

Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Katedra experimentální fyziky

Nanotechnologie



Diplomová práce

Měření elastických vlastností materiálů pomocí
povrchových akustických vln

Vypracoval: Bc. Radim Kudělka

Vedoucí práce: Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.

Bibliografická identifikace:

Jméno a příjmení autora:	Bc. Radim Kudělka
Název práce:	Měření elastických vlastností materiálů pomocí povrchových akustických vln
Typ práce:	diplomová
Pracoviště:	Katedra experimentální fyziky
Vedoucí práce:	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Školitel specialista:	doc. Mgr. Pavel Tuček, Ph.D.
Rok obhajoby práce:	2020
Počet stran:	63
Počet příloh:	0
Jazyk:	Český
Klíčová slova:	povrchové akustické vlny, elastické vlastnosti, tenké vrstvy, anizotropie křemíku, nanoindentace

Abstrakt:

Elastické vlastnosti objemových materiálů a tenkých vrstev je možné nedestruktivně vyšetřovat pomocí měření rychlosti šíření akustických vln. Tyto vlny lze v materiálu generovat prostřednictvím absorpce krátkého laserového pulzu, což vede k excitaci širokého frekvenčního spektra povrchových akustických vln. Jejich energie je lokalizována převážně na povrchu, amplituda vln klesá exponenciálně s hloubkou. Díky tomu jsou velmi citlivé na jakékoliv povrchové defekty, stejně tak i na povrchové vrstvy. Kvůli defektům a povrchovým vrstvám dochází k disperzi, tj. závislosti fázové rychlosti SAW na frekvenci. Z disperzní závislosti jsou následně dopočítány vlastnosti substrátu i tenké vrstvy.

V rámci této diplomové práce byly zkoumány různé druhy objemových materiálů a tenkých vrstev. Důraz byl kladen zejména na monokrystalický křemík. Naměřené hodnoty Youngova modulu pružnosti jsou úspěšně srovnány s hodnotami z nanoindentační zkoušky a jsou v rámci intervalu hodnot z literatury, naměřené hodnoty tloušťky tenkých vrstev v intervalu od jednotek po stovky nanometrů jsou srovnány s optickou referenční metodou.

Bibliographic identification

Author's first name and surname: Bc. Radim Kudělka
Title: Measurement of elastic properties of materials via surface acoustic waves
Type of thesis: master
Department: Department of Experimental Physics
Supervisor: Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Consultant: doc. Mgr. Pavel Tuček, Ph.D.
The year of presentation: 2020
Number of pages: 63
Number of appendices: 0
Language: Czech
Keywords: surface acoustic waves, elastic properties, thin films, silicon anisotropy, nanoindentation

Abstract:

Elastic properties of bulk materials and thin films can be non-destructively characterized via acoustic waves. Such waves can be generated in the material by absorption of a short laser pulse, which leads to the excitation of a wide frequency spectrum of surface acoustic waves. The energy of the surface acoustic waves is mostly localized on the surface, wave amplitude decays exponentially with the distance from the surface which makes them very sensitive to any layers or thin films on the top of the substrate. Such films or layers cause dispersion which is the dependence of the phase velocity of the surface acoustic waves on their frequency, from which the parameters of both substrate and thin film can be calculated.

Various bulk materials and thin films have been examined. Emphasis was placed on monocrystalline silicon. The measured values of Young's modulus have been successfully compared with values obtained from nanoindentation and from literature, measured film thickness ranging from hundreds to units of nanometres is compared with an optical method.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně pod vedením Mgr. Radima Čtvrtlíka, Ph.D. a že jsem užil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci dne:

Podpis autora:

Poděkování

Děkuji za podporu projektu IGA_PrF_2020_007 Univerzity Palackého v Olomouci a projektu CZ.02.1.01/0.0/0.0/17_049/0008422 Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Dále bych velmi rád poděkoval vedoucímu práce Mgr. Radimovi Čtvrtlíkovi, Ph.D. za cenné rady, množství věnovaného času, nadstandardní přístup a v neposlední řadě velkou trpělivost během přípravy této diplomové práce.

Obsah

1	Úvod.....	7
2	Povrchové akustické vlny v pevných látkách	8
3	Metoda laserem indukovaných povrchových akustických vln (LAW).....	11
3.1	Metoda LAW založená na detekci pomocí piezoelektrického jevu	11
3.1.1	Příklady naměřených signálů a vypočítané disperzní závislosti.....	15
3.2	Srovnání s ostatními metodami charakterizace mechanických vlastností povrchů ...	17
3.2.1	Metoda LAW vs. nanoindentace.....	20
3.3	Srovnání s ostatními metodami charakterizace tloušťky tenkých vrstev	21
4	Základní popis anizotropie monokrystalického křemíku	22
4.1	Krystalická struktura křemíku	23
4.2	Výpočet Youngova modulu pružnosti křemíku z elastických konstant.....	27
5	Popis přístroje a parametry měření	29
5.1	Specifika měření.....	30
6	Charakterizace objemových materiálů	33
6.1	Izotropní materiály.....	33
6.2	Anizotropní materiály	36
6.2.1	Rychlost šíření SAW na Si(100)	38
6.2.2	Rychlost šíření SAW na Si(110) a Si(111).....	46
7	Charakterizace tenkých vrstev	48
7.1	Měření tloušťky tenkých vrstev SiO _x	48
7.2	Měření Youngova modulu pružnosti tenkých vrstev	53
8	Závěr.....	57
	Seznam použitých symbolů a zkratk	59
	Použitá literatura a zdroje.....	60

1 Úvod

Tenkové vrstvy v posledních letech pronikají do celé řady industriálních odvětví, s jejich aplikacemi se setkáváme prakticky každý den. S tímto rozmachem tenkých vrstev však přichází potřeba charakterizace jejich mechanických vlastností, které jsou důležité pro jakoukoliv konkrétní aplikaci. Tenké vrstvy jsou totiž často vystavovány vnějším napětím už během své výroby a následně po celou dobu životnosti. Proto je vývoj nových metod pro testování tenkých vrstev esenciální pro jejich výzkum, vývoj i produkci.

Jednou z perspektivních metod pro měření elastických vlastností materiálů je metoda založená na analýze povrchových akustických vln. Této metodě se věnuje následující diplomová práce, jejíž cílem je charakterizace různých tenkých vrstev a objemových materiálů. Konkrétně zjistit, jak tenké vrstvy je možné spolehlivě měřit, využít tuto metodu pro zkoumání anizotropních látek, změřit rychlost šíření povrchových vln na křemíku a nalézt ideální substrát pro co nejspolehlivější měření tenkých vrstev.

Práce má následující členění: kapitoly 2 – 4 obsahují teoretický popis povrchových vln, princip metody a základní popis elastických vlastností křemíku, jakožto ideálního modelového systému kubického krystalu s diamantovou strukturou a značným aplikačním využitím. Základní principy použité metody jsou prezentovány přímo na experimentálních datech. Kapitola 5 obsahuje konkrétní informace o použitém vybavení. Kapitoly 6 a 7 obsahují experimentální výsledky a diskuzi. Kapitola 6 se věnuje charakterizaci izotropních i anizotropních substrátů a objemových materiálů. Kapitola 7 se zabývá charakterizací Youngova modulu pružnosti a tloušťky tenkých vrstev.

2 Povrchové akustické vlny v pevných látkách

Akustické vlny v pevných látkách jsou důsledkem vzájemné interakce mezi jejich atomy a molekulami. Právě touto vzájemnou interakcí, vedoucí k mechanickému pohybu atomů nebo molekul, se tyto vlny principiálně odlišují od elektromagnetických vln, které zahrnují oscilace elektrického a magnetického pole. Dalším výrazným rozdílem je existence podélného i příčného mechanického vlnění, zatímco elektromagnetické vlny jsou svou povahou příčné [1].

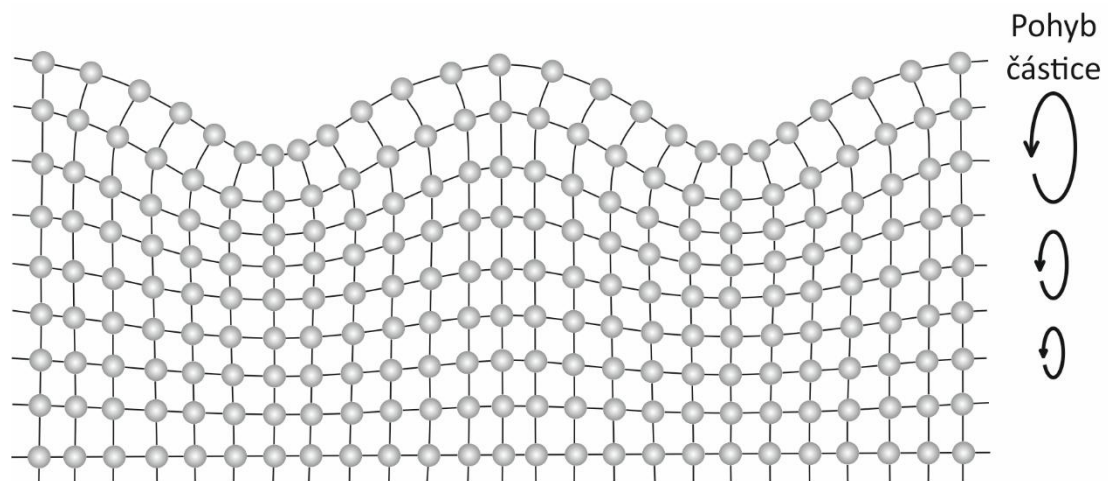
V homogenní izotropní elastické pevné látce se můžou šířit tři typy objemových akustických vln – podélná objemová akustická vlna neboli tlaková vlna s vektorem polarizace paralelním ke směru šíření vlny a dvě smykové (příčné) vlny s vektorem polarizace kolmým ke směru šíření vlny. První má vektor polarizace kolmý k povrchu prostředí a označuje se jako smyková vertikální objemová akustická vlna, druhá je polarizována paralelně s povrchem prostředí a označuje se jako smyková horizontální objemová akustická vlna [2]. Smykové vlny jsou občas označovány jako sekundární vlny nebo S-vlny, v případě zemětřesení jsou totiž pomocí seismografu detekovány jako druhé (po tlakové vlně), protože jejich rychlost šíření je nižší než rychlost šíření tlakové vlny, která je označována jako P-vlna [3].

Kapaliny a plyny také umožňují šíření mechanických vln, ale možné jsou pouze podélné polarizace (v případě kapalin s vysokou viskozitou je možné i šíření smykových vln [4]). Takovým vlněním v plynech (ve vzduchu) je samozřejmě zvukové vlnění, které se typicky dělí na infrazvuk, zvuk a ultrazvuk podle toho, jestli je jeho frekvence pod, uvnitř nebo nad intervalem slyšitelných frekvencí. Jako akustické se obecně označuje veškeré mechanické vlnění v pevných látkách, plynech a kapalinách.

Povrchové akustické vlny (SAW – Surface Acoustic Waves) byly objeveny Lordem Rayleighem a jsou proto někdy označovány jako Rayleighovy vlny [5]. Pro všechny povrchové vlny je typické, že místo šíření v celém objemu je energie vlny lokalizována na povrchu materiálu a šíří se tak v podstatě ve 2D prostoru. Hloubka, do které povrchové vlny pronikají, se dá ve většině případů aproximovat jejich vlnovou délkou, přičemž amplituda vlny klesá se vzdáleností od povrchu exponenciálně [6].

Tato skutečnost je zásadní pro charakterizaci tenkých vrstev, jelikož většina energie SAW se šíří v tenké povrchové vrstvě, namísto aby pronikala hlouběji do substrátu.

Základní vlastnosti SAW lze názorně demonstrovat pomocí vln na vodní hladině. Pohyb částic si lze představit jako pohyb listu na zvlněné vodní hladině. List se pohybuje nejen dopředu a dozadu, ale i nahoru a dolů vůči své původní pozici. Poloměr orbity, po které se list pohybuje odpovídá amplitudě vodních vln. Pokud by list neplaval na povrchu, ale pod hladinou, zmenšoval by se tento poloměr exponenciálně s rostoucí hloubkou. Eliptický pohyb částic znázorňuje obr. 1. Zatímco chování vodních vln je dáno zejména působením gravitačních sil, chování SAW na povrchu pevné látky je dáno elastickými silami uvnitř látky. Vnitřní napětí závisí na poměrné deformaci materiálu vůči jeho původnímu stavu. [7]



Obr. 1: Eliptický pohyb částic při šíření SAW v závislosti na vzdálenosti od povrchu.

Na rozdíl od objemových vln, pro které jsou podélné a příčné módy na sobě nezávislé, jsou pro povrchové vlny tyto módy vzájemně provázané (coupled). Kvůli asymetrii elastických sil na povrchu jsou SAW šířící se izotropním prostředím elipticky polarizované v sagitální rovině (rovinu rovnoběžnou se směrem šíření vlny a kolmou na povrch) [2]. SAW se od objemových vln liší i svou rychlostí šíření. Protože jsou částice na povrchu méně omezené než uvnitř objemu materiálu, je rychlost SAW (Rayleighova rychlost) o zhruba 5 až 13 % nižší než rychlost smykových vln (nejpomalejších objemových vln) [7].

Povrchové vlny existují ve velmi širokém (více než 10 řádů) frekvenčním intervalu. Na vzdáleném konci spektra infrazvuku to jsou seismické povrchové vlny s vlnovou

délkou v řádu kilometrů. Ty byly od objevu SAW až do poloviny 20. století jediné zkoumané povrchové vlny. Na opačném konci spektra jsou ultrazvukové SAW, jejichž výzkum odstartoval vývoj interdigitálních měničů (IDT – InterDigital Transducer). [7]

IDT jsou zařízení převádějící elektrický signál pomocí piezoelektrického jevu na SAW (input transducer) a následně převádějící SAW zpět na elektrický signál (output transducer). Tyto procesy mají celou řadu využití, zejména v senzorech [8], filtrech, zpožďovacích linkách (umožňují uložit 2 až 3 μ s signálu v délce 1 cm) a pro jakékoliv další zpracování signálu. Přehled různých aplikací je podrobně popsán v [9, 10]. SAW jsou pro tyto aplikace vhodné, protože mají při stejných frekvencích zhruba 10^5 krát kratší vlnovou délku než elektromagnetické vlny. Pokud by se pro stejné aplikace využívaly elektromagnetické vlny, musely by součástky být mnohem větší, a to by bránilo miniaturizaci. [9].

Kromě výše zmíněných technologických aplikací nachází SAW své využití také při analýze elastických vlastností tenkých vrstev a objemových materiálů. V roce 1968 byla vyvinuta metoda excitace širokého frekvenčního spektra SAW v ultrazvukové oblasti pomocí krátkých laserových pulzů absorbovaných materiálem [11]. Díky tomu je možné generovat SAW v širokém frekvenčním spektru, což je zásadní pro charakterizaci tenkých vrstev. Obecně platí, že excitaci SAW při nižších energiích laserového pulzu (pod 500 μ J) [12] způsobuje primárně termoelastický jev, pro vyšší energie pulzu způsobuje generaci SAW ablace povrchu [13].

3 Metoda laserem indukovaných povrchových akustických vln (LAW)

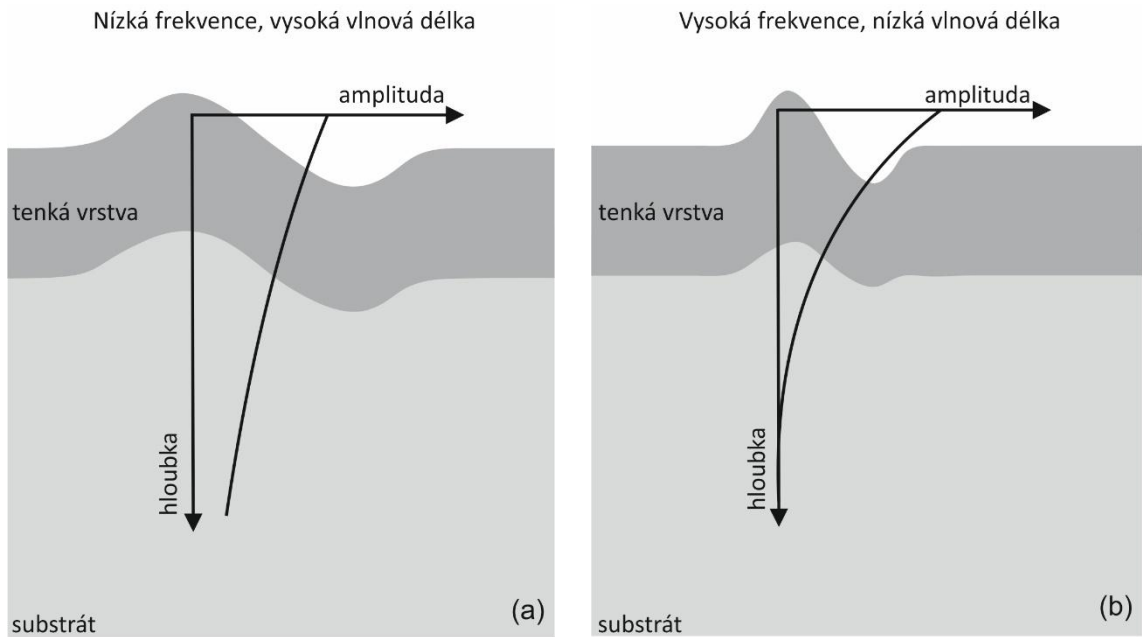
V následující kapitole je popsán princip charakterizace pevných látek metodou laserem indukovaných povrchových akustických vln (LAW). Jedná se o kombinovanou akusto-optickou nedestruktivní metodu pro měření rychlosti šíření SAW v materiálu, charakterizaci elastických vlastností objemových materiálů a tenkých vrstev a k určení tloušťky tenkých vrstev. Doposud bylo navrženo a experimentálně ověřeno několik modifikací této techniky, které se liší zejména způsobem detekce SAW. Využívá se zejména optická detekce [12, 14, 15] a kontaktní detekce založená na piezoelektrickém jevu [16, 17].

3.1 Metoda LAW založená na detekci pomocí piezoelektrického jevu

Metoda LAW uvažována v rámci této diplomové práce pro detekci SAW využívá piezoelektrickou fólii, kterou na povrch zkoumaného materiálu tlačí vodivý klín. Vodivý klín odvádí elektrický signál dál do osciloskopu.

Pro excitaci SAW metoda využívá termoelastický jev. Krátké (typicky pod 10 ns) laserové pulzy prochází válcovou čočkou a dopadají na povrch materiálu. Jejich absorpce vede k lokálnímu ohřevu a teplotnímu roztažení materiálu. Tím dojde ke vzniku širokého frekvenčního spektra SAW. Jejich frekvence se pohybuje v řádu jednotek až stovek MHz. Vlny se šíří z linie dopadu laserového svazku převážně v povrchové vrstvě materiálu.

Hloubka penetrace SAW do materiálu h_{pen} se dá aproximovat jejich vlnovou délkou ($h_{pen} \approx \lambda$) [7]. To znamená, že penetrační hloubka závisí na frekvenci ($f = v / \lambda$, kde v je rychlost šíření SAW). Čím vyšší je frekvence vlny, tím nižší je její penetrační hloubka a tím je vlna „povrchovější“. Například vlnění s frekvencí $f = 100$ MHz a rychlostí šíření vlny $v = 5000 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (běžné hodnoty například pro křemík) má penetrační hloubku $h_{pen} \approx 50 \text{ }\mu\text{m}$. Nicméně většina energie SAW je koncentrována na povrchu, což vede k vysoké citlivosti SAW na tenké vrstvy s tloušťkou i v řádu desítek nm, přestože penetrační hloubka je o několik řádů vyšší [16], viz obr. 2.



Obr. 2: Útlum amplitudy povrchových vln v závislosti na hloubce pro a) nízkou frekvenci a b) vysokou frekvenci vln.

Fázová rychlost v SAW v dokonale homogenních objemových izotropních materiálech bez jakékoliv povrchové vrstvy je nezávislá na frekvenci. Dá se aproximovat pomocí vztahu navrhnutého Bergmannem [18], jenž dává přesné hodnoty pro materiály s Poissonovým číslem ν v rozsahu $0 \leq \nu \leq 0,5$:

$$v = \frac{0,87 + 1,12\nu}{1 + \nu} v_t, \quad (1)$$

kde v_t je fázová rychlost smykové (příčné) vlny:

$$v_t = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1 + \nu)}}, \quad (2)$$

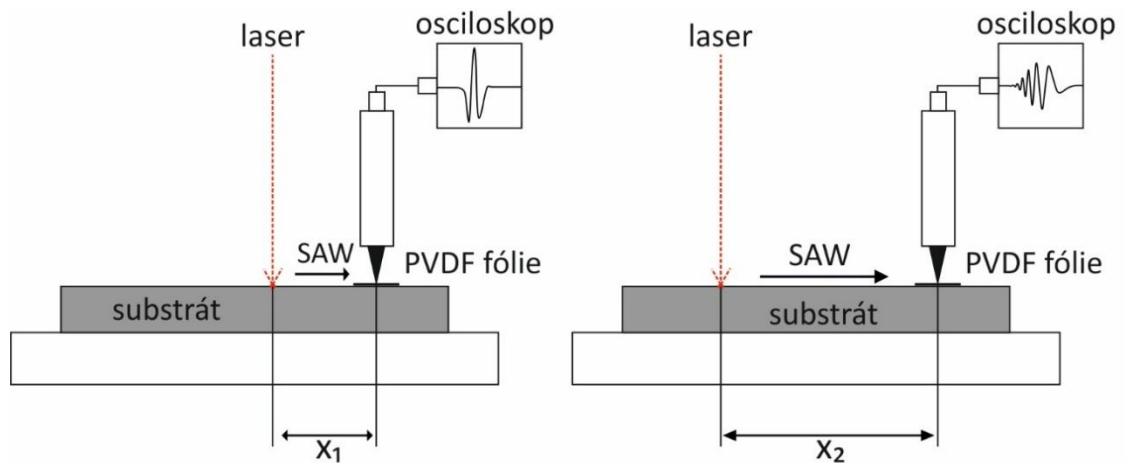
kde E je Youngův modul pružnosti a ρ je hustota. To znamená, že je fázová rychlost přímo spjatá s Youngovým modulem pružnosti E , Poissonovým číslem ν a hustotou materiálu ρ . Pokud je fázová rychlost naměřená, dá se z ní jakákoliv veličina vystupující ve vztahu (2) dopočítat, v případě znalosti ostatních veličin (ty jsou dále označovány jako vstupní parametry). Tento vztah však neplatí pro anizotropní materiály. Pro izotropní materiály totiž stačí k popsání vztahu mezi napětím a deformací pouze dva nezávislé parametry (typicky E a ν), zatímco pro anizotropní materiály je obecně potřeba 21 nezávislých parametrů (podrobněji viz kapitola 4.2).

Situace je odlišná pro materiál pokrytý tenkou vrstvou. Pokud má vrstva jiné elastické vlastnosti než substrát, musí fázová rychlost SAW nutně záviset na jejich frekvenci. Tento jev se označuje jako disperze. Reálně k alespoň mírné disperzi dochází vždy, vzniká například v důsledku jiných vlastností povrchu oproti objemu nebo kvůli chybám v materiálu [19].

Pro názorné vysvětlení předpokládejme substrát s nekonečnou tloušťkou pokrytý atomárně tenkou vrstvou. V případě šíření SAW s frekvencí limitně jdoucí k nule, půjde vlnová délka (a tím pádem i penetrační hloubka) limitně k nekonečnu a vliv tenké vrstvy bude zcela zanedbatelný a SAW se budou šířit rychlostí dopočítanou podle vztahu (1) pro substrát. Naopak v případě šíření SAW s frekvencí jdoucí limitně k nekonečnu, půjde penetrační hloubka limitně k nule a vlna se bude šířit pouze v tenké povrchové vrstvě rychlostí dopočítanou podle vztahu (1) pro vrstvu. Substrát tak nebude mít na šíření vlny vliv. Stejná situace by mohla nastat pro vrstvu s příliš velkou tloušťkou (stovky nebo tisíce μm), protože by SAW skrz vrstvu nepronikly. Problémem ale může být i příliš tenký substrát, kterým vlna projde a odrazí se zpátky.

V reálném případě pronikají vlny v celém měřitelném frekvenčním rozsahu do substrátu, ale hodnoty fázové rychlosti jsou s rostoucí frekvencí stále více ovlivněny tenkou vrstvou. Hodnoty se tak budou vzdalovat od hodnot pro samostatný substrát a přibližovat hodnotám pro samostatnou tenkou vrstvu. Například pro substrát s nižší rychlostí podle vztahu (1) pokrytý tenkou vrstvou s vyšší rychlostí podle vztahu (1), bude rychlost s rostoucí frekvencí narůstat.

Přesná závislost mezi frekvencí f a fázovou rychlostí v povrchových vln záleží na elastických vlastnostech substrátu a tenké vrstvy a na tloušťce tenké vrstvy. To znamená, že v případě znalosti disperzní závislosti a některých vstupních parametrů je možné jeden parametr pro substrát a jeden parametr pro tenkou vrstvu dopočítat. Parametr tenké vrstvy se určí z celého průběhu disperze. Parametr substrátu se určí pouze z hodnoty rychlosti pro $f = 0$ (k tomu je potřeba fit disperzní závislosti).



Obr. 3: Schematické znázornění měřicí aparatury a vzdáleností x_1 a x_2 .

Experimentálně se disperzní závislost určuje z naměřených signálů $u_i(t)$. Typické ukázky signálů $u_1(t)$ a $u_2(t)$ naměřených pro substrát s tenkou vrstvou a bez vrstvy zobrazují obr. 4 a 5. Pro výpočet disperzní závislosti je nutné signál detekovat alespoň pro dvě různé vzdálenosti x_1 a x_2 mezi bodem excitace a detekce [20], ty zobrazuje obr. 3. Tím získáme signál $u_1(t)$ a $u_2(t)$. Následně je provedena Fourierova transformace signálů:

$$U_{1,2}(f) = \int_{-\infty}^{\infty} u_{1,2}(t) \cdot \exp(i2\pi ft) \cdot dt. \quad (3)$$

Fourierovou transformací získáme komplexní funkce $U_{1,2}(f)$, které obsahují informace o amplitudě i o fázi. Zpoždění signálu v časové doméně se projeví komplexním fázovým posunem. Délka komplexních vektorů $U_{1,2}(f)$ reprezentuje amplitudové spektrum odpovídající frekvencím obsaženým ve vlnění [20] a je dána vztahem:

$$|U_{1,2}(f)| = \sqrt{[\operatorname{Re}U_{1,2}(f)]^2 + [\operatorname{Im}U_{1,2}(f)]^2}. \quad (4)$$

Úhel v komplexní rovině reprezentuje fázové spektrum (fáze vlny v závislosti na frekvenci):

$$\Phi_{1,2} = \arctan \left[\frac{\operatorname{Im}U_{1,2}(f)}{\operatorname{Re}U_{1,2}(f)} \right] + n_{1,2}2\pi. \quad (5)$$

Dosazením fázových posunutí $\Phi_{1,2}(f)$ do jednoduchého vztahu:

$$v(f) = \frac{(x_2 - x_1) 2\pi f}{\Phi_2(f) - \Phi_1(f)}, \quad (6)$$

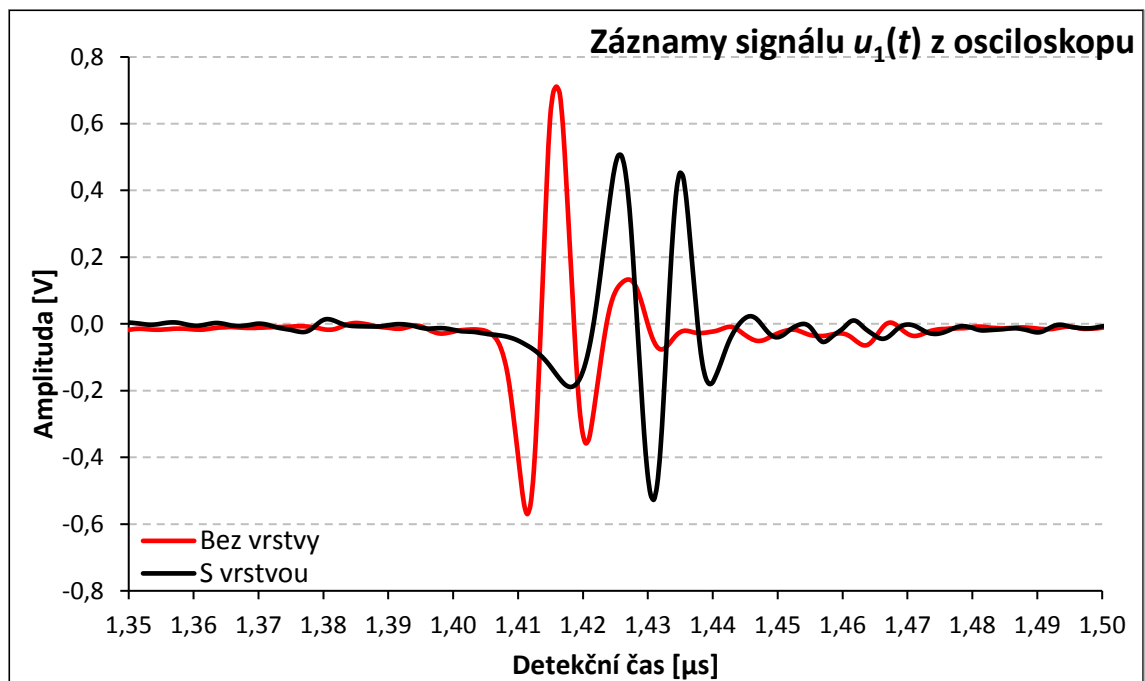
získáme závislost fázové rychlosti v na frekvenci neboli disperzní závislost [20]. Pro výpočet disperzních závislostí tedy nezáleží na celkové vzdálenosti mezi počátkem šíření vln a senzorem (klín tlačící na piezoelektrickou fólii), ale pouze na rozdílu této hodnoty pro různá měření. Tato veličina bude dále označována jako měřící vzdálenost x ($x = x_2 - x_1$).

Naměřená disperzní závislost je následně srovnána s teoretickým modelem. Pro určení parametrů substrátu a tenké vrstvy je použita metoda nejmenších čtverců, tzn. je hledáno minimum funkce:

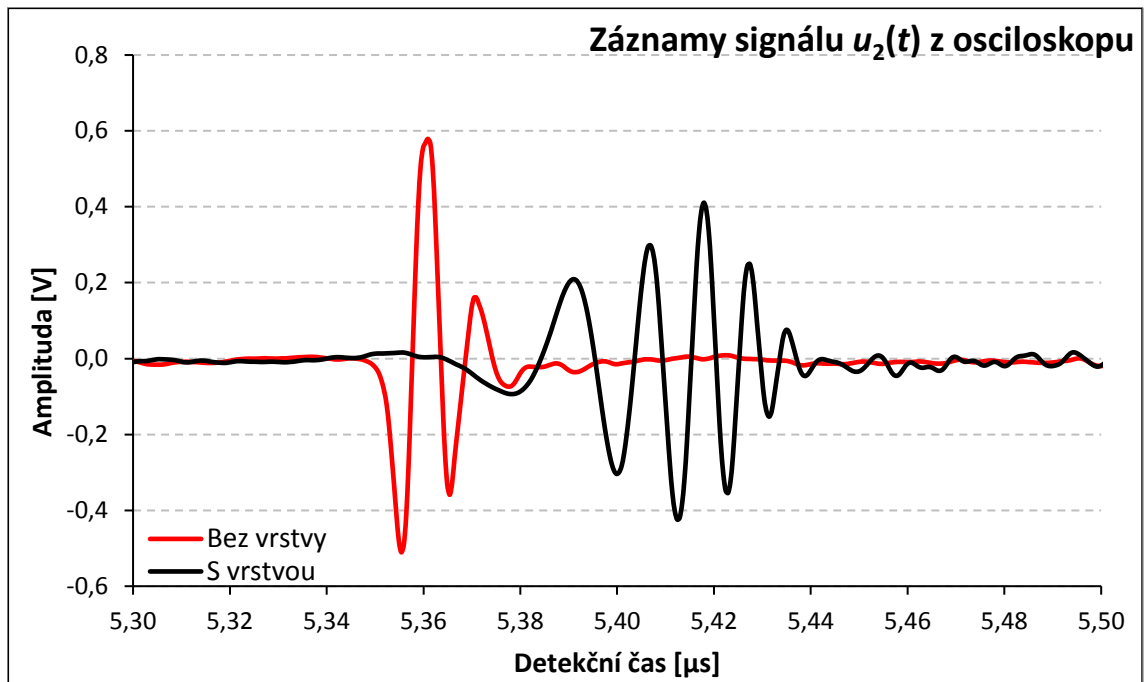
$$\sum_k [v(f_k) - v(E, E', v, v', \rho, \rho', d, f_k)]^2 \rightarrow \min \quad (7)$$

kde první člen představuje naměřenou disperzní závislost a druhý člen teoretický model. Parametry E , v a ρ popisují vlastnosti substrátu, E' , v' , ρ' a d (tlouška) jsou parametry tenké vrstvy [16].

3.1.1 Příklady naměřených signálů a vypočítané disperzní závislosti



Obr. 4: Signál $u_1(t)$ pro $Si(100)$ ve směru $\langle 110 \rangle$ se 157 nm vrstvou SiO_x (černě) a bez vrstvy (červeně). Měřící vzdálenost $x_1 \approx 7,16$ mm. Zobrazený průběh signálu byl zprůměrován pro 100 laserových pulzů.

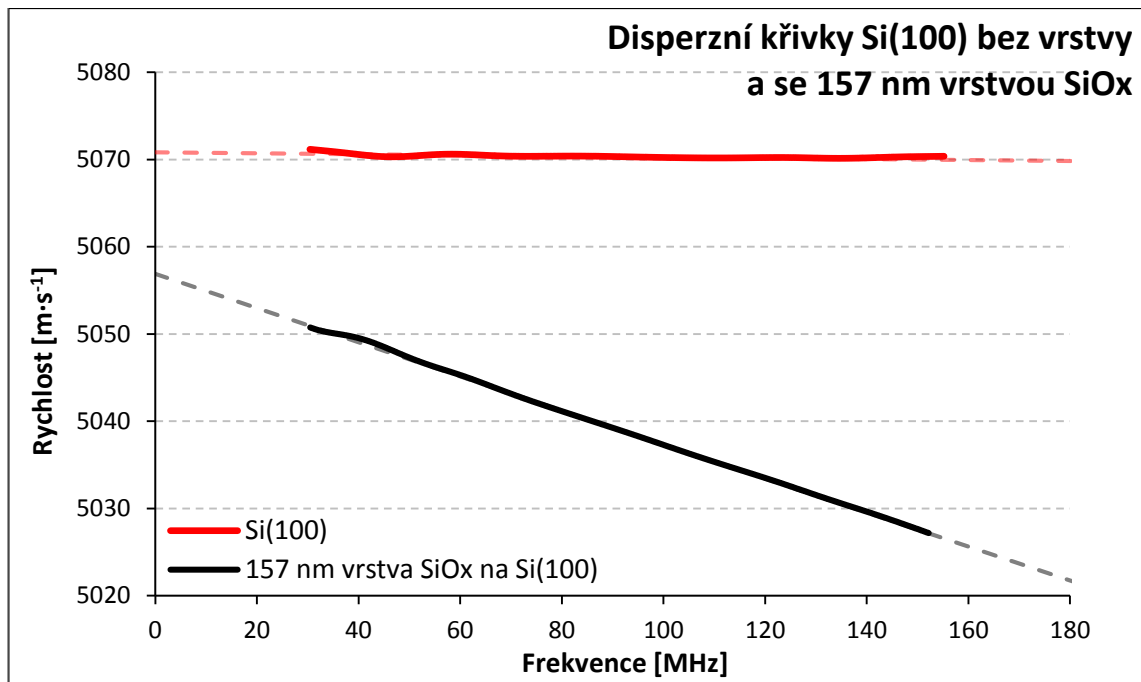


Obr. 5: Signál $u_2(t)$ pro $Si(100)$ ve směru $\langle 110 \rangle$ se 157 nm vrstvou SiO_x (černě) a bez vrstvy (červeně). Měřicí vzdálenost $x_2 \approx 27,16$ mm. Zobrazený průběh signálu byl zprůměrován pro 100 laserových pulzů.

Z obr. 4 je patrné, že akustický impulz pro substrát s tenkou vrstvou je širší kvůli disperzi způsobené vrstvou. Začátek obou pulzů na senzor dorazil za podobný čas. To je dáno fázovou rychlostí SAW na Si substrátu, která je v tomto případě vyšší než fázová rychlost SAW na tenké vrstvě SiO_2 .

Pro signály $u_2(t)$ zobrazené na obr. 5 je disperze patrnější díky větší vzdálenosti, jež vlna urazila. Zatímco akustický impulz pro substrát bez vrstvy má díky nízké disperzi stále velmi podobný tvar (jeho šířka v čase vzrostla z ~ 28 ns na ~ 33 ns), impulz pro substrát s tenkou vrstvou svoji šířku v čase zdvojnásobil díky výrazné disperzi způsobené tenkou vrstvou. V případě idealizovaného homogenního substrátu by byl akustický impulz tvořený superpozicí vln s různou frekvencí a držel by si stále stejnou šířku v čase, nezávislou na uražené vzdálenosti. Jeho šířka by byla dána zejména dobou délky pulzu laseru a šířkou linie laserového svazku dopadajícího na křemík.

Amplituda signálů $u_2(t)$ je nižší než amplituda signálů $u_1(t)$, k útlumu amplitudy v monokrystalech dochází v důsledku přeměny energie na teplo. Amplituda impulzů pro substrát s tenkou vrstvou je nižší než pro substrát bez vrstvy.



Obr. 6: Disperzní křivky pro Si(100) ve směru <110> se 157 nm vrstvou SiO_x (černě) a bez vrstvy (červeně).

Z naměřených signálů $u_1(t)$ a $u_2(t)$ byly pomocí vztahů (3) až (6) vypočítány disperzní závislosti, které jsou zobrazeny na obr. 6. Disperzní křivka pro Si(100) bez vrstvy je téměř konstantní, fázová rychlost s rostoucí frekvencí velmi mírně klesá, to je dáno disperzí způsobenou nehomogenitou a nativní vrstvou oxidů. Disperzní křivka pro Si(100) s vrstvou má výrazný sklon. V případě substrátu s tenčí vrstvou by byl sklon nižší.

Čárkované čáry představují teoretický model disperze, dále budou označovány jako tzv. fit. Pokud by byly vlastnosti substrátů stejné, protnul by se pro $f = 0$ (tzn. na y-ose hodnot). Na obr. 6 je však mezi hodnotami rychlosti pro $f = 0$ patrný rozdíl. To znamená odlišné vlastnosti substrátu, v případě anizotropních substrátů to může být způsobeno i odlišným krystalografickým směrem.

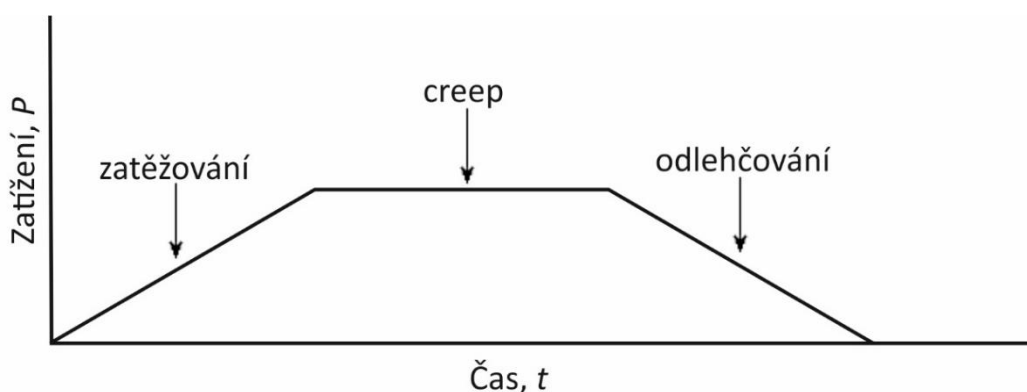
3.2 Srovnání s ostatními metodami charakterizace mechanických vlastností povrchů

Existuje mnoho metod pro charakterizaci mechanických vlastností objemových materiálů, ale pouze některé z nich lze využít pro charakterizaci tenkých vrstev (povrchů). Příkladem takových metod může být nanoindentace (ta měří deformaci vzorku při známém zatížení), dále využití akustických vln (to je případ metody LAW),

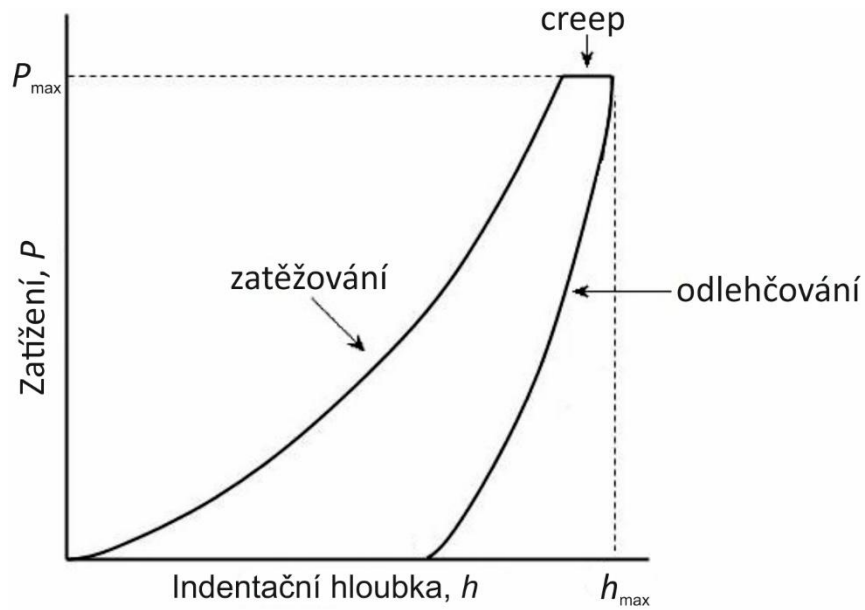
kmitání vzorku nebo Brillouinova rozptylu [21]. Je důležité zmínit, že informace, které tyto metody poskytují nemusí být identické, naopak často jsou komplementární. Pro správné srovnání hodnot naměřených pomocí různých metod je tedy důležité pochopit jejich principiální rozdíly.

Z nanoindentace se v posledních letech stala standardní metoda pro charakterizaci mechanických vlastností tenkých vrstev. Jedná se o kontaktní metodu založenou na interakci indentoru (vnikajícího tělesa) a zkoumaného vzorku. Skládá se ze dvou fází – zatěžování a odlehčování. Během zatěžování dochází ke vnikání indentoru s přesně definovaným tvarem do povrchu tenké vrstvy vlivem rostoucí zátěže P . Zpočátku je deformace elastická, s rostoucí zátěží však dojde k elasticko-plastické deformaci povrchu. Po dosažení maximální hodnoty zátěže P_{\max} je většinou po krátkou dobu udržována konstantní zátěž, u některých materiálů totiž může po ukončení zatěžovacího cyklu docházet k plastické deformaci, která je funkcí času (tzv. creepu). Následně začíná odlehčovací fáze, během které je postupně snižována hodnota zatížení až na nulovou hodnotu. Po ukončení indentace zůstane ve vzorku reziduální vtisk, jedná se tedy o destruktivní metodu. Průběh nanoindentační zkoušky zobrazuje obr. 7.

Během celé nanoindentační zkoušky je kontinuálně snímána indentační hloubka h a zatížení P , tím je získána indentační křivka (průběh indentační hloubky v závislosti na zatížení). Její analýzou získáme Youngův modul pružnosti E a tvrdost H . Pro vyhodnocení indentačních křivek se typicky využívá metoda Olivera a Pharra [22, 23]. Typický průběh indentační křivky zobrazuje obr. 8. Podrobněji je nanoindentace popsána v [24].

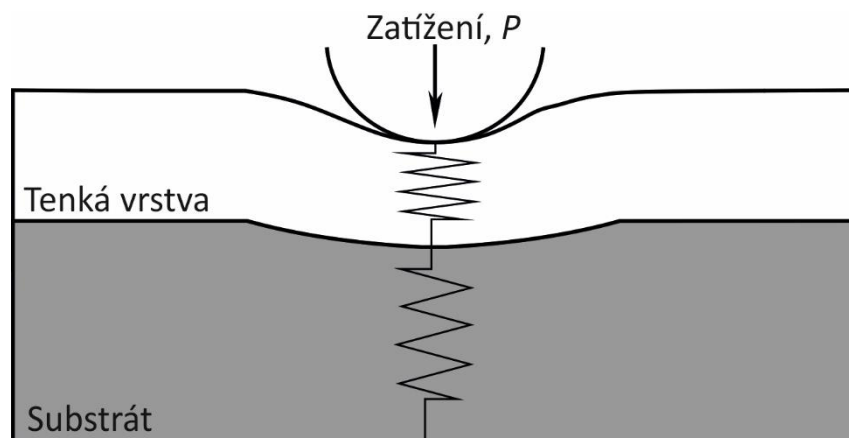


Obr. 7: Průběh nanoindentační zkoušky.



Obr. 8: Indentační křivka.

Zásadním problémem kontaktních indentačních metod je ovlivnění výsledných hodnot tvrdosti tenké vrstvy substrátem, pokud indentor pronikne do příliš velké hloubky. Napětové pole pod indentorem může být ovlivněno nejen vrstvou, ale i substrátem, což vede ke kompozitní odezvě, která je kontinuálně snímána a reprezentována indentační křivkou. Místo deformační odezvy pocházející čistě od vrstvy tak máme kompozitní odezvu systému vrstva-substrát. Hodnoty tvrdosti jsou ovlivněny, pokud dojde k ovlivnění napětového pole pod indentorem. Obecně používané pravidlo říká, že indentor by neměl proniknout do více než 10 % tenké vrstvy. Hodnoty Youngova modulu pružnosti budou ovlivněny substrátem vždy, protože tenká vrstva a substrát se chovají jako dvě pružiny zapojené v sérii [24], což zobrazuje obr. 9.



Obr. 9: Znáznornění substrátu a tenké vrstvy jako systému dvou pružin zapojených v sérii.

Ovlivnění hodnot substrátem bude tím výraznější, čím hlouběji do tenké vrstvy indentor pronikne. To znamená, že v praxi je žádoucí používat co nejmenší síly a dosahovat tak co nejmenších penetračních hloubek. Často se proto v praxi i pro měření Youngova modulu pružnosti zohledňuje desetinné pravidlo, tak jako v případě tvrdosti.

Toto pravidlo je experimentálně možné dodržet při měření vrstev s tloušťkou ve stovkách nm, ale jeho dodržení je problematické pro vrstvy s tloušťkou okolo 100 nm a níž. Například pro vrstvu s tloušťkou 50 nm by to vyžadovalo vniknutí hrotu pouze do prvních 5 nm vrstvy. Problémem jsou zejména měkké materiály, protože indentor i při velmi malých hodnotách zatížení (v řádu desítek až stovek μN) pronikne do velké hloubky. Z tohoto důvodu jsou metody založené na měření akustického vlnění vhodnější pro charakterizaci velmi tenkých vrstev.

3.2.1 Metoda LAW vs. nanoindentace

V případě metody LAW není pronikání povrchových vln do substrátu problém. Naopak ho metoda předpokládá. Problém při měření velmi tenkých vrstev nastává pouze pokud disperze vlnění způsobená šumem nebo nehomogenitou vzorku (např. poškozením povrchových vrstev vzorku, mezivrstvou, různým složením nebo různou tloušťkou vrstvy v různých místech vzorku) začne být srovnatelná s disperzí způsobenou přítomností tenké vrstvy.

Principy metody LAW a nanoindentace jsou značně odlišné. To může vést k odlišným, ale správným výsledkům. Nanoindentace je lokální metoda a dává informaci o povrchu typicky v řádu jednotek μm^2 , oproti tomu metoda LAW je v podstatě integrální a udává zprůměrované vlastnosti pro povrch o ploše desítek až stovek mm^2 . Díky tomu LAW zohledňuje např. porozitu materiálu, zatímco nanoindentace je vhodnější pro měření lokálních extrémů, které by v případě metody LAW byly zprůměrovány a neprojevíly by se. Nanoindentace také umožňuje charakterizovat tvrdost materiálů, což s pomocí metody LAW není možné. Ta na druhou stranu umožňuje vypočítat hustotu nebo tloušťku vrstvy a jednoduché měření anizotropních materiálů.

Hlavní nevýhodou metody LAW je nutnost přesně znát vstupní parametry substrátu a vrstvy a není tedy vhodná pro měření neznámých materiálů. Problematické jsou materiály s vysokým útlumem akustických vln a materiály transparentní pro vlnovou délku použitého laseru. Pro nanoindentaci jsou problémem velmi tvrdé nebo naopak velmi měkké materiály.

Hlavními výhodami jsou rychlost měření, nedestruktivnost metody, vysoká opakovanost a přesnost (v případě přesných hodnot vstupních parametrů) a možnost měřit velmi tenké vrstvy bez ovlivnění výsledných hodnot Youngova modulu tenké vrstvy použitým substrátem.

3.3 Srovnání s ostatními metodami charakterizace tloušťky tenkých vrstev

Tloušťka tenkých vrstev je jejich základním parametrem determinujícím jejich vlastnosti a aplikační použití. Měří se buď přímo během jejich depozice nebo až pro připravené vrstvy. Pro měření tloušťky již vyhotovených tenkých vrstev se typicky využívají optické metody, elektronová mikroskopie, metody analýzy s využitím iontových svazků (anglicky IBA – ion beam analysis), nebo kontaktní profilometrie. Příkladem optických metod může být elipsometrie, která měří změnu polarizace světla způsobenou průchodem nebo odrazem od vzorku nebo optická profilometrie. Využití elektronové mikroskopie většinou vyžaduje příčný řez vzorkem, využívá se jak transmisní elektronová mikroskopie (TEM) tak i skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie (SEM), často s autoemisní tryskou (FESEM – Field Emission Scanning Electron Microscopy). Příkladem metod IBA používaných pro určení tloušťky tenkých vrstev je Rutherfordův zpětný rozptyl (RBS – Rutherford Backscattering Spectroscopy) nebo metoda PIXE (Particle-induced X-ray emission).

Metoda LAW není primárně určena pro měření tloušťky vrstev, nicméně lze ji k tomu využít. V experimentální části jsou hodnoty tloušťky vrstev na křemíku naměřené pomocí metody LAW srovnány s optickou metodou založenou na měření spektrální reflektivity. Při měření se spektrální reflektivita vzorku srovnává s referenčním vyleštěným křemíkovým vzorkem.

4 Základní popis anizotropie monokrystalického křemíku

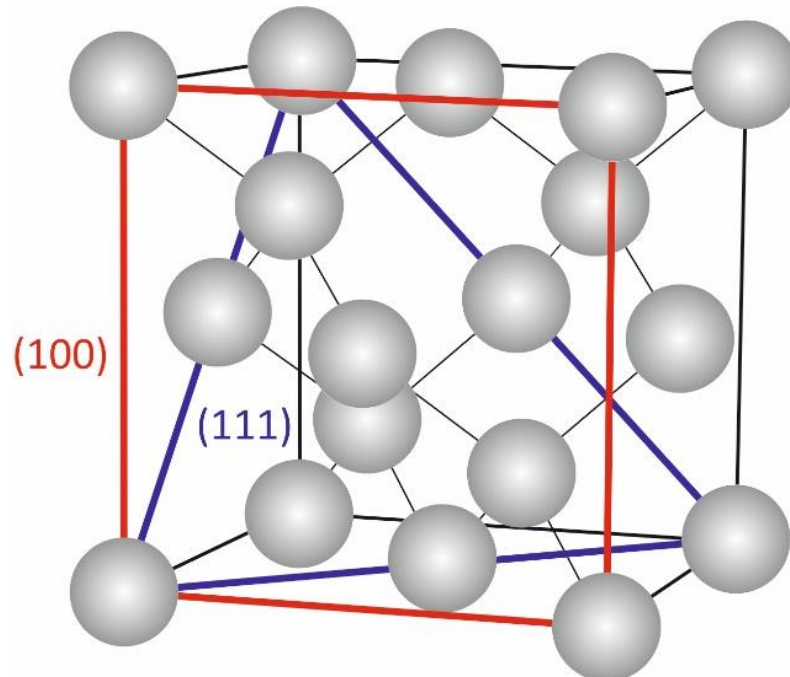
Monokrystalický křemík je ideální modelový systém kubického krystalu s diamantovou strukturou. Díky svým vlastnostem je dnes křemík používán téměř ve všech moderních elektronických zařízeních [25], dále například jako fotovoltaický materiál pro solární články nebo v mikro-elektro-mechanických systémech (MEMS – Micro-Electro-Mechanical Systems) [26].

Metoda LAW se často využívá v polovodičovém průmyslu pro kontrolu kvality křemíku. Příkladem může být sledování poškození pod povrchem křemíku, které vzniká při broušení. Při výrobě křemíkového waferu dochází nejprve k rychlému broušení, během něhož dochází ke vzniku poškození pod povrchem, tzv. záprascích. Silně poškozená vrstva má hloubku v desítkách nm, slabé poškození je pozorovatelné do hloubky ve stovkách nm. Následné pomalé broušení a leštění má za cíl odstranit tyto poškozené vrstvy, ale není vždy zcela úspěšné. Křemíkové substráty s takovým poškozením se pak z hlediska šíření povrchových akustických vln chovají v podstatě jako substrát s povrchovou vrstvou, tzn. dochází u nich k disperzi (rychlost šíření vln je závislá na frekvenci). Z naměřené disperze pak lze určit hloubku poškozené vrstvy [19].

Kromě svého značného využití v průmyslu je křemík také díky své čistotě, přesně definovaným vlastnostem a relativně nízké ceně často používaným substrátem při vývoji a výzkumu tenkých vrstev. Z tohoto důvodu je většina tenkých vrstev diskutovaných v experimentální části této práce právě na křemíku. Je však třeba zmínit i jistá specifika použití křemíku z hlediska metody LAW, zejména jeho anizotropii (ta je experimentálně měřena v kapitole 6) a přítomnost tenké vrstvy nativních oxidů. Pro pochopení výsledků a dat prezentovaných v experimentální části této práce je tedy nutné znát základní informace o anizotropii křemíku.

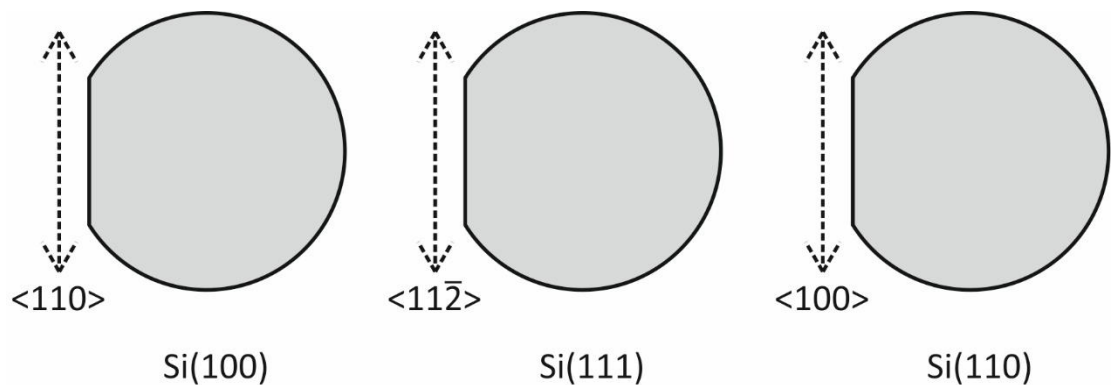
4.1 Krystalická struktura křemíku

Monokrystalický křemík je uspořádán do diamantové kubické plošně centované (FCC) mřížky. Tato struktura je tvořena osmi opakujícími se atomy Si. Dá se na ni pohlížet jako na dvě FCC mřížky posunuté o $\frac{1}{4}$ tělesové úhlopříčky, zobrazena je na obr. 10.

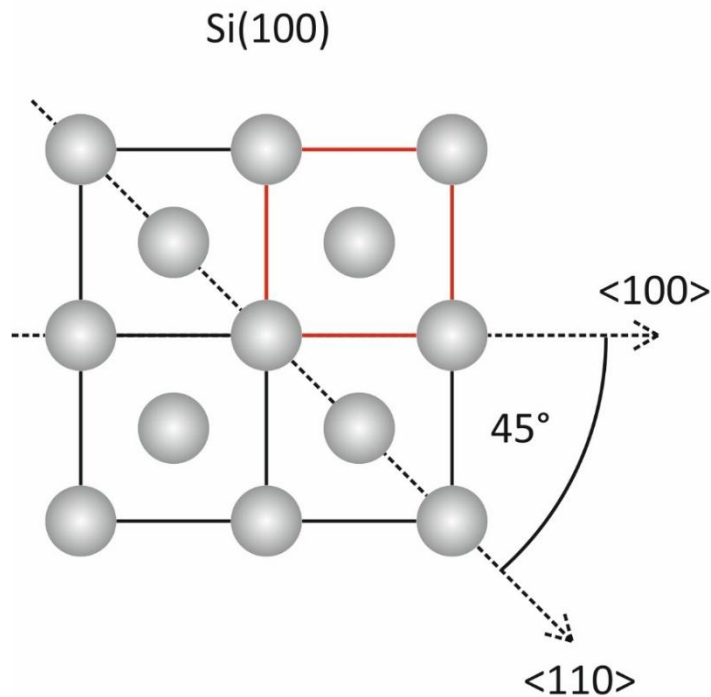


Obr. 10: Diamantová kubická struktura Si. Kovalentní vazby jsou znázorněny tenkou černou čarou. Červený čtverec vymezuje krystalografickou rovinu (100) a modrý trojúhelník rovinu (111).

Křemíkové wafery se nejčastěji vyrábějí orientované podle krystalografických rovin (100), (111) a (110). Orientace krystalografických směrů na křemíkových waferech je značena pomocí hlavních (primárních) zářezů na boku waferu, viz obr. 11. Rovina (100) je zobrazena na obr. 12, přičemž červeně značený čtverec odpovídá stěně krychle na obr. 10.



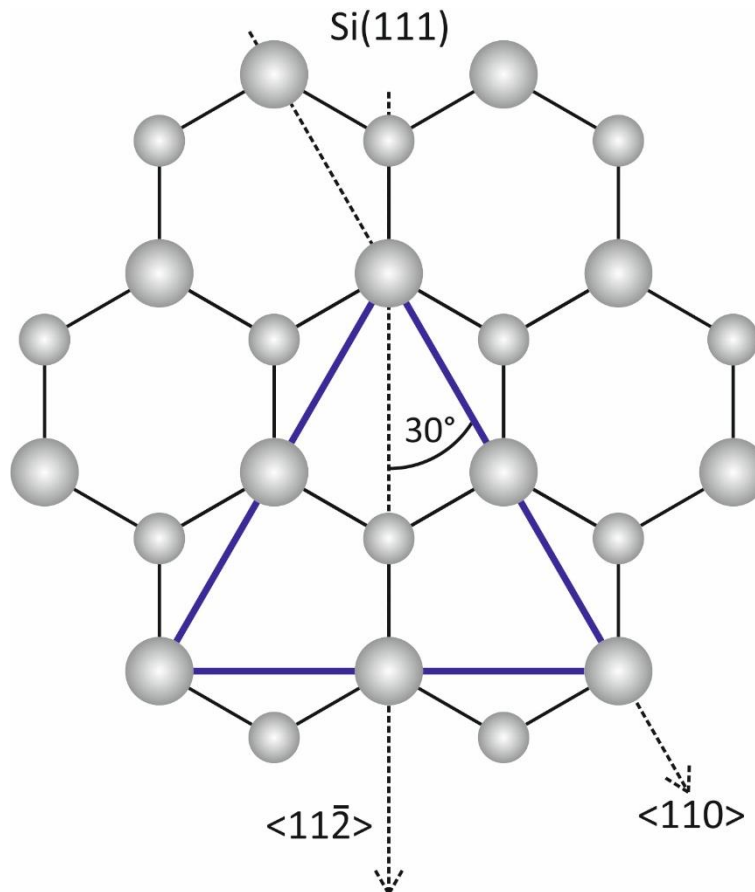
Obr. 11: Křemíkové wafery a krystalografické směry.



Obr. 12: Diamantová krystalografická rovina (100).

Pro Si(100) wafery odpovídá hlavní zářez na boku rodině směrů $\langle 110 \rangle$, ty svírají úhel 45° se směry $\langle 100 \rangle$. Směry $[110]$ a $[100]$ však neleží na rovině (100) ani na rovnoběžných rovinách. Směr $[100]$ je na rovinu (100) kolmý a směr $[110]$ vůči ní svírá úhel 45° . Směr označený zářezem je rovnoběžný se směry $[011]$, $[0\bar{1}\bar{1}]$, $[0\bar{1}1]$ nebo $[0\bar{1}\bar{1}]$, nicméně tyto směry jsou z hlediska atomární struktury shodné se směrem $[110]$ a jsou tak tedy v praxi označovány jako $\langle 110 \rangle$. Stejně tomu je v případě směru $[100]$. Jako rodina ekvivalentních směrů $\langle 100 \rangle$ jsou označovány nejen vektory rovnoběžné se směrem $[100]$, ale i směry $[010]$, $[0\bar{1}0]$, $[001]$ a $[00\bar{1}]$. Z obr. 12 je patrné, že se na rovině Si(100) směry se stejným uspořádáním atomů (a tedy i stejnými vlastnostmi) opakují po 90° .

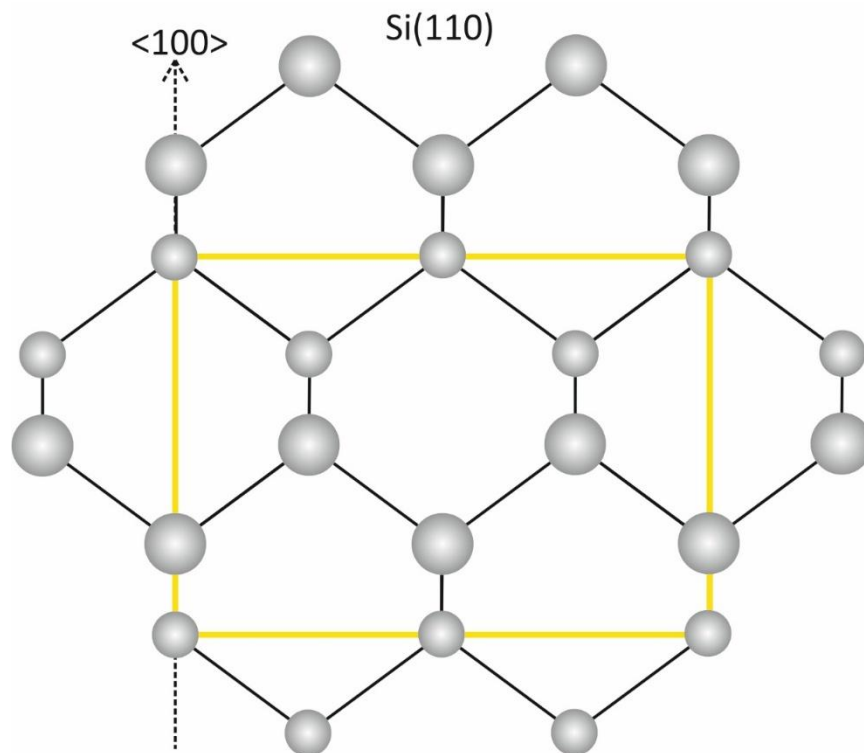
Praktickým projevem anizotropie je mimo jiného také fakt, že povrchové akustické vlny šířící se ve směrech $\langle 110 \rangle$ dosahují pro Si(100) nejvyšší rychlosti (okolo $5080 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$), naopak nejnižší rychlosti dosahují při šíření ve směrech $\langle 100 \rangle$ (okolo $4920 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$). [12]



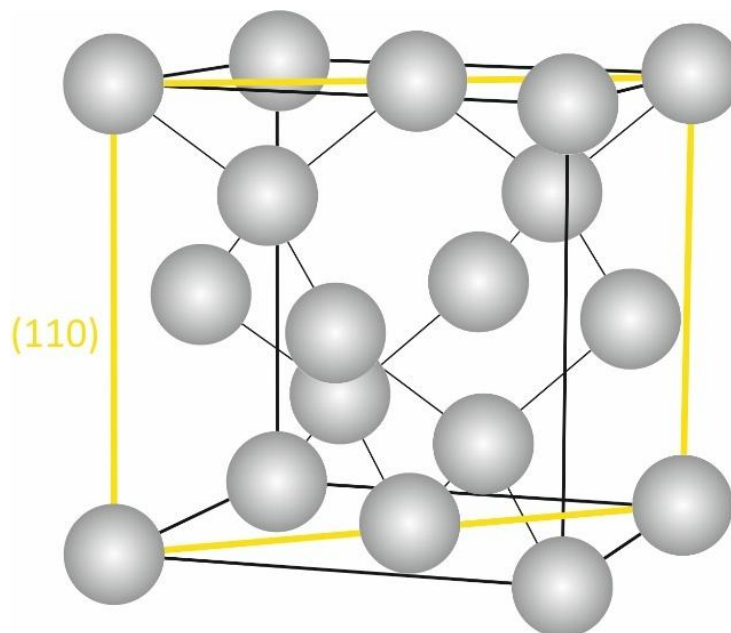
Obr. 13: Diamantová krystalografická rovina (111). Atomy s rozdílnou velikostí leží v rozdílných rovnoběžných rovinách.

Na obr. 13 je zobrazena rovina Si(111), přičemž modrý trojúhelník odpovídá tomu na obr. 10. Pro Si(111) waferu odpovídá hlavní zářez na boku směrem $\langle 11\bar{2} \rangle$, ve kterých povrchové akustické vlny dosahují nejvyšší rychlosti šíření (okolo $4740 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$) [12]. Ty svírají úhel 30° se směry $\langle 110 \rangle$. Ekvivalentní směry se opakují po 60° .

Rovina Si(110) je zobrazena na obr. 14, kde žlutý obdélník odpovídá žlutému obdélníku z obr. 15. Pro Si(110) waferu odpovídá hlavní zářez na boku směrem $\langle 100 \rangle$, ve kterých povrchové akustické vlny dosahují rychlosti okolo $4800 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ekvivalentní směry se na rovině (110) neopakují (resp. opakují se po 180°).



Obr. 14: Diamantová krystalografická rovina (110). Atomy s rozdílnou velikostí leží v rozdílných rovnoběžných rovinách.



Obr. 15: Diamantová kubická struktura Si. Žlutý čtverec vymezuje rovinu (110).

4.2 Výpočet Youngova modulu pružnosti křemíku z elastických konstant

Pružnost (elastická) popisuje schopnost materiálu odolávat vnější síle a vrátit se do původního tvaru. Youngův modul pružnosti v tahu E se pro homogenní izotropní materiál dá vyjádřit jako $E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$, kde σ je napětí [Pa] a ε je poměrná deformace. Obecně je však třeba uvažovat následující tvar Hookova zákona, který udává vztah mezi napětím a deformací jako:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad \text{alternativně} \quad \varepsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{kl}, \quad (8)$$

kde C_{ijkl} je tenzor čtvrtého řádu elastických koeficientů (konstant) tuhosti a S je tenzor elastických konstant poddajnosti (compliance). Obecně má tenzor čtvrtého řádu $3^4 = 81$ nezávislých složek (komponentů). Tenzory napětí a deformace jsou však symetrické [27], tzn. $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ a $\varepsilon_{kl} = \varepsilon_{lk}$. Díky tomu mají tenzory C_{ijkl} a S_{ijkl} pro anizotropní pevné látky pouze 21 nezávislých složek a dají se vyjádřit ve formě 6 x 6 symetrických maticí. Jakýkoliv pár indexů ij (nebo ekvivalentně ji) se tak dá zapsat pomocí jednoho indexu, často využívaná Voigtova notace přiřazuje: 11 → 1, 22 → 2, 33 → 3, 23 → 4, 31 → 5 a 12 → 6 [28, 29]. Například z C_{1122} se tak stává C_{12} a z σ_{31} se stává σ_5 .

Pro materiály s diamantovou kubickou krystalovou strukturou jako je křemík je situace díky kubické symetrii značně zjednodušená a matice tuhosti a poddajnosti lze vyjádřit pouze pomocí tří nezávislých složek C_{11} , C_{12} a C_{44} . Hookův zákon pak může být zapsán v maticovém tvaru jako:

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & & & \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & & & \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & & & \\ & & & C_{44} & & \\ & & & & C_{44} & \\ & & & & & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix}. \quad (9)$$

Matice elastických konstant poddajnosti je inverzní k matici tuhosti. Matice se v tomto případě už příliš neliší od matic pro izotropní materiál, které jsou tvořeny dvěma nezávislými složkami. Pro ilustraci je uvedena matice tuhosti pro izotropní materiál:

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} L_1 + 2L_2 & L_1 & L_1 & & & \\ L_1 & L_1 + 2L_2 & L_1 & & & \\ L_1 & L_1 & L_1 + 2L_2 & & & \\ & & & L_2 & & \\ & & & & L_2 & \\ & & & & & L_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix}, \quad (10)$$

kde L_1 a L_2 jsou tzv. Lamého koeficienty¹, definovány jako:

$$L_1 = \frac{\nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} E \quad \text{a} \quad L_2 = \frac{1}{2(1 + \nu)} E. \quad (11)$$

Hodnoty elastických konstant tuhosti pro křemík při pokojové teplotě jsou $C_{11} = 165,6$ GPa, $C_{12} = 63,9$ GPa a $C_{44} = 79,5$ GPa [28, 30]. Rovnice (9) umožňuje výpočet Youngova modulu, nicméně pro výpočet v libovolném směru je nutné provést příslušnou rotaci tenzoru [31]. V praxi ale není nutné rotaci vždy provádět. Youngův modul pružnosti a Poissonovo číslo se dají pro řadu směrů určit pomocí jednoduchých vztahů.

Například:

$$E_{\langle 100 \rangle} = C_{11} - 2 \frac{C_{12}^2}{C_{11} + C_{12}} = 130 \text{ GPa}, \quad (12)$$

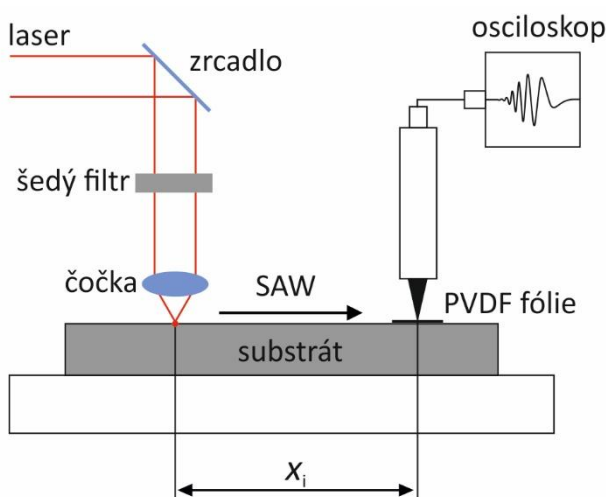
$$E_{\langle 110 \rangle} = 4 \frac{(C_{11}^2 + C_{11}C_{12} - 2C_{12}^2)C_{44}}{2C_{44}C_{11} + C_{11}^2 + C_{11}C_{12} - 2C_{12}^2} = 170 \text{ GPa}, \quad (13)$$

$$E_{\langle 111 \rangle} = 3 \frac{C_{44}(C_{11} + 2C_{12})}{C_{11} + 2C_{12} + C_{44}} = 189 \text{ GPa}. \quad (14)$$

¹Pro Lamého koeficienty se standardně využívá značení λ a μ , nicméně λ je již v rámci této práce využívána pro vlnovou délku. Z tohoto důvodu bylo pro Lamého koeficienty zvoleno značení L_1 a L_2 .

5 Popis přístroje a parametry měření

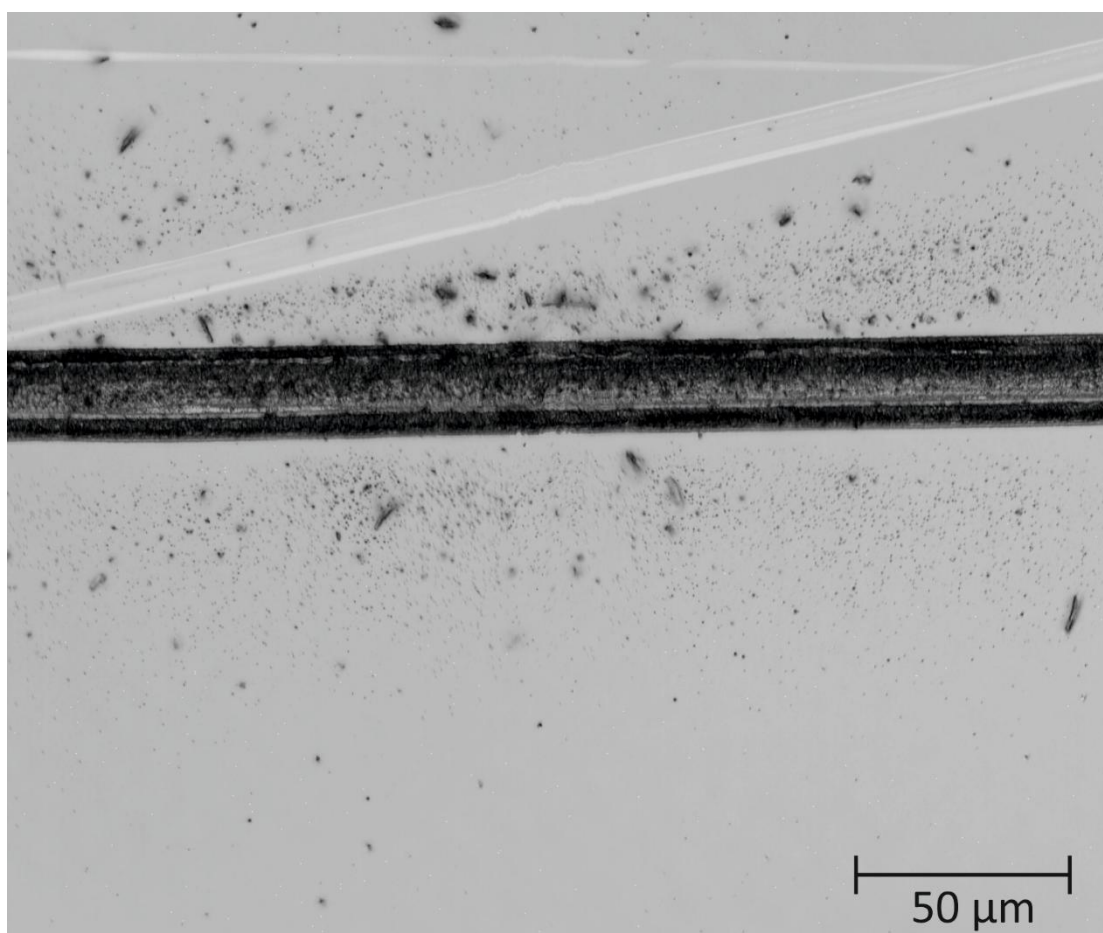
Experimentální data byla naměřena pomocí přístroje Laser acoustic thin film analyzer (Fraunhoferův institut v Drážďanech, SRN), ten je schematicky znázorněn na obr. 16. Přístroj využívá dusíkový pulzní laser s vlnovou délkou 337 nm a délkou pulzu pod 0,5 ns. Energie pulzu je 400 μ J, laserový svazek ale prochází šedým filtrem, takže energie pulzu dopadajícího na vzorek je nižší. Svazek vycházející z laseru je odražen zrcadlem a následně prochází válcovou čočkou, která ho zaostřuje do úsečky s délkou ~ 4 mm dopadající na povrch vzorku, což vede k excitaci SAW. Frekvence vygenerovaných SAW (povrchových akustických vln) se pohybuje od jednotek MHz až do cca 250 MHz. SAW se šíří povrchovou vrstvou zkoumaného materiálu a následně jsou detekovány pomocí piezoelektrické PVDF fólie, která přemění mechanické vibrace na elektrický signál. Polyvinyl difluorid (PVDF) má na rozdíl od ostatních populárních piezoelektrických materiálů negativní hodnotu piezoelektrického koeficientu (piezoelektrického modulu), to v praxi znamená, že dojde ke kompresi místo expanze, když je vystaven stejnému elektrickému poli a naopak [32]. PVDF fólii k povrchu zkoumaného materiálu tiskne vodivý klín, který dále odvádí elektrický signál. Ten prochází zesilovačem a je zobrazen pomocí osciloskopu s vzorkovací frekvencí 2 GSa/s a šířkou pásma 500 MHz. V průběhu měření je nutné měnit vzdálenost x_i (vzdálenost mezi linií excitace SAW a pozicí vodivého klínu, viz obr. 16). To je prováděno pohybem plošiny se vzorkem a vodivým klínem, kterou hýbe DC motorek až do maximální vzdálenosti 20 mm, přičemž přesnost $\Delta x = \pm 1,5 \mu\text{m}$. Všechna měření byla prováděna při pokojové teplotě.



Obr. 16: Schematické znázornění použité měřící aparatury.

5.1 Specifika měření

Metoda LAW je obecně považována za nedestruktivní, ale v materiálu může docházet k laserové ablaci a často je v něm zanechána rýha v linii dopadu laseru, která je pozorovatelná i okem. Protože je nutné měření provést pro několik vzdáleností x_i , je rýh ve vzorku větší počet. Destruktivnost metody lze snížit pomocí šedého filtru, ten ale zároveň sníží amplitudu SAW. Volba šedého filtru je tím pádem zásadní pro substráty s vysokým útlumem akustického vlnění (obvykle kovové polykrystaly s hrubozrnnou strukturou) nebo naopak materiály náchylné k poškození laserem. Obr. 17 zobrazuje snímek rýhy po měření křemíku s filtrem s propustností 50 %, který byl používán pro veškeré měření v rámci této práce. Snímek byl pořízen pomocí laserového konfokálního mikroskopu. Na snímku je patrný vyšší počet částic na povrchu křemíku v oblasti okolo rýhy. To může být způsobeno laserovou ablací.



Obr. 17: Snímek z laserového konfokálního mikroskopu zobrazující rýhu na povrchu Si(100) vytvořenou absorpcí laserového záření během měření. Jedná se o výřez (celková délka rýhy ≈ 4 mm).

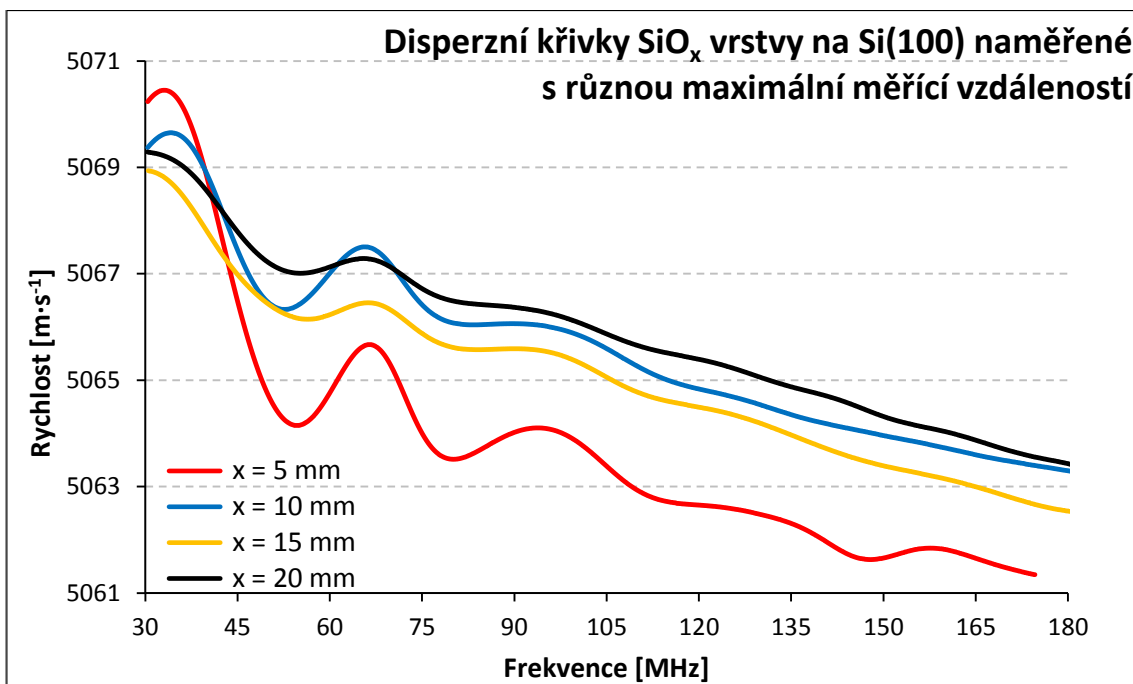
Přesnost samotného měření je ovlivněna systematickými a náhodnými chybami. Typickým zdrojem náhodných chyb je šum. Základní metodou pro snížení vlivu šumu je pro každou měřicí pozici zprůměrovat vyšší počet laserových pulzů. To může značně vylepšit signál a zvýšit jeho odstup od šumu a tím pádem i SNR (poměr signálu ku šumu), nicméně za cenu výrazně delší doby měření. Standardně je nastaveno 16 pulzů, nicméně to stále vede k výraznému zkreslení šumem. Pro veškerá měření v rámci této práce proto bylo použito minimálně 100 pulzů, jejichž průměr představuje signál na osciloskopu (viz obr. 4 a 5).

Pokud bude zanedbán vliv šumu, tak může být relativní nejistota měřené rychlosti Δv odhadnuta pomocí jednoduchého vztahu:

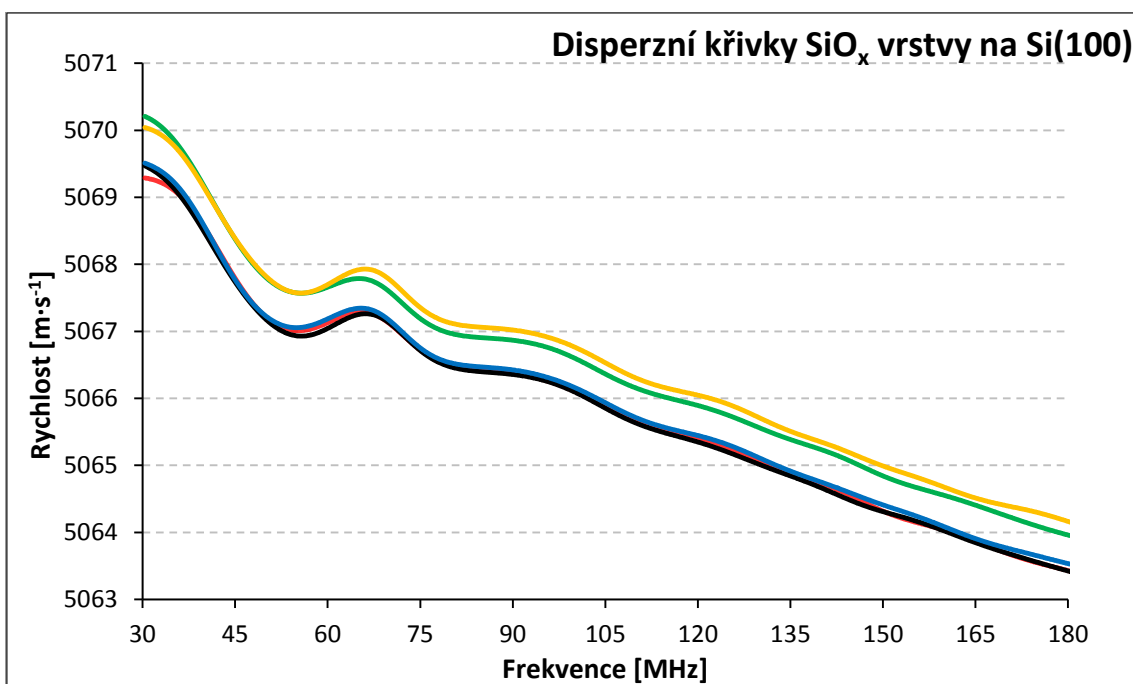
$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{\Delta x}{x} + \frac{\Delta t}{t}, \quad (15)$$

kde x je měřicí vzdálenost ($x = x_2 - x_1$) a t je čas, který vlnění potřebuje na uražení dané vzdálenosti. Vzhledem k tomu, že Δx je konstantní (dána přesností motorku pohybujícího plošinou se vzorkem), dochází při zvyšování měřicí vzdálenosti x ke snížení relativní nejistoty měření. Toto ovšem nemusí v praxi vždy platit, protože působí šum. Větší měřicí vzdálenost znamená větší útlum vlny a tím pádem i nižší poměr signál/šum. Pro určité materiály tedy zvýšení měřicí vzdálenosti vede ke zvýšení relativní nejistoty měření. V rámci této práce byl nejčastěji jako substrát pro tenké vrstvy používán monokrystalický křemík. V křemíku dochází k nízkému útlumu vlny, takže byla vždy nastavená nejvyšší možná měřicí vzdálenost ($x = 20$ mm). Vliv různé měřicí vzdálenosti na disperzní křivky zobrazuje obr. 18, z něhož je patrné, že s klesající měřicí vzdáleností x dochází k většímu „zvlnění“ disperzní křivky.

Vysokou opakovatelnost měřícího přístroje pro vzdálenost $x = 20$ mm demonstruje obr. 19, který zobrazuje disperzní křivky z pěti různých měření. Rozdíl mezi nejvyšší a nejnižší naměřenou hodnotou rychlosti pro $f = 30$ MHz je $0,9 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, relativní rozdíl je $0,02 \%$ ($\Delta v/v = 0,0002$).



Obr. 18: Graf zobrazující disperzní křivky pro 34 nm vrstvu SiO_x na $\text{Si}(100)$ naměřené ve směru $\langle 110 \rangle$ s použitím různé měřicí vzdálenosti x .



Obr. 19: Graf zobrazující disperzní křivky pro 34 nm vrstvu SiO_x na $\text{Si}(100)$ naměřenou ve směru $\langle 110 \rangle$.

6 Charakterizace objemových materiálů

V následující kapitole je popsána charakterizace substrátů a objemových materiálů pomocí metody LAW, výsledky jsou srovnány s tabulkovými hodnotami. Charakterizace substrátů je důležitá i z hlediska optimalizace měření tenkých vrstev pomocí metody LAW – ve vhodném substrátu by mělo docházet k nízkému útlumu akustických vln s rostoucí vzdáleností a amplituda vzniklého signálu by měla být vysoká. To se projeví měřením plynulejších disperzních křivek a přesnější charakterizací tenkých vrstev.

6.1 Izotropní materiály

Měření vlastností izotropních materiálů pomocí metody LAW, případně jejich použití jako substrátů pro tenké vrstvy, je jednodušší než v případě anizotropních materiálů. Vstupní parametry pro výpočet teoretické disperzní křivky jsou pouze Youngův modul pružnosti E , Poissonovo číslo ν a hustota ρ . K disperzi teoreticky bez přítomnosti tenké vrstvy nedochází (takže disperzní závislost je konstantní funkce) a vlastnosti materiálu tak lze snadno dopočítat z naměřené rychlosti šíření akustických vln podle vztahu (1).

Častým problémem je ale nízká amplituda signálu, případně vysoký útlum vlny při šíření v materiálu. To vede k nízkému poměru signál/šum na osciloskopu a některé materiály není možné měřit. Pro vysokou hodnotu signálu je velmi důležitý stav povrchu zkoumaného materiálu, který lze vylepšit například vybroušením. Stejně tak hraje roli velikost zrn.

Izotropní materiály vyhodnocené pomocí metody LAW byly podložní sklo, ocel, hliník, a titanová slitina Ti-6Al-4V.

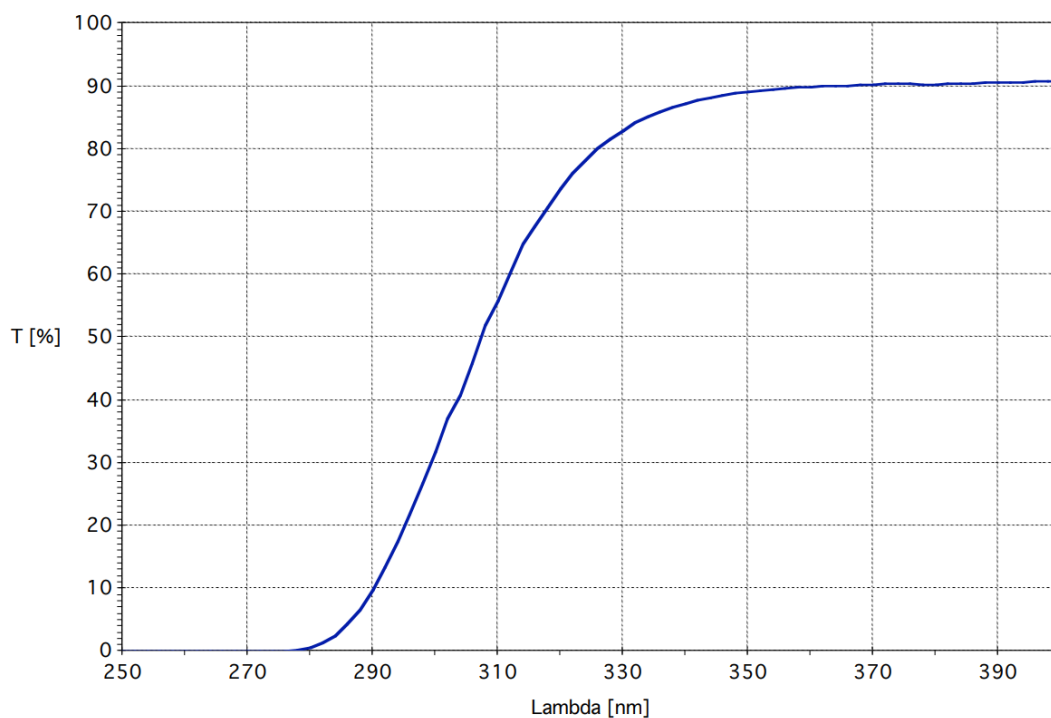
Ocelové vzorky vykazovaly typicky vysoký útlum akustických vln a amplituda signálu pro počáteční vzdálenost ($x_1 \approx 7,16$ mm) se většinou pohybovala pod 100 mV, což lze přisuzovat hrubozrnné struktuře zkoumaných ocelových vzorků. Obecně platí, že se akustické vlny rozptylují na hranicích zrn, protože odlišná orientace zrn vede k odlišné rychlosti šíření vln. V materiálu dochází také k absorpci vln, která konvertuje akustickou energii na teplo. Útlum vln kvůli rozptylu na hranicích zrn je však v polykrystalických kovech dominantní [33].

Kvůli útlumu signálu nebylo možné použít nejvyšší měřicí vzdálenost ($x = 20$ mm) a pro některé vzorky nebylo možné naměřit disperzní křivky ani pro nejnižší možnou měřicí vzdálenost ($x = 5$ mm). Hodnota Youngova modulu $E = (190 \pm 1)$ GPa vypočítaná z naměřených disperzních křivek pro ocelový vzorek s nejvyšší amplitudou signálu je v rámci intervalu tabulkových hodnot 180 – 220 GPa.

Amplituda signálu z hliníku byla okolo 200 mV. Útlum signálu byl nižší než v případě oceli. Naměřená hodnota Youngova modulu $E = (70,5 \pm 0,8)$ GPa je uprostřed intervalu hodnot 67 – 73 GPa běžných pro hliník.

Titanovou slitinu Ti-6Al-4V už bylo možné měřit pro nejvyšší měřicí vzdálenost ($x = 20$ mm) a maximální amplituda signálu se pohybovala okolo 350 mV. Z disperzních křivek byl dopočítán Youngův modul pružnosti $E = (117,6 \pm 0,3)$ GPa. To koresponduje s tabulkovou hodnotou 114 GPa [34].

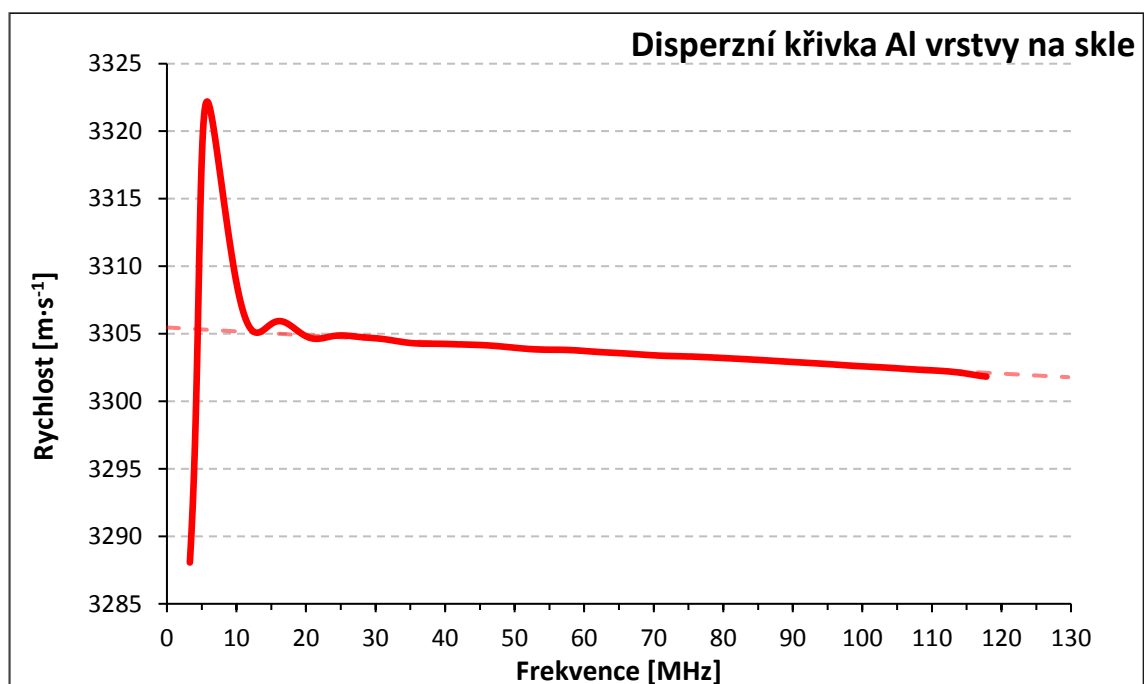
Skleněný substrát není možné samostatně změřit, protože je příliš transparentní pro vlnovou délku 337 nm (vlnová délka použitého laseru). Skla typicky kolem této vlnové délky začínají absorbovat záření. Transmitanci skla B270, které se používá pro podložní skla [35], zobrazuje obr. 20.



Obr. 20: Graf zobrazující transmitanci skla B270 s tloušťkou 1,15 mm v závislosti na vlnové délce. Převzato z [35].

Intenzita absorbovaného záření je příliš nízká a ztratí se v šumu i při vysokém průměrování signálu. Řešením by teoreticky bylo použít laser s vyšší intenzitou nebo nižší vlnovou délkou. Elegantnějším řešením však je použití tenké vrstvy absorbující laserové záření. Pomocí metody LAW je tedy možné měřit i transparentní materiály, nebo dokonce i transparentní vrstvy na transparentním substrátu, v případě nanesení druhé, absorbující, tenké vrstvy. Nevýhodou tohoto řešení je však složitější disperzní závislost a nutnost znát parametry použité tenké vrstvy (tloušťka, hustota, Youngův modul pružnosti a Poissonovo číslo).

Tuto situaci lze demonstrovat na skleněném substrátu, na který byla nanesena 85 nm vrstva hliníku. Útlum akustických vln ve skle byl nižší než v případě oceli, a proto bylo možné použít nejvyšší možnou měřící vzdálenost ($x = 20$ mm). Naměřenou disperzní závislost zobrazuje obr. 21.



Obr. 21: Graf zobrazující disperzní křivku pro 85 nm hliníkovou vrstvu na skle a vypočítaný fit disperzní křivky.

Mírná disperze způsobená hliníkovou vrstvou je z grafu patrná, nicméně pro charakterizaci substrátu nehraje roli. Zajímá nás pouze bod, kde se fit disperzní křivky protne s osou hodnot pro nulovou frekvenci. Pro tuto konkrétní křivku to je při rychlosti $3305,47 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Z té se dá pomocí vztahu (1) přímo dopočítat Youngův modul pružnosti

skla $E = 75,49$ GPa, tato hodnota je uprostřed intervalu pro skla [36]. Pro výpočet byla použita hustota $\rho = 2,4$ g·cm⁻³ a Poissonovo číslo $\nu = 0,19$.

V kapitole 3 byl uvažován substrát s nekonečnou tloušťkou. V praxi se ale tloušťka substrátu bude pohybovat v jednotkách mm. Přibližná hloubka, do které povrchové vlny proniknou, se dá aproximovat vlnovou délkou λ . Pro akustické vlnění s frekvencí 5 MHz a s rychlostí 3300 m·s⁻¹ (které bylo podle disperzní křivky z obr. 21 přítomné) pak vychází $\lambda = 0,7$ mm. Použité podložní sklíčko má tloušťku 1,1 mm, vlnění tedy skrz substrát neprojde. V případě použití velmi tenkých substrátů by to ale mohl být problém (existují například skleněné wafery s tloušťkou v desetinách mm).

Sklo se z otestovaných izotropních materiálů jeví jako nejvhodnější substrát, navíc je ekonomicky dostupné. Hlavní nevýhodou je ale jeho transmitance pro námi použitou vlnovou délku laseru ($\lambda = 337$ nm). To znemožňuje měření transparentních vrstev bez nanesení vrstvy absorbující laserové záření. Nanesení takové vrstvy zničí zkoumaný vzorek a metoda LAW se tak stane destruktivní. Navíc je výpočet fitu pro dvě vrstvy složitější a měření bude méně přesné.

6.2 Anizotropní materiály

Výpočet disperzních závislostí je pro anizotropní materiály náročnější. Použitý software umožňuje výpočet pouze pro krystaly s kubickou symetrií. Vstupní parametry pro výpočet disperze jsou elastické konstanty C_{11} , C_{12} , C_{44} a hustota. Z těchto elastických konstant lze následně dopočítat Youngův modul pružnosti a Poissonovo číslo pro jakoukoliv orientaci krystalu.

V rámci této práce byly použity následující anizotropní materiály: Si, SiC a GaAs. Naměřený signál pro všechny tři materiály byl daleko vyšší (typicky kolem 500–800 mV) než signál naměřený pro izotropní materiály. Nedochozí totiž k útlumu signálu kvůli rozptylu na hranicích zrn jako v případě polykrystalických kovových materiálů.

Nízký útlum signálu a vysoká čistota a homogenita polovodičových waferů z nich dělá ideální substráty pro tenké vrstvy charakterizované pomocí metody LAW. Z hlediska ceny a dostupnosti je nejvhodnější monokrystalický Si. Během samotného měření jsou kladeny vysoké požadavky na přesnost jeho orientace. Proto je nutné provést několik

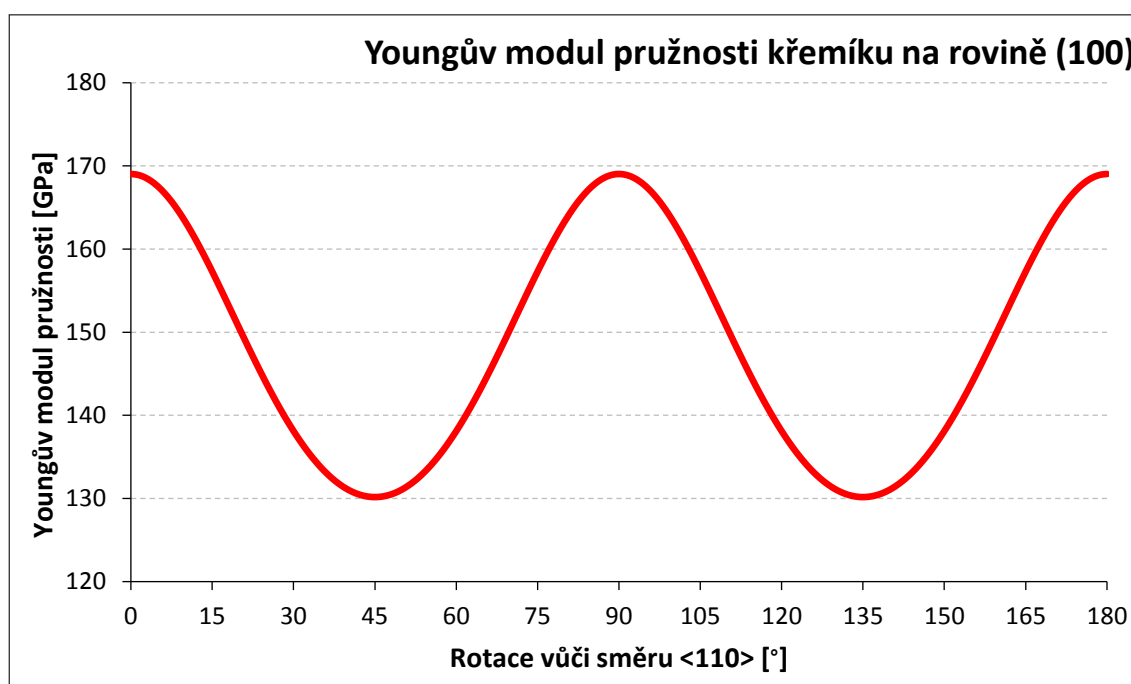
měření s mírnou rotací (např. po jednom stupni) Si waferu a určit správnou orientaci z naměřených hodnot rychlosti porovnáním s tabulkovými hodnotami (případně hodnotami získanými při kalibračních experimentech). Například na Si(100) dosahují povrchové akustické vlny nejvyšší rychlosti ve směrech $\langle 110 \rangle$.

Pro Si(100) byly ve směrech $\langle 110 \rangle$ a $\langle 100 \rangle$ naměřeny disperzní závislosti. Z nich následně byly vypočítány elastické konstanty C_{11} , C_{12} a C_{44} . Jejich srovnání s tabulkovými hodnotami [28, 30] je zobrazeno v tab. 1.

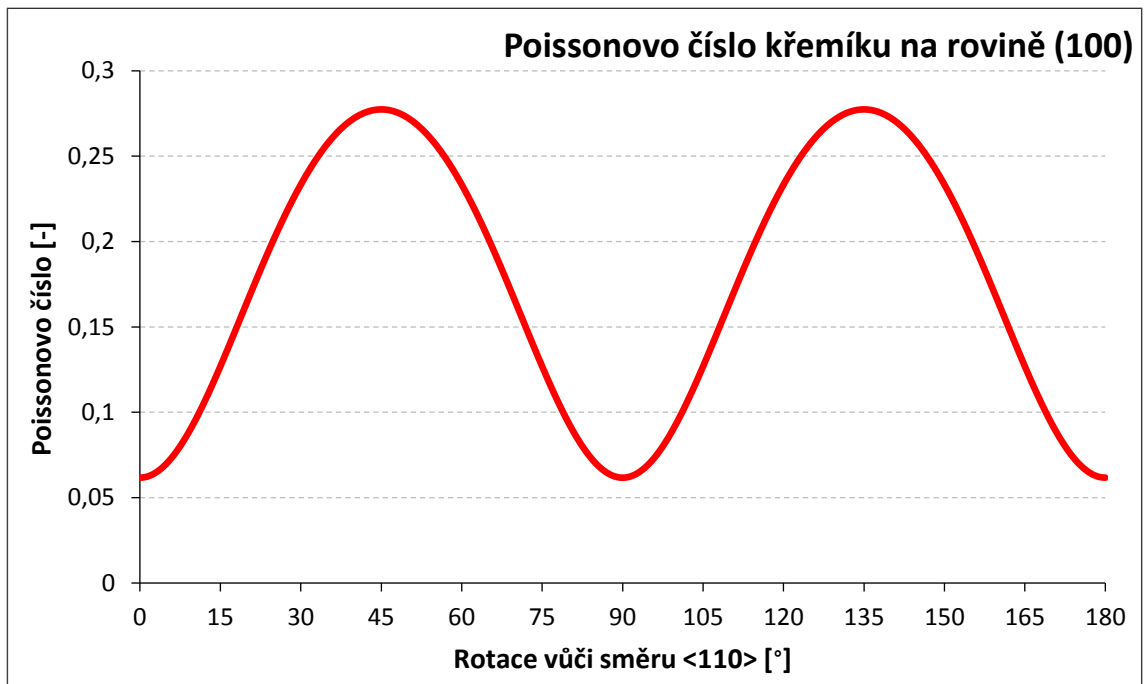
Tab. 1: Srovnání hodnot naměřených elastických konstant s tabulkovými hodnotami.

Elastická konstanta	Naměřená hodnota [GPa]	Tabulková hodnota [GPa]
C_{11}	$165,4 \pm 0,2$	165,6 – 165,7
C_{12}	$63,5 \pm 0,2$	63,9
C_{44}	$79,6 \pm 0,1$	79,5 – 79,6

Je patrné, že naměřené hodnoty se téměř neliší od tabulkových hodnot. Metoda LAW je tedy vhodná pro určení elastických konstant kubicky symetrických monokrystalů. Z nich byl následně pro ilustraci dopočítán Youngův modul pružnosti a Poissonovo číslo pro jakýkoliv směr na krystalografické rovině (100), to zobrazují obr. 22 a 23.



Obr. 22: Graf zobrazující Youngův modul pružnosti křemíku na krystalografické rovině (100) v závislosti na směru.



Obr. 23: Graf zobrazující Poissonovo číslo křemíku na krystalografické rovině (100) v závislosti na směru.

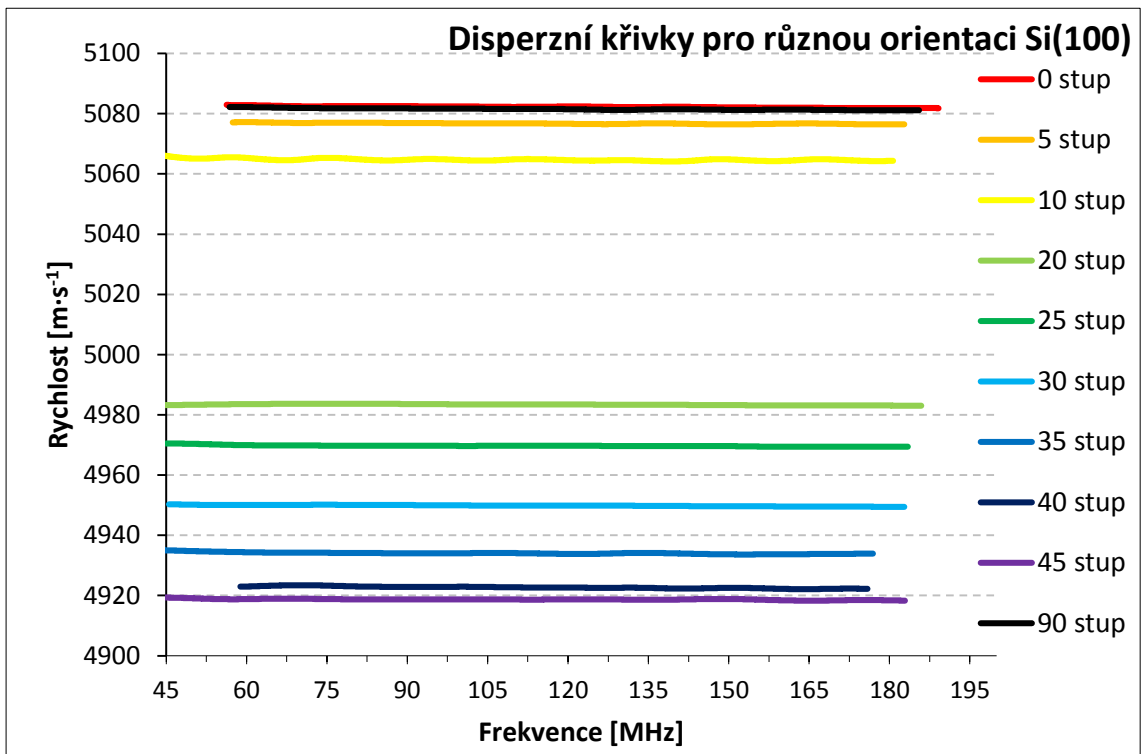
Obr. 22 ukazuje, že nejvyšší hodnoty Youngova modulu Si(100) jsou směry <110>, ty se opakují po 90°. Naopak nejnižší hodnoty Youngova modulu jsou pro směry <100>. Hodnota Youngova modulu $E = 130,2$ GPa vypočítaná pro směry <100> podle vztahu (12) je ve skvělé shodě s hodnotou 130 GPa uvedenou v [29].

6.2.1 Rychlost šíření SAW na Si(100)

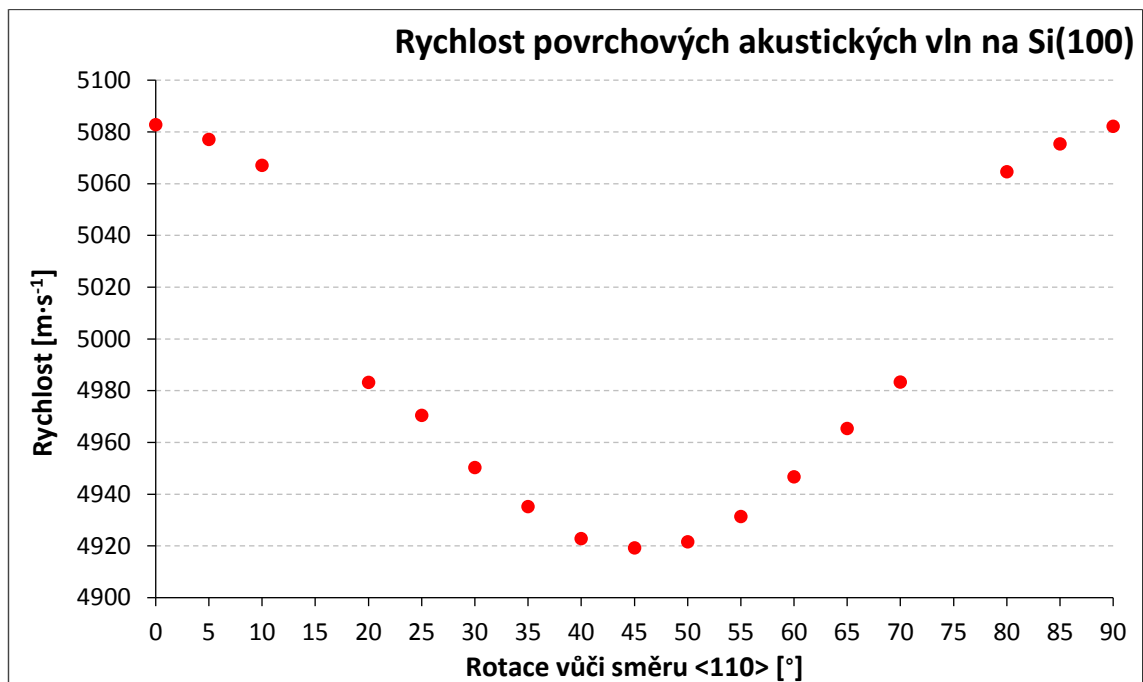
Rychlost šíření SAW je důležitá zejména pro technologické aplikace zmíněné v druhé kapitole a různé další mikro-elektro-mechanické systémy (MEMS). Jedním z často využívaných materiálů je křemík. Proto byla pro Si(100) naměřena rychlost šíření SAW v závislosti na směru. Měření bylo prováděno po 5° od zářezu na boku waferu (viz obr. 11) až po 180°. Disperzní křivky naměřené pro 0 – 45 a 90° zobrazuje obr. 24.

Disperzní křivky působí konstantně jak by se dalo očekávat pro dokonale homogenní substrát bez tenké vrstvy, po přiblížení je ale patrná mírná disperze způsobená nativní vrstvou oxidu a nehomogenitou substrátu. Tomu se ale bude věnovat následující kapitola. Disperzní křivka pro 0° se prakticky překrývá s disperzní křivkou pro 90°, to odpovídá symetrii krystalu (viz obr. 12). Rychlosti akustických vln vypočítané z disperzních křivek zobrazuje obr. 25, výpočet uvažoval nativní vrstvy oxidů. Rychlost vln

postupně klesá s rostoucí rotací od směru <110> až po minimum při 45° rotace, což odpovídá směru <100>, následně roste až po 90° což opět odpovídá směru <110>.

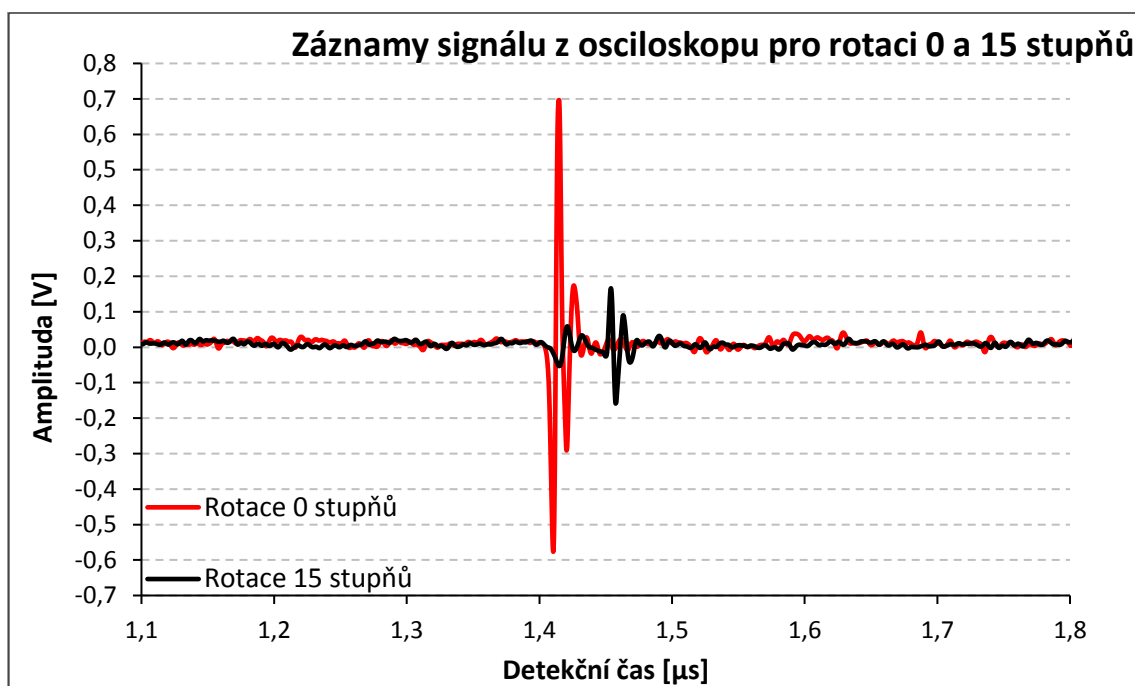


Obr. 24: Graf zobrazující disperzní křivky naměřené na Si(100) pro různou rotaci vůči směru <110>.



Obr. 25: Graf zobrazující rychlost povrchových akustických vln naměřenou na Si(100) pro různou rotaci vůči směru <110>.

Disperzní křivku pro 15, 75, 105 a 165° (tzn. $\pm 15^\circ$ vůči směřům $\langle 110 \rangle$) nebylo možné naměřit. V těchto regionech přitom dochází k výrazné skokové změně rychlosti. Z obr. [25] by se dala očekávat rychlost šíření okolo $\sim 5020 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Měření nebylo možné provést ze dvou důvodů. Amplituda signálu značně poklesla a tím pádem se snížil poměr signál/šum. Dále se na osciloskopu zobrazil druhý akustický impulz. To by naznačovalo šíření dvou vln s různou rychlostí nebo vlnu odraženou na hranici substrátu. Vzhledem k tomu, že použitý křemíkový wafer měl dostatečnou tloušťku a měření probíhalo uprostřed waferu s dostatečnou vzdáleností od kraje, je pravděpodobnější první možnost. Záznamy z osciloskopu pro rotaci rovnou 0 a 15° zobrazuje obr. 26. Zobrazené průběhy signálů jsou zprůměrované hodnoty pro 100 laserových pulzů a byly snímány pro nejmenší možnou vzdálenost ($x_1 \approx 7,16 \text{ mm}$).



Obr. 26: Graf zobrazující záznam signálu z osciloskopu pro rotaci 0 a 15° vůči směru $\langle 110 \rangle$ na $\text{Si}(100)$.

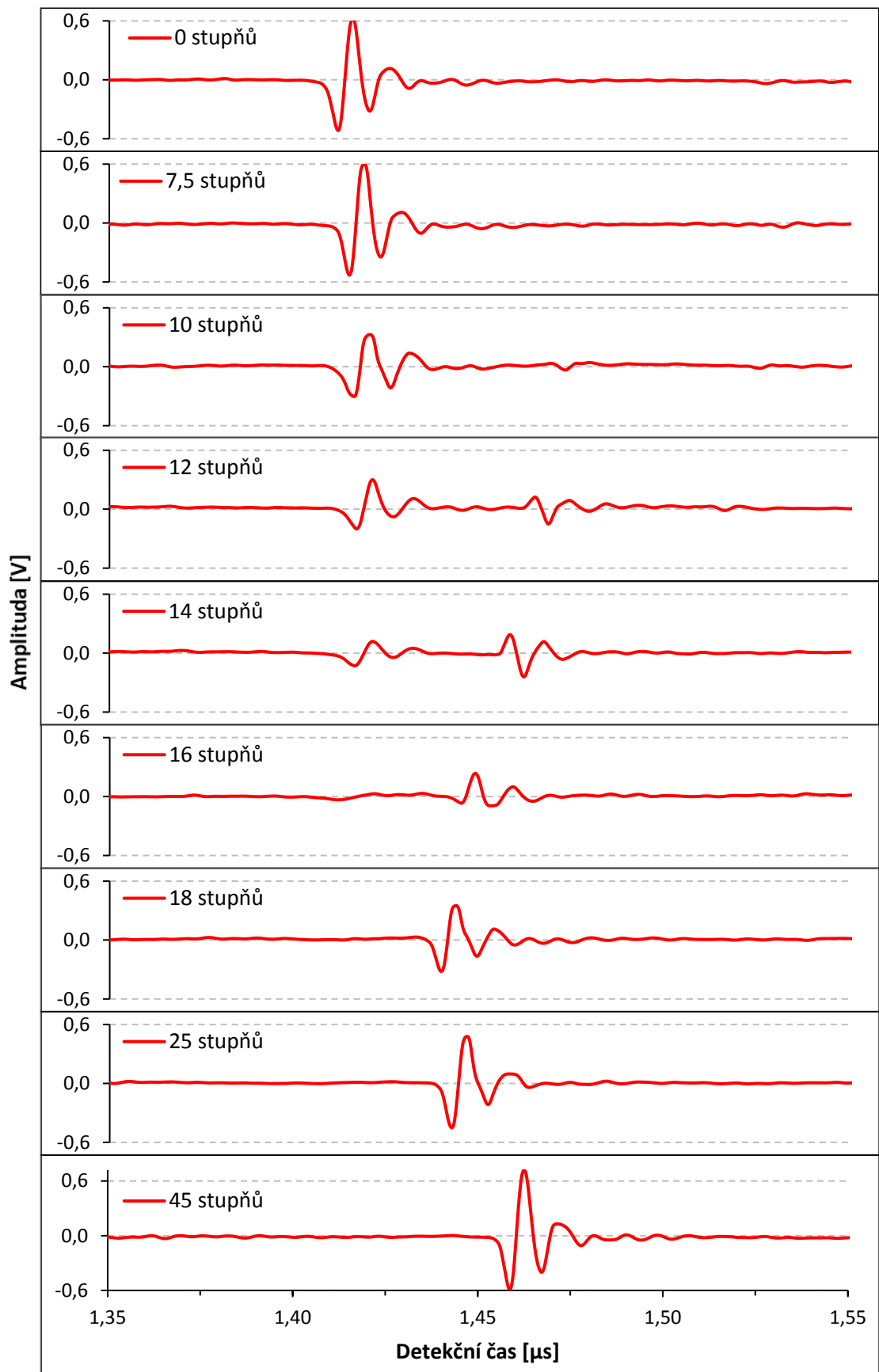
Zatímco signál pro rotaci 0° dosahuje hodnot 0,7 V, signál pro rotaci 15° je pod 0,17 V pro vyšší akustický impulz a okolo 0,06 V pro nižší impulz. Z grafu je stále možné rozeznat signál od šumu. Pro výpočet disperzní závislosti je ale nutné signál naměřit i pro větší měřicí vzdálenost. To vede k dalšímu útlumu signálu a měření není možné (hodnota signálu bude pod úrovní šumu). Dalším problémem je krátká vzdálenost v čase mezi impulzy, není tedy možné přesně říct kde první končí a kde druhý začíná.

Nižší impulz je v čase velmi blízko signálu pro 0° , což znamená, že rychlost vlny se příliš neliší, zatímco vyšší impulz pro 15° je v čase opožděn, vlna dorazila později a musí mít tedy nižší rychlost.

Tímto způsobem by bylo možné přibližně stanovit rychlost vlnění, které nevykazuje výraznou disperzi. K tomu by však bylo kromě signálů z osciloskopu nutné znát vzdálenost mezi bodem měření (poloha hrotu klínu na PVDF fólii) a bodem vzniku vlny (bod dopadu laserového záření), ta je však neznámá. Řešením tohoto problému bylo z naměřených disperzních křivek a záznamů z osciloskopu pro Si(100) a směr $\langle 110 \rangle$ odečíst hodnotu rychlosti (pro $f = 0$) a čas (pro první minimum signálu). Z těch byla stanovena přibližná hodnota této vzdálenosti $x_1 \approx 7,16$ mm.

Následně byla přechodová oblast $10 - 20^\circ$ rotace vůči $\langle 110 \rangle$ přeměřena s krokem po jednom stupni. Záznamy z osciloskopu zobrazuje obr. 27. Je patrné, že amplituda prvního impulzu postupně klesá, zatímco amplituda druhého impulzu postupně roste, než druhý impulz nahradí první. Maximální amplituda obou impulzů se příliš neliší.

Disperzní křivky nebylo možné naměřit pro rotaci $11 - 18^\circ$ ani při průměrování signálů na osciloskopu z 256 laserových pulzů pro potlačení šumu. Nepomohla ani změna měřicí vzdálenosti.

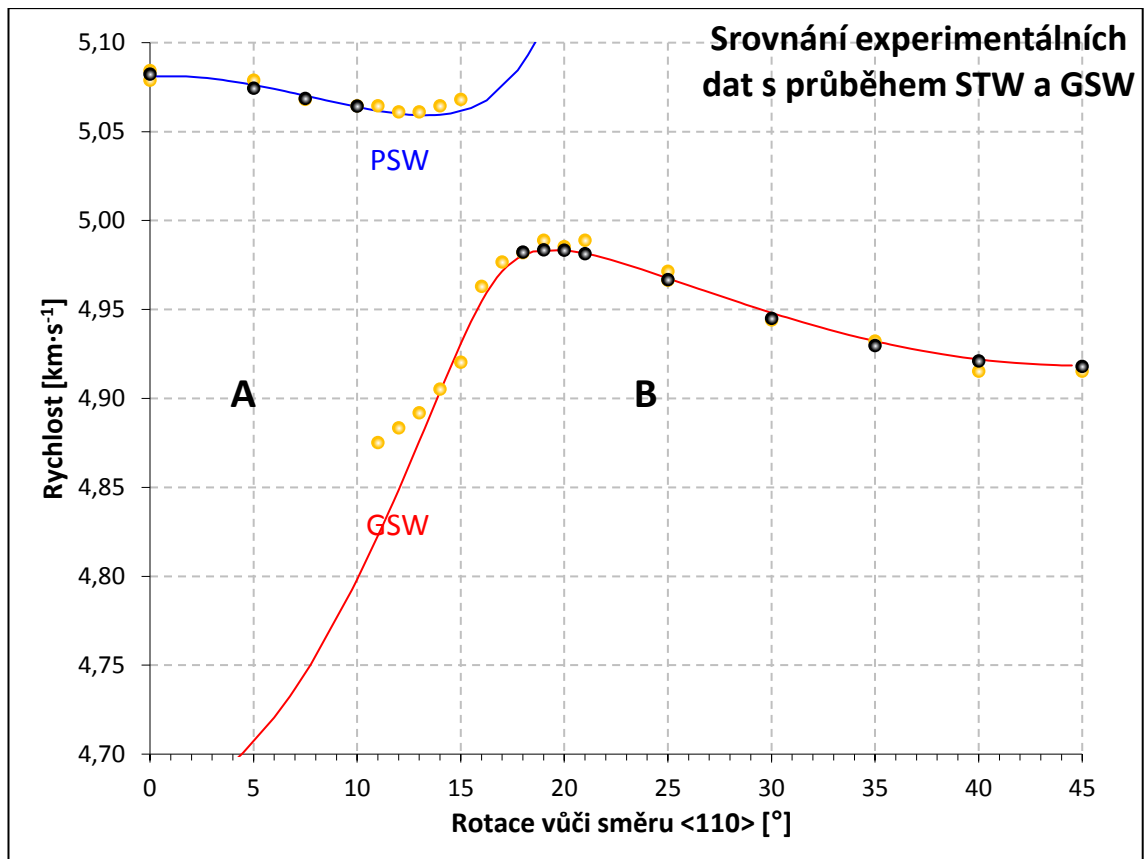


Obr. 27: Graf zobrazující záznam signálu z osciloskopu pro různé hodnoty rotace vůči směru $\langle 110 \rangle$ na $\text{Si}(100)$.

Existence dvou různých impulzů a šíření dvou odlišných povrchových akustických vln s různou rychlostí je podložené teorií. Pro křemíkovou krystalografickou rovinu (100) existuje celá řada možných akustických vln šířících se s různou rychlostí a v různé hloubce v závislosti na směru. Dvěma příklady těchto vlnění jsou nejpomalejší příčné objemové vlnění, v anglické literatuře označováno jako STW (slowest transverse bulk wave), a obecná povrchová vlna, v anglické literatuře označována jako GSW (generalized surface waves) [37] nebo SW (surface wave) [38]. Jejich rychlosti odpovídají naměřeným rychlostem.

Obě křivky můžeme pomyslně rozdělit na části A a B. Část A popisuje vlnění před přechodovou oblastí okolo 15° vůči směru $\langle 110 \rangle$ a část B po ní. V části A se STW označuje jako pseudo povrchové vlnění PSW (pseudo surface wave) [37, 38]. V přechodové oblasti okolo 15° se totiž mění hloubka penetrace vln, obecná povrchová vlna má v oblasti A vysokou hloubku penetrace (nárůst z hloubky odpovídající vlnové délce pro oblast B na hloubku větší než 10 vlnových délek pro oblast A) [12]. Tím pádem je intenzita obecné povrchové vlny na povrchu nízká a v záznamu z osciloskopu se ztrácí v šumu. Naopak se v oblasti A na povrchu objevuje PSW a tím pádem je možné ho snímat pomocí metody LAW.

Průběh obou druhů vlnění v závislosti na směru je vykreslen v obr. 28. Černé body představují hodnoty rychlosti vypočítané z disperzních křivek pro oblasti, kde bylo možné disperzní křivky naměřit. Žluté body představují hodnoty vypočítané pomocí záznamu z osciloskopu a námi přibližně stanovené vzdálenosti x_1 . Čas detekce odečtený ze záznamů z osciloskopu vždy odpovídal prvnímu minimu signálu. Nebyla tedy uvažována disperze.



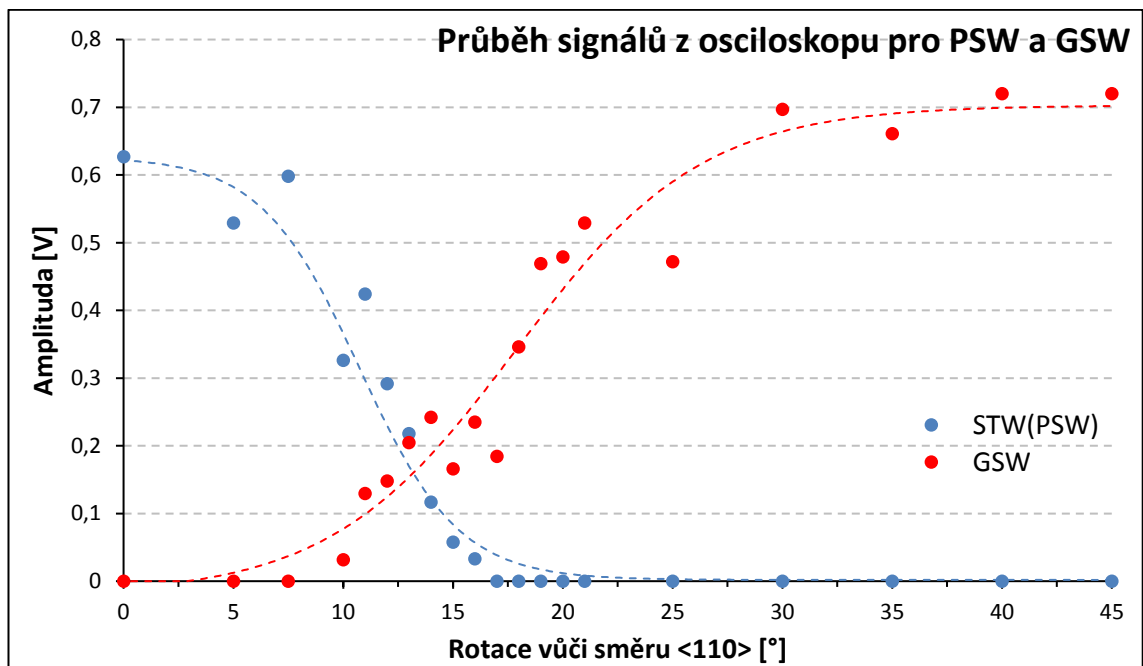
Obr. 28: Graf zobrazující srovnání experimentálních dat vypočítaných z naměřených disperzních křivek (černé body), ze záznamů z osciloskopu (žluté body) a průběh STW a GSW v závislosti na rotaci vůči směru $\langle 110 \rangle$ na $\text{Si}(100)$.

Obr. 28 dokazuje, že přiřazení dvou impulzů na osciloskopu dvěma různým vlněním bylo správné. Oba druhy vln se podařilo oddělit a současně detekovat, což doposud nebylo v literatuře provedeno ať už s využitím kontaktní nebo optické detekce vln. Hodnoty rychlosti vypočítané z naměřených disperzních křivek se znamenitě shodují s teoretickými hodnotami rychlosti pro STW a GSW. Zatímco disperzní křivka pro 10° vůči směru $\langle 110 \rangle$ odpovídá PSW, následující naměřená křivka (pro 18°) odpovídá GSW. To vysvětluje dříve pozorovanou skokovou změnu rychlosti. V oblasti mezi 10 a 18° se ani jeden druh vlnění nechová dostatečně povrchově, proto původně nebylo možné pomocí našeho přístroje naměřit disperzní křivku.

Hodnoty rychlostí vypočítané pomocí odečtení času z prvního minima na osciloskopu se mírně liší od hodnot vypočítaných z disperzních křivek. V oblasti $10 - 18^\circ$ dále sledují průběh STW a GSW, nicméně mezi $11 - 13^\circ$ začínají pro GSW lehce vybočovat. To je dáno velmi nízkou úrovní signálu, která komplikuje odečtení hodnot pro první minimum, to je

na obr. 27 pro GSW (druhý impuls v čase) zřetelně viditelné od 16°. Tato metoda výpočtu navíc uvažuje nekonečně úzký impuls v čase, tzn. nulovou disperzi. Takto určené hodnoty jsou tedy pouze přibližné. Nicméně umožňují sledovat průběh vlnění v jinak neměřitelné oblasti.

Měření bylo takto provedeno pro několik waferů od různých výrobců. Mezi různými wafery byl patrný offset v hodnotách rychlosti, ale všechny následovaly stejný trend. Hodnoty amplitudy na osciloskopu se v závislosti na waferu také mírně lišily.



Obr. 29: Graf zobrazující průběh amplitud signálů z osciloskopu pro PSW a GSW v závislosti na rotaci vůči směru <110> na Si(100).

Průběh amplitud signálu pro oba druhy vlnění zobrazuje obr. 29. Zobrazené nulové hodnoty znamenají, že vlnění nebylo možné rozeznat od šumu a tím pádem ani naměřit. Vlnění se na povrchu pravděpodobně dál šíří, ale jeho amplituda je pod úrovní šumu. Amplituda pro PSW dosahuje vyšších hodnot pouze v oblasti -10 až 10° vůči směru <110>, pro zbytek směrů šíření je amplituda nízká a vlna se šíří zejména v objemu materiálu. Přechodová oblast, ve které amplituda GSW převyší amplitudu PSW, byla původně uvažována okolo 15°, podle obr. 29 však nastává dřív, okolo 13°.

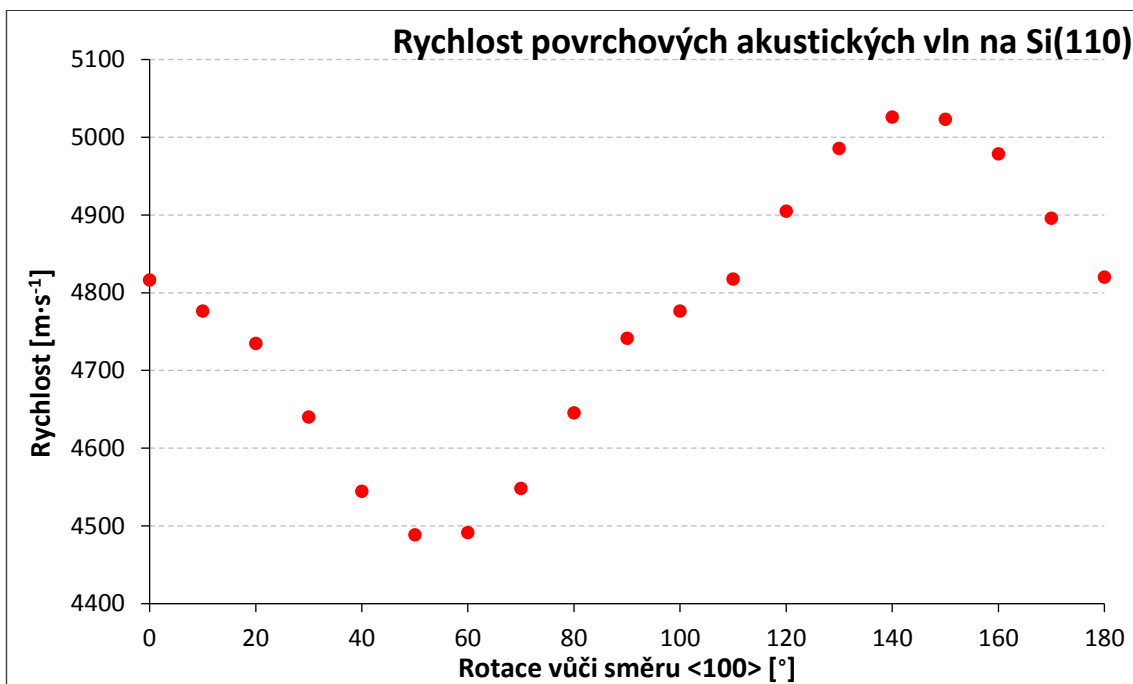
6.2.2 Rychlost šíření SAW na Si(110) a Si(111)

Následně byla podobně jako pro Si(100) naměřena rychlost šíření SAW v závislosti na směru i pro Si(110) a Si(111), pro ty se na rozdíl od Si(100) šíří stále stejné akustické vlnění a neexistuje tedy žádná přechodová oblast, kterou by nebylo možné měřit pomocí metody LAW a nedochází ke skokovým změnám rychlosti.

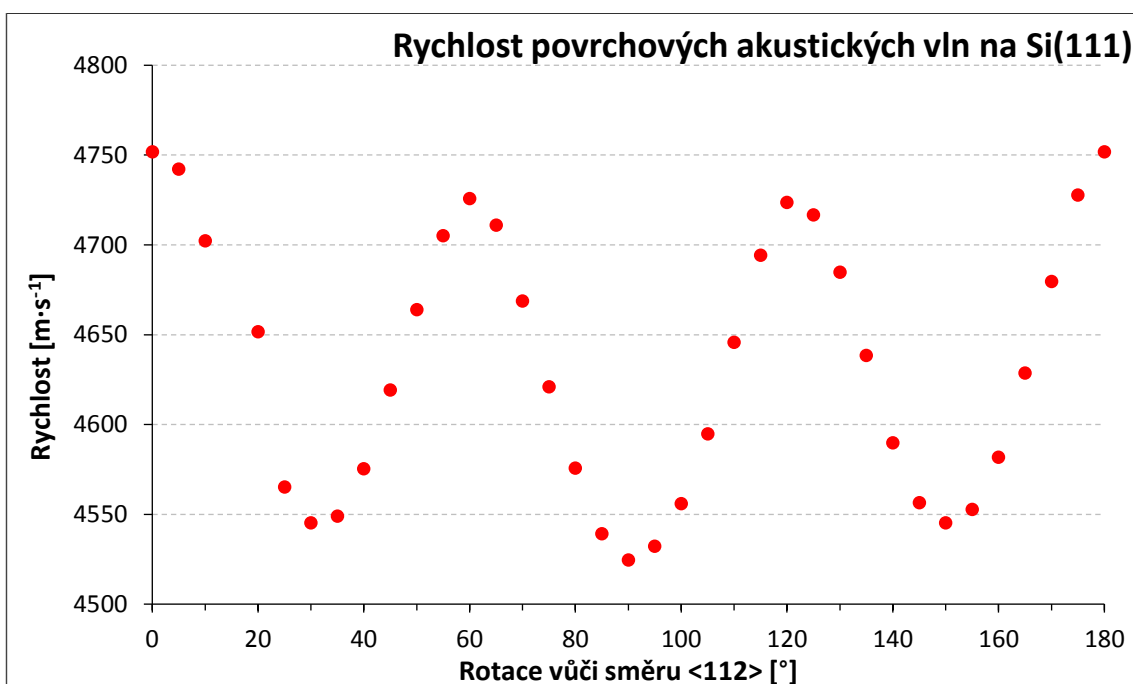
Pro Si(110) probíhalo měření po 10° stupních vůči zářezu na boku waferu (viz obr. 11), ten odpovídá směru $\langle 100 \rangle$. Výsledné hodnoty rychlosti šíření SAW jsou zobrazeny v obr. 30. Směry se stejnými elastickými vlastnostmi se na Si(110) neopakují, takže stejná situace pro šíření SAW nastane až po rotaci o 180° , viz obr. 14. Nejnižší naměřená rychlost je okolo 55° vůči směru $\langle 100 \rangle$, to odpovídá směru $\langle 111 \rangle$, naopak nejvyšší pro rotaci 90° vůči směru $\langle 100 \rangle$, to odpovídá směru $\langle 110 \rangle$.

Výsledné hodnoty rychlosti pro Si(111) zobrazuje obr. 31, samotné měření probíhalo po 5° stupních vůči zářezu na boku waferu, který odpovídá směru $\langle 11\bar{2} \rangle$. Ekvivalentní směry se na Si(111) opakují po 60° , viz obr. 13. Ovšem v případě křemíku zobrazeného na obr. 31 se hodnota rychlosti pro 0° (okolo $4750 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$) úplně opakuje až při rotaci o 180° (tzn. stejný směr), hodnoty rychlosti pro 60° a 120° (okolo $4725 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$) jsou shodné, ale lehce nižší než pro 0° a 180° . To je pravděpodobně způsobeno mírným rozdílem mezi rovinou waferu a předpokládanou (nominální) rovinou (111). Výrobci typicky udávají možnou odchylku $3 - 5^\circ$. Rychlost šíření akustických vln vykazuje i pro Si(111) silnou anizotropii, přitom Youngův modul pružnosti a Poissonovo číslo se pro Si(111) chová izotropně [30].

V případě obou krystalografických rovin je dobrá shoda mezi symetrií krystalové mřížky (viz obr. 13 a 14) a naměřenými rychlostmi šíření SAW. Naměřené hodnoty pak odpovídají hodnotám z literatury [12].



Obr. 30: Graf zobrazující rychlost povrchových akustických vln naměřenou na Si(111) pro různou rotaci vůči směru <100>.



Obr. 31: Graf zobrazující rychlost povrchových akustických vln naměřenou na Si(111) pro různou rotaci vůči směru <112̄>.

7 Charakterizace tenkých vrstev

V následující kapitole je popsána charakterizace tenkých vrstev pomocí metody LAW. Naměřené tloušťky vrstev jsou srovnány s tloušťkami získanými optickou referenční metodou, výsledné hodnoty Youngova modulu jsou potom srovnány s hodnotami určenými nanoindentací a je prozkoumán dolní limit tloušťky vrstev.

7.1 Měření tloušťky tenkých vrstev SiO_x

Využití povrchových akustických vln pro měření tloušťky tenkých vrstev je v praxi limitováno zejména potřebou znát přesnou hodnotu Youngova modulu, hustoty a Poissonova čísla tenké vrstvy. Každá tenká vrstva je ale unikát a vlastnosti se mohou značně lišit podle způsobů přípravy. Tabulkové hodnoty Youngova modulu typicky představují příliš široký interval a jeho měření je zejména v případě velmi tenkých vrstev komplikované a často destruktivní.

Z tohoto důvodu byly v rámci této práce pro charakterizaci zvoleny vrstvy oxidů křemíku SiO_x připravené pomocí tzv. suché oxidace na vzduchu na Si(100). Je třeba zdůraznit, že právě tato suchá oxidace umožňuje připravovat vysoce kvalitní SiO_x vrstvy [39], které se velmi blíží stechiometrii SiO₂, jehož vlastnosti byly uvažovány pro výpočet teoretické disperzní křivky. To znamená, že pro tyto vrstvy lze předpokládat tabulkové hodnoty jejich fyzikálních vlastností [40]. Hlavní nevýhodou suché oxidace je skutečnost, že je pomalejší než oxidace ve vlhké (H₂O) atmosféře, ta však nevytváří stejně kvalitní vrstvy. Oxidační rychlost suché oxidace při 1000 °C se pro prvních 30 minut pohybuje okolo 100 nm/h a se zvyšující se tloušťkou vrstvy se dále snižuje.

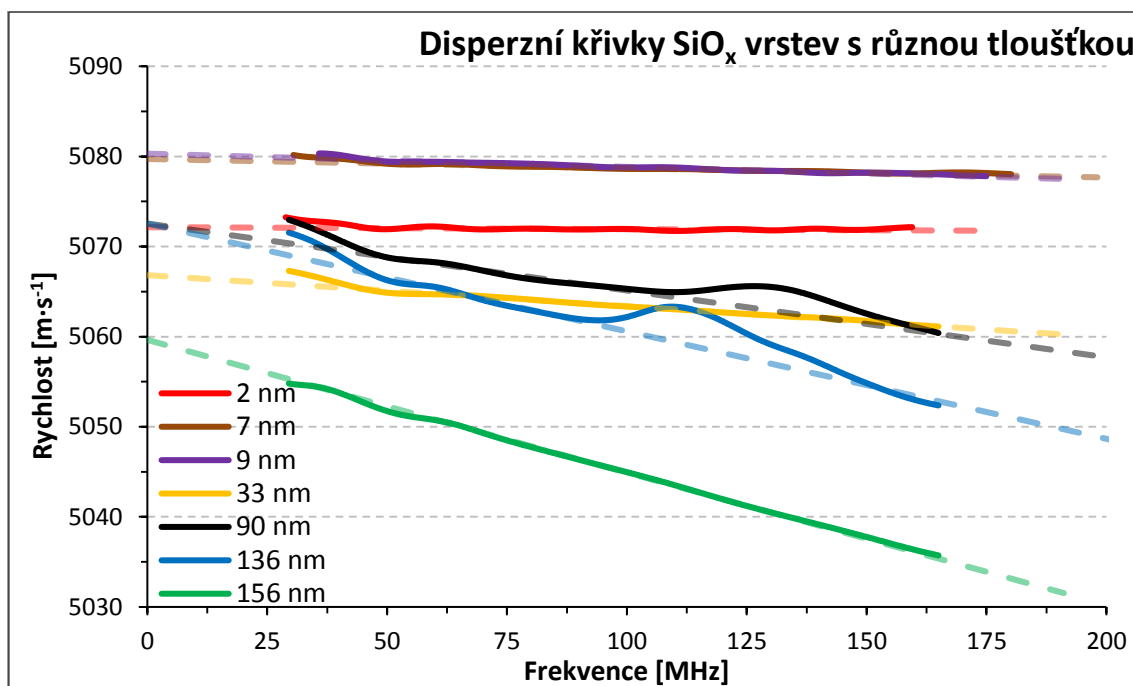
Suchá oxidace byla provedena na povrchu substrátů nařezaných z Si(100) waferů, které byly umístěny do křemenné trubice a zahřívány rychlostí 20 °C/min až na maximální teplotu, při které byly udržovány po danou dobu a následně ochlazovány opět rychlostí 20 °C/min. Experimentální podmínky, při kterých byla oxidace provedena, a výsledné tloušťky vrstev jsou zobrazeny v tab. 2. Tloušťka vrstev byla určena s využitím optického referenčního měření pomocí spektrálního reflektometru kalibrovaného na vyleštěném křemíkovém waferu se známým profilem spektrální odrazivosti.

Tab. 2: Parametry oxidace křemíku a tloušťka vytvořené SiO_x vrstvy.

Vzorek	Maximální teplota [°C]	Doba s konst. max. teplotou [min]	Tloušťka vrstvy [nm]	Si wafer
1	1000	180	156 ± 2	University Wafer, ID:452
2	1000	120	136 ± 2	University Wafer, ID:452
3	1000	60	90 ± 2	University Wafer, ID:452
4	1000	1	34 ± 2	University Wafer, ID:452
5	800	1	9 ± 2	University Wafer, ID:1113
6	700	1	7 ± 2	University Wafer, ID:1113
7	-	-	~ 2	University Wafer, ID:452

Vzorek 7 nebyl oxidován při zvýšené teplotě a je na něm tedy pouze nativní vrstva SiO_x vzniklá při pokojové teplotě, je tedy použit jako reference. V čistém suchém kyslíku je tloušťka nativní vrstvy ~1 nm, ale při vystavení křemíku běžné atmosféře se dá očekávat tloušťka od 1,5 po 2,5 nm v závislosti na vlhkosti vzduchu a teplotě [41].

Měření pomocí metody LAW probíhalo ve všech případech na Si(100) ve směru <110> ± 5°. Obr. 32 zobrazuje příklady naměřených disperzních křivek včetně vypočítaného fitu.



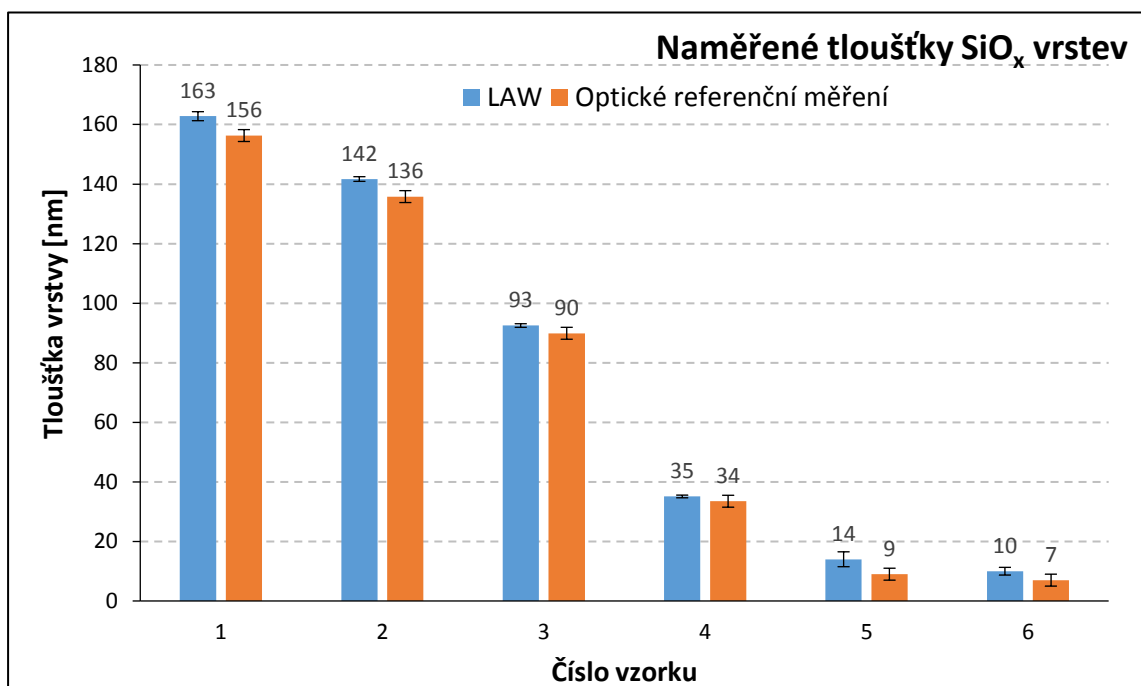
Obr. 32: Graf zobrazující naměřené disperzní křivky SiO_x vrstev na Si(100).

Povrchové akustické vlny se ve vrstvě oxidů šíří nižší rychlostí než v křemíkovém substrátu, zejména kvůli nižší hodnotě Youngova modulu pružnosti. Proto dochází

k poklesu rychlosti šíření vln s rostoucí frekvencí. Z obr. 32 je patrné, že s rostoucí tloušťkou vrstev se zvyšuje efekt disperze, kvůli vyššímu příspěvku od vrstvy.

V ideálním případě by se pro nulovou frekvenci fitovací křivky měly protnout na y ose hodnot. To lze pozorovat v případě vrstev s tloušťkou 2 (nativní oxid), 90 a 136 nm, které při nulové frekvenci dosahují rychlosti $\sim 5072 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, tyto vrstvy byly připraveny na Si(100) waferech dopovaných borem (University Wafer, ID:452). Stejně wafery byly použity i pro vzorky s 33 a 156 nm vrstvou, které dosahují pro nulovou frekvenci nižší rychlosti. Nižší rychlost může být způsobena odchylkou od krystalografické roviny (100), výrobci udávají odchylku 3-5°, případně mírně odlišnými vlastnostmi konkrétních waferů. Vrstvy s tloušťkou 7 a 9 nm dosahují rychlosti $\sim 5080 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, byly připraveny později z Si(100) waferů dopovaných arsenem (University Wafer, ID:1113). I při dalších měřeních se ukázalo, že metoda LAW je vysoce citlivá na kvalitu konkrétních waferů.

Z naměřených disperzních křivek byla vypočítána tloušťka SiO_x vrstvy. Použita byla hodnota Youngova modulu pružnosti $E = 69 \text{ GPa}$, hustota $2,2 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a Poissonovo číslo $\nu = 0,17$. Je tedy předpokládána vrstva ideálního stechiometrického SiO_2 , v praxi je ale poměr kyslík/křemík nižší a je závislý na tloušťce vrstvy [42]. Srovnání naměřené tloušťky vrstvy s referenční hodnotou zobrazuje obr. 33.



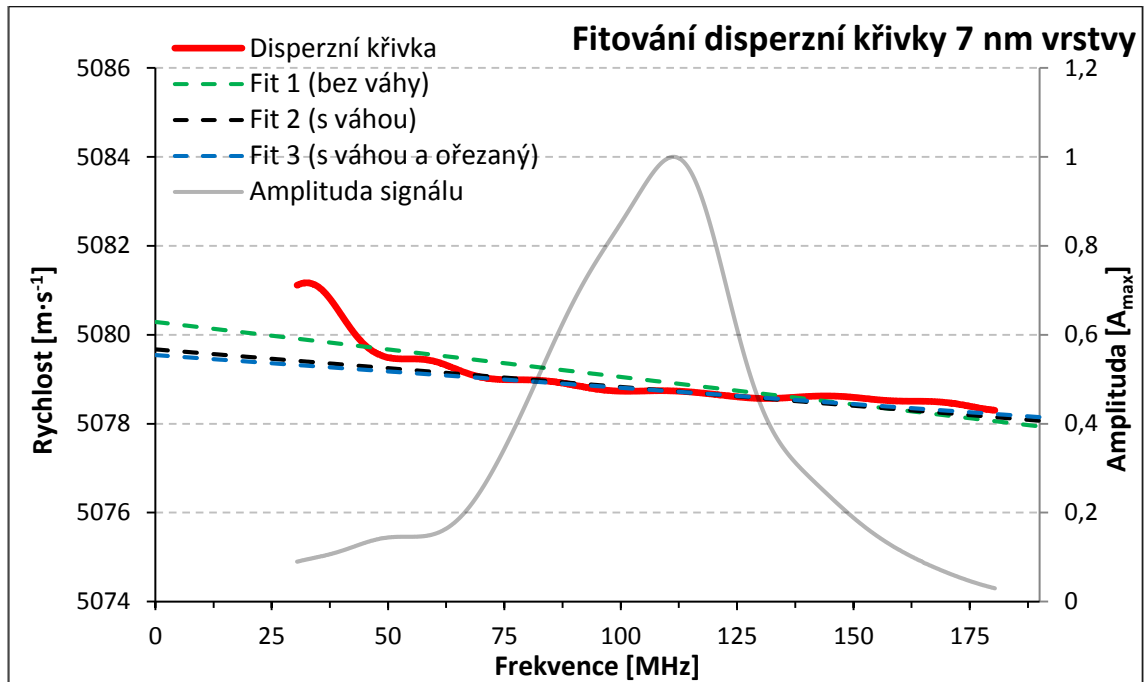
Obr. 33: Graf zobrazující naměřené tloušťky SiO_x vrstev na Si(100).

Výsledky z obou metod jsou srovnatelné a rozdíly hodnot jsou v rámci nejistoty měření, která je pro metodu LAW velmi nízká díky vysoké opakovatelnosti měření. Obr. 33 ukazuje, že metoda LAW je schopná přesně charakterizovat tloušťky vrstev v řádu desítek až stovek nm.

Výsledky metody LAW jsou ve všech případech o několik nanometrů vyšší. Rozdíl ve výsledných hodnotách je podobný pro vrstvy s nejvyšší i nejnižší tloušťkou. Disperze je tedy ve všech případech o něco vyšší. Vrstvy SiO_x na povrchu vzorku nemusí být jediným příspěvkem k disperzi. Metoda LAW je vysoce citlivá na jakékoliv poškození pod povrchem křemíkového substrátu, které se typicky objevuje v prvních 100 nm waferu v důsledku leštění [19]. Dalším příspěvkem může být sub-oxidová vrstva tvořící rozhraní SiO_x/Si . Její tloušťka se odhaduje na 0,5 – 1 nm [43]. Chová se jako druhá tenká vrstva a zvyšuje výslednou naměřenou tloušťku, protože namísto při fitování uvažovaného systému substrát/oxidová vrstva se v praxi jedná o systém substrát/povrchová vrstva substrátu/sub-oxidová mezivrstva/oxidová vrstva. Jakákoliv další nehomogenita substrátu nebo tenké vrstvy také přispívá k disperzi. Zdrojem dalšího příspěvku k disperzi může být šum. To se projevuje „zvlněním“ disperzních křivek. Vliv šumu se dá snížit opakováním měření, průměrováním více laserových pulzů na osciloskopu a vyšší měřicí vzdáleností x . To ale vede ke značnému prodloužení doby měření.

Samotné fitování disperzních křivek je pro velmi tenké vrstvy problematictější. Začátek a konec naměřených disperzních křivek se určuje automaticky podle relativní hodnoty amplitudy signálu, na Si jsou typicky disperzní křivky naměřené od cca 30 do 180 MHz, viz obr. 32. Zejména na začátku a na konci disperzní křivky často dochází ke zvlnění křivky nebo ostrému nárůstu či poklesu rychlosti vlivem šumu, protože je v těchto oblastech nejnižší amplituda signálu a tím pádem i poměr signál/šum (SNR). Amplituda signálu je na krajích naměřených disperzních křivek nejnižší, protože její průběh zhruba připomíná normální (Gaussovo) rozdělení, viz obr. 34. V případě vrstev s větší tloušťkou není zvlnění na krajích takovým problémem a příliš neovlivní výsledné hodnoty, ale pro velmi tenké vrstvy, které vedou k velmi slabé disperzi, což může výrazně ovlivnit výsledky. Proto je důležité pro velmi tenké vrstvy jednotlivé disperzní křivky ručně ořezávat. Obr. 34 zobrazuje disperzní křivku pro 7 nm SiO_x vrstvu z předchozího měření, průběh amplitudy na osciloskopu pro dané frekvence a 3 různé fitovací křivky. První je pro fit

bez váhy, druhá je pro fit s váhou podle amplitudy signálu a třetí je s váhou podle amplitudy signálu a s ručně ořezanou disperzní křivkou od 50 MHz níž a od 162,5 MHz výš, aby se předešlo vlivu zmíněných okrajových efektů (na obr. 34 je patrný zejména ostrý nárůst rychlosti mezi cca 35 až 45 MHz).



Obr. 34: Graf zobrazující průběh disperzní křivky 7 nm vrstvy, amplitudu signálu a 3 různé fity – Fit 1, Fit 2 (s váhou podle amplitudy) a Fit 3 (s váhou podle amplitudy a ručně ořezanou disperzní křivkou od 50 MHz níž a od 162,5 MHz výš).

Hodnota tloušťky vrstvy při použití Fitu 1 = 13,1 nm, Fitu 2 = 8,9 nm a Fitu 3 = 7,8 nm. Hodnota z referenčního optického měření je 7 ± 2 nm. Je tedy patrné, že fitování disperzní křivky s váhou podle amplitudy signálu je pro velmi tenké vrstvy zásadní, protože fit musí křivce odpovídat zejména ve střední části křivky, kde je amplituda signálu nejvyšší a disperzní závislost je tedy naměřená s nejvyšší přesností.

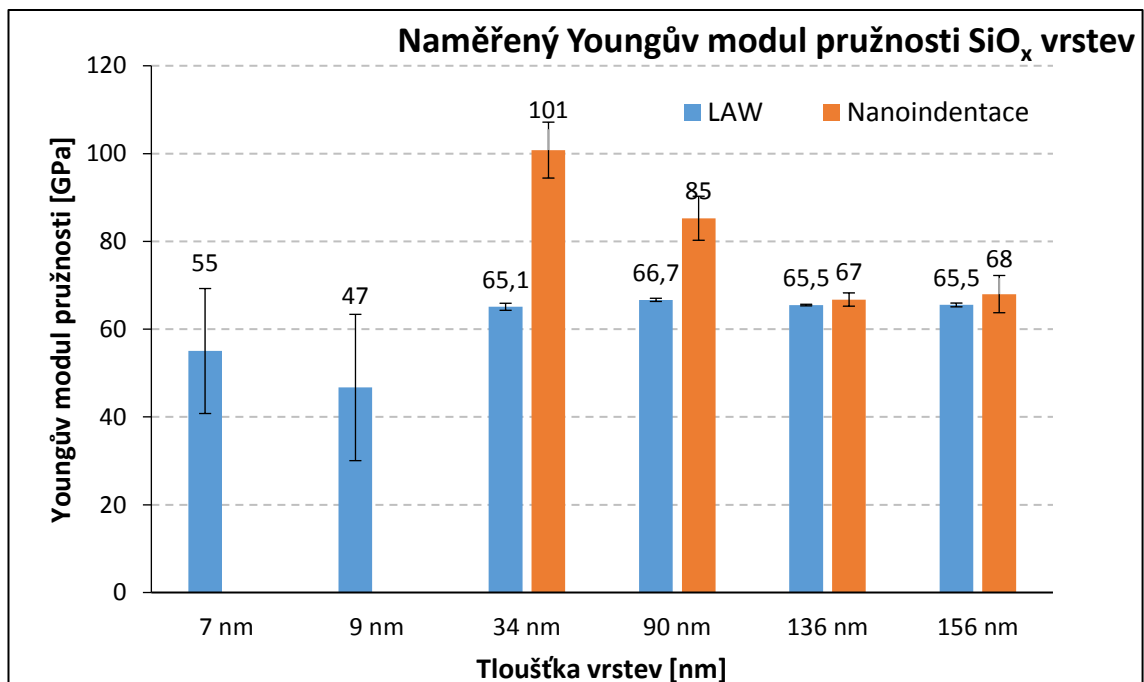
Metoda LAW tedy pro vrstvy SiO_x s tloušťkou v řádu desítek nm dává velmi přesné výsledky, pokud jsou vstupní hodnoty Youngova modulu pružnosti, hustoty vrstvy a Poissonova čísla přesně zadány a vzorek je dostatečně homogenní. Případné odchylky ve vstupních parametrech se projeví odchylkami výsledných hodnot. Pro velmi tenké vrstvy je vhodné data procházet a ručně ořezávat. V případě prezentovaného měření byla správně naměřena disperzní křivka a přesně určena tloušťka 34 nm vrstvy (viz

obr. 33), ale vrstvy pod 10 nm se začínají výrazněji lišit od referenční hodnoty. Vrstvy s tloušťkou v řádu jednotek nm jsou teoreticky měřitelné, ale v praxi začínají být efekty nehomogenity substrátu (případně ovlivněné podpovrchové vrstvy v důsledku leštění waferu) a vrstvy srovnatelné s disperzí způsobenou tenkou vrstvou.

7.2 Měření Youngova modulu pružnosti tenkých vrstev

SiO_x vrstvy na Si(100) z předchozí kapitoly byly využity také pro měření Youngova modulu pružnosti E . Následně byly tyto hodnoty porovnány s těmi získanými pomocí nanoindentační zkoušky, to umožňuje stanovit dolní limit tloušťky tenkých vrstev pro obě metody.

Nanoindentace byla provedena na plně kalibrovaném přístroji NanoTest se zcela novým Berkovičovým indentorem. Pro každou vrstvu bylo analyzováno alespoň 15 měření pomocí standardní metody Olivera a Pharra [22, 23]. Hodnoty indentačního modulu pružnosti E byly vypočítány s použitím hodnoty Poissonova čísla $\nu = 0,17$ pro SiO_x. Byla použita korekce pro elastickou deformaci diamantového hrotu (použité Poissonovo číslo $\nu = 0,07$ a Youngův modul pružnosti $E = 1141$ GPa). Dle normy ISO EN CSN 14577 indentační modul odpovídá Youngovu modulu pružnosti, pokud nedochází k pile-up nebo sink-in efektům.



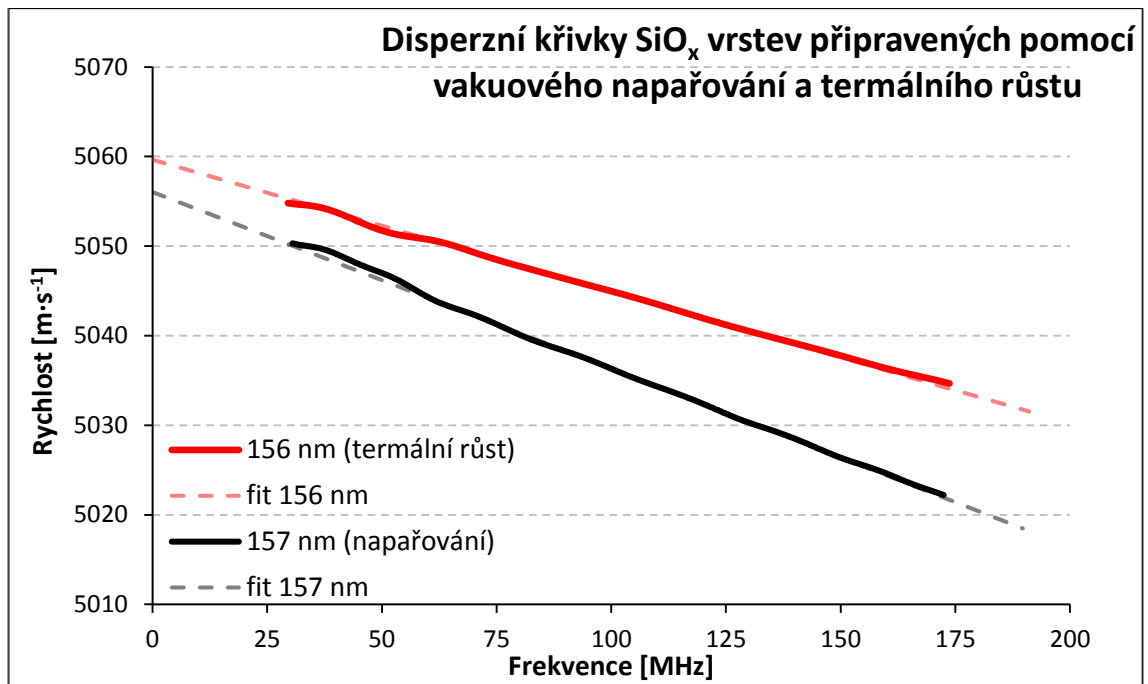
Obr. 35: Graf zobrazující naměřený Youngův modul pružnosti SiO_x vrstev na Si(100).

Hodnoty naměřené pomocí nanoindentace byly srovnány s hodnotami naměřenými pomocí metody LAW, to zobrazuje v obr. 35. Pro vrstvy s tloušťkou 136 a 156 nm jsou výsledky obou metod srovnatelné a blíží se očekávaná hodnotě ~ 69 GPa. Nanoindentace dává mírně vyšší hodnoty a její nejistota měření je vyšší. Ovšem pro 90 nm vrstvu pronikl indentor až do 25 % vrstvy a výsledky nanoindentace jsou tak značně ovlivněny křemíkovým substrátem, jelikož Si(100) má zhruba dvojnásobnou hodnotu Youngova modulu pružnosti E než SiO_2 . Důsledkem je potom nárůst naměřených hodnot. Oproti tomu výsledky LAW jsou konstantní. Pro 7 a 9 nm vrstvy nebylo provedení indentační zkoušky možné, aniž by došlo k průniku indentoru do substrátu, proto měření nebylo vůbec provedeno. Hodnoty Youngova modulu pružnosti E určené pomocí LAW se liší od výsledků pro vrstvy s vyšší tloušťkou (např. relativní rozdíl mezi hodnotou pro 7 nm a 156 nm vrstvu je 16 %), nejistota měření je značně vyšší.

Nicméně je třeba vzít do úvahy možné odchylky od stechiometrického SiO_2 , které mohou být spojeny s tloušťkou vrstvy [42], přítomnost nativní vrstvy, podpovrchové poškození, stejně tak jako samotné limity fyzikálního modelu použitého pro výpočet Youngova modulu pružnosti z disperzních křivek. Dále dochází také ke zkreslení výsledků kvůli vyšší relativní nejistotě optického měření tloušťky vrstev. Při fitování 9 nm vrstvy SiO_x způsobí rozdíl 2 nm změnu výsledné hodnoty Youngova modulu pružnosti E o cca 9 GPa.

Metoda LAW je tedy schopná přesně měřit vrstvy, které by byly příliš tenké pro nanoindentační měření, protože výsledky nejsou ovlivněny substrátem a pro vrstvy s dostatečnou tloušťkou dává výsledky shodné s nanoindentací. Dolní limit metody LAW leží v dolních desítkách nm a závisí na přesnosti vstupních parametrů fitu a homogenitě vrstvy a substrátu (zejména poškození vrstvy pod povrchem). Mohla by tedy v určitých případech nahradit nanoindentační zkoušku.

Vrstvy SiO_x připravené pomocí suché oxidace byly následně srovnány se 157 nm SiO_x vrstvou připravenou pomocí vakuového napařování. Očekávány byly mírně nižší hodnoty Youngova modulu pružnosti E oproti vrstvám připraveným pomocí suché oxidace z důvodu horší stechiometrie při tvorbě vrstvy (napařené vrstvy se budou více lišit od SiO_2). Obr. 36 zobrazuje srovnání disperzních křivek naměřených pro obě vrstvy a jejich fit.



Obr. 36: Graf zobrazující naměřené disperzní křivky 156 a 157 nm SiO_x vrstev na Si(100) připravených pomocí termálního růstu a vakuového napařování.

Disperzní křivka pro napařenou vrstvu vykazuje strmější pokles rychlosti. To znamená nižší hodnotu Youngova modulu pružnosti E nebo vyšší hodnotu hustoty ρ , než má termálně narostlá vrstva. Rozdíl v rychlostech pro nulovou frekvenci je 6 m·s⁻¹. To znamená velmi mírný rozdíl ve vlastnostech substrátu, případně rotaci o cca 3-5°.

Z disperzních křivek byla pro napařenou vrstvu dopočítána hodnota Youngova modulu pružnosti $E = (41 \pm 2)$ GPa. To je proti hodnotě $E = (65,5 \pm 0,7)$ GPa pro 156 nm vrstvu z termální oxidace výrazná změna. Při výpočtu byla uvažována stejná hustota $\rho = 2,2$ g·cm⁻³ obou vrstev. V praxi se ale hustota vrstev bude lišit. Případná změna hustoty ρ by při výpočtu mohla částečně vykompenzovat změnu Youngova modulu pružnosti. Například navýšení hustoty o 10 % by vedlo k Youngovu modulu pružnosti $E = (56 \pm 2)$ GPa. Na druhou stranu snížení hustoty, které je pravděpodobnější, by vedlo k ještě nižším hodnotám Youngova modulu pružnosti. To demonstruje silnou závislost metody LAW na přesně určených vstupních parametrech, které je nutné charakterizovat pomocí jiných metod. Vyšší disperzi by taky mohla vysvětlit nižší homogenita napařené vrstvy.

Následně byla pro napařenou vrstvu provedena nanoindentační zkouška a výsledky srovnány s předchozí nanoindentací termálně připravené vrstvy s odpovídající tloušťkou. Tvrdost napařené vrstvy byla výrazně nižší, vnikání indentoru tím pádem nebyl kladen takový odpor. Kvůli tomu byla při stejných hodnotách zatížení (150 μ N) kontaktní hloubka výrazně vyšší. Během indentace napařené vrstvy dosáhla 32 nm (21 % vrstvy), během indentace termálně připravené vrstvy dosáhla pouze 15 nm (10 % vrstvy). Hodnoty Youngova modulu pružnosti E tak byly během nanoindentace napařené vrstvy ovlivněny substrátem. Vzhledem k tomu, že Youngův modul pružnosti křemíkového substrátu je daleko vyšší než pro tenkou vrstvu, ovlivnění substrátem výslednou hodnotu pro napařenou vrstvu navýšilo. I přes toto navýšení, je výsledná hodnota Youngova modulu pružnosti $E = (56 \pm 5)$ GPa pro napařenou vrstvu nižší než hodnota pro termálně připravenou vrstvu $E = (68 \pm 4)$ GPa).

Metoda LAW i nanoindentace shodně dokazují, že Youngův modul pružnosti SiO_x vrstvy připravené pomocí vakuového napařování je nižší než v případě vrstvy připravené pomocí suché termální oxidace.

Pro demonstraci univerzálnosti použití LAW byly kromě SiO_x vrstev vyhodnoceny vrstvy Al, Ti a Cr. Tloušťka všech vrstev přesahovala 100 nm. Pro Ti a Cr byl jako substrát použit opět Si(100), pro Al byl použit skleněný substrát. Naměřené hodnoty jsou srovnány s hodnotami z literatury [44–48] a v případě Al a Ti i s nanoindentací, zobrazuje je tab. 3.

Tab. 3: Srovnání hodnot Youngova modulu pružnosti naměřeného pomocí metody LAW, nanoindentace a z literatury.

Vrstva	Substrát	Youngův modul pružnosti [GPa]		
		LAW	Indentace	Literatura
Al	Sklo	63,5	69,6	55-81
Ti	Si(100)	116,1	111,5	102-123
Cr	Si(100)	204,4	-	185-215

Naměřené hodnoty Youngova modulu pružnosti korespondují s hodnotami získanými z nanoindentace a jsou v rámci intervalu hodnot z literatury. To znamená, že v případě vrstev s dostatečnou tloušťkou (aby nedošlo k ovlivnění indentace substrátem) metoda LAW dává srovnatelné výsledky s indentací.

8 Závěr

Cílem této práce bylo využít povrchové akustické vlny (SAW) pro měření elastických vlastností objemových materiálů a tenkých vrstev. Zejména určit pro které materiály je jejich využití vhodné a zjistit, jak tenké vrstvy lze spolehlivě měřit. Dále také charakterizovat anizotropní látky a změřit rychlost šíření SAW na monokrystalickém křemíku a srovnat naměřené výsledky s jinými metodami.

Použita byla metoda LAW, která využívá laserem indukované povrchové akustické vlny, ty se šíří v podpovrchové vrstvě materiálu, přičemž jejich amplituda klesá exponenciálně s hloubkou. V případě materiálů s tenkými vrstvami se tak část SAW šíří primárně ve vrstvě na povrchu a část energie proniká do substrátu. Díky tomu jsou vhodné pro charakterizaci elastických vlastností tenkých vrstev.

Z hlediska metody LAW jsou problematické zejména materiály s hrubozrnnou strukturou. Dochází v nich totiž k vysokému útlumu vln kvůli rozptylu na hranicích zrn. Vysoký útlum vln znamená nízkou amplitudu signálu a ta vede k vyššímu vlivu šumu na měření a při určité vzdálenosti už není vůbec možné SAW detekovat. Ze zkoumaných materiálů k vysokému útlumu vln docházelo zejména pro ocelové vzorky. Naopak k nejnižšímu útlumu vln docházelo ve skle. Pro sklo je však problémem jeho transparentnost pro použitou vlnovou délku laseru ($\lambda = 337 \text{ nm}$). Toto však lze jednoduše obejít nanesením tenké vrstvy hliníku, která laserové záření absorbuje a umožňuje tak měřit vlastnosti skla. Tímto způsobem je pomocí metody LAW možné měřit prakticky jakýkoliv transparentní substrát nebo tenkou vrstvu.

Metoda LAW byla úspěšně využita pro měření anizotropních materiálů. Vzhledem ke svému širokému využití v různých aplikacích a dostupnosti byl jako ideální modelový systém zvolen monokrystalický křemík. Jeho elastické vlastnosti byly popsány elastickými konstantami C_{11} , C_{12} a C_{44} , jejich hodnoty naměřené pomocí metody LAW se od tabulkových hodnot liší o méně než 1 %, využití povrchových akustických vln tedy umožňuje velmi přesné měření anizotropních materiálů. V průběhu práce bylo zjištěno, že metoda LAW je velmi citlivá na rozdíly mezi křemíkovými wafery vyrobenými různými výrobci. V tomto ohledu je zásadní zejména rozdíl mezi reálnou rovinou měřeného waferu a předpokládanou (nominální) rovinou, vliv může hrát i dopování.

Následně byla pro monokrystalický křemík naměřena rychlost šíření SAW vůči jakémukoliv směru. Rychlost šíření SAW je zásadní zejména pro různé technologické aplikace SAW, typickým příkladem mohou být systémy pro zpracování signálu využívané pro telekomunikaci. Naměřená rychlost šíření je výrazně ovlivněna směrem a perfektně koresponduje se symetrií krystalové mřížky. Rychlost šíření SAW byla velmi důkladně přeměřena pro krystalografickou rovinu Si(100). Na této rovině dochází v přechodové oblasti poblíž směru $\langle 110 \rangle$ ke skokové změně rychlosti SAW, protože se v ní šíří dva různé módy povrchových vln, v literatuře označované jako GSW (generalized surface waves) a PSW (pseudo surface wave). Oba druhy vln se podařilo oddělit a současně detekovat, což doposud nebylo v literatuře provedeno ať už s využitím kontaktní nebo optické detekce vln.

Ukázalo se, že metoda LAW je nenahraditelná technika zejména v případě charakterizace velmi tenkých vrstev. Ačkoliv pro to není tato technika primárně navržena, byla použita pro měření tloušťky tenkých vrstev a úspěšně srovnána s optickou referenční metodou. Velmi dobře lze metodu LAW využít pro měření Youngova modulu pružnosti tenkých vrstev. Pro vrstvy s tloušťkou nad 100 nm se výsledky shodují s výsledky z nanoindentace, a zatímco pro vrstvy s nižší tloušťkou byla nanoindentace silně ovlivněna substrátem, výsledky metody LAW byly dále konstantní. Například hodnota Youngova modulu pružnosti naměřená pomocí metody LAW pro nejtenčí 7 nm vrstvu SiO_x se od hodnoty pro vrstvu s tloušťkou 156 nm liší pouze o 16 %, vrstva s tloušťkou 34 nm se dokonce liší pouze o 1 %. Metoda LAW je tedy schopná velmi přesně měřit vrstvy s tloušťkou od desítek nm a mohla by pro měření takových vrstev nahradit nanoindentaci, která je v dnešní době jednou ze standardních metod.

Všechny vytyčené cíle této práce byly splněny. Metoda LAW byla srovnána s ostatními metodami, vyniká zejména vysokou opakovatelností a přesností měření. Je schopná měřit objemové materiály i tenké vrstvy s tloušťkou v řádu desítek nm z celé řady materiálů, problémem jsou zejména materiály s vysokým útlumem vln. Do budoucna by bylo zajímavé studovat absorpci laserového záření a následnou excitaci povrchových vln pro případ transparentní vrstvy na absorbujičím substrátu. Otázkou je zejména mechanismus interakce záření s látkou a mechanismus generace povrchových vln.

Seznam použitých symbolů a zkratek

GSW	obecné povrchové vlnění
LAW	laserem indukované (povrchové) akustické vlny
MEMS	mikro-elektro-mechanický systém
SAW	povrchové akustické vlny
SNR	poměr signálu ku šumu
STW	nejpomalejší příčné objemové vlnění
PSW	pseudo povrchové vlnění
(hkl)	krystalografická rovina
[hkl]	směr kolmý na rovinu (hkl)
<hkl>	směr ekvivalentní se směrem [hkl], rodina směrů
C	elastický koeficient (konstanta) tuhosti
d	tloušťka tenké vrstvy
E	Youngův modul pružnosti
f	frekvence
h	hloubka
h_{pen}	hloubka penetrace povrchových akustických vln do materiálu
i	imaginární jednotka
L_1, L_2	Lamého koeficienty
n_i	přirozené číslo, konstanta
P	zatížení
S	elastický koeficient (konstanta) poddajnosti
t	čas
$u_i(t)$	signál z osciloskopu (napětí)
$U_i(f)$	Fourierova transformace signálu $u_i(t)$
v	fázová rychlost
x	měřicí vzdálenost ($x = x_2 - x_1$)
x_i	vzdálenost mezi linií excitace a místem detekce SAW
ε	deformace
Φ_i	fázové posunutí
λ	vlnová délka
ν	Poissonovo číslo
π	Ludolfovo číslo
ρ	hustota
σ	mechanické napětí

Použitá literatura a zdroje

- [1] LEISURE, R. Acoustic Waves in Solids. In *Ultrasonic Spectroscopy: Applications in Condensed Matter Physics and Materials Science*, 2017, 56-93. Cambridge University Press. doi:10.1017/9781316658901.004
- [2] CALIENDO, Cinzia. Theoretical Analysis of SAW Propagation in 3C-SiC/c-AlN. *Crystals*, 2016, 6.3: 25. doi:10.3390/cryst6030025
- [3] ZHAO, Zhu; ZENG, Rong-Sheng. The P and S wave velocity structures of the crust and upper mantle beneath Tibetan Plateau. *Acta Seismologica Sinica*, 1993, 6.2: 299-304. doi: 10.1007/BF02650942
- [4] GREENWOOD, Margaret Stautberg; BAMBERGER, Judith Ann. Measurement of viscosity and shear wave velocity of a liquid or slurry for on-line process control. *Ultrasonics*, 2002, 39.9: 623-630. doi:10.1016/s0041-624x(02)00372-4
- [5] RAYLEIGH, Lord. *London Math. Soc. Proc.* 17, 1887, 14.
- [6] SCHNEIDER, Dieter, et al. Quality control of ultra-thin and super-hard coatings by laser-acoustics. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 153.2-3: 252-260. doi: 10.1016/S0257-8972(01)01664-4
- [7] HESS, Peter. Surface acoustic waves in materials science. *Physics Today*, 2002, 55.3: 42-47. doi: 10.1063/1.1472393
- [8] BO, Liu, et al. Surface acoustic wave devices for sensor applications. *Journal of Semiconductors*, 2016, 37.2: 021001. doi: 10.1088/1674-4926/37/2/021001
- [9] DELSING, Per, et al. The 2019 surface acoustic waves roadmap. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2019, 52.35: 353001. doi: 10.1088/1361-6463/ab1b04
- [10] MAMISHEV, Alexander V., et al. Interdigital sensors and transducers. *Proceedings of the IEEE*, 2004, 92.5: 808-845. doi:10.1109/JPROC.2004.826603
- [11] LEE, R. E.; WHITE, Ro M. Excitation of surface elastic waves by transient surface heating. *Applied Physics Letters*, 1968, 12.1: 12-14. doi: 10.1063/1.1651832
- [12] COUFAL, Hans, et al. Precision measurement of the surface acoustic wave velocity on silicon single crystals using optical excitation and detection. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 1994, 95.2: 1158-1160. doi: 10.1121/1.408473
- [13] AUSSEL, J.-D.; MONCHALIN, J.-P. Precision laser-ultrasonic velocity measurement and elastic constant determination. *Ultrasonics*, 1989, 27.3: 165-177. doi: 10.1016/0041-624X(89)90059-0

- [14] HESS, Peter; LOMONOSOV, Alexey M.; MAYER, Andreas P. Laser-based linear and nonlinear guided elastic waves at surfaces (2D) and wedges (1D). *Ultrasonics*, 2014, 54.1: 39-55. doi: 10.1016/j.ultras.2013.05.013
- [15] KIM, Jongbeom; JHANG, Kyoung-Young. Non-contact measurement of elastic modulus by using laser ultrasound. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 2015, 16.5: 905-909. doi: 10.1007/s12541-015-0118-x
- [16] SCHNEIDER, Dieter; SCHWARZ, Thomas. A photoacoustic method for characterising thin films. *Surface and Coatings Technology*, 1997, 91.1-2: 136-146. doi: 10.1016/S0257-8972(96)03147-7
- [17] SCHNEIDER, Dieter, et al. Non-destructive evaluation of diamond and diamond-like carbon films by laser induced surface acoustic waves. *Thin Solid Films*, 1997, 295.1-2: 107-116. doi: 10.1016/S0040-6090(96)09163-8
- [18] BERGMANN, Ludwig, et al. *Ultrasonics and their scientific and technical applications*. 1938.
- [19] PAEHLER, Dietmar; SCHNEIDER, Dieter; HERBEN, Maurice. Nondestructive characterization of sub-surface damage in rotational ground silicon wafers by laser acoustics. *Microelectronic Engineering*, 2007, 84.2: 340-354. doi: 10.1016/j.mee.2006.11.001
- [20] SCHNEIDER, Dieter, et al. Quality control of ultra-thin and super-hard coatings by laser-acoustics. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 153.2-3: 252-260. doi: 10.1016/S0257-8972(01)01664-4
- [21] FORREST, J. A.; DALNOKI-VERESS, K.; DUTCHER, J. R. Brillouin light scattering studies of the mechanical properties of thin freely standing polystyrene films. *Physical Review E*, 1998, 58.5: 6109. doi: 10.1103/PhysRevE.58.6109
- [22] OLIVER, Warren Carl; PHARR, George Mathews. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 1992, 7.6: 1564-1583. doi: 10.1557/JMR.1992.1564
- [23] OLIVER, Warren C.; PHARR, Georges M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of materials research*, 2004, 19.1: 3-20. doi: 10.1557/jmr.2004.0002
- [24] FISCHER-CRIPPS, Anthony C.; NICHOLSON, D. W. Nanoindentation. *Mechanical engineering series. Appl. Mech. Rev.*, 2004, 57.2: B12-B12. doi: 10.1115/1.1704625

- [25] HEYWANG, W.; ZAININGER, K. H. Silicon: the semiconductor material. In: Silicon. Springer, Berlin, Heidelberg, 2004. p. 25-42. doi: 10.1007/978-3-662-09897-4_2
- [26] TILLI, Markku, et al. (ed.). Handbook of silicon based MEMS materials and technologies. Elsevier, 2020. doi: 10.1016/C2009-0-19030-X
- [27] PICEK, Roman. Měření mechanických vlastností tenkých vrstev a povrchových struktur. 2012.
- [28] ZHANG, Lin, et al. Anisotropic elasticity of silicon and its application to the modelling of X-ray optics. *Journal of synchrotron radiation*, 2014, 21.3: 507-517. doi: 10.1107/S1600577514004962
- [29] HOPCROFT, Matthew A.; NIX, William D.; KENNY, Thomas W. What is the Young's Modulus of Silicon? *Journal of microelectromechanical systems*, 2010, 19.2: 229-238. doi: 10.1109/JMEMS.2009.2039697
- [30] KIM, Jongpal; CHO, Dong-il Dan; MULLER, Richard S. Why is (111) silicon a better mechanical material for MEMS? In: *Transducers' 01 Eurosensors XV*. Springer, Berlin, Heidelberg, 2001. p. 662-665. doi: 10.1007/978-3-642-59497-7_157
- [31] GIURGIUTIU, Victor. *Structural Health Monitoring of Aerospace Composites*, 2016, 25-65. doi: 10.1016/C2012-0-07213-4
- [32] LOLLA, Dinesh, et al. Fabrication, polarization of electrospun polyvinylidene fluoride electret fibers and effect on capturing nanoscale solid aerosols. *Materials*, 2016, 9.8: 671. doi:10.3390/ma9080671
- [33] ZENG, Fei, et al. Ultrasonic attenuation due to grain boundary scattering in pure niobium. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 2010, 29.2: 93-103. doi: 10.1007/s10921-010-0068-2
- [34] LEE, Y. T.; WELSCH, G. Young's modulus and damping of Ti6Al4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration. *Materials Science and Engineering: A*, 1990, 128.1: 77-89. doi: 10.1016/0921-5093(90)90097-M
- [35] Präzisions Glas & Optik GmbH, B270 glass, [online]. [cit. 2020-08-05]. Dostupné z: <https://www.pgo-online.com/intl/B270.html>
- [36] MAKISHIMA, Akio; MACKENZIE, John D. Direct calculation of Young's modulus of glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1973, 12.1: 35-45. doi: 10.1016/0022-3093(73)90053-7
- [37] ROLLINS JR, Fred R.; LIM, T. C.; FARNELL, G. W. Ultrasonic reflectivity and surface wave phenomena on surfaces of copper single crystals. *Applied Physics Letters*, 1968, 12.7: 236-238. doi: 10.1063/1.1651971

- [38] LIM, Teong C.; FARNELL, G. W. Search for Forbidden Directions of Elastic Surface-Wave Propagation in Anisotropic Crystals. *Journal of Applied Physics*, 1968, 39.9: 4319-4325. doi: 10.1063/1.1656967
- [39] FILIPOVIC, Lado. Topography simulation of novel processing techniques. na, 2012.
- [40] Material: Silicon Dioxide (SiO₂), film [online]. [cit. 2020-08-05]. Dostupné z: <http://www.memsnet.org/material/silicondioxidesio2film/>
- [41] MORITA, M., et al. Growth of native oxide on a silicon surface. *Journal of Applied Physics*, 1990, 68.3: 1272-1281. doi: 10.1063/1.347181
- [42] SIGMON, T. W., et al. Stoichiometry of thin silicon oxide layers on silicon. *Applied Physics Letters*, 1974, 24.3: 105-107. doi: 10.1063/1.1655112
- [43] KIM, Byung-Hyun, et al. Effects of suboxide layers on the electronic properties of Si (100)/SiO₂ interfaces: Atomistic multi-scale approach. *Journal of Applied Physics*, 2013, 113.7: 073705. doi: 10.1063/1.4791706
- [44] LEE, Seonwook; KIM, Yun Young; CHO, Younho. A Comparative Study on the Elastic Characteristics of an Aluminum Thin-Film Using Laser Optical Measurement Techniques. *Coatings*, 2017, 7.9: 143. doi : 10.3390/coatings7090143
- [45] CHINMULGUND, M.; INTURI, Rama B.; BARNARD, John A. Effect of Ar gas pressure on growth, structure, and mechanical properties of sputtered Ti, Al, TiAl, and Ti₃Al films. *Thin solid films*, 1995, 270.1-2: 260-263. doi: 10.1016/0040-6090(95)06990-9
- [46] TSUCHIYA, Toshiyuki; HIRATA, Masakazu; CHIBA, Norio. Young's modulus, fracture strain, and tensile strength of sputtered titanium thin films. *Thin Solid Films*, 2005, 484.1-2: 245-250. doi: 10.1016/j.tsf.2005.02.024
- [47] FIRSTOV, S., et al. Effect of small concentrations of oxygen and nitrogen on the structure and mechanical properties of sputtered titanium films. *Surface and Coatings Technology*, 2012, 206.17: 3580-3585. doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.02.039
- [48] SCHNEIDER, D.; TUCKER, M. D. Non-destructive characterization and evaluation of thin films by laser-induced ultrasonic surface waves. *Thin Solid Films*, 1996, 290: 305-311. doi: 10.1016/s0040-6090(96)09029-3