VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta chemická

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Brno, 2018

Bc. Naďa Blažková



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

POVRCHOVÁ TOPOGRAFIE A-CSI:H VRSTEV PŘIPRAVENÝCH V KONTINUÁLNÍM REŽIMU PECVD

SURFACE TOPOGRAPHY OF A-CSI:H FILMS DEPOSITED BY CONTINUOUS WAVE PECVD

DIPLOMOVÁ PRÁCE MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Bc. Naďa Blažková

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.

BRNO 2018



Zadání diplomové práce

Číslo práce:	FCH-DIP1164/2017
Ústav:	Ústav chemie materiálů
Studentka:	Bc. Naďa Blažková
Studijní program:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
Vedoucí práce:	prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.
Akademický rok:	2017/18

Název diplomové práce:

Povrchová topografie a-CSi:H vrstev připravených v kontinuálním režimu PECVD

Zadání diplomové práce:

–Literární rešerše z oblasti plazmochemické depozice z plynné fáze (PECVD) a mikroskopie atomární síly (AFM).

-Praktické zvládnutí AFM, měření povrchové topografie a využití obrazové analýzy.

–Charakterizace povrchové topografie a–CSi:H vrstvy na křemíkové podložce v závislosti na výkonu pro vybranou tloušťku vrstvy.

-Charakterizace povrchové topografie a-CSi:H vrstvy na křemíkové podložce v závislosti na tloušťce vrstvy pro vybraný výkon.

Termín odevzdání diplomové práce: 7.5.2018

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí diplomové práce.

Bc. Naďa Blažková student(ka)

_ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _

prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D. vedoucí práce

_ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc. vedoucí ústavu

_ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _

_ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _ _

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D. děkan

V Brně dne 31.1.2018

ABSTRAKT

Diplomová práce se věnuje povrchové topografii a-CSi:H vrstev připravených v kontinuálním režimu plazmochemické depozice z plynné fáze (PECVD) na bázi monomeru tetravinylsilanu (TVS). Tenké vrstvy nacházejí široké využití v oblasti moderních technologií a jejich fyzikální a mechanické vlastnosti jsou ovlivněny metodou přípravy. V této diplomové práci byly tenké filmy deponovány na povrch křemíkového substrátu metodou plazmochemické depozice z plynné fáze s čistým prekurzorem TVS. Připravené vzorky byly topograficky charakterizovány pomocí mikroskopie atomární síly (AFM) a analyzována byla RMS drsnost, autokorelační délka a distribuce velikosti zrn na povrchu tenkých filmů. K charakterizaci byly připraveny dvě sady vzorků o různých výkonech a tloušťkách. Na základě výsledků byla vyhodnocena statistika objektů vyskytujících se na povrchu tenkých filmů připravených za různých depozičních podmínek.

ABSTRACT

The thesis describes surface topography of a-CSi:H films deposited by continuous wave plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) based on tetravinylsilane monomer (TVS). Thin films are completely used in many fields of modern technologies and their physical and mechanical properties are affected by thin film preparation techniques. In this thesis the thin films were deposited by PECVD method on silicon wafers with the pure TVS monomer. Deposited samples were topographically described and analyzed using atomic force microscopy (AFM). The main characteristics which were described are RMS roughness, autocorrelation function and a size distribution of grains on the thin film surface. Analysis was realized with two sets of samples with different powers and thickness. The main results were statistically evaluated like a mixture of object on the surface prepared in different deposition conditions.

KLÍČOVÁ SLOVA

Tenké vrstvy, plazmové polymery, PECVD, mikroskopie atomárních sil (AFM), RMS drsnost, autokorelační délka

KEYWORDS

Thin films, plasma polymers, PECVD, atomic force microscopy (AFM), RMS roughness, autocorrelation length

BLAŽKOVÁ, N. *Povrchová topografie a-CSi:H vrstev připravených v kontinuálním režimu PECVD*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2018. 79 s. Vedoucí diplomové práce prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych chtěla poděkovat svému vedoucímu diplomové práce prof. RNDr. Vladimíru Čechovi, Ph. D. za odborné rady, věnovaný čas, trpělivost a ochotu, které mi při vypracování této práce poskytl. Dále děkuji Ing. Martinovi Bráneckému za přípravu vzorků, Ing. Tomáši Plichtovi za pomoc při práci s mikroskopem atomárních sil a jeho obrazovou analýzou a panu Filipu Jakešovi za školení na AFM a technický support v průběhu zpracování práce. Velké poděkování patří mé rodině za veškerou podporu a pomoc ve studiu a jeho finančním zprostředkování.

Práce byla podpořena projektem 16-09161S (GAČR).

OBSAH

1	ÚVO	D	7
2	TEO	RETICKÁ ČÁST	8
	2.1 T	enké vrstvy	8
	2.2 P	lazmochemická depozice z plynné fáze	9
	2.2.1	Plazma	.10
	2.2.2	Mechanizmus plazmochemické depozice z plynné fáze	.12
	2.2.3	Depoziční podmínky	.14
	2.2.4	Technologická zařízení	.15
	2.2.5	a-CSi:H vrstvy	.16
	2.3 M	likroskopie atomárních sil	.17
	2.3.1	Princip AFM	. 18
	2.3.2	Instrumentace	. 19
	2.3.3	Měřící módy	. 22
	2.3.4	AFM hroty	24
	2.3.5	Obrazová analýza	25
	2.3.6	Artefakty	25
3	EXPI	ERIMENTÁLNÍ ČÁST	27
	3.1 P	oužité materiály a depoziční systém	27
	3.1.1	Substrát	27
	3.1.2	Vzorky	28
	3.1.3	Depoziční systém a aparatura	29
	3.1.4	Podmínky depozice	30
	3.2 N	Iikroskopie atomárních sil	30
	3.2.1	Mikroskop NTEGRA Prima/Aura	31
	3.2.2	AFM sondy	33
	3.2.3	Software Nova	34
4	VÝSI	LEDKY A DISKUZE	37
	4.1 P	ovrchová topografie	38
	4.2 R	MS drsnost	38
	4.2.1	Vliv velikosti skenované plochy na RMS drsnost	39
	4.2.2	Vliv efektivního výkonu na RMS drsnost	52
	4.2.3	Vliv tloušťky vzorku na RMS drsnost	54
	4.3 A	utokorelační funkce	57
	4.3.1	Vliv velikosti skenované plochy na autokorelační délku	58
	4.3.2	Vliv efektivního výkonu na autokorelační délku	62

	4.3.3 Vliv tloušťky vzorku na autokorelační délku	63
	4.4 Distribuce velikosti zrn na povrchu a-Csi:H vrstvy	64
5	5 ZÁVĚR	74
6	6 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	75
7	7 SEZNAM ZKRATEK	79

1 ÚVOD

Tenké vrstvy jsou charakteristické dvěma povrchy nacházejícími se v těsné blízkosti. Vzájemně se ovlivňují ve fyzikálních a mechanických projevech těchto materiálů. Tenké vrstvy se odlišují svými vlastnostmi od kompaktního materiálu a jejich tloušťka se pohybuje od desetin nanometrů do několika mikrometrů. Jejich využití má široký rozsah v moderních technologiích. Jsou zastoupeny v plochých displejích nebo v elektronice.

Tenké vrstvy se připravují mnoha technologickými metodami. Jednou z nich je plazmochemická depozice z plynné fáze (PECVD). Touto metodou je možné deponovat vrstvy s rozdílnými vlastnostmi přímo na povrch substrátu.

Mikroskopie atomární sily (AFM) je jednou z technik skenovací sondové mikroskopie, která se zaměřuje na povrchovou topografii těles a charakterizaci lokálních vlastností s vysokým rozlišením. AFM je univerzální technikou pro studium povrchu materiálů. AFM využívá ke svému měření sondu, která rastruje povrch vzorku ostrým hrotem umístěným na raménku. Silovým působením je umožněn kontakt mezi hrotem a povrchem vzorku. Povrchové síly mapují oblast vybranou pro měření. AFM může měřit ve dvou měřících módech, a to kontaktním a bezkontaktním módu. Vzorek je buď v přímém kontaktu s hrotem nebo pouze hrot vibruje nad povrchem vzorku. Výsledky měření na AFM jsou prezentovány ve formě topografických map, ze kterých je možné vyhodnotit data poskytující informace o povrchových vlastnostech vzorku.

Diplomová práce se zabývá studiem přípravy tenkých vrstev plazmových polymerů z organokřemičitého monomeru tetravinylsilanu (TVS) metodou PECVD. Dále je použita AFM jako analytická metoda pro studium charakterizace připravených tenkých vrstev a obrazová analýza pro vyhodnocení naměřených dat.

Experimentální část popisuje použité materiály a depoziční vysokovakuovou aparaturu, na které byly připraveny všechny vzorky měřené v této diplomové práci. Vzorky byly připraveny z monomeru TVS. Dále byl popsán mikroskop, na kterém byla provedena veškerá měření a programy, jež sloužily k vyhodnocení dat, která jsou uvedena v kapitole výsledky a diskuze.

Cílem této diplomové práce je charakteristika povrchové topografie a-CSi:H vrstev na křemíkové podložce v závislosti na výkonu pro vybranou tloušťku vrstvy a charakteristika a-CSi:H vrstvy v závislosti na tloušťce vrstvy pro vybraný výkon.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Tenké vrstvy

Technologie tenkých vrstev patří mezi odvětví technologií zažívající obrovský rozmach během posledních několika let. Jejich širokospektré využití v oblasti moderních technologií se používá k povrchovým úpravám různých substrátů. Nejčastější aplikace jsou v oblasti strojírenství, energetiky, elektroniky a optiky. Optické vrstvy se používají k antireflexnímu pokrytí čoček, na interferenční filtry nejrůznějšího druhu nebo k nanášení reflexních vrstev na zrcadla. V elektronice jsou především využívány na polovodičích a v mikroelektronice. Tenké vrstvy jsou aplikovány na ploché displeje na principu kapalných krystalů (LCD), plazmové displeje (PD) nebo elektroluminiscenční displeje (ELD) [1].

Tenká vrstva je charakterizována tím, že má dva povrchy blízko sebe. Jeden z jeho rozměrů je vždy podstatně menší než dva zbývající. Jejich vzájemný vliv má rozhodující význam v průběhu fyzikálních procesů a u vlastností materiálu. Jestliže povrch dominuje nad jeho objemem, jedná se o tenkou vrstvu. Znázornění na Obr. 1. Snižováním tloušťky vrstvy dochází ke změně některých charakteristických fyzikálních vlastností vrstvy, které se liší od vlastností kompaktního materiálu. Tloušťka tenké vrstvy je v rozmezí od 10 µm do 0,1 nm. Tenké vrstvy mohou být tvořeny látkami anorganickými, organickými, ale i hybridními v krystalických, polykrystalických nebo amorfních formách. Zároveň mohou být spojité či nespojité [1], [2].



Obr. 1: Tenká vrstva [2].

2.2 Plazmochemická depozice z plynné fáze

Plazmochemická depozice z plynné fáze je technologický proces pro přípravu tenkých vrstev. Tenké filmy jsou přímo deponovány na povrch substrátu. Během tohoto procesu narůstá velikost molekul z nízkomolekulárních (pro případ organických monomerů) ve vysokomolekulární (polymery) za energetické pomoci plazmatu, které zahrnuje aktivované elektrony, ionty a radikály. Plazmová polymerace není druhem polymerace. Plazmová polymerace je odlišná od polymerace konvenční, jako je radikálová a iontová. Obě skupiny polymerace ve výsledku poskytují rozdílné chemické a fyzikální vlastnosti, i když byly použity stejné výchozí monomery. Základní koncepce konvenční polymerace je založena na molekulárních procesech, při kterých velikost molekul narůstá. Uspořádání atomů v molekulách monomeru je dosaženo během organické syntézy monomeru. Během polymerace monomeru už většinou k přeuspořádání atomů nedochází. Na rozdíl od těchto molekulárních procesů, je formace polymeru v plazmatu považována za důsledek atomárních procesů. Jedná se tedy o atomární procesy, kdy jsou dominantní především kovalentní vazby mezi atomy. připravené plazmovou odlišné Materiály polymerací isou výrazně od konvenčních polymerů, znázornění na Obr. 2, a také od většiny anorganických látek. Jejich výhodou je nerozpustnost a netavitelnost. Plazmové polymery jsou většinou značně rozvětvené a vysoce zesíťované [3].



Obr. 2: Rozdíl mezi konvenčním a plazmovým polymerem [4].

Základem plazmové polymerace je depozice tenkých vrstev pomocí vybraného prekurzoru v zařízení s paralelními elektrodami. Kapacitně vázané plazma mezi elektrodami excituje molekuly prekurzoru do formy plazmatu včetně volných radikálů, což vyvolává chemickou

reakci a výsledkem je reakční produkt deponovaný na substrát. Substrát, který je umístěný na elektrodě, je typicky vyhříván na 250–350 °C. Záleží na požadavcích, které jsou na film kladeny. Nejčastějšími filmy nanášenými na substrát pomocí plazmové polymerace jsou nitrid křemíku (SixNy), oxid křemičitý (SiO₂), křemíkový oxynitrid (SiOxNy), karbid křemíku (SiC) a amorfní křemík (SiH₄). Oxid křemíku a nitrid křemíku jsou dielektrické (izolační) materiály, které se běžně používají při výrobě elektronických zařízení pro izolaci více vodivých vrstev, kondenzátorů a pro pasivaci povrchů [5].

Technologický proces pro přípravu tenkých polymerních vrstev za použití plazmatu se nazývá plazmochemická depozice z plynné fáze PECVD (*Plasma enhanced chemical vapour deposition*) [3], [6].

2.2.1 Plazma

Plazma je směs elektronů, negativně a pozitivně nabitých částic, neutrálních atomů a molekul. Plazma je považováno za čtvrté skupenství hmoty, přičemž jeho formace vyžaduje nejvyšší aktivační energii ve srovnání s pevným, kapalným nebo plynným skupenstvím. Teplota plazmatu a jeho hustota se pohybuje od poměrně chladného a řídkého až po horké a husté plazma. Běžné pevné látky, kapaliny a plyny jsou elektricky neutrální a příliš chladné nebo husté na to, aby byly v plazmatickém stavu [3].

V běžném životě se s plazmatem setkáváme jen velmi omezeně. Jedná se o případy jako jsou blesk, polární záře, zářivka, vysokotlaké výbojky, plamen či plazmové televize, jejichž komůrky jsou naplněné ionizovaným plynem. Plazma je nejběžnější formou hmoty. Ve hvězdách a řídkém prostoru mezi nimi tvoří přes 99 % viditelné části vesmíru a pravděpodobně většinu vesmíru, která je neviditelná [7].

K dosažení plazmatického stavu je nezbytné dodávat energii k ionizaci. Při zvyšování teploty plynu kinetická energie atomů narůstá. Vzájemné srážky způsobují jejich ionizaci. Dochází k vytvoření dvojice elektron a kladný iont. K ionizaci dojde tehdy, jestliže je velikost energetického zisku větší než ionizační potenciál samotného atomu nebo molekuly, který interagoval s jinou částicí a získal tak energii. Jestliže je velikost energetického zisku menší než ionizační potenciál, nastane excitace atomu nebo molekuly. Znázornění přechodů fázových stavů na Obr. 3. [3], [7].

Plazma se rozděluje dle stupně ionizace na slabě a silně ionizované plazma. Tato klasifikace charakterizuje fyzikální vlastnosti plazmatu. Při srážkách nabitých částic s neutrálními molekulami plynu je energie vzájemného působení daná polarizačními silami, jejichž potenciální energie klesá se vzdáleností r jako r^{-4} . Polarizační síly souvisí s polarizací

molekul v elektrickém poli nabité částice, kde indukovaný elektrický dipól přitahuje nabitou částici. V silně ionizovaném plazmatu je charakter silového působení mezi nabitými částicemi daný Coulombovým zákonem, podle kterého má interakce dosah na delší vzdálenosti, protože potenciální energie klesá jako *r*⁻¹. Slabě ionizované plazma je tedy plazma, ve kterém je hustota nabitých částic zanedbatelně malá v porovnání s hustotou neutrálních molekul (atomů). Nabité částice se tedy převážně srážejí s neutrálními molekulami. V silně ionizovaném plazmatu převládá hustota nabitých částic, proto dominují právě srážky mezi částicemi nabitými [7], [8].



Obr. 3: Přechody fázových stavů [3].

Dle teploty rozlišujeme plazma vysokoteplotní (silně ionizované plazma) a nízkoteplotní, které se dále dělí na studené (neizotermické) a horké plazma. Rozdělení je určeno v Tab. 1. Plazmatické technologie pro depozici tenkých vrstev využívají nízkoteplotní plazma [8].

Tab. 1: R	ozdělení plazmat	u podle teploty.	T_e je teplota e	lektronů, T_i je tepl	lota iontů a T je to	eplota neutrálních	částic [8]
-----------	------------------	------------------	--------------------	-------------------------	----------------------	--------------------	------------

Nízkoteplotní plazma (LTP)			Vysokoteplotní plazma (HTP)
	Horké LTP $T_e \approx T_i \approx T \le 2 \cdot 10^4 \text{ K}$	Studené LTP $T_i \approx T \approx 300 \text{ K}$ $T_i \ll T_e \leq 10^5 \text{ K}$	$T_i pprox T_e \ge 10^7 \; \mathrm{K}$
	obloukový výboj za normálního tlaku	nízkotlaký doutnavý výboj	fúzní plazma

2.2.2 Mechanizmus plazmochemické depozice z plynné fáze

Reakční mechanizmus plazmové polymerace je svojí podstatou odlišný od konvenční radikálové polymerace, přestože radikály jsou aktivní skupiny pro polymeraci. Plazmová polymerace z plynné fáze je stupňovitou reakcí mezi radikály. Tyto reakce u plazmové polymerace dominují. Příprava konvenčního polymeru zahrnuje několik kroků, které jsou v případě plazmového polymeru nahrazeny jednokrokovým procesem, pro který stačí využít jednoduchý plyn, který ani často není považován za monomer pro polymeraci [3], [6].

Konvenční polymer se připravuje syntézou monomeru, přípravou polymeru polymerací z monomeru, přípravou roztoku pro nanášení vrstvy, čištěním a přípravou substrátu, aplikací roztoku na substrát, následným sušením a vytvrzením.

Oproti tomu plazmový polymer sestává ze tří rozdílných procesů:

- 1. chemická aktivace molekuly prostřednictvím elektronové nárazové disociace,
- 2. transport vytvořených radikálů k substrátu,
- 3. jejich chemická reakce na povrchu vrstvy plazmového polymeru [6].

Proces tvorby tenké vrstvy znázorněn na Obr. 4.



Obr. 4: Proces tvorby tenké vrstvy plazmového polymeru [6].

Radikálové řetězové reakce prostřednictvím radikálů, biradikálů, dvojných a trojných vazeb mohou probíhat pouze zřídka vzhledem k nízké polymerační teplotě. Polymerační teplota je funkcí tlaku a většina monomerů vykazuje při tlacích 1-100 Pa nižší polymerační teplotu než

při 1 atm. Konvenční radikálová polymerace je řetězovou reakcí. Dochází k adici molekul k reaktivním centrům. Odlišnost v reakčních mechanismech je příčinou odlišných chemických a fyzikálních vlastností těchto dvou typů polymerů, přestože byl použit stejný výchozí monomer.

Koncepce atomové polymerace poukazuje na to, že elementární reakce, ke kterým dochází v plazmové polymeraci, ie štěpení monomerů, tvorba aktivních radikálů a rekombinace aktivovaných fragmentů. Jestliže se fragmentace a rekombinace odehrává v plazmě, výchozí molekuly pro plazmovou polymeraci nemusí být pouze nenasycené sloučeniny jako je vinyl, ale i nasycené. Rozsah fragmentace molekul monomeru na aktivované malé fragmenty je dán energetickou úrovní plazmatu a charakterem původních molekul. Proto také plazmové polymery vykazují rozdílné chemické složení, jestliže plazmová polymerace probíhá za různých depozičních podmínek i v případě, že jsou použity stejné výchozí molekuly pro polymeraci. Těmi jsou proud monomeru, výkon generátoru, tlak nebo geometrický faktor [3].

Fragmentace výchozích molekul v plazmatu je reprezentována dvěma typy reakcí:



Obr. 5: Eliminace vodíku [3].



Obr. 6: Rozštěpení vazby C-C [3].

Eliminace vodíku se významně podílí na tvorbě polymeru během procesu plazmové polymerace. Plynná fáze uzavřeného systému po plazmové polymeraci uhlovodíků je složena převážně z vodíku a množství vodíku eliminované plazmou v plynné fázi se zvyšuje zvýšením počtu atomů vodíku v uhlovodíku. Atomy vodíku jsou eliminovány plazmatem z monomerů za vzniku monoradikálů M_i ° a biradikálů M_k ° [3].

Mechanizmus plazmové polymerace je složen ze dvou cyklů. Monoradikál Mi[•] se aduje na monomer za vzniku nového radikálu M_i-M[•] (reakce 1). Monoradikál M_i[•] se také rekombinuje s monoradikálem M_i^{\bullet} za vzniku neutrální molekuly M_i - M_i (reakce 2) nebo s biradikálem M_k^{\bullet} M_k vzniku monoradikálu $M_i - M_k^{\bullet}$ (reakce 3). Biradikál za se aduje na monomer za vzniku nového biradikálu M_k - M^{\bullet} (reakce 4). Biradikál M_k^{\bullet} se rekombinuje s biradikálem M_j^{\bullet} za vzniku nového biradikálu $M_k - M_j^{\bullet}$ (reakce 5). Nová neutrální molekula M_i-M_i je znovu aktivována pomocí plazmatu za vzniku mono či biradikálu. Toto je cyklus I. V cyklu II se nově vzniklé monoradikály M_i - M_k^{\bullet} a biradikály M_k - M_i^{\bullet} dále rekombinují za tvorby rozsáhlejších radikálů. Schéma mechanizmu reakcí při tvorbě plazmových polymerů znázorňuje Obr. 7 [3].



Obr. 7: Mechanizmus reakcí při tvorbě plazmových polymerů [6].

2.2.3 Depoziční podmínky

Depoziční podmínky v nízkoteplotním plazmatu mohou mít vliv na vlastnosti výsledných vrstev připravených metodou PECVD. Jejich parametry se projeví na mechanických vlastnostech jako je modul pružnosti a tvrdost. Zvýšením teploty substrátu, plazmového výkonu a snížením tlaku v komorovém plynu dojde ke zvýšení modulu pružnosti a tvrdosti. Mezi mechanickými vlastnostmi hustotou filmů je silná [9]. а korelace Vztahy mezi podmínkami depozice, růstovými mechanizmy, mikrostrukturou a vlastnostmi filmu nejsou prozatím plně pochopeny. Nyní se obecně připouští, že energie iontů ovlivňujících

růstový povrch během nanášení má rozhodující roli v mikrostruktuře filmu, což určuje jeho vlastnosti [10].

Typické depoziční podmínky jsou uvedeny v Tab. 2.

Tab. 2: Typické depoziční podmínky [3].

Frekvence	$10^3 - 10^9 \text{ Hz}$
Výkon	10 - 500 W
Depoziční tlak	$10^{-1} - 10^2 \text{ Pa}$
Průtok plynů/par monomeru	1 – 100 sccm
Depoziční doba	1 – 30 min
Depoziční rychlost	$0,1-10~\mu\mathrm{m}\cdot\mathrm{h}^{-1}$

2.2.4 Technologická zařízení

Technologie nanášení tenkých vrstev na substrát vyžaduje hluboké vakuum a k dosažení plazmového stranu je dodávána ionizační energie z vnějšího energetického zdroje. Abychom udrželi plazmový stav, musí být použito nízkého tlaku 1-10⁻² torr. Zdrojem vakua je nejčastěji rotační olejová nebo difúzní vývěva.

Pro generaci plazmatu musí být zajištěny tři základní položky: energetický zdroj pro ionizaci, vakuový systém pro udržení plazmového stavu a reakční komora. Obecně je nejčastěji využívaná energie pro ionizaci elektrická.



Obr. 8: Typický kapacitně vázaný systém pro plazmovou polymeraci [3].

Pro generaci nízkoteplotního plazmatu při nízkých tlacích se využívá stejnosměrných proudů s frekvencemi 50-60 Hz nebo střídavých proudů o frekvenci 10-20 kHz (audio frekvence), 13,56 MHz (radio frekvence) nebo 2,45 GHz (mikrovlnná frekvence). Tato elektrická energie je do atomů a molekul dodávána párem elektrod umístěných v reakční komoře kapacitně vázaným způsobem s elektrickými generátory. Typický kapacitně vázaný systém pro plazmovou polymeraci je znázorněn na Obr. 8. Nejčastější reakční komory jsou zvonové nádoby nebo válcové komory ze skla či nerezové oceli. Zvonová nádoba je vhodná pro plošné substráty, válcové komory spíše pro vláknité substráty [3].

2.2.5 a-CSi:H vrstvy

Plazmové polymery na bázi organokřemičitanů jsou molekuly obsahující nejméně jeden atom křemíku a organické skupiny, kde se nejčastěji objevují atomy uhlíku, kyslíku, dusíku a vodíku. Literatura založená na organokřemičitanech zaznamenala velký pokrok a je velice bohatá. Výzkum plazmových polymerů byl vysoce rozvinut na konci 70. let a na počátku 80. let byl aplikován do vývoje mikroelektronických technologií. Tyto technologie se týkají převážně křemíku a materiálů na bázi křemíku (SiO₂, Si₃N₄...). Organokřemičité prekurzory jsou využívány k depozici těchto produktů. Filmy vytvořené z organokřemičitanů mají pozoruhodné optické, mechanické a elektrické vlastnosti, které jsou následně využity v jejich aplikacích jako jsou povrchové úpravy, filmy odolné vůči poškrábání, planární světlovody, dielektrické filmy pro kondenzátory nebo intermetalické izolace v integrovaných obvodech. Organokřemičité prekurzory jsou obecně stálé, netoxické, komerčně dostupné a relativně levné.

Nejčastěji používané monomery jsou hexamethyldisiloxan (HMDSO) a tetraethoxysilan (TEOS). Monomery se užívají samostatně nebo často také ve směsi s vzácným plynem jako je argon nebo s aktivním plynem jako je kyslík nebo oxid dusný. Přehled organokřemitanů používaných při PECVD je uveden v Tab. 3 [11].

Amorfní hydrogenační povlaky z karbidu křemíku (a-SiC:H) se vyznačují vynikajícími optickými, elektronickými a mechanickými vlastnostmi. Nejčastějším způsobem nanášení vrstev je PECVD za použití kapalných prekurzorů [12]. Tato technika umožňuje vysoký stupeň depozice za použití plazmy k chemické depozici prekurzorů křemíku, vodíku a uhlíku, jako jsou organosilany. Obecně platí, že SiC filmy nanesené PECVD při nízké teplotě jsou hydrogenované. Hydrogenované a-SiC povlaky vykazují odlišné mechanické vlastnosti ve srovnání s nehydrogenovanými, které jsou deponovány za vysokých teplot [13]. Mikrostrukturu a mechanické vlastnosti a-SiC:H povlaků je možno řídit vhodnou volbou parametrů při depozici. Například jejich tvrdost může být měněna změnou poměru

Si/C s maximem získaným v poměru Si/C blízko k jednotce [14]. Typickými vlastnostmi jsou nízký koeficient tření, vysoká mechanická pevnost, odolnost proti korozi, vysoká tvrdost a tepelná stabilita [15].

Název	Zkratka	Vzorec
Hexametyldisiloxan	HMDSO	(CH3)3Si-O-Si(CH3)3
Tetraetoxysilan	TEOS	(C2H5-O)4Si
Tetrametyldisiloxan	TMDSO	H-Si(CH3)2-O-(CH3)2Si-H
Divinyltetrametyldisiloxan	DVTMDSO	Me-Si-O-Si-Me
Metyltrimetoxysilan	TMOS	(Me) ₃ -Si-(OCH ₃) ₃
Oktametylcyklotetrasiloxan	OMCATS	Si4O4(CH3)3
Bis(trimetylsilil)metan	BTMSM	(CH3)3Si-CH2-Si(CH3)3
Hexametyldisilazan	HMDS	(CH3)3Si-Si(CH3)3
Tetrametylsilan	TMS	Si(CH ₃) ₄
Tris(dimetylamino)silan	TDAS	[(CH3)2N]3Si-H
Tetrakis(dimetylamino)silan	TDMAS	(N(CH3)2)4Si
hexametylcyklotrisilazan	HMCTSN	Si3(NH)3(CH3)6

Tab. 3: Organokřemičitany používané při PECVD [11].

2.3 Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscopy, AFM) byla poprvé použita roku 1986 Gerdem Binnigem, Calvinem F. Quatem a Chrostopherem Herberem [16]. AFM je jednou z technik patřících mezi skenovací sondové mikroskopie (Scanning Probe Microscopy, SPM). Těmito metodami se lze zaměřit na povrchovou topografii tuhých těles a charakterizaci lokálních vlastností s vysokým rozlišením, které spadá až do atomárních rovin. Technikami SPM je možné analyzovat povrch vzorku jak v horizontálním, tak ve vertikálním směru. AFM je univerzální technikou pro studium povrchu materiálů. Obrovskou výhodou mikroskopie atomárních sil je možnost měření vzorku, aniž by vykazoval vodivost. Vzorky tedy nemusí být vodivé ani opticky transparentní, což jiné techniky SPM vyžadují [17]. AFM bývá využívána ke studiu izolantů a polovodičových materiálů [18].

AFM nalézá široké uplatnění především v materiálových a biologických vědách. Pomocí mikroskopie atomárních sil je možné analyzovat jemné vzorky biologických materiálů v jejich přirozeném prostředí. Při studiu biologických preparátů dominuje AFM oproti elektronové

mikroskopii schopností pozorovat vzorek v kapalině s jeho minimální fixací [19]. AFM je metoda vhodná pro studium tenkých vrstev. Podílí se na stanovení morfologie a povrchové topografie. Další velice významnou technikou v oblasti nanotechnologií je skenovací tunelová mikroskopie (Scanning Tunnel Microscopy, STM), která efektivně studuje povrch s prostorovým rozlišením v řádu atomů. Obě tyto techniky pracují na principu SPM.

Analýza povrchu mikroreliéfů a jeho lokálních vlastností je prováděna SPM, která užívá speciálně upravené hroty ve formě jehly. Velikost pracovní části takových hrotů je asi 10 nm. Obvyklá vzdálenost mezi hrotem a povrchem je kolem 0,1-10 nm. Mezi hrotem a povrchem dochází k různým interakcím, kterých je využíváno v odlišných typech sondových mikroskopií. Například STM je založena na jevu tunelového proudu mezi kovovou jehlou a vodivým vzorkem [17].

2.3.1 Princip AFM

AFM využívá k měření sondu, která rastruje povrch vzorku ostrým hrotem. Parametry hrotu jsou ve velikosti mikrometrů v jeho délce a průměrem špičky hrotu okolo 10 nm. Hrot je umístěn na konci raménka (cantilever), které je dlouhé 100 až 200 µm. Vzájemné silové působení mezi hrotem a povrchem vzorku způsobuje ohyb a odklon raménka. Ke správnému měření je nutno započítat i síly, které mění vzájemnou polohu hrotu a vzorku. Povrchové síly jsou mapovány těsným přiblížením hrotu k povrchu a přitažlivé nebo odpudivé síly ohýbají raménko. Toto ohnutí je snímáno citlivým, laserovým snímačem. Díky tomu je možné počítačově vygenerovat povrchovou topografii vzorku [18].

Principem AFM je tedy měření interakční síly mezi hrotem a povrchem vzorku pomocí speciálních sond, které jsou tvořeny elastickým raménkem s ostrým hrotem na jeho konci. Na základě měření výchylky raménka lze vyhodnotit interakční sílu mezi povrchem a hrotem [17]. Tyto síly působí i u jakéhokoliv vzorku nezávisle na jeho vodivosti. Další výhodou oproti ostatním metodám SPM je mapování stavů nad Fermiho energií. Síly ohýbající raménko mohou být různé fyzikální podstaty [18]. Při měření jsou však nejvíce podstatné elektrostatické přitažlivé Van der Waalsovy které působí dlouhou vzdálenost síly, na a odpudivé interakce mezi molekulami působící na krátkou vzdálenost. Znázorněno na Obr. 9. Tyto síly působí na raménko s hrotem a umožňují tak jeho vychýlení [17].

V závislosti na vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem může být působící síla přitažlivá nebo odpudivá. V malých vzdálenostech se mohou uplatňovat lokální interakce nejbližších okolních atomů, což vede k nedokonalému odstínění jader a Coulombickému odpuzování. Celková závislost sil je vyjádřena z Lennard-Jonesova potenciálu "6-12"

$$U(r) = \varepsilon \left[\left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} - \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 \right], \tag{1}$$

kde ε je konstanta, r je vzdálenost a r_0 je konečná vzdálenost, při níž má potenciál nulovou hodnotu [20].



Obr. 9: Závislost meziatomových sil mezi vzorkem a hrotem [18].

2.3.2 Instrumentace

AFM funguje na principu skenování povrchu řádek po řádku, přičemž dochází k ohybu raménka, díky kterému je možné vyhodnotit interakční sílu mezi povrchem vzorku a hrotem. Hrot se pohybuje ve třech osách *x*, *y* a *z*, za pomocí piezokeramických převodníků [17].

Nedílnou součástí mikroskopu je pohybové zařízení neboli piezoelektrický skener (Obr. 10). Umožňuje přibližování hrotu a vzorku a při měření s konstantním proudem nebo silou je i nositelem měronosného signálu. Jsou na něj kladeny vysoké nároky, jelikož odpovídá za přesnost měření. Skener je složen ze dvou částí poskytující hrubý a jemný posuv. Pro přiblížení hrotu ke vzorku je používán hrubý (makroskopický) posuv a pro dosažení vysoké přesnosti je užíván jemný posuv z piezoelektrického krystalu. Hrubého posuvu dosáhneme šroubem s redukčním mechanizmem (pákovým, pružinovým nebo ozubeným převodníkem) nebo přímým pohybem šroubu. Šrouby mají přesně definovaný krok, ale je nutné je doplnit krokovým motorem. Dalším způsobem, jak zrealizovat hrubý posuv je chodítko ("inchworm"). Chodítka jsou tvořena dvěma kolmými piezoelektrickými destičkami, na které jsou napojeny vodivé nožičky oddělené od podkladové vodivé desky vrstvou izolantu s vysokou permitivitou. K pohybu dochází postupným elektrickým přichycováním nožiček a následnou aktivací některé piezoelektrické destičky. Poslední možností hrubého posuvu jsou kluzně. Využívají smýkavého pohybu různou rychlostí v opačných směrech. Mechanizmus pro hrubý posuv je ovlivněn podmínkami, za kterých bude prováděno měření. Pro manipulaci během měření slouží jemný posuv. Jemný posuv je vždy realizován piezoelektrickými materiály. Piezoelektrické skenery na Obr. 10 jsou sestaveny pro pohyb ve třech osách. AFM nejběžněji využívá trubičkový skener. Jedná se o dutou trubičku, jejíž vnitřní elektroda je souvislá a uzemněná a vnější je rozdělena na čtyři symetrické části, kde protilehlé elektrody jsou stejného napětí. Po přiložení stejného napětí na vnější elektrody dojde k protažení trubičky v ose *z.* Po přiložení rozdílného napětí dojde k ohybu trubičky v ose *x* nebo y [18].



Obr. 10: Piezoelektrický skener [21].

Další podstatnou částí AFM je raménko a hrot na Obr. 11. Hrot je v interakci s povrchem vzorku a raménko zprostředkovává informaci o síle, která je snímána díky hrotu. Hroty jsou vyrobeny z dopovaného křemíku, oxidu křemičitého nebo nitridu křemíku. Za účelem vyššího rozlišení mohou být modifikovány. Raménko slouží jako senzor působící síly. Jsou na něj kladeny požadavky vysoké rezonanční frekvence a malé setrvačnosti. Abychom dosáhli vysoké citlivosti na malé síly, raménko musí být snadno ohebné a musí mít vhodný tvar. Nejčastějším provedením je tvar V a X. Hrot by měl být vždy nejnižším místem celého raménka. Hrot ani raménko nemusejí být vodivé, musejí však být upraveny k detekci. AFM vyžaduje ostrý hrot a raménko s optimalizovanou tuhostí [17], [18].

Raménko s hrotem se umisťují do hlavy AFM.



Obr. 11: Raménko s hrotem [22].

Elektronickou součástí mikroskopu je počítač, který slouží k řízení měření, zpracování a interpretaci dat. Je nutné, aby vykazoval nízkou úroveň šumu. Je nutné dbát na správné zapojení všech součástí mikroskopu a nastavení parametrů pro měření tak, abychom dosáhli co nejkvalitnějšího signálu s minimálním šumem [18].

Optickou součástí mikroskopu, viz Obr. 12, je laserový paprsek. Laserový paprsek je zaměřen na raménko, od něhož se odráží a dopadá na fotodiodu, která je rozdělena na čtyři díly. Čtyřdílné fotodiody se využívají jako fotodetektory citlivé na polohu. Jakmile dojde k vychýlení raménka s hrotem, laserový paprsek se odrazí ze středu fotodiody a následně dojde ke změně intenzit dopadajících na čtyřdílnou fotodiodu. Optickým systémem mohou být měřeny dvě veličiny: ohýbání raménka způsobené přitažlivými nebo odpuzujícími silami a torze raménka v důsledku postranních složek interakčních sil hrotu a povrchu [17].



Obr. 12: Schematické znázornění optického systému a dopadajícího paprsku na raménko AFM [17].

2.3.3 Měřící módy

K získávání obrazů v AFM se využívají dvě metody. Měření probíhá buď v kontaktním (kvazistatickém) nebo v bezkontaktním (oscilačním) módu.

V kontaktním módu je hrot v přímém kontaktu s povrchem vzorku a síla (přitažlivá nebo odpudivá) působící mezi hrotem a povrchem je vyrovnávána silou elastickou, která je vytvářena vychylováním raménka. Raménko používané v kontaktním módu má relativně malou tuhost, což umožňuje vysokou citlivost a zabraňuje nežádoucímu vlivu špičky hrotu na povrch vzorku. může Měření v kontaktním módu být prováděno za konstantní síly, na Obr. 13, nebo v konstantní průměrné vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem, na Obr. 14. Během skenování je zajištěno konstantní prohnutí raménka, a tudíž i hodnota interakční síly. Skenování v kontaktním módu za konstantní průměrné vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem je běžně využíváno na vzorky s malou drsností povrchu. V tomto módu se hrot pohybuje v určité průměrné výšce nad vzorkem a zaznamenává ohyb raménka v každém bodě. Tento ohyb je úměrný aplikované síle. Snímek AFM v tomto případě vysvětluje prostorové rozložení interakčních sil [17].



Obr. 13: Měření pomocí AFM v režimu konstantní síly [17].

Bezkontaktní mód, viz Obr. 15, se využívá pro měření měkkých vzorků. Raménko s hrotem vibruje v blízkosti povrchu vzorku. Vzdálenost mezi hrotem a vzorkem během měření se pohybuje v řádu jednotek až desítek nm. Síla mezi hrotem a vzorkem je ve srovnání s kontaktním režimem malá. Proto je nutné, aby raménko bylo dostatečně tuhé, aby nedošlo k poškození vzorku při měření. Hrot se pohybuje v oblasti přitažlivých van der Waalsových sil

a raménko s hrotem je rozkmitáno na frekvenci, která se nachází blízko jeho frekvenci rezonanční. Zpravidla jde o hodnoty 100 až 400 kHz. Detekovány jsou změny v rezonanční frekvenci nebo amplitudě kmitů raménka při přibližování nebo oddalování hrotu od povrchu. Metoda bezkontaktního módu je velice citlivá. Výhodou bezkontaktního režimu je šetrnost vůči hrotu, který se neopotřebovává. Bezkontaktní mód je vhodný i pro biologické vzorky, kde může dojít k ušpinění hrotu. Oscilační mód je v AFM upřednostňován [17], [18].



Obr. 14: Měření pomocí AFM v režimu konstantní vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem [17].



Obr. 15: Měření v bezkontaktním módu [23].

2.3.4 AFM hroty

Základními požadavky na hroty jsou flexibilita pro různá měření, stabilita a ekonomická reprodukovatelnost. Hroty pro AFM musejí být z chemicky čistého materiálu a nemusejí být vodivé. Obvykle jsou vyráběny z křemíku nebo nitridu křemíku. Oba druhy se liší způsobem přípravy. Tvar hrotu vychází z výrobního procesu a záleží na vlastnostech materiálu, ze kterého je hrot vyroben. Křemíkové kuželové hroty, ukázka na Obr. 16, se zpravidla vyrábějí odleptáním křemíku kolem čepičky z oxidu křemičitého. Vykazují však náchylnost ke zlomení. Oproti tomu pyramidální či tetraedrální geometrie hrotu, na snímku na Obr. 17, se zdají být odolnější. Křemík může být doplněn příměsemi, což je výhodou pro elektrické aplikace AFM. Hroty mohou být vyráběny také selektivní depozicí, kdy je na povrch křemíku nanesena maskovací vrstva, vytvoří se čtvercový otvor a pyramida se proleptá do křemíku. Metodou chemické depozice z par se na povrch křemíku nanese vrstva wolframu. Další možnou metodou je leptání iontovým svazkem [17], [18].



Obr. 16: Kuželový hrot [24].



Obr. 17: Pyramidální hrot [25].

2.3.5 Obrazová analýza

Veškeré výsledky měření AFM jsou prezentovány ve formě obrazu. Naměřená data jsou však ne vždy použitelná k vyhodnocení. Před konečným vyhodnocením je nutné provádět velké množství úprav a nastavení při zpracovávání obrazu. Některé úpravy je nutno provádět už během snímání obrazu [18].

Jednou z metod, jak zvýraznit strukturu je její ořezání nebo ekvalizace histogramu. Výškové rozložení obrazu není ve všech bodech stejné, a proto není plně využit dynamický rozsah použité barevné stupnice, protože hodnoty sobě blízké jsou zobrazeny téměř či úplně shodnou barvou. Drobné rozdíly v tomto případě zanikají. Proto je nutné obraz upravit způsoben, kdy dojde k rovnoměrnému rozložení výšky a zvětšení intervalu, který pokrývá. Výsledný obraz je poté vizuálně lépe hodnotitelný. Ořezání obrazu je vhodné pro posouzení morfologie objektů, ale také z obrazu odstraňuje detaily v oblastech s hodnotami pod minimem a nad maximem ořezání. Ekvalizace naopak v obrazu ponechává všechny detaily, ale pracuje s jejich barevným podáním tak, aby výsledné zastoupení všech úrovní bylo přibližně stejné.

Další nezbytnou úpravou obrazu je korekce pozadí. Běžně se využívá odečet pozadí, který je vhodný pro studium drsnosti povrchu. V případě, že se na obrazu objevují artefakty, touto metodou je možné je odstranit. Vzorek se běžně také nepodaří umístit rovnoběžně s rovinou skenování. V tomto případě se do obrazu promítá sklon, který způsobuje výškové rozdíly v porovnání se studovanými rysy na povrchu vzorku. Viditelnost obrazu se zvyšuje proložením pozadí. Proložení jednotlivých řádků může poskytovat kvalitní výsledky, ale také mlže přidávat artefakty. Ty je však možné odstranit. Proložení se tedy provádí tak, že se snažíme odstranit pouze pozadí projevující se v celém obraze. Nesnažíme se měnit tvar částic. Některé oblasti proto vyloučíme. Takto tedy můžeme odstranit meziřádkové skoky i sklon vzorku [18].

2.3.6 Artefakty

V průběhu měření se setkáváme s artefakty. Jde o objekty, které jsou na snímku zobrazeny, přestože ve skutečnosti neexistují. Jedná se o stíny, vzniky hřebenů a jiné. Těchto problémů ovlivňujících měřené snímky je možné se zbavit změnou způsobu snímání (změna rychlosti, otočení).

Každý bod v obraze nepředstavuje pouze tvar povrchu, ale je udáván prostorovou konvolucí povrchu a hrotu. Z tvaru hrotu vyplývají nejběžnější artefakty. Každý obrazový bod v obraze představuje prostorovou konvoluci tvaru hrotu a tvaru zobrazovaného detailu povrchu.

Čím ostřejší hrot, tím je tvar příslušné nerovnosti věrnější. Na kvalitu obrazu má vysoký vliv kvalita hrotu a raménka. Především jejich znečištění a geometrie. Raménko a hrot jsou velice citlivé na dotek, takže jakýmkoliv náhodným dotykem dojde ke změně geometrie. Znečištění je způsobováno především oxidací, uchycováním adsorbátů a sběrem atomů z povrchu. Oxidy a adsorbáty na zadní stěně raménka mají vliv na topografii a snižují detekční signál.

Do obrazu je promítán šum, který vzniká v tunelovacím přechodu. Šum lze eliminovat stíněním přechodu před rozptýleným elektromagnetickým polem. Jedním z druhů šumu mohou být interference, které se projevují jako rovnoběžné proužky.

Nezbytností je také správné nastavení zpětné vazby. Je-li příliš silná, mohou nastat oscilace. V obraze se následně objeví chybná periodická struktura [18].

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Použité materiály a depoziční systém

Vzorky topograficky charakterizované v této práci byly připraveny metodou PECVD. Výchozím monomerem pro plazmovou polymeraci byl tetravinylsilan (TVS) s funkčním vzorcem Si(CH=CH₂)₄. TVS o čistotě 97 % byl dodán firmou Sigma-Aldrich. Jedná se o organokřemičitý prekurzor s vysokým podílem vinylových funkčních skupin, které jsou vhodné pro chemickou vazbu s polyesterovou matricí používanou v kompozitních materiálech. Na Obr. 18 je molekula TVS znázorněna jako 3D model z programu ChemSketch.



Obr. 18: 3D model molekuly tetravinylsilanu.

3.1.1 Substrát

Vrstvy připravené pomocí PECVD byly deponovány na substrát, kterým byly destičky z oboustranně leštěného křemíku s krystalografickou orientací (1 0 0) a rozměry $10 \times 10 \times 0.6$ mm. Na povrchu waferu se nachází vrstva oxidu křemičitého. Materiál pro substrát byl dodán firmou ON Semiconductor Czech Republic, s. r. o. z Rožnova pod Radhoštěm. Křemíkové destičky o průměru 4 palce jsou prvně nařezány pomocí laseru, a nakonec rozlámány na vzorky o požadovaných rozměrech. Před depozicí jsou tyto substráty očištěny v ultrazvukové lázni s analytickým etanolem po dobu 15 min. Pro testování již nadeponovaných vrstev byly substráty nalepeny na kruhové ocelové podložky s průměrem 12 mm. Kruhové podložky se

vzorkem jsou znázorněny na Obr. 19. Dodány firmou Ted Pella, Inc. Nalepeny byly pomocí malé kapky rychle trvrdnoucího kyanoakrylátového lepidla Loctite 495 od firmy Henkel.



Obr. 19: Kruhová podložka s nalepeným vzorkem.

3.1.2 Vzorky

Pro měření byly zhotoveny dvě sady vzorků. První sada byla připravena za různých výkonů a druhá sada s odlišnými tloušťkami. Měřeny tak byly výkonová a tloušťková série. V Tab. 4 je přehled a značení vzorků.

	Výkonová sér	ie	Tloušť ková série				
Název	Název Výkon [W] Tloušťka [µm]			Název Výkon [W]			
A 3855	10	1,1098	A 3730	50	0,1383		
A 3851	20	1,0204	A 3729	50	0,5795		
A 3818	35	0,9644	A 3819	50	0,9992		
A 3819	50	0,9992	A 3731	50	4,7525		
A 3849	70	1,0002	-	-	-		

Tab. 4: Měřené vzorky a jejich hlavní parametry.

3.1.3 Depoziční systém a aparatura

K depozici plazmových polymerů byla použita vysokovakuová aparatura A3 konstruovaná pro kapacitně vázané plazma (CCP) a plazmochemickou depozici tenkých vrstev na plošných substrátech. Celá aparatura je složena z nerezové oceli (AISI 304 a 321) od firem Pfeiffer Vacuum a Vakuum Praha, s. r. o. Jednotlivé součásti jsou spojeny vakuovými měděnými těsněními od stejných firem nebo vakuovými "o-kroužky" z Vitonu (fluorovaný elastomer) od firmy DuPont.

Vysokovakuový systém byl navržen s mezním tlakem 10^{-5} až 10^{-6} Pa. Samotná depozice je prováděna při procesním tlaku od 10^0 po 10^2 Pa. Před depozicí je nutné dosáhnout vysokého vakua, aby zbytkové plyny neovlivnily chemické složení a strukturu deponované vrstvy. K tomu slouží čerpací systém vývěv. Systém je složen ze suché šnekové vývěvy TriScroll 300 od firmy Varian, která čerpá rychlostí 210 l/s. Vytváří primární vakuum až do hodnoty 1 Pa. K vytvoření vysokého vakua slouží turbomolekulární vývěva TPU 261 od firmy Pfeiffer Vacuum, která je zapojena s čerpací rychlostí 170 l/s a je schopna čerpat do tlaku < $5 \cdot 10^{-8}$ Pa.



Obr. 20: Schéma vysokovakuové A3 aparatury [26].

Schéma aparatury je znázorněno na Obr. 20. Hlavní část aparatury je tvořena cylindrickou reakční komorou o průměru a výšce 250 mm (DN250). Uvnitř komory se nacházejí dvě

OFHC planparalelní měděné (Oxygen Free High Conductivity) elektrody o průměru dolní elektrody 114 mm a horní elektrody 135 mm. Vzdálenost mezi nimi je 58 mm. Horní elektroda je uzemněná a jsou jí přiváděny pracovní plyny, kterými jsou argon, kyslík, monomer, do reaktoru. Spodní elektroda, pracovní, je otočná a je na ni přiváděn radiofrekvenční výkon. Substráty se vkládají z oddělovací komory do komory pomocí magnetického manipulátoru. Zasouvají se do otočné pracovní elektrody uprostřed komory. Tato komora je také udržována pod vakuem. Pracovní elektroda může nést až šest vzorků. Je doplněna otočnou clonkou, díky, které je možné zaclonit všechny vzorky a ustálit tak plazma, aniž by rostla na substrátu tenká vrstva plazmového polymeru. Na Obr. 21 je snímek depoziční A3 aparatury v laboratoři na FCH VUT.



Obr. 21: Snímek depoziční A3 aparatury.

3.1.4 Podmínky depozice

Při deponování byly použity plyn argon od firmy Linde Gas a. s. Argon byl použit k očištění a aktivaci křemíkových substrátů, k ochraně atmosféry při vyhasínání volných radikálů po samotné depozici. Jeho čistota byla 5.0.

3.2 Mikroskopie atomárních sil

Všechna měření byla provedena metodou mikroskopie atomárních sil na přístroji NTEGRA Prima/Aura od firmy NT-MDT. Vyfocený snímek AFM je na Obr. 22. Jedná se o skenovací sondový mikroskop s ovládací elektronikou a řídícím počítačem se softwarem

Nova. Samotný mikroskop je vybaven kamerou s optickým mikroskopem, jakožto kontrolní prvek pro povrch vzorků a nastavení laserového znaku na raménko s hrotem. Metodou AFM byla měřena morfologie vzorků, která byla následně topograficky analyzována.

3.2.1 Mikroskop NTEGRA Prima/Aura

Mikroskopické měření bývá narušováno vibracemi, jež jsou způsobeny vnějšími vlivy, a ovlivňuje tak celkové výsledky měření. Z tohoto důvodu je celé tělo mikroskopu umístěno na tlumícím stolku TS-150 (TableStable Ltd.), který aktivně tlumí vibrace s frekvencí 0,7 Hz až 1 kHz a pasivně frekvence > 1 kHz. Tlumící stolek je doplněn velkým žulovým blokem o hmotnosti cca 90 kg, který eliminuje vibrace s vyšší frekvencí. Tyto dva prvky vylučují nežádoucí otřesy, které ovlivňují průběh měření. Mikroskop je možné odstínit od možných rušivých vlivů šířících se okolním vzduchem jako například zvukové vlnění. Docílíme toho pomocí ocelového krytu nasunutého na hlavní jednotku mikroskopu.



Obr. 22: Mikroskop NTEGRA Prima/Aura, měřící hlava a tlumící stolek s žulovým blokem.

Jak již bylo zmíněno, mikroskop je vybaven kamerou s optickým mikroskopem, který je umístěn na stojanu na straně celého přístroje. Můžeme pomocí něj nastavit laserovou stopu na konec raménka s hrotem a vybrat vhodné místo na skenování povrchu vzorku. Hlavní jednotka mikroskopu má trojcípý podstavec pro umístění vyměnitelných měřících hlav. Skenování lze provádět skenovací hlavou nebo pomocí vzorkového podstavce, tzv. skenování vzorkem. Uprostřed hlavní jednotky mikroskopu se nachází stoleček, kterým je možné pohybovat v rovině x a y pomocí dvou kolmých mikrometrických šroubů. Šroub k pohybu se vzorkem v ose z je umístěn po straně mikroskopu. Uvnitř stolečku je piezokeramický skener, viz Obr. 24, s kapacitními senzory sloužícími k snímání jemných pohybů skeneru a jejich vyhodnocení za účelem potlačení nežádoucích projevů piezokeramiky. Na skeneru je magnetický podstavec stolku, na který se umisťuje vzorek nalepený na ocelové destičce.

Veškerá měření byla provedena pomocí univerzální měřící hlavy s optickým detekčním systémem složeném z laserového zdroje, optických prvků a detektoru rozděleného na čtyři sektory. Snímek univerzální měřící hlavy je na Obr. 23. Pomocí krátkého kabelu je k měřící hlavě připojená jednotka, která slouží jako držák skenovacího raménka s hrotem. Jakmile se správně vloží hrot, upevní se pomocí otočného držáku v jednotce. Celá jednotka se pomocí šroubu upevní v měřící hlavě. Dále je nutné upravit laserový paprsek tak, aby dopadal na konec raménka a odražený paprsek tak mířil do středu rozděleného fotodetektoru. Toho dosáhneme za pomocí šroubů upevňujících jednotku v měřící hlavě. Univerzální měřící hlava je vhodná zvláště pro menší typy vzorků.



Obr. 23: Univerzální měřící hlava mikroskopu NTEGRA Prima/Aura.



Obr. 24: Piezokeramický skener s magnetickým podstavcem na uchycení vzorků [27].

V základní výbavě mikroskopu NTEGRA je i vyměnitelná hlava pro skenovací tunelovou mikroskopii. V této práci však nebyla využita.

3.2.2 AFM sondy

Všechny sondy použité pro měření v této práci byly od firmy NT-MDT, typu NSG03. Krabička s hroty je na Obr. 25. Základem sondy je čip, na jehož konci je umístěné raménko s hrotem. Čip spolu s raménkem je litograficky vyroben z monokrystalu křemíku N-typu dopovaného antimonem. Rozměry použitého čipu jsou $3,4 \times 1,6 \times 0,3$ mm. Na jeho reflektivní straně je povlak ze zlata, díky kterému je laserový paprsek lépe odrážen. Typický rádius křivosti hrotu je 6 nm a garantovaný poloměr je 10 nm [28].



Obr. 25: Používané sondy NSG03.

Sonda NSG03 byla zvolena jako vhodná pro měření v semi-kontaktním režimu a pro měření tvrdých povrchů. Tužší raménka mají lépe definované rezonanční píky pro tato měření a měkčí raménka jsou naopak vhodná pro kontaktní režim, kdy je nutné, aby vzorek a hrot byl v jemné interakci a nedošlo tak k poškození vzorku. Na Obr. 26 je SEM snímek raménka s hrotem a v Tab. 5 je uveden přehled vlastností zvoleného hrotu od NT-MDT.

Firma NT-MDT nabízí velké množství sond s odlišnými vlastnostmi vhodnými pro měření metodou AFM. Rozsah tuhostí a rezonančních frekvencí sady ramének je relativně široký, přesnou hodnotu rezonanční frekvence pro použitou sondu však určíme pomocí řídícího programu v režimu "Resonance".



Obr. 26: SEM snímek raménka s hrotem [28].

Tab. 5: Přehled vlastností zvoleného hrotu od NT-MDT [28].

Typ raménka	Délka [L±5	Šířka [W ± 5	Tloušťka [µm]	Rezonanční frekvence [kHz]		Tuhost [N/m]			
	μ <i>ι</i> ι]	μm]		min	typicky	max	min	typicky	max
NSG03	135	30	1,5	47	90	150	0,35	1,74	6,1

3.2.3 Software Nova

Jakmile vzorek na podložce umístíme do mikroskopu, připojíme univerzální měřící hlavu a paprsek laseru nastavíme na volný konec raménka hrotu, můžeme spustit ovládací software Nova. Ovládací software Nova řídí operace od ladění laserové stopy, přes přístrojovou manipulaci se skenery a hroty, až po zobrazování a analýzu naměřených dat. Po zapnutí programu nejprve nastavíme laserovou stopu v záložce *Aiming*. Signál paprsku musí být nejsilnější uprostřed kvadrantů fotodiody. Paprsek je nastaven pomocí otočných šroubů umístěných na jednotce s upevněným raménkem. Jakmile je vyladěná laserová stopa a jsme zaměřeni na požadované místo měření, lze přistoupit k samotnému měření. V záložce *Resonance* je nezbytné zkontrolovat rezonanční frekvenci hrotu. Hodnota by se měla pohybovat v jasně daném rozmezí hodnot, které jsou pro daný hrot charakteristické. Pro přesnější určení si lze vymezit oblast frekvence na *min* a *max* hodnoty, kterou očekáváme. Naměřen by měl být symetrický pík. V případě, že se pík jeví výrazně asymetrický, je nutné hrot přenastavit a upravit jej tak, abychom při opakovaném měření rezonanční frekvence dosáhli symetrického píku. V opačném případě bychom mohli dosáhnout chybného měření. Po vyladění frekvenčního píku je potřeba zkontrolovat hodnoty amplituda, SetPoint, feedback, feedback gain a magnituda. Upravením těchto hodnot je možné dosáhnout kvalitního snímku s potlačením šumu či artefaktů. Na Obr. 27 je znázorněna frekvenční charakteristika raménka.

Abychom mohli spustit měření, musíme hrotem "přistát" na vzorku (*Landing*). To je provedeno v záložce *Approach*. Po přistání je třeba jen nastavit semikontaktní režim a snímání ve formě *Height* (výškový mód) a *Mag* (chybový signál). Dalšími parametry, jež je možné si nastavit jsou velikost skenované plochy, frekvence skenování nebo bodové rozlišení obrázků. Nejčastěji se využívá bodového rozlišení 256 × 256, přičemž maximální rozlišení je 1024 x 1024bodů. V práci bylo využito měření při bodovém rozlišení 256 × 256 bodů. Frekvence skenování byla proto zvolena na 0,5 Hz a skenování bylo provedeno v horizontálním směru. Všechny tyto parametry jsou nastaveny v záložce *Scan*.

V průběhu skenování je možné měnit hodnotu rychlosti skenování, sílu zpětné vazby a SetPoint. Čím vyšší je hodnota síly zpětné vazby, tím přesněji hrot kopíruje povrch. Pokud je ale příliš vysoká, v měření se objevuje šum.

Získané snímky z měření metodou AFM byly dále topograficky analyzovány v programu ImageAnalysis, který je součástí softwaru Nova, a v softwarovém programu Gwyddion, který umožňuje vizualizaci a analýzu dat ze SPM. Primární úpravou je odstranění sklonu povrchu. Vzorek se nikdy nepodaří umístit zcela vodorovně, proto je nezbytné tento sklon odstranit. Sklon se může pohybovat až v řádu stovek nm, což znemožňuje pozorovat detaily na snímku. ImageAnalysis umožňuje odstranit tento sklon pomocí funkce *Fit Lines*, kdy každý z řádků skenovaného obrázku je aproximovaný polynomem 1. - 4. stupně. Po této úpravě je možné snímky dále topograficky upravovat. Další možnou úpravu povrchu vzorku je funkce *Fit Lines by Area*. Kdy je možné vybrat si na snímku objekty, kterým se chceme při srovnání povrchu vyhnout. V programu ImageAnalysis je možné stanovit výpočet RMS drsnosti povrchu vzorku, zobrazení histogramu výšek, Fourierovskou analýzu obrazu nebo analýzu zrn apod. Snímek lze ve výsledku zobrazit i ve 3D zobrazení. Gwyddion sloužil k analýze autokorelační délky.
Veškerádatabylavyexportovánaz programuImageAnalysisa Gwyddion do programuOriginPro, kde byla následně zpracována do podoby grafů [29].



Obr. 27: Frekvenční charakteristika raménka.

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

V této části práce byla zkoumána povrchová topografie vzorků uvedených v kapitole 3.1.2. za využití obrazové analýzy. Nejprve byly charakterizovány a-CSi:H vrstvy na křemíkové podložce v závislosti na výkonu pro vybranou tloušťku vrstvy a následně v závislosti na tloušťce vrstvy pro vybraný výkon.

Výchozím monomerem pro dvě série vzorků připravených v kontinuální režimu PECVD byl čistý tetravinylsilan.

Ve výkonové sérii byl měněn efektivní výkon dodaný při plazmové polymeraci. Byla nadeponována výkonová série vzorků o výkonech 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W, na kterých byla analyzována RMS drsnost, autokorelační délka, distribuce zrn a vliv velikosti skenované plochy či efektivního výkonu na tyto měřené parametry. Dále byly porovnány výsledky RMS drsnosti a autokorelační délky ve vztahu vzájemné závislosti, protože oba parametry charakterizují povrch vzorku. Měřené vzorky, jejich značení a parametry jsou uvedeny v Tab. 4 v kapitole 3.1.2. Výkonová série vzorků byla deponována na tloušťku 1,0 µm. Přesné tloušťky byly změřeny pomocí spektroskopické elipsometrie a jejich hodnoty byly dodány v protokolu o daném vzorku. Ne všechny vzorky byly připraveny v požadované tloušťce, jejich směrodatná odchylka je 0,062 µm.

Druhou sérií měřených vzorků byla charakterizace a-CSi:H vrstvy na křemíkové podložce v závislosti na tloušť ce vrstvy pro vybraný efektivní výkon, který byl zvolen na základě výsledných hodnot z předešlého měření ve výkonové sérii. Nejvhodnějšími podmínkami pro srovnání povrchů tenkých filmů bylo 50 W. Důvodem výběru byla dominantní izolovaná zrna na povrchu vrstvy. Byly připraveny čtyři vzorky o různých tloušťkách, přičemž vzorek o tloušť ce 1,0 µm byl použit z předchozí výkonové série. Na těchto vzorcích byla opět analyzována RMS drsnost, autokorelační délka, distribuce zrn

a jejich vzájemná závislost pro výsledné vyhodnocení povrchové topografie.

Ve výkonové sérii byly vzorky měřeny na více různých rastrovacích plochách na rozdíl od tloušťkové série vzorků, kde byla měření provedena pouze na dvou velikostech skenovaných ploch. Výkonová série byla měřena na plochách s velikostí hran 5 μ m, 10 μ m, 25 μ m a 50 μ m. Po výsledcích z předchozího měření byly zvoleny jako vhodné velikosti skenu pro tloušťkovou sérii 10 μ m a 50 μ m.

4.1 Povrchová topografie

Povrchová topografie tenkých vrstev připravených metodou PECVD byla měřena mikroskopem atomárních sil v semikontaktním módu hroty NSG03 (NT MDT). Metodou AFM byly naměřeny snímky se strukturou povrchu nadeponovaných tenkých vrstev, které dále sloužily k obrazové analýze, určení RMS drsnost, autokorelační délky a distribuce zrn na povrchu vzorku.

Z uskutečněných měření vyplývá, že je nutné, aby byla povrchová topografie vyhodnocována z rovného povrchu, čehož je možné dosáhnout až při primární úpravě v programu ImageAnalysis, který je součástí softwaru Nova. V případě, že bychom vzorek topograficky hodnotili bez úpravy povrchu do roviny, výsledné hodnoty by byly mylné.

Povrchová topografie vrstev patří mezi důležité charakteristiky související s podmínkami jejich přípravy a je rovněž důležitá při posuzování jejich aplikace. Proto byla určena RMS drsnost a autokorelační délka, jakožto informace o povrchové metrologii vzorků tenkých filmů.

4.2 RMS drsnost

RMS drsnost, R_q, reprezentuje drsnost povrchu a je vyjádřena jako druhá odmocnina ze součtu čtverců výškových odchylek daného profilu plochy od středové linie. V případě velkých odchylek se povrch projevuje jako drsný, malé odchylky značí povrch hladký. Matematicky lze RMS drsnost vyjádřit vztahem

$$R_q = \left[\frac{1}{mn} \sum_{k=0}^{m-1} \sum_{l=0}^{n-1} (Z(x_k, y_l) - \mu^2)\right]^{1/2},$$
(2)

kde $Z(x_k, y_l)$ je výšková funkce profilu a μ je středová linie [30].



Obr. 28: RMS drsnost - Rq [31].

4.2.1 Vliv velikosti skenované plochy na RMS drsnost

Vliv velikosti skenované plochy na RMS drsnost byl charakterizován pěti připravenými vzorky v kontinuálním režimu výboje. Jednalo se o výkonovou sérii vzorků s výkony 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W. Přibližné tloušťky byly 1 µm a byly připraveny z monomeru TVS. Měření bylo provedeno metodou AFM s univerzální měřící hlavou a hroty NSG03. Byly topografické při konstantním získány snímky 0 různých plochách rozlišení 256×256 bodů. Jednotlivé velikosti hran skenovaných oblastí byly 5 µm, 10 µm, 25 µm a 50 µm. Naměřeno bylo vždy pět snímků pro každou skenovanou oblast a poté byla vyhodnocena střední hodnota RMS drsnosti spolu se směrodatnou odchylkou. Veškerá data byla vynesena do grafu v programu OriginPro. Výsledný graf je zobrazen na Obr. 28.



Obr. 29: Graf závislosti RMS drsnosti na velikosti hrany skenované oblasti.

Graf znázorňující pět vzorků s různými výkony jdoucí po sobě poukazuje na stoupající změny hodnot RMS drsnosti. Očekáváme, že při jisté, dostatečně velké rastrované oblasti, se již hodnoty RMS drsnosti nebudou měnit. Na povrchu všech vzorků byla zaznamenána typická zrnitá struktura přecházející až do vzniku samotných zrn nebo jejich shluků. Topografické mapy všech výkonových vzorků o velikostech skenované plochy 5 µm, 10 µm a 50 µm jsou znázorněny na Obr. 30–59. Snímky odpovídají výškovému a chybovému módu.

V případě nižších výkonů jako 10 W, 20 W a 35 W nejsou změny v RMS drsnostech příliš výrazné. U výkonu 50 W je hodnota odečtená z plochy 50 \times 50 μ m² ojediněle snížená a vyžadovala by další analýzu. Nepodporuje tedy trend mírně stoupající RMS drsnosti na povrchu vzorku. Z výsledků pěti měření vyplývá, že naměřené hodnoty RMS drsnosti u 10 W se pohybují v hodnotách od 2,76 ± 0,08 nm až 3,64 ± 1,03 nm. RMS drsnost 20 W nabývá hodnot od 1,66 \pm 0,08 nm do 4,50 \pm 1,95 nm. Drsnost povrchu u 30 W se pohybuje v rozmezí $2,04 \pm 1,72$ nm až $4,43 \pm 0,60$ nm. Hodnoty pro výkon 50 W byly o několik řádů vyšší, což značí větší přítomnost zrn na povrchu. Hodnoty RMS drsnosti u 50 W byly od 8,30 ± 0,90 nm do 11,49 ± 0,18 nm. Vzorek připravený při 70 W se blízce podobal vzorku deponovanému při 50 W. Výsledné hodnoty nabývají hodnot od $12,83 \pm 0,23$ nm do $16,65 \pm 5,11$ nm. Povrch vrstev prvních tří vzorků s výkony 10 W, 20 W a 35 W se dá považovat za relativně hladký, jelikož hodnoty drsností jsou si poměrně blízké a vykazují tak relativní uniformitu vrstvy. Vzorky 50 W a 70 W nabývají vyšších hodnot RMS drsností. Topografie odpovídá výskytu osamocených zrn či jejich shluků, které ovlivňují výsledné hodnoty drsnosti povrchu vzorku. Zrna jsou obklopena hladším povrchem, a proto jsou výsledné hodnoty RMS drsnosti vyšší. Na Obr. 60 a 61 jsou srovnány vzorky o výkonu 20 W a 50 W. Oba byly měřeny na stejné velikosti plochy a jejich RMS drsnosti jsou pro 20 W – 1,6985 nm a pro 50 W – 16,0643 nm. Snímky chybového signálu lépe zobrazují hladší povrch. Na Obr. 62 je znázorněn výškový profil 20 W a 50 W snímku, kde je patrné, že drsnost mezi zrny je menší u 50 W než u 20 W. Vzorek 50 W vyznačuje pokles drsnosti v poslední skenované oblasti, což může být způsobeno rovnoměrnějším rozložením zrn na zvyšující se skenované ploše. Dalším důvodem je rozlišení, ve kterém byly snímky naměřeny. Malé skenované plochy nevyžadují vysoké bodové rozlišení, jelikož na menší ploše je méně možných chyb. Velké plochy s sebou nesou více chyb, což přispívá k horšímu vyhodnocení výsledků. Skenované plochy $50 \times 50 \ \mu\text{m}^2$ měřené v bodovém rozlišení 256 × 256 bodů proto mohly být tímto parametrem ovlivněny.

Z výsledků měření bylo vyhodnoceno, že pro určení RMS drsnosti vzorků s výskytem větších zrn nebo jejich aglomerátů, je vhodné naměřit a vyhodnotit snímky s větší skenovanou plochou, jelikož zrna jsou ve větší ploše rovnoměrněji rozložena a nedochází k takové saturaci jako u menších skenovaných ploch [32].

Na horních hranicích tenkých vrstev měřených vzorků se nacházejí zrna, která rostou v závislosti na výkonu nastaveném při plazmové polymeraci. Drsný povrch zrnité struktury odpovídá nízkému výkonu a vysoké výkony jsou charakteristické hladkým povrchem se zrny a jejich aglomeráty. Se zvyšujícím se výkonem roste četnost zastoupení zrn na povrchu tenkých vrstev.



Eu

ш

Obr. 30: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm ve výškovém módu.



Obr. 32: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 10 μm ve výškovém módu.



Obr. 34: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm ve výškovém módu.



Obr. 31: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm v chybovém módu.



Obr. 33: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 10 µm v chybovém módu.



Obr. 35: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 50 µm v chybovém módu.



Obr. 36: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 20 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm ve výškovém módu.



m

Obr. 38: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 20 W a velikosti hrany skenované plochy 10 μm ve výškovém módu.



Obr. 40: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 20 W a velikosti hrany skenované plochy 50 μm ve výškovém módu.



Obr. 37: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 20 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm v chybovém módu.



Obr. 39: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 20 W a velikosti hrany skenované plochy 10 µm v chybovém módu.



Obr. 41: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 20 W a velikosti hrany skenované plochy 50 μm ve výškovém módu.



Obr. 42: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 35 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm ve výškovém módu.



Obr. 44: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 35 W a velikosti hrany skenované plochy 10 μm ve výškovém módu.



Obr. 46: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 35 W a velikosti hrany skenované plochy 50 μm ve výškovém módu.



Obr. 43: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 35 W a velikosti hrany skenované plochy 5 µm v chybovém módu.



Obr. 45: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 35 W a velikosti hrany skenované plochy 10 µm v chybovém módu.







Obr. 48: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm ve výškovém módu.



Obr. 50: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 10 μm ve výškovém módu.



Obr. 52: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 50 μm ve výškovém módu.



Obr. 49: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm v chybovém módu.



Obr. 51: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 10 µm v chybovém módu.



Obr. 53: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 50 μm ve výškovém módu.



Obr. 54: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 70 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm ve výškovém módu.



Obr. 56: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 70 W a velikosti hrany skenované plochy 10 μm ve výškovém módu.



Obr. 58: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 70 W a velikosti hrany skenované plochy 50 μm ve výškovém módu.



Obr. 55: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 70 W a velikosti hrany skenované plochy 5 μm v chybovém módu.



Obr. 57: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 70 W a velikosti hrany skenované plochy 10 µm v chybovém módu.



Obr. 59: AFM snímek a-CSi:H vrstvy připravené metodou PECVD při výkonu 70 W a velikosti hrany skenované plochy 50 µm v chybovém módu.



Obr. 60: AFM snímky a-CSi:H vrstev při výkonu 10 W a velikosti hrany skenované plochy 3 µm.



Obr. 61: AFM snímky a-CSi: H vrstev při výkonu 50 W a velikosti hrany skenované plochy 3 µm.



Obr. 62: Graf znázorňující srovnání výškových profilů vzorků o výkonech 20 W a 50 W.

Drsnost povrchu měřených vzorků se lišila v závislosti na rostoucím výkonu. Lišily se také jednotlivé profily horních hranicí tenkých vrstev. Na Obr. 63–67 jsou znázorněny grafy zobrazující výškové profily vzorků o všech výkonech na skenované ploše 10 µm. Pro srovnání bylo všech pět grafů nastaveno v ose y do hodnoty 180 nm, jakožto nejvyšší zrno ve výškovém profilu vzorku o výkonu 70 W.



Obr. 63: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 10 W.



Obr. 64: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 20 W.



Obr. 65: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 35 W.



Obr. 66: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 50 W.

Na Obr. 68–72 jsou snímky s přesnými rovinami na topografické mapě, odkud byly vyhodnoceny výškové profily jednotlivých výkonových vzorků.



Obr. 67: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 70 W.







Na Obr. 70 je vzorek o výkonu 35 W a vyznačená rovina pro výškový profil procházím zrnem, jehož výška je 96,4 nm a šířka v základně 254 nm. Zrno protnuté rovinou na Obr. 71 náleží vzorku o výkonu 50 W a jeho výška je 78,2 nm s šířkou v základně 706 nm. Zrno na Obr. 72 dosahuje výšky 118,2 nm a jeho šířka v základně je 568 nm. Na Obr. 68 a Obr. 69 se zrna nevyskytovala, jednalo se pouze o zrnitou strukturu, jejíž výškový profil je znázorněn na předchozích grafech.

Vzorky všech výkonů vykazovaly na svém povrchu netypicky vyvýšená zrna. Na snímcích jsou patrná jako atypicky malá zrna ve srovnání s ostatními relativně rovnoměrně rozloženými zrny. Na Obr. 73 jsou zobrazeny na skenované ploše $1,5 \times 1,5 \mu m^2$ při výkonu 10 W. Rovina procházející jedním ze zrn vyznačuje oblast, ve které byl zaznamenán výškový profil zobrazen v grafu na Obr. 74. Jeho výška je 45,51 nm a šířka 88,1 nm. Na Obr. 75 je podobně atypické zrno na skenované ploše $306 \times 725 \text{ nm}^2$ vybrané z plochy $10 \times 10 \mu m^2$ naměřené na vzorku připraveném při výkonu 50 W. Rovina procházející zrnem opět znázorňuje oblast výškového profilu. Jeho výška je 81,1 nm a šířka 182,3 nm. Ve srovnání se zrny z předchozích snímků jsou tato atypicky vysoká zrna odlišná jak ve výšce, tak v šířce typicky se vyskytujících zrn na povrchu tenkých vrstev připravených za různých výkonů. Bylo zjištěno, že se skutečně jedná o zrna, nikoliv o artefakty způsobené špatným nastavením při měření. Tato zrna v obou variantách výkonu i velikosti skenu dosahují nezvyklých parametrů. Je možné, že se jedná o urychlený růst vrstvy vlivem bombardování ionty argonu a TVS na vysoce aktivní místo filmu.



Obr. 73: AFM snímek a-CSi:H vrstvy 10 W s atypicky vysokými zrny a vyznačenou rovinou pro výškový profil.



Obr. 74: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 10 W s atypickým zrnem.

Atypické zrno vyskytující se na povrchu tenké vrstvy o výkonu 10 W a výšce 45,51 nm převyšuje zrnitou strukturu.



Obr. 75: AFM snímek a-CSi:H vrstvy 50 W s atypicky vysokým zmem a vyznačenou rovinou pro výškový profil.



Obr. 76: Graf zobrazující výškový profil vzorku o výkonu 50 W s atypickým zmem.

4.2.2 Vliv efektivního výkonu na RMS drsnost

Pro vyhodnocení vlivu efektivního výkonu na RMS drsnost byly zkoumány stejné vzorky jako v přípravě vlivu velikosti skenované plochy na RMS drsnost. Byly použity tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu výboje při výkonech 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W. Přibližné tloušťky byly 1 µm a byly připraveny z monomeru TVS. Měření bylo provedeno metodou AFM s univerzální měřící hlavou a hroty NSG03. Naměřeny byly snímky o velikostech skenovaných ploch 5 µm, 10 µm, 25 µm a 50 µm. Ty byly dále vloženy

do závislosti RMS drsnosti na efektivním výkonu a vyneseny v programu OriginPro do grafu znázorněném na Obr. 77.



Obr. 77: Graf závislosti RMS drsnosti na efektivním výkonu.

Na Obr. 77 je znázorněn graf, který potvrzuje, že na základě výkonu se zvyšuje RMS drsnost povrchu vzorku. Z předchozích snímků je patrná zrnitá struktura vrstev, která je charakteristická pro vzorky připravené v kontinuálním režimu metodou PECVD. Se zvyšujícím se výkonem na povrchu vyvíjejí zrna, která u vyšších výkonů rovnoměrně pokrývají skenovanou plochu. RMS drsnost stoupla z 2,76 nm (10 W) na 16,65 nm (70W).

Na základě výsledků měření závislosti velikosti skenované plochy a vlivu efektivního výkonu na RMS drsnost byl vybrán vhodný výkon pro tloušťkovou sérii vzorků. Nejvhodnějším výkonem bylo 50 W. Povrch vykazuje dostatek zrn co do velikosti, průměru i plošného zastoupení, a proto se dalo předpokládat, že na malých tloušťkách jako je 0,1 µm bude možné pozorovat pomalu rostoucí zrna, která by byla na vzorku se slabším výkonem hůře viditelná a analyzovatelná.

4.2.3 Vliv tloušťky vzorku na RMS drsnost

Pro studium vlivu tloušťky vzorku na RMS drsnost byly připraveny čtyři vzorky v kontinuálním režimu výboje, a to při 50 W. Připravené vzorky se odlišovaly svými tloušťkami, které byly 0,138 µm; 0,580 µm; 0,999 µm a 4,753 µm. Pomocí AFM mikroskopu byly nasnímány topografické mapy s velikostmi hran skenované oblasti 10 µm a 50 µm při konstantním rozlišení 256 × 256 bodů. Bylo naměřeno vždy pět snímků, ze kterých byl následně vypočten aritmetický průměr a tato střední hodnota RMS drsnosti byla použita k vyhodnocení. Hodnoty byly opět vyneseny do grafu pomocí programu OriginPro spolu se směrodatnými odchylkami.

Na Obr. 78 je vynesen graf závislosti RMS drsnosti na tloušť ce vrstvy. Je zřejmé, že tloušťka vrstvy má výrazný vliv na drsnost povrchu vzorku. U tloušťky 0,138 µm jsou zrna v počáteční fázi růstu a RMS drsnost povrchu není příliš vysoká. Samotná zrna jsou však obklopena relativně hladkým povrchem, což odpovídá údajům naměřeným ve výkonové sérii u vzorku 50 W. Vzorek 0,580 µm zaznamenává lineární růst zrn na povrchu tenkého filmu. RMS drsnost se zvyšuje spolu s rostoucími zrny. V případě skenů o velikostech hran 50 µm došlo k poklesu drsnosti mezi vzorkem 0,580 a 0,999 µm. Důvodem může být velikost skenované plochy a rozlišení, ve kterém byly snímky naměřeny. Vzorek o tloušť ce 0,138 µm vykazoval RMS drsnost od $3,13 \pm 0,60$ nm do $5,19 \pm 1,83$ nm. Vzorek o tloušť ce $0,580 \mu$ m měl RMS drsnosti v hodnotách 6,45 \pm 0,47 nm až 11,40 \pm 2,12 nm. Vzorek o tloušť ce 4,753 μ m vykazoval RMS drsnost od 18,90 \pm 6,33 nm do 40,21 \pm 23,98 nm. Naměřené hodnoty byly zaznamenány s velkými odchylkami, jelikož členitost povrchu nejtlustšího vzorku byla vysoká a zrna byla již seskupena do aglomerátů, které se v rámci obrazové analýzy špatně upravovala. Na Obr. 79-84 jsou topografické mapy vzorků o různých tloušť kách. Vzorek o tloušť ce 0,999 µm je na přechozích snímcích na Obr. 48–53. Hodnoty RMS drsnosti stouply z 3,13 nm (0,138 μm) na 40,21 nm (4,753 μm).



Obr. 78: Graf závislosti RMS drsnosti na tloušť ce vrstvy.







PECVD pň výkonu 50 W a tloušť ce 4,753 μm v chybovém módu.

Tloušťková série vykazovala rostoucí vývoj zrnité struktury v závislosti na tloušťce deponované vrstvy. Výška zrn u vzorků o tloušťce 0,138 µm se pohybovala v rozmezí od 40-120 nm, kde dominovala zrna o výšce 60 nm. Vzorek o tloušťce 0,580 µm měl na povrchu zrna o výšce od 20-300 nm a největší zastoupení měla zrna o výšce 60 nm. Nejtlustší vrstva 4,753 µm zaznamenala výrazný odklon od předchozích vrstev, jelikož povrch tenkého filmu byl poset velkým množstvím zrn seskupených do aglomerátů. Výšky, kterých zrna dosahovala byly od 60 nm do 300 nm. Největší množství zrn bylo vyvinuto ve 100-120 nm.

4.3 Autokorelační funkce

Autokorelační funkce je dána vztahem

$$G(\tau_{x},\tau_{y}) = \iint_{-\infty}^{\infty} z_{1}z_{2}w(z_{1},z_{2},\tau_{x},\tau_{y})dz_{1}dz_{2}$$

= $\lim_{S \to \infty} \frac{1}{S} \iint_{S} \xi(x_{1},y_{1})\xi(x_{1}+\tau_{x},y_{1}+\tau_{y})dx_{1}dy_{1},$ (3)

kde $w(z_1, z_2, \tau)$ je dvourozměrné rozdělení hustoty pravděpodobnosti náhodné funkce $\zeta(x, y)$ odpovídající bodům $[x_1, y_1]$ a $[x_2, y_2]$. Proměnná τ je definována

$$\tau_x = x_2 - x_1,\tag{4}$$

$$\tau_y = y_2 - y_1,\tag{5}$$

$$\tau = \sqrt{t_x^2 + t_y^2} \tag{6}$$

Spektrální hustota prostorových frekvencí (PSDF – power spectral density function) W(K) je definována vztahem

$$W(K) = W(K_x, K_y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^\infty \tau B(\tau) J_0 d\tau,$$
⁽⁷⁾

kde $K = \sqrt{K_x^2 + K_y^2}$ a $K_x a K_y$ jsou složky vlnového vektoru harmonické komponenty určité prostorové frekvence drsnosti a J_0 značí Besselovu funkci nultého řádu.

V praxi se místo funkce W(K) definované předchozím vztahem používá jednorozměrná spektrální hustota prostorových frekvencí W_1 , která má tvar

$$W_1(K_x) = \int_{-\infty}^{\infty} W(K_x, K_y) \, dK_y. \tag{8}$$

Hodnoty W_1 se určí pomocí rychlé Fourierovy transformace

$$W_1(K_x) = \frac{2\pi}{NMh} \sum_{j=0}^{N} z_{ij} \exp(-iK_x jh).$$
(9)

Měření AFM se obvykle vyhodnocuje jednorozměrnou autokorelační funkcí založenou na profilech podél rychle skenované osy. Jednorozměrná autokorelační funkce je často předpokládaná ve formě Gaussovského povrchu. Dáno následujícím vztahem

$$G_x(\tau_x) = \sigma^2 \exp(-\frac{\tau_x^2}{T^2}),\tag{10}$$

kde σ označuje RMS drsnost a *T* autokorelační délku. Autokorelační délka určuje rozměry nerovností ve střední rovině horního rozhraní vzorku [30].

4.3.1 Vliv velikosti skenované plochy na autokorelační délku

Autokorelační délka byla hodnocena na pěti velikostech skenovaných ploch se vzorky z výkonové i tloušťkové série. Jednalo se tedy o vzorky o výkonu 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W spolu s vzorky o tloušť ce 0,138 μ m, 0,580 μ m, 0,999 μ m a 4,753 μ m. Bylo získáno vždy pět snímků skenovaných ploch o velikostech hran 5 μ m, 10 μ m, 25 μ m a 50 μ m, jejichž hodnoty byly zprůměrovány a vyhodnoceny. Rozlišení snímků bylo 256 × 256 bodů. Měření bylo provedeno opět metodou AFM s univerzální měřící hlavou a hroty NSG03 a data byla vyhodnocena v grafu na Obr. 85 v programu OriginPro. Výchozí hodnoty byly získány z programu Gwyddion.



Obr. 85: Graf závislosti autokorelační délky na velikosti hrany skenované oblasti.

Graf znázorňuje pět křivek odpovídajících pěti výkonům jednotlivých vzorků. Na povrchu tenkých vrstev 10 W a 20 W byla zrnitá struktura a u výkonů 35 W, 50 W a 70 W byla zrna přecházející do jejích shluků. Topografické mapy odpovídající měření zobrazenému v grafu na Obr. 85 jsou v předchozí podkapitole 4.2.1 na Obr. 30–59. Autokorelační délka roste lineárně v závislosti na velikosti skenované plochy stejně jako tomu bylo u RMS drsnosti. Z výsledků pěti měření vyplývá, že naměřené hodnoty autokorelační délky u 10 W se pohybují v hodnotách 37,53 \pm 0,32 nm až 245,76 \pm 95,56 nm. Autokorelační délka 20 W nabývá hodnot od 34,14 \pm

11,17 nm do 270,36 \pm 112,52 nm. Hodnoty u 35 W vzorku jsou od 44,94 \pm 18,89 nm do 201,35 \pm 66,79 nm. Autokorelační délka pro výkon 50 W je 207,69 \pm 23,63 nm až 336,76 \pm 34,24 nm. Povrch prvních tří výkonů se pohyboval v hodnotách nižších, než tomu je u výkonů 50 W a 70 W, jejichž výsledky odpovídají drsnosti povrchu a jeho velké členitosti. Výsledky měření byly porovnány s RMS drsností.

Na Obr. 86–90 jsou znázorněny grafy srovnávající tyto dva parametry charakteristické pro povrch tenkých vrstev. Na povrchu filmu měla přítomnost zrn či jejích aglomerátů vliv na velikost autokorelační délky, která tím byla ovlivněna. PSDF funkce zobrazuje větší spektrální drsnost u vzorků vyšších výkonů a větších tlouštěk. Nejvyšší byla u vzorku o tloušťce 4,753 µm. Hodnoty autokorelačních délek se celkově lišily ve směrodatných odchylkách mnohem více než RMS drsnosti. Parametr autokorelační délky pracuje s určitou odchylkou již sám o sobě, což přispělo k odchylkám vzniklým při samotném měření [30]. Značení ACL v následujících grafech odpovídá autokorelační délce (autocorrelation length).



Obr. 86: Graf závislosti RMS drsnosti a autokorelační délky na velikosti skenu při výkonu 10 W.



Obr. 87: Graf závislosti RMS drsnosti a autokorelační délky na velikosti skenu při výkonu 20 W.



Obr. 88: Graf závislosti RMS drsnosti a autokorelační délky na velikosti skenu při výkonu 35 W.



Obr. 89: Graf závislosti RMS drsnosti a autokorelační délky na velikosti skenu při výkonu 50 W.



Obr. 90: Graf závislosti RMS drsnosti a autokorelační délky na velikosti skenu při výkonu 70 W.

4.3.2 Vliv efektivního výkonu na autokorelační délku

Pro vyhodnocení vlivu efektivního výkonu na autokorelační délku byly zkoumány stejné vzorky jako v předešlých experimentech. Byly použity tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu výboje při výkonech 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W. Přibližné tloušťky byly 1 μ m a byly připraveny z monomeru TVS. Měření bylo provedeno metodou AFM s univerzální měřící hlavou a hroty NSG03. Byly naměřeny snímky o velikostech skenovaných ploch 5 μ m, 10 μ m, 25 μ m a 50 μ m. Graf závislosti autokorelační délky na efektivním výkonu je znázorněn na Obr. 91.



Obr. 91: Graf závislosti autokorelační délky na efektivním výkonu.

Autokorelační délka byla vyhodnocena ve stejném trendu jako RMS drsnost. Se zvyšujícím se výkonem se zvyšovala i hodnota autokorelační délky. Rostoucí zrna v závislosti na výkonu ovlivňují výslednou topografii. Jakmile se zvýšil výkon, zvýšila se i zrna, a to na úkor menších zrn, jejichž velikost se snížila. Je možné, že tento proces je řízen minimalizací volné povrchové energie. Větší zrna formovaly izolované ostrovy na poměrně plochém povrchu při výkonu 50 W. Větší hustota zrn způsobila vznik aglomerátů. Autokorelační délka se zvýšila z 37,53 nm (10 W) na 336,76 nm (70 W).

4.3.3 Vliv tloušťky vzorku na autokorelační délku

Tloušťková série byla zkoumána na čtyřech vzorcích o různých tloušťkách a jejich vyhodnocení bylo provedeno na skenovaných plochách 10×10 a $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$.

Závislost autokorelační délky na tloušťce je znázorněna na Obr. 92. Z grafu je patrné, že autokorelační délka je ve srovnání s RMS drsností naměřena s většími odchylkami, čehož mohlo být dosaženo nerovnoměrným rozložením zrn na povrchu, které ovlivnilo vyhodnocení. Její trend roste podobně jako tomu bylo u RMS drsnosti. Došlo k lineárnímu růstu u měřených tlouštěk vrstev, přičemž tloušťka 4,753 µm dosahovala velkých hodnot autokorelačních délek.



Obr. 92: Graf závislosti autokorelační délky na velikosti hrany skenované oblasti.

4.4 Distribuce velikosti zrn na povrchu a-Csi:H vrstvy

Určení distribuce velikosti zrn na povrchu tenkých vrstev je jeden z kritických parametrů pro budoucí rozvoj využití tenkých vrstev pro záznamová média. Studie růstových procesů v zrnitých systémech ukázaly, že distribuce velikosti zrn obecně sledují lognormální funkci. Logaritmická funkce je definována jako náhodná proměnná s průměrem částic D, která je řízena lognormální distribucí f (D), jestliže je ln D normálně distribuováno

$$f(D)dD = 1(2\pi)\sigma Dexp - ((lnD) - \mu)^2 2\sigma^2 dD,$$
(11)

kde *D* je průměr částic, σ je směrodatná odchylka ln *D* a μ je jeho průměr. Parametry σ a μ charakterizují lognormální distribuci.

Střední hodnota distribuce D_m je dána

$$D_m = e^\mu \tag{12}$$

a standardní odchylka ln D pro n měření je dána

$$\sigma = \ln \sum (\ln D)^2 - \ln \sum \ln D^{21/2} \, [34]. \tag{13}$$

Měření distribuce velikosti zrn bylo provedeno pomocí programu ImageAnalysis, kdy byla využita prahová hodnota umožňující získat informace týkající se průměru, výšky či počtu zrn. Prahová hodnota definuje relativní úroveň řezu. Tato hodnota se pohybuje v rozmezí od 0 (výsledek v limitní části) do 1 (maximální výška). Výchozí nastavení této hodnoty je 0,5, což rozděluje částečky na polovinu jejich výšky [29].

Měření distribuce velikosti zrn bylo provedeno na vzorcích o výkonech 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 75 W s přibližnou tloušťkou vrstvy 1 μ m a poté na vzorcích tloušťkové série o tloušťkách vrstev 0,138 μ m, 0,580 μ m a 4,753 μ m připravených při výkonu 50 W. Povrchy tenkých vrstev byly charakterizovány AFM v semikontaktním režimu snímání. Měření byla provedena na plochách 10 × 10 μ m² a 50 × 50 μ m². Vyhodnocení dat bylo zaznamenáno do histogramů vytvořených v programu OriginPro. Pro srovnání byla velikost zrn na ose *x* nastavena do hodnoty 600, aby bylo znatelné porovnání četnosti velikosti zrn v jednotlivých vzorcích. Povrchová struktura filmů odpovídá struktuře zrn, ve které se zrnitost a hustota mění s rostoucí silou. Analýza umožnila vyhodnotit průměr zrn a jejich rozložení velikosti [33].

Na Obr. 93-98 jsou znázorněny grafy o struktuře zrn odpovídající výkonové sérii vzorků měřených na velikosti skenované plochy $10 \times 10 \ \mu m^2$.

Grafy znázorněné na následujících obrázcích byly statisticky vyhodnoceny na základě dat z programu ImageAnalysis. Velikost zrn byla stanovena po odečtení prahové hodnoty ve zrnové analýze. Nejprve bylo nutné zjistit jednotlivé výšky zrn z profilů, na základě kterých byla vždy stanovena prahová hodnota pro odečet ve zrnové analýze. Například vzorek o výkonu 10 W dosahoval výšek nad 50 nm, což je možné vypozorovat konkrétně ze snímku na Obr. 32. Na výškové stupnici podle saturace je vidět výškový profil zrn. Aby byly zachyceny zrna o větší velikosti než je zrnitá struktura do 20 nm, prahová hodnota byla nastavena tak, že data zaznamenala až nad hranicí tohoto řezu. Bylo nutné nastavit tento parametr individuálně pro každý výkon a pro každou tloušťku, jelikož povrchová topografie, co se týká RMS drsnosti a autokorelační délky, se odlišovala a povrch tak nebyl jednotný. Výsledné grafy tak dosahují jiných velikostí zrn na ose *x* a frekvence jejich zastoupení je uvedena na ose *y*. V případě Obr. 93-95 se velikost zrn pohybovala do 250 nm. Obr. 96 má osu *x*, velikost zrn, dosahující hodnot 900 nm. Bylo tedy nutné posunout hodnoty až to vyšších hodnot, jinak by nebyly uvedeny veškeré výsledky na snímané ploše $10 \times 10 \,\mu$ m². Stejně tak tomu je u Obr. 97, kdy je výkon 70 W a velikost zrn dosahuje hodnot až 500 nm.



Obr. 93: Graf znázorňující distribuci velikosti zrn a-CSi:H vrstvy o výkonu 10 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu$ m².

Struktura zrna s průměrem zrna 40-180 nm, kde dominovala zrna nad 40 nm, byla typická pro vrstvy připravené při nižším výkonu (10 W), jak je znázorněno na Obr. 93. Na Obr.94 se průměr zrn pohyboval mezi 20-160 nm s dominantním zastoupením zrn o 60 nm. Tento graf odpovídá tenké vrstvě o výkonu 20 W. Četnost dominantních zrn je o 60 % vyšší než v případě výkonu 10 W.



Obr. 94: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 20 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu m^2$.



Obr. 95: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 35 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu m^2$.

Tenká vrstva a-CSi:H připravená při výkonu 35 W dominovala zrny o velikosti 40 nm. Jejich četnost byla dvakrát vyšší než v případě tenkých filmů připravených za výkonů 10 W a 20 W. Celková distribuce velikosti zrn pro výkon 35 W se pohybovala v rozmezí 40-210 nm. Na Obr. 96 je graf patřící tenké vrstvě o výkonu 50 W. Četnost zrn v případě tohoto výkonu již nebyla tak vysoká, naopak jak se zvýšil výkon, průměr některých zrn se zvýšil na průměrnou hodnotu 0,2 µm na úkor menších zrn, jejichž velikost se snížila. Dominovala tedy zrna 200 nm a rozsah velikosti zrn byl od 40 do 800 nm.



Obr. 96: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 50 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu m^2$.



Obr. 97: Graf znázorňující distribuci velikosti zrn a-CSi:H vrstvy o výkonu 50 W a skenované ploše 10 × 10 µm². Uveden v měřítku, jaké bylo použito v předchozích dvou grafech.



Obr. 98: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 70 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu$ m².

Poslední graf týkající se výkonové série měřené na ploše $10 \times 10 \ \mu m^2$ je na Obr. 98. Struktura zrna s průměrem zrn 60-500 nm, kde dominovala zrna 100 nm, patřila tenké vrstvě o výkonu 70 W. Očekávali bychom, že v případě výkonu 70 W budou zrna vyšší než u 50 W vzorku, ale nejvyšší zastoupení tu měla zrna 50-150 nm. Jejich četnost však byla vyšší o 90 % než u výkonu 50 W.

Na Obr. 99-101 jsou grafy týkající se vývoje zrn na tloušťkové sérii vrstev. Vyhodnocení je provedeno na skenované ploše $10 \times 10 \ \mu m^2$ s jednotným výkonem 50 W.



Obr. 99: Graf velikosti zrn a-CSi:H vrstvy o tloušť ce $0,1383 \mu m$, výkonu 50 W a skenované ploše $10 \times 10 \mu m^2$.

Struktura zrn s průměrem 40-180 nm s dominantním zastoupením zrn 40 nm byla typická pro tenký film o tloušť ce 0,1383 µm. Při tloušť ce vrstvy 0,5795 µm dominovala zrna 200-300 nm a jejich četnost byla 25 % ve srovnání se vzorkem o tloušť ce 0,9992 µm, jehož výsledky byly již uvedeny u výkonové série. Vzorek s tloušťkou vrstvy 0,5795 µm vyhodnocen v grafu na Obr. 100 a vzorek o tloušť ce 0,9992 µm je na Obr. 96. Nejtlustší připravená vrstva při výkonu 50 W měla 4,7525 µm a průměr zrn se zvýšil na průměrnou hodnotu 0,5 µm. Největší zastoupení tak měla zrna větší na úkor menších zrn, jejichž velikost se zmenšila. Na Obr. 101 je graf znázorňující četnost zrn u vzorku o tloušť ce vrstvy 4,7525 µm.



Obr. 100: Graf velikosti zm a-CSi:H vrstvy o tloušť ce $0,5795 \,\mu$ m, výkonu 50 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu$ m².



Obr. 101: Graf velikosti zm a-CSi:H vrstvy o tloušť ce 4,7525 μ m, výkonu 50 W a skenované ploše $10 \times 10 \,\mu$ m².

Na základě výsledků výkonové série je viditelný trend vývoje zrn z počáteční zrnité struktury (10 W) do vzniku samostatných zrn následně se spojujících do izolovaných ostrůvků na poměrně plochém povrchu tenkých filmů (70 W). Nejtenčí vrstva tloušťkové série vykazuje již samostatná zrna, která se se zvětšující se tloušťkou vrstvy, zvyšují a přes jejich velkou četnost se u nejtlustší vrstvy spojují v aglomeráty.

Statistika distribuce velikosti zrn byla provedena na dvou velikostech skenovaných ploch. Na Obr. 102-104 jsou grafy odpovídající distribuci velikosti zrn na skenované ploše $50 \times 50 \ \mu m^2$ a různých tloušťkách při výkonu 50 W jako tomu bylo na přechozích grafech.



Obr. 102: Graf velikosti zm a-CSi:H vrstvy o tloušť ce 0,1383 μ m, výkonu 50 W a skenované ploše 50 × 50 μ m².



Obr. 103: Graf velikosti zm a-CSi:H vrstvy o tloušť ce $0,5795 \mu$ m, výkonu 50 W a skenované ploše $50 \times 50 \mu$ m².



Obr. 104: Graf velikosti zm a-CSi:H vrstvy o tloušť ce 4,7525 µm, výkonu 50 W a skenované ploše 50 × 50 µm².

Statistika provedená na větší velikosti skenované plochy poukázala na vyšší četnost nejdominantněji zastoupených zrn. U tloušťky 0,138 μ m to byla zrna 250 nm, u 0,580 μ m zrna 350 nm, u 0,999 μ m 500 nm a u poslední tloušťky 4,753 μ m to byla zrna 1200 nm. Struktura zrn se tedy zvýšila z 40 nm (0,138 μ m) na 2400 nm (4,753 μ m).



Obr. 105: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 10 W a skenované ploše $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$.

Na Obr. 105-109 jsou grafy znázorňující distribuci velikosti zrn při výkonech 10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W na skenované ploše $50 \times 50 \,\mu m^2$. Struktura zrn se zvyšuje v závislosti na rostoucím výkonu stejně jako tomu bylo na menší skenované ploše. Větší skenovaná plocha zachycuje více zrn, četnost dominantních parametrů je tedy vyšší. Distribuce velikosti zrn
charakterizující povrchovou topografii tenkých vrstev se zvýšila z 200 nm (10 W) na 1000 nm (70 W). U výkonu 50 W se objevilo i malé množství zrn 1,3 μm, jejich četnost však byla ve srovnání s výkonem 70 W malá.



Obr. 106: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 20 W a skenované ploše $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$.



Obr. 107: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 35 W a skenované ploše $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$.



Obr. 108: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 50 W a skenované ploše $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$.



Obr. 109: Graf znázorňující distribuci velikosti zm a-CSi:H vrstvy o výkonu 70 W a skenované ploše $50 \times 50 \,\mu\text{m}^2$.

5 ZÁVĚR

V teoretické části diplomové práce byla uvedena rešerše pojednávající o tenkých vrstvách s metodou přípravy plazmochemické depozice z plynné fáze (PECVD). V následující kapitole byl popsán mikroskop atomární síly (AFM), jeho princip, měřící módy a obrazová analýza.

V experimentální části byly popsány použité materiály, ze kterých byly připraveny vzorky měřené v této diplomové práci. Dále byla nastíněna technologie, kterou byla příprava vzorků provedena, s vysokovakuovou aparaturou a depozičními podmínkami. Tenké vrstvy byly vyrobeny z čistého monomeru tetravinysilanu (TVS). V tabulce v experimentální části jsou uvedeny čísla a značení všech měřených vzorků. Měřena byla výkonová (10 W, 20 W, 35 W, 50 W a 70 W) a tloušťková série vzorků o výkonu 50 W (0,1383 µm; 0,5795 µm; 0,9992 µm a 4,7525 µm).

Cílem této práce bylo charakterizovat povrchovou topografii vybraných tenkých vrstev a na základě tohoto měření posoudit vztah k depozičním podmínkám. Charakterizována byla RMS drsnost, autokorelační délka (ACL) a distribuce velikosti zrn objevujících se na povrchu tenkých vrstev.

Bylo zjištěno, že tenké vrstvy připravené při rostoucím výkonu a tloušťce vykazují zrnité struktury, které se se zvyšujícím výkonem či tloušťkou mění na samostatní zrna a aglomeráty tvořené spojením jednotlivých zrn. Nižší výkony (10 W, 20 W a 35 W) se hodnotami RMS drsnosti pohybovaly od 1,7-4,8 nm. Se zvyšujícím se výkonem (50 W a 70 W) rostla RMS drsnost na 8,3-16,7 nm. Struktura zrna byla vyvíjena na povrchu filmů pomocí vysokých výkonů (50-70 W) a byla pozorována metodou AFM. Obrazy povrchových topografií ukazují, že na povrchu filmů se nachází struktura zrna, ve které se zrnitost a hustota mění s rostoucí silou. ACL tenkých vrstev z čistého TVS se zvyšovala v závislosti na výkonu stejně jako RMS drsnost. ACL u nižších výkonů (10 W, 20 W a 35 W) byla 34,1-201,4 nm. Vyšší výkony (50 W a 70 W) dosahovaly hodnot 147,9-336,8 nm. Tloušťková série byla připravena při výkonu 50 W a velikost zrn narůstala na úkor menších zrn, která se snižovala. Hodnoty RMS drsnosti tloušťkové série byly 3,4-40,2 nm a ACL 81,6-581,4 nm. Zvyšující se výkon způsobuje větší koncentraci radikálů a rychlejší růst zrn vyskytujících se na povrchu tenkých vrstev.

Stanovení povrchové topografie tenkých vrstev před charakterizací mechanických vlastností vzorků s různě drsnými povrchy je nezbytmé pro všechna sondová měření. Na kvalitu povrchové topografie má vliv rozlišení, ve kterém jsou snímky vrstev měřeny.

6 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] ECKERTOVÁ, Ludmila. Fyzika tenkých vrstev. Praha: STNL, 1973, 245 s. Populární přednášky o fyzice.
- [2] OHRING, Milton. Materials science of thin films: deposition and structure.2. vyd. San Diego, CA: Academic Press, 2002, 794 s. ISBN 0125249756.
- [3] INAGAKI, N. Plasma surface modification and plasma polymerization. Lancaster, Pa.: Technomic Pub. Co., 1996, 265 s. ISBN 15-667-6337-1.
- [4] HAMEDANI, Yasaman, Prathyushakrishna MACHA, Timothy J. BUNNING, Rajesh R. NAIK a Milana C. VASUDEV. Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition: Where we are and the Outlook for the Future. Chemical Vapor Deposition - Recent Advances and Applications in Optical, Solar Cells and Solid State Devices [online]. InTech, 2016, 2016-08-31 [cit. 2017-12-26]. 10.5772/64654. 978-953-51-2572-3. DOI: ISBN Dostupné z: http://www.intechopen.com/books/chemical-vapor-deposition-recentadvances-and-applications-in-optical-solar-cells-and-solid-statedevices/plasma-enhanced-chemical-vapor-deposition-where-we-are-and-theoutlook-for-the-future
- [5] Plasma-Therm. *Plasma-Therm* [online]. 2014 [cit. 2018-04-11]. Dostupné z: http://www.plasma-therm.com
- [6] YASUDA, H. *Plasma polymerization*. Orlando: Academic Press, 1985. ISBN 01-276-8760-2.
- [7] CHEN, Francis F. Úvod do fyziky plazmatu. 3. vyd. Praha: Academia, 1984.
- [8] HIPPLER, R. Low temperature plasma physics: fundamental aspects and applications. Berlin: Wiley-VCH, 2001. ISBN 35-272-8887-2.
- [9] HUANG, H., K.J. WINCHESTER, A. SUVOROVA, B.R. LAWN, Y. LIU, X.Z. HU, J.M. DELL a L. FARAONE. Effect of deposition conditions on mechanical properties of low-temperature PECVD silicon nitride films. In: *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2006, 435-436, s. 453-459 [cit. 2018-01-12]. DOI: 10.1016/j.msea.2006.07.015. ISSN 09215093. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509306012883
- [10] THEYE, M.-L., V. PARET a A. SADKI. Relations between the deposition conditions, the microstructure and the defects in PECVD hydrogenated amorphous carbon films; influence on the electronic density of states. In: *Diamond and Related Materials* [online]. 2001, 10(2), s. 182-190 [cit. 2018-01-12]. DOI: 10.1016/S0925-9635(00)00466-0. ISSN 09259635. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925963500004660

- [11] D'AGOSTINO, Riccardo., Pietro. FAVIA a Francesco. FRACASSI. Plasma processing of polymers. Boston: Kluwer Academic Publishers, c1997. NATO ASI series, no. 346. ISBN 07-923-4859-1.
- [12] RACINE, B., A. C. FERRARI, N. A. MORRISON, I. HUTCHINGS, W. I. MILNE a J. ROBERTSON. Properties of amorphous carbon-silicon alloys by a high plasma density source. Journal of Applied deposited 2001, 90(10), 5002-5012 2018-01-16]. *Physics*[online]. [cit. DOI: 0021-8979. 10.1063/1.1406966. ISSN Dostupné z: http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1406966
- [13] PORADA, O.K., V.I. IVASHCHENKO, L.A. IVASHCHENKO, G.V. RUSAKOV, S.N. DUB a A.I. STEGNIJ. A-SiC: H films as perspective wear-resistant coatings. Surface and Coatings Technology [online]. 2004, 180-181, 122-126 [cit. 2018-01-16]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2003.10.140. ISSN 02578972.

Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897203011721

- [14] BAYNE, M.A., Z. KUROKAWA, N.U. OKORIE, B.D. ROE, L. JOHNSON a R.W. MOSS. Microhardness and other properties of hydrogenated amorphous silicon carbide thin films formed by plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Thin Solid Films* [online]. 1983, 107(2), 201-206 [cit. 2018-01-16]. DOI: 10.1016/0040-6090(83)90022-6. ISSN 00406090. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0040609083900226
- [15] NASS, K.C.F., P.A. RADI, D.M.G. LEITE, M. MASSI, A.S. DA SILVA SOBRINHO, R.C.L. DUTRA, L. VIEIRA a D.A.P. REIS. Tribomechanical and structural properties of a-SiC: H films deposited using liquid precursors on titanium alloy. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2015, 284, 240-246 [cit. 2018-01-16]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.06.080. ISSN 02578972. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897215004491
- [16] BINNIG, G., C. F. QUATE a Ch. GERBER. Atomic Force Microscope. *Physical Review Letters* [online]. 1986, 56(9), 930-933 [cit. 2018-01-29]. DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930. ISSN 0031-9007. Dostupné z: https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.56.930
- [17] MIRONOV, Victor. Fundamentals of Scanning Probe Microscopy. The Russian Academy of Sciences Institute for Physics of Microstructures: Nizhniy Novgotod, 2004.
- [18] KUBÍNEK, Roman, Milan VŮJTEK a Miroslav MAŠLÁŇ. Mikroskopie skenující sondou. Olomouc: Univerzita Palackého, 2003. ISBN 80-244-0602-0.
- [19] LAST, Julie A., Paul RUSSELL, Paul F. NEALEY a Christopher J. MURPHY. The Applications of Atomic Force Microscopy to Vision Science [online]. 2010, 51(12), 6083- [cit. 2018-02-09]. DOI:

10.1167/iovs.10-5470.
ISSN
1552-5783.
Dostupné
z:

http://iovs.arvojournals.org/article.aspx?doi=10.1167/iovs.10-5470

</t

- [20] FORMÁNEK, Jiří. Úvod do kvantové teorie. Vyd. 2. Praha: Academia, 2004. ISBN 978-802-0011-763.
- [21] Scanner Piezo Tube. In: Dimension Icon SPM Scanner [online]. Santa Barbara, CA: Bruker Corporation, 2011 [cit. 2018-03-16]. Dostupné z: http://www.nanophys.kth.se/nanophys/facilities/nfl/afm/icon/brukerhelp/Content/System%20Overview/SPM%20Head.htm
- [22] FpN10HR. AIST_NT [online]. Novato, CA, USA: AIST_NT, 2018 [cit. 2018-03-16]. Dostupné z: http://nanoprobes.aist-nt.com/index.php?main_page=product_info&products_id=230
- [23] AGGELIKI, K. Atomic Force Microscopy AFM (Contact, Non-contact, and Semi-contact Modes). Bright Hub Engineering [online]. Grandville, MI, USA: BH_Engineering, 2011 [cit. 2018-03-16]. Dostupné z: https://www.brighthubengineering.com/manufacturing-technology/95102atomic-force-microscopy-afm-contact-non-contact-and-semi-contactmodes/#imgn_0
- [24] AFM Probes. Nanoscience Instruments [online]. Alexandria, VA, USA: Nanoscience Instruments, 2018 [cit. 2018-03-16]. Dostupné z: https://www.nanoscience.com/products/afm/afm-probes/
- [25] 4-sided Pyramidal AFM Tips. NanoAndMore [online]. Wetzlar, Germany: NanoAndMore, 2018 [cit. 2018-03-16]. Dostupné z: https://www.nanoandmore.com/afm-tips.php
- [26] HOFEREK, L. Příprava vrstevnatých struktur technologií PECVD. Brno, 2008. 66 s. Diplomová práce na Fakultě chemické Vysokého učení technického v Brně, Ústavu chemie materiálů. Vedoucí diplomové práce prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.
- [27] DAS, Sajal K., Hemanshu R. POTA a Ian R. PETERSEN. Intelligent Tracking Fast of Atomic Force Control System for Image Scanning Microscopes. Chaos Modeling and Control Systems Design [online]. Cham: Springer International Publishing, 2015, 2015-12-4, 351-391 [cit. 2018-04-03]. Studies in Computational Intelligence. DOI: 10.1007/978-3-319-13132-0_14. ISBN 978-3-319-13131-3. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-13132-0_14
- [28] NT-MDT Tips. NT-MDT Spectrum Instruments [online]. Moscow, Russia: NT-MDT SI, 2018 [cit. 2018-03-16]. Dostupné z: http://www.ntmdttips.com/products/view/nsg03
- [29] NT-MDT. Nova SPM Software. Zelenograf, Moscow, Russia, 2006.

- [30] Gwyddion user guide. Brno, 2018.
- [31] Root Mean Square (RMS) Roughness (RQ). In: The Home Of Surface Measurement [online]. Cheshire: Rubert Co, 2018 [cit. 2018-04-21]. Dostupné z: http://www.rubert.co.uk/faqs/roughness-parameters/
- [32] PLICHTA, T. Povrchová topografie a mechanické vlastnosti tenkých vrtev na bázi tetravinylsilanu. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2016. 79 s. Vedoucí diplomové práce prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.
- [33] CECH, Vladimir, Tomas LASOTA, Erik PALESCH a Jaroslav LUKES. The critical influence of surface topography on nanoindentation measurements of a-SiC:H films. Surface and Coatings Technology [online]. 2015, 261 [cit. 2018-04-30]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.11.049. ISSN 02578972. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897214010706
- [34] JONES, G.R, M JACKSON a K O'GRADY. Determination of grain size distributions in thin films. Journal of Magnetism and Magnetic Materials [online]. 1999, 193(1-3), 75-78 [cit. 2018-04-30]. DOI: 10.1016/S0304-8853(98)00405-3. ISSN 03048853. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0304885398004053

7 SEZNAM ZKRATEK

ACL	autokorelační délka
AFM	mikroskopie atomárních sil
CCP	kapacitně vázané plazma
ELD	elektroluminiscenční displeje
HMDSO	hexametyldisiloxan
HTP	vysokoteplotní plazma
LCD	displeje z kapalných krystalů
LTP	nízkoteplotní plazma
PECVD	plazmochemická depozice z plynné fáze
PD	plazmové displeje
RMS	střední kvadratický průměr
SPM	skenovací sondová mikroskopie
STM	skenovací tunelová mikroskopie
Т	teplota neutrálních částic
Te	teplota elektronů
TEOS	tetraetoxysilan
T_i	teplota iontů
TVS	tetravinylsilan