cíl zjistit a popsat rozhodující vlivy na vlastnosti tenkých vrstev - nastavením vstupních parametrů a ošetřováním povrchů před samotným napařováním a hlavně po něm. V oblasti elektroniky mohou vlastnosti tenkých vrstev ovlivnit životnost av některých případech mohou být i destruktivní pro elektronické komponenty. Právě na tyto případy se zaměřuje tato práce, tak aby objasnila některé nežádoucí vlastnosti tenkých vrstev za pomoci stanovených cílů, teoretického rozboru a mnoha experimentů.

Práce se zaměřuje na tři základní druhy vlivů na tenké vrstvy

1. Vlivy, kterými můžeme ovlivnit vrstvu ještě před jejím napařením. Mezi tyto vlivy počítám například ošetření povrchu substrátu, na který bude daná vrstva nanесena. (čištění, broušení, nátěr změna drsnosti a jiné).
2. Dále pak vlivy, kterými můžeme ovlivnit vlastnosti tenké vrstvy při samotném napařování. Do této kategorie spadá poměrně mnoho vlivů, jako je například přehřev substrátu, vytvoření speciální atmosféry v komoře, způsob převodu materiálu do plynné fáze. Dále pak tlak v komoře, rychlost napařování, složení napařovaného materiálu a další vlivy, které se podílejí na výsledných vlastnostech tenké vrstvy, zejména pohyb (kmitání) vzorku.
3. Jako poslední jsou tu vlivy, kterými dotváříme vlastnosti tenkých vrstev po jejich vytvoření. Do této kategorie spadá především ochrana holého povrchu vrstvy. Ale také se může jednat o zesílení vrstvy napařením další vrstvy, žíhání nebo jiná další tepelná úprava vrstvy. Toto vše může ovlivnit vlastnosti tenké vrstvy již po tom, co byla vytvořena.

Na základě rozboru publikovaných výsledků byly stanoveny následující cíle práce:

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

- 1) Zkoumání vlastností kovových vrstev v závislosti na teplotě substrátu a na kvalitě (drsnoti) povrchu s cílem nalezení optima z hlediska elektrického odporu, časové stability a životnosti tenké vrstvy.
- 2) Ověření hypotézy, že při napařování tenkých vrstev na kmitající substrát bude mít výsledná kovová vrstva větší homogenitu.
- 3) Nalezení nových postupů zvětšení dlouhodobé časové stability tenkých kovových vrstev vhodnou ochrannou vrstvou v sendvičovém uspořádání.

Pro rozbor a experimenty budou vybrány kovy, které se používají v mikroelektronických aplikacích. Jako základní substrát budou použity podložky s různou úpravou povrchu, abychom mohli ověřit originální technologické postupy a speciální mechanickou ochranu povrchu.

5. Praktická část – výsledky disertační práce

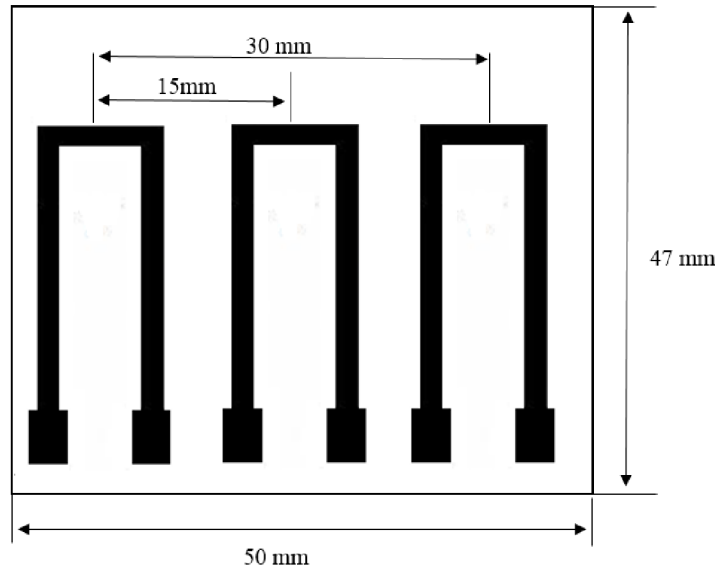
V rámci disertační práce bylo provedeno nanesení, měření a vyhodnocení elektrické vodivosti měděných, stříbrných a hliníkových tenkých vrstev. Vrstvy byly realizovány vakuovým napařováním a vzorky byly vystaveny teplotnímu cyklování při mezních teplotách 100°C a 0°C s prodlevou 55 min. Teplota vzorku byla při napařování udržována na teplotách 20,50,100 a 150 °C. Vzorek byl vyhříván pomocí odporového teplotního elementu. Teplota vzorku byla snímána termočlánkem typu K. Byla vyhodnocována elektrická vodivost napařeného obrazce realizovaného pomocí kovové šablony na keramickém substrátu z aluminy.

Důvodem pro zvolení hliníku, mědi, stříbra a zlata byla převážně dostupnost těchto kovů v čisté formě, ale také využívání těchto kovů velice často v oboru elektrotechniky. Hliník a měď reagují s okolním prostředím, jakým je třeba vzduch, který způsobuje korozi a degradaci těchto kovů. K ochraně proti těmto nežádoucím vlivům na kovy se používá velké množství látek více či méně známých a dostupných. Z odborné literatury jsem se však dočetl o parylénu a jeho využití v archeologii jako konzervační prvek pro staré exponáty s velmi dobrými účinky. V době, kdy jsme vybírali ideální materiál k ochraně vrstvy bylo na ústav pořízeno nové zařízení pro vytváření parylénových vrstev a to mě vedlo k vytvoření experimentu s parylénem jako ochranným prvkem pro tenké vrstvy.

5.1 Provedení kovové šablony pro napařování

Pro výrobu šablony byla použita bronzová folie o tloušťce 150 μm. Abychom zajistili rovinnost šablony, bylo jako technologie pro její výrobu vybráno leptání. V daném případě by bylo možno použít i laser, ale ten by mohl díky vysoké teplotě folii pokřivit.

Na měděnou folii byl fotocestou pomocí fotorezistu a transparentní předlohy nanesen motiv se třemi meandry, a následně byly nežádoucí části odleptány, v tomto případě reprezentovány černými meandry a obrysem. Kvůli rychlosti leptání a souměrnosti šablony byl fotorezist nanesen z obou stran folie a leptání realizováno z obou stran. Obrázek 5.1 znázorňuje provedení kovové šablony pro realizaci měřících vzorků.



Obrázek 5. 1: Provední kovové šablony pro napařování

5.2 Parametry napařování

V rámci experimentů byla měřena elektrická vodivost pro tloušťky vrstvy 200 nm. Měření probíhalo při teplotách substrátu 50, 100, 150°C (prvotní pokusy při pokojové teplotě). Tlak v recipientu byl $1,8 \cdot 10^{-3}$ - $8,8 \cdot 10^{-3}$ Pa.



Obrázek 5. 2: Použité napařovací zařízení

Experimenty byly prováděny na zařízení (viz. obr.5.2). Jedná se o zmodernizované zařízení firmy Balzers. Požadované vakuum bylo dosaženo rotační olejovou a turbomolekulární vývěvou. Tloušťka byla měřena metodou kmitajícího krystalu, teplota substrátu termočlánkem.

Vakuová komora se uzavřela a spustila se automatizovaná soustava vývěv (rotační, turbomolekulární). Při čerpání, které trvalo řádově desítky minut, než se dosáhlo požadované hodnoty vakua, bylo třeba vyhřát přípravek na požadovanou teplotu. Jako topný člen byl použit výkonový keramický rezistor kvádrového tvaru a výkon mu byl dodáván ze stabilizovaného zdroje. Napětí zdroje se na rezistoru měnilo na tepelný výkon který následně vyhříval nosný substrát. Napětí bylo řízeno manuálně na základě teploty přípravku měřené termočlánkem.

5.2.1 Úprava povrchu vzorku

Před samotným napařováním bylo nutno nosný povrch důkladně připravit na nanesení tenké vrstvy. V případě nedostatečného ošetření nosného substrátu by mohlo dojít k odlupování tenké vrstvy nebo jejímu popraskání. K samotnému očištění byl použit isopropylalkohol. Kromě očištění substrátu jsme isopropylalkoholem očistili také šablonu, aby nedošlo k přenesení organických nečistot na substrát během jeho upínání do nosiče šablony.

5.2.2 Vodivost napařených vrstev

Pro měření elektrické vodivosti byly připraveny patřičné vzorky.

- **Napařování mědi** je dosti 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 z wolframu.
- **Napařování stříbra** má podobné charakteristiky jako napařování mědi. Jeho napařování se také obejde bez větších problémů. Experimentálně je zjištěno že se stříbro se velice dobře napařuje z menší lodičky. Může to být způsobeno povrchovým napětím roztaveného kovu. Napařovací rychlost je také dobře říditelná a nevykazuje velké výkyvy.

- **Zlato** se obdobně jako stříbro a měď napařuje poměrně snadno z lodiček a jeho rychlost není těžké řídit. Díky tomu jsme dosáhli poměrně konzistentní rychlosti napařování během nanášení tenké zlaté vrstvy
- **Hliník** se velice dobře napařuje z wolframového drátku. Při napařování hliníku z drátku se velice špatně řídí, napařovací rychlost, což vedlo k nekonzistentní rychlosti během napařovacího procesu.

5.3 Úvod k experimentu

Elektrické a mechanické vlastnosti tenkých kovových vrstev, které jsou realizovány vakuovým napařováním, závisí na celé řadě faktorů. Pokud zjišťujeme elektrickou vodivost tenkých kovových vrstev v závislosti na jejich tloušťce, můžeme říci, že do tloušťky 1500 Å (150 nm) platí tzv. Sondheimerův vztah [11]. Do této tloušťky jsou částice kovu náhodně rozptýleny na povrchu nosného substrátu a elektrická vodivost vykazuje velkou a nelineární závislost na tloušťce. Při tloušťkách nad tuto hodnotu se nelinearita zmenšuje a začíná platit známý vztah (Ohmova zákona) pro kovové materiály, avšak elektrická vodivost je vždy nižší než je vodivost standardně vyráběného kovového materiálu [21],

$$I = \sigma \cdot E \quad (44)$$

kde,

I : Proud, σ : Hustota, E : Elektrického pole

Tenké vrstvy jsou časově nestabilní a jejich vodivost závisí na celé řadě faktorů, jako jsou čistota povrchu, teplota povrchu a další. Vlastnosti tenkých vrstev také výrazně ovlivňuje teplota substrátu.

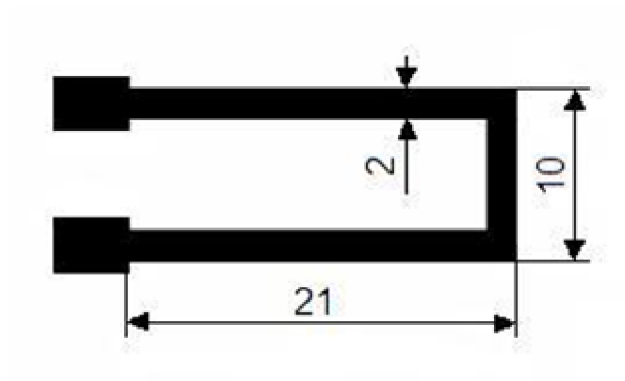
5.4 Teplotní cyklování tenkých vrstev

Pro měření stability napařených kovových vrstev byly realizovány vzorky na keramické podložce z aluminu tloušťky 0,8mm. Napařený obrazec je možné vidět na obr. 5.3, napařování probíhalo přes kovovou leptanou šablonu. Byly realizovány vzorky s napařenou vrstvou mědi, stříbra a hliníku tlouštěk od 150 do 300 nm. Během napařování byla teplota substrátu udržována na 50, 100 a 150°C. Po napaření byly vzorky podrobeny teplotnímu stárnutí při teplotě 100°C po dobu 120 hodin.

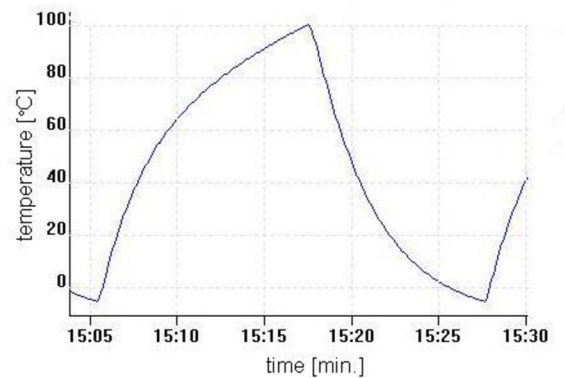
Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

Všechny vzorky byly podrobeny teplotnímu cyklování. Pro cyklování bylo použito zařízení na principu peltierových článků, které umožňují, že vzorky jsou umístěny na vyhřívané, nebo chlazené kovové pracovní desce v neuzavřeném prostoru za vlivu okolní atmosféry [16].

Teplotní cykly byly realizovány při teplotách od 0 do 100°C bez časové prodlevy. Tento cyklus můžeme vidět na obr. 5.4.



Obrázek 5. 3: Tvar napařené vrstvy [16]



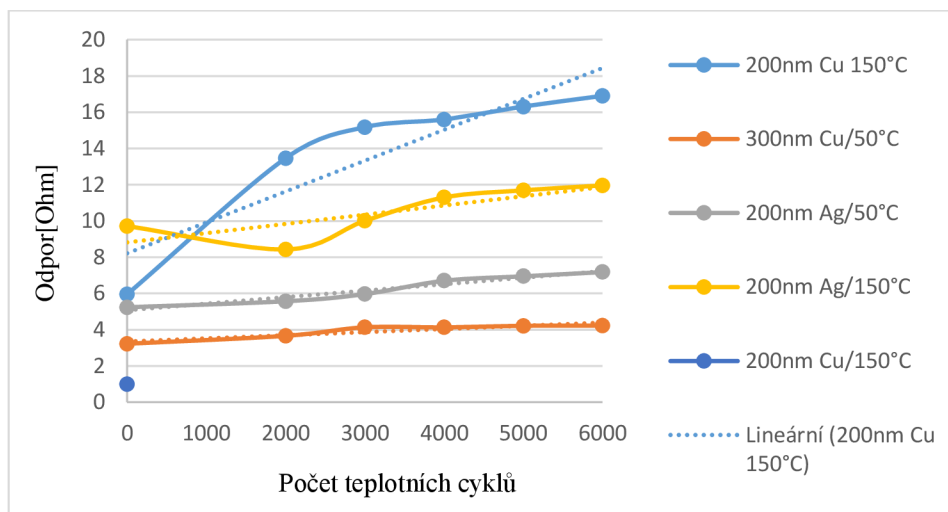
Obrázek 5. 4: Průběh cyklovacího profilu [16]

5.4.1 Naměřené výsledky

Přehled výsledků testování můžeme vidět v tabulce 2 a také v grafu popsaném na obr.5.5

Tabulka 2: Elektrický odpor z různých vrstev po teplotní cyklování

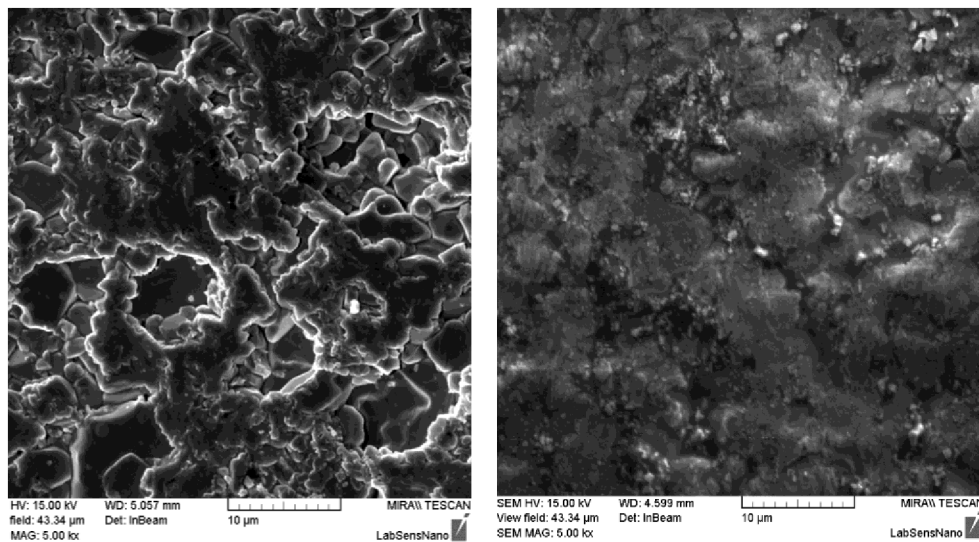
| Materiál vrstvy | Tloušťka [nm] | Teplota podložka [°C] | Teplotní cykly odpor [ohm] | | | | | |
|-----------------|---------------|-----------------------|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | | | 0 | 2000 | 3000 | 4000 | 5000 | 6000 |
| Cu | 150 | 20 | 37,160 | 57754 | 71448 | - | - | - |
| | 200 | 20 | 10868 | 14763 | 14980 | 15785 | 16,039 | 16367 |
| | 300 | 50 | 3,219 | 3,658 | 4,128 | 4,125 | 4,210 | 4,215 |
| | 300 | 100 | 6,032 | 6,934 | 9,766 | 9,871 | 10,113 | 10,102 |
| | 200 | 150 | 5,954 | 13,460 | 15,172 | 15,594 | 16,305 | 16,898 |
| Ag | 200 | 50 | 5,230 | 5,566 | 5,964 | 6,705 | 6,952 | 7,185 |
| | 200 | 100 | 6,213 | 6,231 | 6,586 | 7,219 | 7,627 | 7,682 |
| | 200 | 150 | 9,717 | 8,432 | 10,010 | 11,296 | 11,686 | 11,958 |
| Al | 150 | 50 | 86,867 | 93,70 | 317,4 | - | - | - |



Obrázek 5. 5: Odpor měděných a stříbrných vrstev po teplotním cyklování [16]

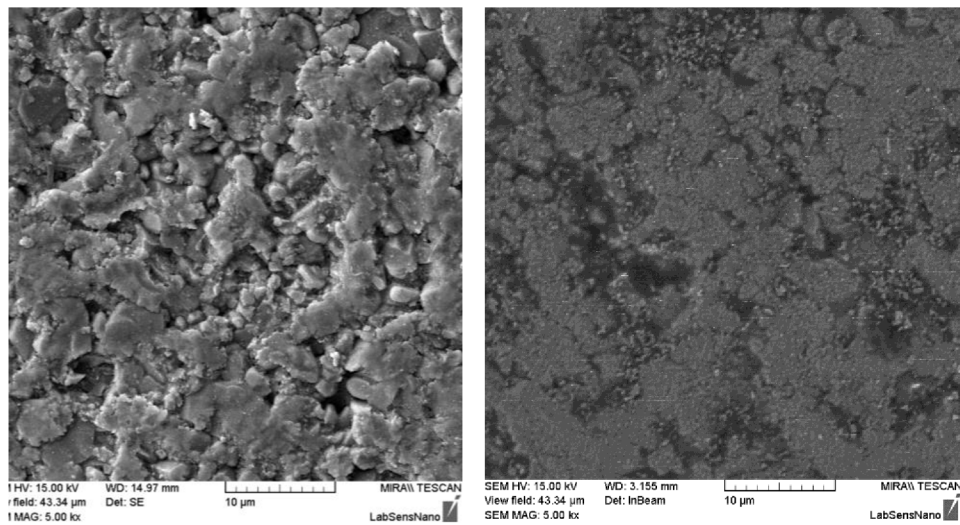
Během napařování se objevily problémy s napařováním souvislé hliníkové vrstvy větších tloušťek, proto byla realizována pouze hliníková vrstva 150 nm. Její odpor při cyklování prudce narůstal a po 4000 teplotních cyklech byl neměřitelný. Měděné vrstvy realizované na substrát teploty 20°C vykazují, jak uvádí hodnoty v tabulce 2, nízkou stabilitu. Na všech vzorcích bylo realizováno celkem 10 000 teplotních cyklů, na níže uvedených obrázcích 5.6 můžeme vidět porovnání vrstev před a po cyklování.

Pokud se podíváme na výsledky v tabulce, můžeme tvrdit, že stabilita tenkých vrstev závisí nejen na tloušťce, ale také na teplotě podkladu na který je tenká vrstva napařována. Z těchto získaných dat se jako optimální teplota substrátu jeví 50°C a tloušťka nad 200 nm. Stříbro má obecně nižší hodnotu odporu než měď, ale ve stabilitě jsou si poměrně blízké.



Obrázek 5. 6: 200nm Cu při teplotě substrátu 20°C před cyklováním (levá) a po 10000 cyklech (pravá) [16].

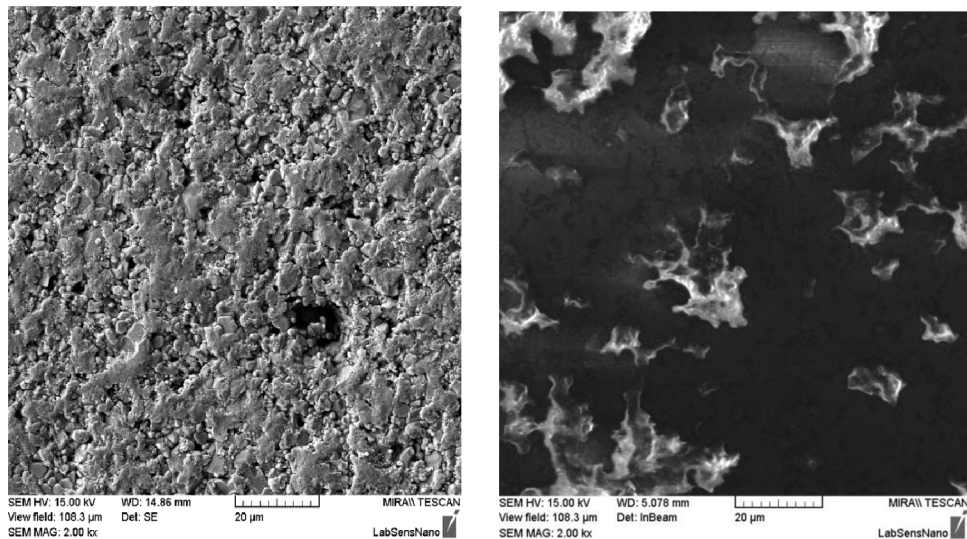
Na obr. 5.6, z elektronového mikroskopu je uvedena struktura měděné vrstvy tloušťky 200 nm, před a po teplotním stárnutí. Je patrná houbovitá struktura kovové vrstvy, což má za následek zvýšený elektrický odpor vrstvy. Ze snímků je patrné, že s přibývajícím počtem teplotních cyklů se zvyšuje hladkost vrstvy, což způsobuje tvorbu oxidů ve struktuře vrstvy. Dá se předpokládat, že termomechanické namáhání ve struktuře je minimální. Nejsou patrné žádné mechanické defekty či praskliny.



Obrázek 5. 7: 200nm Cu při teplotě substrátu 150°C před cyklováním (levá) a po 10000 cyklech (pravá) [16].

U obr 5.7 vytvořených na vzorcích, které byly přehřátý na teplotu 150°C pozorujeme poměrně značné změny nanesené vrstvy po cyklování. Před cyklováním byl povrch sice velice hrubý, ale docházelo k vytvoření přímé vodivé vrstvy, což zajišťovalo nízkou hodnotu odporu a dobrou elektrickou vodivost.

U fotografie po cyklování můžeme pozorovat zmenšení hrubosti nanesené vrstvy a v některých místech dokonce její vymizení. Důvodem k tomu byla různá teplotní roztažnost kovové vrstvy a podkladové keramiky, čímž došlo pravděpodobně k vytvoření prasklin a následně i k odloupení vrstvy. Tento jev zapříčinil prodloužení vodivé cesty a tím i zvýšení elektrického odporu. Tyto výsledky ukazuje také tabulka 2 a obr. 5.5, který vykresluje, že s rostoucím počtem cyklů se zvyšoval i elektrický odpor kovové vrstvy.



Obrázek 5. 8: 200nm Ag při teplotě substrátu 150°C před cyklováním (levá) a po 10000 cyklech (pravá) [16].

U obr. 5.8 pro Ag můžeme pozorovat poměrně velký rozdíl vrstvy před a po cyklování. Pravděpodobně jsou tyto rozdíly způsobeny nestabilitou stříbrné vrstvy během stárnutí.

5.5 Vliv podmínek na mechanické a elektrické vlastnosti tenkých vrstev

Práce popisuje výsledky měření rezistivity na tenkých vrstvách, které byly vytvořeny za různých vstupních podmínek. Vstupními parametry je míněno nahřívání vzorků před začátkem napařování a experiment, který zkoumal vliv vibrací vzorku na vzhled a rezistivitu nanosené vrstvy.

5.5.1 Popis experimentů

a) Vliv teploty vzorku

Během experimentu byly vzorky v komoře předehřívány pomocí výkonového odporu vždy na hodnoty 20°C, 50 °C, 100 °C a 150 °C, kde po nahřátí vzorku bylo spuštěno napařování tenké vrstvy o tloušťce 200nm. Jako materiály byly použity čisté kovy Al, Ag, Cu, které byly nanášeny na vzorky z alumina. Po vytvoření tenké vrstvy byly vzorky uloženy v sušicí peci o teplotě 30°C a relativní vlhkosti 1% RH s přesností $\pm 0,1\%RH$, kvůli zpomalení stárnutí vzorku a oxidaci. Napařování probíhalo u všech vzorků při podobných parametrech, tak by bylo možné výsledky porovnat.

b) *Vliv vibrací vzorku*

V druhé části experimentu bylo vzorek rozkmitán elektrodynamickým systémem (kmitací cívka reproduktoru) v horizontálním a pak i vertikálním směru při frekvencích 50Hz a 15kHz. Po realizaci vrstev byly vytvořeny fotografie pomocí elektronového mikroskopu a následně byla na vzorcích změřena rezistivita a hodnoty byly porovnány (viz. tabulka 3).

5.5.2 Příprava tenké vrstvy

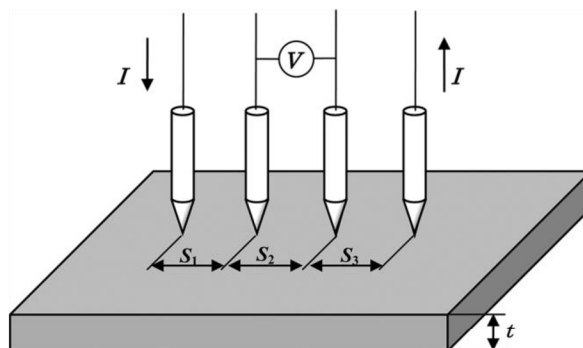
Tenká vrstva na vzorcích z aluminy byla vytvořena pomocí vakuové soupravy. Při samotném napařování byly hlídány vstupní parametry, kvůli reprodukovatelnosti experimentu.

Pro měření jsme si zvolili tloušťku vrstvy 200nm, která byla napařena při tlaku v rozmezí $4-5 \cdot 10^{-3}$ Pa s dodržением napařovacích rychlostí v rozmezí 15-19 Å/s. Pro nastavení teplot jsme použili výkonový 10W rezistor, který vyhříval substrát z aluminy. Díky dodržení vstupních parametrů můžeme naměřené výsledky porovnat.

5.5.3 Měření odporu tenkých vrstev

Pro měření rezistivity byla použita čtyřbodová metoda podle obr. 5.7, kde pro samotný výpočet plošného odporu je používán obecný vzorec:

$$\rho_s = (\pi/\ln 2)(V/I) \quad (45)$$



Obrázek 5. 9: Čtyř-bodová metoda pro měření rezistivity [17]

Hodnota $\pi/\ln 2$ platí pro poměr $d/s > 40$ tedy pro případy, kdy je průměr měřeného obrazce vzorku d 40x větší, než vzdálenost mezi měřícími hroty s , což odpovídá rozlehlejším obrazcům.

Pro případ, kdy měříme obrazce, které mají malý průměr, musíme použít jiný korekční faktor, který závisí na poměru průměru měřeného obrazce vzorku a vzdálenosti hrotů a zároveň závisí na tvaru obrazce.

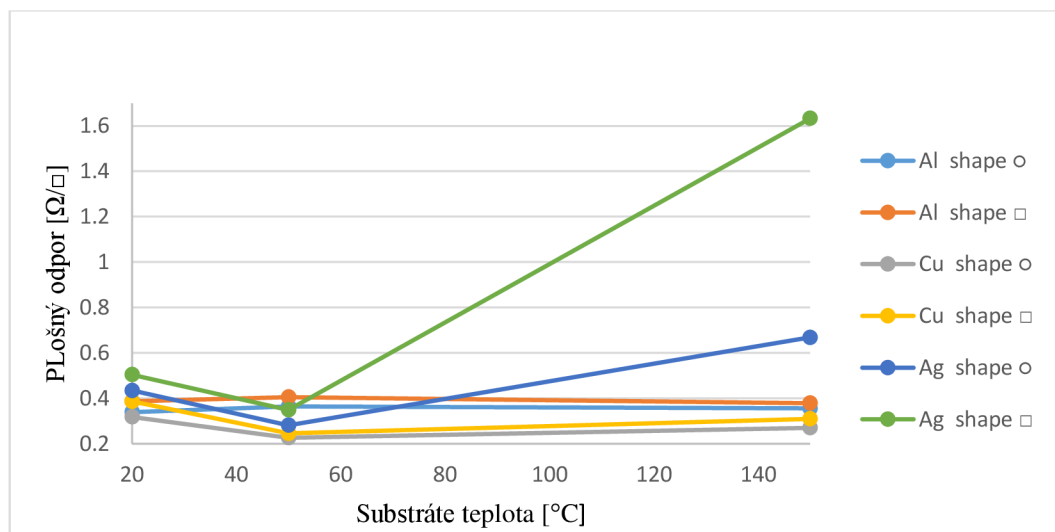
U našich vzorků byl $d=10\text{mm}$ a $s=1\text{mm}$, což znamená, že v našem případě jsme použili hodnoty korekčního faktoru podle tabulky 3.

Tabulka 3: Hodnoty korekčních faktorů pro čtyřbodovou metodu

| (d/s) | Kruh | Čtverec |
|-------|--------|---------|
| 10,0 | 4,1716 | 4,2209 |

5.5.4 Výsledky povrchového odporu na vrstvách bez vibrací

Při měření byly použity čisté kovy Al, Ag a Cu při teplotách 20°C, 50°C a 150°C. Naměřené výsledky můžeme vidět v obr. 5.10

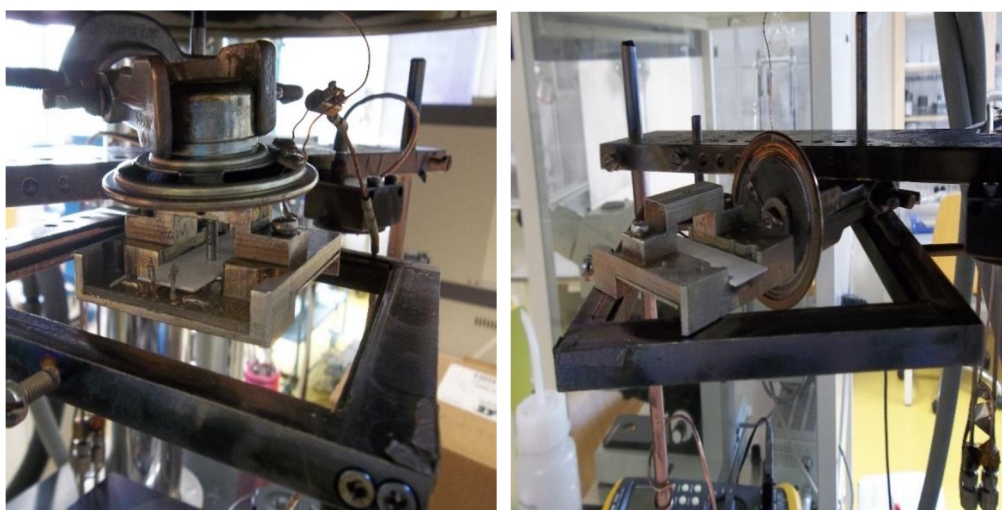


Obrázek 5. 10: Funkční plošný odpor teploty vzorku

Na obr. 5.10 výše můžeme pozorovat vývoj resistivity v závislosti na teplotě nosného substrátu. Z hodnot vyplývá, že největší změna je u hodnot pro Ag a to při teplotě substrátu 150 °C. U zbylých dvou kovů Cu a Al se dá prohlásit, že jsou poměrně teplotně stabilní a hodnota plošného odporu se příliš nemění.

5.5.5 Měření resistivity na vzorcích které byly rozkmitány během napařování

Jako zdroj vibrací jsme volili obdelníkový signál 20Hz a 15kHz v horizontálním a pak i vertikálním smeru při dodržení vstupních parametrů 20°C v tlaku 4-5·10⁻³Pa, při rychlosti nanášení vrstvy 15-19 Å/s. Výsledná vrstva byla o tloušťce 200nm. Uspořádání měřicího pracoviště je uvedeno na obrázku 5.11.



Obrázek 5. 11: Vertikální kmitání (levá strana) horizontální kmitání (pravá strana)

Po vytvoření vrstev při zachování výše uvedených podmínek byly hodnoty rezistivit změřeny opět čtyřbodovou metodou. A výsledky jsou uvedeny v tabulce 4.

Tabulka 4: Hodnoty plošného odporu

| Kov | Kmitání : 0Hz | Kmitání : 20Hz | | Kmitání : 15kHz | | units |
|-----|---------------|----------------|------------|-----------------|------------|-------|
| | | Horizontální | Vertikální | Horizontální | Vertikální | |
| Al | 0,3387 | 0,37718 | 0,4137 | 0,363 | 0,4233 | Ω/□ |
| Cu | 0,3159 | 0,2306 | 0,4534 | 0,3695 | 0,3126 | Ω/□ |

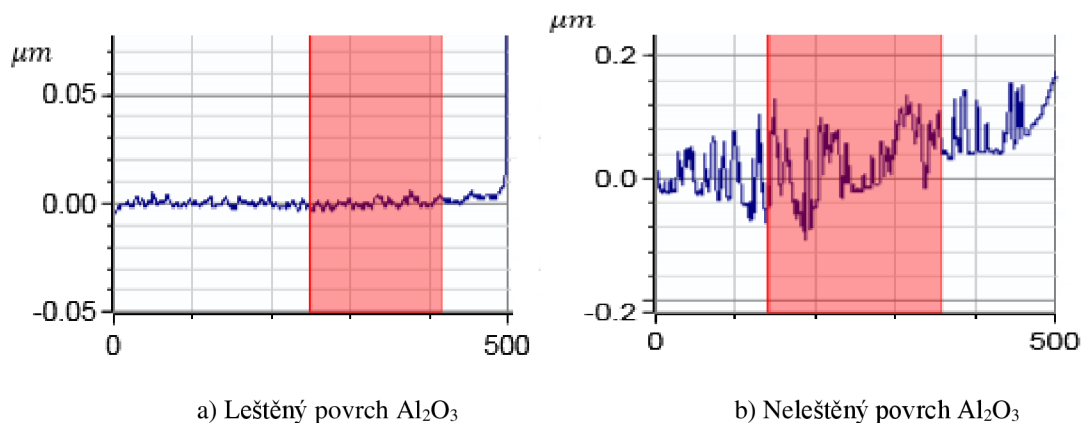
Z výše uvedené tabulky můžeme konstatovat, že horizontální kmitání nemá příliš velký vliv na hodnoty povrchového odporu nanesené vrstvy či kvalitu samotné vrstvy. U vertikálního kmitání je nepatrný rozdíl oproti hodnotám bez kmitání ale tento rozdíl může být způsoben také drsností samotného povrchu alumina nebo nepřesnou tloušťkou 200nm.

Hodnoty se mírně liší, ale nelze jednoznačně prohlásit, že je to díky kmitání. Tento experiment byl zvolen, aby se ověřilo, zda pohyb substrátu s nerovnostmi ovlivňuje pokovení nerovností podle teorie uvedené v kapitole 3, obrázek 3.12.

5.6 Ochrana tenké vrstvy

Tato část disertační práce nás seznamuje s experimentem na testování stárnutí tenkých vrstev a jejich ochranou před oxidací.

V tomto experimentu jsme provedli napaření tenkých vrstev ve tvaru meandru, jak můžeme vidět na obr. 5.3 na keramiku s neleštěným (max. nerovnost $\pm 0,15\mu m$) a leštěným (max. nerovnost $\pm 0,001\mu m$) povrchem. Reliéf povrchu je zobrazen na obr. 5.12. Jako napařované kovy jsme vybrali zlato, stříbro, měď a hliník kvůli možnosti porovnání.



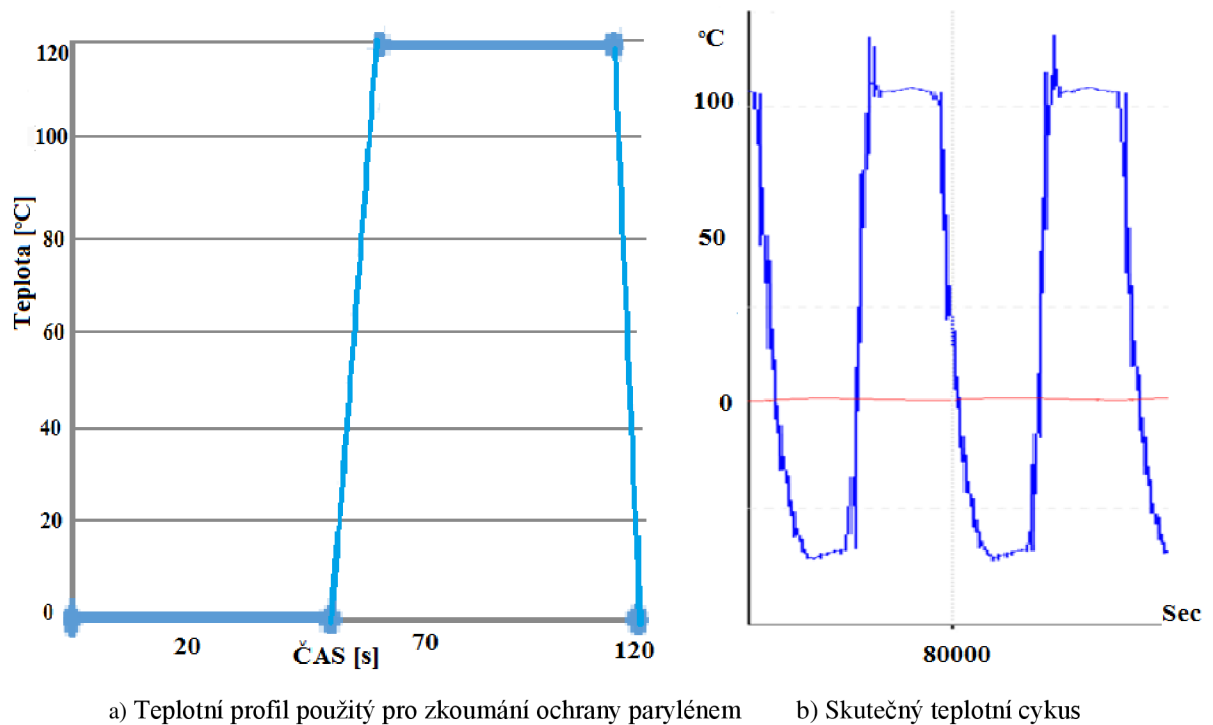
Obrázek 5. 12: Relief povrchu Al_2O_3

Vytvořili jsme tedy šestnáct vzorků osm na leštěné a osm na neleštěném povrchu. Od každého kovu dva stejné obrazce. Důvodem pro vytvoření dvou totožných vzorků bylo to, že jeden povrch nanesené tenké vrstvy byl ponechán bez ochrany a na druhý byla nanesena

parylenová vrstva tloušťky 200nm. Tato vrstva tvořila ochranu před oxidací a stárnutí nanášené kovové vrstvy.

Poté byly všechny vzorky vloženy do teplotní komory pro teplotní cyklování. A průběžně byla měřena změna hodnoty odporu daného meandru.

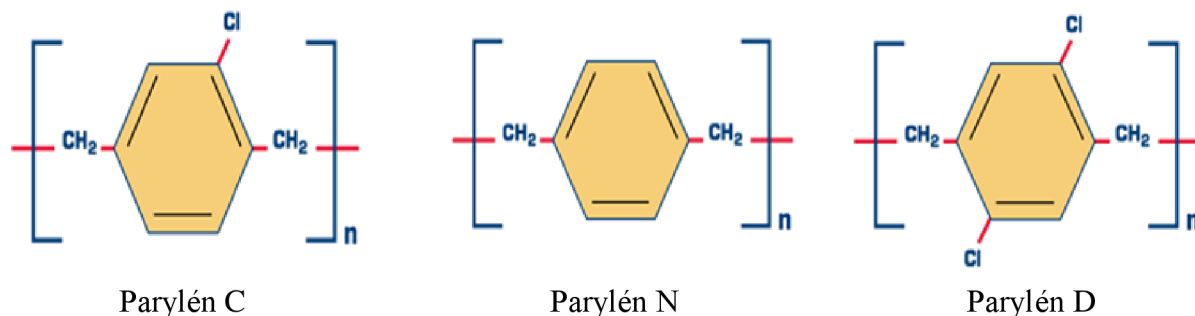
Profil teplotního cyklování můžeme vidět na obr.5.13 kde je vyobrazen nastavený teplotní cyklus od 0°C do 120°C. S prodlevou 55 minut v každém extrému a s deseti minutovým přechodem z minima do maxima. Celková doba jednoho cyklu je tedy 120 minut.



Obrázek 5. 13: Teplotní profil použitý pro cyklování

5.7 Seznámení s parylénem

Existuje několik typů parylénu používaných k ochranným a konzervačním účelům. Všechny jsou to chemické polymery skládající se ze zřetězených molekul para-xylylenu, jejichž základem je benzenové jádro se dvěma metylovými zbytky v para pozici. Na aromatické jádro mohou být ještě navázány atomy chlóru nebo fluoru.



Obrázek 5. 14: Chemické vzorce tří typů parylénů [42]

5.7.1 Vlastnosti parylénové vrstvy

Parylén vykazuje vynikající elektrickou pevnost, vysokou hodnotu povrchového a objemového měrného odporu [42], viz tabulka 5.

Tabulka 5: Elektrické a fyzikální vlastnosti parylénové vrstvy

| Vlastnosti | Parylén C | Parylén N | Parylén |
|---------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| Pevnost v tahu [MPa] | 41-76 | 69 | 76 |
| Mez průtažnost [MPa] | 42 | 55 | 62 |
| Max. roztažnost [%] | 20-250 | 200 | 10 |
| Absorpce vody [% za 24 hod.] | Méně než 0,1 | Méně než 0,1 | Méně než 0,1 |
| Teplota tání [°C] | 420 | 290 | 380 |
| Povrchový odpor [ohm], 23°C | $1,0 \cdot 10^{14}$ | $1,0 \cdot 10^{13}$ | $1,0 \cdot 10^{16}$ |
| Vnitřní odpor [ohm-cm], 23°C | $8,8 \cdot 10^{16}$ | $1,4 \cdot 10^{17}$ | $1,2 \cdot 10^{17}$ |
| Koeficient tření (statický) | 0,29 | 0,25 | 0,33 |
| Koeficient tření (dynamický) | 0,29 | 0,25 | 0,31 |
| Dielektrické konstanta 60 [Hz]. | 3,15 | 2,65 | 2,84 |

5.7.2 Provedení a použití parylénové ochrany

Parylén je polymerní látka, která vytváří na povrchu skla, kovů pryskyřic, plastů keramiky, křemíku a dalších materiálů ochrannou vrstvu. Parylén je schopen vytvářet nerovnoměrnou (obr. 5.15a), nebo rovnoměrnou (obr. 5.15b) vrstvu na vzorku. Záleží to na, následujících faktorech.

Podmínky pro vytváření, nerovnoměrné vrstvy [53]:

1. Pokud vrstva dosahuje velké tloušťky.
2. Při velkých rychlostech nanášení (depozice).



a) Nerovnoměrná vrstva na vzorku

b) Rovnoměrná vrstva na vzorku

Obrázek 5.15: Nerovnoměrná a rovnoměrná vrstva na vzorku

Podmínky pro vytváření, rovnoměrné vrstvy:

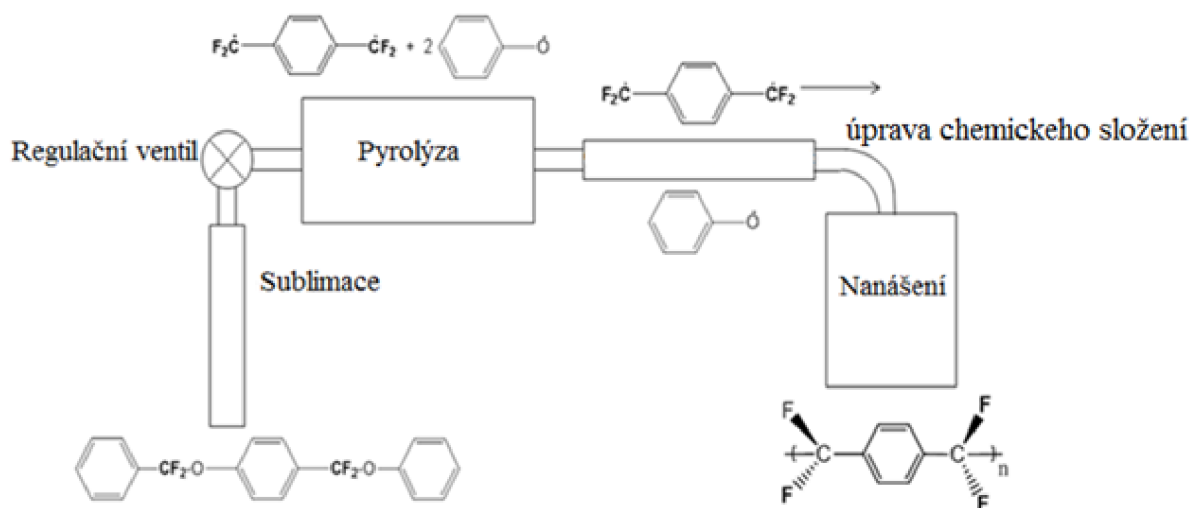
1. Rovnoměrné vrstva se vytváří, pokud se jedná o malou tloušťku vrstvy.
2. Malá rychlost depozice.

5.7.3 Technologie nanášení parylénové vrstvy

Parylén se aplikuje na molekulární úrovni v procesu vakua při pokojové teplotě. Tenké vrstvy 0,100-76 mikrometrů lze snadno aplikovat v jediné operaci. Nejsou zapotřebí žádné katalyzátory nebo rozpouštědla.

Ochrana parylénem je založena na principu polymerační reakce. Polymerace je obecně chemická reakce některých molekul (monomerů) v mnohokrát opakovaném spojení do velkých celků (makromolekul) bez vedlejších produktů. V případě parylenu se jedná o proces, kdy se dimer (di-para-xylylen) v pevném skupenství změnou teploty mění na plynný monomer (para-xylylen) a ten se další změnou teploty usazuje ve formě tenké, bezbarvé a průhledné vrstvy na povrchu ochráněného předmětu (substrátu) a polymeruje (vzniká poly-para-xylylen). Schéma

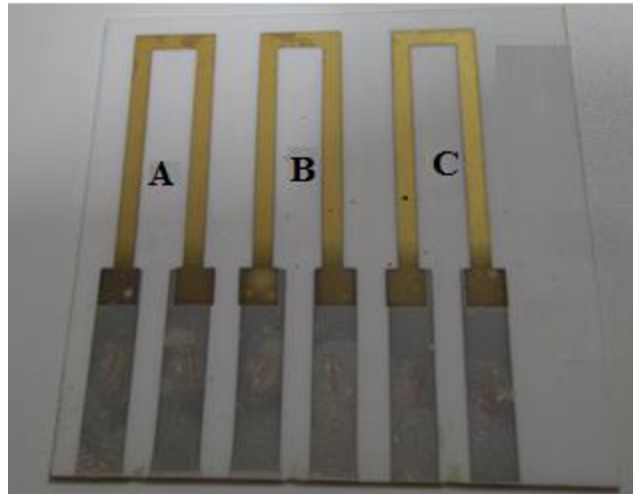
technologického procesu je uvedeno na obrázku 5.16. Protože se jedná o proces probíhající na molekulární úrovni, molekuly monomeru pronikají skrze póry i dovnitř předmětu a zpevňují tak i jeho vnitřní strukturu. V případě papíru například dochází k obalování jednotlivých vláken celulózy [42]. Ochrana parylénem vyžaduje použití speciálního přístroje, do kterého se vkládá substrát spolu s práškovým dimerem. Před samotným chráněním je potřeba zbavit předměty nečistot a přebytečné vody. K tomu slouží omytí nebo odsátí. Velké nebo příliš choulostivé předměty často vyžadují použití držáků, které slouží k jejich fixování. Parylén je nereaktivní makromolekula, která se na substrát váže mechanicky. Nedochozí tedy k chemické modifikaci chráněného předmětu. Parylén je průhledný, a pokud je vrstva na povrchu předmětu správně nanesena, není pouhým okem a obvykle ani pomocí světelného mikroskopu viditelná. Vrstva chráněného média je relativně flexibilní, což je velká výhoda při ochraně textilií nebo papíru, je odolná vůči abrazi, mikrobiální aktivitě a vyznačuje se nízkou absorpcí vody [53].



Obrázek 5. 16: Proces nanášení parylénu

5.8 Realizace zkušebních vzorků

Zkušební vzorky byly stejně jako při předchozích měřeních realizovány ve tvaru meandru. Vzorek se realizoval napařováním přes kovovou šablonu. Pro snadnější měření odporu byly před samotným napařením vytvořeny kontaktní plošky ze stříbrné pasty. Vzorek můžeme vidět na obrázku 5.17.



Obrázek 5. 17: Vzorek napařeného zlata na keramice

Po vytvoření kontaktních plošek pomocí tlusté vrstvy byly destičky umístěny do komory napařovacího zařízení a do cesty toku par byla vložena šablona s meandrem kvůli požadovanému tvaru napařené vrstvy.

Pro samotné napařování byly stanoveny parametry tak, aby byly co nejvíce podobné pro všechny vzorky. V našem případě jsme nosný substrát dále nevyhřívali, tedy bylo napařováno při pokojové teplotě cca 22°C. Rychlost napařování jsme se snažili držet v rozmezí 10-15 Å/s a tlak v komoře při začátku napařování byl mezi 4-6·10⁻³ Pa. Důvodem pro dodržování těchto podmínek bylo reprodukovatelnost nastavení pro každý vzorek a také možnost porovnání výstupních dat.

Tloušťka vrstvy byla volena 200 nm. K této hodnotě jsme došli na základě předchozích experimentů. Tato hodnota je výhodná právě pro to, že pokud byly tloušťky menší, jejich vlastnosti nebyly stabilní a mohlo by docházet k tvorbě výstupních dat bez vypovídající hodnoty.

Po vytvoření těchto referenčních vzorků se jedna část ponechala bez ošetření a druhá byla vložena do boxu pro vytvoření ochranné parylenové vrstvy. S principem tvorby parylenové vrstvy jsme se již seznámili výše.

5.8.1 Testování vzorků

Celá dávka všech vzorků (bez parylenu i s parylénem) byla vložena do pece určené k teplotnímu cyklování, a byl nastavený teplotní profil podle obrázku 6.2. Po uplynutí definovaného množství cyklů bylo cyklování pozastaveno při teplotě 25°C a vzorky byly vytaženy ven z pece. Dále bylo vyčkáno 15 min, než se teploty vzorků a okolí srovnaly, aby nebylo měření ovlivňováno rozdílnou teplotou. Po srovnání teplot byl každý vzorek proměřen pomocí ohmmetru a údaje byly pečlivě zaznamenány pro další zpracování.

Již během prvních pár desítek cyklů byly pozorovatelné změny na tenkých vrstvách bez parylénu pouhým okem.

Po proměření všech destiček byly všechny vzorky opět vloženy do pece a bylo znovu spuštěno teplotní cyklování.

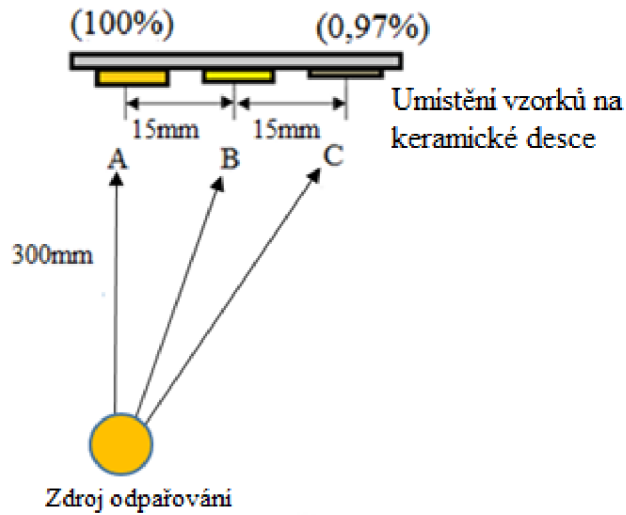
5.8.2 Výsledky experimentu

Pomocí tohoto experimentu byl zjištěn vliv parylenové ochranné vrstvy na stárnutí napařených kovových povrchů. Různé kovy mají různou stabilitu a různě reagují na stárnutí a na velké výkyvy teplot. Jednoznačně ze skupiny kovů Al, Cu, Au a Ag dopadla nejhůře měď, která prakticky po pětistech cyklech skoro úplně vymizela. Dále ji pak následovalo zlato, které naopak reagovalo s tlustou vrstvou a prvky z ní difúzí prostoupily až do této vrstvy. Toto však nemělo vliv na elektrické vlastnosti, protože jak můžeme vidět na obr.5.19 a obr.5.20 elektrický odpor se příliš neměnil a průběh závislosti el. odporu na počtu cyklů je přibližně stejný u vzorků ošetřených parylénem a u vzorků bez ošetření tenké vrstvy.

Na jedné keramické destičce byly vytvořeny tři totožné meandry (A, B, C), kvůli eliminaci chyb při testování a možnosti porovnání výsledků. V průběhu experimentu jsme na některých vzorcích měli problém s poškrábáním při manipulaci, a tím došlo k přerušení vodivé cesty, což vedlo k tomu, že nebylo na vzorku možno dále provádět měření. Díky vytvoření třech totožných meandrů na jednom vzorku, jsme tedy mohli dále pokračovat s experimentem.

Důvodem pro posun jednotlivých průběhů vodivosti v grafu na obr.3.3, byla různá vzdálenost od centra vypařování (lodičky) díky tomu měly jednotlivé napařené meandry

nepatrně rozdílné tloušťky, a tudíž i rozdílnou vodivost. Prakticky byla změřena tloušťka vrstvy pro tři meandry umístěné podle obr.5.18. Naměřená tloušťka se skutečně liší (tabulka 6).

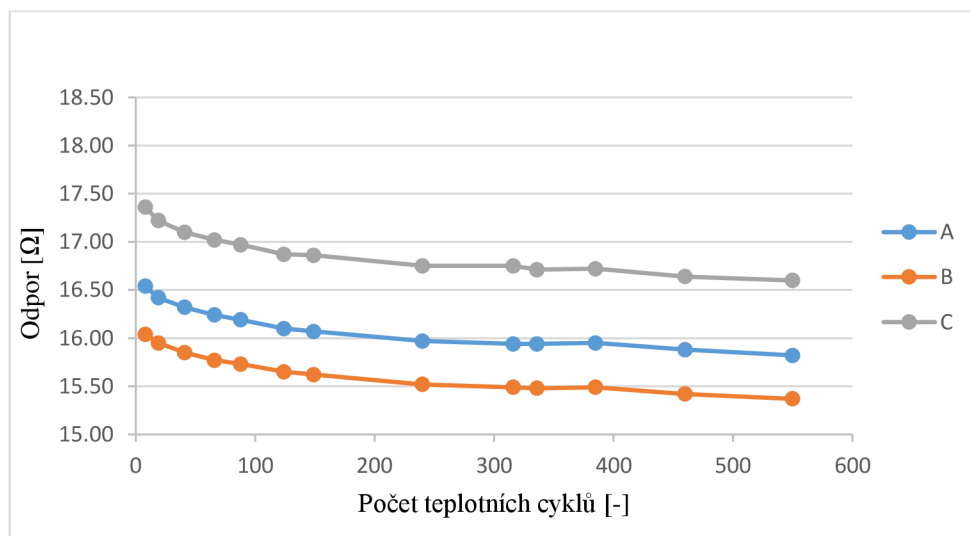


Obrázek 5.18: Geometrie napařování

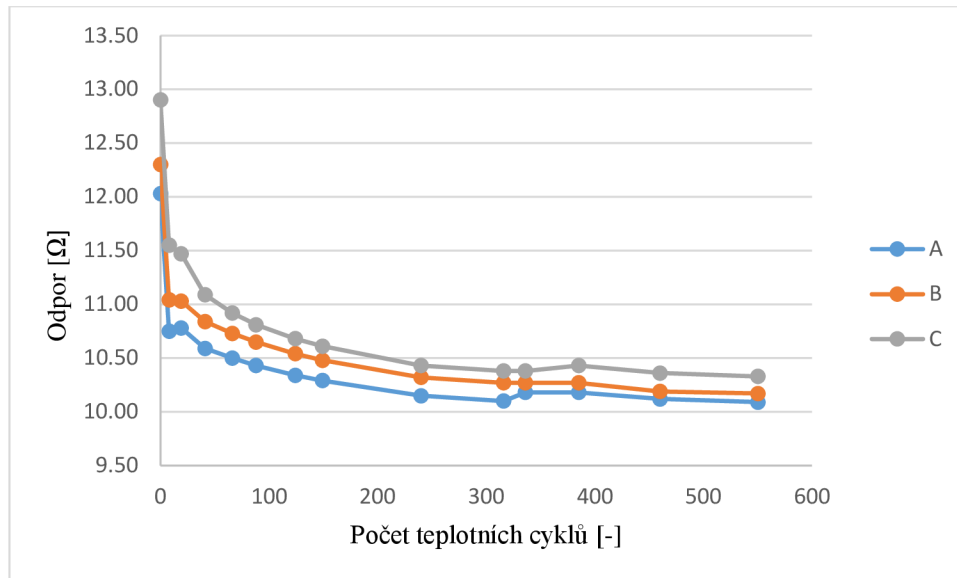
Tabulka 6: Závislost tloušťky vrstvy na poloze meandru vzhledem ke zdroji napařování

| Meandr | Tloušťka |
|--------|-------------------|
| A | 200 μm |
| B | 190 μm |
| C | 160 μm |

Poz. Zlato tloušťka 200 μm

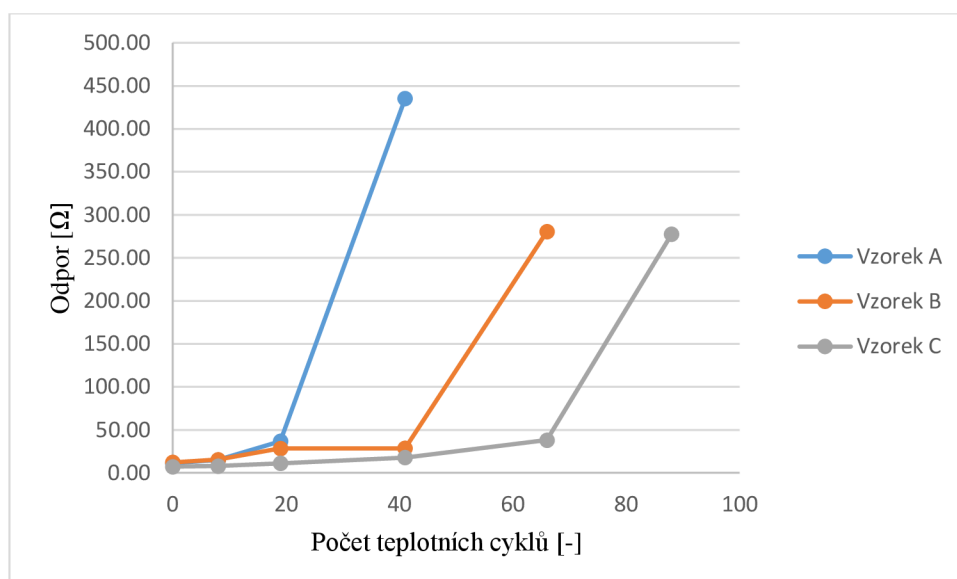


Obrázek 5.19: Zlato na leštěné destičce s ochranou parylenem

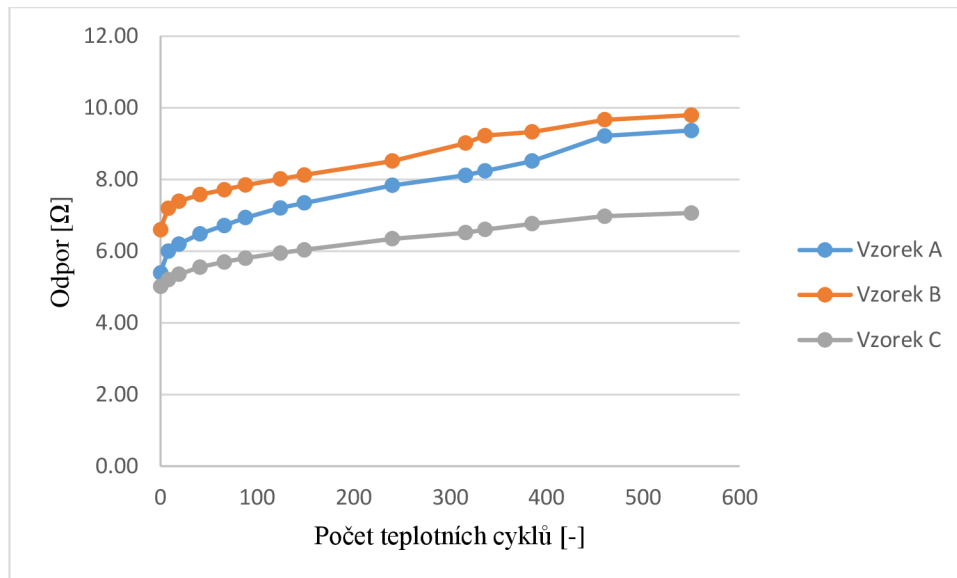


Obrázek 5. 20: Zlato na leštěné destičce bez ošetření parylenem

Stejně jako u zlata můžeme prohlásit dobrou elektrickou stabilitu také u stříbra a hliníku, kde se průběhy závislosti el. odporu na počtu teplotních cyklů podobaly pro vrstvy s ochranou parylenem a bez. Toto ale nemůžeme tvrdit u mědi, která byla značně nestabilní a vykazovala velkou závislost stability na ochranné parylenové vrstvě. Toto je dobře patrné z obr.5.21 a obr.5.22.



Obrázek 5. 21: Měď na leštěné destičce bez ošetření parylenem



Obrázek 5. 22: Cu na leštěné destičce s ochranou parylenem

U výše uvedených grafů můžeme pozorovat, že s rostoucím počtem cyklů rostl také elektrický odpor tenké měděné vrstvy bez ošetření parylenem až do bodu kde se vrstva úplně vytratila a došlo tak k přerušení elektrického kontaktu. A to v prvním případě již po 40-ti teplotních cyklech. Různé hodnoty elektrického odporu pro různé vzorky mědi lze vysvětlit umístěním vzorku vzhledem ke zdroji napařování. Páry mědi dopadaly na vzorek pod různým úhlem a také tloušťka vrstev nebyla přesně stejná.

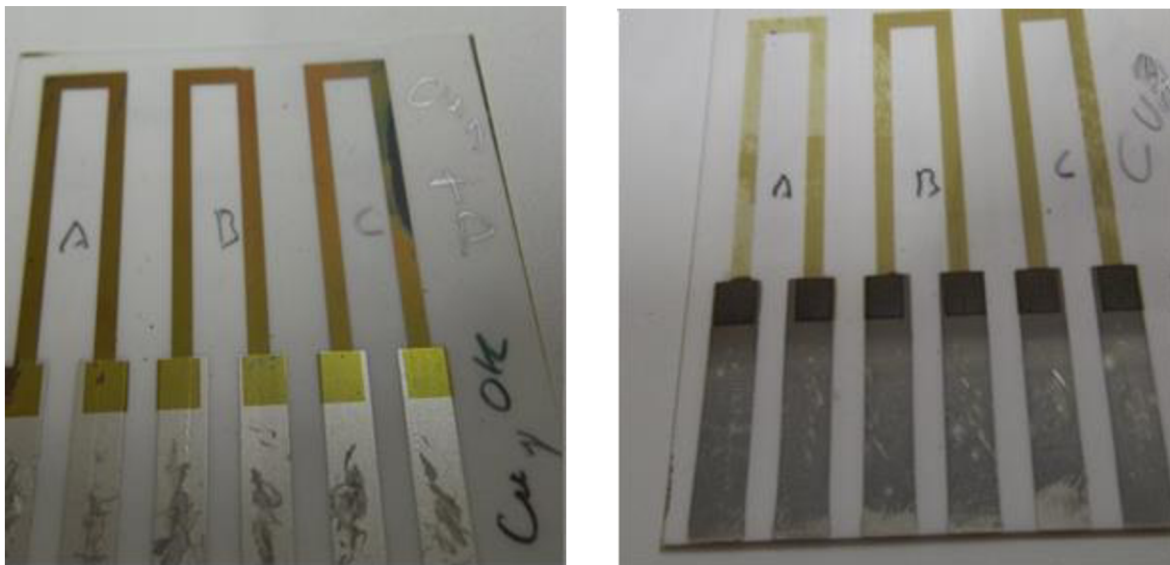
Dalším pozorovaným jevem byl vliv povrchu, na který byla tenká vrstva nanášena. V našem případě jsme měli keramiku s vybroušeným leštěným povrchem a pak keramiku s neleštěným povrchem kde drsnost dosahovala až do hodnoty 200 nm, což odpovídá samotné tloušťce tenké vrstvy nanášené na tento povrch. Vliv se projevoval především zvýšením elektrického odporu vzhledem k prodloužení trasy díky drsnosti a dále také pronikáním materiálu z tenké vrstvy do pórů a prasklin v této neleštěné vrstvě během teplotního cyklování. Toto bylo nejvíce pozorovatelné opět u mědi, která z části pronikla do těchto pórů a z části se odpařila z povrchu pryč, což vedlo nejprve k zvyšování el. odporu a následně k přerušení elektrického spojení úplně.

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

Celkově nám tento experiment dokázal, že ošetření tenké vrstvy má velký vliv na její vlastnosti, a že použití parylenové vrstvy dodá dostatečnou ochranu pro tenkou vrstvu, což jsme si ověřili nejen z výsledků měření elektrického odporu, ale také opticky pomocí mikroskopu.

V zásadě se dá prohlásit, že všechny vzorky, které nebyly ošetřeny parylenovou vrstvou vykazovaly větší nebo menší nestabilitu a postupně docházelo k jejich degradaci. Kdežto vzorky ošetřené parylenovou vrstvou byly stabilní a vliv teplotních cyklů u nich nehrál tak významnou roli a dokonce v případě mědi došlo k úplně ochraně této tenké vrstvy před jejím úplným zničením.

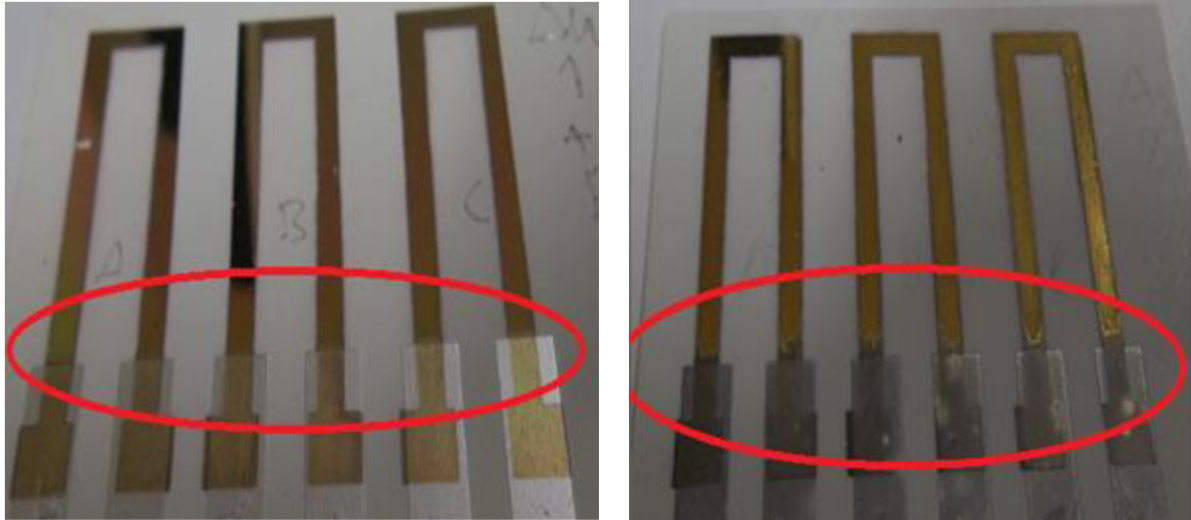
Velký význam parylénu jako ochranné vrstvy můžeme pozorovat u obr.5.23, kde na levé fotografii pozorujeme kvalitní neporušenou měděnou vrstvu bez známek oxidace nebo mizení materiálu. Na pravé fotografii je patrné vymizení velkého množství materiálu a pronikání části materiálu do pórů a trhlin na povrchu nosného substrátu. Ochranné vlastnosti parylénu proti oxidaci jsou patrné i na kontaktech vytvořených tlustou vrstvou, kde v levé části jsou dokonale lesklé a stříbrné a vpravo je výrazná oxidace, kontakty jsou matné a zašedlé.



Obrázek 5. 23: Měď s parylenovou vrstvou (vlevo) a bez parylenové vrstvy (vpravo)

Kromě toho, jak už bylo zmíněno výše, reagovalo zlato s kontakty a materiál z kontaktů pronikal do tenké zlaté vrstvy. I tomuto jevu parylenová vrstva z velké části zabránila a potlačil reakci mezi jednotlivými materiály díky svým ochranným vlastnostem. Pronikání materiálů

mezi sebou můžeme pozorovat na obr.5.24, kde levé části je destička ošetřena parylenovou vrstvou a reakce mezi kontaktem a tenkou vrstvou je minimální. Kdežto napravo pozorujeme značnou reakci mezi tenkou zlatou vrstvou a kontaktem, kde na kontaktu došlo k prolnutí obou kovů a směrem do vodivého zlatého meandru. Ze zlata proniká část materiálu z kontaktu.



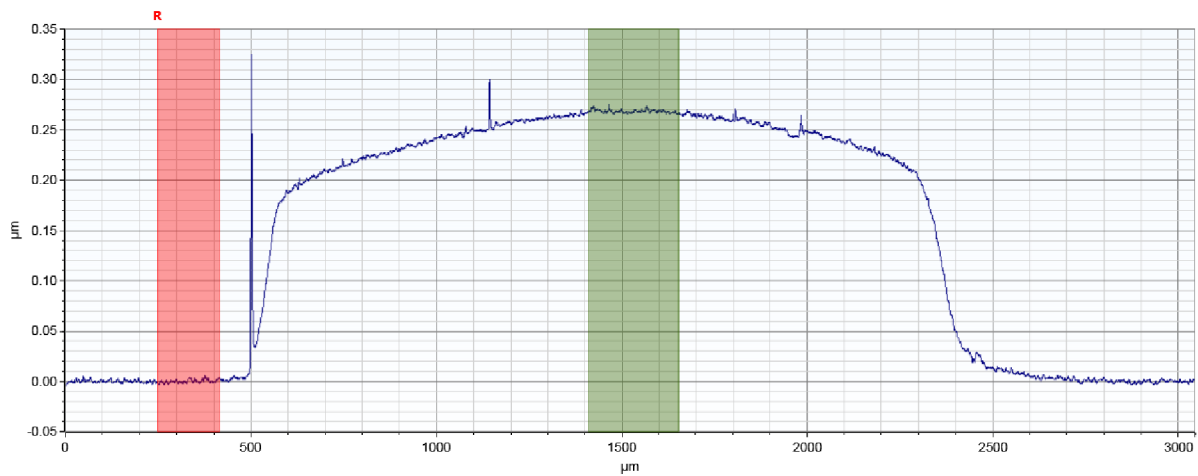
Obrázek 5. 24: Zlato s ochranou parylenem (vlevo) a bez ochrany parylenem (vpravo)

5.8.3 Struktura povrchu tenkých vrstev

V průběhu měření byl vyhodnocován povrch napařených tenkých vrstev. Pro zkoumání povrchu byl použit profiloměr od firmy BRUKER, typ Dektak XT, který vyhodnocuje na základě pohybu hrotu po povrchu. Toto zařízení je schopno vyhodnotit nerovnost velikosti až 0,1nm.

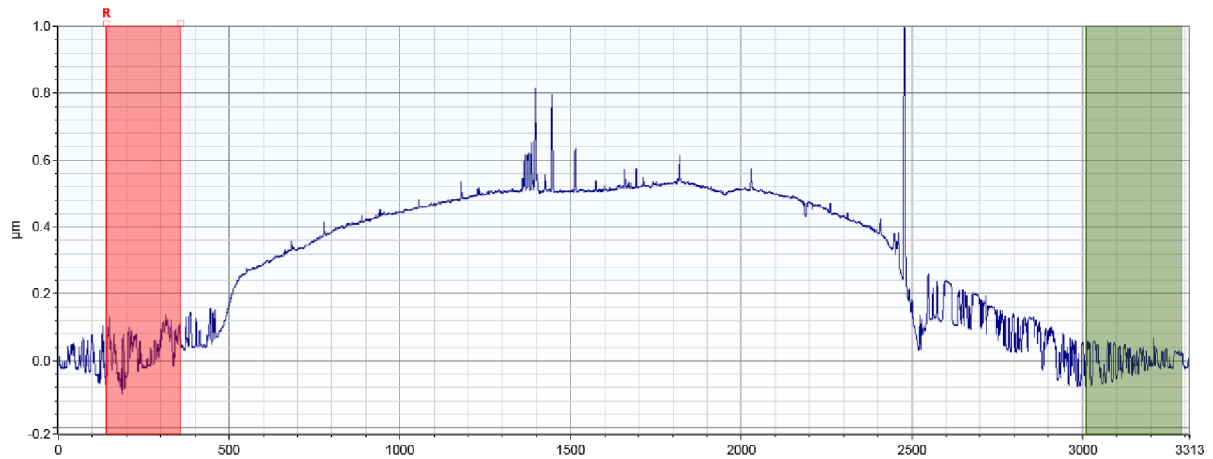


Obrázek 5. 25: Červená linie zobrazuje průchod jehly profilometru



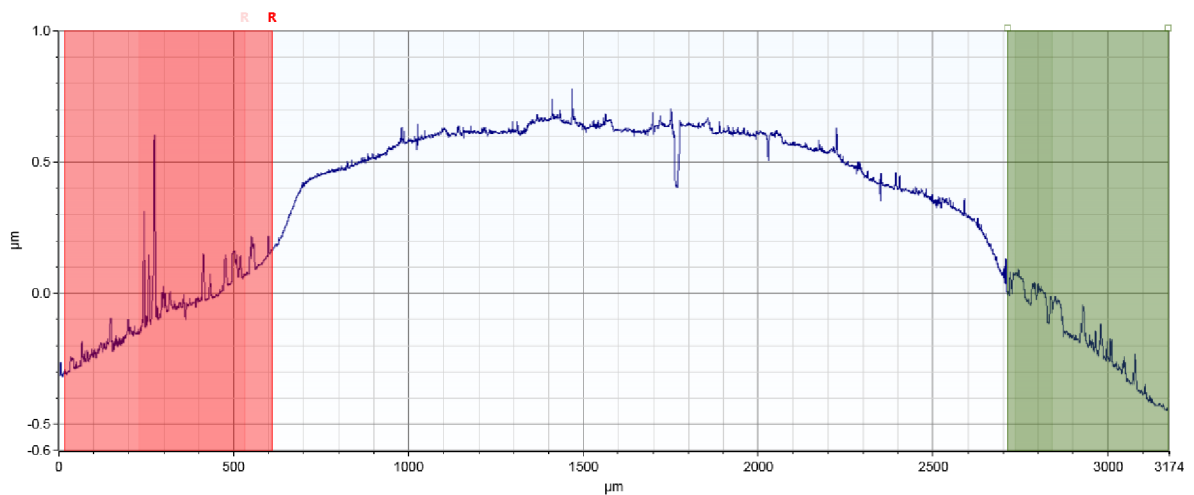
Obrázek 5. 26: Profil vzorku Au na leštěném povrchu bez parylenu před cklováním

Na obr. 5.26 můžeme pozorovat profil povrchu, který byl zkoumán pomocí profilometru a to na vzorku se zlatým meandrem. Jako oblast pro průchod profilometru jsme vybrali přímkou kolmo na vodivou cestu meandru viz, obr. 5.25. Jedná se přesněji o vzorek se zlatou vodivou cestou vytvořenou na leštěné keramice bez ošetření parylenem. Profil povrchu je tedy poměrně čistý bez větších odskoků od linie. Dokonce i drsnost podkladového materiálu je velice malá a nanesená tenká vrstva relativně kopíruje drsnost povrchu. To je linie kolem 0,00 μm osy X a uprostřed s maximem okolo 227 μm můžeme pozorovat profil povrchu nanesené vrstvy. Tento profil byl měřen po vytvoření tenké vodivé vrstvy, před započítím cyklování. Z tohoto profilu je možné odečíst i tloušťku vrstvy cca 200 nm.



Obrázek 5. 27: Profil vzorku Au na leštěném povrchu s parylenem před cyklováním

Na obr. 5.27 pozorujeme profil povrchu také zlatého meandru naneseného na leštěné keramice, s tím rozdílem, že na tento povrch byla ještě nanesena krycí vrstva parylenu. Na rozdíl od předchozího grafu již profil není tak lesklý a nástupové hrany v místě kde se začala tvořit tenká vrstva, již nejsou tak strmé jako u profilu u vzorku bez parylenu. Toto je způsobeno principem nanášení parylenu, který díky nanášení z plynné fáze dokáže zaplnit póry a nerovnosti.

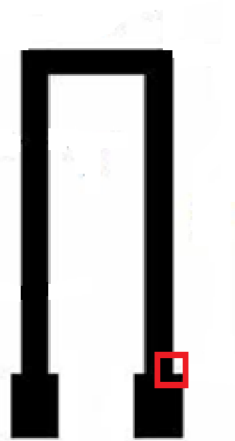


Obrázek 5. 28: Profil vzorku Au na leštěném povrchu s parylenem po cyklování

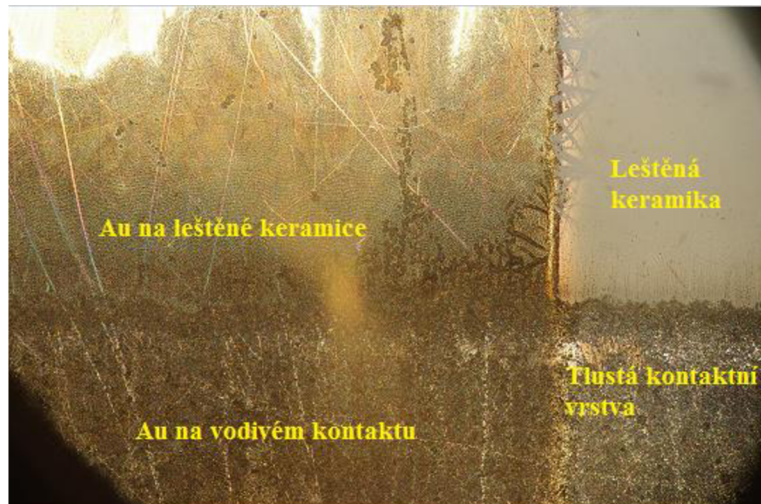
Na posledním obr. 5.28 vidíme profil na vzorku na leštěné keramice s tenkou vrstvou ze zlata ošetřenou parylenem, ale vystavenou stárnutí za pomoci teplotních cyklů. Bohužel díky malým rozměrům, nebylo možno měřit povrch přesně ve stejném místě, ale i tak je zde možné

pozorovat větší celistvost povrchu a potlačení ostrého odskoku nanesené tenké vrstvy od podkladového materiálu. Oproti předchozím grafům, již skoro nelze rozeznat, kde začíná tenká vrstva a kde je nosná keramika. Toto pravděpodobně zapříčinilo teplotní stárnutí, které parylenovou vrstvu posílilo a více sjednotilo.

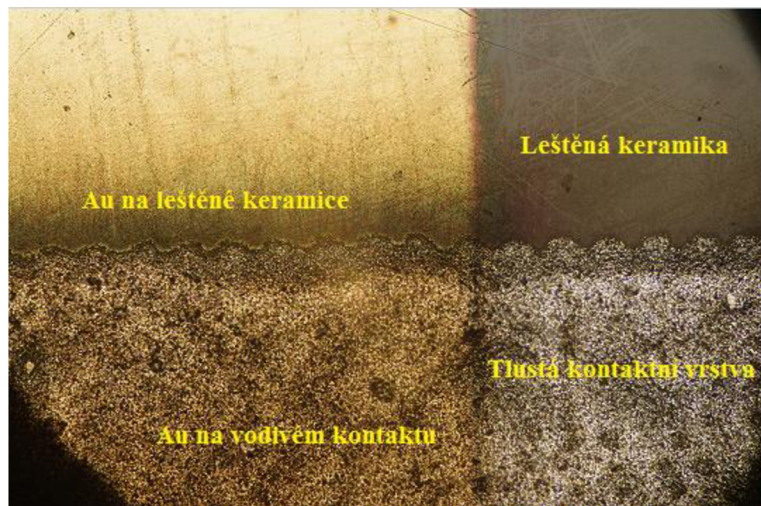
Jak již bylo zmíněno v předchozích kapitolách nejvíce reagovaly na teplotní cykly vzorky vytvořené ze zlata a mědi. Proto byly vybrány snímky z optického mikroskopu právě těchto vzorků kde účinnost parylenu jako ochrany povrchu byla největší, viz obr. 5.29



Obrázek 5. 29: Oblast snímku rozhraní tenké vrstvy Au – kontakt - keramika



a) Au vrstva bez parylénu



b) Au vrstva s parylénem

Obrázek 5. 30: Snímek rozhraní tenké vrstvy Au – kontakt - leštěná keramika

Na fotografiích (viz. obr. 5.30) z optického mikroskopu vidíme zvětšenou oblast vzorku v místech, kde tenká vrstva vystupuje z keramiky až na kontakty vytvořené tlustou vrstvou. A zároveň můžeme vidět i kousek nosného substrátu v tomto případě leštěné keramiky. Oba obrázky byly vytvořeny až po teplotním cyklování.

Z těchto dvou obrázků je velice dobře patrný rozdíl mezi vzorky s parylenovou vrstvou (obr.5.30b) a bez ní (obr.5.30a).

Na fotografiích (obr 6.30a) pozorujeme vzorek bez ošetření parylenem a díky tomu je povrch zlata jakoby zašlý, není tak zářivý a je vidět, že se i část materiálu ztratila, ať už

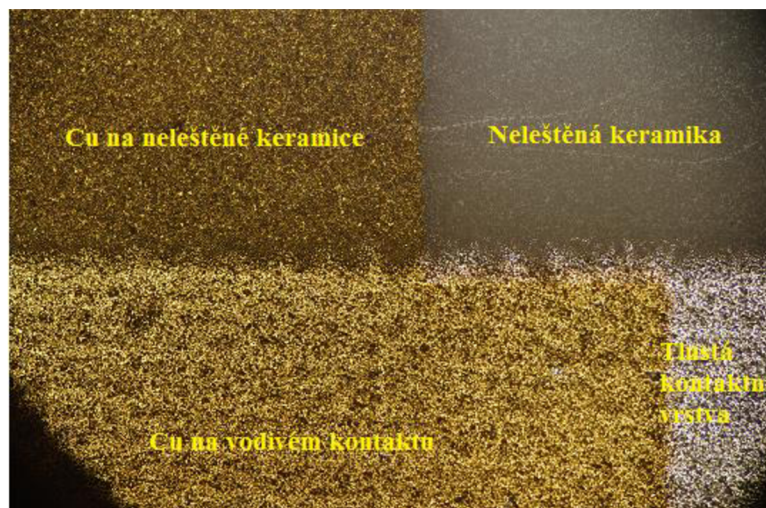
vniknutím do pórů nosného substrátu, tak i částečně odpařením z povrchu. Také tenká vrstva je jako by zašlá a linie přechodu z keramiky výše není tak ostrá jako u obrázku napravo.

Na fotografiích (obr.6.30b) je u vzorku ošetřeného parylenem a již na první pohled patrný kvalitnější a lesklejší povrch než u levé fotografie.

Nejen že kvalita zlaté tenké vrstvy je vyšší, ale také kvalita tlusté vrstvy je lepší, což dokazuje také ostřejší přechod mezi keramikou a tlustou vrstvou. Linie je pozorovatelná. A i výsledky měření odporu meandru naznačují, že tato vrstva je stabilní.



a) Cu vrstva bez parylénu



b) Cu vrstva s parylénem

Obrázek 5. 31: Snímek rozhraní tenké vrstvy Cu – kontakt – neleštěná keramika

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

Na pro měď (viz. obr. 5.31a) je již rozdíl velice dobře patrný a není pochyb o dobrých účincích parylenu, který zabránil degradaci tenké vrstvy, a nejen na ní, ale také kontaktu vytvořeného tlustou vrstvou.

Na fotografiích (viz. obr. 5.31b) je možné pozorovat pouze stopu po původní tenké měděné vrstvě, která se z části vstřebala do pórů keramiky a z části se úplně vypařila. Tato vrstva již nemá ani elektrickou vodivost vlastnosti a dá se o ní mluvit jako o pozůstatku původní měděné vrstvy.

Na rozdíl od toho, na pravé fotografii je možno pozorovat kvalitní a neporučenou měděnou vrstvu, která si ponechala své vlastnosti i po stárnutí pomocí teplotních cyklů. V pravém dolním rohu dokonce můžeme vidět, že i tlustá vrstva sloužící jako kontakt je ve velice dobrém stavu a povrch je dokonale stříbrný.



a) Cu vrstva bez parylénu



b) Cu vrstva s parylenem

Obrázek 5. 32: Snímek rozhraní tenké vrstvy Cu – kontakt –leštěná keramika

Na fotografiích (viz. obr. 5.32a) Cu na leštěné keramice můžeme pozorovat téměř stejný rozdíl mezi vrstvou bez ochrany a s ochranou parylenem. Díky menší pórovitosti se méně mědi vstřebalo do nosného substrátu, a proto je stopa po původní tenké měděné vrstvě ztelnější, než na fotografii z neleštěné keramiky. I tak ale u těchto vzorků došlo k totální degradaci tenké vrstvy a ztrátě jejich vlastností.

Na fotografiích (viz. obr. 5.32b) opět můžeme pozorovat nepochybný účinek parylenu, který zabránil degradaci vrstvy a uchránil jí před zničením. Tenká vrstva na této fotce je dokonale lesklá a vypadá téměř neporušeně. Také všechny přechody a linie jsou mnohem ostřejší než u vzorků bez ochrany.

6. Závěr – dosažené výsledky práce

Tato disertační práce se věnuje studiu vybraných problémů spolehlivosti a životnosti napařených tenkých kovových vrstev prostřednictvím zkoumání jejich elektrických a mechanických vlastností.

Teoretická část uvádí základní fyzikální teoretické principy, které se uplatňují při vakuovém napařování, jsou zde podrobně popisována laboratorní technologická zařízení, včetně teorie měření vybraných mechanických a elektrických vlastností. Podrobně je uvedeno perspektivní měření vlastností tenkých vrstev pro mikromechanické systémy.

Pro experimenty byly vybrány kovy, které se používají v mikroelektronických aplikacích. Jako základní substrát byla použita leštěná a neleštěná podložka s Al_2O_3 (Alumina). Bylo to z důvodů, abychom mohli bez problému provést originální technologické postupy a speciální mechanickou ochranu povrchu.

V rámci disertační práce, byly v souladu s cíly práce provedeny následující experimenty.

- 1) Zkoumání vlastností kovových vrstev v závislosti na teplotě substrátu a na kvalitě (drsnoti) povrchu.
- 2) Originální experimenty týkající se napařování vybraných kovů na kmitající substrát.
- 3) Zjišťování stability tenkých kovových vrstev při teplotním cyklování pomocí průběžného měření elektrického odporu. Stejně experimenty byly prováděny pro vrstvy chráněné vrstvou parylénu.

Po rozboru výsledků mohu konstatovat, že všechny tři stanovené cíle (str. 16) byly splněny.

Díky teoretickému rozboru a mnoha experimentům zaměřeným na tři výše popsané vlivy na tenké vrstvy bylo možné vytvořit a objasnit chování některých parametrů vrstev a možnosti jejich ovlivnění, jak v pozitivním, tak i negativním smyslu.

Nejvíce se práce zaměřila na problematiku elektrické vodivosti tenkých kovových vrstev, mechanické stárnutí a degradaci, což jsou klíčové vlastnosti tenkých vrstev.

Díky experimentům byla nastíněna možnost ochrany tenkých vrstev pomocí moderních technologií jakou je například vytváření parylenových vrstev, které mohou radikálně ovlivnit a zpomalit degradaci, která může mít v extrémních případech i destruktivní následky na parametry a vlastnosti tenkých vrstev.

Díky experimentům jsem zjistil, že kvalita nanesené tenké kovové vrstvy se může zásadně měnit v závislosti na vstupních parametrech nastavených před a během procesu napařování. A i když je již vrstva nanesena, je možné pomocí dalších procesů ovlivnit její životnost a spolehlivost.

Kromě všeobecně známých faktů, že kvalita vrstvy je závislá na tlaku v komoře a rychlosti nanášení vrstvy, jsem díky experimentům ověřil, že další parametr, který hraje velkou roli na výslednou kvalitu tenké vrstvy, je předehřívání povrchu na který je tenká vrstva vytvářena, a samozřejmě i kvalita a hrubost povrchu. Povrch keramické vrstvy byl čistěn před napařováním pouze chemicky.

Dále jsem ověřil, že horizontální a vertikální kmitání substrátu, na který je nanášena tenká vrstva, neovlivní její kvalitu, pokud se jedná o kmity v oblasti jednotek Hz až do desítek kHz. Tento experiment byl vybrán z důvodů předpokladu, že vertikální a hlavně horizontální kmitání substrátu by mohlo výrazně ovlivnit kondenzaci materiálu na nerovnostech povrchu.

Díky dalším experimentům se mi podařilo objasnit vliv stárnutí na tenkou vrstvu, převážně měřením v oblasti elektrických vlastností (vodivosti) tenkých vrstev. Zde jsem zkoumal, jakou vodivost má vrstva nová a jak se tato vodivost mění v závislosti na teplotním cyklování, které může do jisté míry nahradit a urychlit proces stárnutí. Během těchto pokusů jsem zjistil, že možno tenké vrstvy rozdělit do více kategorií, a to na vrstvy z materiálů náchylných k degradaci dále pak z materiálů, které degradují, ale rychlost degradace vrstvy není tak rapidní, a poslední jsou vrstvy, které degradují velice pomalu až téměř vůbec.

K těmto experimentům jsem měl k dispozici omezený počet čistých kovových materiálů, ze kterých jsem následně vytvořil vzorky. Z materiálů Au, Ag, Al, Cu, Cr-Ni nejhůře dopadla měď, která vykazovala největší náchylnost k degradaci vrstvy a ke konci teplotnímu cyklování docházelo i ke zničení celistvosti vrstvy, což vedlo ke ztrátě elektrické vodivosti a přerušení

kontaktů. Naopak velice dobře dopadl v experimentech hliník, který byl poměrně stabilní a stárnutí u něj nebylo tak radikální jako u ostatních kovů.

Tento poslední experiment mě navedl k možnostem ochrany tenkých vrstev tím, že bude na danou vrstvu a nosný materiál nanášena tenká ochranná parylenová vrstva. Tento postup, vzhledem k vynikajícím elektrickým vlastnostem parylénu by mohl mít velký význam zvláště v elektrotechnickém průmyslu. Ten nápad jsem dále rozvinul do experimentu, kde jsem opět zjišťoval ztrátu elektrických vlastností tenkých vrstev v závislosti na stárnutí. Zde bylo výsledkem, že parylen jako ochranná vrstva funguje velice dobře a nejen, že zmírňuje vliv stárnutí, ale například již u zmiňované mědi byl proces degradace téměř zastaven. Zatímco u vzorku bez ochranné parylenové vrstvy došlo k zničení tenké měděné vrstvy, vzorek s parylenovou vrstvou si své vlastnosti ponechal a jevil se téměř nepoškozen. Myslím, že parylen v oblasti tenkých vrstev najde své uplatnění a tato oblast se bude i dále rozvíjet. Je třeba podotknout, že během experimentů, nebyly sledovány ekonomické aspekty tohoto technologického procesu.

Na základě poznatků, uvedených v této práci se uvažuje:

Výzkum magnetických vlastností napařovaných ferromagnetických materiálů a případné ovlivňování struktury těchto materiálů magnetickým polem.

Realizace metody odpařování “flash”, která by mohla umožnit realizaci kovových vrstev odpařením kovového vzorku v dutině.

Věřím, že vakuové napařování kovů zůstane rozšířenou a používanou metodou v mnoha oblastech vědy i průmyslové výroby. A dále také věřím, že poznatky uvedené v této práci mají smysl, a že budou moci být aplikovány i v praxi.

7. Seznam použité literatury

- [1] ŠAVEL, J., *Materiály, technologie a výroba v elektronice a elektrotechnice*, 11. 01. 2006. Brno. ISBN 978-80-7300-1.
- [2] *Thin Film Deposition*. Hivatec Laboratory, [online]. 2013 [cit. 2014-05-07]. Dostupné z: <http://hivatec.ca/consulting-design/thin-film-deposition/>. Staženo dne: 25.11.2014.
- [3] ROTH, A., *Vacuum technology*. 3rd upd. And enl. ed. Amsterdam: Elsevier, 1990, 554 p. ISBN 04-448-8010-0.
- [4] SOTOUR, Z., ŠAVEL, J., ŽŮREK, J., *Hybridní integrované obvody*, Nakladatelství technické literatury, Bratislava 1982. ISBN 621-3-049-776.
- [5] *Moderní technologie elektronických systémů*, [online]. Brno 2010 [cit. 2014-05-07]. Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/mmte/02->
- [6] DONALD, M., MATTOX, *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing* (Second Edition), ISBN 978-0-8155-2037-.
- [7] ŠANDERA, J., *Vakuové napařování*, TUN Brno: Vutbr. Dostupné také z: <http://www.Umel.feec.vutbr.cz/~sander/BEPT/10techprocb.pdf>
- [8] SZENDIUCH, I., *Měření vrstevového odporu*, [online]. 2008 [cit. 2014-05-20]. Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/mmte/L02-mereni-vrstvoveho-odporu.pdf>.
- [9] L. J., VAN DER PAUW, [online]. 1958. Philips Res [cit. 2013-11-11].. Dostupné z: <http://electron.mit.edu/~gsteele/vanderpauw/vanderpauw.pdf>
- [10] *Optical coating*, [online]. [cit. 2012-09-05]. Dostupné z: [www.thorlabs.den/newqrouppage.cfm? Objectgroup id=5840](http://www.thorlabs.den/newqrouppage.cfm?Objectgroup id=5840)
- [11] HAVLÍK, J., *Vlastnosti polovodičového křemíku*, 12.10.2010. Dostupné z: cvut.falconis.cz/semestr-3/mve/02-vlastnosti-kremiku.docx
- [12] GERT, R., KOIJMANS, V., *D C Conductivity Measurements in the Van Der Pauw Geometry* [online]. [cit. 2014-09-15].
- [13] REALE, C., *Thickness Dependence of the Electrical Conductivity in Vacuum Deposited Copper Films*, 11, 1969. Pages 2073-2075.
- [14] ŠANDERA, J., *Design and reliability of the connection in 3D electronic systems*. Short version of Ph.D. Thesis. Brno: Brno University of Technology, Faculty of Electrical Engineering and Communication, Department of Microelectronics, 2004, 32 p. ISBN 80-214-2796-5

- [15] SIKULA, J., VASINA, P., SIKULOVA, M., KOKTAVY, B., *1/f Noise in metallic thin films*, 1994. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/aip/proceeding/aipcp/10.1063/1.50886>
- [16] YAHYA, D., ŠANDERA, J., *Temperature stability of metal thin layers*, *Electronic Devices and Systems*, EDS, 13 Imaps International Conference, Brno 2013. ISBN 978-80-214-4754-7
- [17] SHIMAMOTO, A., KEITARO, Y., *A Nondestructive Evaluation Method: Measuring the Fixed Strength of Spot-Welded Joint Points by Surface Electrical Resistivity*, ISSN 0094-9930.
- [18] VEJMOLA, T., YAHYA, D., ŠANDERA, J., *Mechanical and electrical properties of evaporated thin layers*, EDS, 14 Imaps cs international conference proceedings, Brno 2014. ISBN 978-80-214-4985.
- [19] ANDERS, A., *Tracking Down the Origin of Arc Plasma*, No. 4, 2003. ISSN 0093-3813.
- [20] MILICHOVSKÝ, M., *Vlastnosti kovových vrstev realizovaných vakuovým napařováním*. Vysoké učení technické v Brně, Brno 2011, diplomová práce
- [21] HASSDENTEUFEL, J., DUBSKÝ, J., RAPOŠ, M., ŠANDERA, J., *Elektrotechnické materiály*, Bratislava, 1971. ISBN 63-553-71.
- [22] SOSAN, D., *Archeologické rozhledy*, Archeologický ústav Akademie věd České republiky v Praze, Praha 2002. ISBN 0323-1267.
- [23] ŠTEPÁNEK, I., *Vlastnosti kovových vrstev deponovaných meagnetronovým napařováním na skleněný substrát*, Fakulta chemické technologie, 2004. Dostupné z: http://konsys-t.tanger.cz/files/proceedings/metal_04/papers/51.pdf
- [24] ANDERS, A., *Cathodic arcs*, [online], 2006 [cit. 2006-05-30]. Dostupné z: <http://repositories.cdlib.org/lbnl/lbnl-53979>
- [25] MILAN, E., *Ziskávání a měření vakua, využití vakuových technologií*, Katedra obecné a anorganické chemie, fakulta chemicko-technologická, univerzita Pardubice, 2008. Dostupné z: <http://www.upce.cz/fcht/koanch/soubory/vakuum-erben.pdf>
- [26] SEDLÁČEK, J., DOBIÁŠ, J., CESNEK, J., *Specific properties of metallic nano-layers and their application in active packaging systems*, [online]. 2009 [cit. 2015-09-15]. Dostupné z: http://konsys-t.tanger.cz/files/proceedings/nanocon_09/Lists/Papers/067.
- [27] KAMAL, CHOPRA, N., *Thin films and application in military and civil sectors*, *Laser science and technology centre, Metcalfe house*, [online]. 2010 [cit. 2015-09-15]. Dostupné z: http://drdo.gov.in/drdo/pub/monographs/Introduction/Thin_Films_brief.pdf

- [28] BUNSHAH, R., *Deposition technologies, properties and applications*, Handbook of hard coatings, Norwich, N.Y.: William Andrew Pub., c2001, xvii, 550 p. Materials science and process technology series. ISBN 978-081-5514-381
- [29] BHOWON, M., *The key to our sustainable future*, [online]. Chemistry, New York: Springer, 2013, pages cm [cit. 2015-09-15]. ISBN 978-940-0773-88
- [30] *Van der Pauw method* [online], Wikipedia, the free encyclopedia, 2015 [cit. 2015-09-15]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Van_der_Pauw_method).
- [32] MARTIN, L., *Naprašování tenkých vrstev ITO*, [online]. 2003, (07) [cit. 2015-09-15]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev-1444>.
- [33] SZENDIUCH, I., *Tenké vrstvy (TV) +Hybridní Integrované Obvody (HIO)*, [online]. Vysoké učení technické v Brně, Brno 2012 [cit. 2015-09-15], Dostupné z: [http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/bmts/2012-03A-TV+HIO\(BC\).pd](http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/bmts/2012-03A-TV+HIO(BC).pd).
- [34] KOČKA, J. CHÁB, V. CHVOJ. Z., *Tenké vrstvy a povrchy*, [online]. 2003 [cit. 2012-09-15]. Dostupné z: http://www.fzu.cz/sites/default/files/kocka_chab_chvoj.pd.
- [35] WILLIAM D. NIX, *Mechanical properties of thin films* [online], Department of Materials Science and Engineering Stanford University, 2005 [cit. 2015-09-16]. ISBN 94305-2205. Dostupné z: <http://imechanica.org/files/353%20Class%20Notes%202005.pdf>
- [36] STEVE, H., *Exploding wires principles, apparatus, and experiments*, [online]. 1993 [cit. 2014-09-16]. Dostupné z: http://www.belljar.net/Exploding_Wires.pdf
- [37] VÍT, P., *Tenké transparentní vrstvy pro elektrochromní součástky*, [online]. Brno, 2008 [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/7465/diploma.pdf>.
- [38] SEDLÁČEK, V., *Povrchy a povlaky kovů*, 1. Skriptum, Vyd. Praha, ČVUT, 1992, 176 s. ISBN 80-010-0799-5
- [39] KRAUS, V., *Povrchy a jejich úpravy*, skriptum ZČU, Plzeň 2000., 218s. ISBN 80-7082-568-1.
- [40] KOUTSKÝ, J., *Vrstvy vytvářené fyzikálními technologiemi*, Skriptum, Plzeň, ZČU, 1994
- [41] BENEDIKT, V., *Povrchové úpravy kovových materiálů*, Skriptum, ES VŠSE Plzeň, 1985.
- [42] *SCS Parylene Coatings*, [online]. In: USA: Specialty Coating Systems, 2014 [cit. 2015-05-16]. Dostupné z: http://scscoatings.com/what_is_parylene/parylene_properties.aspx
- [43] PÁTÝ, L., *Vakuová technika*, ČVUT, Praha 1990.

- [44] O'HANLON, F., *A user's guide to vacuum technology*, [online]. 3rd ed. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2003, 516 p. [cit. 2015-09-16]. ISBN 04-712-7052-0.
- [45] ŠANDERA, J., *Elektrovakuové přístroje a technika nízkých tlaků*, Brno: FEKT, UMEL. Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/~sanderaj/>.
- [46] Van der Pauw, *A method of measuring specific resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape* [online], Philips Technical Review, 1958 [cit. 2013-09-16]
- [47] KEITHLEY, *Four-Probe Resistivity and Hall Voltage Measurements with the Model 4200-SCS.(2475)*, [online]. [cit. 2013-09-2] Dostupné z: <http://www.keithley.com/data?asset=15222>
- [48] FEJT, M., *Tenkvrstvé procesy v elektronice*, Plzeň, 2012. Bakalárske práce. ZČU. Vedoucí práce Jan Řeboun.
- [49] MATTOX, D., *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*, Westwood, N.J.: Noyes Publications, 1998, 917 p. ISBN 08-155-1422-0.
- [50] ŠPANIHEL, F., *Způsoby vytváření tenkých vrstev vodivých polymerů*, Skriptum, FEL ZČU, Plzeň 2011.
- [51] BOUŠEK, J., *Vakuová technika, učební text, FEKT-UMEL*, VUT v Brně, Brno 2005
- [52] ERBEN, M., *Vakuová technika: získávání a měření vakua*, [online]. Univerzita Pardubic, Pardubice: 2008 [cit. 2012-09-16]. Dostupné z : <http://www.upce.cz/fcht/koanch/soubory/vacuum>.
- [53] *Parylene*, [online]. Wikipedia [cit. 2015-07-16]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Parylene>.
- [54] SZENDIUCH, I., *Mikroelektronika a technologie součástek*, [online]. 2008 [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/~szend/vyuka/mmte/L02-mereni-vrstvoveho-odporu.pdf>
- [55] RIVERA, M., ALONSO, C., *Electrical and optical properties of copper-complexes thin films grown by the vacuum thermal evaporation technique, Mexico* [online]. 2013 [cit. 2015-04-17]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058412010309>
- [56] HARADA, D., *Resistivity and Seebeck measurements*, Oregon State University 2010.
- [57] SMITH, D., *Thin-film deposition: principles and practice*, New York: McGraw-Hill, 1995, 616 p. ISBN 00-711-3913-3.
- [58] SOSNA, D., *Konzervace křehkých archeologických nálezů technikou parylene conformal coating*, 2002. Dostupné také z: <http://home.zcu.cz/~dsosna/english/texts/Sosna-illingworth%202002.pdf>.

- [59] ČSN EN 62047-11. *Polovodičové součástky – Mikroelektromechanické součástky*. Česká technická norma, 2014.
- [60] HEMANADHA, M., *Simple flash evaporator for making thin films of compounds*, [online]. 2010 [cit. 2013-06-12]. DOI: 0.1116/1.3443567.
- [61] FRANSSILA, S., *Introduction to microfabrication*, [online]. 2nd ed. Hoboken, NJ: John Wiley, 2010, xiv, 518 p. [cit. 2015-09-16]. ISBN 978-0-470-74983-8
- [62] BRIAND, D., *In situ doping of silicon deposited by LPCVD*, [online]. 1999 [cit. 2013-07-05].
- [63] CHOPRA, K L., *Thin Film Phenomena*, [online]. 1969 [cit. 2012-02-16]. Dostupné z: <http://www.oalib.com/references/14474320>
- [64] REALE, C., *Thickness dependence of the electrical conductivity in vacuum deposited copper films*, *Proceedings of the IEEE* [online]. 1969, **57**(11): 2073-2075 [cit. 2015-09-22]. DOI: 10.1109/PROC.1969.7470. ISSN 0018-9219. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=1449400>
- [65] FIEDLEROVÁ, E., *Povrchová úprava nábytkového kování*, Brno, 2009. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Jaroslav Kubiček.
- [66] PETER, W., *Hans-Ulrich Finzel. Electrical resistivity of thin metal films*, [online]. Berlin: Springer, 2007 [cit. 2015-08-22]. ISBN 978-354-0484-905.
- [67] ZHIGAL'SKII, G., BRIAN K JONES., *Physical properties of thin metal films*, [online]. London: Taylor, 2003, 232 p. [cit. 2015-09-16]. ISBN 04-152-8390-6
- [68] CHEN, E., *Thin Film Deposition*, [online]. 2004 [cit. 2015-11-16]. Dostupné z: <http://www.mrsec.harvard.edu/education/ap298r2004/Erl%20chenFabrication%20II%20-%20Deposition-1.pdf>
- [69] FIKES, L., *Fyzika nízkých tlaků, SNTL*, učebnice pro SPŠ elektrotechnické, Praha 1991.
- [70] GROZSKOWSKI, J., *Technika vysokého vakua, SNTL*, Praha 1981.
- [71] NOVOTNÝ, T., *Technologie výroby a používané materiály*, [online]. [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: http://www.umel.feec.vutbr.cz/~adamek/uceb/DATA/s_2_3_2.htm
- [72] ŠTĚPÁN, J., *Vakuová technika*, [online]. 1999, [cit. 2010-29-10]. Dostupný z: <http://www.vakuotechnika.cz>.
- [73] SZENDIUCH, I., *Základy technologie mikroelektronických obvodů a systémů*, Vyd. 1. Brno: VUT, 2006, 379 s. ISBN 80-214-3292-6

- [74] STRAKA, M., *Měření tíhy s využitím LTCC technologie: The pressure measuring using LTCC technology*, Brno 2010: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 1 elektronický optický disk [CD-ROM / DVD]
- [75] GÜNZEL, M., *Metody depozice tenkých vrstev pomocí nízkoteplotního plazmatu*, České Budějovice, 2013. Diplomová práce. Jihočeská univerzita. Vedoucí práce Petr Bartoš
- [76] KRÝSA, J., *Vytváření tenkých speciálních vrstev metodou plazmochemické depozice z plynné fáze*, [online]. [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: http://www.vscht.cz/kat/download/lab2_vytvareni_tenkych_specialnich_vrstev
- [77] ONDŘEJ, E., *Technologie a vlastnosti tenkých vrstev, tenkovrstvé sensory*, [online]. [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: http://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/05_Technologie_CVD_PVD_PECVD_MOVPE_MBE
- [78] KŘÍŽ, A., *Tenké vrstvy* [online]. 2010 [cit. 2013-10-11]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf.
- [79] KAŠPÁRKOVÁ, I., NÁHLÍK, J., PŘEMYSL, F., *Studium podstaty a kvantitativního vlivu korigovatelných vad vzorků při měření rezistivity tenkých vrstev metodou van der Pauw*, Ústav inženýrství pevných látek; Fakulta chemicko-technologická VŠCHT.
- [80] RAMADAN, A., *On the van der Pauw method of resistivity measurements, Thin Solid Films*, [online]. 1994 [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/journal/00406090/23>.
- [81] OHRING, M., *Materials science of thin films: deposition and structure*, 2nd ed. San Diego, CA: Academic Press, 2002, 794 p. ISBN 0-12-524975-6
- [82] *Conformal – coating*, [online]. [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: http://www.conformal-coating.com/parylene_coating.htm.
- [83] KOON, D., *Effect of contact size and placement, and of resistive inhomogeneities on van der Pauw measurements*, Review of Scientific Instruments, 1989.
- [84] VLADIMÍR, S., *Studium epitaxe tenkých vrstev hliníku, připravených vakuovým napařováním*, Praha, 1977.
- [85] BOUŠEK, J., ŠANDERA, J., *Elektrovakuové přístroje a technika nízkých teplot*, Brno.
- [86] HULÍNSKÝ, V., JUREK, K., *Zkoumání látek elektronovým paprskem, SNTL*, Praha 1982.
- [87] ASTM F76-08: *Standard Test Methods for Measuring Resistivity and Hall Coefficient and Determining Hall Mobility in Single-Crystal Semiconductors*.
- [88] *Superdry*, [online]. [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: <http://www.superdry-totech.com/dry-cabinet-sd-302-22>

- [89] BRUKER [online]. [cit. 2015-09-16]. Dostupné z: [www.bruker.com/fileadmin / user_upload / 8-pdf-dektext](http://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-pdf-dektext).
- [90] ČSN EN 620487-18. *Polovodičové součástky-mikroelektromechanické součástky, Část 18: Metoda zkoušební ohybu tenkovrstvých materiálů*, Česká technická norma, 2014.
- [91] BURŠÍKOVÁ, V., *Studium povrchových a mechanických vlastností tenkých vrstev a plazmaticky modifikovaných materiálů*, Masarykova univerzita, Brno 2009.
- [92] NOVÁK, R., *Texty přednášek, Slovenská Vákuová Spoločnosť*, Ed.: Viera. 24- 27. máj 1999, Bystrianska Dolina. Bratislava: STU, 1999. ISBN 80-227-1192-6
- [93] *Technologie a vlastnosti tenkých vrstev, tenkovrstvé sensory*, [online]. [cit. 2015-06-30]. Dostupné z: http://fchi.vscht.cz/uploads/pedagogika/nano/predmety/senzory/05_technologie_cvd_%20pvd_pecvd_movpe_mbe.pdf
- [94] JAN, L., *Modified van der Pauw method based on formulas solvable by the Banach fixed point method*, [online]. [cit. 2014-12-11]. Dostupné z: <http://arxiv.org/pdf/1204.0085.pdf>
- [95] KOON, D., *Nonlinearity of resistive impurity effects on van der Pauw measurements, Review of Scientific Instruments*, 2006.
- [96] KOSTERN. M., *Metody matematické morfologie a integrální transformace ve fyzice tenkých vrstev*, dizertační práce, UK, Praha 2007.
- [97] Drápala, J., Kurša, M., *Elektrotechnické materiály*, Skriptum, Technická univerzita Ostrava.
- [98] PANTA, G., SUBEDI, P., *Electrical characterization of aluminum (Al) thin films measured by using four- point probe method*, Revised September, 2012.
- [99] TULKA, J., *Povrchové úpravy materiálů*, Vyd. 1. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2005, 136 s. ISBN 80-214-3062-1
- [100] *Elipsometrie* [online]. [cit. 2015-09-22]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Elipsometrie>.

8. Seznam použitých symbolů a zkratek

| Označení | Legenda |
|-----------------|--|
| M | Molekulová hmotnost odpařované látky |
| K_1 | Materiálová konstanta |
| v | Rychlost volného molekulárního odpařování |
| Θ | Teplota odpařovaného materiálu |
| UV | Ultrafialové |
| p | Tlak |
| T | Teplota |
| $\bar{\lambda}$ | Střední volné dráha |
| k | Boltzmanova konstanta |
| m | Hmotnost odpařovaného vzorku |
| dN | Počet odpařených atomů z 1cm^2 povrchu |
| dm/dA | Hmotnost materiálu na jednotku plochy |
| E | Celková odpařená hmotnost |
| r | Vzdálenost zdroje odpařování od substrátu |
| θ | Úhel mezi kolmicí a polohou substrátu |
| φ | Úhel mezi spojnicí ze zdroje k bodu na substrátu |
| ε_T | Poměrná deformace |
| g | Délka měrky |
| CLTE | Koeficient teplotní roztažnosti |
| δ_T | Deformace |
| L_T | Délka zkoušeného dílu při teplotě T |
| L_0 | Počáteční délka zkoušeného dílu |
| E^* | Modul pružnosti materiálu |
| ω | Frekvence |
| $S(\omega)$ | Spektrální hustota |
| U | Napětí |
| I | Proud |
| Å | Fyzikální jednotky Ångström |

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

| | |
|------------|--|
| h | Tloušťka destičky |
| MLS | Monovrstvy za sekundu |
| ML | Jednovrstvý |
| DLC | Uhlíkových vrstev s diamantovou strukturou |
| PVD | Physical vapor deposition |
| p^* | Tak par napařovaného materiálu při dané teplotě |
| PP | Polypropylen |
| PE | Polyethylen |
| HP | Vysokofrekvenční propust |
| LP | Nízkofrekvenční propust |
| FFT | Fourierovy transformace |
| RH | Relativní vlhkosti |
| C | Konstanta, která závisí na stupni volnosti pro kapalinu a páry |
| α_s | Průměrná hodnota koeficientu teplotní roztažnosti substrátu |
| N | Počet částic dopadajících molekul na plochu 1 cm ² za 1 s |

9. Přílohy – vybrané výsledky experimentů

Naměřený elektrický odpor po cyklování (Ω)

Leštěný povrch

| cyklus | Au1+paryle | | | Au2 | | | Al1 | | | Al2+parylen | | |
|--------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|------|------|------|-------------|------|------|
| | a | b | c | a | b | c | a | b | c | a | b | c |
| 0 | 17,20 | 16,20 | 18,07 | 12,03 | 12,30 | 12,90 | 6,60 | 6,20 | 6,00 | 5,90 | 5,20 | 6,50 |
| 8 | 16,54 | 16,04 | 17,36 | 10,75 | 11,04 | 11,55 | 6,54 | 6,21 | 6,12 | 5,94 | 6,05 | 6,30 |
| 19 | 16,42 | 15,95 | 17,22 | 10,78 | 11,03 | 11,47 | 6,53 | 6,20 | 6,15 | 0,00 | 6,04 | 6,27 |
| 41 | 16,32 | 15,85 | 17,10 | 10,59 | 10,84 | 11,09 | 6,57 | 6,23 | 6,27 | 0,00 | 6,06 | 6,29 |
| 66 | 16,24 | 15,77 | 17,02 | 10,50 | 10,73 | 10,92 | 6,58 | 6,26 | 6,35 | 0,00 | 6,07 | 6,31 |
| 88 | 16,19 | 15,73 | 16,97 | 10,43 | 10,65 | 10,81 | 6,59 | 6,28 | 6,40 | 0,00 | 6,07 | 6,32 |
| 124 | 16,10 | 15,65 | 16,70 | 10,34 | 10,54 | 10,68 | 6,61 | 6,31 | 6,48 | 0,00 | 6,07 | 6,32 |
| 149 | 16,07 | 15,62 | 16,86 | 10,29 | 10,48 | 10,61 | 6,61 | 6,33 | 6,52 | 0,00 | 6,07 | 6,31 |
| 240 | 15,97 | 15,52 | 16,75 | 10,15 | 10,32 | 10,43 | 6,63 | 6,41 | 6,69 | 0,00 | 6,05 | 6,30 |
| 316 | 15,94 | 15,49 | 16,75 | 10,10 | 10,27 | 10,38 | 6,63 | 6,46 | 6,58 | 0,00 | 6,06 | 6,31 |
| 336 | 15,94 | 15,48 | 16,71 | 10,18 | 10,27 | 10,38 | 6,67 | 6,33 | 6,81 | 0,00 | 6,09 | 6,34 |
| 385 | 15,95 | 15,49 | 16,72 | 10,18 | 10,27 | 10,43 | 6,72 | 6,61 | 6,92 | 0,00 | 6,11 | 6,36 |
| 460 | 15,88 | 15,42 | 16,64 | 10,12 | 10,19 | 10,36 | 6,72 | 6,64 | 6,98 | 0,00 | 6,10 | 6,35 |
| 550 | 15,82 | 15,37 | 16,60 | 10,09 | 10,17 | 10,33 | 6,68 | 6,62 | 6,95 | 0,00 | 6,06 | 6,30 |

| Cu1 | | | Cu2+parylen | | | Ag1 | | | Ag2+parylen | | |
|--------|--------|--------|-------------|------|------|-------|------|------|-------------|------|------|
| a | b | c | a | b | c | a | b | c | a | b | c |
| 11,01 | 12,20 | 7,20 | 5,40 | 6,60 | 5,02 | 6,05 | 6,03 | 7,20 | 3,50 | 4,05 | 4,08 |
| 15,06 | 15,38 | 7,99 | 6,00 | 7,20 | 5,21 | 7,30 | 7,03 | 8,43 | 3,65 | 4,03 | 4,10 |
| 36,85 | 28,50 | 11,10 | 6,20 | 7,40 | 5,36 | 7,40 | 0,00 | 0,00 | 3,65 | 4,01 | 4,11 |
| 435,30 | 28,60 | 17,94 | 6,49 | 7,58 | 5,56 | 7,73 | 0,00 | 0,00 | 3,66 | 4,03 | 4,13 |
| 0,00 | 280,39 | 38,19 | 6,72 | 7,72 | 5,70 | 7,97 | 0,00 | 0,00 | 3,66 | 4,02 | 4,15 |
| 0,00 | 0,00 | 277,46 | 6,94 | 7,85 | 5,81 | 8,15 | 0,00 | 0,00 | 3,66 | 4,03 | 4,24 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 7,21 | 8,02 | 5,95 | 10,12 | 0,00 | 0,00 | 3,68 | 4,04 | 4,24 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 7,35 | 8,13 | 6,04 | 10,36 | 0,00 | 0,00 | 3,68 | 4,08 | 4,24 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 7,84 | 8,52 | 6,35 | 11,20 | 0,00 | 0,00 | 3,67 | 4,04 | 4,20 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 8,12 | 9,02 | 6,52 | 11,63 | 0,00 | 0,00 | 3,69 | 4,05 | 4,26 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 8,24 | 9,23 | 6,61 | 11,87 | 0,00 | 0,00 | 3,72 | 4,07 | 4,28 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 8,52 | 9,33 | 6,77 | 12,22 | 0,00 | 0,00 | 3,73 | 4,09 | 4,30 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 9,22 | 9,67 | 6,98 | 12,76 | 0,00 | 0,00 | 3,72 | 4,10 | 4,30 |
| 0,00 | 0,00 | 0,00 | 9,37 | 9,80 | 7,07 | 13,05 | 0,00 | 0,00 | 3,70 | 4,07 | 4,30 |

Poz. Teplotní cyklus od -10°C do 100°C , doba trvání jednoho cyklu 120min.

Mechanické a elektrické vlastnosti tenkých kovových vrstev nanášených vakuovým napařováním

Neleštěný povrch

| cyklus | Au1+parylen | | | Au2 | | | Al1+parylen | | | Al2 | | | Cu1+parylen | | |
|--------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|-------|--------|-------|-------|-------|-------------|--------|--------|
| | a | b | c | a | b | c | a | b | c | a | b | c | a | b | c |
| 0 | 25,7 | 25,9 | 22,11 | 13,96 | 19,64 | 18,32 | 15,3 | 14,42 | 13,46 | 14,06 | 12,33 | 11,44 | 14,27 | 14,2 | 19,8 |
| 8 | 21,2 | 21,1 | 18,07 | 11,82 | 15,8 | 14,94 | 16,23 | 14,35 | 19,06 | 14,08 | 12,3 | 11,36 | 20,09 | 20,47 | 28,1 |
| 19 | 20,7 | 20,7 | 17,75 | 11,56 | 15,6 | 14,83 | 18,2 | 14,4 | 13,8 | 14,1 | 12,3 | 11,36 | 23,72 | 24,4 | 32,6 |
| 41 | 20,45 | 20,5 | 17,57 | 11,32 | 15,69 | 14,84 | 22,39 | 14,52 | 49,7 | 14,24 | 12,37 | 11,4 | 29,67 | 30,05 | 39,24 |
| 66 | 20,32 | 20,37 | 17,45 | 19,59 | 15,67 | 14,81 | 27,77 | 14,7 | 300 | 14,31 | 12,41 | 11,44 | 34,81 | 35,91 | 44,45 |
| 88 | 20,25 | 20,29 | 17,39 | 19,52 | 15,67 | 14,81 | 35,92 | 14,85 | 311,8 | 14,37 | 12,44 | 11,48 | 39,67 | 40,75 | 49,51 |
| 124 | 20,13 | 20,16 | 17,26 | 19,48 | 15,64 | 14,78 | 50,72 | 15,36 | 369,6 | 14,42 | 12,46 | 11,51 | 48,18 | 50,57 | 57,94 |
| 149 | 20,25 | 20,1 | 17,21 | 19,49 | 15,63 | 14,77 | 56,03 | 15,68 | 418,92 | 14,46 | 12,49 | 11,54 | 54,19 | 57,26 | 63,66 |
| 240 | 19,88 | 19,92 | 17,07 | 19,37 | 15,59 | 14,72 | 95,5 | 17,23 | 458 | 14,58 | 12,53 | 11,62 | 80,63 | 87,97 | 90,4 |
| 316 | 19,85 | 19,88 | 17,01 | 19,37 | 15,57 | 14,72 | 118,24 | 18,2 | 495,3 | 14,67 | 12,57 | 11,71 | 101,4 | 113,34 | 107,62 |
| 336 | 19,9 | 19,95 | 17,05 | 19,47 | 15,65 | 14,75 | 136,45 | 19,05 | 482,4 | 14,73 | 12,6 | 11,79 | 112,11 | 127,13 | 117,61 |
| 385 | 19,83 | 19,9 | 17,02 | 19,43 | 15,64 | 14,76 | 187,26 | 20,66 | 534,31 | 14,88 | 12,67 | 12,06 | 147,75 | 173,61 | 148,34 |
| 460 | 19,84 | 19,87 | 16,98 | 19,46 | 15,64 | 14,76 | 245,2 | 20,3 | 574,1 | 15,16 | 12,72 | 12,96 | 271,13 | 338,9 | 255,7 |
| 550 | 19,69 | 19,74 | 16,87 | 19,36 | 15,54 | 14,67 | 15,58 | 23,17 | 14,93 | 14,77 | 12,67 | 13,63 | 380,5 | 469,5 | 353,9 |

| Cu2 | | | Ag1+parylen | | | Ag2 | | |
|-------|-------|-------|-------------|-------|------|-------|-------|-------|
| a | b | c | a | b | c | a | b | c |
| 17,63 | 15,7 | 14,44 | 7,9 | 10,7 | 9,9 | 5,33 | 7,6 | 7,02 |
| 30,21 | 26,71 | 24,78 | 7,34 | 9,91 | 9,33 | 5,98 | 9,5 | 8,35 |
| 118,8 | 75,5 | 68,4 | 7,6 | 9,9 | 8,3 | 6,3 | 9,7 | 9,19 |
| 0 | 1400 | 0 | 8,04 | 9,82 | 8,31 | 6,63 | 10,17 | 9,45 |
| 0 | 0 | 0 | 7,95 | 9,73 | 8,33 | 6,99 | 10,68 | 9,9 |
| 0 | 0 | 0 | 10,4 | 9,77 | 8,34 | 7,27 | 11 | 9,73 |
| 0 | 0 | 0 | 10,49 | 9,83 | 8,36 | 7,87 | 11,61 | 10,18 |
| 0 | 0 | 0 | 10,54 | 9,88 | 8,38 | 8,07 | 11,92 | 10,42 |
| 0 | 0 | 0 | 10,72 | 10,05 | 8,46 | 9,51 | 13,04 | 11,28 |
| 0 | 0 | 0 | 10,79 | 10,24 | 8,49 | 9,73 | 13,61 | 11,63 |
| 0 | 0 | 0 | 10,85 | 10,16 | 8,53 | 10,11 | 13,96 | 11,96 |
| 0 | 0 | 0 | 10,93 | 10,22 | 8,57 | 11,06 | 14,63 | 12,43 |
| 0 | 0 | 0 | 11,03 | 10,29 | 8,6 | 12,02 | 15,43 | 12,99 |
| 0 | 0 | 0 | 11,03 | 10,29 | 8,6 | 12,5 | 15,9 | 13,3 |

Poz. Teplotné cyklus od -10°C do 100°C, doba trvání jednoho cyklu 120min.

