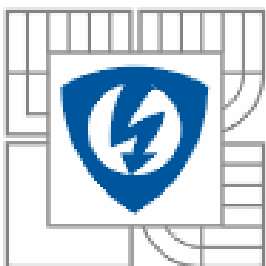


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

TEPLOTNÍ STABILITA NAPRAŠOVANÝCH VRSTEV OXIDU YTTRIA

THERMAL STABILITY OF SPUTTERED YTTRIUM OXIDE LAYERS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

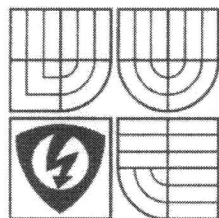
JIŘÍ KRŠŇÁK

VEDOUcí PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. ONDŘEJ HÉGR, Ph.D.

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ
Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií
Ústav mikroelektroniky

Bakalářská práce

bakalářský studijní obor
Mikroelektronika a technologie

Student: Kršňák Jiří
Ročník: 3

ID: 78529
Akademický rok: 2008/09

NÁZEV TÉMATU:

Teplotní stabilita naprašovaných vrstev oxidu yttria

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s možnostmi technologie reaktivního magnetronového naprašování a s metodou rastrovací elektronové mikroskopie a ověřte teplotní stabilitu vrstev Y_2O_3 . Ve směsi plynů Ar/O_2 naprašujte na křemíkové podložky vrstvy oxidu yttria (Y_2O_3) různé tloušťky. Vzniklé vrstvy vystavujte vysokoteplotním cyklům (600 až 1200 °C) a sledujte případné materiálové změny na povrchu. Pro charakterizaci využijte metodu rastrovací elektronové mikroskopie. Zadáni vypracujte ve spolupráci s Centrem nových technologií Západočeské univerzity v Plzni a s Ústavem přístrojové techniky AV ČR v Brně.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

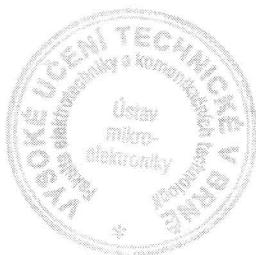
Podle pokynů vedoucího práce

Termín zadání: 9.2.2009

Termín odevzdání: 3.6.2009

Vedoucí práce: Ing. Ondřej Hégr, Ph.D.

Konzultanti bakalářské práce:



prof. Ing. Radimír Vrba, CSc.
předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

Licenční smlouva poskytovaná k výkonu práva užít školní dílo

uzavřená mezi smluvními stranami:

1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Jiří Kršňák
Bytem: Útěchov 40, Moravská Třebová, 571 01
Narozen/a (datum a místo): 24.2.1986, Moravská Třebová

(dále jen „autor“)

a

2. Vysoké učení technické v Brně

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií
se sídlem Údolní 244/53, 602 00 Brno
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:
prof. Ing. Radimír Vrba, CSc.
(dále jen „nabyvatel“)

Čl. 1 Specifikace školního díla

1. Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):
- disertační práce
 - diplomová práce
 - bakalářská práce
 - jiná práce, jejíž druh je specifikován jako
- (dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Teplotní stabilita naprašovaných vrstev oxidu yttria
Vedoucí/ školitel VŠKP: Ing. Ondřej Hégr, Ph.D.
Ústav: Ústav mikroelektroniky
Datum obhajoby VŠKP: 11.6.2009

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v:

- tištěné formě – počet exemplářů 2
- elektronické formě – počet exemplářů 2

2. Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.
3. Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.
4. Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

Článek 2

Udělení licenčního oprávnění

1. Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.
2. Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.
3. Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti
 - ihned po uzavření této smlouvy
 - 1 rok po uzavření této smlouvy
 - 3 roky po uzavření této smlouvy
 - 5 let po uzavření této smlouvy
 - 10 let po uzavření této smlouvy(z důvodu utajení v něm obsažených informací)
4. Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/ 1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.

Článek 3

Závěrečná ustanovení

1. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
2. Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.
3. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.
4. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne:

.....
Nabyvatel

.....
Autor

Abstrakt:

Tato práce se zabývá chováním naprášené tenké vrstvy oxidu yttria po teplotním namáhání. V rámci řešení byly deponovány tenké vrstvy oxidu yttria na křemíkové substráty, které byly vystavovány různým cyklům teplotního namáhání. Testované struktury byly zkoumány před a po teplotním namáhání z hlediska stability povrchové topografie za pomoci elektronové mikroskopie.

Abstract:

This work deals with behavior of deposited yttrium oxide thin film after heat stress. Within solution thin yttrium oxide films were deposited at silicon substrates, which were exposed to various cycles of heat stress. Tested structures were investigated before and after heat stress in term of surface topography stability with the help of electron microscopy.

Klíčová slova:

Magnetronové naprašování, vysokofrekvenční naprašování, oxid yttria, rastrovací elektronový mikroskop.

Keywords:

Magnetron sputtering, radiofrequency sputtering, yttrium oxide, scanning electron microscop.

Bibliografická citace díla:

KRŠŇÁK, J. *Teplotní stabilita naprašovaných vrstev oxidu yttria-bakalářská práce*. Brno, 2009. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Ondřej Hégr, Ph.D. FEKT VUT v Brně

Prohlášení autora o původnosti díla:

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

V Brně dne

.....

Poděkování:

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Ondřeji Hégrovi, Ph.D. za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v návaznosti na bakalářskou práci. Dále děkuji Ing. Lucii Prušákové za odborné vedení při naprašování tenkých vrstev v Centru nových technologií v Plzni a doc. Ing. Antonínu Rekovi, CSc. za spolupráci při měření elektronovým mikroskopem na Ústavu přístrojové techniky Akademie věd ČR.

OBSAH

1	ÚVOD DO PROBLEMATIKY	8
2	MATERIÁL Y_2O_3 A JEHO VLASTNOSTI	9
3	MAGNETRONOVÉ NAPRAŠOVÁNÍ	11
3.1	STEJNOSMĚRNÉ NAPRAŠOVÁNÍ (DC)	11
3.2	VYSOKOFREKVENČNÍ NAPRAŠOVÁNÍ (RF)	12
4	ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP, RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE (SEM)	18
4.1	RASTROVACÍ PROCES	20
4.1.1	<i>Vznik Augerových elektronů a charakteristického rentgenového záření</i>	21
4.1.2	<i>Doprovodné jevy SEM</i>	22
5	PŘÍPRAVA VRSTEV Y_2O_3	24
5.1	NAPRAŠOVACÍ ZAŘÍZENÍ TF600	24
5.2	POPIS A PŘÍPRAVA SUBSTRÁTU	25
5.3	PARAMETRY NAPRAŠOVÁNÍ	26
5.4	VSÁZKOVÁ PEC LH	27
6	DIAGNOSTIKA VRSTEV	28
6.1	RASTROVACÍ MIKROSKOP	28
6.2	SNÍMKY NAPRÁŠENÝCH VRSTEV Z KONFOKÁLNÍHO MIKROSKOPU	30
6.3	VYHODNOCENÍ TEPLTNĚ NAMÁHANÝCH VZORKŮ	33
6.3.1	<i>Porovnání naprášené vrstvy tloušťky 50 nm před a po žihání</i>	33
6.3.2	<i>Porovnání naprášené vrstvy tloušťky 90 nm před a po žihání</i>	36
6.3.3	<i>Porovnání naprášené vrstvy tloušťky 110 nm před a po žihání</i>	40
7	SHRNUTÍ	44
8	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	45

1 Úvod do problematiky

Ve většině případů pevných látek hraje jejich povrch jednu z nejvýznamnějších rolí a jeho vlastnosti v podstatě určují oblast využití těchto materiálů. Proto v dnešní době nabývají fyzikálně-chemické vlastnosti povrchů a tenkých vrstev na nich vytvořených čím dál většího významu a to ať v technologických či vědecko-výzkumných oborech.

Zvyšující se nároky na miniaturizaci a snaha o snížení spotřeby energie elektronických systémů vedly k přechodu k polovodičové elektronice a od ní pak k mikroelektronice (v současnosti se zavádí pojem nanoelektronika). S rostoucí miniaturizací se však začaly objevovat nové problémy, které se dříve nevyskytovali, nebo se vyskytovaly pouze v omezené míře[1]. Zmenšování rozměrů elektronických prvků na velikost mikrometrů a menší vede ke stále většímu významu vlastností povrchu, neboť povrchová vrstva již není pouze částí “funkční“ (makroskopické) vrstvy, ale stává se sama funkční vrstvou.

Oblast využití tenkých vrstev však není omezena pouze na mikroelektroniku. S tenkými vrstvami se můžeme setkat ve strojírenství, kde jsou nanášeny na povrch řezných nástrojů (tím se až několikanásobně zvýší jejich životnost), v optických aplikacích, kde slouží jako antireflexní vrstva apod. Tenké vrstvy lze definovat jako vrstvy jejichž tloušťka je vůči dvěma zbývajícím rozměrům zanedbatelná. Za tenké vrstvy tak můžeme považovat vrstvy o tloušťce v rozsahu od jedné atomární vrstvy do několika mikrometrů[1].

Vlastnosti povrchových vrstev podstatně závisí především na chemickém složení, krystalografickém uspořádání a interakci se substrátem (tvorba vazeb) a okolním prostředím (kontaminace). Pro zvládnutí určitého elektronického jevu a možnost spolehlivé aplikace je nutná podrobná znalost vlastností povrchu. Proto jsou tedy velmi důležité také metody, jenž umožňují vlastnosti povrchu upravovat a co nejpřesněji zjistit. Pro zjištění vlastností lze použít elektronový mikroskop, který zpracovává informace emitovaných částic, charakterizujících vlastnosti povrchové vrstvičky, ze které vyšly.

2 Materiál Y_2O_3 a jeho vlastnosti

Oxid yttria je bílá krystalická látka s bodem tání 2439°C . Kationy yttria Y^{+3} jsou uspořádány podle osmi iontů kyslíku v krystalické mřížce. Y_2O_3 je nejdůležitější sloučenina yttria a jeho filmy se používají pro napěťové aplikace jako jsou elektronické izolátory, optické nebo magnetooptické materiály, ochranné povlaky a reakční bariéry. Y_2O_3 je široce využívaný jako hlavní matice pro emitory (terbia, dysprosia a europia) ve fosforečném průmyslu. Základní provedení materiálu jsou buď tablety nebo slinuté kusy. Materiál sublimuje.[2]

Oxid yttria, Y_2O_3 , je materiál se středním indexem lomu a nízkou absorpcí optických povlaků od krátké UV (300 nm) do IR (12 μm) oblasti spektra. Silné vrstvy jsou nanášeny napařováním nebo vakuovým napařováním. Typickými aplikacemi jsou ochranné povlaky hliníkových a stříbrných zrcadel a střední vrstva v širokém pásmu viditelného antireflexního povlakování[3].

Filmy Y_2O_3 jsou neabsorpční v rozsahu od více než 300 nm do nejméně 11 μm . Při určitých napařovacích podmínkách jako je nízká energická napařování s odporovým ohřevem nebo při přetlaku rostou filmy v dostatečně řídkém objemu (hustota $< 0,9$) k projevení změn indexu, když je film přístupný vlhkému vzduchu. To se projevuje jako absorpční pásma v 2,9 μm (O-H rozpínání) a 6,9 μm (O-H-O vibrace). Když je depozice provedena napařováním pomocí iontů nebo při velkých teplotách substrátu, absorpční pásma téměř chybí.

Index lomu také závisí na vysoké energii depoziční techniky, ale závisí méně než ostatní oxidy na teplotě substrátu. Index zůstává konstantní do 1% při teplotním rozsahu substrátu od 50°C do přibližně 300°C . Podepoziční vypalování na vzduchu může zvýšit index lomu elektronové a odporově ohříváné depozice.

Má výbornou přilnavost ke sklu, germaniu, křemíku, sulfidu zinku a selenidu zinku stejně dobře jako ke kovům jako jsou hliník a stříbro. V některých případech může být velmi tenká vrstva oxidu yttria využita pro podporu přilnavosti pro vícevrstvé povlaky na bezoxidových substrátech.

Se zvýšením tloušťky vrstvy se může objevit určité množství nehomogenity indexu. Tento efekt může být omezen za předpokladu dostatečného přísunu kyslíku během napařování. Tyto filmy rostou obvykle s amorfni mikrostrukturou, ale jak je popsáno výše mohou být s řídkým objemem, který absorbuje vodní páry při odvětrávání vakuové komory.

Indexy lomu jsou závislé na metodě. Reaktivní teplotní a elektronová depozice vytváří hodnoty od 1,8 do 1,88 při vlnové délce 500 nm, zatímco iontová depozice a magnetronové napařování vytváří hodnoty větší než 1,90. Při vlnové délce nad 2 μm jsou magnetronové hodnoty indexu přibližné hodnotám indexu krystalu substrátu - 1,87 při 2 μm a 1,72 při 9 μm , zatímco hodnoty při teplotním napařování jsou 1,7 a 1,42 [3].

Protože je index lomu při vlnové délce <300 nm přibližně 1,9, může být oxid yttria ve více vrstvách s oxidem křemičitým ($n = 1,48$) použit pro UV laserové aplikace. Ve viditelné oblasti to splňuje hodnotu středního indexu vyžadovaného pro třívrstvý pás antireflexního povlaku na skle.

3 Magnetronové naprašování

Tenké vrstvy mají široké využití, neboť v mnohých aplikacích a situacích hraje povrch dané součásti velice podstatnou roli (např. povrchy řezných nástrojů, optické vrstvy, atd.). Způsobů, jak vytvářet různé vrstvy, je celá řada. Každý způsob má své výhody, nevýhody a omezení. Jedním z těchto způsobů je magnetronové naprašování. Tato technika patří mezi tzv. PVD techniky (Physical Vapour Deposition - fyzikální depozice z plynné fáze).

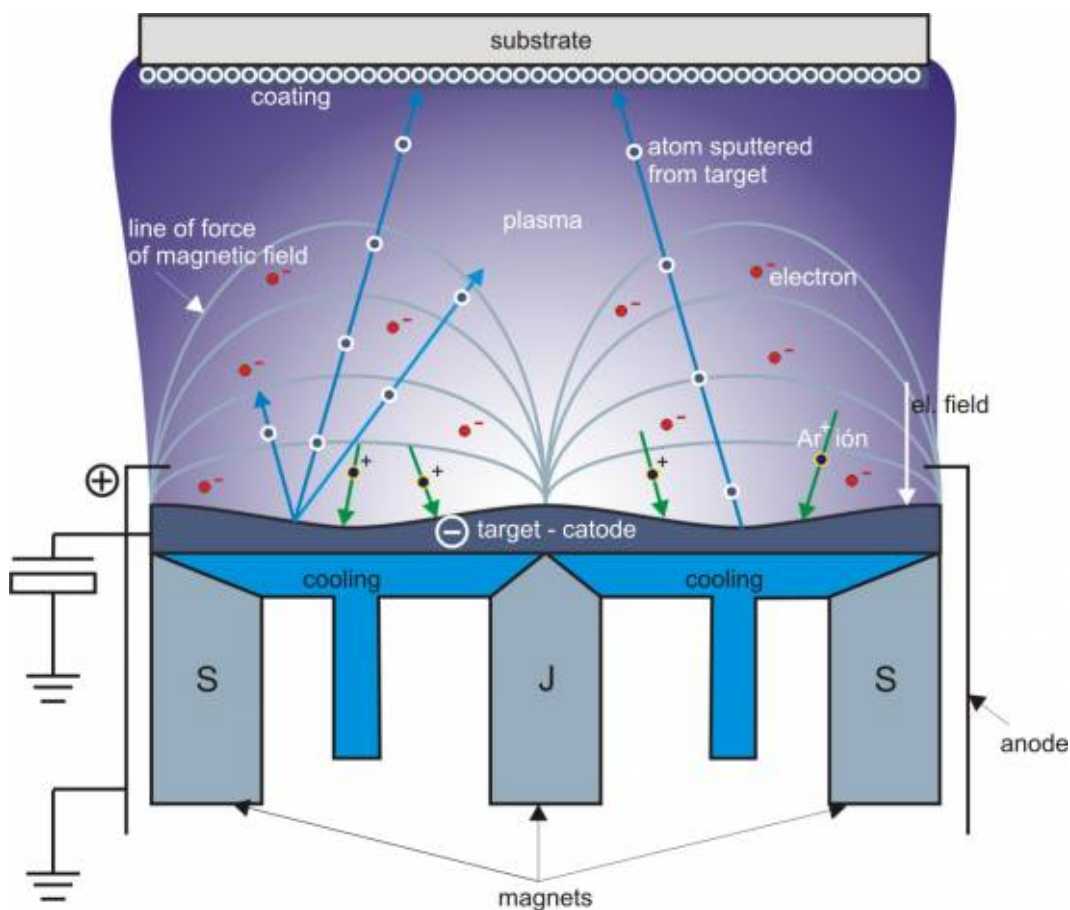
3.1 Stejnoseměrné magnetronové naprašování

Magnetronový systém je tvořený dvěma elektrodami s využitím magnetického pole. Katodou, na kterou je přivedeno záporné napětí, je terč z materiálu, jenž chceme rozprašovat. Anoda je pak tvořena přímo substrátem, který je uzemněn.

Tento systém je umístěn v uzavřené komoře, kde je přiveden argon ve funkci pracovního plynu. V komoře je poté za tlaku od 10^{-2} Pa do 1 Pa vytvořen mezi anodou a katodou doutnavý výboj. Elektrony výboje vyrážejí z obalů atomů argonu elektrony, čímž se z těchto atomů stanou kladné ionty. V oblasti se tvoří plazma – ionizovaný plyn složený z iontů a elektronů. Ve výboji není potenciál rozložen rovnoměrně, ale vytváří strmou část v oblasti katody – katodový spád. Proto jsou kladné ionty plynu urychlovány směrem ke katodě a začnou ji bombardovat. Tím dojde k rozkmitání jejích povrchových vrstev, část povrchových neutrálních atomů je vyražena (získá dostatečnou energii k uvolnění) z materiálu katody a usazuje se na substrátu [4].

Nad katodou je pomocí permanentních magnetů nebo solenoidu vytvořeno magnetické pole tak, že siločáry magnetického a elektrického pole jsou na sebe kolmé. Dráhy elektronů unikajících od katody směrem k anodě jsou proto zakřiveny, elektrony se pohybují po spirále a tím se mnohonásobně prodlouží jejich dráha. Důsledkem této prodloužené dráhy dochází k velmi efektivní ionizaci plazmy. Díky vysoké efektivnosti ionizace dochází ke zvýšení depoziční rychlosti a vysoká hustota plazmatu také umožňuje snížení napětí na udržení výboje[5].

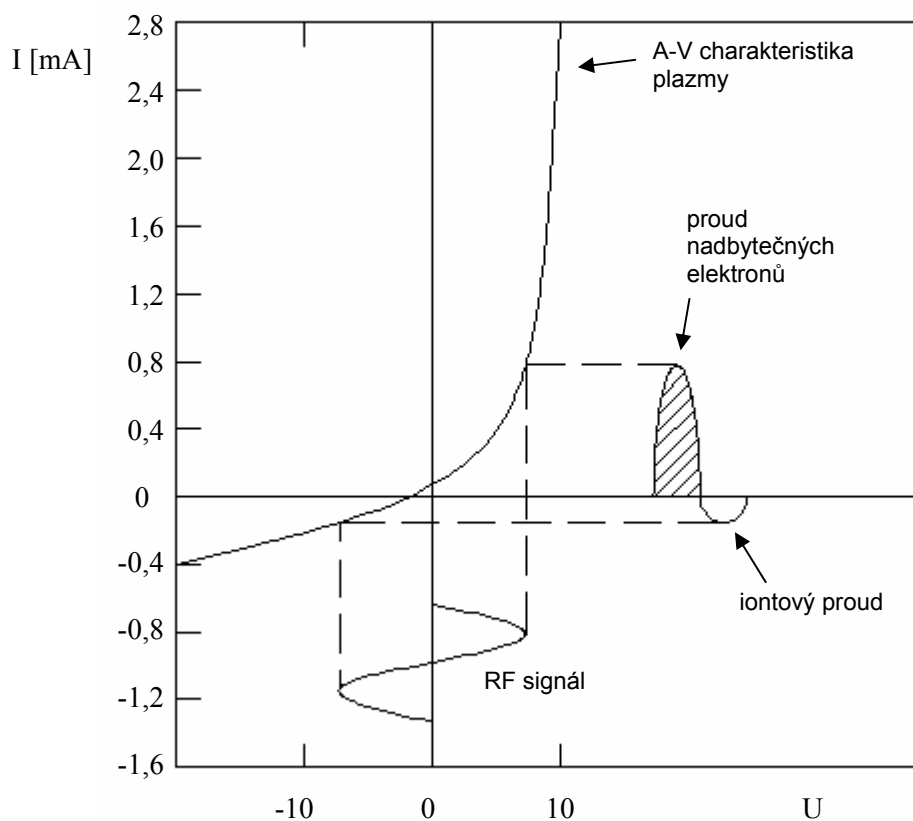
Energie bombardujících iontů je řádově několik set elektronvoltů. Energie částic, které jsou uvolněny z katody a dopadají na substrát je však v řádu jednotek elektronvoltů. Pro vlastní proces odprašení je tedy spotřebována pouze nepatrná část energie bombardujících iontů - zbytek této energie je přeměněn na teplo. Kvůli velmi malé tepelné vodivosti prostředí je pak nezbytné ochlazovat systém vodou.



Obr.1: Princip magnetronového napařování

3.2 Vysokofrekvenční (RF) napařování

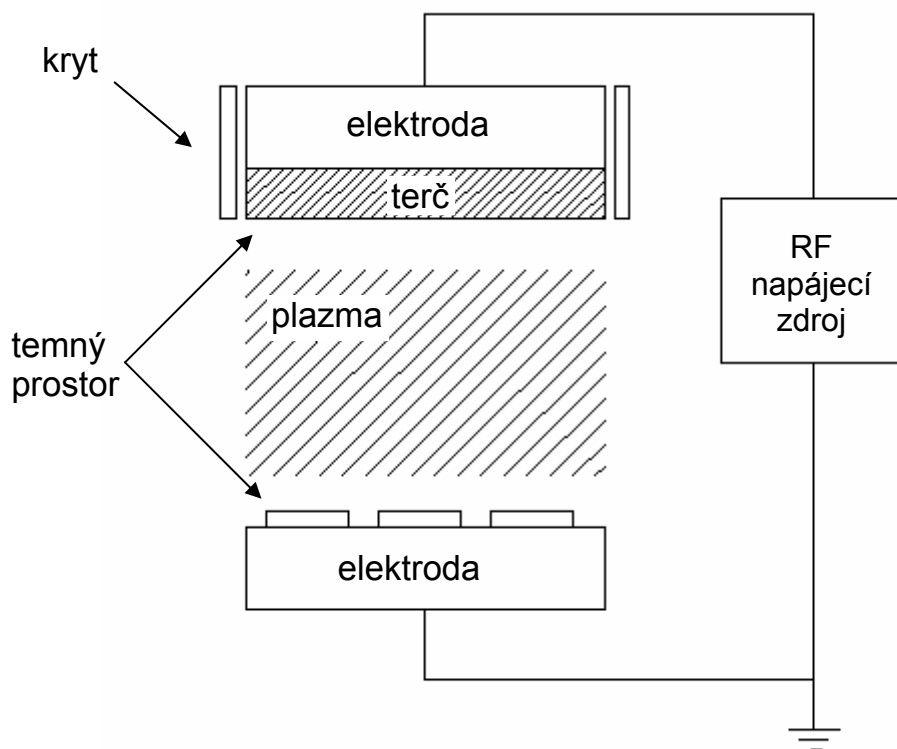
Potřeba RF metody pro napařování nevodivých materiálů je založena na skutečnosti, že vlastní předpětí, negativní s ohledem na plovoucí potenciál plazmy, způsobuje na každém povrchu vznik kapacitního spojení s doutnavým výbojem. Vznik tohoto potenciálu, který se tvoří v důsledku rozdílu pohyblivosti elektronů a iontů, je popsán na Obr. 2. Ampér-voltová charakteristika pro elektrodu ponořenou v plazmě je také zobrazena na Obr. 2. Plovoucí potenciál (elektrody s terčem) je záporný vzhledem k potenciálu plazmy, typicky bývá v rozsahu -20 až -50 V a je tedy příliš nízký pro produkci významného rozprašení většiny materiálů. Jestliže je k takové elektrodě připojeno střídavé napětí, je proud elektronů větší, když je elektroda vůči plovoucímu potenciálu kladná, než proud iontů, když je elektroda vůči plovoucímu potenciálu záporná [6].



Obr. 2: Schematické znázornění vzniku záporného předpětí

Kapacitní spojení vyžaduje, aby zde netekl žádný DC proud, tzn. že proud do elektrody musí být v každé RF periodě nulový. Podle toho se záporné předpětí musí tvořit tak, že proud elektronů na kladné straně periody je roven proudu iontů na záporné straně. Záporné předpětí je přibližně rovno polovině napětí špička-špička RF signálu a proto je dostatečně velké pro naprašování.

Chování popsané **Obr.2** platí přesně pro případ, kde je elektroda (s terčem) pasivní, tzn., že se nepodílí na udržování výboje plazmy. Planární (rovinná) dioda zobrazená schematicky na **Obr.3** je nejběžněji používaným systémem pro RF naprašování.



Obr. 3: Schématické znázornění planárního diodového zařízení

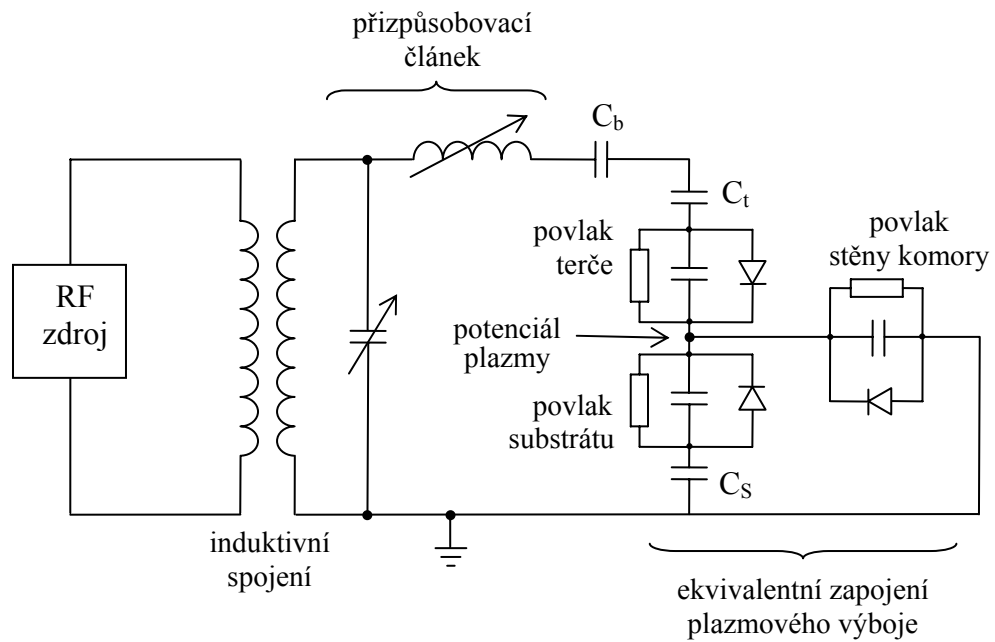
Obr. 3 ukazuje schématický obrázek typické konfigurace RF naprašování s planární diodou, ve kterém je nevodivý terč umístěn nad jednou elektrodou a substráty nad druhou. Elektrody se v každé polovině periody střídají v roli katoda-anoda. Výboj pracuje při frekvenci, která je dostatečně vysoká, aby se neobjevilo významné nahromadění iontového náboje během části periody, kdy elektroda slouží jako katoda. Jsou vyžadovány frekvence v malém MHz rozsahu. Od doby, kdy byla Federální komisí pro komunikaci (FCC) pro průmyslové-vědecké-lékařské účely navržena frekvence 13,56 MHz, pracuje s ní většina RF naprašovacích systémů. Činnost při jiných frekvencích vyžaduje pečlivé stínění k zajištění shody s FCC předpisy o radiovém rušení.

Při MHz pracovních frekvencích nemůže množství iontů sledovat dočasné změny připojeného potenciálu. Nicméně elektrony mohou. Takto může být oblak elektronů v záporném výboji plazmy popsán jako pohybující se tam a zpět při dané frekvenci v moři relativně nehybných iontů. Když se oblak elektronů přiblíží jedné elektrodě, objeví se ionty na druhé elektrodě a vytvoří kladný povlak (kapsu) iontů. Tento povlak zvyšuje téměř celé připojené (svorkové) napětí, stejně jako při DC případě.

Nevodivý terč představuje kondenzátor mezi dvěma elektrodami v elektrickém obvodu. Proto zde nemusí být žádné DC zařízení pro tečení proudu. Celkový elektronový a iontový náboj tekoucí k dané elektrodě během RF periody musí, jak již bylo řečeno, zůstat nulový. Nicméně, velký proud elektronů tekoucí k dané elektrodě způsobí, že elektronový oblak vytvoří kontakt. Takto se potřebuje oblak elektronů přiblížit dané elektrodě pouze na zlomek poloviny periody za účelem dodání dostatečného množství elektronů ke splnění požadavků anody; tj. vyrovnat (vyvážit) celý proud iontů během periody. Podle toho vyvíjejí v rovnovážném stavu obě elektrody vzhledem k plazmě takové záporné DC předpětí, že se elektrody přiblíží nebo přesáhnou potenciál plazmy (a stanou se anodami) pouze na velmi krátkou část jejich RF periody[6].

RF výboje v planárních diodových systémech mohou být prováděny za podstatně nižších tlaků než DC výboje. Typický provozní tlak je 5 mTorrů -10 mTorrů (~ 666,62 Pa - 2 kPa). Pro tyto tlaky jsou dva důvody: snížení ztrát primárních elektronů a při vysokých frekvencích zvýšení efektivity objemové ionizace. Část nízko-energetických primárních elektronů je odpuzena od elektrody, ke které je urychlena a tak zůstává ve výboji déle, aby způsobila další ionizující srážky. Navíc elektrony mohou získat energii z RF pole způsobením soufázových srážek s atomy plynu. Tj. když elektron, urychlený v jednom směru během dané půlperiody, způsobí pružnou srážku, při které se obrátí jeho směr u konce půlperiody, udrží si většinu rychlosti a znovu bude urychlen během další půlperiody, čímž získal energii v průběhu celé periody.

Na **Obr. 4** je ukázáno také ekvivalentní zapojení pro RF doutnavý výboj. Ekvivalentní obvod předpokládá, že obě elektrody a stěny komory jsou v kontaktu s plazmou a že impedance je ovládána povlakem (kapsou) plazmy. Kapacitní reaktance povlaku vyplývají z oddělení nábojů napříč temným prostorem. Kondenzátory jsou zapojeny paralelně k povrchu elektrody rezistorem symbolizujícím proud iontů a diodou symbolizující vysoký proud elektronů, který může proudit z plazmy k elektrodě, jenž má kladné předpětí vzhledem k potenciálu plazmy.



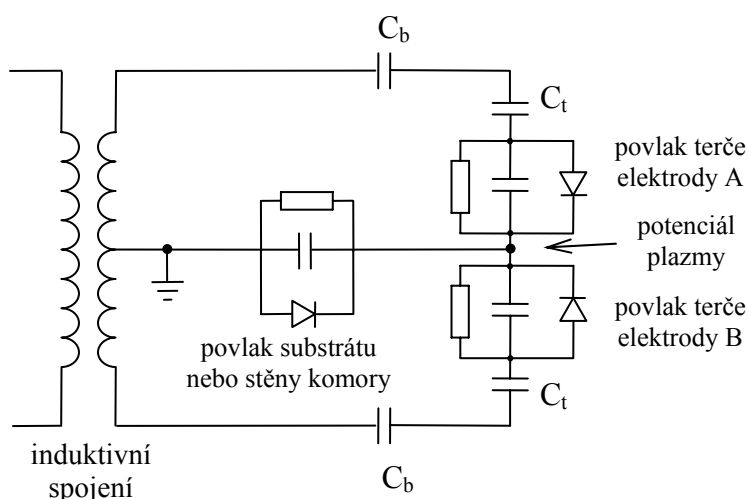
Obr. 4: Schématický obvod jednoduchého RF systému

Kondenzátor C_t symbolizuje kapacitní reaktanci terče a C_b je oddělovací kondenzátor, který je připojen, aby byl systém nezávislý na změnách kapacitní reaktance terče. RF (střídavý) proud plazmou je principiálně proud elektronů, způsobený vzájemným pohybem elektronů mraku. Tím, že kmitající elektrony nepředávají plynu žádnou energii, je tento proud od svorkového napětí (RF napětí) fázově posunutý. Účinný přenos výkonu vyžaduje, aby RF napěťový zdroj pracoval do odporové zátěže. Proto je přizpůsobovací článek, který představuje indukčnost a často kapacitanci, v obvodu použit tím způsobem, že v kombinaci se zátěží tvoří rezonanční obvod. Když jsou proměnné prvky přizpůsobovacího článku naladěny na rezonanci, tečou uvnitř rezonančního obvodu velké smyčkové proudy. Ačkoliv napájecí zdroj vidí pouze odporovou složku zátěže, proud tekoucí z napájení do rezonančního obvodu je ve fázi se zátěží a představuje energii předávanou zátěži. Mnoho komerčních naprašovacích zdrojů monitoruje energii (výkon) odraženou od zátěže jako index toho, jak efektivně je přizpůsobovací článek nastaven. Odražená energie by měla být minimalizována.

Iontový proud, a tím i rychlost odprašování na dané elektrodě, je dán průměrným rozdílem potenciálu mezi elektrodou s terčem a plazmou. Proto je užitečné uvažovat o potenciálu plazmy jako nulovém bodu referenčního napětí ve zkoumání výkonu RF naprašovacích systémů.

Elektrický charakter RF naprašovacích systémů může být klasifikován obecně jako buď vyvážený nebo uzemněný (jednoduchý). Ve vyváženém systému jsou obě elektrody konfigurované jako identické rozprašované terče a jejich potenciály jsou vůči sobě fázově

posunuty o 180° . Průměrné naprašovací napětí je přibližně rovno polovině přiloženého RF napětí špička-špička. Centrální uzel smyčky je umístěn na potenciálu země ke stabilizaci systému a stěny komory a substráty jsou připojeny ke střednímu vývodu zemnění (viz. **Obr.5**). Od doby, kdy je tento bod vzhledem k RF napětí na nulovém potenciálu, nepoteče těmito prvky žádný RF proud. Navíc kvůli kapacitanci v sériovém zapojení s každou elektrodou zde není pro DC proud žádná cesta z plazmy ke stěně a substrátům a zpět přes elektrody do plazmy. Takže se náboj na kondenzátorech objeví tím způsobem, že substráty plovou na potenciálu lehce záporném vzhledem k plazmě.



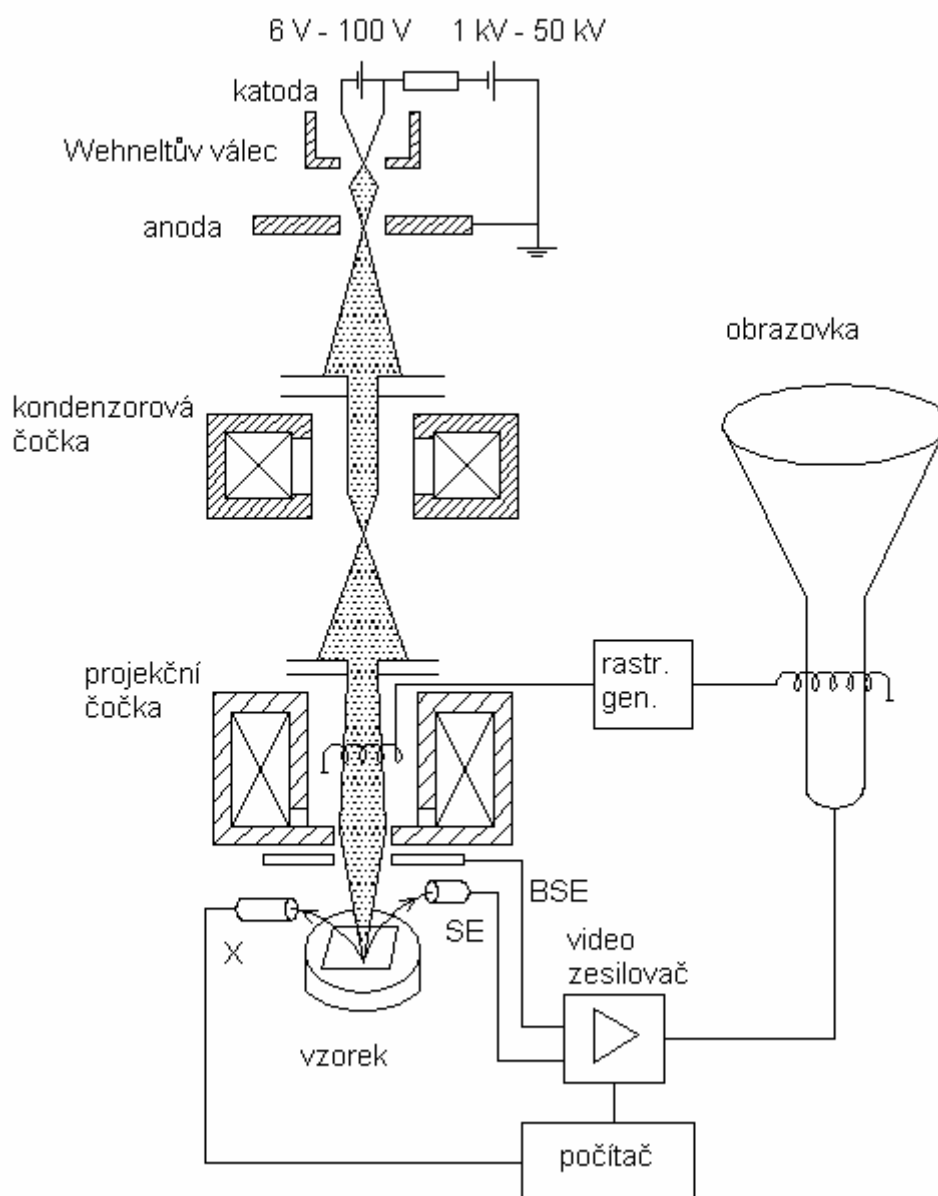
Obr. 5: Schématické zapojení vyváženého RF systému

V nevyváženém RF systému je elektroda, na které jsou umístěny substráty, vyrobena v podstatně větším měřítku než elektroda terče. Komora a jedna strana smyčky je zpravidla uzemněna (**Obr.4**). A opět kapacitance v odvedech s oběma elektrodami zabraňuje tečení DC proudu ke komoře a záporné předpětí se vyvíjí úměrně potenciálu plazmy. Potenciál úměrný potenciálu plazmy se udrží na substrátu a stěně komory, dokud není plocha elektrody substrátu dostatečně velká ke snížení tohoto potenciálu přibližně na nulu a k posunu RF rovnovážného bodu na uzemněný konec obvodu.

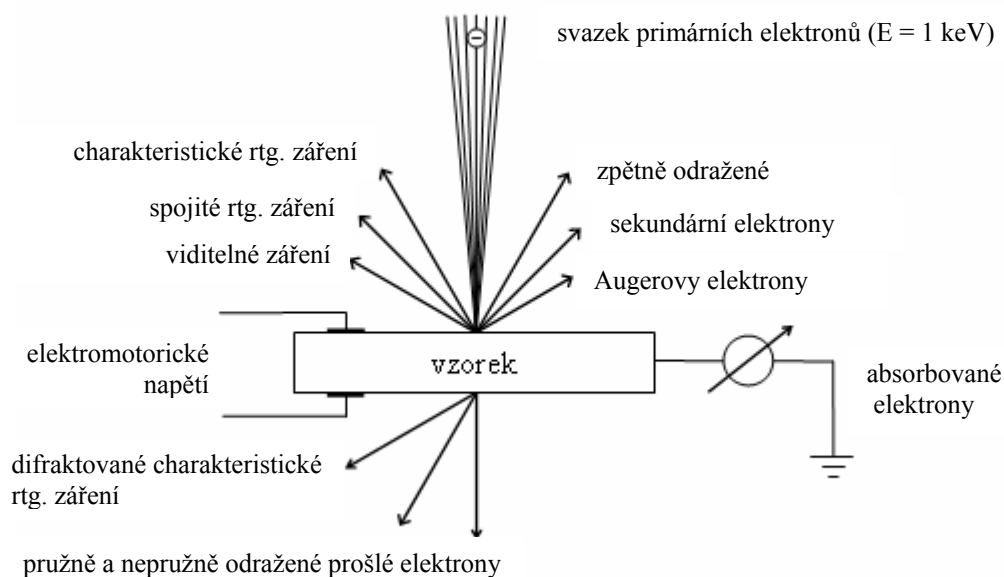
V případě planárního magnetronu koncentrace proudové hustoty pod prstencem plazmy vyžaduje omezení úrovně výkonu, aby se zamezilo praskání při používání terčů s nízkou tepelnou vodivostí. Pokud jsou magnetronové zdroje jednoduché, zpravidla pracují v hybridních režimech s ampér-voltovými charakteristikami, které nepředstavují skutečné chování magnetronu. Přesto však poskytují depoziční rychlosti, které jsou typicky třikrát větší než ty, dosahované s RF planárními diodami. Dalšími výhodami magnetronů pro RF naprašování je snížené elektronové bombardování a zahřívání substrátu.

4 Elektronový mikroskop, rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

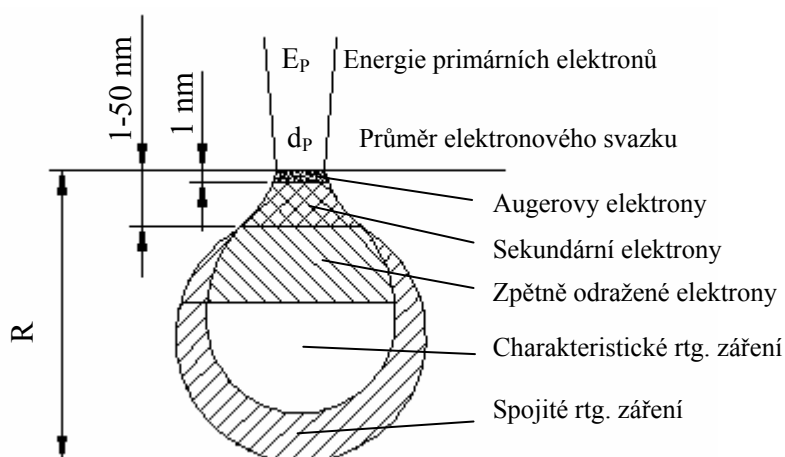
Činnost rastrovacího elektronového mikroskopu je založena na tenkém svazku elektronů dopadajícím na zkoumaný vzorek. Paprsek je vychylován soustavou rastrovacích cívek, které zajišťují pohyb svazku řádek po řádku po povrchu vzorku [7]. Složením informací v každém bodě, získanými odraženými či emitovanými elektrony z tenké povrchové vrstvy, se vytvoří výsledný obraz, který je přenesen na obrazovku viz. **Obr.8**.



Obr.8: Princip činnosti rastrovacího elektronového mikroskopu



Obr.9: Signály vznikající při dopadu elektronového svazku na povrch pevné látky



Obr.10: Velikost excitovaného objemu pro některé signály

Při dopadu elektronového svazku na povrch vzorku dochází k uvolňování celé řady signálů viz **Obr.9**. Každý z elektronů vstupujících do materiálu má svou vlastní cestu. Malé procento absorbovaných elektronů se dostane hluboko do materiálu vzorku, ale většina ať už primárních (PE), sekundárních (SE) nebo zpětně odražených (BSE) elektronů je soustředěna v oblasti tvaru bulvy pod místem dopadu PE (viz. **Obr.10**). Dosah elektronů R závisí na energii svazku primárních elektronů a na převrácené hodnotě protonového čísla materiálu vzorku

$$R = f\left(E; \frac{1}{Z}\right) \quad [m]. \quad (1)$$

4.1 Rastrovací proces

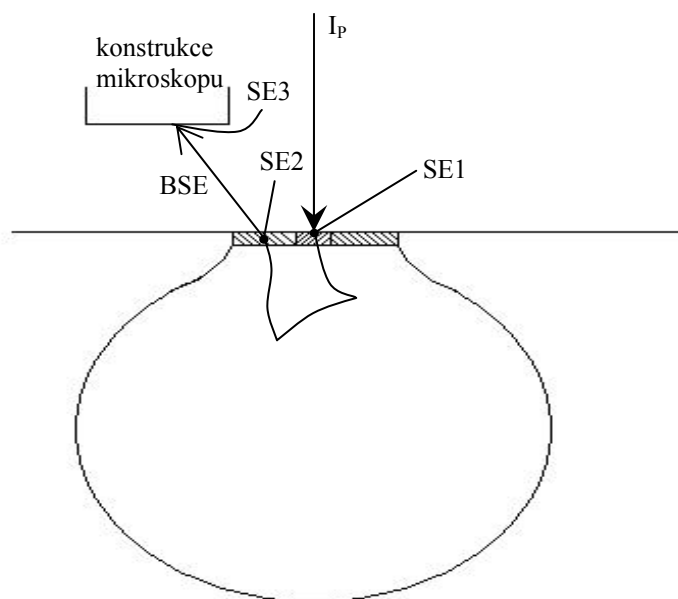
Elektrony jsou v SEM emitovány nejsnadněji termoemisí z přímo žhavené katody. Wolfram se používá, protože má vysokou teplotu tavení a ze všech materiálů nejnižší tlak par. Svazek emitovaných elektronů je urychlen v systému katoda - Wehneltův válec – anoda a po zaostření soustavou elektromagnetických čoček dopadá na vzorek .

Hlavním úkolem soustavy elmag. čoček je co nevíce zmenšit průměr svazku PE. Soustava čoček bývá tvořena obvykle jednou nebo dvěma kondenzátorovými a jednou projekční (objektivovou) čočkou. Pomocí malých změn proudu v objektivu se zaostřuje obraz a lze dosáhnout zvětšení až 10 000x. Další důležitou součástí systému je stigmátor, pomocí kterého se koriguje astigmatismus elektromagnetických čoček. Tato vada čoček hraje významnou roli a má velký vliv na výslednou kvalitu obrazu. Astigmatismus čoček se často mění a proto je třeba často kontrolovat správné nastavení stigmátoru. Zaostřený svazek PE je před dopadem na vzorek vychylovacími cívkami rozpořehován horizontálně i vertikálně a provádí tak rastrování (snímání po řádcích) povrchu materiálu [8].

Po dopadu vysoce energetických elektronů na povrch vzorku dochází mimo pružné interakce těchto elektronů (elektron se odrazí, nebo odchýlí z původního směru, ale zachovává si svou původní energii) s jádrem atomu také k nepružným srážkám (elektron předá část své energie a dále se pohybuje s nižší energií) a to jak s jádrem atomu, tak s elektrony v obalu atomu. Jestliže dojde k nepružné srážce s elektronem okrajové vrstvy obalu atomu vzorku, může tento získat dostatečnou energii k uvolnění (emisi) z materiálu. Tento elektron pak nazýváme sekundárním (SE). Elektrony primárního svazku, které i po průchodu materiálem vzorku a interakci s jeho atomy mají takovou energii a dráhu, že se dostanou z materiálu ven nazýváme zpětně odražené elektrony (BSE). Podle místa emise rozlišujeme tři druhy SE viz **Obr.11**:

- SE1 - vznikají v místě dopadu PE na povrch vzorku, mají nejvyšší vypovídající hodnotu a poskytují informace o topografii vzorku

- SE2 - vzhledem k nízké energii (do 50 eV) vznikají v tenké vrstvě pod povrchem vzorku (30 nm) a poskytují topografické a materiálové informace; jejich emise je zapříčiněna BSE, které prolétají touto vrstvou
- SE3 – tyto elektrony vznikají interakcí BSE vylétajících ze vzorku s konstrukcí mikroskopu; přenášejí pouze materiálovou informaci a nejsou vhodné pro pozorování



Obr.11: Vznik a druhy SE

4.1.1 Vznik Augerových elektronů a charakteristického rentgenového záření

Charakteristické rentgenové záření vzniká nepružnými srážkami primárních elektronů s elektronovým obalem atomu vzorku. Přesáhne-li hodnota energie dopadajících elektronů hodnotu vazebné energie některého z elektronů na vnitřní hladině elektronového obalu, vyrazí dopadající elektron některý z vnitřních vázaných elektronů v K.L nebo M hladině atomu a dochází k ionizaci (vybuzení) atomu. Při přechodu atomu do normálního stavu, tzn. při zaplnění uvolněného místa na vnitřní hladině některým z elektronů na vyšší hladině, dojde k vyzáření většiny budící energie ve formě rtg. kvanta, anebo dojde k emisi tzv. Augerova elektronu [7]. Energie tohoto kvanta je přitom rovna rozdílu vazebných energií hladiny, z níž byl elektron vyražen, a hladiny, z níž elektron na uvolněné místo přechází. Protože hodnoty vazebných energií jsou pro každý prvek jiné (jiné obsazení a počet elektronových hladin) je

i vyzářená energie rtg. kvanta pro každá prvek jiná, pro něj charakteristická a odtud název - charakteristické rentgenové záření. Energie charakteristického rtg. kvanta E je vyjádřena:

$$E = E_V - E_H = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (2)$$

kde E_V - energie elektronu na vnitřní hladině,

E_H - energie elektronu na vyšší hladině, který přechází na hl. vnitřní

h - Planckova konstanta,

c - rychlost světla

λ - vlnová délka vyzářeného rtg. kvanta.

4.1.2 Doprovodné jevy SEM

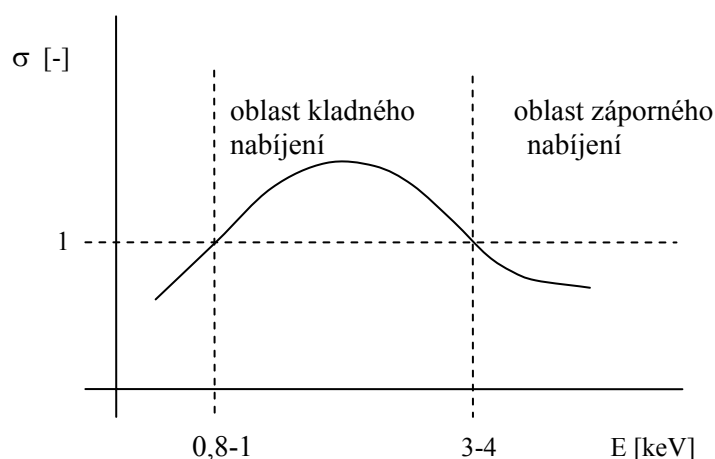
Účelem primárního svazku je emise sekundárních a zpětně odražených elektronů ze vzorku. Při dopadu tohoto svazku však dochází k některým nežádoucím jevům, které mohou nejen nepříznivě ovlivnit (zkreslit) výslednou informaci o vzorku vykreslenou na obrazovce, ale také mohou způsobit destruktivní poruchy v materiálu vzorku. Mezi nejčastější doprovodné jevy patří:

Ohřev vzorku

Tato problematika se týká zejména plastů, jelikož mají velmi malou teplotní vodivost. Proto dochází působením primárního svazku v místě dopadu k lokálnímu přehřátí, kdy teplota v tomto místě může dosáhnout až 100°C a může dojít i k poškození vzorku. Kovy mají naopak velkou teplotní vodivost a ohřívají se tak v minimálním rozsahu – řádově desítky °C. Ohřev vzorku lze snížit zmenšením urychlovacího napětí. Tímto krokem se však zvyšuje chromatická a sférická vada čoček, což vede ke snížení rozlišovací schopnosti.

Nabíjení vzorku

Velmi malá tepelná a elektrická vodivost plastů také způsobují, že se na povrchu vzorku začnou kumulovat elektrony a dochází kromě zahřívání i k nabíjení rastrovaného povrchu vzorku, což se projevuje deformacemi a rozostřením obrazu. Praktické zkušenosti ukázaly, že se povrch vzorku při nízkých energiích PE nabíjí kladně a při vysokých energiích záporně (viz Obr.12). Pro eliminaci nabíjení se povrch vzorku pokrývá vrstvičkou kovu (10-20 nm), jejímž účelem je odvádění nashromážděného náboje, zvýšení produkce SE a minimalizace teplotního poškození povrchu. K těmto účelům se nejčastěji používá zlato nebo platina. Výběr závisí na požadované granularitě kovu. Pokovování se může provádět např. napařováním, napařováním nebo impregnací.



Obr.12: Závislost celkového koeficientu emise signálních elektronů σ na energii PE

Nevýhodou pokovení je, že nevodivý povrch skryje mnohé detaily, které pak mohou při celkové interpretaci obrazu chybět. Existují minimálně dva způsoby jak tento nedostatek vyřešit. Jedním ze způsobů je pozorování vzorků v komoře při tlacích v řádu stovek až tisíc Pa. Tato metoda se nazývá enviromentální SEM a je založená na kompenzaci povrchového náboje ionty vznikajícími při srážkách urychlených elektronů s molekulami plynu. Nevýhodou však je, že v důsledku těchto srážek ztrácíme významný podíl signálu. Výsledkem je tedy horší rozlišení obrazu. I přesto jsou enviromentální rastrovací elektronové mikroskopy velmi rozšířené.

Lepšího rozlišení můžeme dosáhnout i bez pokovování a to metodou nenabíjecí SEM pomalými elektrony [9]. Jestliže dochází při nízkých energiích ke kladnému nabíjení vzorku a při vysokých energiích k zápornému, existuje energie, při které k nabíjení nedochází, protože počet dopadajících elektronů je stejný jako počet emitovaných elektronů. Ke stanovení této tzv. kritické energie je zapotřebí měřit časovou změnu signálu od prvního osvětlení bodu vzorku (pro nevodivé vzorky obvykle existují dvě hodnoty krit. energie). Běžné rastrovací el. mikroskopy však obvykle nenabízejí možnost měnit energii PE plynule a při nízkých energiích (stovky až jednotky eV) se snižuje proud svazku a zhoršuje rozlišení. Pro použití této metody je tedy výhodné vybavit mikroskop katodovou čočkou. Tato čočka slouží ke zpomalení PE na konečnou (nízkou) energii a umožňuje ji plynule měnit. Metoda nenabíjecí SEM šetří čas a náklady vynaložené na pokovování. Nelze ji však použít vždy, omezení spočívá v hladkosti povrchu (drsnot maximálně jednotky až desítky μm) a stejnorodosti (nejsou-li stejnorodé, musí oblasti mít alespoň přibližně stejnou hodnotu krit. energie). [9]

5 Příprava vrstev Y_2O_3

5.1 Naprašovací systém BOC EDWARDS TF600

Tento naprašovací systém je navržen pro zvýšené požadavky na schopnosti procesu a lze jej rozdělit na několik základních bloků, jimiž jsou komora, ve které probíhá samotné naprašování, čerpací aparatura a skříň s řídicími prvky (viz. **Obr.13**). Komora je vyrobena z typ 304 nemagnetické nerez oceli a její rozměry jsou 600 mm na šířku a 500 mm na výšku. Dvířka komory jsou opatřena oknem o průměru 100 mm pro vizuální sledování depozičního procesu.



Obr.13: Fotografie naprašovacího systému TF600

Systém je vybaven PLC automatickým řízením vakua s dotykovou obrazovkou. Proces odčerpání komory je pro zvýšení rychlosti čerpání rozdělen do dvou fází. V první fázi je odčerpávání prováděno rotační vývěvou přibližně na $1 \cdot 10^{-3}$ Pa. V druhé fázi pak přichází na

řadu turbomolekulární vývěva. Ta již odčerpá komoru na požadovaný tlak $2 \cdot 10^{-4}$ Pa a to za méně než 30 minut.

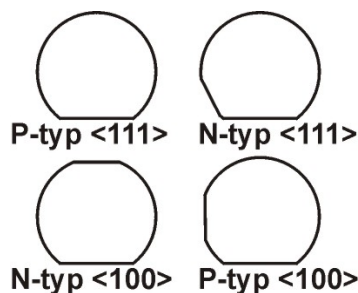
TF600 umožňuje depozici jak při vypnuté, tak i zapnuté rotaci vzorku. Samotný proces naprašování není zcela automatizovaný, magnetron je třeba vypnout manuálně, jakož i rotaci vzorku. Jakmile je naprašovací proces dokončen, je třeba v komoře provést vyrovnání tlaku. Následně je do komory vpuštěn dusík, který slouží jako ochranná atmosféra vzorků, které se pak mohou bezpečně vyjmout.

Inertním pracovním plynem je zde argon. Velkou výhodou je, že tento naprašovací systém umožňuje naprašování až šesti různých materiálů aniž by se porušilo vakuum. Naprašovací zařízení TF600 umožňuje provádět více druhů úpravy povrchu:

1. iontové leptání - do výkonu 200 W
2. DC naprašování - do výkonu 1,5 kW
3. RF naprašování – do výkonu 600 W
4. operace elektronovým svazkem

5.2 Popis a příprava substrátu

Jako substrát byly použity křemíkové desky *p*-typu o průměru 3 “ a tloušťce 450 μm . Desky jsou opatřeny fazetou (zbroušeným místem), která slouží k označení krystalografické orientace (viz. **Obr.14**).



Obr.14: Fazety desek o různých krystalografických orientacích

V tomto případě mají desky krystalografickou orientaci $\langle 1,1,1 \rangle$. Jelikož nebyla naprašovací aparatura v Centru nových technologií připravena na naprašování keramického Y_2O_3 , byla provedena nejprve zkušební optimalizační depozice tohoto materiálu. Pro zajištění dostatečného množství zkušebních vzorků bylo několik desek nařezáno na čtvrtiny perem s diamantovým hrotem.

Načež byly nařezané čtvrtiny omyty lihem a vysušeny filtračními papíry. Po vložení vzorků do komory bylo před samotným naprašováním provedeno odleptání tenké povrchové vrstvy po dobu 10 minut iontovým svazkem o výkonu 150 W.

5.3 Parametry naprašování

Naprašovací proces byl prováděn depozičním systémem TF600 (viz. výše) umístěným ve Centru nových technologií v Plzni a sice metodou RF magnetronového naprašování při použití standardizované pracovní frekvence 13,56 MHz. Naprašování proběhlo nereaktivní metodou. Odprašovaný materiál byl ve formě pevného keramického Y_2O_3 o průměru 3" o 99,99% čistotě. Inertním pracovním médiem byl argon.

V tabulkách **Tab.1** a **Tab.2** jsou uvedeny souhrnné parametry naprašování první a druhé série.

Tab.1: Depoziční parametry vzorků 1. série

Číslo vzorku	Výkon	Doba depozice	Rotace vzorků	Průtok Ar	Tlak	Teplota substrátu	Tloušťka vrstvy
[-]	[W]	[min]	[on/off]	[sccm]*	[Pa]	[°C]	[nm]
1	400	70	on	10	1,05	33	-
2	400	50	on	10	1,1	37	-
3	400	20	off	10	1,1	33	30 - 40
4	400	40	off	10	1,1	35	-
5	400	90	on	10	1,05	37	95
6	400	90	on	10	1,05	37	95
7	zlomený			-	-	-	-
8	400	110	on	10	1,07	49	130
9	400	110	on	10	1,07	49	130

*sccm (standard cubic centimeter per minute) – průtok 1 krychlového centimetru za minutu

Tab.2: Depoziční parametry vzorků 2. série

Číslo vzorku	Výkon	Doba depozice	Rotace Vzorků	Průtok Ar	Tlak	Teplota substrátu	Tloušťka
[-]	[W]	[min]	[on/off]	[sccm]	[Pa]	[°C]	[nm]
vzorek 1	400	90	on	10	1,1	38	50
vzorek 2	400	110	on	10	1,1	55	70
vzorek 3	400	130	on	10	1,1	53	95

5.4 Vsázková pec LH

Vsázková pec řady LH od firmy LAC má flexibilní využití v laboratořích a slouží ke zkoumání různých materiálů tepelným zpracováním, při kterém ze vsázky neodchází žádné agresivní látky, které by mohly napadnout spirály nebo cihlovou vyzdívku. Lze jich využít i pro tepelné zpracování kovových materiálů nebo výpal skla či keramiky v menším množství [10]. Názorný snímek této pece je zobrazen na Obr.15.

Pec je tvořena bezrámovou konstrukcí z nerezového materiálu, jenž zajišťuje její dlouhou životnost. Dveře jsou vyplněny silnou deskou z minerálního skla a otevírají se směrem vzhůru. Jsou také opatřeny bezpečnostním koncovým spínačem. Komora pece je vyzděna odlehčenými cihlami a v drážkách vyzdívky jsou uloženy topné spirály. Tato pec rovněž umožňuje přívod ochranné atmosféry.



Obr.15: Vsázková pec s regulátorem teploty

V zadní části pece je umístěn větrací komínek a ventilátor pro zajištění ochlazování vnějšího pláště pece. Zařízení je vybaveno programovatelným regulátorem HT INDUSTRY 40 AL pro zajištění přesného řízení žádaného teplotního cyklu. Zařízení umožňuje dosažení pracovní teploty až 1340°C.

6 Diagnostika vrstev

6.1 Rastrovací elektronový mikroskop JSM-6700F

Tento mikroskop od firmy Jeol má vysokou rozlišovací schopnost. Vysokého rozlišení u tohoto rastrovacího elektronového mikroskopu se dosahuje některými konstrukčními odchylkami od konvenčních rastrovacích mikroskopů.



Obr.16: Aparatura mikroskopu JSM-6700F

Svazek primárních elektronů je zde generován autoemisí ze studené katody, pracující v ultravakuu řádu 10^{-8} Pa a vykazující malý energetický rozptyl emitovaných elektronů. To umožňuje dosažení vysokého rozlišení především při nižších hodnotách urychlovacího napětí. Tím, že autoemisní katoda pracuje při pokojové teplotě, může mít životnost až několik let.

Dalším prvkem, jenž umožňuje vysoké rozlišení v širokém rozmezí proudu elektronového svazku je automatické řízení aperturního úhlu elektronového svazku elektromagnetickou čočkou, umístěnou nad objektivovou čočkou. Toto uspořádání navíc umožňuje použití jediné aperturní clony pro celý rozsah proudu elektronového svazku, který může být nastaven v rozmezí od 1 pA až do 2 nA. Jelikož nedochází ke zvětšení průměru svazku při změně jeho proudu, lze dosáhnout vysokého rozlišení v celém rozsahu proudu primárního elektronového svazku.

Detekci sekundárních elektronů jsou použity detektory typu Evarhart-Thornley. První je umístěný v tubusu mikroskopu ("in lens" nebo také "upper" detektor) a druhý v komoře

vzorku ("lower" detektor). Umístění "upper" detektoru spolu s cylindrickými elektrodami v silně buzené kónické objektivové čočce zajišťuje, že je detekován pouze signál sekundárních elektronů SE 1 a SE 2.

Základní konfigurace rastrovacího mikroskopu JSM-6700F na ÚPT AV ČR Brno je doplněna YAG detektorem zpětně odražených elektronů vyvinutým na ÚPT AV ČR Brno [11]. Tento detektor rozšiřuje možnosti JSM-6700F, protože umožňuje pozorovat na sledovaných vzorcích materiálový kontrast s obdobným rozlišením jako u sekundárních elektronů.

Rastrovací mikroskop FE SEM JSM-6700F je vhodný pro pozorování jemných struktur, jako multivrstvé povlaky a nanočástice produkované nanotechnologiemi. V tabulce **Tab.3** jsou uvedeny souhrnné informace o tomto mikroskopu.

Tab.3: Specifikace Jeol JSM 6700F

Rozlišení:	1,0 nm (15 kV); 2,2 nm (1 kV)
Elektronová tryska:	studená autoemisní katoda
Urychlovací napětí:	500 V až 30 kV
Zvětšení:	25x až 650 000x
Proud ve stopě:	10^{-13} A až 2×10^{-9} A
Velikost vzorku:	průměr až 200 mm
Pracovní vzdálenost:	1,5 až 25 mm
Náklon vzorku:	-5° až +60°
Velikost obrazu:	1280 × 1024, 2560 × 2048 pixelů
Čerpání oblasti trysky:	3 iontové vývěvy
Tlak v oblasti katody:	řádu 10^{-8} Pa
Automatické operace:	ostření, stigmátory, expozice

6.2 Snímky naprášených vrstev z konfokálního mikroskopu



Obr.17: Snímek rozhraní 50nm vrstvy Y₂O₃ a křemíku

Budeme-li se dívat na **Obr.17** zleva, uvidíme v této části obrázku homogenní 50 nm vrstvu naprášeného oxidu, jenž postupně směrem doprava ubírá na tloušťce, až se dostaneme do oblasti samotného křemíkového substrátu bez naprášení. Tato oblast není naprášena, neboť v tomto místě byl křemíkový substrát uchycen v naprašovací aparatuře.



Obr.18: Snímek rozhraní 90nm vrstvy Y₂O₃ a křemíku

Na **Obr.18** je zcela jasně vidět, že při naprašování 90 nm vrstvy Y₂O₃ v ní při jejím růstu vznikají defekty, které mohou následně přispět k narušení její teplotní stability. Defekty jsou způsobeny především nedostatečnou adhezí naprášené vrstvy ke křemíkovému substrátu.

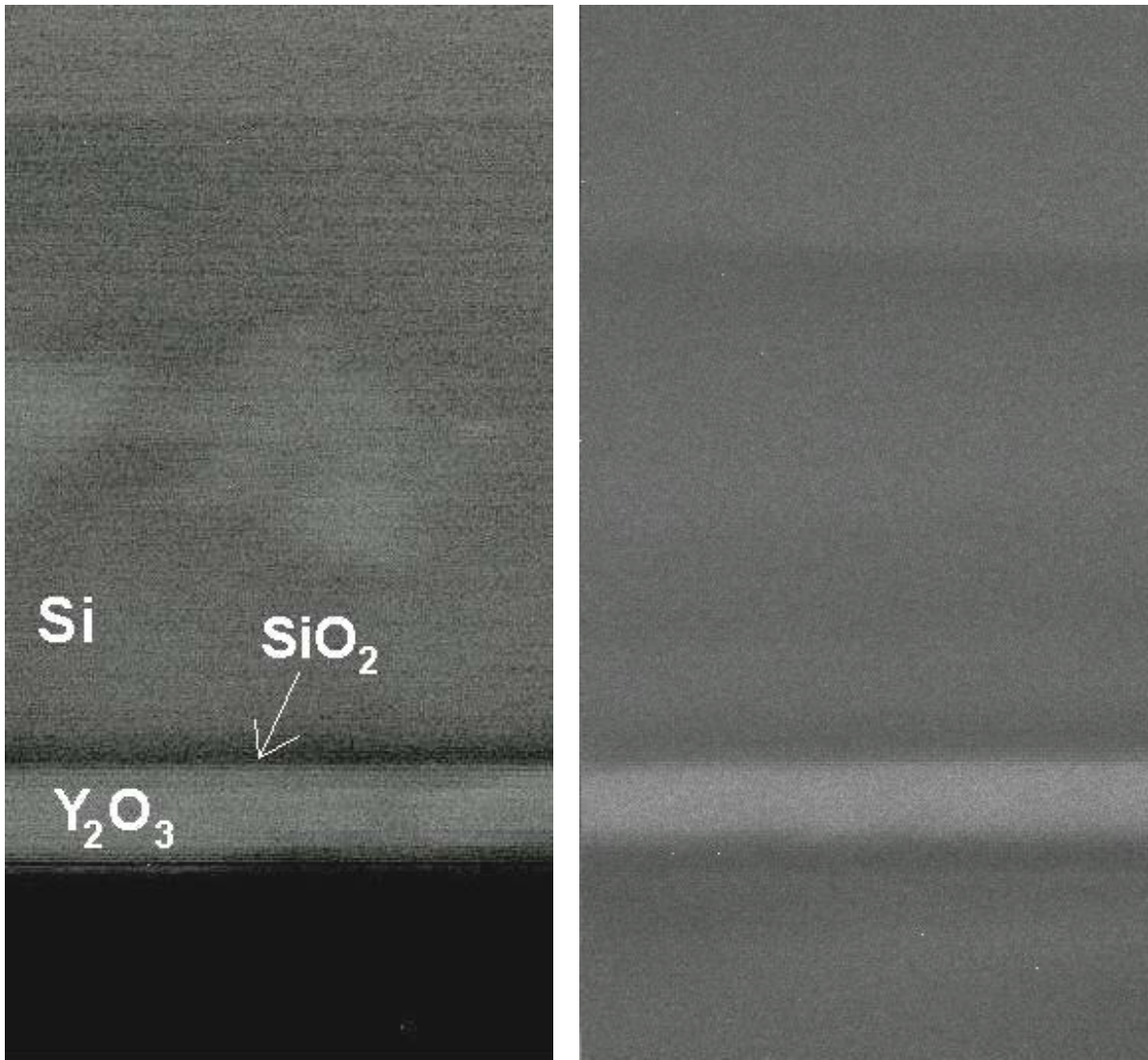


Obr.19: Snímek rozhraní 110nm vrstvy Y_2O_3 a křemíku

Na snímku **Obr.19** stejně jako na snímku **Obr.18** je patrná naprášená vrstva s množstvím defektů. Množství defektů na **Obr.19** je však větší a proto lze konstatovat, že toto množství roste s rostoucí tloušťkou naprášené vrstvy. Defekty jsou zapříčiněny především nedostačujícím provázáním částic naprašované vrstvy s povrchovou vrstvou křemíkového substrátu.

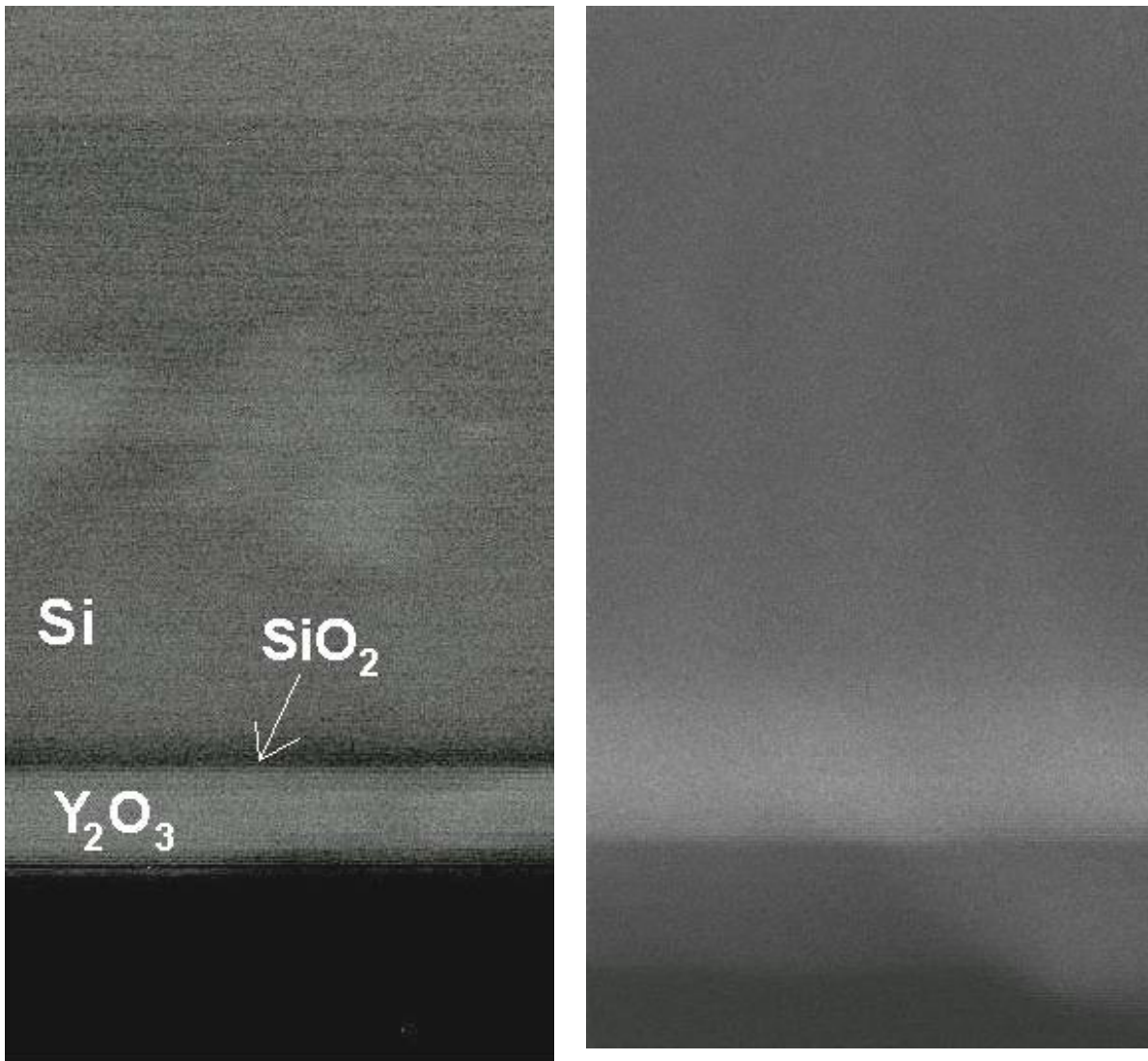
6.3 Vyhodnocení teplotně namáhaných vzorků

6.3.1 Porovnání naprášené vrstvy tloušťky 50 nm před a po žihání



Obr.20: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu - vlevo před žiháním, vpravo po žihání 3 minut při teplotě 500°C

Na **Obr. 20** je mezi vrstvou Y₂O₃ a Si substrátem zřetelná vrstvička SiO₂. Tato vrstvička vznikla v důsledku toho, že se zpočátku uvolňovalo z materiálu terče větší množství kyslíkových částic. Jak je patrné z pravé části obrázku, vrstva naprášeného Y₂O₃ po žihání nevykazuje žádné defekty a její struktura se nemění.



Obr.21: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu - vlevo před žiháním, vpravo po žihání 5 minut při teplotě 500°C

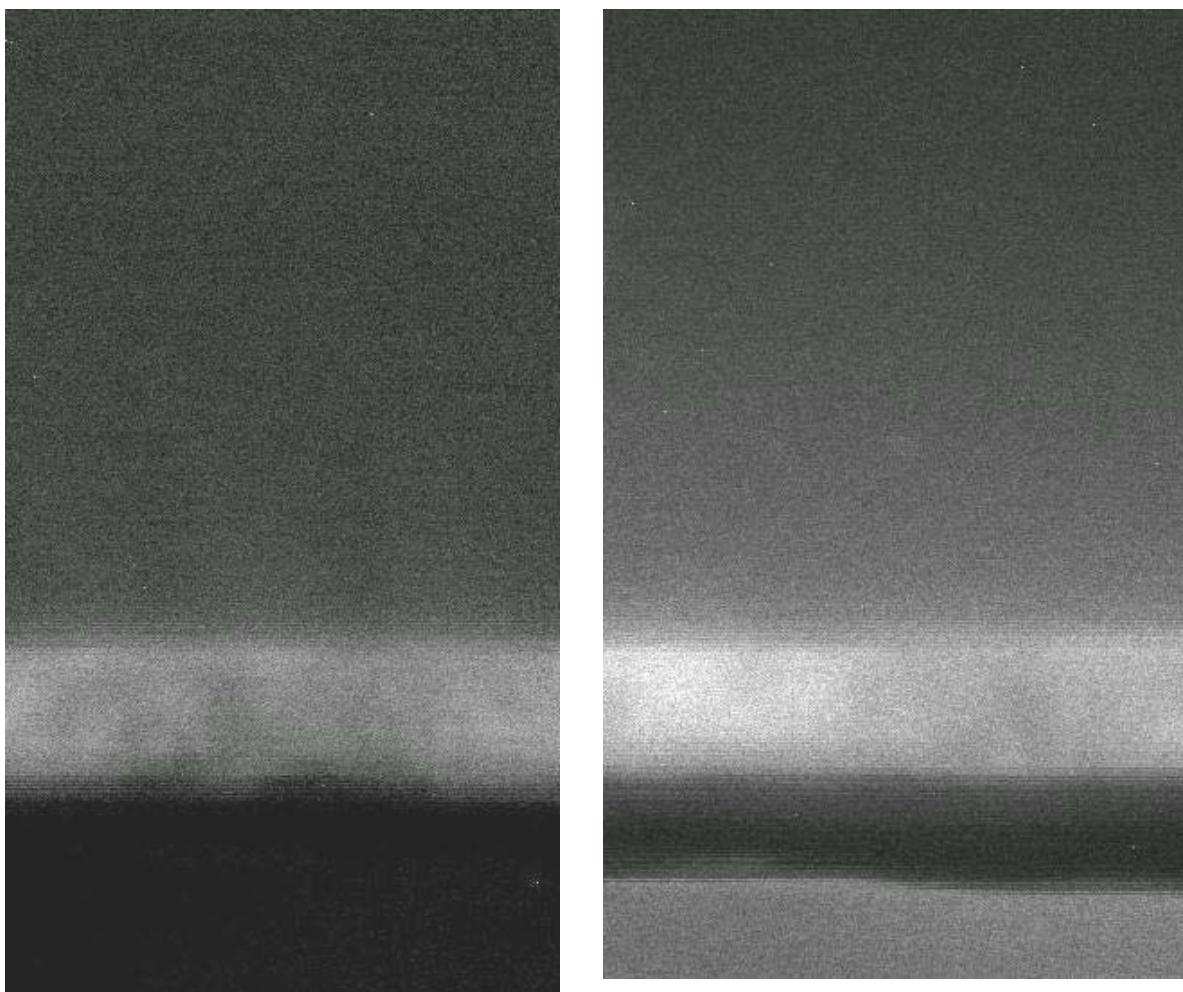
Pravá strana obrázku **Obr.21** je oproti levé znatelně rozostřena. To je způsobeno tím, že končí životnost studené katody mikroskopu a bylo obtížné udržovat stálý proud primárních elektronů (10 μ A). U tohoto stejně jako u předcházejícího obrázku je však patrné, že při žihání vzorku s tloušťkou vrstvy Y₂O₃ 50 nm při 500 °C nedochází k narušení této vrstvy.



Obr.22: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žíháním, vpravo po žíhání 5 minut při teplotě 1000°C

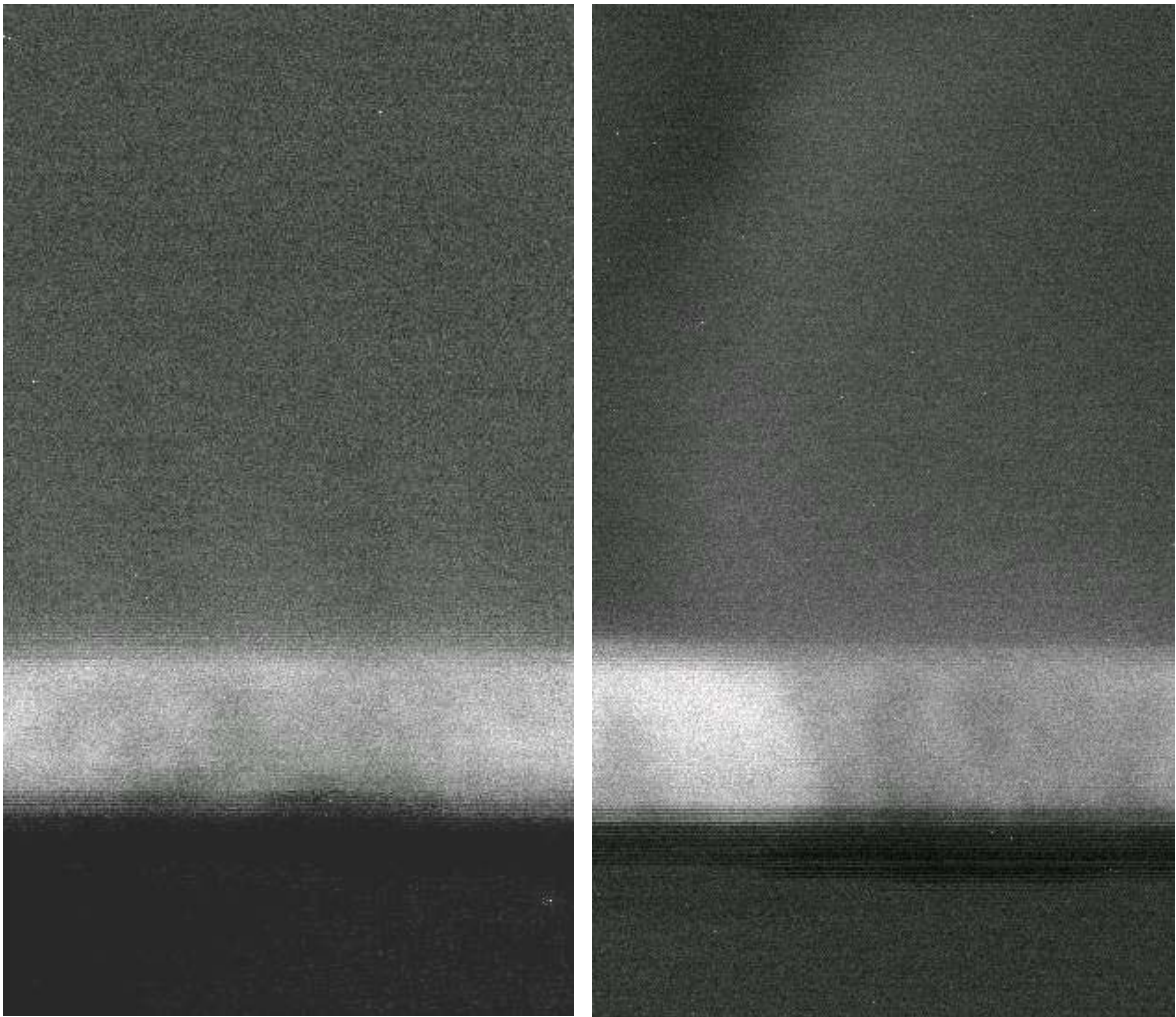
Po žíhání při teplotě 1000 °C došlo k degradaci deponované vrstvy. Na obrázku **Obr.22** je názorně vidět narušení (drolení) vrstvy, ke kterému došlo v důsledku působení vysoké teploty a nedostatečné adheze k substrátu z důvodu přítomnosti vrstvičky SiO_2 . V pravé části obrázku lze na povrchu Si spatřit oddrožený kousek naprášené vrstvy.

6.3.2 Porovnání vzorků tloušťky 90 nm před a po žihání



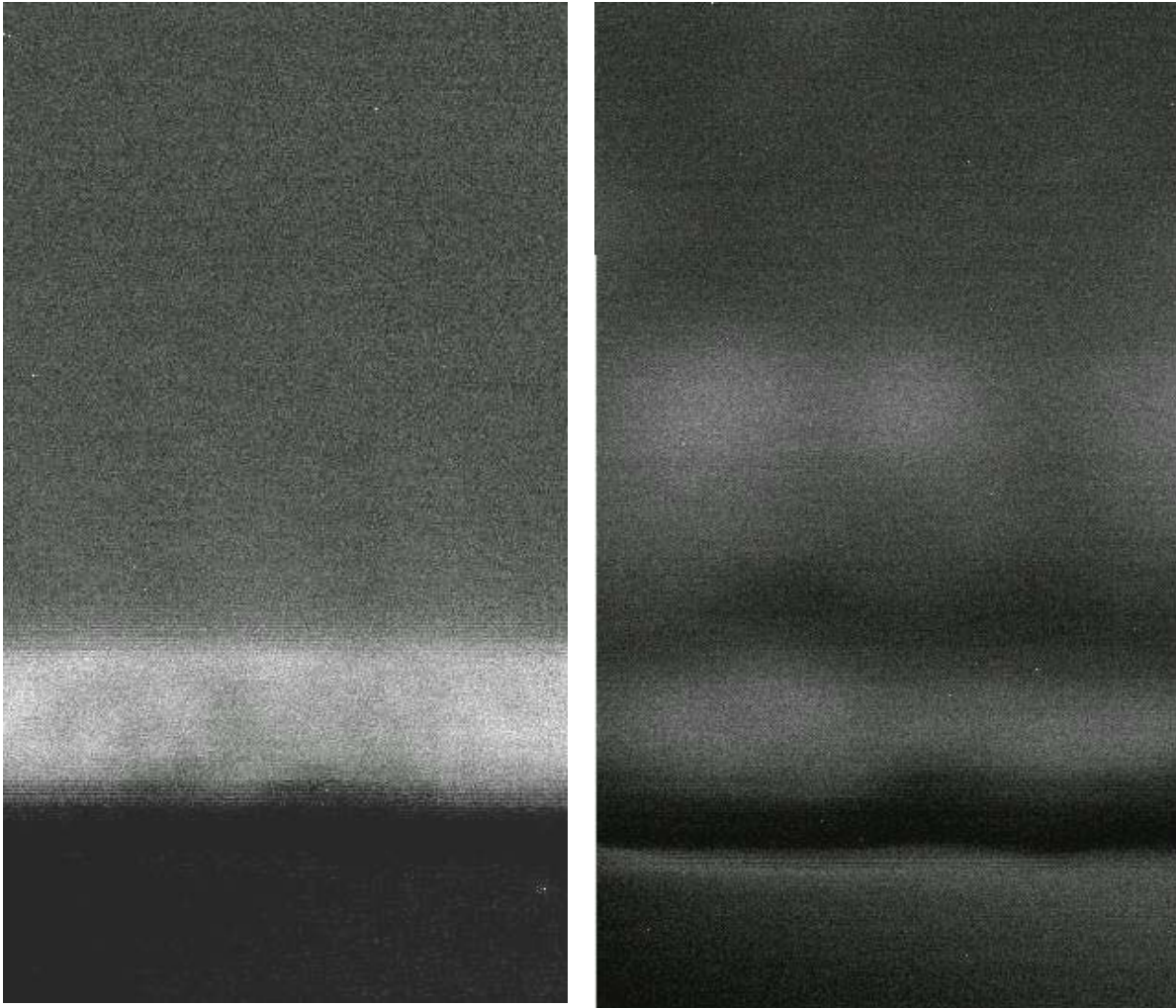
Obr.23: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žiháním, vpravo po žihání 3 minut při teplotě 500°C

Při porovnání pravé části **Obr. 23** s levou je vidět, že po žihání vzorku s 90 nm vrstvou zůstala tato zachována. V pravé části obrázku jsou od dolní hranice vrstvy níže vidět podélné pruhy, jejichž příčinou byla vibrace podloží místnosti s mikroskopem, v důsledku nedaleko probíhající opravy vozovky.



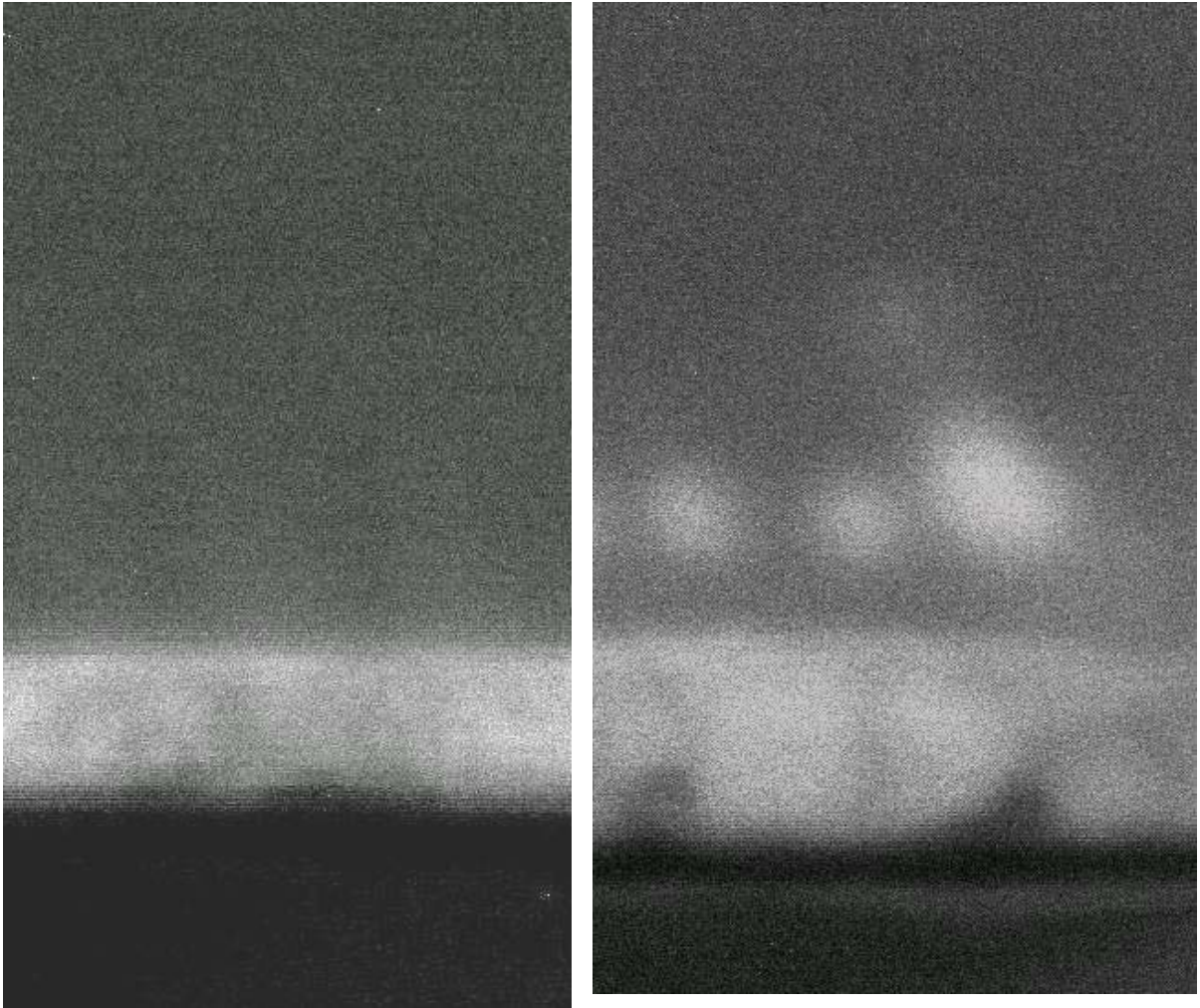
Obr.24: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žiháním, vpravo po žihání 5 minut při teplotě 500°C

Pravá strana obrázku **Obr.24** ukazuje, že po teplotním namáhání při 500°C stejně jako u předchozího obrázku **Obr.23** nedošlo k narušení struktury vrstvy. V pravé části obrázku **Obr.24** se část vrstvy Y_2O_3 jeví světlejší (vyšší) – to bylo způsobeno v důsledku lámání.



Obr.25: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu - vlevo před žiháním, vpravo po žihání 3 minut při teplotě 1000°C

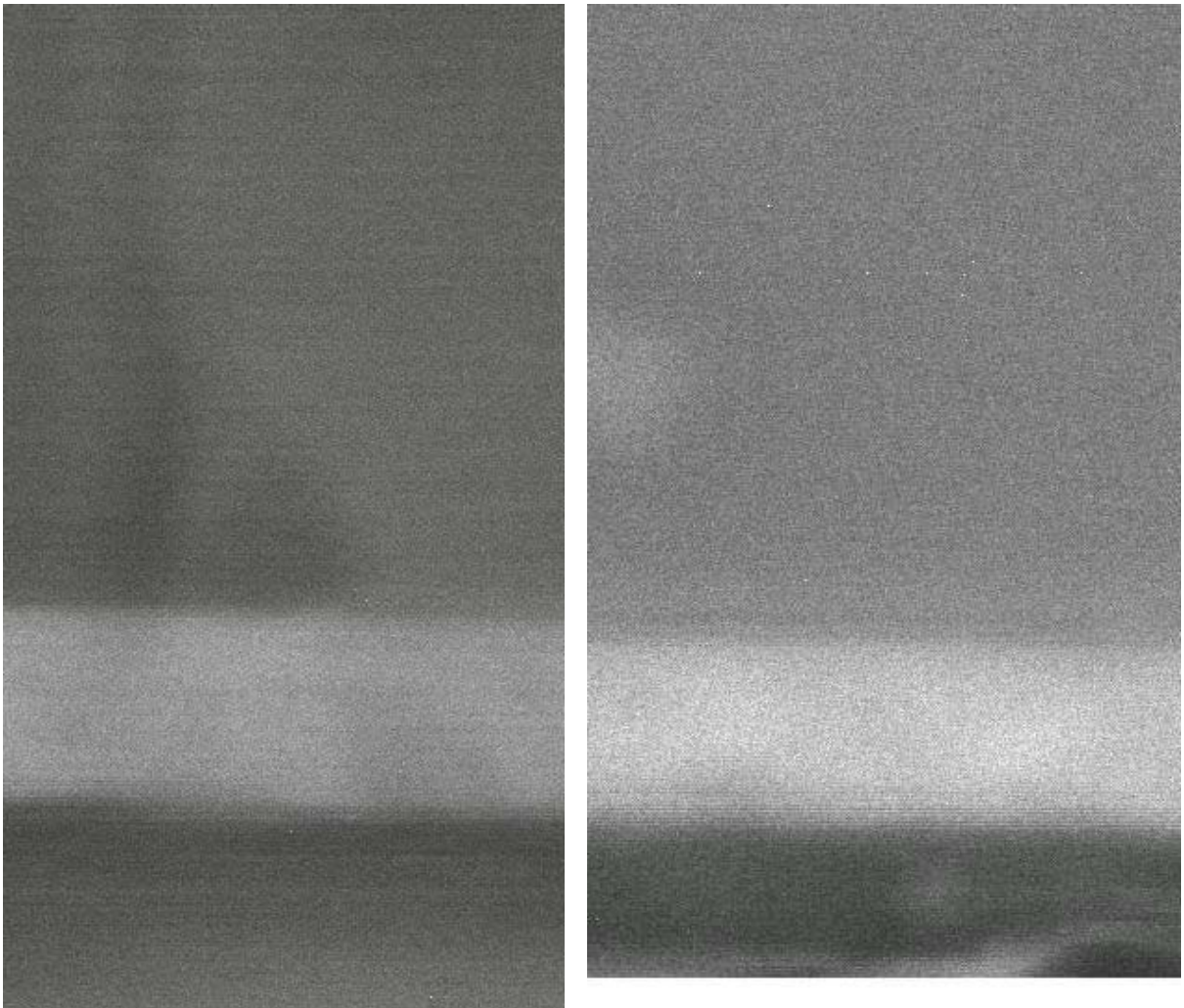
Po žihání při teplotě 1000 °C došlo ke znatelnému narušení deponované vrstvy. Pravá strana obrázku **Obr.25** ukazuje částičky oddrolené vrstvy. Rozpad vrstvy je důsledkem působení množství defektů v povrchu (viz. **Obr.18**) a nedostatečné adheze k substrátu z důvodu přítomnosti vrstvičky SiO₂.



Obr.26: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žiháním, vpravo po žihání 5 minut při teplotě 1000°C

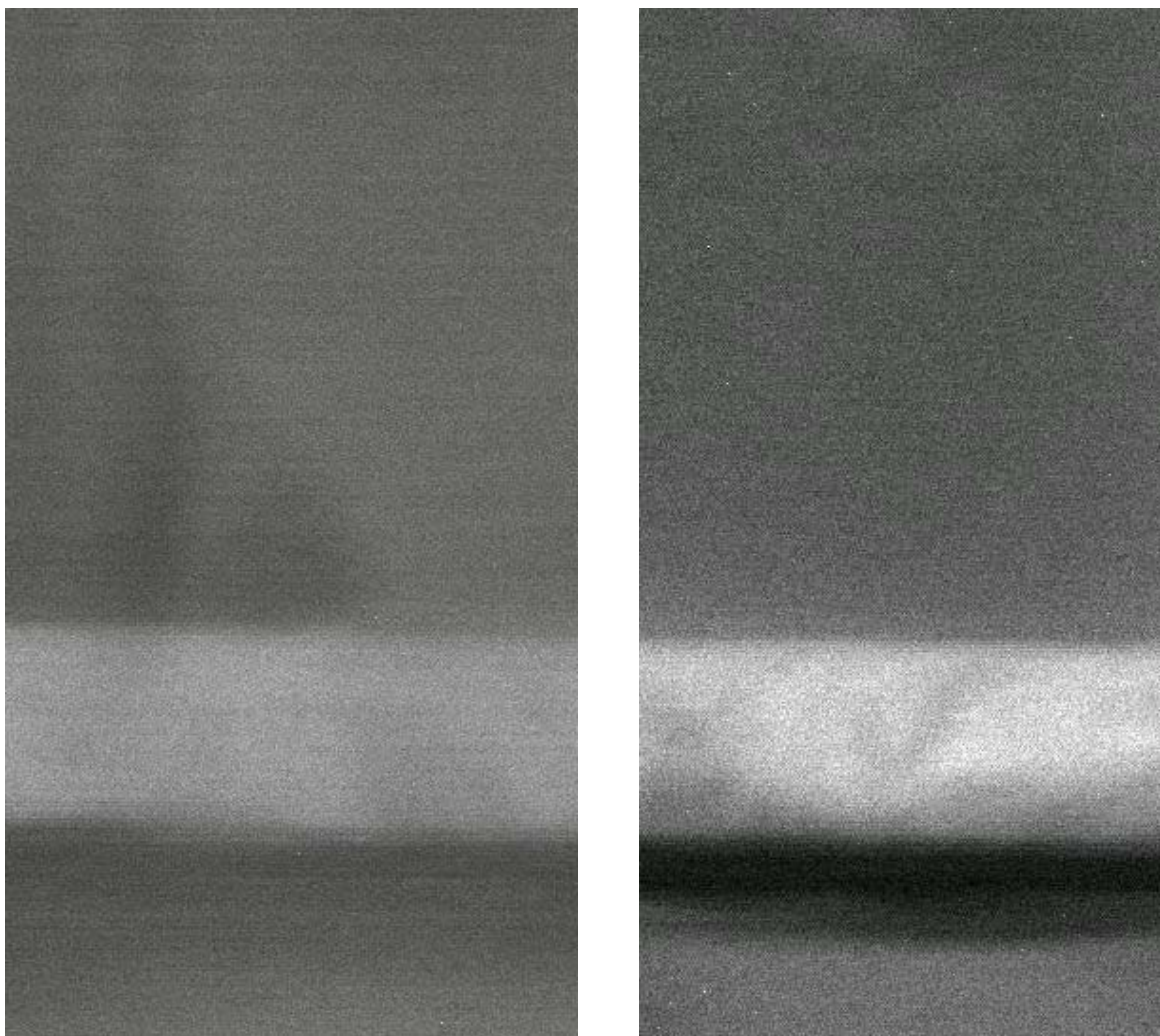
Obrázek **Obr.26** opět znázorňuje drolení nadeponované vrstvy, ke kterému došlo v důsledku nedostatečné adheze k substrátu. Nad rozpadající se vrstvou jsou patrné oddrovené a prodifundované částice Y_2O_3 .

6.3.3 Porovnání vzorků tloušťky 110 nm před a po žihání



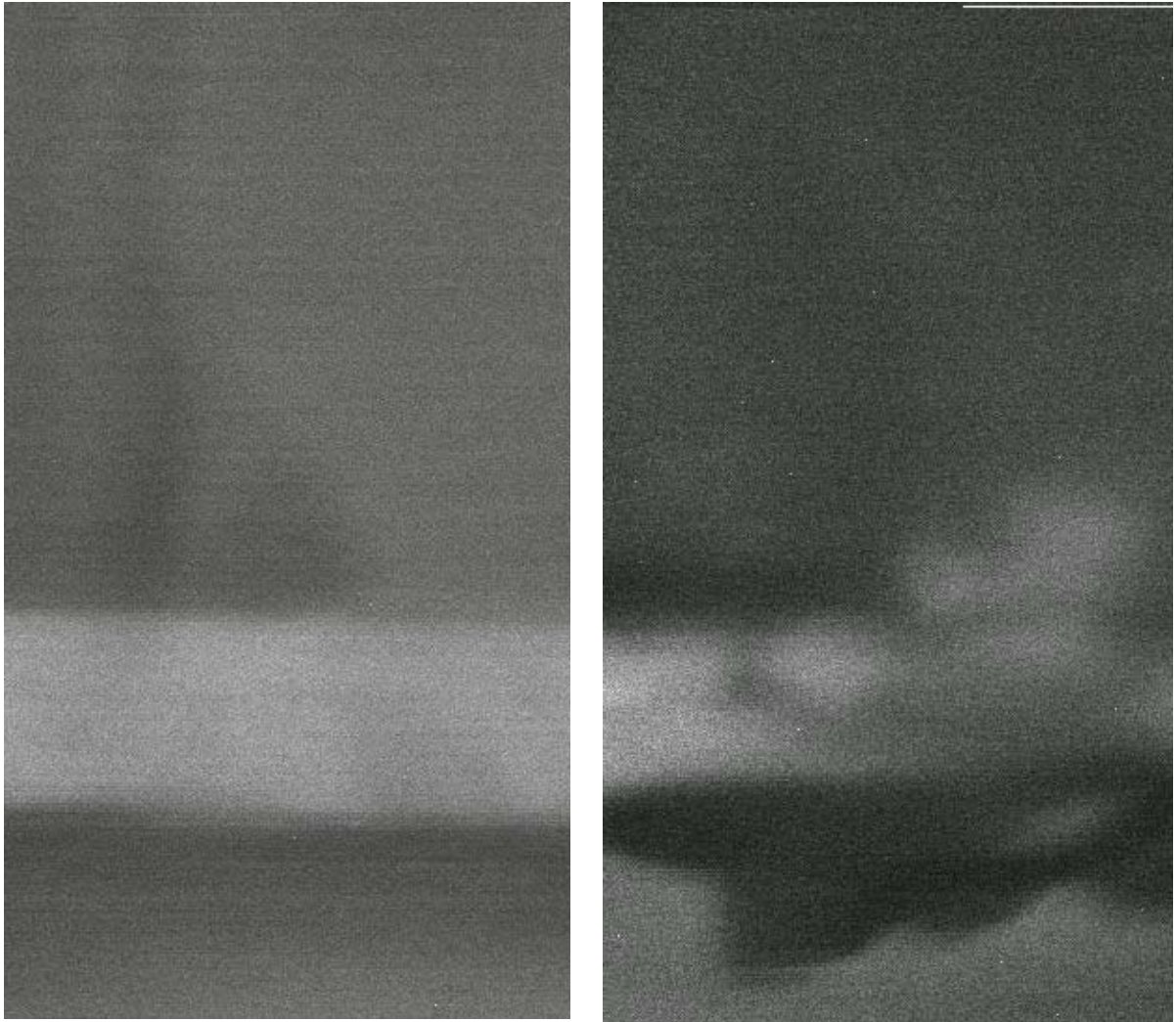
Obr.27: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu - vlevo před žiháním, vpravo po žihání 3 minut při teplotě 500°C

Na obrázku **Obr.27** je vidět, že naprášená 110 nm vrstva Y_2O_3 nebyla žiháním při 500°C narušena.



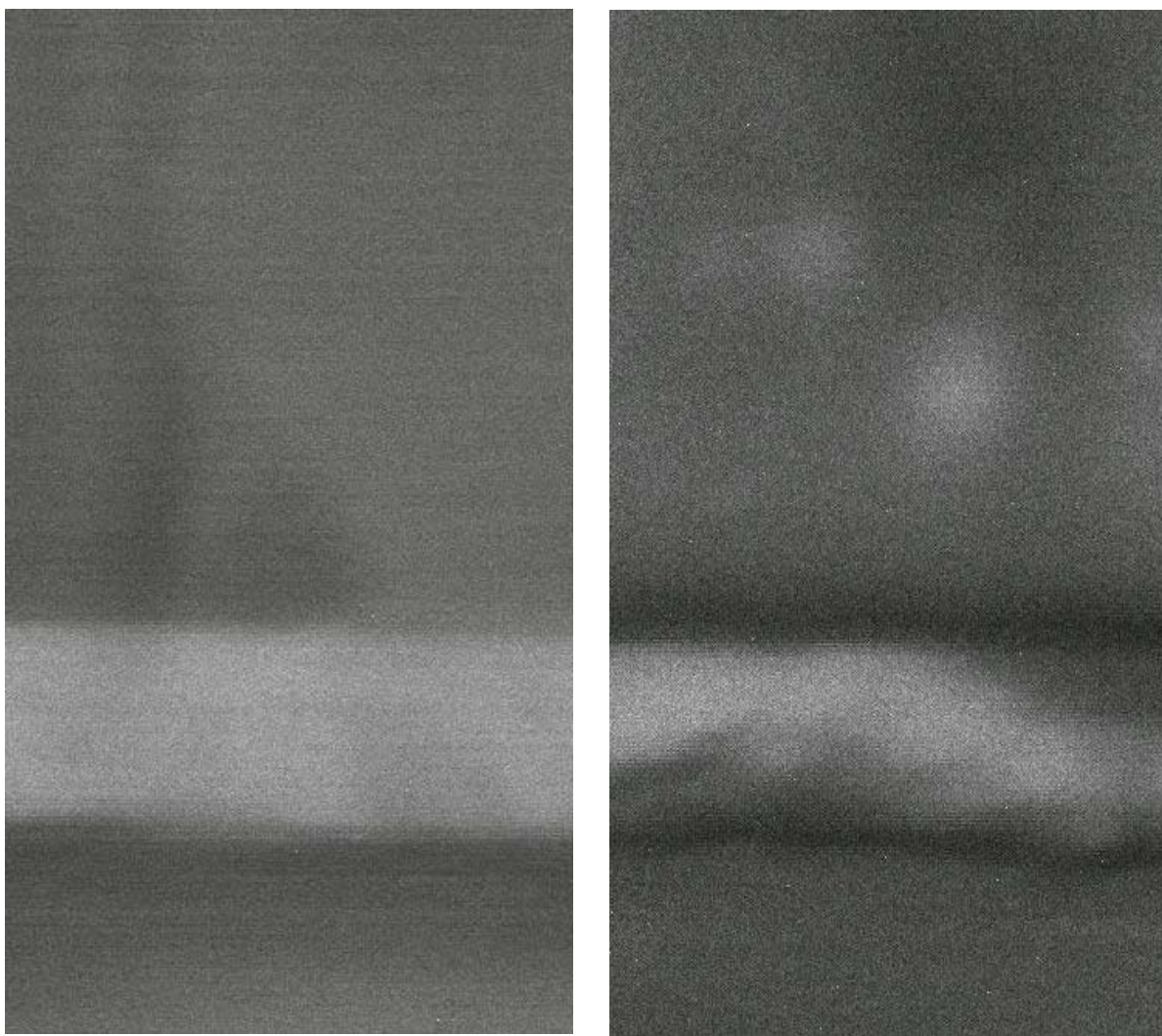
Obr.28: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žíháním, vpravo po žíhání 5 minut při teplotě 500°C

Pravá strana obrázku **Obr.28** ukazuje, že po teplotním namáhání při 500°C stejně jako u předchozího obrázku **Obr.27** nedošlo k narušení vrstvy. “Stíny“ ve vrstvě Y_2O_3 na obrázku **Obr.28** ukazují strukturu lomu (světlejší vrstva je vyšší).



Obr.29: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žíháním, vpravo po žíhání 3 minut při teplotě 1000°C

Po žíhání při teplotě 1000 °C došlo k degradaci deponované vrstvy. Na obrázku **Obr.29** je názorně vidět narušení (drolení) vrstvy, ke kterému došlo v důsledku velkého množství poruch (viz. **Obr.19**) a nedostatečné adheze k substrátu z důvodu přítomnosti vrstvičky SiO₂. Na pravém kraji obrázku je patrné rozostření způsobené končící životností studené katody mikroskopu.



Obr.30: Struktura rozhraní deponované vrstvy a substrátu -
vlevo před žiháním, vpravo po žihání 5 minut při teplotě 1000°C

Obrázek **Obr.30** znázorňuje, stejně jako předchozí obrázek **Obr.29**, drobení nadeponované vrstvy Y_2O_3 o tloušťce 110 nm, ke kterému došlo v důsledku nedostatečné adheze k substrátu a velkého množství poruch (viz. **Obr.19**). Nad rozpadající se vrstvou jsou v křemíku patrné prodifundované částice Y_2O_3 .

7 Shrnutí

Tato práce se zabývala naprašováním tenkých vrstev oxidu yttria na křemíkový substrát. V teoretické části byla popsána technika RF naprašování a princip funkce rastrovacího mikroskopu. Samotná operace naprašování byla provedena na naprašovací aparatuře TF600 v Centru nových technologií v Plzni. Následně bylo na rastrovacím elektronovém mikroskopu na Ústavu přístrojové techniky AV ČR provedeno měření topografie nadeponované vrstvy. Následně byly vzorky vystaveny teplotním cyklům 500°C a 1000°C.

Nejvhodnějším způsobem přípravy vzorků pro pozorování elektronovým mikroskopem je iontové nařezání desky s tenkou vrstvou a následná "konzervace" pryskyřicí, aby nedošlo k porušení vzorku. Jelikož však bylo třeba se vzorky dále manipulovat, byly desky nejprve nařezány laserem a poté bylo provedeno dolamování na jednotlivé vzorky.

Při naprašování vrstvy Y_2O_3 docházelo kvůli rychlejšímu odprašování kyslíku z materiálu terče ke vzniku nežádoucích tenkých vrstviček SiO_2 na povrchu substrátu, které jsou nejvíce patrné na vzorku 1. Tato vrstvička způsobila snížení adheze vrstvy Y_2O_3 k substrátu. Do teploty 500°C zůstala naprašovaná vrstva, jak ukazují obrázky z mikroskopu, bez ohledu na adhezi zachována. Při působení teploty 1000°C se však vrstva začala drolit a její drobné částice difundovaly do Si. Narušení soudržnosti vrstvy bylo způsobeno nedostatečnou adhezí spolu s povrchovými defekty.

Po vyjmutí vzorku 2 a vzorku 3 z naprašovací aparatury bylo zjištěno, že se na jejich povrchu vytvořila tenká vrstva materiálu, jehož konkrétní složení se nepodařilo zjistit. Tato vrstva není na snímcích z elektronového mikroskopu rozeznat, ale mohla rovněž napomoci narušení stability vrstvy Y_2O_3 .

Pro další výzkum v této oblasti se z hlediska složení vytvářené vrstvy jeví výhodnější reaktivní naprašování, při kterém se do depoziční komory vpouští kromě pracovního také reaktivní plyn, který pak reaguje s deponovaným materiálem. Výhodou této depoziční metody je, že můžeme plynule měnit stechiometrii a složení naprašované vrstvy.

8 Seznam použitých zdrojů

- [1] ŠKODA, M. Fyzika povrchů.
Dostupné z WWW: <http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/s4r/povrch/>
- [2] Serafimidisová, A. *Sonochemical methods for the synthesis of oxidic materials*. Brno: Masarykova Univerzita Přírodovědecká fakulta, 2009. 88 stran. Dostupné z WWW: http://is.muni.cz/th/78237/prif_m/Diploma_Thesis.pdf?lang=cs
- [3] CERAC Incorporated. Yttrium oxide, Y₂O₃, for optical coating.
Dostupné z WWW: <http://www.cerac.com/pubs/proddata/y2o3.htm>
- [4] HUBÁLEK, J., ADÁMEK, M. Mikrosenzory a mikromechanické systémy.
Dostupné z WWW: <http://web.umel.feec.vutbr.cz/BMMS/scripta.pdf>
- [5] LIBRA, M. Naprašování tenkých vrstev.
Dostupné z WWW: http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=25484
- [6] Bunshah, R. F. Handbook of deposition technologies for films and Coatings. New Jersey: Noyes Publications, 1994. 318 stran ISBN 0-8155-1337-2. Dostupné z WWW: http://www.knovel.com/web/portal/browse/display?_EXT_KNOVEL_DISPLAY_bookid=57
- [7] KAZELLE, J., LIEDERMANN, K., JIRÁK, J., HAVLÍČEK, S., VANĚK, J., ROZSÍVALOVÁ, Z., SEDLAŘÍKOVÁ, M. Elektrotechnické materiály a výrobní procesy. Dostupné z WWW: https://www.feec.vutbr.cz/et/skripta/uete/Materialy_a_vyrobní_procesy_S.pdf
- [8] Nebesářová, Jana. Elektronová mikroskopie pro biology. 2001. Dostupné z WWW: <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.2.html>
- [9] MIKA, Filip, FRANK, Luděk Zobrazení nevodivého vzorku v rastrovacím elektronovém mikroskopu. *Jemná mechanika a optika*, 2005, roč. 50, č. 3, s. 82. Dostupné z WWW: <http://www.fzu.cz/struktura/casopisy/jemnam/2005/Jmo-03/Optika3.pdf>
- [10] Katalog výrobků firmy LAC Dostupný z WWW: <http://www.lac.cz/cz/page-229-pece-laboratorni-lh.html>
- [11] WWW stránky Ústavu přístrojové techniky AV ČR dostupné z : <http://www.isibrno.cz/lem/jeol.html>